механического гистерезиса  $\Delta \sigma$  в [001]-монокристаллах зависит от времени старения. Максимальное значение  $\varepsilon_{C\Im}=8.5$  % при T=77 K, которое оказывается равным по величине теоретически рассчитанной величине деформации решетки  $\varepsilon_{0}=8.7$  % при растяжении для [001]-кристаллов при  $\gamma$ - $\alpha$ ' МП наблюдается при старении 973 K, 1 ч. Увеличение продолжительности старения до 5 ч и 7 ч, приводит к уменьшению  $\varepsilon_{C\Im}$  до 6 % и величины  $\Delta \sigma$  в 5 и 3 раза, соответственно.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РНФ №14-29-00012.

#### Список литературы

- 1. Tanaka Y., Himuro Y., Kainuma R. Ferrous polycrystalline shape memory alloy showing huge superelastisity. // Science, 2010, V.327, N.3. P.1488-1490.
- 2. Otsuka K. and Wayman C.M. Shape Memory Materials. Cambridge University Press, 1998. -284 p.

# ЗАКОНОМЕРНОСТИ ВЛИЯНИЯ КРУЧЕНИЯ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ НА СТРУКТУРУ И ПРОЧНОСТНЫЕ СВОЙСТВА ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ X18AГ23Ф3

<u>В.А. МОСКВИНА<sup>1</sup></u>, Е.Г. АСТАФУРОВА<sup>2</sup>, Г.Г. МАЙЕР<sup>2</sup>, Е.В. МЕЛЬНИКОВ<sup>2</sup>, В.С. КОШОВКИНА<sup>1</sup> <sup>1</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет <sup>2</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН E-mail: <u>moskvina\_valya@mail.ru</u>

# PECULIARITIES OF THE INFLUENCE BY HIGH-PRESSURE TORSION ON SRUCTURE AND STRENGTH PROPERTIES OF HIGH-NITROGEN AUSTENITIC STEEL

<u>V.A. MOSKVINA<sup>1</sup></u>, E.G. ASTAFUROVA<sup>2</sup>, G.G. MAIER<sup>2</sup>, E.V. MELNIKOV<sup>2</sup>, V.S. KOSHOVKINA<sup>1</sup> <sup>1</sup>National Research Tomsk Polytechnic University <sup>2</sup>Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS E-mail: moskvina\_valya@mail.ru

The microstructure and microhardness of high-nitrogen austenitic steel Fe-18Cr-23Mn-2,7V-0,2C-0,7N (in wt. %) after upset and high-pressure torsion (HPT) (6GPa) for 1/4, 1/2, and 1 revolutions at room temperature have been investigated. As the result of severe plastic deformation, steel microhardness increases by 1.5 times after HPT. Slip, twinning, formation of localized deformation microbands,  $\gamma$ - $\varepsilon$ -phase transformation, and precipitation hardening are the main deformation mechanisms under HPT. At the same time, the level of solid solution hardening of steel remains high after deformation.

Улучшение комплекса физико-механических характеристик конструкционных сталей одна из основных задач современного материаловедения, и её традиционно решают с использованием методов термомеханической обработки, легированием, дисперсионным твердением, созданием градиентных структур и покрытий и др. В последние десятилетия активно развивается подход, связанный с достижением в конструкционных материалах высокопрочного ультрамелкозернистого структурного состояния за счет измельчения их структуры методами интенсивной пластической деформации (ИПД) [1–2]. Несмотря на большое количество исследований по влиянию ИПД на физико-механические свойства металлических материалов, работ

по влиянию глубокого деформирования на структуру и свойства сталей немного изза того, что существуют технологические трудности формирования субмикрокристаллических и наноструктурных состояний в них. Высокоазотистые аустенитные стали также могут быть использованы в качестве перспективных материалов для развития методов ИПД. Азот как легирующий элемент превосходит другие элементы по аустенитообразующей и упрочняющей способности, понижает энергию дефекта упаковки стали и способствует развитию механического двойникования [3-4]. Дополнительное легирование таких сталей ванадием, вероятно, будет способствовать еще большим эффектам упрочнения за счет дисперсионного твердения и позволит улучшить термическую стабильность таких систем.

Данная работа направлена на установление механизмов деформации высокоазотистой ванадийсодержащей хромомарганцевой аустенитной стали при интенсивной пластической деформации методом кручения под квазигидростатическим давлением.

В качестве объекта исследования была выбрана сталь Fe-18Cr-23Mn-2,7V-0,2C-0,7N, мас.% (Х18АГ23Ф3). Исходные заготовки (диаметром 10 мм и толщиной 0,7 мм) закаливали в воду после часовой выдержки при 1200°С. Деформацию заготовок проводили методом кручения под квазигидростатическим давлением [2] (КГД, 6 ГПа) на наковальнях Бриджмена при комнатной температуре на N=0 (осадка без поворота бойка), N=1/4, N=1/2 и N=1 оборот.

