

Особливості формування нанокристалічної структури в α -залізі при деформації тертям

О.І. Юркова, доктор технічних наук
Р.В. Карпов, Є.О. Клягін

Національний технічний університет України «КПІ», Київ

На підставі результатів, одержаних методом інтенсивної пластичної деформації тертям, показано, що ефективно подрібнення зерен α -заліза реалізується в температурному інтервалі теплої і гарячої деформації, причому формування нанокристалічної структури можливе в умовах динамічної рекристалізації під час гарячої деформації, що забезпечується різноспрямованою деформацією зі швидкістю вище 10^2 c^{-1} .

Отримання дисперсних та наноструктурних металів та сплавів методами інтенсивної пластичної деформації (ІПД) відкриває шлях досягнення в них нових та незвичайних властивостей [1]. Під час ІПД (рівноканальне кутове пресування, гвинтова екструзія та ін.), яку звичайно проводять в температурному інтервалі теплої деформації $T^* < T < T_p$ (T^* – характеристична температура деформації [2], T_p – температура початку рекристалізації), формується коміркова дислокаційна структура. Зі збільшенням ступеня деформації розорієнтація дислокаційних комірок поступово зростає [2, 3] і при певній розорієнтації сусідніх комірок Θ_c субграниці стають непрозорими для дислокацій ковзання, тобто починають грати роль границь зерен. При цьому динамічна полігонізація і зворот не дозволяють одержувати елементи зеренної структури розміром менше 120 – 150 нм [1, 4].

В області температур гарячої деформації ($T > T_p$) структура подрібнюється за рахунок динамічної рекристалізації (ДР), при цьому одержують дисперсні рівноосні зерна [3, 4]. Методика отримання дрібного зерна шляхом ДР розроблена в 70-х роках минулого сторіччя. Ця технологія була застосована для отримання зерна розміром від 1 до 5 мкм в сталях [3]. У ряді робіт щодо диспергування зеренної структури при великих деформаціях, в т.ч. методами поверхневої ІПД [5, 6], вказується на важливу роль ДР при формуванні структури та властивостей металів і сплавів.

Метою роботи є вивчення особливостей формування нанокристалічної структури в α -залізі під час ІПД тертям (ІПДТ).

Зразки циліндричної форми з α -заліза (до 0,03 % С (мас. частка)), попередньо відпалені для отримання крупнозернистої структури, піддавали короткочасовій (1 год) ІПДТ [7] в аргоні при температурі 773 К. Зразки нагрівали до заданої температури за рахунок енергії тертя між контактуючими поверхнями з контртілом з твердого сплаву при обертанні зі швидкістю 6000 об/хв (рис. 1).

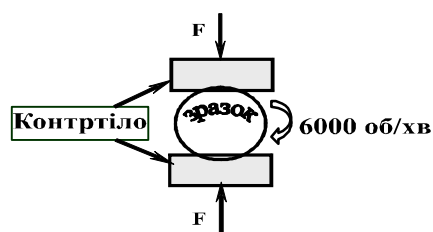


Рис. 1. Схема способу інтенсивної пластичної деформації тертям.

Структуру зразків після ІПДТ вивчали за допомогою мікроскопу Neophot-21, просвічуючого електронного мікроскопу JEM-CX, скануючого електронного мікроскопу FZJ-IWV 2004 з використанням дифракції зворотно розсіяного пучка електронів і орієнтаційної системи зображень.

Встановлено, що ІПДТ спричиняє значне диспергування структури поверхневого шару зразків заліза, при цьому в зоні тертя формуються зерна різної дисперсності (рис. 2 а). В поверхневому шарі вихідні зерна подрібнюються до субмікронних ($d = 100 - 300$ нм) та нанорозмірних ($d < 100$ нм). В ділянках шару, прилеглих до самої поверхні, виявляються дуже дрібні кристаліти, середній розмір яких не перевищує 20 нм (рис. 2 б, в). Границі зерен, як в субмікро-, так і в наноструктурній ділянці шару є висококутовими, про що свідчить рівномірне кільцеве розташування на електроннограмах численних рефлексів α -заліза.

