

Влияние винтовой экструзии на атомный порядок строительной стали

© З.А. Самойленко, Н.Н. Ивахненко, Е.И. Пушенко, Е.Г. Пашинская, В.Н. Варюхин, А.В. Завдоев

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАНУ,
83114 Донецк, Украина
e-mail: yulduz@pochta.ru

(Поступило в Редакцию 29 июня 2012 г.)

Методом рентгеноструктурного анализа исследован атомный порядок малоуглеродистой стали, подвергнутой деформации винтовой экструзией, приведшей к измельчению микроструктуры и изменению количественного соотношения фаз. Показано, что сталь характеризуется присутствием разномасштабных структурных фракций: мелкокристаллической (300–600 Å) матрицы на основе α -Fe, наноразмерных (180–250 Å) фаз Fe_3C , Fe_3Si или Fe_3Si_3 , и среды с разупорядоченно расположенными атомами. Выявлен фазовый переход второго рода типа порядок–беспорядок с преобладанием упорядочения в образцах параллельного (||) сечения, но разупорядочения в образцах перпендикулярного (\perp) сечения. В структуре образцов впервые обнаружено сосуществование групп „растянутых“ и „сжатых“ плоскостей с преобладанием растянутых в (||) сечении, а сжатых — в (\perp) сечении.

В последние годы большое внимание уделяется исследованию особенностей структур, сформированных пластической деформацией [1–3]. Пластическая деформация в материалах представляет собой сложный процесс, связанный с зарождением и эволюцией дефектов структуры на различных масштабных уровнях [4]. Особенно эффективно она проявляется на макроскопическом масштабном уровне, когда пластическая деформация твердых тел развивается локализованно на всем протяжении процесса течения [5]. Большинство исследований по влиянию температуры, магнитного поля и высокого давления выполнено на керамических [6], монокристаллических [7] и пленочных [8] образцах. Недостаточно изучен вопрос о влиянии высоких давлений на структуру и свойства углеродистых сталей [9]. Как показали ранние исследования многокомпонентных металлооксидных соединений, физико-химические свойства материалов существенно зависят от искажений структуры и образований кластеров [10,11], когерентно связанных с основной решеткой.

Проведены экспериментальные исследования изменений атомного порядка структуры малоуглеродистой строительной стали 20Г2С после винтовой экструзии (ВЭ) в (||) и (\perp) сечениях заготовки по сравнению с исходным состоянием.

Исходный образец представлял собой параллелепипед с размерами $20.1 \times 48.4 \times 67.9$ mm и твердостью по Бринеллю НВ (150–152). Перед ВЭ были проделаны операции: нагрев в печи до $T = 400^\circ C$, $t = 1$ h (НВ = 143), ковка до сечения 28×43 mm (НВ = 192), фрезеровка до сечения 24×38 mm, отжиг при $T = 920^\circ C$, $t = 1$ h, охлаждение на воздухе.

Далее образец подвергали ВЭ по схеме: первый проход — $T_{sam} = 850^\circ C$, $T_{set} = 320^\circ C$, $P_{max} = 210$ kg/cm²,

смазка — дисульфид молибдена + графит + масло, второй и третий проходы — $T_{sam} = 400^\circ C$, $T_{set} = 320^\circ C$, $P_{max} = 200$ kg/cm², смазка стеклянная (бура, оксид свинца, оксид магния). Твердость заготовки в процессе прессования составила: первый проход НВ = (285–293), второй и третий проходы НВ = (293–302). Противодействие во всех случаях было одинаковое — 100 МПа. После третьего прохода заготовка треснула.

Препарирование образцов для исследований осуществляли в (\perp) и (||) сечении, как показано на рис. 1, а.

