

http://dx.doi.org/10.15589/jnn20150107

УДК 621.78

Д 79

## ANALYSIS OF THE STUDY OF THE FINE STRUCTURE OF THE COLD-DEFORMED 20 STEEL BEFORE AND AFTER THE PRE-RECRYSTALLIZATIONAL HEAT TREATMENT

### АНАЛИЗ ИССЛЕДОВАНИЯ ТОНКОЙ СТРУКТУРЫ ХОЛОДНОДЕФОРМИРОВАННОЙ СТАЛИ 20 ДО И ПОСЛЕ ПРЕДРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИОННОЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

**Oleksandr M. Dubovyi**

[oleksandr.dubovyi@nuos.edu.ua](mailto:oleksandr.dubovyi@nuos.edu.ua)

ORCID: 0000-0002-2843-1879

**Oleksandr V. Chechel**

[achechel@trestmag.Kiev.ua](mailto:achechel@trestmag.Kiev.ua)

ORCID: 0000-0002-0175-714X

**Oleksandr O. Zhdanov**

[oleksandr.zhdanov@nuos.edu.ua](mailto:oleksandr.zhdanov@nuos.edu.ua)

ORCID: 0000-0003-1967-7233

**А. Н. Дубовой,**

д-р техн. наук, проф.<sup>1</sup>;

**А. В. Чечель,**

канд. техн. наук<sup>2</sup>;

**А. А. Жданов,**

ведущий специалист<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Admiral Makarov National University of Shipbuilding, Mykolaiv

<sup>2</sup>Frantsevich Institute for Problems of Materials Science of NAS of Ukraine, Kyiv

<sup>1</sup>Национальный университет кораблестроения имени адмирала Макарова, г. Николаев

<sup>2</sup>Институт проблем материаловедения им. И. М. Францевича НАН Украины, г. Киев

**Abstract.** The article deals with the influence of the prerecrystallization heat treatment on the fine structure of cold-deformed mild steel 20 by the help of metallography and X-ray structure analysis. It was determined experimentally that the prerecrystallization heat treatment of the plastically deformed by 60 % steel 20 at 500 °C for 1.5 minutes leads to the grinding of the blocks sizes (with the CSR reduced from 139 nm after deformation to 87 nm after the prerecrystallization heat treatment). At that, the reduction of the level of the internal stresses by 20 % occurs. The prerecrystallization heat treatment of steel 20 does not result in complete removal of the long-range stress fields formed in the structure during the plastic deformation. The sources of the long-range stress fields are boundaries and junctions of grain and subgrain boundaries. The dislocation density is reduced by 57 % due to the restructuring and ordering of the substructure, and relaxation processes which occur when heating the plastically deformed steel. It was determined that the prerecrystallization heat treatment at 500 °C with a 1.5 minute hold enables grinding the plastically deformed substructure (by 60 %) of the steel 20 by ordering defects, forming dislocation networks and subgrains with low-angle boundaries, providing the enhancement of the physical and mechanical properties.

**Keywords:** steel structure; dislocation density; subgrains; lattice microdistortions; recrystallization.

**Аннотація.** Приведены результаты исследований тонкой структуры холоднодеформированной малоуглеродистой стали 20 до и после предрекристаллизационной термической обработки при помощи электронной металлографии и рентгеноструктурного анализа. Показано, что после предрекристаллизационной термической обработки холоднодеформированной стали 20 происходит измельчение субзерен, снижение уровня микронапряжений и плотности дислокаций, обеспечивающих повышение физико-механических свойств.

**Ключевые слова:** структура стали; плотность дислокаций; субзерна; микронискажения решетки.

**Анотація.** Наведено результати досліджень тонкої структури холоднодеформованої маловуглецевої сталі 20 до і після передрекристалізаційної термічної обробки за допомогою електронної металографії і рентгеноструктурного аналізу. Показано, що після передрекристалізаційної термічної обробки холоднодеформованої сталі 20 відбувається подрібнення субзерен, зниження рівня микронапружень і щільності дислокацій, що забезпечує підвищення фізико-механічних властивостей.