Формування структури зеренного типу підтверджується різним контрастом елементів структури (рис. 3 а) при дослідженні методом дифракції зворотно розсіяних електронів, що свідчить про різну кристалографічну орієнтацію сусідніх зерен. Розподілення кутів розорієнтування ω границь кристалітів (ГЗ), яке встановлено з використанням орієнтаційної системи зображення, показало, що вони є переважно висококутовими (рис. 3 б, в).

Характерною особливістю диспергованого ІПДТ α -заліза є структурний градієнт, який виявляється в зменшенні розмірів елементів структури від мікро- до субмікро- і нанорозмірного рівнів та в збільшенні густоти дислокацій від 10^{11} м^{-2} в недеформованій основі до 10^{16} м^{-2} на поверхні за даними рентгеноструктурного аналізу [7]. Очевидно, що структурний градієнт виникає в результаті градієнта ступеня і швидкості деформації за товщиною зразка від поверхні до недеформованої основи.

Умови подрібнення зеренної структури заліза під час ІПДТ показують, що при постійній температурі розмір зерна залежить від ступеня і швидкості деформації, зменшуючись з їх збільшенням. В тонкому поверхневому шарі швидкість і ступінь деформації суттєво вищі порівняно з ділянками, розташованими на більшій відстані від поверхні. Відомо, що з їх збільшенням температура динамічної рекристалізації $T_{др}$ знижується і може співпадати з температурою ІПДТ. Це пояснюється тим, що зі збільшенням ступеня і швидкості деформації підвищується густина дислокацій і росте енергія, що накопичується в процесі деформації, тобто зростає термодинамічний стимул рекристалізації.

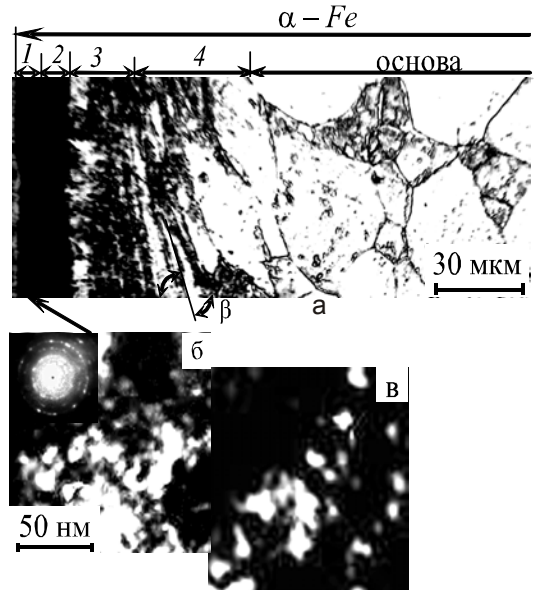


Рис. 2. Структура поверхневого шару α -заліза після ІПДТ в аргоні. а – ділянки диспергованого шару. 1 – нанокристалічна, 2 – субмікростристалічна, 3 – мікростристалічна, 4 – мікростристалічна з морфологічною текстурою; б, в – електронно-мікроскопічне зображення структури нанокристалічної ділянки диспергованого шару: б – світлопольне зображення та картина мікродифракції, в – темнопольне зображення в рефлексі (110) α -заліза.

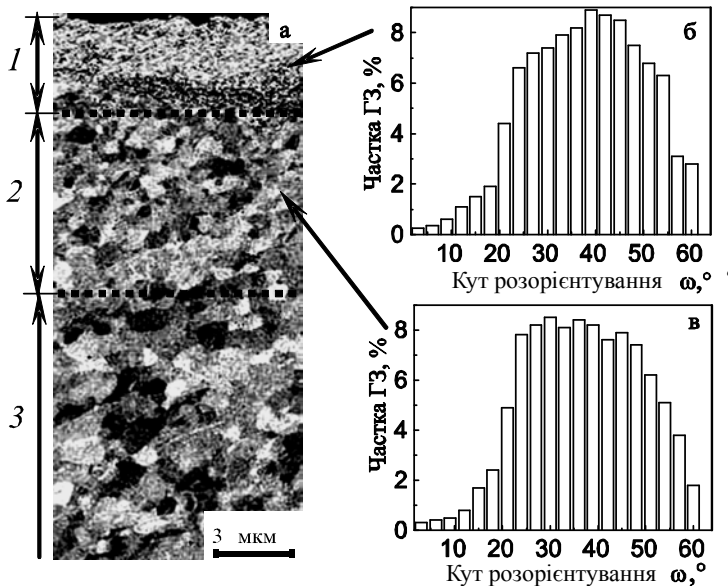


Рис. 3. Структурні характеристики заліза. а – структура ділянок диспергованого шару заліза після ІПДТ. 1 – нанокристалічна, 2 – субмікростристалічна, 3 – мікростристалічна; б, в – розподілення кутів розорієнтування границь зерен.

