СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТАЛИ ЭИ-961Ш С НАНОРАЗМЕРНЫМИ КАРБИДНЫМИ ЧАСТИЦАМИ ПРИ ЦИКЛИЧЕСКОМ НАГРУЖЕНИИ

STRUCTURAL PECULIARITIES OF EI-961SH ULTRA-FINE GRAIN STEEL WITH NANO-SCALE CARBIDE PARTICLES UNDER CYCLE LOADING

М.А.Никитина¹, научный сотрудник, (ORCID: 0000-0001-5623-6117), Р.К.Исламгалиев¹, д.ф.-м.н., проф., главный научный сотрудник, (ORCID: 0000-0002-6234-7363), А.В.Ганеев¹, научный сотрудник, (ORCID: /0000-0002-7858-8874), В.Д.Ситдигов¹, научный сотрудник, к.ф.-м.н., доцент, (ORCID: 0000-0002-9948-1099) / nik.marina.al@gmail.com

M.A.Nikitina¹, Researcher, (ORCID: 0000-0001-5623-6117), R.K. Islamgaliev¹, Chief Researcher, Doctor of Sc. (Physics and Mathematics), Prof., (ORCID: 0000-0002-6234-7363), A.V. Ganeev¹, Researcher, (ORCID: /0000-0002-7858-8874), V.D. Sitdikov¹, Researcher, Cand. of Sc. (Physics and Mathematics), Docent, (ORCID: 0000-0002-9948-1099)

DOI: 10.22184/1993-8578.2019.12.6.332.337

Получено: 20.10.2019 г.

В работе представлены результаты исследования влияния ультрамелкозернистой структуры на усталостные свойства ферритно-мартенситной стали. Особое внимание уделено изучению структурных изменений после усталостных испытаний. Методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) изучены особенности усталостного излома и эволюция микроструктуры в зависимости от расстояния до места разрушения. Методами рентгеноструктурного анализа определены параметр решетки, область когерентного рассеяния, плотность дислокаций, объемная доля и размер карбидных частиц. Обсуждается влияние УМЗ-структуры, а также объемной доли и размера карбидных частиц на механизм разрушения при многоцикловых испытаниях.

The paper presents the results of research reflecting the influence of ultra-fine grain structure on fatigue properties of ferrite-martensitic steel. Special attention has been paid to a study of the structural changes occurring after the fatigue tests. Studied are the peculiarities of the fatigue fracture and evolution of microstructure depending on a distance from the fracture position using the methods of raster electron microscopy (REM) and transmission electron microscopy (TEM). The X-ray structural analysis enabled to determine the lattice parameter, coherent scattering region, density of dislocations, volume fraction and carbon particles sizes. The influence of UFG-structure, volume fraction and carbon particle sizes on the mechanism of destruction under cycle loading have been discussed.

ВВЕДЕНИЕ

Известно, что в 9–12% Сг сталях при малоцикловых испытаниях происходит усталостное разупрочнение, связанное с нестабильностью дислокационной

структуры, что приводит к уменьшению плотности дислокаций внутри субзерен, а также к процессам роста карбидных частиц при повышенных

¹ Институт физики перспективных материалов, Уфимский государственный авиационный технический университет / Institute of Physics of Advanced Materials, Ufa State Aviation Technical University.

температурах [1, 2]. Кроме того, на усталостную прочность большое влияние оказывают особенности структуры, формируемые после закалки и отпуска. Так, установлено, что выделения карбидных частиц в виде цепочек по границам бывших аустенитных зерен являются местами зарождения трещин в ферритно-мартенситных сталях [3]. Одним из методов, активно развивающихся в последние два десятилетия и позволяющих существенно увеличить прочностные свойства металлических материалов, является метод интенсивной пластической деформации (ИПД). Известно, что формирование УМЗ-структуры методом равноканального углового прессования (РКУП) ведет к увеличению микротвердости и предела прочности в различных металлах и сплавах [4], а также может привести к увеличению предела выносливости. Так, в работе [5] показано, что происходящее в процессе РКУП формирование ультрамелкозернистой структуры (УМЗ-структуры) наряду с более равномерным распределением упрочняющих частиц способствует увеличению предела выносливости в Al-, Mg- и Ti-сплавах.

