

06.5

Фазовые превращения в нержавеющей стали Cr–Mn–N, активированные наноструктурирующей поверхностной обработкой, и их влияние на деформационное поведение и разрушение при криогенной температуре

© Н.А. Наркевич, Е.Е. Дерюгин, И.В. Власов

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия
E-mail: natnark@list.ru

Поступило в Редакцию 25 января 2022 г.

В окончательной редакции 9 марта 2022 г.

Принято к публикации 11 марта 2022 г.

Исследована структура нержавеющей аустенитной стали Cr–Mn–N после деформационной обработки ее поверхности ковкой с ультразвуковой частотой (УЗК-обработка). Показано, что УЗК-обработка активирует в приповерхностном слое деформационное старение с образованием частиц CrN. Предварительная УЗК-обработка поверхности стали способствует повышению предела текучести при испытаниях на растяжение при -196°C и обеспечивает вязкое разрушение приповерхностного слоя.

Ключевые слова: высокоазотистая сталь, аустенит, ультразвуковая ковка, деформационное старение, криогенная температура, мартенситное превращение.

DOI: 10.21883/PJTF.2022.09.52445.19145

Деформационное диспергирование структуры металлов и сплавов до наноразмерного состояния позволяет существенно повысить их физико-механические характеристики [1–4]. Формирующиеся при больших и мегапластических деформациях структуры весьма необычны. Измельчение структуры металлов и сплавов до наномасштабного уровня по данным [5] препятствует зарождению и распространению трещин. Границы деформационных фрагментов в такой структуре при последующем отжиге не способны к активной миграции [6]. В стареющих сталях Cr–Mn–N в процессе интенсивной пластической деформации может происходить растворение первичных нитридов и вторичное дисперсионное упрочнение [7].

Интерес к поверхностному упрочнению металлических материалов [3,4,8] интенсивным деформированием обусловлен сочетанием технологической простоты с эффективностью повышения прочностных характеристик. Эти методы перспективны для активного использования с целью упрочнения приповерхностных слоев аустенитных сталей с низкой энергией дефекта упаковки. Представителями данного класса сталей являются безникелевые аустенитные высокоазотистые стали. Они обладают высоким деформационным упрочнением, демонстрируют высокие показатели прочности, пластичности и вязкости разрушения, в том числе при отрицательных температурах (вплоть до криогенных) [4,9]. Однако влияние диспергирования структуры на деформационное поведение и характер разрушения при криогенной температуре во взаимосвязи с фазовыми трансформациями, происходящими как при предварительной наноструктурирующей обработке, так и при последующем низкотемпературном деформировании, не исследовано.

В развитие опубликованных ранее работ [8,9] представляет интерес исследование обозначенных аспектов на примере стали Cr–Mn–N.

Сталь выплавлялась в 50-килограммовой индукционной печи с хромомagneзитовой футеровкой. В качестве шихты использовались армко-железо, низкоуглеродистый феррохром, металлический марганец и азотированный феррохром. Химический состав исследованной стали Cr–Mn–N приведен в таблице.

Химический состав (в wt.%)

Cr	Mn	Si	Ni	C	N	P	S	Fe
16.50	18.81	0.52	0.24	0.07	0.53	0.01	0.001	Ост.

После закалки от 1100°C в воде сталь имела однофазную крупнокристаллическую аустенитную структуру с размером зерен $30\text{--}50\ \mu\text{m}$. Поверхность стальной пластины толщиной 10 mm, шириной 20 mm и длиной 100 mm шлифовалась и полировалась алмазными пастами. Затем проводилась обработка поверхности ковкой с ультразвуковой частотой (УЗК-обработка) при комнатной температуре на оборудовании и по методике, описанной в [3]. Из этой пластины электроискровым способом были вырезаны образцы с размерами рабочей части $15 \times 2.5\ \text{mm}$ и толщиной 1 mm. В образцах для механических испытаний только одна поверхность была подвергнута УЗК-обработке. Толщина упрочненного слоя составляла 10% от толщины образца.

