

PACS: 81.40.-z, 80.40.Uw

Н.Н. Белоусов

СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ В УСЛОВИЯХ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПОД ДАВЛЕНИЕМ И СВОЙСТВА МОДИФИЦИРОВАННЫХ МЕТАЛЛОВ

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина
E-mail: bel@hpress.fti.ac.donetsk.ua

Статья поступила в редакцию 12 декабря 2007 года

Изготовлены наковальни Бриджмена и реализованы технические условия механоактивации поверхностных и объемных структурно-фазовых изменений в экстремальных условиях пластической деформации металлов. In situ методами оптической микроскопии и рентгеноструктурного анализа изучены характер структурно-фазовых изменений и свойства модифицированных металлов. Определена взаимосвязь между структурно-фазовыми изменениями и физико-механическими свойствами исследуемых металлов: обнаружена деформационно-стимулированная пластичность, вызванная фазовой неустойчивостью структуры в экстремальных условиях пластической деформации.

Введение

Одним из основных направлений в современной физике твердого тела, определившихся на стыке двух наук (физики прочности и пластичности и физики высоких давлений), является установление взаимосвязи процессов формирования предельно деформированных состояний и структурно-фазовых модификаций в экстремальных условиях внешних энергетических воздействий [1–4]. В рамках данного направления с научно-практической точки зрения наиболее перспективен подход, связанный как с технической реализацией предельного напряженно-деформированного состояния, так и с исследованиями структурно-фазовых изменений кристаллической решетки в экстремальных условиях внешних воздействий [3]. С методической точки зрения перспективны разработка и развитие *in situ* методов получения [4,6] и исследования физико-механических свойств деформированных материалов заданной структурно-фазовой модификации [6]. В первую очередь это относится к совершенствованию методов наковален Бриджмена [4] и кинетического микроиндентирования [5]. Цель работы: осуществить механоактивацию структурно-фазовых изменений в экстремальных условиях пластиче-

ской деформации сдвига под давлением, определить взаимосвязь между этими изменениями и физико-механическими свойствами модифицированных металлов.

Материалы и методика эксперимента

Для получения и исследования объемных и поверхностных деформированных состояний в условиях сочетания различных схем деформаций, в частности деформаций сдвига и сжатия, разработаны и изготовлены деформационно-оптическая установка и деформационные камеры высокого давления типа наковален Бриджмена [5]. Для осуществления интенсивной деформации сжатия в сочетании с деформацией сдвига изготовлены наковальни в виде усеченных конусов из алмазов и металлокерамического твердого сплава ВК-6.

Указанные наковальни позволяют деформировать образец непосредственно в устройствах оптико-механической установки с компьютерной записью кривых деформаций сжатия и сдвига; косвенно контролировать процесс структуро- и фазообразования резистометрическим, акустическим и теплофизическим методами; непосредственно следить за этапами структурно-фазовых изменений методами оптической металлографии и рентгеноструктурного анализа. Скорость деформации кручения варьировалась в пределах 0.01–1 rad/s; скорость деформации сжатия была постоянной и равнялась 10^{-3} s^{-1} .

Основным материалом исследования выбраны: Fe (различной чистоты: 99.99% Fe, 99.86% Fe, 98.6% Fe–C) и твердые растворы на его основе Fe–(5, 20)% Co, Fe–(5, 10)% Mn, Fe–20% Cr, Fe–18% Cr–10% Mn, Fe–10% Cr–10% Mn, Fe–10% Cr–10% Mn–16% Ni, Fe–N с различным содержанием азота $C_N = 0.06\text{--}0.7\%$ N (высокоазотистая сталь в аустенитном состоянии γ -HNS). Для изменения фазового состава твердый раствор Fe–10% Cr–10% Mn–16% Ni с $C_N = 0.06\%$ N подвергали следующей термомеханической обработке: а) $T = 80 \text{ K}$, $\epsilon = 10\%$, отпуск при $T = 720 \text{ K}$, $t = 30 \text{ min}$ (фазовый состав: α -фаза – 15%, γ -фаза – 85%); б) $T = 80 \text{ K}$, $\epsilon = 20\%$, отпуск при $T = 720 \text{ K}$ под напряжением $\sigma = 0.5\sigma_{0.2}$, $t = 60 \text{ min}$ (фазовый состав: α -фаза – 30%, γ -фаза – 70%).