**Ключові слова:** структура сталі; щільність дислокацій; субзерна; мікрспотворення решітки.

#### REFERENCES

- [1] Alimov V.I. Svoystva prochnoy vyazalnoy provoloki posle dorekristallizatsionnogo otzhiga [Properties of the strong binding wire after the prerecrystallization annealing]. *Rezervy proizvodstva – Production reserves*, 2013, no. 66/2, issue 14, pp. 29–31.

- [2] Alimov M.I. *Mekhanicheskie svoystva nanokristallicheskih materialov* [Mechanical properties of nanocrystalline materials]. Moscow, MIFI Publ., 2004. 32 p.
- [3] Bershteyn M.L. *Struktura deformirovannykh metallov* [Structure of deformed metals]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1977. 431 p.
- [4] Valiev R.Z., Aleksandrov I.V. *Nanostrukturnye materialy, poluchennye intensivnoy plasticheskoy deformatsiyey* [Nanostructured materials obtained by severe plastic deformation]. Moscow, Lotos Publ., 2000. 272 p.
- [5] Valiev R.Z., Korznikov A.V., Mulyukov R.R. *Struktura i svoystva metallicheskih materialov s submikrokristallicheskoy strukturoy* [Structure and properties of submicrocrystalline metal materials]. *Fizika metallov i metalovedenie – The physics of metals and metallography*, 1992, no. 4, pp. 70–86.
- [6] Dubovyi O.M., Kulik S.H., Zhdanov O.O., Bobrov M.M., Mirko O.I. *Vplyv deformatsii ta lehuiuchykh elementiv na tverdist stali i napylenykh pokryttiv pislia peredrekristalizatsiinoi termichnoi obrobky* [Influence of deformation and alloying elements on the hardness of steel and sprayed coatings after the prerecrystallization heat treatment]. *Zbirnyk naukovykh prats NUK* [Collection of Scientific Publications of NUS], 2011, no. 2, pp. 36–44.
- [7] Gorelik S.S., Dobatkina S.V., Kaputkina L.M. *Rekristallizatsiya metallov i splavov* [Recrystallization of metals and alloys]. Moscow, MISIS Publ., 2005. 432 p.
- [8] Gorelik S.S., Rastorguev L.N., Skakov Yu.A. *Rentgenograficheskii i elektronnoopticheskii analiz* [X-ray diffraction and electrooptical analysis]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1970. 336 p.
- [9] Gusev A.I., Kurlov A.S. *Attestatsiya nanokristallicheskih materialov po razmeru chastits (zeren)* [Attestation of nanocrystalline materials according to their particle (grain) size]. *Metallofizika i noveyshie tekhnologii – Physics of Metals and Advanced Technologies*, 2008, vol. 30, no. 5, pp. 679–694.
- [10] Dubovyi O.M., Lebedeva N.Yu., Yankovets T.A., Karpechenko A.A., Zhdanov O.O. *Doslidzhennia mozhlyvosti pidvyshchennia fizyko-mekhanichnykh vlastyvoستي deformovanykh metaliv i splaviv termichnoiu obrobkoiu* [Study of opportunities of improving the physical and mechanical properties of metals and alloys deformed by heat treatment]. *Zbirnyk naukovykh prats NUK* [Collection of Scientific Publications of NUS], 2010, no. 3, issue 432, pp. 69–79.
- [11] Dubovyi O.M., Lebedeva N.Yu., Yankovets T.A. *Vplyv peredrekristalizatsiinoi termichnoi obrobky na fizyko-mekhanichni vlastyvoستي napylenykh pokryttiv ta deformovanykh metaliv ta splaviv* [Influence of prerecrystallization heat treatment on the physical and mechanical characteristics of sprayed coatings and deformed metals and alloys]. *Metaloznavstvo ta obrobka metaliv – Metal Science & Treatment of Metals*, 2010, no. 3, pp. 7–10.
- [12] Dubovyi O.M., Yankovets T.A., Lebedeva N.Yu., Kazymyrenko Yu.O., Zhdanov O.O., Bobrov M.M. *Sposib deformatsiino-termichnoi obrobky metaliv ta splaviv* [Method of the deformation and heat treatment of metals and alloys] Patent UA, no. 95378, 2010.
- [13] Sindo D., Oikava T. *Analiticheskaya prosvechivayushchaya elektronnaya mikroskopiya* [Analytical transmission electronic microscopy]. Moscow, Tekhnofera Publ., 2006. 246 p.
- [14] Umanskiy Ya.S. *Kristallografiya, rentgenografiya i elektronnaya mikroskopiya* [Crystallography, X-ray diffraction and electronic microscopy]. Moscow, Metallurgiya, 1982. 632 p.
- [15] Khonikomb R. *Plasticheskaya deformatsiya metallov* [Plastic deformation of metals]. Moscow, 1972.