Розрахунок ступеня деформації в зоні впливу тертя, проведений за структурними ознаками деформації (нахилу зерен [8] і густиною дислокацій [9]) показав, що на поверхні деформація зсуву $\gamma = 23,5$, а еквівалентний ступінь дійсної деформації $\epsilon = 13,5$. При розрахунку швидкості деформації звичайно використовують умовну деформацію ϵ : $\epsilon = \ln(1 + \epsilon)$. Формування наноструктури на поверхні зразків в проведених експериментах спостерігалось вже через 5 хвилин. Тому максимальну швидкість деформації оцінювали як $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{\max} / 300 = 2,4 \cdot 10^3 \text{ c}^{-1}$.

У ряді досліджень [5, 6, 10] з використанням високоенергетичної поверхневої ІПД були одержані нанорозмірні зерна і вважалось, що така структура була одержана за механізмом динамічної рекристалізації. Цей процес характеризується параметром Зіенера-Холломона Z , який визначають у відповідності з рівнянням:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp \frac{Q}{RT}, \quad (1)$$

де $\dot{\epsilon}$ – швидкість деформації, T – температура деформації, Q – енергія активації ($Q=254$ кДж/моль [4]) міграції границь зерен, яка є близькою до енергії активації самодифузії атомів заліза, R – газова стала. Параметр Z враховує сумісний вплив температури і швидкості деформації.

Відповідно до робіт [4, 11] середній розмір d зерен, які формуються під час ДР, визначається за напівемпіричним співвідношенням:

$$d[\text{мкм}] = kZ^{-m}. \quad (2)$$

З цього співвідношення виходить, що для отримання дрібного зерна необхідно збільшувати параметр Z , що при постійній температурі забезпечується збільшенням швидкості деформації $\dot{\epsilon}$.

Залежність розмірів зерен $d = f(Z)$ автори робіт [6, 10] не досліджували. Отримані в даній роботі результати дозволяють вивчити залежність $d = f(Z)$ при формуванні нанозерен в процесі ІПД α -заліза. За умови, що швидкість деформації

на поверхні зразка $\dot{\epsilon}_{\max} = 2,4 \cdot 10^3 \text{ c}^{-1}$, $T=773 \text{ K}$, параметр Зінера-Холломона $Z = 3,6 \cdot 10^{20} \text{ c}^{-1}$, виявляється можливим отримання нанорозмірних зерен при ПД. Залежність в логарифмічних координатах для α -заліза в досліджених умовах наведена на рис. 4 і ця залежність відповідно до (2) є лінійною і для неї $m = 0,43$ і $k = 1,48$.

Формула (2) не враховує необхідності досягнення високого ступеня деформації для отримання нанорозмірних зерен. На основі результатів даної роботи можна припустити, що необхідний ступінь деформації повинен бути приблизно 10 і вище. При цьому у відповідності з отриманими результатами і літературними даними [6, 9, 10] деформація повинна мати різноспрямований характер. Цим вимогам відповідає деформація стискуванням зі зсувом. Результати роботи свідчать про можливе отримання нанорозмірних зерен шляхом ПДТ в температурному інтервалі гарячої деформації за механізмом динамічної рекристалізації за умови великих швидкостей деформації $\dot{\epsilon} > 10^2 \text{ c}^{-1}$. При цьому необхідною умовою є підтримка постійної температури деформації, як це вдається при ПДТ α -заліза.

Таким чином показано, що поверхнева інтенсивна пластична деформація тертям є ефективним способом подрібнення зеренної структури α -заліза до нанорозмірів. Характерною особливістю подрібнених шарів є структурний градієнт, що проявляється в зменшенні розміру зерен від мікро- до субмікро- і нанорозмірного рівнів на поверхні зразка.