Использовали образцы в виде дисков диаметром 0.8 mm, толщиной 0.03 mm (алмазные наковальни) и диаметром 3–5 mm, толщиной 0.2–2 mm (наковальни из ВК-6). Образцы исследуемых материалов подвергали одноосному сжатию до заданного давления, а затем – пластической деформации кручения с заданной скоростью. Устанавливали зависимость угла поворота ϕ от величины крутящего момента M для различных значений напряжения сжатия. Из моментов вращения рассчитывали напряжения сдвига и оценивали коэффициент трения контактирующих поверхностей. Процесс *in situ* структуро- и фазообразования в экстремальных условиях пластических деформаций сжатия и сдвига исследовали с использованием алмазных наковален [4]. Структурно-фазовые изменения изучали методами рентгеноструктурного анализа на усовершенствованном компьютеризированном дифрактометре ДРОН-3 в $\text{Mo } K_{\alpha_1}$ -излучении с использованием специальной приставки [4].

Объемные структуры, деформированные в наковальнях Бриджмена, создавали путем сочетания деформаций кручения ($n \geq 5$) и сжатия ($\sigma \geq 6$ GPa). Поверхностные структуры создавали путем сдвига в условиях фрикционно-контактного взаимодействия ($n \geq 3$, $\sigma \leq 1$ GPa).

Для исследования физико-механических свойств образцов со структурно-фазовыми модификациями после интенсивной пластической деформации усовершенствован и применен метод кинетического микроиндентирования (КМИ) [5]. Необходимость усовершенствования метода КМИ вызвана невозможностью использования методов традиционного материаловедения для исследования предельно деформированных материалов. В отдельных случаях для изучения микрообразцов, получаемых в алмазной наковальне Бриджмена, предусмотрено применение метода КМИ непосредственно в структурно-деформационной камере путем замены верхней наковальни на алмазный индентор [4]. Усовершенствованный метод КМИ [5] имеет деформационно-силовые параметры: точность измерения силы $\Delta F = \pm 5 \cdot 10^{-4}$ N; точность измерения перемещения $\Delta L = \pm 2 \cdot 10^{-4}$ mm; скорость внедрения алмазного индентора $10^{-4} - 10^{-1}$ mm/min, оптическая точность измерения размеров микротрещин в окрестности отпечатка $\Delta l = \pm 2 \cdot 10^{-3}$ mm. При КМИ определяли следующие структурно-чувствительные параметры: коэффициент интенсивности напряжений первого рода K_{1c} (трещиностойкость): $K_{1c} = \alpha(E^*/H)^{1/2} P/C^{3/2}$, где P – критическая нагрузка появления трещин; $E^* = E/(1 - \nu^2)$ – приведенный контактный модуль упругости при микровдавливании (E определяется по кривой разгрузки, ν – коэффициент Пуассона), H – невосстановленная микротвердость, $H = 1854P/(7h)^2$ (h – глубина внедрения индентора), C – длина радиальных трещин, $C = \sqrt{2}(h_t - h_c + QE/H)h_c$ (h_t и $-h_c$ находятся из кривых микроиндентирования); эффективную (поверхностную) энергию разрушения $W_f = K_{1c}^2/2E$; индекс хрупкости $f = H/K_{1c}$; коэффициент пластичности $\gamma = H^3/E^2$. Метод КМИ информативен при *in situ* исследовании градиентного характера поверхностных стрессовых состояний, что оценивалось непосредственно по характеру внедрения алмазного индентора.

Основные результаты исследований

В экстремальных условиях поверхностной пластической деформации со сдвигом реализовано предельное напряженно-деформированное состояние и инициирована структурно-фазовая нестабильность в поверхностном слое γ -HNS [3]. Методом рентгеноструктурного анализа обнаружено, что в условиях контактного трения происходит немонотонное изменение уширения и интенсивности рентгеновских линий. Для γ -HNS с $C_N = 0.06\%$ N в данных условиях деформации обнаружена дестабилизация γ -фазы с образованием α -фазы (рис. 1).