Микроструктурный анализ проводили на металлографическом микроскопе Axiovert 40 MAT с помощью программного обеспечения — Axiovision 4.6. В исходном состоянии распределение феррита и перлита по площади поперечного сечения составляет 84.3% и 14.9% соответственно. В деформированном состоянии в поперечном сечении происходит измельчение колоний перлита. Зафиксировано также уменьшение площади, занятой ферритом, до 82.6% и увеличение площади, занятой перлитом, до 16.7%. В продольных сечениях шлифов наблюдается уменьшение площади перлита в среднем до 10%, что обусловлено деформационным распадом цементита [12]. Это явление обнаружено сравнительно недавно при интенсивной пластической деформации накатной высокоуглеродистой стали [12] и связывается с интенсивной диффузией углерода из цементитных пластин в деформированный феррит.

С помощью анализа диффузного рассеяния рентгеновских лучей проведены экспериментальные исследования атомной структуры малоуглеродистой стали по сравнению с исходным состоянием. Использовали длинноволновое $CrK\alpha$ -излучение с V-фильтром и фотометод, чувствительный к регистрации диффузного рассеяния лучей слабой интенсивности. Съемка проводилась по методу шлифа.

Атомный порядок. Как видно по дифракционным картинкам от исследуемых образцов, структура стали является гетерофазной, при этом самые интенсивные узкие де-

Химический состав стали

Хим. элементы	C	O	Al	Si	S	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu
Mass, %	0.24	1.5	0.01	1.2	0.04	0.14	1.66	92.75	0.24	0.06

