



Деформация и разрушение материалов №1 за 2009

Содержание номера

Физические основы прочности и пластичности

- Структура и механические свойства железа после поверхностной интенсивной пластической деформации трением. I. Особенности формирования структуры
Юркова А. И., Мильман Ю. В., Бякова А. В. 2

Механизмы упрочнения и особенности стадийности деформации поликристаллов с нанозерном

Конева Н. А., Козлов Э. В., Тришкина Л. И., Жданов А. Н. 12

Структура и свойства деформированного состояния

- Влияние интенсивной пластической деформации на фазовые и структурные превращения и механические свойства метастабильных аустенитных сплавов системы Ni-Ti
Куранова Н. Н., Пушин В. Г., Уксусников А. Н., Юрченко Л. И., Гундеров Д. В., Валиев Р. З. 16

Механика деформации и разрушения

- Расчет энергии разрушения двухфазного композита матричной структуры
Попов А. Ю., Чорнобук С. В., Макара В. А. 21
- Моделирование процесса осадки заготовок из инструменальной стали в состоянии сверхпластичности
Селедкин Е. М., Кузовлева О. В., Гвоздев А. Е., Стариков Н. Е., Моисеев В. В., Пустовгар А. С. 28

Перспективные материалы и технологии

- Сопротивление хрупкому разрушению и работоспособность аустенитных сталей для изделий криогенной техники
Солнцев Ю. П., Маликов С. О., Ермаков Б. С. 34
- Эволюция субструктуры электроискровых покрытий и в процессе поверхностной пластической деформации
Михайлюк А. И., Житару Р. П. 39

Диагностика и методы механических испытаний

- Применение спектрального анализа сигналов акустической эмиссии для оценки состояния стали 20
Мерсон Д. Л., Черняева Е. В., Мещеряков Д. Е. 44

УДК 669–175.2:539.401

Структура и механические свойства железа после поверхностной интенсивной пластической деформации трением. I. Особенности формирования структуры

А.И. Юркова^{1,2)}, Ю.В.Мильман²⁾, А.В. Бякова^{1,2)}

¹⁾ Национальный технический университет Украины “Киевский политехнический институт”, Украина, 03056, Киев; yurkova@list.ru

²⁾ Институт проблем материаловедения НАН Украины, Украина, 03680, Киев; milman@ipms.kiev.ua; byakova@mail.ru

На основании экспериментальных результатов, полученных методом интенсивной пластической деформации трением на армко-железе, показано, что эффективное измельчение зеренной структуры возможно в температурном интервале теплой и горячей деформации, причем формирование нанокристаллической структуры возможно только в условиях динамической рекристаллизации-при горячей деформации, что обеспечивается разнонаправленной деформацией со скоростью выше 10^2 с^{-1} .

Ключевые слова: железо, интенсивная пластическая деформация (ИПД), трение, нанокристаллическая структура, горячая деформация, динамическая рекристаллизация

Structure and Mechanical Properties of Iron Resulted from Surface Severe Plastic Deformation by Friction: I. Structural Features.

A.I. Yurkova, Yu.V. Milman, A.V. Byakova

The present study confirmed that severe plastic deformation caused by friction (SPDF), induced the deformation-structure, which includes section of nano-sized grains and that of submicro-sized grains, was formed at the top surface of pure Fe sample. As a common deformation condition to produce nanocrystalline structure a multidirectional deformation (compression with shear) with a high strain rates ($\dot{\epsilon} > 10^2 \text{ s}^{-1}$) and, probably large strains ($\epsilon > 10$) are necessary in dynamic recrystallization condition at hot working temperature.

Введение

Известно, что пластическая деформация металлов может приводить к измельчению зеренной структуры. По уровню дисперсности и степени разориентации элементов структуры известные способы пластической деформации можно объединить в три группы. К первой группе относятся традиционные способы деформации (прокатка, экструзия, ковка, волочение), которые приводят к уменьшению поперечного сечения заготовки. Эти способы позволяют получать в интервале температур теплой пластической деформации микронные зерна, в которых разориентированные ячейки выполняют роль границ зерен [1, 2]. Размеры отдельных ячеек в зависимости от условий деформации могут варьироваться в широких пределах (от нескольких мкм до 0,2 мкм) [1, 2]. Во вторую группу входят способы объемной интенсивной пластической деформации (ИПД) [3, 4, 5], обеспечивающие измельчение исходной зеренной структуры до субмикронных зерен (до 120-200 нм) с высокоугловыми границами деформационного происхождения. Примерами способов, позволяющих сформировать такую структуру, являются равноканальное угловое прессование (РКУП), винтовая экструзия и всесторонняя ковка. Наиболее распространенным способом ИПД является РКУП. При РКУП и винтовой экструзии деформация массивных образцов реализуется преимущественно сдвигом без изменения поперечного сечения образца. Это дает возможность для многократного повторного деформирования и обеспечивает накопление высокой степени деформации. Именно возможность достижения высокой степени деформации является основным преимуществом РКУП и винтовой экструзии над способами первой группы. Третья группа включает способы ИПД, которые обеспечивают

формирование наноразмерных зерен (меньше 100 нм) с высокоугловыми границами. К ним относится кручение под высоким давлением, а также способы поверхностной ИПД [6] (размол в шаровой мельнице [7], обработка дробью [8], высокоскоростное трение и сверление, силовое резание [6]). В этих методах получение наноразмерных зерен, как нам представляется, обусловлено ИПД в сочетании с динамической рекристаллизацией.

Одним из перспективных способов высокоэнергетического механического воздействия для получения мелкодисперсных материалов может быть поверхностная интенсивная пластическая деформация трением (ИПДТ) [9]. Практическое применение такой обработки сдерживается недостатком данных о закономерностях структурных изменений в указанных условиях.

Целью работы является изучение особенностей формирования мелкодисперсных структур (включая наноструктуру) на поверхности железа, как основы сталей, в процессе ИПДТ и обсуждение на этой основе общих закономерностей формирования нанокристаллической структуры при ИПД.