### ПОСТАНОВКА ПРОБЛЕМЫ

Решение важнейших технических проблем, возникающих в области судостроения и связанных с экономией материалов, уменьшением массы судовых машин и механизмов, надежности и работоспособности приборов, во многом можно осуществить не только разработкой современных конструктивных решений и применением новых высокопрочных материалов, но и изменением тонкой структуры уже применяемых материалов путем совершенствования технологического процесса получения изделий.

### АНАЛИЗ ПОСЛЕДНИХ ИССЛЕДОВАНИЙ И ПУБЛИКАЦИЙ

В работах [6, 10–12] изучено влияние предрекристаллизационной термической обработки на физико-механические свойства пластически дефор-

мированных металлов и сплавов. Показано, как влияет степень предварительной пластической деформации, время выдержки, концентрация легирующих элементов на уровень физико-механических свойств пластически деформированных металлов и сплавов в результате предрекристаллизационной термической обработки. В исследованиях [10–12, 15], посвященных анализу причин упрочнения промышленных сталей при холодной пластической деформации, было показано, что основным фактором упрочнения является поведение линейных дефектов строения кристаллической решетки. Возрастающие плотности дислокаций, торможение и перераспределение этих дефектов приводят к возрастанию сдвиговых напряжений и, соответственно, к упрочнению сталей. Если причины деформационного

упрочнения промышленных сталей изучены достаточно полно, то механизм упрочнения в результате предрекристаллизационной термической обработки исследован недостаточно.

**ЦЕЛЬ СТАТЬИ** – исследование параметров тонкой структуры пластически деформированной стали 20 в результате предрекристаллизационной термической обработки, обеспечивающей повышение физико-механических свойств.

### ИЗЛОЖЕНИЕ ОСНОВНОГО МАТЕРИАЛА

Исследование проводили на образцах малоуглеродистой стали 20 (ГОСТ 1050–88). Отожженные образцы 6×8×8 мм деформировали на прессе П50, степень деформации составляла 60 %. Предрекристаллизационную термическую обработку выполняли в электропечи СНОЛ-1.6.2.0.08/9-М1 при температуре 500 °С с выдержкой при этой температуре в течение 1,5 мин согласно рекомендациям [12]. Рентгеновскую съемку образцов осуществляли на дифрактометре ДРОН-3 в излучении меди  $Cu_{K\alpha}$  с длиной волны  $\lambda = 1,54178 \text{ \AA}$  с использованием Ni-фильтра. Средний размер областей когерентного рассеивания (ОКР) определяли методом аппроксимации по двум порядкам отражения ферритной фазы в направлении [110] и [211], что позволило более точно определить размер ОКР, учитывая влияние внутренних напряжений и условий съемки [8]. Исследования тонкой структуры выполняли на просвечивающем электронном микроскопе ПЭМ-100М в Институте проблем материаловедения им. И.М. Францевича НАН Украины методом тонких фольг [13].

Плотность дислокаций определяли методом секущих [14] как отношение суммарной длины дислокационных линий к объему фольги. Погрешность измерения плотности дислокаций методом секущих может достигать 20 %, поэтому плотность дислокаций рассчитывали также по величине физического уширения дифракционных линий согласно методике [13]. В работе показано среднее значение плотности дислокаций, полученное при расчете указанными методами.

Структура промышленных малоуглеродистых сталей в отожженном состоянии представлена двумя фазами – ферритом и цементитом. Ферритная фаза, составляющая основу (до 85 %) стали 20, состоит из двух структурных форм: одна – основная, представляет собой структурно-свободный феррит, а другая – феррит, входящий в эвтектоид (рис. 1).