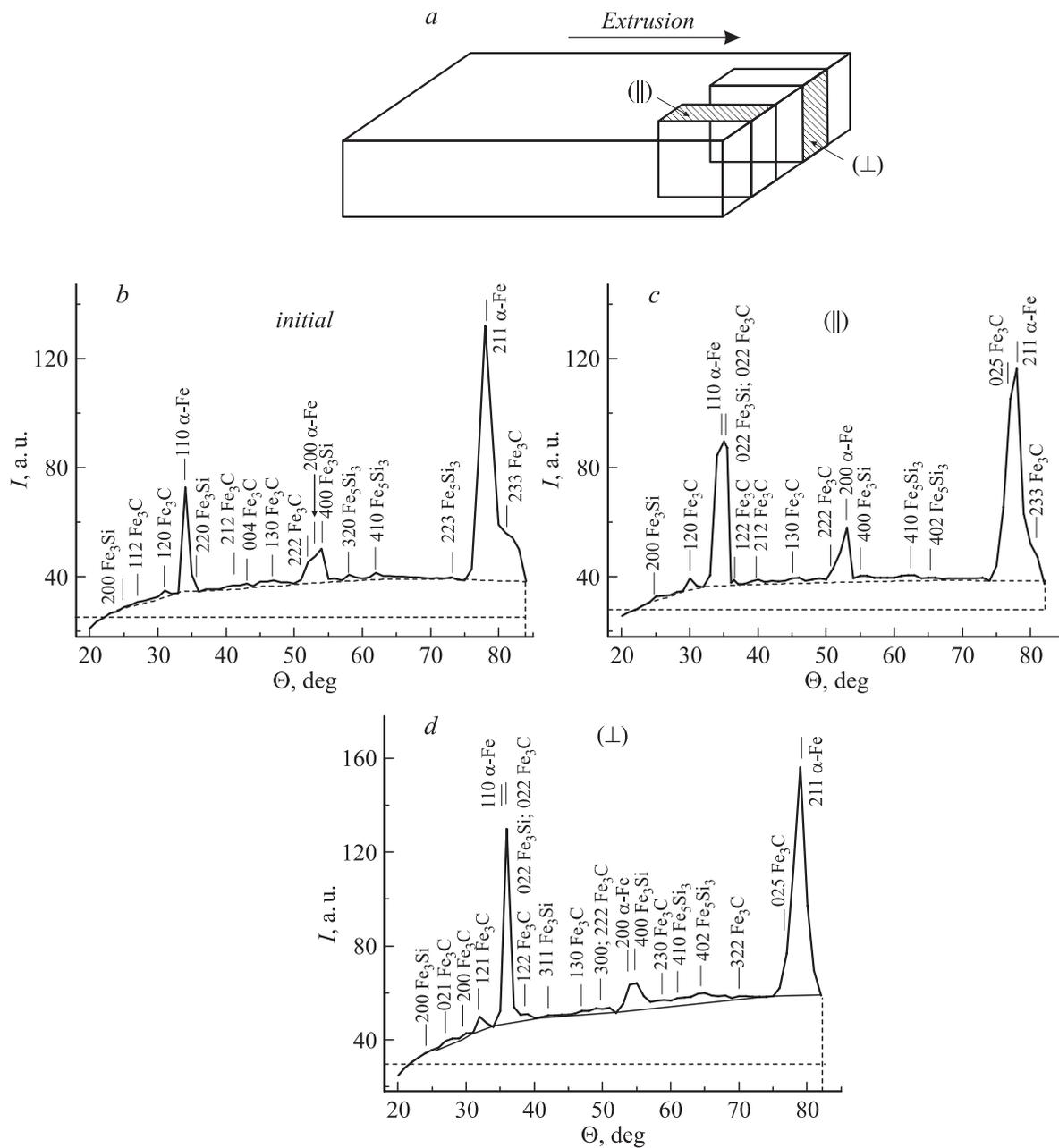


Рис. 1. Схема приготовления образца (а) и дифракционные картины от образцов стали: *b* — исходном состоянии; *c* — образец (||) сечения после ВЭ; *d* — образец (⊥) сечения после (ВЭ).

баевские линии относятся к отражениям от плотноупакованных плоскостей (110) и (211) металлической фазы α -Fe с объемноцентрированной кубической решеткой. Отражения карбидной и силицидной фаз представлены либо в виде самостоятельных диффузных максимумов слабой интенсивности, либо, накладываясь на отражения α -Fe, изменяют форму соответствующих линий, а именно в виде наплыва со стороны больших углов у подошвы линий (110) и (211) или в виде уширенной вершины максимума линии (200) (рис. 1, *b*). Этот результат означает, что кристаллическая структура с дальним атомным порядком сформирована преимущественно в фазе α -Fe,

тогда как в карбидной Fe_3C и силицидной Fe_3Si или Fe_5Si_3 структура в расположении атомов имеет менее совершенный мезоскопический порядок, характерный для кластеров с намечающимся дальним порядком и размытыми границами. Неупорядоченно расположенные атомы в межкуристаллитных и межкуластерных зонах с нарушениями ближнего порядка, т. е. в пределах трех координационных сфер, проявляются в виде некогерентного рассеяния рентгеновских лучей как увеличивающаяся интенсивность фона $I_{incoh} \sim \sin^2 \Theta$.

Рассмотрим изменения атомного порядка в образцах (||) и (⊥) сечения при воздействии ВЭ.

Соотношение фаз. Нормируя к 100% суммарную интегральную интенсивность когерентного рассеяния рентгеновских лучей, оценили концентрации фаз с дальним и мезоскопическим атомным порядком (рис. 2). Из рис. 1,2 видно, что действие ВЭ на сталь 20Г2С способствует увеличению в 1.3 раза концентрации металлической фазы α -Fe с дальним атомным порядком. Это проявляется, во-первых, в уширении (рис. 1,с) и смещении (рис. 1,д) в сторону больших углов линии от плоскостей (110) α -Fe с когерентно встроенными плоскостями карбидной и силицидной фаз; во-вторых, в изменении формы и смещении линии от плоскостей (200) α -Fe с когерентно встроенными плоскостями карбидной (рис. 1, b) или силицидной (рис. 1, д) фазы; в-третьих, в увеличении интенсивности и большеугловом смещении линии от плоскостей (211) α -Fe с когерентно встроенными плоскостями карбидной фазы (рис. 1 с, д). В то же время концентрация кластеров карбидной и силицидной фаз, некогерентно связанных с матричной фазой α -Fe, уменьшается в процессе винтовой деформации образцов (рис. 2).