Анализ микроструктуры проводили с помощью просвечивающего электронного микроскопа Technai G2 FEI при ускоряющем напряжении 200 кВ. Образцы, вырезанные в виде дисков диаметром  $\approx$ 3мм, утоняли механически до толщины  $\approx$ 100 мкм и далее электролитически струйной полировкой на приборе Tinupol-5 в охлажденном электролите (95% ледяной уксусной (CH<sub>3</sub>COOH)+5% хлорной кислоты (H<sub>3</sub>ClO<sub>4</sub>)) до получения тонких участков, пригодных для электронно-микроскопического анализа. Анализ микроструктуры после КГД проводили на середине радиуса диска.

Микротвердость измеряли по методу Виккерса с использованием микротвердомера Duramin 5 при нагрузке на индентор 200 г. Среднее значение микротвердости вычисляли по измерениям, проведенным на середине радиуса диска. Для анали-



Рисунок 1 - Рентгенограммы для стали X18AГ23Ф3 в исходном состоянии, после осадки (N = 0) и кручения на разное количество оборотов (N = 1/4, N = 1/2, N = 1)

за однородности структуры стали после КГД также проводили измерение микротвердости вдоль диаметра образцов.

Рентгеновские исследования выполнены на дифрактометре Shimadzu XRD-6000 (с монохроматором).

В исходном состоянии сталь X18АГ23Ф3 имеет структуру преимущественно аустенита (рис. 1) со средним размером зерна 100 мкм. Параметр решетки аустенита до деформации составляет 0,3638 нм, что свидетельствует о высокой концентрации атомов азота и углерода в твердом растворе после закалки. Наряду с аустенитом наблюдали крупные частицы кубической формы с длиной грани 5 мкм (рис. 2а), а на электронномикроскопических изображениях – сферические частицы диаметром 20-30 нм и 100-150 нм (рис 2б). На рентгенограмме, соответствующей исходному состоянию стали, также наблюдали рефлексы, отличные от аустенитной фазы, с межплоскостными расстояниями, соответствующими частицам VM (M=N, C) и параметром решетки 0,41 нм (рис. 1). Методом магнитофазового анализа установлено присутствие небольшой доли α-железа в структуре стали.

После осадки и кручения на один полный оборот происходит фрагментация структуры, наблюдается уширение рентгеновских линий и формирование текстуры в аустените – преобладание плоскостей типа {111} в плоскости наковален (рис. 1). Несмотря на значительное уширение линий после одного оборота кручением, на рентгенограмме по-прежнему можно выделить отражения, соответствующие частицам и  $\alpha$ -фазе, но их параметры сложно определить из-за размытия линий и их низкой интенсивности (рис. 1). После деформации параметр решетки аустенита изменяется в пределах ошибки измерения, это свидетельствует о том, что концентрация атомов внедрения (азота и углерода) в твердом растворе остается неизменной при деформации кручением под давлением. Скалярная плотность дислокаций ( $\rho$ ), определенная на основе анализа уширения рентгеновских линии, возрастает от 4×10<sup>14</sup> м<sup>-2</sup> после осадки до 2×10<sup>15</sup> м<sup>-2</sup> после кручения на один оборот. Таким образом, накопление дислокаций является одним из механизмов, ответственных за деформацию и фрагментацию структуры и упрочнение стали при КГД.





Рисунок 2. Металлографическое (а) и электронно-микроскопические (б - г) изображения структуры стали X18АГ23Ф3 в исходном состоянии (а, б) и после КГД на один оборот (в, г). Вклейка на (в) – темнопольное изображение в рефлексе нитрида ванадия (VN)

Типичные электронно-микроскопические изображения структуры стали X18АГ23Ф3 в деформированном состоянии представлены на рисунке 2 в, г. После осадки и кручения на один оборот в структуре стали наблюдается высокая плотность дислокаций, микрополос локализованной деформации (ширина ~100 нм) и

двойников (рис. 2 г) с толщиной пластин в десятки нанометров. С увеличением степени деформации число локализованных полос увеличивается. Микродифракционные картины для областей структуры, которые содержат высокую плотность двойниковых границ, близки к точечным – содержат практически неразмытые матричные отражения, рефлексы, возникающие из-за двойного отражения, и тяжи, обусловленные формированием тонких двойниковых пластин. Наряду с двойникованием на таких участках наблюдали отражения, межплоскостные расстояния для которых соответствовали є-мартенситу и аустениту. Помимо отражений от аустенита и є-мартенсита наблюдали точечные микродифракционные картины от частиц на основе ванадия, размер которых составлял 100-150 нм. После одного оборота кручением на темнопольных изображениях наблюдали контраст (рис. 2 в, вклейка) от частиц размером 5 нм в теле зерен, которые также могут давать весомый вклад в упрочнение стали. Таких частиц не наблюдали в исходном состоянии, после осадки (N=0), а также после кручения в четверть (N=1/4) и в половину оборота (N=1/2), то есть их появление обусловлено интенсивной пластической деформацией. Мелкодисперсная фаза, вероятно, возникла из-за растворения частиц – нитридов и карбидов, которые в исходном состоянии имели размер 20-30 нм (рис. 2 б).



