

PACS: 81.40.Vw, 81.30.Kf

Н.Б. Эфрос<sup>1</sup>, В.П. Пилюгин<sup>2</sup>, Б.М. Эфрос<sup>1</sup>, А.М. Пацелов<sup>2</sup>,  
Е.Г. Чернышев<sup>2</sup>, Л.В. Лоладзе<sup>1</sup>

## ВЛИЯНИЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПОД ДАВЛЕНИЕМ НА СТРУКТУРУ, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И ПРОЧНОСТНЫЕ СВОЙСТВА НЕРЖАВЕЮЩИХ ХРОМОНИКЕЛЕВЫХ СТАЛЕЙ

<sup>1</sup>Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины  
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

<sup>2</sup>Институт физики металлов УрО РАН  
ул. С. Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, 620219, Россия

Статья поступила в редакцию 30 апреля 2004 года

*Изучено влияние интенсивной пластической деформации (ИПД) на структурно-фазовые переходы и упрочнение в нержавеющей хромоникелевых сталях на примере стали 12Х18Н10Т с низкой энергией дефектов упаковки (ЭДУ). Установлено, что ИПД приводит к формированию нанокристаллической (НК) структуры со средним минимальным размером кристаллитов до 30 нм. Показано, что упрочнение после ИПД возрастает в 2–2.5 раза ( $H_u \approx 4.5$  ГПа при  $e = 4.2$ ) по сравнению с исходным состоянием.*

### Введение

В настоящее время наблюдается повышенный интерес к материалам с характерным размером кристаллитов  $d \leq 0.1$ – $0.2$   $\mu\text{m}$ . Это связано с развитием методов ИПД, которые позволяют получать НК-материалы с более высоким уровнем физико-механических и служебных свойств [1–3].

Наиболее общим мнением о последовательности протекания формирования НК-состояний является то, что конечное фазовое и структурное состояния определяются как величиной ЭДУ, так и типом кристаллической решетки исходной фазы [4].

В ранее выполненных работах на железе и его сплавах с элементами замещения и внедрения было показано, что ИПД методом сдвига под давлением на начальной стадии деформирования носит выраженный локализованный характер. Дальнейшая эволюция структуры в данных сплавах при ИПД осуществляется в зависимости от подвижности дислокаций (величины ЭДУ), либо за счет образования и эволюции структур ячеистого типа, либо структур полосчатого типа из двойников и дефектов упаковки [5,6].

В этой связи целью данной работы было установление закономерностей влияния дефектов большой плотности при ИПД под давлением на структурно-фазовое состояние и упрочнение нержавеющей стали на основе Fe–Cr–Ni-твердого раствора.

### Материал и методы исследования

Объектом исследования служила нержавеющая аустенитная сталь 12X18H10T стандартного химического состава [7]. Образцы для эксперимента представляли собой диски диаметром 5 и толщиной 0.3 mm. ИПД под давлением осуществляли как сжатием в наковальнях Бриджмена ( $e = 0$ ,  $P = 8$  GPa), так и сдвигом под давлением (статическое давление  $P \approx 8$  GPa). Во втором случае образцы деформировали сжатием в наковальнях Бриджмена с поворотом последних на 0.25–10 оборотов, чему соответствовала степень логарифмической деформации  $e$  от 1.8 до 6.2 соответственно [6].