Переход порядок–беспорядок. На дифракционных картинах рис. 1 показано изменение интенсивности некогерентного рассеяния с изменением длины волны рентгеновских лучей от разупорядоченно расположенных атомов анализируемых образцов. Это атомы межкристаллитных границ и периферийных областей кластеров, которые имеют оборванные связи и высокую кинетическую подвижность, что позволяет им легко подстраиваться к упорядоченно расположенным структурным группам кристаллических и кластерных фаз. Суммарную интегральную интенсивность когерентного и некогерентного рассеяний нормируем к 100% и определяем их относительный вклад (рис. 3).

Увеличение интенсивности когерентного рассеяния и одновременное уменьшение интенсивности некогерентного рассеяния при переходе от исходного состояния к деформированному образцу с (||) сечением на рис. 3 указывает на то, что в направлении основной диаго-

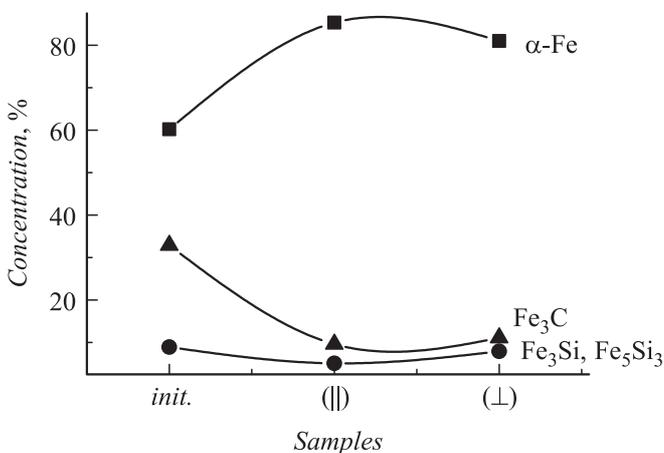


Рис. 2. Изменение концентрации фаз с дальним, α -Fe, и мезоскопическим, Fe_3C , Fe_3Si или Fe_5Si_3 , атомным порядком при воздействии (ВЭ) на сталь.

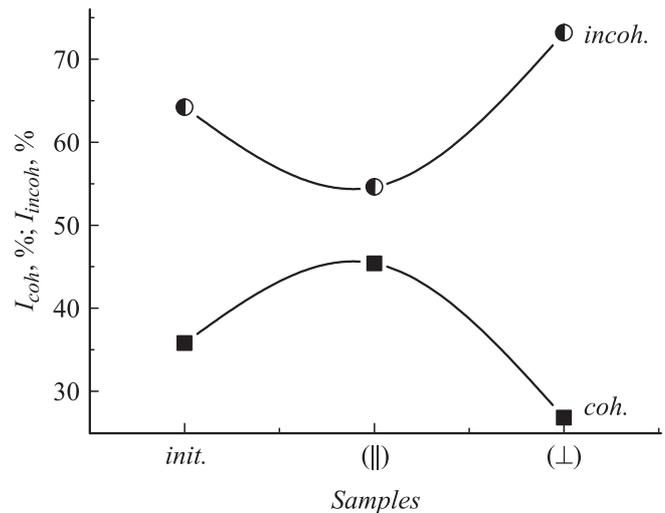


Рис. 3. Интенсивности когерентного и некогерентного рассеяний рентгеновских лучей от образцов исходного состояния (init.) и после ВЭ в продольном (||) и поперечном (\perp) сечениях.

нали заготовки в процессе ВЭ в атомной структуре преобладают процессы упорядочения по сравнению с разупорядочением.