Структура приповерхностного слоя стали исследовалась на просвечивающем электронном микроскопе

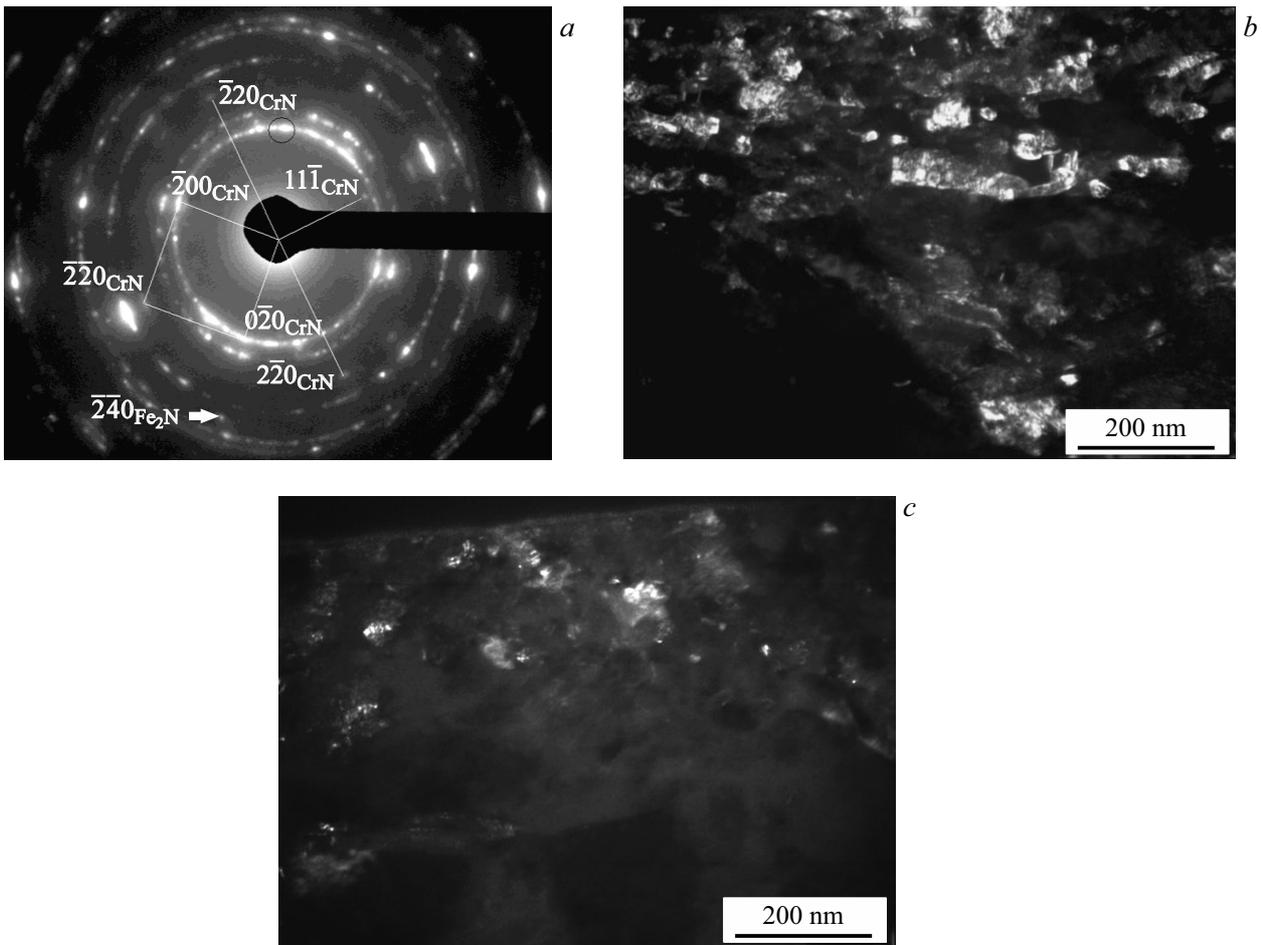


Рис. 1. Структура приповерхностного слоя стали Cr–Mn–N после УЗК-обработки. *a* — электронограмма с сетками рефлексов CrN: $z = [112]$ и $[001]$; *b* — темнопольное изображение структуры в фрагменте кольца $(111)_\gamma$, выделенном селективной диафрагмой на электронограмме, показанной на части *a*; *c* — темнопольное изображение структуры в рефлексе $(11\bar{1})_{CrN}$.

HT-7700 (TEM) (Hitachi, Japan) с ускоряющим напряжением 120 kV. Поперечные срезы изготавливались с помощью системы фокусируемого ионного пучка FB-2100 (Hitachi, Japan).

Механические испытания при растяжении проводились на испытательной машине INSTRON 5582 (USA) при температуре -196°C со скоростью $1.87 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ до разрушения. Для сравнения в аналогичных условиях испытывались образцы после закалки.