Материал и методика исследования

Для исследований использовали образцы цилиндрической формы (диаметр 8 мм, высота 50 мм) из армко-железа с содержанием углерода не более 0,03 мас.%. Образцы отжигали в вакуумной печи при температуре 1273К в течение 3 часов для снятия напряжений после механической обработки и получения однородной структуры с размером зерен 80-100 мкм. Отожженные образцы подвергали ИПДТ.

Образцы нагревались до заданной температуры за счет энергии трения между контактирующими поверхностями образца, вращающегося со скоростью 6000 об/мин, и прижимаемых к его поверхности пластин из твердого сплава (контртела) [9, 10] (рис. 1). Как следствие, периодически повторяющееся контактирование участков цилиндрической поверхности образца и контртела, приводило к интенсивной пластической деформации (сжатие со сдвигом) поверхностных слоев образца.

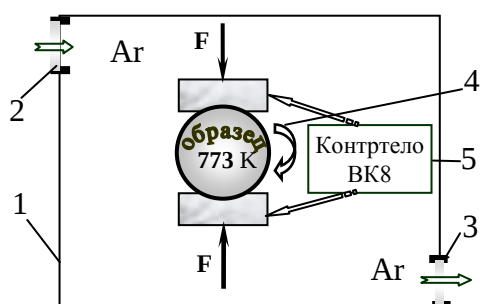


Рис. 1. Схема способа интенсивной пластической деформации трением (ИПДТ): 1 – камера; 2 – система подачи газа и контроля давления; 3 – система вывода газа; 4 – система вращения образца; 5 – контртело (две твердосплавные пластины (сплав ВК8), прижимаемые к поверхности образца)

Обработку проводили в среде аргона в течение 1 часа при температуре 773К, которая контролировалась хромель-алюмелевой термопарой. Эта температура и время обработки были выбраны экспериментально, как оптимальные для более эффективного измельчения зеренной структуры армко-железа. Отметим, что уменьшение диаметра образца в процессе трения было незначительным и составляло не более 0,1 мкм.

Структуру и фазовый состав образцов после ИПДТ изучали методами оптической микроскопии (ОМ) на микроскопе Neophot–21 (разрешение 0,4 мкм), рентгеноструктурного анализа (РСА) на рентгеновском дифрактометре ДРОН-4.13 (20кВ; 10 мА) в характеристическом излучении железного анода, сканирующей (СЭМ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ).

При исследовании структуры в электронном микроскопе JEM–CX (125кВ) использовали методы светопольного изображения, темнопольного изображения и микродифракции. Размер зерен в наноструктурном слое определяли в темнопольном изображении как среднее значение диаметра зерен. Распределение разориентировок границ зерен изучали в сканирующем микроскопе FZJ-IWV 2004 (детектор BSE) методом дифракции обратно рассеянного электронного пучка (EBSD) [11] с использованием ориентационной системы изображений.

Средний размер d областей когерентного рассеяния (ОКР) и «кажущуюся» плотность дислокаций ρ определяли на различном расстоянии от обработанной ИПДТ поверхности при

послойном рентгеноструктурном анализе, снимая слой за слоем электрохимическим травлением, по физическому уширению профиля дифракционных максимумов методом аппроксимации с использованием 2-х максимумов в соответствии с методиками, изложенными в работах [12-15].

Результаты эксперимента. Структура поверхностных слоев после интенсивной пластической деформации трением

Микроструктура поперечного сечения образцов после ИПДТ представлена на рис. 2 а. По размеру элементов структуры можно выделить 4 различных участка деформированного трением слоя железа. В областях, примыкающих к самой поверхности (участки 1 и 2), границы зёрен методами оптической микроскопии (ОМ) не выявляются. Высокая степень травимости этих участков является следствием значительной дисперсности их структуры и может использоваться как метод выявления в их объеме субмикро- и наноразмерных кристаллитов. Высокодисперсные равноосные зерна в зоне обработки материала обнаруживаются методом ОМ только на некотором удалении от поверхности (участок 3). С увеличением расстояния от поверхности размер этих зерен увеличивается от 1 до 5 мкм. Наконец, участок 4, прилегающий к недеформированной основе, состоит из измельченных вытянутых фрагментов зерен, расположенных под наклоном к цилиндрической поверхности, с поперечным размером около 3-5 мкм, который увеличивается с увеличением расстояния от поверхности и имеет явно выраженную морфологическую текстуру.