Высоколегированная ферритно-мартенситная сталь ЭИ-961Ш, используемая в энергетическом машиностроении и работающая при температурах до 600°C, содержит большое количество наноразмерных карбидных частиц W_2C , Fe_3C , $Cr_{23}C_6$, WC и Fe_3W_3C . Установлено, что в процессе интенсивной пластической деформации (ИПД) происходит измельчение этих частиц и увеличение их объемной доли [6, 7]. В работе [8] показано, что карбидные частицы $Me_{23}C_6$, выделяющиеся по границам зерен, тормозят движение дислокаций, увеличивая малоцикловую усталость. Однако, на данный момент практически отсутствуют работы по изучению усталостных свойств УМЗ ферритно-мартенситных сталей. Целью настоящей работы является изучение особенностей усталостного разрушения УМЗ ферритно-мартенситной стали ЭИ-961Ш.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве исходного материала были использованы образцы ферритно-мартенситной стали ЭИ-961Ш (табл. 1). Перед РКУП проводили стандартную обработку (СТО) – закалку с температуры 1050°C в масло и

отпуск при 800°C. Режимы получения РКУП-образцов представлены в работах [6, 7].

Для определения предела выносливости использовались цилиндрические образцы с диаметром рабочей части 3 мм. Исследования многоциклового усталости стандартных образцов проводили при симметричном цикле нагружения, по 12 образцов на состояние. Коэффициент асимметрии цикла $R = \sigma_{\min}/\sigma_{\max}$ принимался равным -1.

Для расчета параметра решетки, размера областей когерентного рассеяния и объемной доли частиц использовали дифрактограммы, полученные на дифрактометре Rigaku Ultima IV, в котором реализован фокусный метод (схема гониометра по Брэгг – Брентано). Дифрактограммы были получены с использованием $CuK\alpha$ -излучения, полученного при напряжении и токе на рентгеновской трубке 40 кВ и 40 мА соответственно. Тонкую структуру стали исследовали с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEM-2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ. Микроскоп оборудован цифровой фотокамерой. Для структурных исследований вырезали диски из образцов на расстоянии ≥ 2 см от края. Далее эти диски механически утончали с помощью шлифовальной бумаги до толщины 0,11–0,15 мм. С помощью метода струйной электрохимической полировки на установке Tecpol-5 проводили финишное утончение. Режимы полировки: температура $20 \pm 5^\circ C$, напряжение 20–50 В. Состав электролита – 10%-ный раствор химически чистой хлорной кислоты $HClO_4$ в бутаноле. Фольгу после электрополировки промывали в спирте, затем сушили на фильтровальной бумаге. Для изучения поверхности рельефа разрушенных образцов, а также для дополнительного изучения структуры применяли растровый электронный микроскоп JSM-6390 с ускоряющим напряжением 30 кВ [7].

РЕЗУЛЬТАТЫ

Исследование микроструктуры методом ПЭМ показало, что после закалки структура стали является мартенситной, со средней шириной полос 520 нм. Высокотемпературный отпуск привел к выделению частиц вторых фаз размером 40–60 нм, преимущественно по границам предшествующих мартенситных пластин [6, 7]. РКУП-обработка

Таблица 1. Химический состав стали, вес. %

Table 1. Chemical composition of steel, Wt %

C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Mo	W	V
0,14	0,31	0,32	1,63	0,009	0,02	11,53	0,45	1,66	0,18

Рис.1. а – зависимость числа циклов N до разрушения от напряжений в цикле; микрорельеф излома в зоне стабильного роста трещины: б – в УМЗ-состоянии, с – в КЗ-состоянии

Fig.1. a – dependence of a number of cycles, N , to destruction vs the stresses in a cycle; micro relief of the fraction within the stable crack growth zone: б – in the UFG-state, с – in the CG-state

привела к уменьшению среднего размера зерна до 0,6 нм и среднего размера частиц до 90 нм. При этом наблюдали более равномерное расположение частиц как на границе, так и в теле зерна. Многочисленные рефлексы, равномерно расположенные по окружности на картине микродифракции, свидетельствовали о наличии высокоугловых разориентировок [6, 7]. Анализ межплоскостных расстояний на электронограммах в кристалле с помощью модифицированного уравнения Вульфа – Брэгга показал наличие частиц Cr_{23}C_6 , Fe_3C , WC и Ni_3C [7]. Результаты исследования методом рентгенофазового анализа показали, что интенсивная пластическая деформация, помимо уменьшения размера ОКР и увеличения плотности дислокаций, ведет к уменьшению параметра решетки и увеличению объемной доли наноразмерных карбидных частиц [7].