Однако при анализе деформированных образцов с (\perp) сечением уменьшение интенсивности когерентного рассеяния и одновременное увеличение интенсивности некогерентного рассеяния на рис. 3 свидетельствуют о том, что в направлении, перпендикулярном оси заготовки, в процессе ВЭ в атомной структуре преобладают процессы разупорядочения по сравнению с упорядочением. Снижение интенсивности когерентного рассеяния свидетельствует об увеличении беспорядка в малоуглеродистой стали, проявляющегося в смещении атомов из узлов кристаллической решетки, и характеризует наличие напряжений третьего рода в деформированных образцах (\perp) сечения.

Напряжения первого рода. Этот вид макроскопических искажений представляют собой упругие напряжения (ϵ), возникающие при смещениях слоев материала с изменением величины межплоскостных расстояний, и оцениваются для отражений с малыми индексами (hkl) (линия (110)) по формуле

$$\epsilon = \frac{d_T - d_E}{d_T}, \quad (1)$$

где d_T — табличное, d_E — экспериментальное значение величины межплоскостного расстояния.

Из приведенных результатов на рис. 4 видно, что упругие напряжения/деформации в образце (||) сечения превышают критическую величину $\epsilon_{crit} = 100 \cdot 10^{-4}$, а в образце (\perp) сечения приблизились к угрожающим $\epsilon_{danger} = (160-180) \cdot 10^{-4}$, что согласуется с отмеченным ранее фактом о трещине в заготовке после третьего прохода винтовой экструзии.

Размеры кристаллов и кластеров. Для кластеризованных структур наноразмерных масштабов характерно

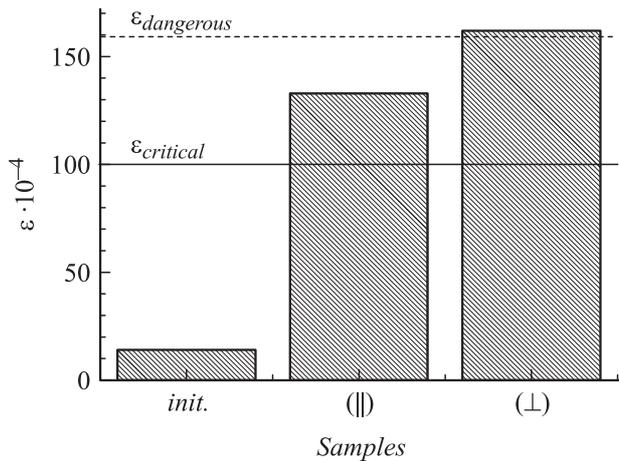


Рис. 4. Изменение величины упругих напряжений в образцах продольного (||) и поперечного (⊥) сечений в результате ВЭ по сравнению с исходным состоянием.

формирование атомного порядка в виде фрагментов из семейств параллельных плоскостей с размытыми границами — кластеров, с отношением линейных размеров к толщине как 3 : 1 [13]. По методике Л.И. Китайгородского [14] для мелкокристаллических и аморфных материалов с учетом анизотропии формы кластеров ($k = 3$) линейный размер L (Å) мелких кристалликов и кластеров определяли по формуле (2)

$$L = \frac{\lambda}{4\pi\eta}k, \quad (2)$$

где λ — длина волны рентгеновского излучения, η — коэффициент, учитывающий соотношение геометрических размеров радиуса рентгеновской камеры (R), радиуса фокусного пятна на образце (r), полуширины дифракционного отражения (B) и угла диффузного максимума. Значение η рассчитывается по формуле (3)

$$\eta = \left(\frac{B}{r} - 0.0046\theta \right) (0.004 + 0.084 \cos \theta) \frac{R}{r}. \quad (3)$$

На рис. 5 представлены результаты размеров кристалликов основной фазы, α -Fe, из которых следует, что наибольшим воздействиям деформации подвержены структурные группы менее плотных плоскостей (211), особенно в образце (||) сечения, для которого выявлено увеличение линейных размеров семейства кристаллических плоскостей (211) от 300 до 600 Å. Этот процесс сопровождается „когерентным подстраиванием“ группы плоскостей (025) карбидной фазы Fe_3C и несколько обособленной группы плоскостей (233) фазы Fe_3C , что проявляется в изменениях тонкой структуры соответствующих Дебаевских отражений на рис. 1, с. В образце (⊥) сечения перечисленные структурные изменения более слабые, что заметно на рис. 1, d и рис. 5.