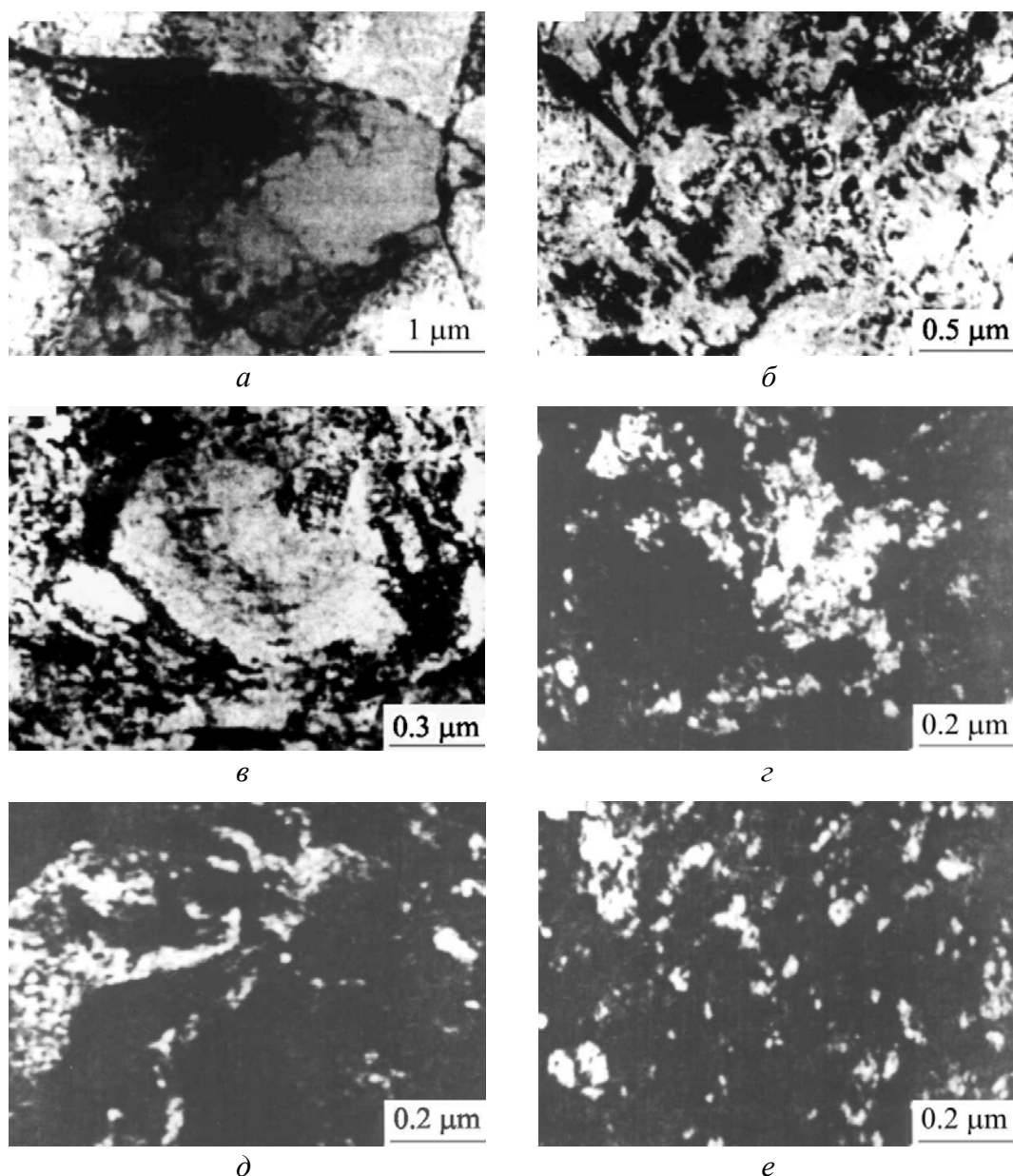
В работе исследовали структурно-фазовое состояние исходных (недеформированных) и деформированных образцов в зависимости от степени логарифмической деформации с помощью просвечивающей электронной микроскопии на электронном микроскопе JEM-200CX в светлопольном, темнопольном, а также в режиме микродифракции и рентгеновской дифрактометрии на аппарате ДРОН-УМ-1 в Mo  $K_\alpha$ -излучении в геометрии рассеяния рентгеновских лучей на прохождение. Микротвердость измеряли на приборе ПМТ-3 методом вдавливания алмазного индентора (нагрузка 0.5 N).