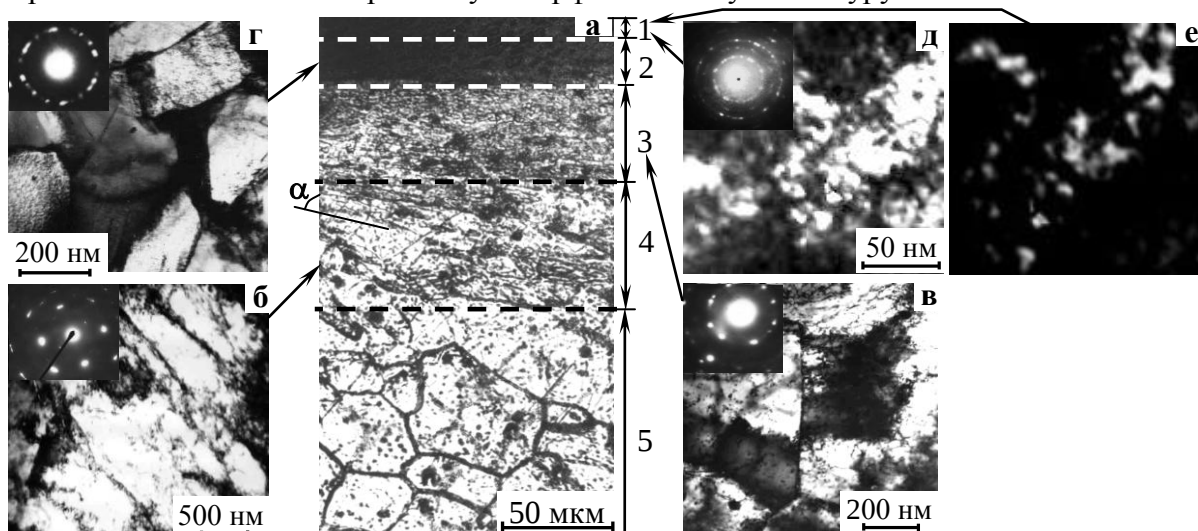


Рис. 2. Структура армко-железа после ИПДТ: а – в оптическом микроскопе: участки диспергированного слоя: 1 – наноструктурный; 2 – субмикронные зерна; 3 – микрокристаллический с равноосными зернами; 4 – микрокристаллический с морфологической текстурой; 5 – недеформированная основа; б-д – электронно-микроскопические снимки (в светлом поле) и картина микродифракции участков диспергированного слоя, указанных стрелками; е – в темном поле, в рефлексе $(110)_\alpha$

Исследования в ПЭМ показали, что в наклонных вытянутых зернах, прилегающих к недеформированной основе, при ИПДТ формируется субструктура ячеистого типа (рис. 2 б). Размер ячеек уменьшается от 1 мкм в вытянутых зернах до 0,2–0,4 мкм в равноосных зернах. Их форма также изменяется от пластинчатой (рис. 2 б) до равноосной (рис. 2 в), по мере приближения к поверхности. С помощью ПЭМ удалось исследовать структуру не разрешаемых в ОМ самых поверхностных слоев с высокой степенью травимости, в которых зерна исходной структуры дробятся до субмикронных и наноразмерных (рис. 2 г, д, е). На картинах микродифракции, снятых с участков фольги площадью около $0,5 \text{ мкм}^2$, наблюдаются многочисленные точечные рефлексы, равномерно расположенные по дифракционным кольцам (рис. 2 д). Подобный вид электронограмм типичен для многих мелкодисперсных и разориентированных структур, полученных методами ИПД, и указывает на формирование структуры зеренного типа, имеющей высокоугловые границы зерен [1, 3, 16-18]. Все рефлексы на электронограммах принадлежат ОЦК-железу, других фаз не

обнаружено. Результаты электронномикроскопических исследований образцов после ИПДТ (светлопольные и темнопольные снимки на рис. 2 д, е) показали, что в поверхностном слое средний размер зерен составляет примерно 20 нм.

Формирование структуры зеренного типа при ИПДТ подтверждается исследованиями методом дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) в СЭМ (рис. 3). Распределение разориентировок границ кристаллитов, установленное методом EBSD с использованием ориентационной системы изображений, показало, что они являются преимущественно высокоугловыми (рис. 3 б, в).

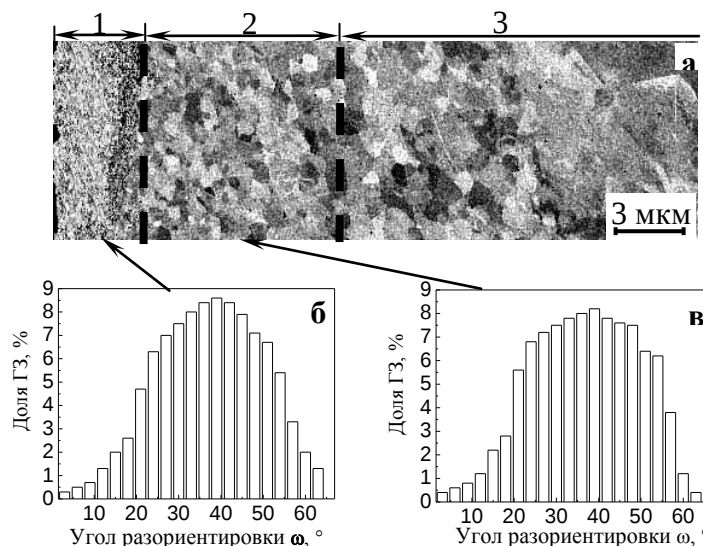


Рис. 3. а – структура железа после ИПДТ, наблюдаемая в сканирующем электронном микроскопе методом EBSD (дифракции обраторассеянных электронов). Участки диспергированного слоя: 1 – наноструктурный; 2 – субмикроструктурный; 3 – микрокристаллический; б, в – распределение углов разориентации границ зерен

Рентгеновская дифракционная картина исходных крупнокристаллических (КК) образцов и образцов после ИПДТ характеризуется одинаковым набором максимумов интенсивности α -железа (рис. 4). Сравнительный анализ общего вида дифрактограмм исходных КК образцов и образцов после ИПДТ показал значительное уширение и меньшую высоту максимумов после ИПДТ по сравнению с КК состоянием, что является наиболее важной чертой рентгенограмм наноструктурных материалов [3, 6, 8, 12, 16].

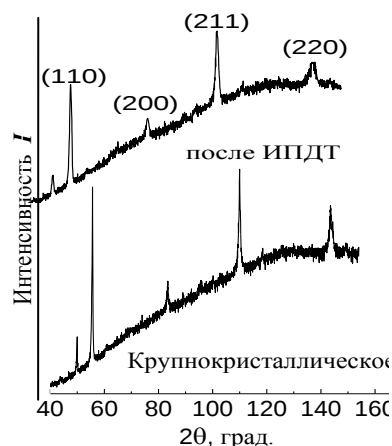


Рис. 4. Дифрактограммы, снятые с поверхности образца армко-железа в исходном крупнокристаллическом состоянии и после ИПДТ

Уширение максимумов, связанное с уменьшением размеров зеренной и блочной структуры, становится заметным при их величине менее 150 нм [12, 13]. С другой стороны, в результате ИПДТ должно иметь место деформационное уширение дифракционных максимумов, которое связано с нарушением периодичности, то есть с дефектами кристаллической решетки. Таким образом, обнаруженные изменения в дифракционной картине связаны с диспергированием зеренной структуры и с увеличением плотности дислокаций при деформации поверхности трением.