На рис.1 представлены кривые усталости в исходном состоянии (после закалки и отпуска) и после РКУП. Видно, что после РКУП предел усталости на базе 10^7 циклов возрастает на 20% – с 472 до 570 МПа. Повышение усталостных свойств в образцах с УМЗ-структурой связано с измельчением зерна, а также с увеличением

объемной доли частиц вторых фаз [7]. В малоциклового области (до 10^5 циклов) практически нет различий в усталостных кривых после стандартной обработки и УМЗ-образцов стали. Однако, в многоциклового области видно преимущество УМЗ-материала, особенно вблизи предела выносливости.

Основными различиями в характере разрушения по результатам фрактографического анализа являются:

- в РКУП-образцах зона стабильного роста трещины практически в два раза больше по сравнению с аналогичной зоной в образцах после стандартной обработки;
- в УМЗ-состоянии наблюдается формирование более широких (до 50 мкм) усталостных бороздок, на которых происходит торможение вторичных трещин (рис.1 б, в).

В образцах после стандартной обработки наблюдается строчное расположение наноразмерных карбидных частиц вдоль границ бывших аустенитных зерен (рис.2), что является фактором, снижающим предел выносливости в сталях ферритно-мартенситного класса [3]. В образцах после РКУП-обработки непосредственно вблизи зоны разрушения наблюдается

Таблица 2. Результаты РСА и ПЭМ после циклических испытаний образцов после СТО

Table 2. The results of X-ray analysis and TEM after the SP and cyclic tests of the samples

Состояние State		Параметр решетки ALattice parameter	Микро иска- жения, % Micro- distortion, %	Размер ОКР, нм CSR size, nm	Плотность дис- локаций, 10^{15} м^{-2} Dislocations density, м^{-2}	Объемная доля частиц, % Volume ratio, %	Размер частиц, нм (ПЭМ) Particle size, nm
СТО SP		2,8780(5)	0,22(9)	122(31)	0,96(9)	2,67±0,4	250±30
Зона разрушения Destruction zone		2,87820(6)	0,166(9)	81(6)	2,11(8)	8±0,5	150±14
Расстояние от зоны разру- шения, мм Distance from the destruction zone, mm	0,5	2,87818(7)	0,154(6)	96(8)	2,04(7)	11±0,7	160±12
	1	2,87815(8)	0,131(8)	114(11)	1,43(9)	12,1±0,9	200±14
	1,5	2,87814(9)	0,123(5)	127(15)	1,12(6)	12,3±1,1	220±20
	2	2,87813(9)	0,112(7)	131(18)	1,06(11)	–	–

рост наноразмерных карбидных частиц, вызванный активацией диффузных процессов. Также происходит увеличение плотности дислокаций непосредственно в зоне разрушения в 1,5 раза, однако по мере удаления от зоны разрушения идет постепенное снижение значений до исходного состояния.

Рентгеноструктурный анализ показал, что в зоне разрушения в УМЗ-состоянии идет процесс динамического старения, в результате которого происходит увеличение объемной доли карбидных частиц и уменьшение параметра решетки (табл. 2, 3).

ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты электронно-микроскопических и рентгеноструктурных исследований показали, что при многоциклового усталости в стали ЭИ-961Ш происходят заметные структурные изменения. При этом они локализованы в области зоны усталостного излома. На расстоянии 2 мм от зоны разрушения изменения практически сопоставимы с состояниями до испытаний. Необходимо отметить, что плотность дислокаций в области зоны разрушения значительно повышается как для состояния СТО, так и после РКУП. При этом наблюдается заметное снижение размеров карбидов вторых фаз, что может быть связано

Таблица 3. Результаты РСА и ПЭМ после циклических испытаний РКУП-образцов

Table 3. The results of X-ray analysis and TEM after the ESAP and cyclic tests of the samples