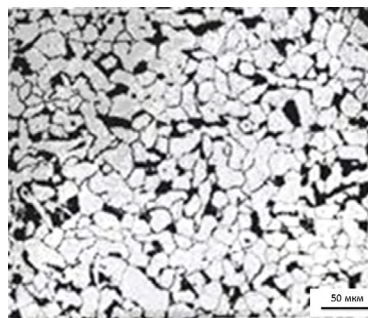


Рис. 1. Микроструктура стали 20 после отжига при 820 °С

Под параметрами тонкой структуры металла [3] обычно понимают размер субзерен, уровень внутренних искажений в кристаллах и плотность линейных дефектов в нем.

Известно [3], что уже при малой степени пластической деформации (более 5 %) происходит измельчение блоков, возрастают внутренние напряжения, растет плотность дислокаций, причем последние расположены весьма неравномерно.

Пример дифрактограмм исследуемой стали после деформации и последующей предрекристаллизационной термической обработки представлен на рис. 2, где видно, что предрекристаллизационная термическая обработка при температуре 500 °С с выдержкой в течение 1,5 мин пластически деформированной на 60 % стали 20 вызвала уширение дифракционных линий и снижение их интенсивности.

Из теории дифракции рентгеновских лучей известно [8, 13], что физическое уширение каждой дифракционной линии складывается из долевого участия в нем размера блока  $D$  (области когерентного рассеяния рентгеновских лучей) и уровня внутренних микроискажений кристаллической решетки  $\Delta a/a$ . Если уширение дифракционной линии вызвано только микроискажениями решетки, то оно будет пропорционально тангенсу угла отражения рентгеновского луча и не зависит от длины волны применяемого излучения, а если уширение линии вызвано только размерами блока, то оно будет пропорционально секансу угла отражения и длине волны используемого излучения. Если взять отношение физического уширения линий [110] и [211], то по методике [8] можно рассчитать долю уширения линий на размер блока и величину микроискажений решетки.

Данные расчета параметров тонкой структуры ферритной фазы образцов из стали 20 до и после предрекристаллизационной термической обработки приведены в табл. 1.