Уширение линий означает присутствие микронапряжений в высокоиндексных семействах плоскостей в виде присутствия групп плоскостей в сжатом и растянутом

состояниях, что проявляется в уменьшении или увеличении межплоскостных расстояний. Таким образом, увеличение ширины линии (211) при возрастании напряжения свидетельствует об увеличении количества дефектов вследствие протекания процессов перестройки, активированных деформацией, и характеризует микронапряжения второго рода.

Эффект „разбухания“ атомной структуры. Для семейства плотноупакованных плоскостей (110) α -Fe под действием (ВЭ) характерно „подстраивание“ группы плоскостей (220) фазы Fe_3Si наряду с плоскостями (022) карбидной фазы Fe_3C , что проявляется в виде широкого дифракционного отражения (110) с плоской вершиной на рис. 1, с от образца (||) сечения. Уширение дифракционной линии и появление плоского или раздвоенного максимума характеризует эффект „разбухания“ атомной структуры соответствующей группы плоскостей (110) с формированием подгрупп, различающихся величиной межплоскостных расстояний. В нашем случае для исходного образца величина межплоскостного расстояния $d_{init}(110) = 2.008 \text{ \AA}$ незначительно отличается от табличного значения $d_{\alpha-Fe}(110) = 2.01 \text{ \AA}$. После деформации ВЭ для (||) сечения тонкая структура линии (110) свидетельствует о том, что в образце наряду с группой „растянутых“ плоскостей с увеличенным межплоскостным расстоянием $d > d_{tab}(110) = 2.028 \text{ \AA}$ сформировалась также группа „сжатых“ плоскостей с уменьшенным расстоянием $d < d_{tab}(110) = 1.99 \text{ \AA}$. Для (⊥) сечения тонкая структура линии (110) характеризует присутствие в структуре двух групп „сжатых“ плоскостей с межплоскостными расстояниями $d < d_{tab}(110) = 1.984 \text{ \AA}$ и $d \ll d_{tab}(110) = 1.951 \text{ \AA}$.

В семействе основных плоскостей (200) с межплоскостным расстоянием $d_{tab} = 1.428 \text{ \AA}$ для образца (||) сечения наряду с группой плоскостей с близким табличному значению $d(||) = 1.433 \text{ \AA}$ выявляется группа „растянутых“ плоскостей с $d(||) = 1.464 \text{ \AA}$. Для образца (⊥) сечения, напротив, наряду с группой „сжатых“ плоскостей с $d(\perp) = 1.417 \text{ \AA}$ присутствует группа „сильно сжатых“ плоскостей с $d(\perp) \ll d_{tab} = 1.400 \text{ \AA}$.

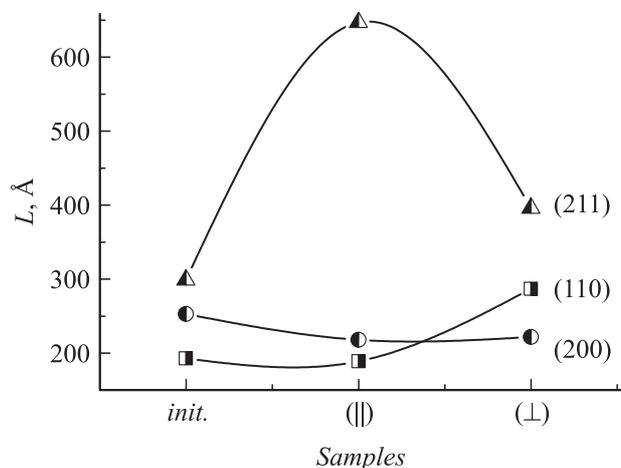


Рис. 5. Изменение размеров L кристаллов фазы α -Fe для различных семейств плоскостей после ВЭ.