Состояние State		Параметр решетки ALattice parameter	Микро иска- жения, % Micro- distortion, %	Размер ОКР, нм CSR size, nm	Плотность дис- локаций, 10^{15} м^{-2} Dislocations density, м^{-2}	Объемная доля частиц, % Volume ratio, %	Размер частиц, нм (ПЭМ) Particle size, nm
РКУП ESAP		2,8740(4)	0,13	36(4)	3,87(6)	3,8±0,5	90±8
Зона разрушения Destruction zone		2,87419(5)	0,227(5)	24(4)	5,72(6)	15,8±1,8	60±7
Расстояние от зоны разрушения, мм Distance from the destruction zone, mm	0,5	2,87418(8)	0,219(8)	27(3)	5,21(5)	12±1,0	80±9
	1	2,87414(9)	0,211(7)	31(2)	4,86(5)	8,3±0,9	90±10
	1,5	2,87412(6)	0,205(8)	34(2)	4,27(4)	8±1,1	95±12
	2	2,87411(7)	0,193(9)	37(3)	3,94(5)	–	–

Рис.2. Микроструктура (а, с, е) образцов после СТО (b, e, f); РКУП-образцов после циклических испытаний: в зоне разрушения (а, b); 0,5 мм от зоны разрушения (с, d); 1,5 мм от зоны разрушения (е, f)

Fig.2. Microstructure of samples (a, c, e) after standard treatment (b, e, f); Equal Channel Angular Extrusion of samples after cycle tests: within the destruction zone (a, b); 0,5 mm from the destruction zone (c, d); 1,5 mm from the destruction zone (e, f)

с эффектом динамического деформационного старения. Подобный эффект широко наблюдали при циклическом нагружении перлитных сталей [9].

В условиях циклического нагружения в УМЗ ферритно-мартенситной стали могут, очевидно, получить развитие процессы деформационного динамического старения, протекающие при постоянном образовании в ходе циклирования новых дислокаций в ферритных зернах, о чем свидетельствуют данные рентгеноструктурного анализа (табл. 3).

Повышение предела выносливости в УМЗ-образцах может быть объяснено формированием в процессе РКУП более мелких частиц вторых фаз и более равномерным их распределением по границам и в теле зерна, по сравнению с образцами после стандартной обработки. Соответственно, после формирования УМЗ-структуры наблюдается большая площадь зарождения трещины (в КЗ-состоянии ширина зоны 0,7 мм, в УМЗ-состоянии – 1,4 мм), меньший размер частиц и их повышенная объемная доля, что тормозит развитие усталостной трещины.

ВЫВОДЫ

Формирование УМЗ-структуры позволило увеличить предел выносливости более чем на 20% по

сравнению со стандартной обработкой. Методами электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа установлено изменение структуры стали при циклических нагрузках. Показано, что в зоне усталостного разрушения происходит локальное деформационное старение, приводящее к растворению карбидов за счет значительного повышения плотности дислокаций. Полученные результаты исследований могут быть использованы при разработке технологических процессов получения высокопрочных изделий из сталей ферритно-мартенситного класса.

М.А.Никитина выражает благодарность за поддержку в получении УМЗ-образцов из стали ЭИ-961Ш и проведении в них ПЭМ-исследований РФФИ в рамках проекта № 18-38-00649. Определение предела выносливости и рентгеноструктурные исследования ферритно-мартенситной стали были поддержаны Российским научным фондом в рамках проекта № 19-19-00496 (Р.К.Исламгалиев, В.Д.Ситдииков, А.В.Ганеев).

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCE

1. Giordana M.F., Giroux P.-F., Alvarez-Armas I. et al. Microstructure evolution during cyclic tests on EUROFER 97 at room temperature. TEM observation