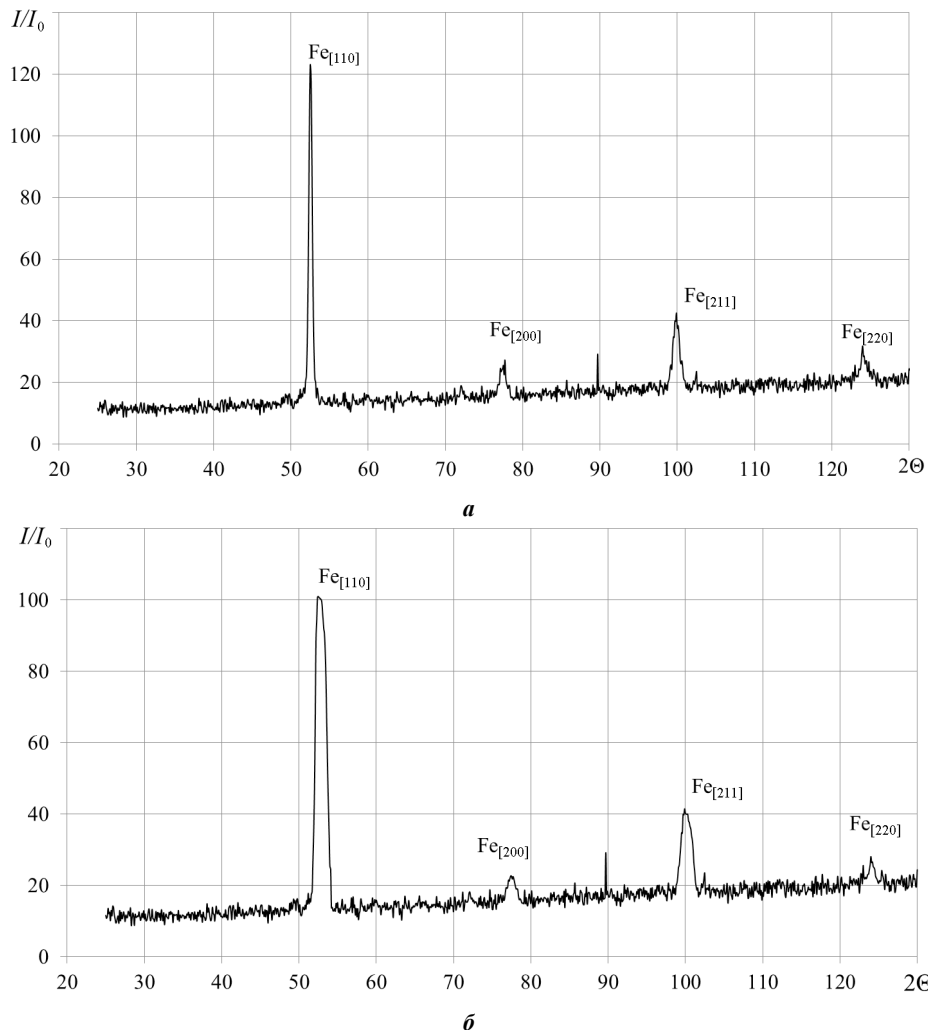


Рис. 2. Дифрактограммы стали 20: *а* – деформация 60 %; *б* – деформация 60 % с последующей предрекристаллизационной термической обработкой при 500 °С

Таблица 1. Расчетные значения величины блока *D*, уровня микроскажений решетки  $\Delta a/a$  и плотности дислокаций  $\rho$  для стали 20 в зависимости от вида обработки

Вид обработки	<i>D</i> , нм	$\Delta a/a \cdot 10^3$	$\rho \cdot 10^9, м^{-2}$
Деформация 60 %	139	0,57	4,9
Деформация 60 % с последующей предрекристаллизационной термической обработкой при 500 °С в течение 1,5 мин	87	0,46	2,1

Из данных табл. 1 видно, что после пластической деформации на 60 % вклад микродеформаций в уширение линий рентгеновских интерференций превалирует над вкладом ОКР, то есть уровень микронапряжений в зернах феррита стали достаточно высокий. Последующая предрекристаллизационная термическая обработка при 500 °С в течение 1,5 мин пластически деформированной на 60 % стали 20 приводит к измельчению размеров блоков (ОКР уменьшается с 139 нм после деформации до 87 нм после предрекристаллизационной термической обработки).

При этом происходит снижение уровня внутренних напряжений на 20 %, предрекристаллизационная термическая обработка стали 20 не приводит к полному снятию дальнедействующих полей напряжений, формирующихся в структуре при пластической деформации, источниками дальнедействующих полей напряжений являются границы и стыки границ зерен и субзерен. Плотность дислокаций уменьшается на 57 %, что связано с перестройкой и упорядочением субструктуры, процессами релаксации, протекающими при нагреве пластически деформированной стали. Поскольку ОКР соответствует внутренней упорядоченной области зерна и не включает в себя сильно искаженные границы, размер ее отождествляют со средним размером кристаллитов [9].

Если сопоставить влияние предрекристаллизационной термической обработки на параметры тонкой структуры исследуемой стали с имеющимися данными по чистому железу, то можно сказать, что наличие перлитных колоний в структуре стали 20 не оказывает заметного влияния на измельчение блоков *D*

в результате предкристаллизационной термической обработки.

Как видно из электронной фотографии (рис. 3), структура деформированной на 60 % малоуглеродистой стали 20 состоит из светлых полей – ячеек, лишенных дефектов, и темных областей, представляющих собой скопления дислокаций, хаотично расположенных по объему образца.