### Результаты эксперимента и обсуждение

Известно, что сталь 12X18H10T, как и все аустенитные нержавеющие стали состава, близкого к 18% Cr–10% Ni, имеет низкую ЭДУ –  $16 \text{ mJ/m}^{-2}$  [8]. Поэтому в выбранной стали 12X18H10T в зависимости от величины степени пластической деформации и значения уровня давления возможно протекание следующих мартенситных превращений: ГЦК- $\gamma \rightarrow$  ГПУ- $\epsilon$  и ГЦК- $\gamma \rightarrow$  ОЦК- $\alpha$  [8,9]. При этом было обнаружено, что образование более плотноупакованной  $\epsilon$ -фазы сопровождается значительным уменьшением концентрации дефектов упаковки в аустените, а формирующаяся под давлением ОЦК- $\alpha$ -фаза возникает при наличии 5–10% ГПУ- $\epsilon$ -фазы и имеет менее дисперсную структуру по сравнению с ОЦК- $\alpha$ -мартенситом деформации, образующимся в процессе осадки при температуре жидкого азота. Предполагается, что формирование ОЦК- $\alpha$ -мартенсита инициируется нескомпенсированными растягивающими напряжениями, возникающими при образовании ГПУ- $\epsilon$ -фазы [8].

Полученные электронно-микроскопические изображения образцов стали 12X18H10T после ИПД под давлением ( $P \approx 8$  GPa) в зависимости от степени логарифмической деформации  $e$  приведены на рис. 1.

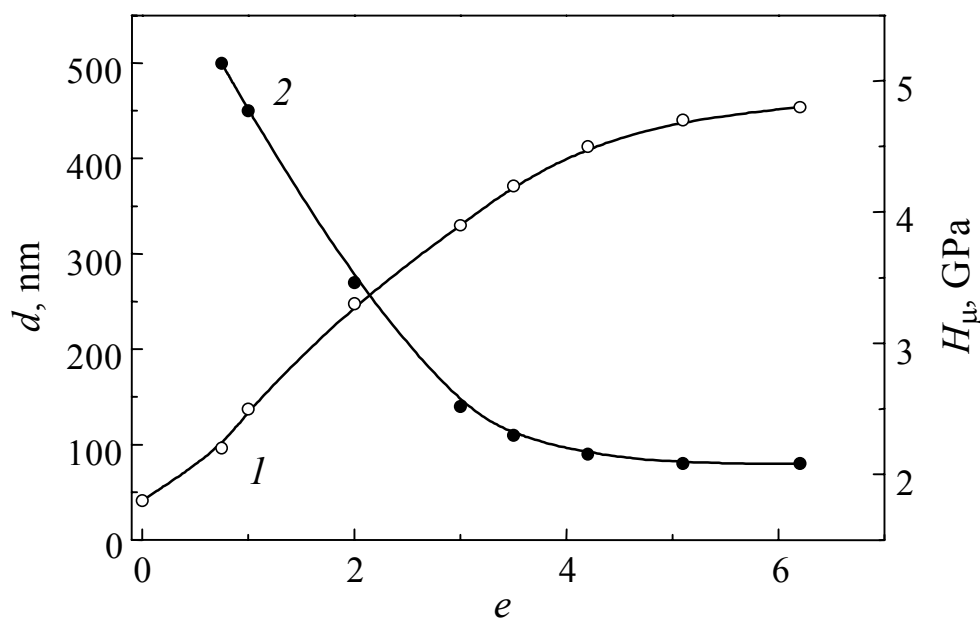
Исходное состояние исследованной стали после обработки на твердый раствор и, следовательно, получения ГЦК- $\gamma$ -состояния со следами структуры



**Рис. 1.** Структура образцов стали 12X18H10T в исходном состоянии (*a*) и после ИПД под давлением  $P = 8$  GPa со степенью деформации  $e$ : *b* – 0; *в* – 1.8; *г* – 3.9; *д* – 5.5; *е* – 6.2

горячей деформации показано на рис. 1,*a*. При этом в структуре видны границы крупных зерен и элементы двойниковой структуры, а также наблюдаются дислокационные образования со сравнительно низкой плотностью дислокаций. Данное исходное состояние характеризуется средней величиной микротвердости  $H_{\mu} \approx 1.8$  GPa (рис. 2).