В табл. 1 приведены результаты оценочного определения среднего размера ОКР и «кажущейся» плотности дислокаций (рис. 5) по физическому уширению рентгеновских дифракционных линий по толщине поверхностного слоя железа после ИПДТ. С учетом длины волны $\text{Fe } K_{\alpha}$ излучения и толщины слоя ее половинного ослабления в железе

полученные оценочные данные по размеру ОКР и плотности дислокаций являются усредненными по толщине 2-3 мкм. Анализ физического уширения профиля показал, что на поверхности средний эффективный размер ОКР рентгеновских лучей составил ≈ 13 нм (что соответствует размеру зерна 20 нм), а «кажущаяся» плотность дислокаций – $8,9 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$. Полученные оценочные значения размера ОКР и «кажущейся» плотности дислокаций ρ соответствуют аналогичным данным для порошкового железа, размолотого в шаровой мельнице [19], а также для поверхности железной пластины, обработанной дробью [8].

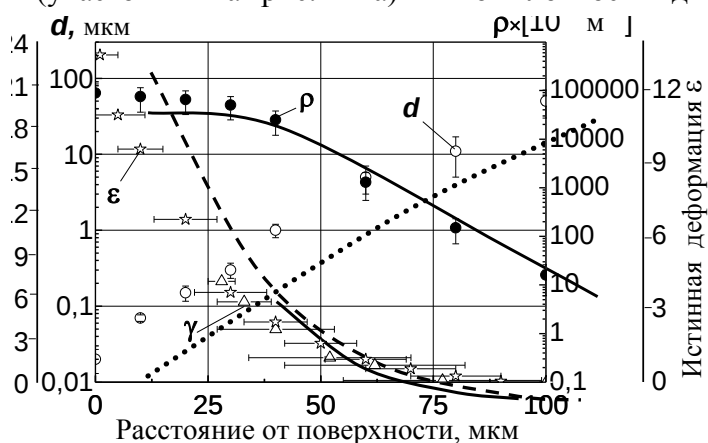
Таблица 1. . Изменение размера ОКР и «кажущейся» плотности дислокаций по толщине поверхностного слоя армко-железа после ИПД трением в аргоне

Расстояние от поверхности, мкм	Размер ОКР d , нм	Плотность дислокаций ρ , м^{-2}
0	13	$8,9 \cdot 10^{15}$
10	23	$7,5 \cdot 10^{15}$
20	37	$6,5 \cdot 10^{15}$
30	70	$4,5 \cdot 10^{15}$
40	112	$2,5 \cdot 10^{15}$
50	146	$8,5 \cdot 10^{14}$
60	—	$5 \cdot 10^{14}$
Недеформированная основа	—	10^{11}

недеформированной основы.

Процесс деформационного диспергирования зеренной структуры и предел деформационного измельчения или минимальный размер зерна d^* зависят от химического состава материала, температуры, степени и скорости деформации. Учитывая, что ИПД происходит при постоянной температуре, очевидно, что основными регулирующими факторами являются скорость и степень деформации.

Степень деформации в поверхностном слое после ИПДТ (рис. 5) определяли по структурным признакам деформации, используя 2 подхода – по углу разворота зерен α определяли сдвиговую деформацию $\gamma = \tan \alpha$ [20] в участке слоя с морфологической текстурой (участок 4 на рис. 2 а) и по плотности дислокаций с использованием соотношения

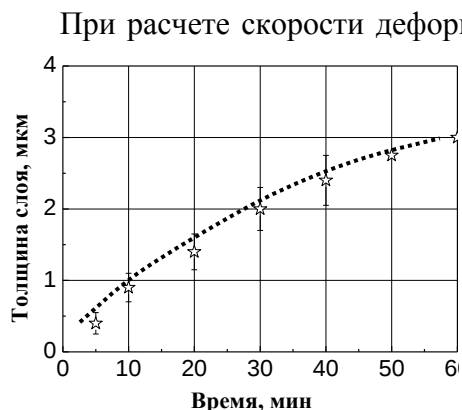


$\rho = 1,87 \cdot 10^{15} \varepsilon^{0,6}$, приведенного в работе [19] для α -железа после размолота в шаровой мельнице, оценивали истинную деформацию ε во всех структурных участках.

Рис. 5. Изменение сдвиговой деформации γ , истинной деформации ε , размера зерна d и «кажущейся» плотности дислокаций ρ по толщине поверхностного слоя армко-железа после ИПДТ

Для участка 4 слоя с морфологической текстурой (рис. 2 а) значения истинной деформации ε , рассчитанные по плотности дислокаций, находятся в хорошем соответствии со значениями ε , определенными по сдвиговой деформации γ с учетом критерия Мизеса (рис. 5), однако, определить истинную деформацию по наклону зерен было возможно только в слое с морфологической текстурой. С учетом этого, в нано-, субмикро- и частично микрокристаллическом участках слоя, в которых морфологическая текстура металлографически не выявляется, значения степени истинной деформации ε оценивали

только по плотности дислокаций. При такой оценке степень истинной деформации на поверхности, где плотность дислокаций составляет $8,9 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$, достигает $e = 13,5$ (рис. 5). Из результатов настоящего исследования следует, что для измельчения зеренной структуры железа до наноразмеров ($\leq 100 \text{ нм}$) в процессе ИПДТ необходима истинная деформация $e \geq 10$.



При расчете скорости деформации обычно используют не истинную деформацию e , а условную деформацию ϵ : $e = \ln(1 + \epsilon)$. Формирование наноструктуры на поверхности образцов в проведенных экспериментах наблюдалось уже через 5 мин (рис. 6). Поэтому максимальную скорость деформации оценивали как $\dot{\epsilon} = \epsilon_{\max}/300 = 2,4 \cdot 10^3 \text{ с}^{-1}$.