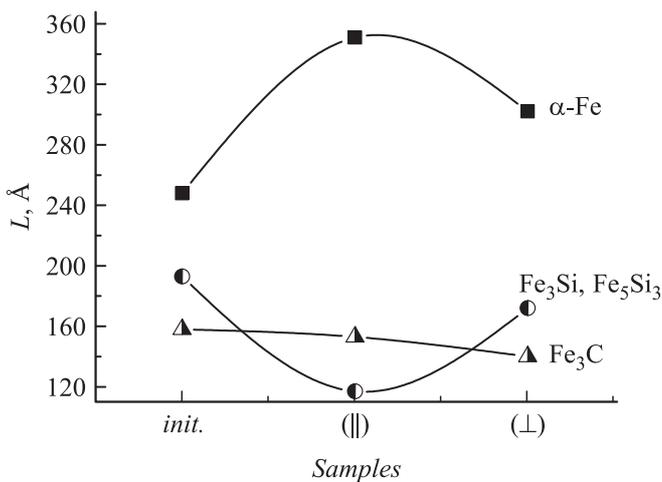


Рис. 6. Изменение усредненных размеров кристаллов фазы α -Fe и кластеров силицидной и карбидной фаз в образцах (||) и (\perp) сечения после ВЭ по сравнению с исходным состоянием.

В семействе диагональных плоскостей (211) с межплоскостным расстоянием $d_{\text{tab}} = 1.166 \text{ \AA}$ для образцов (||) и (\perp) сечений наряду со значениями межплоскостных расстояний, близкими к табличным: $d(\parallel) = 1.170 \text{ \AA}$ и $d(\perp) = 1.167 \text{ \AA}$, выявляются группы одинаково „растянутых“ плоскостей с $d(\parallel) = 1.177 \text{ \AA}$ и $d(\perp) = 1.1767 \text{ \AA}$.

Изменение размеров кристаллов α -Fe и кластеров силицидной и карбидной фаз. На рис. 6 можно видеть, что в образцах (||) сечения для кристаллов фазы α -Fe наблюдается существенное увеличение размеров от 240 до 340 \AA , а кластеры силицидов Fe_3Si и Fe_5Si_3 , напротив, испытывают уменьшение размеров от 200 до 120 \AA .

В образцах (\perp) сечения размеры кристаллов и кластеров этих фаз близки к значениям для исходного состояния. В то же время размеры кластеров карбидной фазы Fe_3C практически не изменяются в образцах всех трех состояний.

Приведенные результаты показывают, что кластеры силицидов Fe_3Si и Fe_5Si_3 проявляют большую пластичность и более сильную когерентную связь с кристаллами матричной фазы α -Fe. Они измельчаются при увеличении размеров кристаллов фазы железа в образцах (||) сечения и слабо изменяются в образцах (\perp) сечения. Кластеры же карбидной фазы Fe_3C проявляют устойчивость формы и во всех образцах характеризуются одинаковым размером — 150–160 \AA .

На основании проведенных исследований тонкой структуры деформированных винтовой экструзией образцов строительной малоуглеродистой стали марки 20Г2С можно сделать выводы.

1. Обнаруженное увеличение интенсивности когерентного рассеяния рентгеновских лучей от кристаллических плоскостей с дальним атомным порядком и одновременное уменьшение интенсивности от кластеризованной структуры с мезоскопическим порядком в результате действия ВЭ доказывает, что при данном виде деформации в стали 20Г2С имеет место процесс структурного перехода в виде „когерентного подстраивания атомных

группировок мезоскопического порядка в виде фрагментов плоскостей карбидной и силицидной фаз к структуре плоскостей α -Fe с дальним атомным порядком“, вызывающий увеличение объемной доли дальнего порядка от 60 до 80–85%.