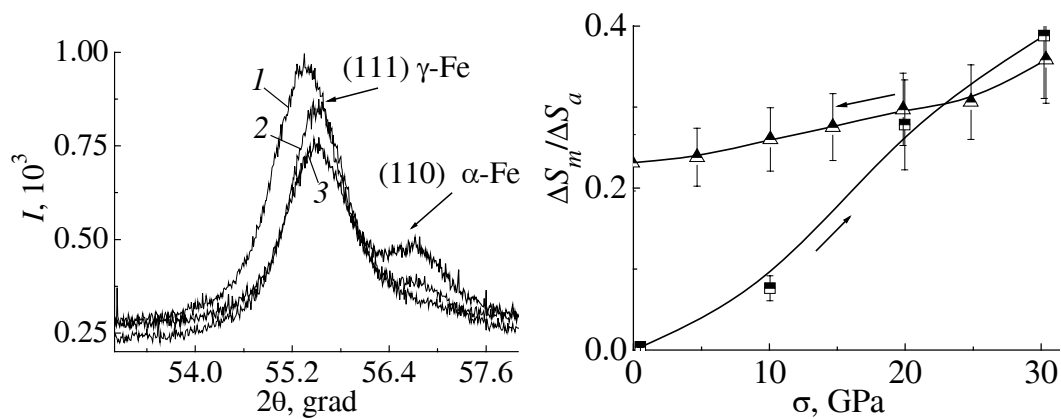


Рис. 1. Характер изменения рентгеновских линий (излучение Co) после контактного трения под давлением: 1 – 200 МПа, 2 – 600 МПа, 3 – 1.2 ГПа; $\varphi = 12 \text{ rad}$, $d\varphi/dt = 0.1 \text{ rad/s}$

Рис. 2. Частично-обратимый характер фазового превращения в Fe–Cr–Mn–Ni-твердом растворе ($C_N = 0.06\% \text{ N}$) в условиях пластической деформации сдвига ($n = 2 \text{ rev}$) при деформации сжатия

Проведены исследования характера изменения физико-механических свойств, чувствительных к структурно-фазовому составу. Установлено, что процесс фазообразования может сопровождаться заметными изменениями величины тепловыделений [7,8] и неупругих свойств [9]. Немонотонный характер изменения механических свойств может свидетельствовать о неустойчивости процесса структурно-фазовых изменений в экстремальных условиях пластического деформирования поверхности [3]. Дополнительно обнаружено, что прекращение деформации кручения при сохранении напряжения сжатия сопровождалось: исчезновением акустической эмиссии; стабилизацией температуры и электросопротивления; частичной релаксацией внутренних микронапряжений; частично-обратимыми фазовыми изменениями. Характер полярных изменений (рис. 2) определяли по отношению площадей $\Delta S_m / \Delta S_a$ под дифракционными максимумами, соответствующими различным фазам с ОЦК- (линия (110)) и ГЦК- (линия (111)) решетками (данные брали из рис. 1).

Для твердого раствора γ -HNS с $C_N = 0.3\text{--}0.57\% \text{ N}$ структурное упрочнение поверхности при больших деформациях намного больше, чем при малых [10], а для γ -HNS с $C_N = 0.06\% \text{ N}$ – наоборот. Для твердого раствора Fe–10% Cr–10% Mn–16% Ni с $C_N = 0.57\% \text{ N}$ существует предельная поверхностная деформация сдвига ($\varphi = 30 \text{ rad}$), при которой проявляется максимальное объемное упрочнение.

При объемной деформации сдвига ($\varphi = 12 \text{ rad}$) в условиях сжатия ($\sigma \leq 5 \text{ GPa}$) твердый раствор с $C_N = 0.57\% \text{ N}$ оставался однофазным (γ -фаза, ГЦК-решетка) во всем диапазоне изменения напряжения сжатия ($\sigma = 5\text{--}20 \text{ GPa}$). В то же время зарегистрирована остаточная намагниченность до 20% магнитной фазы (в пересчете на α -Fe) [10]. Для твердого раствора ($C_N = 0.06\% \text{ N}$)

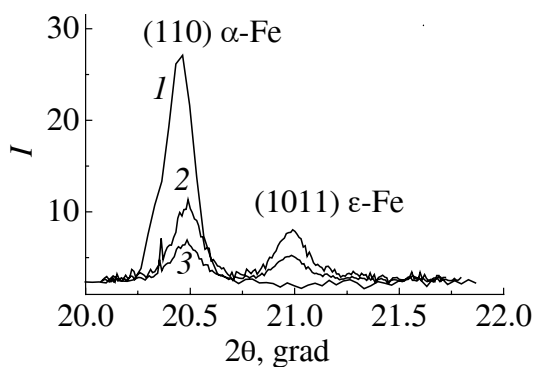


Рис. 3. Характер изменения рентгеновских линий (излучение Mo) при квазигидростатических условиях дестабилизации α -фазы технического Fe при обжатии в алмазных наковальнях: 1 – $P = 1$ GPa, 2 – 17, 3 – 25