При ИПД стали 12X18H10T только сжатием в наковальнях Бриджмена под давлением ( $e = 0$ ,  $P = 8$  GPa) обнаружено, что происходит измельчение структурных составляющих в образце, наблюдаются микродвойники и образуются дислокационные ячейки (см. рис. 1,*б*). Видно, что деформация неравномерна,



**Рис. 2.** Зависимости среднего размера кристаллитов  $d$  (2) и микротвердости  $H_{\mu}$  (1) образцов стали 12X18H10T от степени ИПД  $e$  ( $P = 8$  GPa)

есть полосы локализованной деформации, микродифракция с участка данной полосы характеризуется размытием рефлексов в виде дуг, а не точечными рефлексами, характерными для монокристаллического участка. Средняя микротвердость образцов после ИПД с данными параметрами  $e$  и  $P$  составила  $H_{\mu} \approx 2.2$  GPa (рис. 2).

При ИПД сдвигом под давлением ( $e = 1.8$ ,  $P = 8$  GPa) (см. рис. 1, в) кроме двойников и дефектов упаковки появляются участки с мелкодисперсной структурой, при этом ГПУ- $\epsilon$ -фаза присутствует в виде упорядоченных двойников в ГЦК- $\gamma$ -матрице. При этом резко повышается величина  $H_{\mu}$ , среднее значение которой  $\approx 3.5$  GPa (рис. 2). Необходимо также отметить, что данная структура аналогична структуре после деформации сжатием в наковальнях Бриджмена ( $e = 0$ ,  $P = 8$  GPa), но в последнем случае практически нет участков с мелкодисперсной структурой.

Повышение логарифмической степени ИПД до величины  $e \approx 3.2$  приводит к тому, что в структуре образцов исследуемой стали 12X18H10T также наблюдаются два типа вышеуказанных микроструктур, однако в данном случае повышается доля мелкодисперсной составляющей, которая имеет фазовый состав: ГПУ- $\epsilon$  + ГЦК- $\gamma$  + ОЦК- $\alpha$ . Средний размер элементов субструктуры  $d \approx 110$  nm (рис. 2). На микродифракциях присутствуют рефлексы двух типов: точечные – с участков, имеющих двойниковую структуру, и дугообразные – с участков, имеющих ячеистую структуру. При этом видно, что двойники разбиваются на фрагменты. Скорость увеличения микротвердости на данном участке изменения степени  $e$  несколько понижается, средняя величина  $H_{\mu} \approx 3.9$  GPa.

При дальнейшей ИПД ( $e = 3.9$ ) (см. рис. 1,з) в структуре образцов исследованной стали обнаруживаются микрофрагменты, представляющие собой, по-видимому, осколки раздробленных двойников. При этом в структуре обнаруживаются также более крупные фрагменты с размером  $d \approx 200$  nm. В целом заметно, что сформированная структура достаточно неоднородная. В участках с мелкодисперсной структурой размер ее элементов  $d \approx 30\text{--}40$  nm, в то время как средний размер кристаллитов  $d \approx 90$  nm. При этом незначительный подъем среднего значения микротвердости ( $H_{\mu} \approx 4.1$  GPa) (рис. 2) сопровождается существенным ростом величины ее разброса – от 5.0 до 3.7 GPa.