- and modelling // Materials Science and Engineering A. 2012. V. 550. P. 103–111.
2. **Song X.L., Yang G.X., Zhou S.L.** et al. Cyclic deformation behavior and microstructural changes of 12Cr-WMoV martensitic stainless steel at elevated temperature // Materials Science and Engineering A. 2008. V. 483–484. P. 211–213.
 3. **Batista M.N., Hereñú S., Alvarez-Armas I.** The role of microstructure in fatigue crack initiation and propagation in 9–12Cr ferritic-martensitic steels // Procedia Engineering. 2014. V. 74. P. 228–231.
 4. **Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V.** Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation Prog Mater Sci. 2000. 45. P. 103.
 5. **Estrin Y., Vinogradov A.** Fatigue behaviour of light alloys with ultrafine grain structure produced by severe plastic deformation: An overview // International Journal of Fatigue. 2010. V. 32. P. 898–907.
 6. **Sitdikov V.D., Islamgaliev R.K., Nikitina M.A., Sitdikova G.F., Alexandrov I.V., Wei W.** Analysis of precipitates in UFG metallic materials // Philosophical Magazine. 2019. V. 99. № 1. P. 73–91.
 7. **Islamgaliev R.K., Nikitina M.A., Ganeev A.V., Sitdikov V.D.** Strengthening mechanisms in ultrafine-grained ferritic/martensitic steel produced by equal channel angular pressing // Materials Science and Engineering A. 2019. V. 744. P. 163–170.
 8. **Jing H., Luo Z., Xu L.** et al. Low cycle fatigue behavior and microstructure evolution of a novel 9Cr–3W–3Co tempered martensitic steel at 650 °C // Materials Science & Engineering A. 2018. V. 731. P. 394–402.
 9. Materials Science & Engineering A. 2018 731. 394–402.
 10. **Watté P., Van Humbeeck J., Aernoudt E., Lefever I.** Strain ageing in heavily drawn eutectoid steel wires // Scripta Materiala. 1996. V. 34. № 1. P. 89–95.

НОБЕЛЕВСКАЯ ПРЕМИЯ ПО ФИЗИКЕ 2019 – ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ КОСМОЛОГИЯ И ПЕРВАЯ ЭКЗОПЛАНЕТА

Нобелевскую премию по физике 2019 года присудили космологу Джеймсу Пиблзу (James Peebles) "за теоретические открытия в физической космологии", астрофизику Мишель Майору (Michel Mayor) и астроному Дидье Кело (Didier Queloz) – "за открытия экзопланеты на орбите солнцеподобной звезды".

"Лауреаты этого года трансформировали наши знания о космосе. Их открытия навсегда изменили наши представления о мире".

Канадо-американский астрофизик Джеймс Пиблз Джеймс Пиблз родился в провинции Манитоба в 1935 году. Он занимался исследованиями темной материи, первичным

нуклеосинтезом – моделированием природных процессов времен Большого взрыва, в ходе которых образуются ядра химических элементов тяжелее водорода, а также вопросами космического микроволнового фона, образования галактик и их скопления. Благодаря теоретическим построениям Пиблза ученые смогли интерпретировать свидетельства юности Вселенной и открыть новые физические процессы. Теория, разработанная Д.Пиблзом в течение двух десятилетий "составляет основу нашего сегодняшнего понимания истории Вселенной, от Большого взрыва до наших дней", считают шведские эксперты. "Джеймс Пиблз внес большой вклад в теоретическое описание происхождения и развития нашей Вселенной, – прокомментировал вручение премии вице-президент РАН, научный руководитель Специальной астрофизической обсерватории РАН Юрий Балега. На основе данных по изучению близких и окруженных большими облаками газа галактик Пиблз теоретизировал на предмет наличия темной материи". Сейчас он один из ведущих космологов в мире, заслуженный профессор Принстонского университета (США).

Мишель Майор родился в 1942 году в Лозанне. Степень магистра он получил в Университете Лозанны, докторскую диссертацию защитил в Женевской обсерватории. Его коллега Дидье Кело степень PhD получил в Женевском университете под руководством Мишеля Майора. Они в октябре 1995 года вместе открыли первую экзопланету возле похожей на Солнце звезды главной последовательности 51 Пегаса в 50 световых годах от Земли. Анализ экзопланеты был для Кело лишь упражнением в спектрометрическом измерении лучевой скорости звезд, но вскоре исследователь с удивлением обнаружил, что 51 Pegasi совершает полный оборот вокруг звезды всего за 4,2 суток. С тех пор астрономы открыли более 4000 экзопланет.

В 2017 году Майор и Кело уже удостоивались важной научной награды – им вручили премию Вольфа по физике. Ученые считают ее предвестником Нобелевской премии.

Вручение Нобелевской премии состоялось в Стокгольме. Кроме медали, лауреатам достанется 9 млн шведских крон (около 914,5 тыс. долл. США).

Источник: Nobel Prize