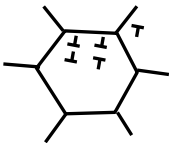
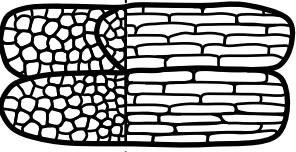
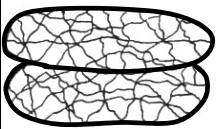
Рис. 6. Изменение толщины нанокристаллического слоя на поверхности железа при ИПДТ в зависимости от времени обработки

Обсуждение результатов

В литературе, посвященной обработке металлов давлением, наибольшее внимание уделяется влиянию температуры деформации на структуру металла и его механические свойства при одинаковой степени деформации. Обычно, при обработке давлением различают температурные интервалы горячей, теплой и холодной деформации [21, 22-24]. Наиболее удобно исследовать особенности пластической деформации в различных температурных интервалах на ОЦК-металлах, в которых отсутствуют полиморфные модификации и фазовые превращения во всем изучаемом температурном интервале (например, Сг и Мо). В ОЦК-металлах имеются все три указанных выше температурных интервала, тогда как в ГЦК-металлах обычно интервал холодной деформации отсутствует и по структурным признакам даже при криогенных температурах в них наблюдается механизм теплой деформации [23].

Особенности структуры, формирующейся в различных температурных интервалах деформации представлены в табл. 2. В этой таблице используются представления о характеристической температуре деформации T^* (температура, ниже которой напряжение Пайерлса-Наббро становится существенным и наблюдается резкий рост предела текучести σ_s [1, 2, 23]), а также значение температуры рекристаллизации T_p . Эти температуры являются естественными границами, которые позволяют выделить температурные интервалы холодной, теплой и горячей деформации.

Таблица 2. Схема формирования зеренной структуры и дислокационной субструктуры в разных температурных интервалах при пластической деформации

Характер деформации	Горячая		Теплая	Холодная
	Квазистатическая рекристаллизация	Динамическая рекристаллизация		
Температура деформации	$T > T_p$	$T = T_{\text{д.р.}}$ при данных условиях деформации	$T^* < T < T_p$	$T < T^*$
Структура	равноосные зерна с низкой плотностью дислокаций $\rho < 10^{10} \div 10^{12} \text{ м}^{-2}$ 	равноосные дисперсные зерна с размером $d = kZ^{-m}$, возможно формирование нанокристаллической структуры 	неравноосные зерна, ячеистая дислокационная структура $T > 0,8T_p$ — динамический возврат $T < 0,8T_p$ — динамический возврат  равноосные ячейки, субмикронные зерна неравноосные ячейки	неравноосная зеренная структура, хаотически распределенные дислокации $\rho > 10^{13} \div 10^{14} \text{ м}^{-2}$ 

Горячую деформацию проводят выше температуры рекристаллизации металла, что обеспечивает получение равноосной зеренной структуры с низкой плотностью дислокаций, низким уровнем внутренних напряжений и высокой пластичностью. Горячая деформация часто используется для первичной обработки давлением литого металла.

При теплой и холодной деформации рекристаллизация не происходит, и после такой деформации зерна вытягиваются в направлении деформации и изменяют свою форму также как весь образец в соответствии с принципом Тейлора и Поляни [25]. Характер формирующейся дислокационной субструктуры оказывается существенно различным выше и ниже T^* . При холодной деформации ($T < T^*$) типичным является хаотическое распределение дислокаций внутри зерен (табл. 2), полигонизация практически отсутствует, деформационное упрочнение оказывается очень сильным, а пластичность до разрушения очень низкой. Само же разрушение носит обычно хрупкий характер.

В то же время при теплой деформации ($T^* < T < T_p$) формируются дислокационные субграницы с участием как трансляционных, так и поворотных мод деформации [2, 25-28] по достижении некоторой критической степени деформации ϵ_c формируется ячеистая дислокационная субструктура. Разориентация дислокационных ячеек существенно возрастает с ростом степени деформации [1, 27] и при определенной разориентации соседних ячеек θ_c субграницы становятся непрозрачными для скользящих дислокаций, т.е. начинают играть роль границ зерен. По оценке [1] $\theta_c \approx 4^\circ$ для тугоплавких ОЦК-металлов, при этом θ_c зависит от типа границы. Таким образом, формирование дислокационной субструктуры может привести к созданию сверхмелкозернистого материала с размером ячейки равным эффективному размеру зерна $d_{эф} \approx 1$ мкм или даже субмикронного размера. В табл. 2 показано, что равноосная ячеистая структура формируется только в верхней части температурного интервала теплой деформации, при $T > 0,8T_p$. При более низких температурах дислокационные ячейки вытянуты вдоль направления деформации, что облегчает развитие интеркристаллитной трещины.

Анализ результатов, полученных при РКУП [3, 4] и винтовой экструзии [5] показывает, что мелкозернистую структуру при этих методах деформации получают именно в интервале теплой деформации, но за счет больших суммарных степеней деформации размеры зерен удается снизить до 150-120 нм. Поскольку при этом зерна (фрагменты) получают деформационным путем, возможно сохранение значительных внутренних напряжений в границах зерен. Наибольшую пластичность при теплой деформации получают при условии, что температура деформации близка к температуре рекристаллизации $T > 0,95T_p$ [29]. В этом случае существенен и процесс динамического возврата, являющийся, в частности, ответственным за получение равноосных ячеек, которые при значительной разориентации выполняют роль границ зерен. Вероятно, необходимость проведения обработки в верхней области интервала теплой деформации для получения равноосных зерен (ячеек) с достаточной пластичностью при участии процесса динамического возврата делает невозможным дальнейшее снижение размера зерен в этом температурном интервале.

При горячей деформации рекристаллизация может протекать непосредственно в процессе формоизменения (динамическая рекристаллизация), а также при подогреве материала между обжатиями (статическая рекристаллизация). Динамическая рекристаллизация характерна для больших одноразовых обжатий, например, при деформации экструзией. Статическая рекристаллизация наблюдается, например, при горячей прокатке с небольшими обжатиями и промежуточными подогревами. Динамическая рекристаллизация предпочтительна, так как в результате ее протекания в материале формируется более мелкое зерно, чем при статической рекристаллизации, и обеспечивается повышенная пластичность в процессе горячей деформации.