Структура поверхности разрушения исследовалась на растровом электронном микроскопе Tescan MIRA 3 LMU.

Высокодисперсную фрагментированную структуру аустенита после УЗК-обработки характеризует кольцевая электронограмма с непрерывными и дискретными разориентировками (рис. 1, *a*).

Величина фрагментов аустенитной структуры приповерхностного слоя, показанной на рис. 1, *b*, не превышает 30 nm. Помимо колец на электронограмме присутствуют рефлексы других фаз с межплоскостными расстояниями, отличными от имеющих место в случае

аустенита. Некоторые из них образуют сетки рефлексов. Одна из сеток с осью зоны $[112]$ показана на рис. 1, *a*. По величине межплоскостных расстояний и углу между направлениями фаза идентифицирована как нитрид CrN ($d_{(111)} = 2.40 \text{ \AA}$, $d_{(220)} = 1.46 \text{ \AA}$) с ГЦК-решеткой. На темнопольном изображении структуры в рефлексе $(11\bar{1})_{CrN}$ видны ярко светящиеся нитриды размером 1–3 nm (рис. 1, *c*). Присутствуют также области величиной до 10 nm. Другая сетка образована рефлексами, относящимися к оси зоны $[001]_{CrN}$ (рис. 1, *a*), в которой отдельно расположен рефлекс $(\bar{2}\bar{2}0)_{CrN}$, а рефлексы типа $\{200\}_{CrN}$ расположены на кольце $\{111\}_\gamma$, поскольку соответствующие кристаллографические плоскости нитрида и аустенита имеют близкие межплоскостные расстояния ($d_{(111)_\gamma} = 2.08 \text{ \AA}$, $d_{(200)_{CrN}} = 2.07 \text{ \AA}$). На электронограмме присутствуют также рефлексы другого нитрида, например Fe_2N .

Таким образом, анализ электронограммы и темнопольных изображений показал, что деформационная обработка при 23°C активирует деформационное старение в диспергированной аустенитной структуре приповерх-

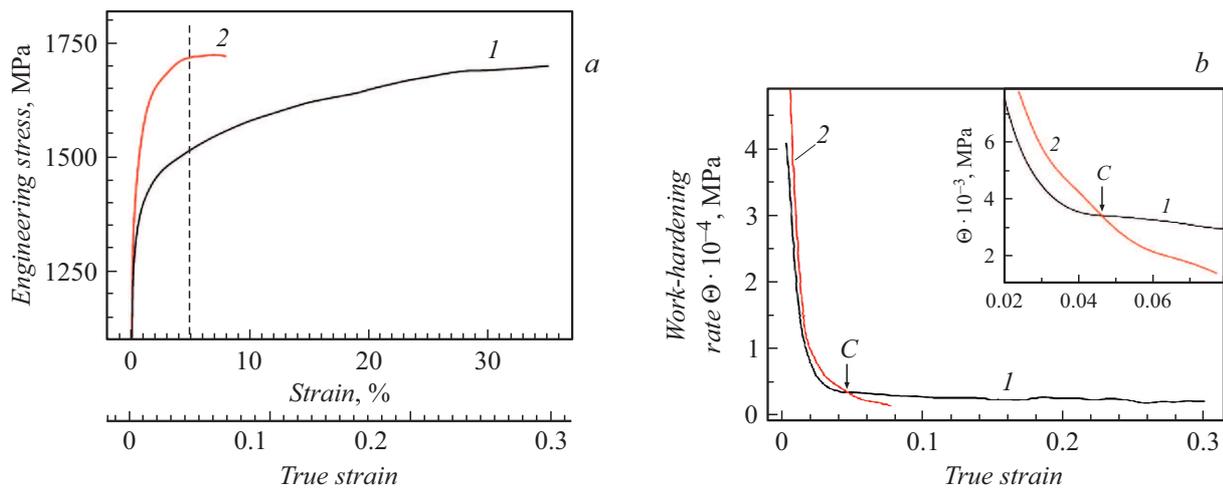


Рис. 2. Кривые σ – ε (a) и изменение скорости деформационного упрочнения (b) при испытаниях на растяжение при -196°C стали Cr–Mn–N после закалки от 1100°C (1) и после УЗК-обработки (2).