Встановлено, що для отримання нанокристалічного стану α -заліза при ПДТ необхідне одночасне виконання наступних умов: реалізація різноспрямованої деформації (зокрема, стискування зі зсувом), проведення процесу обробки в області температур гарячої деформації з використанням механізму динамічної рекристалізації, досягнення високого ступеня дійсної деформації $\epsilon \geq 10$ і високої швидкості деформації $\dot{\epsilon} > 10^2 \text{ c}^{-1}$.

Література

1. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства. – М.: Академкнига, 2007. – 372 с.
2. Трефилов В.И., Мильман Ю.В., Фирстов С.А. Физические основы прочности тугоплавких материалов. – Киев: Наук. думка, 1975. – 315 с.
3. Берштейн М.Л. Структура деформированных металлов. – М.: Металлургия, 1977. – 431 с.
4. Torizuka S., Ohmori A., Murty S.V.S.N. High Z-large strain deformation processing and its applications // Materials Science Forum. – 2006. – V. 503 – 504. – P. 329 – 334.
5. Liu Z.G., Fecht H.J., Umemoto M. Microstructural evolution and nanocrystal formation during deformation of Fe-C alloys // Materials Science and Engineering. – 2004. – V. A 375 – 377. – P. 839 – 843.
6. Kang J.-H., Torizuka S. Dynamic recrystallization by large strain deformation with a high strain rate in an ultralow carbon steel // Scripta Materialia. – 2007. – V. 57. – P. 1048 – 1051.

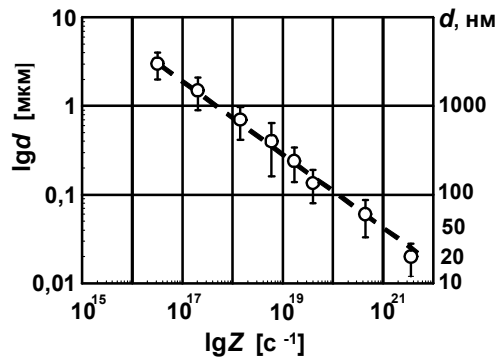


Рис. 4. Зміна розміру зерна d залежно від параметра Зінера-Холломона Z .

7. Юркова А.И., Белоцкий А.В., Мильман Ю.В. Формирование наноструктуры на поверхности железа при трении // Нанозифика, наносистемы, наноматериалы. – 2004. – Т. 2, № 2. – С. 633 – 644.
8. Берштейн М.Л., Займовский В.А. Механические свойства металлов. – М.: Металлургия, 1979. – 495 с.
9. Takaki S. Limit of dislocation density and ultra-grain-refining on severe deformation in iron // Material Science Forum. – 2003. – V. 426 – 432. – P. 215 – 222.
10. Umamoto M., Todaka Y., Li J. Nanocrystalline structure in steels produced by various severe plastic deformation processes // Materials Science Forum. – 2006. – V. 503 – 504. – P. 11 – 18.
11. Murty S.V.S.N., Torizuka S., Nagai K. Controlling mechanism of ferrite grain size generated through large strain deformation of 0.15C steel // Materials Science Forum. – 2006. – V. 503 – 504. – P. 687 – 692.

Одержано 14.01.10

А.И. Юркова, Р.В. Карпов, Е.А. Клягин

Особенности формирования нанокристаллической структуры в α -железе при деформации трением

Резюме

Методом микроструктурного анализа, просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии исследована структура α -железа после интенсивной пластической деформации трением. Установлено формирование градиентного поверхностного слоя, в котором размер зерен изменяется от микро- до субмикро- и наноразмеров. Формирование нанокристаллической структуры обсуждается как следствие динамической рекристаллизации.

A.I. Yurkova, R.V. Karpov, E.O. Klyagin

Features of nanocrystalline structure formation in α -iron by deformation at friction

Summary

Structure of iron subjected to severe plastic deformation by friction was systematically studied. Optical and electron microscopy were used in course of experimentations. Several structural sections refined down to nano- and submicrometer sized grains were revealed in the modified gradient surface layer. Key role of dynamic recrystallization in refining the grains down to nanometer size is discussed.