в которых была изучена высокоазотистая сталь. Исследование технического Fe (рис. 3) в условиях квазигидростатического давления позволило инициировать начальные стадии нарушения структурно-фазовой стабильности. Методом рентгеноструктурного анализа (излучение Mo) обнаружено, что при $P \leq 17$ GPa рядом с линией (110) α -фазы появляется линия новой фазы, которая идентифицирована как линия (1011) ϵ -фазы.

Практический интерес представляют исследования, связанные с определением деформационно-силовых параметров нарушения фазовой стабильности Fe в экстремальных условиях пластической деформации сжатия под давлением.

Методом рентгеноструктурного анализа *in situ* изучены особенности структурно-фазовых изменений в техническом железе в экстремальных условиях пластической деформации сжатия (рис. 4). Путем сравнения данных рис. 4 и 3 показано, что начало фазовой дестабилизации Fe

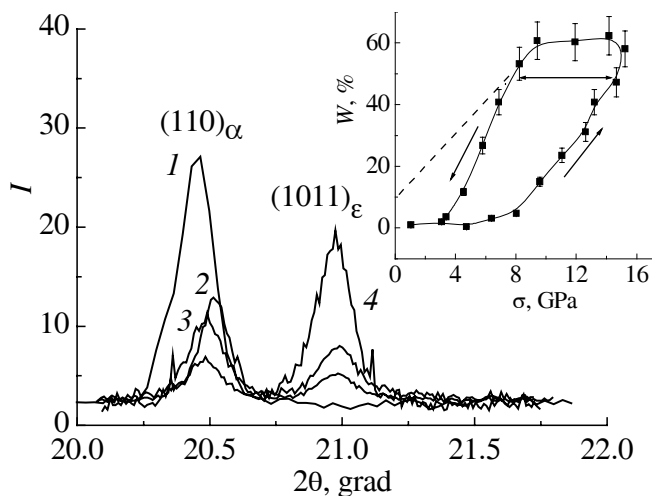


Рис. 4. Спектр рентгеновских линий (излучение Mo) при структурно-фазовых изменениях в техническом Fe в экстремальных условиях пластической деформации сжатия σ , GPa: 1 – 2, 2 – 10, 3 – 12, 4 – 16. На вставке показано изменение процентного соотношения ϵ -фазы W

при $\sigma \leq 20$ GPa и угле вращения $\varphi = 30$ grad рядом с линией (111) γ -фазы обнаружена новая линия на фоне повышенного уровня диффузного рассеяния. Эта линия идентифицирована как (110) α -фазы, а ее интенсивность (количество α -фазы) в различной степени зависела от соотношения деформаций сжатия и сдвига.

Поскольку Fe (технический) является основным элементом γ -HNS, практический интерес представляет исследование его структурно-фазовой стабильности в таких же деформационно-силовых условиях,

при деформации сжатия происходит при более низких давлениях, чем при воздействии только квазигидростатического давления. В условиях деформации сжатия под давлением обнаружен обратимый характер изменения соотношения фазовых составляющих (рис. 4, вставка). Увеличение полуширины линии α -фазы в процессе формирования ϵ -фазы свидетельствовало о росте внутренних полей напряжений исходной фазы. При циклировании деформирующего напряжения $\Delta\sigma = 8 \leftrightarrow 22$ GPa, $n = 20$, $T = 300$ K (рис. 4, вставка, штриховая линия) инициировали преобразование обратимого фазового превращения $\alpha \leftrightarrow \epsilon$ в частично-обратимое $\epsilon \rightarrow \alpha$ с образованием стабильной (до 10%) ϵ -фазы. Стандартная обработка данных рентгеноструктурного исследования (рис. 3 и 4) предельно деформированных материалов с помощью известных методов [1] (аппроксимации, фурье-анализа, Селякова, Уоррена-Авербаха, Холла и др.) позволила обнаружить, что частично-обратимое $\epsilon \rightarrow \alpha$ -превращение сопровождается формированием полидисперсной (по размерам области когерентного рассеяния (ОКР) – 30–250 nm) нанокристаллической структуры в α -фазе. Вероятно, что появление и исчезновение ϵ -фазы в экстремальных условиях пластической деформации под давлением способствует формированию нанокристаллической структуры в α -фазе.