Методика получения мелкого зерна путем динамической рекристаллизации была разработана в 70-х годах прошлого столетия. Эта технология была применена для получения микронных размеров (1-5 мкм) зерен в сталях [21, 30].

Физическая теория измельчения зерен при динамической рекристаллизации [31, 32] базируется на применении параметра Зинера-Холломона Z , который определяется в соответствии с уравнением $Z = \dot{\epsilon} \exp \frac{Q}{RT}$, где $\dot{\epsilon}$ – скорость деформации; T – температура деформации; Q – энергия активации (254 кДж/моль) миграции границ зерен близкая к энергии активации самодиффузии атомов железа; R – газовая постоянная (8,31 Дж/моль·К). Скорость деформации характеризует скорость накопления дефектов, температура и энергия активации характеризуют скорость возврата свойств.

В соответствии с работами [31, 32] размер зерна d при динамической рекристаллизации определяется по полуэмпирическому соотношению:

$$d[\text{мкм}] = kZ^{-m} \quad (1)$$

где d – размер зерна, мкм; Z – параметр Зинера-Холломона, учитывающий совместное влияние температуры и скорости деформации; k – коэффициент; m – показатель степени.

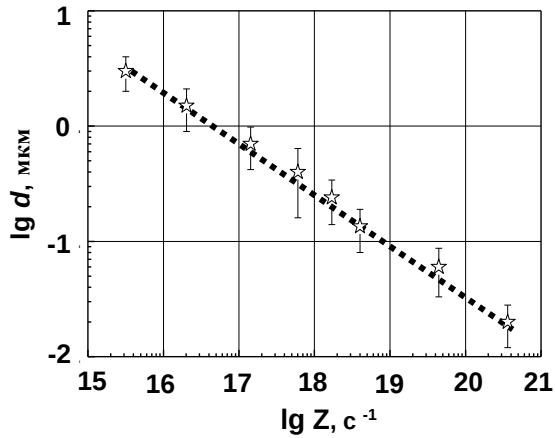
Как следует из приведенного уравнения для получения мелкого зерна необходимо увеличивать параметр Z , что обеспечивается увеличением скорости деформации $\dot{\epsilon}$. Увеличение $\dot{\epsilon}$ приводит к снижению температуры динамической рекристаллизации, что позволяет снизить температуру деформации.

В работах по изучению процесса диспергирования зеренной структуры в процессе ИПД уже подчеркивалась важная роль механизма динамической рекристаллизации. В работе [32] исследована эволюция микроструктуры малоуглеродистой стали 0.0014 % C-0,3 % Si-0,2 % Mn, подвергнутой интенсивной деформации сжатием при температуре динамической рекристаллизации, и показано, что увеличение скорости деформации от 10 до 30 с⁻¹ и уменьшение температуры от 1123 до 923 К приводит к уменьшению размера зерна от 3,82 до 1,48 мкм. При этом установлено, что размер зерна изменяется в соответствии с соотношением $d = 300Z^{-0,16}$. В работе [31] установлено, что для стали 0,15 % C-0,4 % Si-1,5% Mn, подвергнутой деформации сжатием при температурах 773, 823, 973 К со скоростью деформации 0,01; 0,1; 1 и 10 с⁻¹, а также прокатке в 2 стадии при температуре 1023-933 К (10 проходов) и 823 (873, 773) К (21 проход) с $\dot{\epsilon}=0,1-10$ с⁻¹ размер зерна не зависит от степени и способа деформации, а определяется скоростью деформации и температурой в соответствии с соотношением $d = 10^{2,07} Z^{-0,16}$ ($k=10^{2,07}$; $m=0,16$). При этом минимальный размер зерен составил 0,5-0,7 мкм.

В ряде работ, использующих высокоэнергетическую поверхностную ИПД [6, 7, 19] были получены наноразмерные зерна, и авторы считают, что такая структура была получена по механизму динамической рекристаллизации. Однако, зависимость размеров зерен $d = f(Z)$ в этих работах не исследовали.

Полученные в настоящей работе результаты позволяют изучить зависимость $d = f(Z)$ при формировании нанозерен в процессе ИПДТ железа. В данной работе скорость деформации на поверхности образца $\dot{\epsilon}_{\max} = 2,4 \cdot 10^3$ с⁻¹, $T=773$ К, параметр Зинера-Холломона $Z = 3,6 \cdot 10^{20}$ с⁻¹ и при этом оказывается возможным получение наноразмерных зерен при ИПДТ. Значения энергии активации Q существенно различаются в разных работах для железа и стали. Мы приняли $Q=254$ кДж/моль в соответствии с [31]. Однако, поскольку результаты настоящей работы получены при $T=const$ при изменении только скорости деформации $\dot{\epsilon}$, значение Q не влияет на определенный нами параметр m в соотношении (1).

Зависимость $d = f(Z)$ в логарифмических координатах для полученных в настоящей работе результатов приведена на рис. 7. Из рис. 7 действительно следует линейная зависимость $\lg d$ от $\lg Z$ в соответствии с (1). Обработка результатов, приведенных на рис. 6, дает $m = 0,43$ и $k = 1,48 \cdot 10^7$. При динамической рекристаллизации плотность дислокаций ρ существенно различна в разных зернах [33]. В одних зернах (сразу после рекристаллизации) она низкая, тогда как в других, перед самой рекристаллизацией, она очень высокая. Поэтому мы используем термин «кажущаяся» плотность дислокаций. Формула (1) не учитывает



необходимости достижения высокой степени деформации для получения наноразмерных зерен.

Рис. 7. Изменение размера зерна d в зависимости от параметра Зинера-Холломона Z

Из полученных в настоящей работе результатов можно предположить, что необходимая степень деформации должна быть около 10 и выше. При этом на основании полученных результатов и

литературных данных [6-8, 19], деформация должна носить разнонаправленный характер, особенно существенна деформация сжатием со сдвигом.