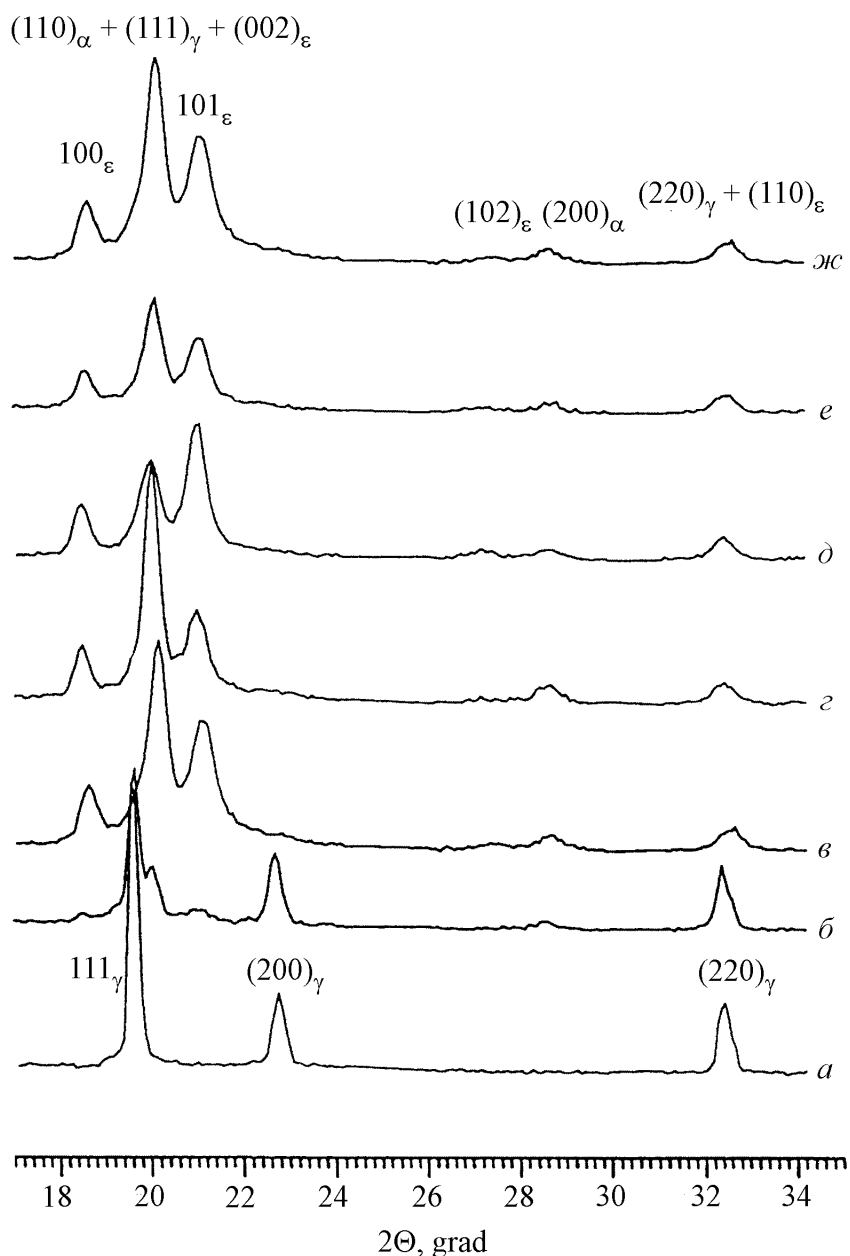
С возрастанием степени ИПД до величины  $e = 5.1$  более полно проявляется наличие фрагментированной структуры со средним размером ее элементов  $d \approx 60$  nm (рис. 2), но сохраняется некоторая структурная неоднородность при том же фазовом составе. Микродифракция имеет вид практически кольцевой, что обусловлено наличием множества рефлексов от структурных элементов в результате протекания процесса фрагментации.

При достижении степени ИПД  $e = 5.5$  наблюдается дальнейшее измельчение фрагментированной структуры (см. рис. 1,д), средний размер ее элементов  $d \approx 45$  nm (рис. 2). При этом встречаются участки, состоящие из фрагментов близкой ориентировки и с характерным размером порядка 500 nm. Здесь также наблюдается кольцевой тип микродифракции, который имеет более размытый вид, что связано с дальнейшим измельчением структуры по сравнению со степенью ИПД сдвигом под давлением  $e = 5.1$ . Необходимо отметить, что в отличие от образца после ИПД со степенью  $e = 3.9$ , для образца после ИПД с величиной  $e = 5.5$  разброс значений микротвердости очень небольшой, и ее средняя величина  $H_{\mu} \approx 4.8$  GPa (рис. 2).

Для максимальной в данной работе степени ИПД сдвигом под давлением  $e = 6.2$  (см. рис. 1,е) сохраняется структура того же типа, что и при  $e = 5.5$  (рис. 1,д). Средний размер кристаллитов при этом  $d \approx 30$  nm. Размер кристаллитов, полученный после анализа темнопольных изображений в рефлексах типа  $(200)_{\gamma}$  и  $(110)_{\varepsilon}$ , указывает на практически одинаковое измельчение кристаллитов  $\gamma$ - и  $\varepsilon$ -фаз. Наиболее крупные элементы субструктуры имеют размер порядка 140 nm.