Интерес представляют исследования в условиях сочетания нескольких видов деформации, в частности сжатия и сдвига (рис. 5). Обнаружено, что наложение сдвиговой компоненты (при кручении) инициировало начало структурно-фазовой неустойчивости (рис. 5) при более низких напряжениях сжатия (см. рис. 4). Кроме этого, показано, что механоактивация структурно-фазовой дестабилизации в экстремальных условиях комбинированной деформации сжатия и сдвига способствует росту объема новой ϵ -фазы и увеличению соотношения объемов обратимой и необратимой фаз (рис. 5, вставка).

Предварительные исследования свидетельствуют, что количество необратимой фазы в различной степени зависит от состояния исходной структуры, величины сдвиговой деформации кручения и соотношения между сдвиговой

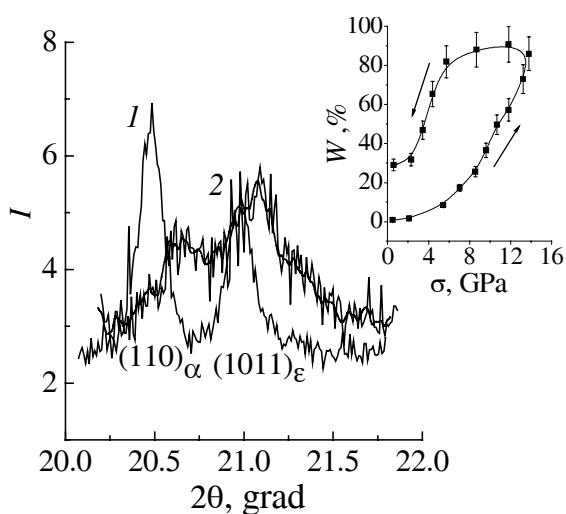


Рис. 5. Характер перестройки рентгеновского спектра при структурно-фазовых изменениях технического Fe в экстремальных условиях: 1 – деформация сжатия ($\sigma = 16$ GPa); 2 – комбинированная деформация: сжатие ($\sigma = 12$ GPa) + сдвиг ($\phi = 12$ grad). На вставке представлен характер изменения количества новой ϵ -фазы W при наложении сдвиговой компоненты ($\phi = 12$ grad) в условиях деформации сжатия

деформацией и деформацией сжатия. При соответствующем подборе влияющих факторов можно ожидать получения материала с максимальным количеством стабильной ϵ -фазы, что открывает возможности как получения необычных свойств в обычных материалах, так и управления их свойствами при варьировании параметров комбинированной пластической деформации.

Физико-механические свойства модифицированных материалов исследовали методом КМИ [5]. Обнаружено, что деформационно-стимулированное фазовое $\alpha \leftrightarrow \epsilon$ -превращение в техническом Fe инициировало заметное повышение прочности (рис. 6).

При микроиндентировании образцов Fe в условиях структурно-фазовой ($\alpha \leftrightarrow \epsilon$) неустойчивости обнаружено увеличение коэффициента пластичности (рис. 7). С ростом скорости деформации под индентором наблюдалось повышение пластичности. Полученные значения коэффициента скоростной чувствительности ($m = 0.28$) указывают на возможность протекания процесса сверхпластичности в данном структурно-фазовом состоянии Fe.