Таким образом, полученные результаты свидетельствуют о возможном получении наноразмерных зерен путем ИПДТ в температурном интервале горячей деформации за счет динамической рекристаллизации при условии очень больших скоростей деформации $\dot{\epsilon} > 10^2 \text{ с}^{-1}$. При этом необходимым условием является поддержание постоянной температуры деформации $T = \text{const}$ в процессе эксперимента, как это удается при ИПДТ в данной работе.

В настоящее время не ясно, возможно ли достижение таких условий деформации при объемной ИПД, например, при РКУП и винтовой экструзии. Например, при винтовой экструзии [5] вследствие неоднородного распределения напряжений в поперечном сечении образца, наблюдается резкая локализация деформации сначала на поверхности, а затем в более глубоких слоях. Это приводит к неконтролируемому повышению локальной температуры в образце. Обычно используемые скорости деформации при РКУП и винтовой экструзии также ниже скоростей, рассмотренных в настоящей работе, при которых формируется наноструктура в процессе ИПДТ.

Из полученных результатов следует, что при использовании высоких скоростей деформации $\dot{\epsilon} > 10^2 \text{ с}^{-1}$ температура динамической рекристаллизации $T_{\text{др}}$ значительно снижается и ненамного превышает температуру статической рекристаллизации. Низкое значение $T_{\text{др}}$ является важнейшим условием, позволяющим получить наноразмерные зерна по механизму динамической рекристаллизации при высоких скоростях деформации ($\dot{\epsilon} > 10^2 \text{ с}^{-1}$).

При трении структура формируется в результате импульсного приложения механической энергии (механического удара), которая с большой скоростью преобразуется во внутреннюю энергию тела и в теплоту. Условия измельчения зеренной структуры поверхностного слоя железа в процессе ИПДТ показывают, что при постоянной температуре размер зерна зависит от степени и скорости деформации, уменьшаясь с их увеличением. В тонком приповерхностном слое скорость и степень деформации существенно выше по сравнению с нижележащими участками. Известно, что с их увеличением температура динамической рекристаллизации $T_{\text{др}}$ снижается, и она может совпадать с температурой ИПДТ. Это объясняется тем, что при увеличении деформации растут плотность дислокаций и энергия, накапливаемая в процессе деформации, т.е. возрастает термодинамический стимул рекристаллизации. На большем расстоянии от поверхности термодинамический стимул рекристаллизации снижается в связи с резким уменьшением скорости и степени деформации, температура динамической рекристаллизации повышается $T_{\text{др}} > T_{\text{ИПДТ}}$, поэтому температура образца (773 К) не достаточна для рекристаллизации. Фрагментация зерен при этом происходит деформационным путем и сопровождается параллельно идущим динамическим возвратом в температурном интервале теплой деформации. Это подтверждается последующим отжигом при температуре 873 К, в процессе которого на месте участка с морфологической текстурой сформировались новые зерна, тогда как в участках с нано-, субмикро- и микроразмерными зернами, сформированными при

температуре динамической рекристаллизации, заметных изменений не произошло. Таким образом, проведенные исследования показали, что в формировании структуры разных участков (рис. 2) диспергированного трением слоя участвуют различные механизмы.

Выводы

1. Показано, что поверхностная интенсивная пластическая деформация трением (ИПДТ) является эффективным способом измельчения зеренной структуры железа до наноразмеров. Характерной особенностью диспергированных ИПД трением слоев является структурный градиент, выражающийся в уменьшении размера элементов структуры от микро- до субмикро- и наноразмерного уровней, и увеличении средней плотности дислокаций от 10^{11} м^{-2} в недеформированной основе почти до 10^{16} м^{-2} на поверхности.
2. Установлено, что для получения нанокристаллического состояния ОЦК-железа при ИПДТ необходимо одновременное выполнение следующих условий: реализация разнонаправленной деформации (в частности, сжатия со сдвигом); проведение процесса обработки в области температур горячей деформации с использованием механизма динамической рекристаллизации и высокой скорости деформации ($\dot{\epsilon} > 10^2 \text{ с}^{-1}$). Вероятно высокая степень деформации ($e \approx 10$) также необходима.
3. Диспергирование структуры железа в условиях трения происходит путем фрагментации зерен, которая в прилегающих к поверхности участках слоя, где степень и скорость деформации наибольшие, сопровождается динамической рекристаллизацией. На большем удалении от поверхности степень и скорость деформации уменьшаются, структура этой части слоя (вытянутые наклонные элементы зеренной структуры) формируется в процессе деформационной фрагментации с параллельно идущим динамическим возвратом по механизму типичному для интервала теплой деформации.

Авторам представляется, что полученные результаты интересны не только для формирования наноструктуры в поверхностных слоях, как это сделано в настоящей работе, но и для разработки оптимальных режимов объемной ИПД с целью получения наноструктур.