Рисунок 3 - Распределение значений микротвердости для стали X18АГ23Ф3 в исходном состоянии и после КГД на разное количество оборотов (значения на середине радиуса дисков)

сделать следующие выводы:

Микротвердость стали возрастает с ростом степени пластической деформации от 4,1 ГПа в исходном состоянии до 5,1 ГПа после осадки, до 6,5 ГПа поле N=1/4, до 6,3 ГПа после N=1/2 и до 6,2 ГПа после кручения на один оборот (рисунок 3). Таким образом, микротвердость стали возросла в 1,5 раза после кручения на один оборот по сравнению с исходным состоянием.

На основе анализа данных по деформационному упрочнению аустенитной высокоазотистой стали X18АГ23Ф3 при осадке и кручении под высоким давлением (6ГПа) при комнатной температуре можно

- в результате деформации микротвердость стали возрастает от 4,1 ГПа в исходном состоянии до 5,1ГПа после осадки и 6,2 ГПа после кручения на один оборот (на середине радиуса дисков). Распределение микротвердости по диаметру дисков остается квазиоднородным после пластической деформации, и степень однородности увеличивается с ростом степени деформации.

- уровень твердорастворного упрочнения в стали сохраняется высоким после деформационных обработок, при этом основными механизмами, определяющими фрагментацию структуры и деформационное упрочнение стали, являются скольжение, двойникование, γ-ε-фазовое превращение, образование полос локализованной деформации и дисперсионное твердение. Активное развитие механического двойникования способствует деформационному упрочнению за счет создания высокой плотности высокоугловых специальных границ (двойниковых) и препятствует формированию разориентированной зеренно-субзеренной структуры с границами общего типа и, таким образом, способствует однородности структуры и микротвердости по образцу.

# Список литературы

- 1. R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov. Prog. Mater. Sci. 45, 103 (2000).
- 2. A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon. Prog. in Mat. Sci. 53, 893 (2008).
- 3. V. Gavriljuk, H. Berns. High nitrogen steels. New York, Springer-Verlag Berlin Heidelberg. (1999) 378 p.
- 4. T.-H. Lee, C.-S. Oh, S.-J. Kim, S. Takaki. Deformation twinning in high-nitrogen austenitic stainless steel. Acta Mater. 55 (2007) 3649–3662.

# ДЕФОРМАЦИЯ И РАЗРУШЕНИЕ ПОРИСТОЙ КЕРАМИКИ ИЗ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ ПРИ РАЗЛИЧНЫХ СХЕМАХ НАГРУЖЕНИЯ

<u>А.Д ПШЕНИЧНЫЙ<sup>1,2</sup>, Н.Л. САВЧЕНКО<sup>1,2,3</sup>, Т.Ю. САБЛИНА<sup>1</sup>, И.Н. СЕВОСТЬЯНОВА<sup>1</sup>,</u>

С.Н. КУЛЬКОВ<sup>1,2,3</sup>

<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН <sup>2</sup>Национальный исследовательский Томский государственный университет <sup>3</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет E-mail: <u>sevir@ispms.tsc.ru; adpshenichny@gmail.com</u>

# DEFORMATION AND FRACTURE OF POROUS CERAMICS FROM ALUMINUM OXIDE DIFFERENT SCHEMES OF LOADING

A.D. PSHENICHNIY<sup>1,2</sup>, N.L. SAVSHENKO<sup>1,2,3</sup>, T.Y. SABLINA<sup>1</sup>, I.N. SEVOSTYANOVA<sup>1</sup>,

S.N. KULKOV<sup>1,2,3</sup> <sup>1</sup>Institute of Strength Physics and Materials Science <sup>2</sup>Tomsk State University <sup>3</sup>Tomsk Polytechnic University E-mail: <u>sevir@ispms.tsc.ru</u>; <u>adpshenichny@gmail.com</u>

Annotation. This work investigates the behavior of porous alumina (within the porosity range of 18% to 70%) ceramics when subjected to deformation by compression and shearing. The analysis of straindeformation curves showed that there was a transition from a typically brittle state for relatively dense ceramics, to a pseudo-plastic one with a high rate of porosity. The values of the effective elasticity modulus, effective shear modulus and Poisson's ratio decrease with an increase in volume in the pore space of ceramics, which correlates with the appearance of plural cracking during the deformation of ceramics with a high level of porosity.

**Введение.** Высокопористые керамики находят широкое применение в различных областях техники и медицине, в частности в качестве заменителей костной ткани. Известно, что увеличение пористости хрупких материалов ведет к деградации их прочностных и упругих характеристик, таких как предел прочности при сжатии, модуль Юнга, модуль сдвига [1]. Исследование эволюции повреждений в объеме пористого хрупкого материала на разных масштабных уровнях и последующего