Характер эволюции дифрактограмм образцов исследованной стали, полученных с помощью метода рентгеноструктурного анализа, после ИПД сдвигом под давлением в зависимости от ее параметров приведен на рис. 3. Анализ данных дифрактограмм позволил выявить характер изменения фазовых составляющих: ГЦК- $\gamma$ -, ГПУ- $\varepsilon$ - и ОЦК- $\alpha$ -фаз от степени деформации при ИПД (рис. 4). Видно, что с ростом степени логарифмической деформации  $e$  в интервалах 0–3 и 5–6.2 при постоянном уровне давления ( $P = 8$  GPa) заметно повышается количество ГПУ- $\varepsilon$ -фазы в исследованной стали (при степени  $e = 6.2$  количество ГПУ- $\varepsilon$ -фазы достигает  $\sim 65\%$ ) (см. рис. 3 и 4). Уменьшение содержания ГЦК- $\gamma$ -фазы в основном наблюдается в диапазоне  $e$  от 0 до 3. При дальнейшей ИПД ( $e \geq 3\text{--}6.2$ ) количество ГЦК- $\gamma$ -фазы находится в пределах

22–26% (см. рис. 4). При этом также было обнаружено, что после всех режимов ИПД сдвигом под давлением в образцах нержавеющей стали 12Х18Н10Т присутствовало некоторое количество ОЦК- $\alpha$ -фазы (5–20%) (рис. 4). Необходимо отметить, что появление дифракционного пика  $(200)_\alpha$ , характерного для ОЦК- $\alpha$ -фазы (рис. 3), позволяет сделать качественное предположение об образовании ОЦК-мартенсита разгрузки при снижении давления.



**Рис. 3.** Дифрактограммы образцов стали 12Х18Н10Т в исходном состоянии (*a*) и после ИПД под давлением  $P = 8$  ГПа со степенью деформации  $e$ : *б* – 0; *в* – 1.8; *г* – 3.2; *д* – 3.9; *е* – 5.1; *ж* – 6.2

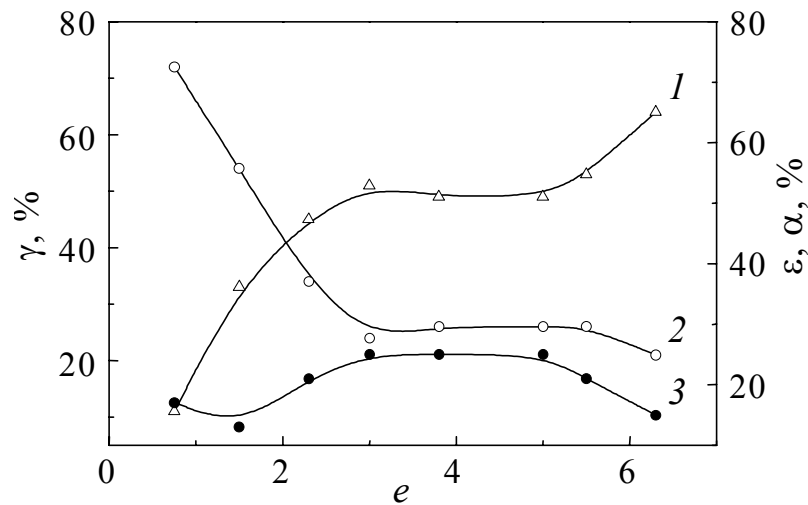


Рис. 4. Влияние степени ИПД  $e$  ( $P = 8$  ГПа) на фазовый состав образцов стали 12Х18Н10Т: 1 – ε-фаза; 2 – γ-фаза; 3 – α-фаза

Таким образом, характер изменения количества γ-, ε- и α-фаз при ИПД под давлением нержавеющей стали 12Х18Н10Т в основном согласуется с характером фазовых превращений в различных метастабильных системах на основе железа при изменении значений показателей напряженного состояния: показателя жесткости напряженного состояния  $\eta$  и показателя Лодэ–Надаи  $\mu_{\sigma}$  [8,10]. В общем случае интенсивность фазовых превращений определяется как внутренними (химический состав, ЭДУ и др.), так и внешними (схема нагружения, степень деформации, давление и др.) факторами. Соответствующим выбором данных факторов можно непосредственно или опосредовано (изменяя, например, параметры ИПД под давлением) подавлять или усиливать развитие структурных и фазовых превращений и, следовательно, изменять механические и служебные свойства НК-материалов в нужном направлении.