Список литературы

1. Трефилов В.И., Мильман Ю.В., Фирстов С.А. Физические основы прочности тугоплавких материалов. – Киев: Наук. Думка, 1975. – 315 с.
2. Мильман Ю.В. Роль мезоструктуры в формировании механических свойств тугоплавких металлов // Вопросы материаловедения. – 2002. – № 1 (29). – С.87-103.
3. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. – Москва: Логос, 2000. – 272 с.
4. Валиев Р.З., Мурашкин М.Ю. Объемные наноструктурные материалы: методы получения, необычные свойства и перспективы применения // Перспективные материалы, том II. Конструкционные материалы и методы управления качеством. Учебное пособие. / Под ред. Д.Л. Меерсона. – ТГУ, МИСиС, 2007. – С. 111-170.
5. Orlov D., Reshetov A., Synkov A., Varyukhin V., Lotsko D., Sirko O., Zakharova N., Sharovsky A., Voropaiev V., Milman Yu. And Synkov S. Twist extrusion as a tool for grain refinement in Al-Mg-Sc-Zr alloys // In Book «Nanostructured Materials by High-Pressure Severe Plastic Deformation» – NATO Science Series. II. Mathematics, Physics and Chemistry. Netherlands: Springer. –2006. – 212. – P. 77-81.
6. Umemoto M., Todaka Y., Li J. and Tsuchiya K. Nanocrystalline structure in steels produced by various severe plastic deformation processes // Materials Science Forum. – 2006. – 503-504. – P. 11-18.
7. Xu Y., Umemoto M., and Tsuchiya K. Comparison of the Characteristics of nanocrystalline ferrite in Fe-0.89C steels with pearlite and spheroidite structure produced by ball milling // Materials Transactions. – 2002. – 43. – P. 2205-2212.
8. Tao N.R., Wang Z.N., Tong W.P. et al. An investigation of surface nanocrystallization mechanism in Fe induced by surface mechanical attrition treatment // Acta Mater. – 2002. – 50. – P. 4603-4616.
9. Юркова А.И., Белоцкий А.В., Мильман Ю.В., Бякова А.В. Формирование наноструктуры на поверхности железа при трении // Нанозифика, наносистемы, наноматериалы. – 2004. – 2, вып.2. – С. 633-644.
10. Белоцкий А.В., Юркова А.И. Фрикционное азотирование сплавов железа // Металловедение и термическая обработка металлов. –1991. – № 1. – С.10-12.
11. Vorhauer A., Rumpf K., Granitzer P., and et. al. Magnetic properties and microstructure of a FeCo ferritic steel after severe plastic deformation // Materials Science Forum. – 2006. – 503-504. – P. 299-304.
12. Александров И.В., Валиев Р.З. Исследование нанокристаллических материалов методами рентгеноструктурного анализа // ФММ. –1994. – 76. – С.77-87.
13. Уманский Я.С., Скаков Ю.С., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. – М.: Металлургия, 1982. – 632 с.

14. **Иванов А.Н., Меженный Ю.О., Остров А.Е., Фомичева Е.И.** Сравнительное определение плотности дислокаций в поликристаллах по ширине рентгеновских интерференционных линий и электронномикроскопически // Заводская лаборатория. – 1987. – № 2. С.43–48.
15. **Качанов Н.Н., Миркин Л.И.** Рентгеноструктурный анализ. – М.: Машгиз, 1960. – 216 с.
16. **Носкова Н.И., Мулюков Р.Р.** Субмикроструктурные и нанокристаллические металлы и сплавы. – Екатеринбург: УрО РАН, 2003. – 279 с.
17. **Валиев Р.З., Исламгалиев Р.К.** Структура и механическое поведение ультрамелкозернистых металлов и сплавов, подвергнутых интенсивной пластической деформации // ФММ. – 1998. – 85, вып. 3. – С. 161-177.
18. **Иванисенко Ю.В., Корзников А.В., Сафаров И.М. и др.** Формирование сверхмелкодисперсной структуры в железе и его сплавах при больших пластических деформациях // Известия РАН. Металлы. – 1995. – № 6. – С. 126-131.
19. **Takaki S.** Limit of dislocation density and ultra-grain-refining on severe deformation in iron // Material Science Forum. – 2003. – 426-432. – P. 215-222.
20. **Берштейн М.Л., Займовский В.А.** Механические свойства металлов. – Москва: Металлургия, 1979. – 495 с.
21. **Берштейн М.Л.** Структура деформированных металлов. – М.: Металлургия, 1977. – 431 с.
22. **Мильман Ю.В.** Структурные аспекты теплой и холодной пластической деформации кристаллических материалов // МИТОМ. – 1985. – № 6. – С.
23. **Мильман Ю.В.** Структура и механическое поведение материалов в температурных интервалах холодной, теплой и горячей деформации. Характеристическая температура деформации // Перспективные материалы, том I. Структура и методы исследования. Учебное пособие. / Под ред. Д.Л. Меерсона. – ТГУ, МИСиС, 2006. – С. 321-344.
24. **Yu.V. Milman.** Structure and mechanical properties of materials in the temperature ranges of cold, warm and hot deformation // Materials Science Forum. – 2003. – 426-432. – P. 4399-4404.
25. **Трефилов В.И., Мильман Ю.В., Иващенко Р.К.** Структура, текстура и механические свойства деформированных сплавов молибдена. – Киев: Наук. Думка, 1983. – 230 с.
26. **Рыбин В.В.** Закономерности формирования мезоструктур в ходе развитой пластической деформации // Вопросы материаловедения. – 2002. – 1(29). – С. 11-33.
27. **Вергазов А.Н., Лихачев В.А., Рыбин В.В.** Исследование фрагментированной структуры, образующейся в молибдене при активной пластической деформации // ФММ. – 1976. – № 42. – С. 1241-1246.
28. **Вергазов А.Н., Рыбин В.В.** Структурные особенности образования микротрещин в молибдене // ФММ. – 1978. – № 46. – С. 371-383.
29. **Каретников И.А., Косачев Л.С., Корнилов И.И., Мильман Ю.В., Пушкин В.Ф., Хоменко Т.Е.** Влияние температуры деформации на структуру и механические свойства сплавов на основе вольфрама // Металлофизика. – 1981. – Т. 3, № 2. – С. 85-95.
30. **Han B.Q., Yue S.** Processing of ultrafine ferrite steels // Journal of Materials Processing Technology. – 2003. – 136. – P. 100–104.
31. **Torizuka S., Ohmori A., Murty S.V.S.N., and Nagai K.** High Z-large strain deformation processing and its applications // Materials Science Forum. – 2006. – 503-504. – P. 329-334.
32. **Kang J.-H., Torizuka S.** Dynamic recrystallization by large strain deformation with a high strain rate in an ultralow carbon steel // Scripta Materialia. – 2007. – 57. – P. 1048–1051.
33. **Новиков И.И.** Теория термической обработки металлов. – М.: Металлургия, 1978. – 392 с.