2. Изменение интенсивности когерентного и некогерентного рассеяния рентгеновских лучей при переходе от исходного состояния к деформированным ВЭ образцам выявило преобладание процесса фазового перехода второго рода типа беспорядок→порядок в (||) сечении и перехода порядок→беспорядок в (\perp) сечении.

3. Уширение дебаевских линий, появление плоского или раздвоенного максимума или явной асимметрии линий свидетельствует об эффекте „разбухания дальнего атомного порядка“ структуры для всех групп плоскостей кристаллической фазы α -Fe с формированием подгрупп, состоящих из „сжатых“ или „растянутых“ плоскостей.

4. Выявленное смещение дифракционных линий по значению углов показало, что упругие напряжения в образце (||) сечения превышают критическую величину, равную $\epsilon_{\text{crit}} = 100 \cdot 10^{-4}$, а в образце (\perp) сечения приблизились к угрожающим, опасным $\epsilon_{\text{danger}} = (160-180) \cdot 10^{-4}$.

Список литературы

- [1] Губернаторов В.В., Владимиров Л.Р., Сычева Т.С., Пилюгин В.П., Соколов Б.К. // ФММ. 2004. Т. 98. № 4. С. 83–87.
- [2] Rim K.H., Lee D.N. // Acta Materialia. 2001. Vol. 49. P. 2583–2595.
- [3] Бетехтин В.И., Козобов О.Р., Нарыкова М.В., Кардашев Б.К., Голосов Е.В., Кадомцев А.Г. // ЖТФ. 2011. Т. 81. Вып. 11. С. 58–63.
- [4] Пушин В.Г., Куранова Н.Н., Коуров Н.И., Валиев Р.З., Валиев Э.З., Макаров В.В., Пушин А.В., Укусников А.Н. // ЖТФ. 2012. Т. 82. Вып. 8. С. 67–76.
- [5] Баранникова С.А., Надежкин М.В., Мельничук В.А., Зуев Л.Б. // Письма в ЖТФ. 2011. Т. 37. Вып. 17. С. 9–17.
- [6] Пащенко В.П., Кучеренко С.С., Поляков П.И., Шемяков А.А., Дьяконов В.П. // ФНТ. 2001. Т. 27. С. 1370–1375.
- [7] Архипов В.Е., Гавико В.С., Демчук К.М., Дякина В.П., Королев А.В., Муковский Я.М., Нейфельд Э.А., Поморцев Р.В. // Письма в ЖЭТФ. 2000. Т. 71. Вып. 3. С. 169–173.
- [8] Кучеренко С.С., Пащенко В.П., Поляков П.И., Харцев С.И., Штаба В.А. // Письма в ЖТФ. 2001. Т. 27. Вып. 11. С. 24–29.
- [9] Пашинская Е.Г., Мышляев М.М., Миронов С.Ю., Варюхин В.Н. // ФММ. 2008. Т. 105. № 1. С. 86–94.
- [10] Самойленко З.А., Пушенко Е.И., Ивахненко Н.Н., Варюхин В.Н., Прудников А.М., Шалаев Р.В. // ЖТФ. 2008. Т. 78. Вып. 3. С. 57–62.
- [11] Самойленко З.А., Ивахненко Н.Н. // ЖТФ. 2009. Т. 79. Вып. 10. С. 151–155.
- [12] Фирстов С.А. // Порошковая металлургия. 2010. № 7/8. С. 19–33.
- [13] Кривоглаз М.А. Диффузное рассеяние рентгеновских лучей и нейтронов на флуктуационных неоднородностях в неидеальных кристаллах. Киев: Наукова думка, 1984. 281 с.
- [14] Китайгородский Л.И. Рентгеноструктурный анализ мелкокристаллических и аморфных тел. М.: Наука, 1952. 588 с.