ностного слоя. В работе [10] показано, что образование когерентных выделений CrN в стали близкого состава происходит при термической обработке — старении при 500°C в течение 2 h. Образование CrN при холодной деформационной УЗК-обработке свидетельствует, во-первых, о сильно неравновесном состоянии твердого раствора, легированного азотом, и, во-вторых, о том, что деформационное старение в этом случае является механизмом релаксации внутренних напряжений, формирующихся в процессе УЗК-обработки. О релаксационном процессе свидетельствует тот факт, что объем ГЦК-решетки CrN больше, чем у матричной фазы. Следовательно, образуются они в локальных областях растягивающих напряжений.

В работах [4,8] было показано, что в приповерхностном слое после деформационной обработки ε -мартенсит с ГПУ-решеткой отсутствует. Причиной этого является деформационный нагрев, вызывающий в ходе обработки обратное $\varepsilon \rightarrow \gamma$ -превращение [8]. Интенсивность деформационного нагрева невелика, так как толстая (10 mm) пластина в процессе УЗК-обработки нагревалась не более чем до 50°C . В локальных микрообъемах температура была выше, и этот фактор дополнительно способствовал выделению дисперсных нитридных частиц. На большей глубине влияние деформационного нагрева ослабевает, и в структуре внутри деформационных двойников наблюдается ε -мартенсит [4].

Хорошо известно [1], что в предельно деформированном состоянии металлические материалы обладают низкой пластичностью. Пластичность и вязкость разрушения становятся еще ниже при отрицательных температурах деформирования [9,11]. Одной из причин этого является strain induce $\gamma \rightarrow \varepsilon$ -превращение [9] или $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha$ -превращение. Полный цикл $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha$ -превращения наблюдался в зоне локализации деформации исследованной стали непосредственно перед разрушением при -196°C [3]. Действительно, пластичность

образцов с упрочненным поверхностным слоем существенно ниже, чем без него (рис. 2, a).

Видно, что УЗК-обработка повышает предел текучести, но не влияет на предел прочности. Очевидно, что повышение предела текучести обусловлено высоким сопротивлением деформированию приповерхностного слоя с наноструктурой, а величину предела прочности определяет структура 90% толщины образца вне упрочненного приповерхностного слоя. Момент, когда этот слой перестает выполнять функцию барьера для пластического деформирования при растяжении и разрушается, соответствует деформации $\varepsilon_{true} = 0.046$ в точке C на рис. 2, b. Правее этой точки скорость деформационного упрочнения образца с наноструктурированным слоем становится меньше соответствующей характеристики необработанного образца.

Работа пластической деформации, при которой деформация $\varepsilon_{true} = 0.046$, определенная по площади, ограниченной кривой 2 на рис. 2, a, на 13% больше соответствующего значения для кривой 1. Увеличение деформации выше этого значения приводит к снижению скорости деформационного упрочнения в сравнении с образцом без наноструктурированного слоя. Таким образом, экспериментальные результаты свидетельствуют о том, что УЗК-обработка поверхности исследуемой стали снижает ее пластичность, но в то же время пластичность наноструктурированного слоя до его разрушения достаточно высокая ($\sim 5\%$). Следовательно, уменьшение относительного удлинения в образцах с наноструктурированным слоем происходит за счет особенностей изменения структуры в сечении образца вне этого слоя.

Исследование поверхности разрушенных образцов выявило различие микромеханизмов разрушения приповерхностного нанодисперсного слоя, содержащего частицы CrN, и остального сечения образца (рис. 3).

Приповерхностный слой с диспергированной до наномасштабного уровня структурой в высокоазотистой

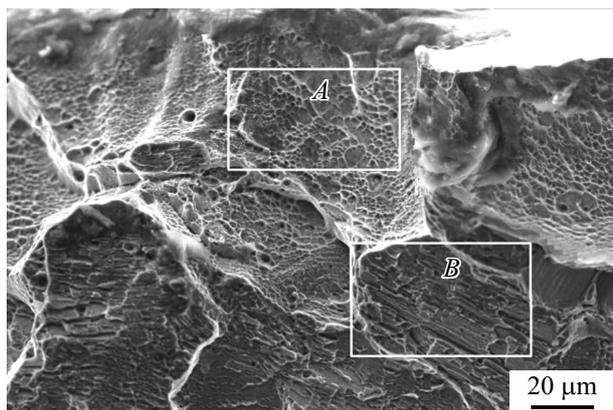


Рис. 3. Фрактографическое изображение излома стали Cr–Mn–N с поверхностью, подвергавшейся предварительной УЗК-обработке и испытанной на растяжение при -196°C . *A* — вязкое разрушение, *B* — хрупкое разрушение.