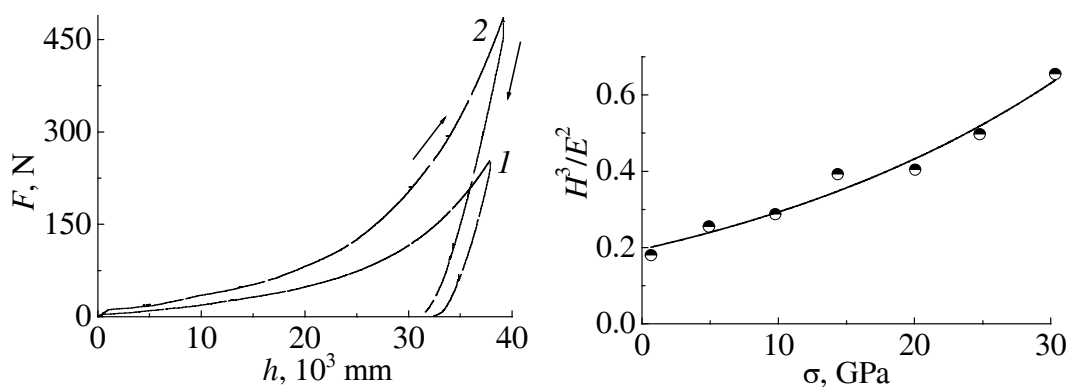


Рис. 6. Кинетическое микроиндентирование технического Fe: 1 – исходное состояние; 2 – деформационно-модифицированное ($\sigma = 12$ GPa, $\varphi = 12$ rad)

Рис. 7. Характер изменения наведенной пластичности в условиях структурно-фазовых ($\sigma = 12$ GPa, $\varphi = 12$ rad) изменений в техническом Fe

Методом КМИ для технического Fe обнаружено, что процесс структурно-фазовой неустойчивости сопровождается уменьшением модуля Юнга и выходом на насыщение деформационных зависимостей механических параметров. Иницированное структурно-фазовое состояние приобретает наведенную намагниченность. Сделано предположение, что обнаруженная намагниченность имеет деформационную природу и может быть обусловлена изменением структурно-фазового и энергетического состояний межзеренного пространства в процессе деформации предельной величины.

Проведено дополнительное упрочнение исходного поверхностного слоя технического Fe дисперсионными наноразмерными ($d \approx 30\text{--}80$ nm) порошками Al_2O_3 и $\text{ZrO}_2 + 3 \text{ mol.}\% \text{ Y}$ путем индентирования последних в поверхностный слой при различном сочетании деформационно-силовых парамет-

ров сдвига и сжатия. Методом КМИ показано, что для поверхностного слоя Fe толщиной до 4 μm с внедренным порошком Al_2O_3 твердость (при средних размерах ОКР порядка 80 nm) составила 45 GPa (при нагрузке 100 mN), релаксированная твердость (измеренная по методу Виккерса) оказалась 60 GPa. Обнаружено, что исходный поверхностный слой Fe обладает большим коэффициентом упругого возврата ($W = 50\text{--}80\%$), чем дисперсионно-упрочненный порошок Al_2O_3 ($W = 20\text{--}40\%$) при деформации ($e = 5$), и зависит от величины деформационно-силовых параметров. Зная невосстановленную твердость H (по глубине внедрения индентора) и модуль Юнга E (по кривой разгрузки), оценивали уровень сопротивления поверхностного слоя пластической деформации, который тем выше, чем больше отношение H^3/E^2 . Для $e = 5$ $H^3/E^2 = 0.15\text{--}1.31$ GPa. Путем варьирования структуры дисперсионно-упрочненного поверхностного слоя стремились при сохранении высокой твердости добиться минимально возможного модуля Юнга. За счет уменьшения размеров ОКР от 80 до 20 nm их твердость была увеличена от 30 до 45 GPa, в то время как приведенный модуль Юнга изменился с 402 до 470 GPa, а сопротивление пластической деформации (по отношению H^3/E^2) увеличилось от 0.22 до 0.71 GPa.

Заключение

Изготовлены наковальни Бриджмена и реализованы технические условия механоактивации поверхностных и объемных структурно-фазовых изменений в металлах в экстремальных условиях пластической деформации под давлением. *In situ* методами оптической микроскопии и рентгеноструктурного анализа изучены характер структурно-фазовых изменений и свойства модифицированных металлов. Определена взаимосвязь между структурно-фазовыми изменениями и физико-механическими свойствами исследуемых металлов – обнаружена деформационно-стимулированная пластичность, вызванная фазовой неустойчивостью структуры в экстремальных условиях пластической деформации.

Установлен частично-обратимый характер фазового $\alpha \leftrightarrow \varepsilon$ -превращения в Fe на начальных стадиях структурно-фазовой дестабилизации. Показана возможность управления объемными и поверхностными свойствами деформированных материалов путем целенаправленных структурно-фазовых изменений в условиях реализации предельного напряженно-деформированного состояния.