### Выводы

1. На начальных стадиях ИПД сдвигом под давлением образцов стали 12Х18Н10Т наблюдается неоднородность структуры с появлением полос локализации деформации, двойникования и ячеистой структуры.

2. ИПД сдвигом под давлением на максимальные степени деформации приводит к формированию НК-структуры с минимальным средним размером кристаллитов  $d \approx 30$  нм.

3. После ИПД сдвигом под давлением отмечено изменение фазового состава исследованной стали: происходит значительное увеличение количества ГПУ-ε-фазы (до 65%) и уменьшение ГЦК-γ-фазы (особенно на начальном этапе) при одновременном появлении определенного количества ОЦК-α-фазы (5–20%).

1. *H. Gleiter*, Nanostruct. Mater. **6**, 3 (1995).
2. *А.И. Гусев*, Нанокристаллические материалы: Методы получения и свойства, УрО РАН, Екатеринбург (1998).
3. *Р.З. Валиев, И.В. Александров*, Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией, Логос, Москва (2000).
4. *H. Gleiter*, Acta Mater. **48**, 1 (2000).
5. *В.А. Теплов, В.П. Пилюгин, Г.Г. Талуц*, Металлы № 2,109 (1992).
6. *В.П. Пилюгин, Б.М. Эфрос, С.В. Гладковский, А.М. Пацелов, Е.Г. Чернышев*, ФТВД **11**, № 2, 78 (2001).
7. *В.Г. Сорокин, А.В. Волосникова, С.А. Вяткин, М.А. Гервасьев*, Марочник сталей и сплавов, Машиностроение, Москва (1989).
8. *М.А. Филиппов, В.С. Литвинов, Ю.Р. Немировский*, Стали с метастабильным аустенитом, Металлургия. Москва (1988).
9. *Р.Н. Ещенко, К.М. Демчук, А.Н. Мартемьянов, Н.И. Чарикова*, ФММ **59**, 957 (1985).
10. *Б.М. Эфрос*, ФТВД **8**, № 2, 82 (1998).

*N.B. Efros, V.P. Pilyugin, B.M. Efros, A.M. Patselov, E.G. Chernyshev, L.V. Loladze*

## INFLUENCE OF SEVERE PLASTIC DEFORMATION UNDER PRESSURE ON STRUCTURE, PHASE COMPOSITION AND STRENGTH PROPERTIES OF CHROMIUM-NICKEL STAINLESS STEELS

Influence of severe plastic deformation (SPD) on structural-phase transitions and hardening in chromium-nickel stainless steels has been studied on the example of steel 12X18H10T with low stacking fault energy (SFE). SPD is shown to result in formation of nanocrystalline (NC) structure with a 30 nm average minimal size of crystallites. It has been found that after the SPD the hardening becomes 2–2.5 times increased ( $H_{\mu} \approx 4.5$  GPa) as compared to the initial state.

**Fig. 1.** Structure of steel 12X18H10T samples in initial state (*a*) and after SPD under pressure  $P = 8$  GPa with the degree of deformation  $e$ :  $\delta - 0$ ;  $\epsilon - 1.8$ ;  $\zeta - 3.9$ ;  $\partial - 5.5$ ;  $e - 6.2$

**Fig. 2.** Dependences of average crystallite size  $d$  (2) and average microhardness  $H_{\mu}$  (1) of steel 12X18H10T samples on degree of SPD  $e$  ( $P = 8$  GPa)

**Fig. 3.** Diffractograms of steel 12X18H10T samples in initial state (*a*) and under pressure  $P = 8$  GPa with the degree of deformation  $e$ :  $\delta - 0$ ;  $\epsilon - 1.8$ ;  $\zeta - 3.2$ ;  $\partial - 3.9$ ;  $e - 5.1$ ;  $\kappa - 6.2$

**Fig. 4.** Influence of the degree of SPD  $e$  ( $P = 8$  GPa) on phase composition of steel 12X18H10T samples: 1 –  $\epsilon$ -phase; 2 –  $\gamma$ -phase; 3 –  $\alpha$ -phase