аустенитной стали Cr–Mn–N при последующем деформировании при -196°C разрушается вязко. Вне этого слоя сталь разрушается хрупко. Излом имеет характерное слоистое строение. Ответственным за разрушение такого типа является ϵ -мартенсит с ГПУ-решеткой [9,12].

Таким образом, УЗК-обработка способствует образованию в приповерхностном слое частиц CrN и повышению предела текучести. Кроме того, после УЗК-обработки при комнатной температуре и последующих испытаний на растяжение при -196°C отмечено отсутствие ϵ -мартенсита с ГПУ-решеткой в приповерхностном слое, что обеспечивает его вязкий характер разрушения.

Благодарности

Структурные исследования проводились с использованием оборудования Красноярского регионального центра коллективного пользования ФИЦ КНЦ СО РАН.

Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант № 22-29-00438).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] R.Z. Valiev, Yu. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zechbauer, Yu.T. Zhu, *JOM*, **58** (4), 33 (2006). DOI: 10.1007/s11837-006-0213-7
- [2] J.W. Bae, P. Asghari-Rad, A. Amanov, H.S. Kim, *Mater. Sci. Eng. A*, **826**, 141966 (2021). DOI: 10.1016/j.msea.2021.141966

- [3] Н.А. Наркевич, А.И. Толмачев, И.В. Власов, Н.С. Сурикова, *ФММ*, **117** (3), 300 (2016). DOI: 10.7868/S0015323016030104 [N.A. Narkevich, A.I. Tolmachev, I.V. Vlasov, N.S. Surikova, *Phys. Met. Metallogr.*, **117** (3), 288 (2016). DOI: 10.1134/S0031918X16030108].
- [4] N.A. Narkevich, E.E. Deryugin, O.B. Perevalova, I.V. Vlasov, *Mater. Sci. Eng. A*, **834**, 142590 (2022). DOI: 10.1016/j.msea.2021.142590
- [5] Ю.Р. Колобов, С.С. Манохин, В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, М.В. Нарыкова, Г.В. Одинцова, Г.В. Храмов, *Письма в ЖТФ*, **48** (2), 15 (2022). DOI: 10.21883/PJTF.2022.02.51913.19025
- [6] А.М. Глезер, А.А. Томчук, В.И. Бетехтин, Би Дунсюэ, *Письма в ЖТФ*, **43** (8), 79 (2017). DOI: 10.21883/PJTF.2017.08.44538.16484 [A.M. Glezer, A.A. Tomchuk, V.I. Betekhtin, B. Dunsue, *Tech. Phys. Lett.*, **43** (4), 399 (2017). DOI: 10.1134/S1063785017040216].
- [7] V. Shabashov, K. Lyashkov, K. Kozlov, V. Zavalishin, A. Zamatovskii, N. Kataeva, V. Sagaradze, Yu. Ustyugov, *Materials*, **14**, 7116 (2021). DOI: 10.3390/ma14237116
- [8] В.В. Сагарадзе, Н.В. Катаева, И.Г. Кабанова, С.В. Афанасьев, А.В. Павленко, *ФММ*, **121** (7), 750 (2020). DOI: 10.31857/S0015323020070098 [V.V. Sagaradze, N.V. Kataeva, I.G. Kabanova, S.V. Afanasev, A.V. Pavlenko, *Phys. Met. Metallogr.*, **121** (7), 683 (2020). DOI: 10.1134/S0031918X20070091].
- [9] N. Narkevich, Ye. Deryugin, Yu. Mironov, *Metals*, **11** (5), 710 (2021). DOI: 10.3390/met11050710
- [10] В.В. Березовская, Ю.А. Расковалова, Е.А. Меркушкин, Р.З. Валиев, *МирТОН*, № 11(725), 20 (2015). [V.V. Berezovskaya, Yu.A. Raskovalova, E.A. Merkushevskii, R.Z. Valiev, *Met. Sci. Heat Treat.*, **57** (11-12), 656 (2016). DOI: 10.1007/s11041-016-9938-2].
- [11] S.A. Vologzhanina, B.S. Ermakov, A.A. Peregudov, *IOP Conf. Ser.: Earth Environ. Sci.*, **459** (6), 062118 (2020). DOI: 10.1088/1755-1315/459/6/062118
- [12] Н.А. Наркевич, Н.С. Сурикова, *ФММ*, **121** (12), 1278 (2020). DOI: 10.31857/S0015323020120086 [N.A. Narkevich, N.S. Surikova, *Phys. Met. Metallogr.*, **121** (12), 1175 (2020). DOI: 10.1134/S0031918X2012008X].