Выявлены деформационно-силовые параметры образования новой фазы, показано, что радиальное течение в сочетании с тангенциальным смещением стимулируют процесс образования деформационной фазы. Установлено, что: фазовая неустойчивость стимулирует процесс фрагментации структуры и инициирует повышенную пластичность двухфазного материала; деформация сдвига в условиях квазистатического сжатия стимулирует процесс фазообразования, изменяет частично-обратимый характер фазового превращения

на необратимый и снижает деформационно-силовые параметры образования новой фазы.

Методами *in situ* исследований показана возможность управления объемными и поверхностными свойствами деформированных материалов путем целенаправленных структурно-фазовых изменений в условиях реализации предельного напряженно-деформированного состояния.

1. Р.З. Валиев, Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией, Логос, Москва (2000).
2. В. Пишбыльский, Технология поверхностной пластической обработки, Металлургия, Москва (1991).
3. В.Н. Варюхин, Н.Н. Белоусов, ФТВД **15**, № 4, 37 (2005).
4. Н.Н. Белоусов, ФТВД **16**, № 4, 90 (2006).
5. В.И. Барбашов, Н.Н. Белоусов, ФТВД **11**, № 2, 86 (2001).
6. В.Н. Варюхин, Н.Н. Белоусов, Е.Г. Пашинская, ФТВД **10**, № 2, 15 (2000).
7. Н.Н. Белоусов, И.Р. Венгеров, Е.Г. Пашинская, ФТВД **17**, № 3, 103 (2007).
8. Н.Н. Белоусов, И.Р. Венгеров, ФТВД **17**, № 4, 64 (2007).
9. В.Н. Варюхин, Н.Н. Белоусов, ФТВД **14**, № 3, 119 (2004).
10. Н.Н. Белоусов, Оборудование и технологии термической обработки металлов и сплавов, ОТТОМ-7, Харьков (2006), с. 134–137.

N.N. Belousov

STRUCTURAL AND PHASE CHANGES UNDER CONDITIONS OF PRESSURE-STIMULATED PLASTIC DEFORMATION AND PROPERTIES OF MODIFIED METALS

Bridgman anvils have been manufactured and technical conditions realized for mechanical activation of surface and volume structural-phase changes in metals under extreme conditions of plastic deformation. Character of changes and properties of modified metals have been studied by *in situ* methods of optical microscopy and X-ray structure analysis. Relationship has been determined for structural-phase changes and physico-mechanical properties of the studied metals: deformation-stimulated plasticity resulting from phase instability of the structure under extreme conditions of plastic deformation has been revealed.

Fig. 1. Character of changes in X-ray lines (Co-radiation) after contact friction under pressure: 1 – 200 MPa, 2 – 600 MPa, 3 – 1.2 GPa; $\varphi = 12$ rad, $d\varphi/dt = 0.1$ rad/s

Fig. 2. Partially reversible character of phase transformation in Fe–Cr–Mn–Ni-solid solution ($C_N = 0.06\%$ N) in conditions of plastic deformation with shear ($n = 2$ rev) under compressive strain

Fig. 3. Character of changes in X-ray lines (Mo-radiation) under quasi-hydrostatic conditions for α -phase destabilization in industrial Fe reduced in diamond anvils: 1 – $P = 1$ GPa, 2 – 17, 3 – 25

Fig. 4. X-ray lines (Mo-radiation) for changes in structure and phases in industrial Fe in extreme conditions of plastic deformation by compression σ , GPa: 1 – 2, 2 – 10, 3 – 12, 4 – 16. In the insert: changes in ϵ -phase percentage W

Fig. 5. Character of X-ray spectrum rearrangement during structural and phase changes in industrial Fe under extreme conditions: 1 – deformation by compression ($\sigma = 16$ GPa); 2 – combined deformation: compression ($\sigma = 12$ GPa) + shear ($\varphi = 12$ rad). In the insert: changes in quantity of new ϵ -phase W versus shearing component application ($\varphi = 12$ rad) under compression

Fig. 6. Kinetic microindentation of industrial Fe: 1 – initial state; 2 – deformation-modified ($\sigma = 12$ GPa, $\varphi = 12$ rad)

Fig. 7. Character of changes in the induced plasticity under structural and phase changes ($\sigma = 12$ GPa, $\varphi = 12$ rad) in industrial Fe