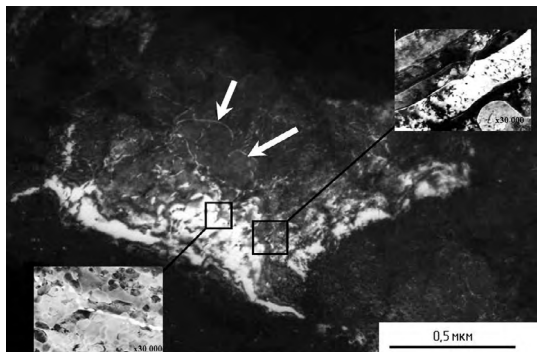


Рис. 3. Микроструктура стали 20 после деформации на 60 % (стрелками показаны полосы сдвига)

После пластической деформации на 60 % в стали 20 наблюдается ориентированная феррито-перлитная структура (см. рис. 3), обусловленная полосами сдвига. Наряду с ориентированными фрагментами видна равноосная ячеистая структура несколько большего размера. Средний размер образующихся элементов структуры (субзерен) составляет 270 нм. Наблюдали отдельные зерна феррита размером 400 нм. Это согласуется с данными [1, 2, 4, 5, 7], согласно которым для деформации простым сдвигом характерно формирование полос сдвига, а увеличение степени деформации может приводить к локальной неоднородности формирующейся субмикроструктурной структуры. Структура стали 20 после пластической деформации в большинстве случаев имеет характерное полосчатое строение. Это указывает на определяющую роль в протекании процесса измельчения структуры после предкристаллизационной термической обработки исходной морфологической составляющей материала – феррита. При этом каждый кристалл разбивается на 5–8 полос. Черно-белый

контраст от соседних полос свидетельствует о большеугловой разориентации между ними, наличие четких рефлексов на микродифракционной картине также говорит о значительной доле большеугловых границ в структуре.

Предкристаллизационная термическая обработка предварительно деформированной на 60 % стали 20 при температуре 500 °С в течение 1,5 мин привела к формированию субзеренной структуры на основе  $\alpha$ -фазы (рис. 4).

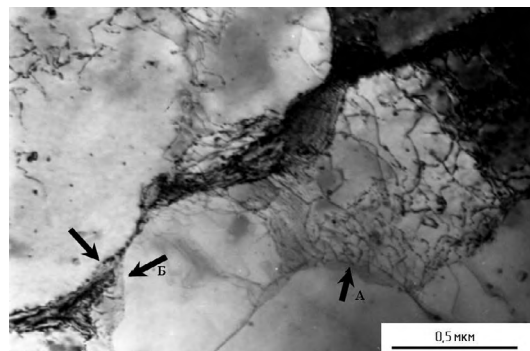


Рис. 4. Микроструктура стали 20 после деформации на 60 % и последующей предкристаллизационной термической обработки при 500 °С (А – формирование дислокационных ячеек; Б – образование малоугловых границ)

Каждый кристалл разбивается продольными границами, которые, в свою очередь, делятся поперечными границами на наноразмерные субзерна. Происходит формирование границ с углом разориентировки  $\sim 11^\circ$ . Средний размер субзерен, выявленный при анализе изображений структуры стали 20, составляет 184 нм (после деформации 270 нм). В объеме отдельных субзерен наблюдаются дислокационные сетки.

#### ВЫВОД

Предкристаллизационная термическая обработка при температуре 500 °С с выдержкой 1,5 мин позволяет измельчать субструктуру пластически деформированной (на 60 %) стали 20 за счет упорядочения дефектов, формирования дислокационных сеток и субзерен с малоугловыми границами, что обеспечивает повышение физико-механических свойств.

#### СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Алимов, В. И. Свойства прочной вязальной проволоки после дорекристаллизационного отжига [Текст] / В. И. Алимов // Резервы производства. – 2013. – № 6 6/2(14). – С. 29–31.
- [2] Алимов, М. И. Механические свойства нанокристаллических материалов [Текст] / М. И. Алимов. – М. : МИФИ, 2004. – 32 с.
- [3] Берштейн, М. Л. Структура деформированных металлов [Текст] / М. Л. Берштейн. – М. : Металлургия, 1977. – 431 с.
- [4] Валиев, Р. З. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией [Текст] / Р. З. Валиев, И. В. Александров. – М. : Логос, 2000. – 272 с.
- [5] Валиев, Р. З. Структура и свойства металлических материалов с субмикроструктурной структурой [Текст] / Р. З. Валиев, А. В. Корзников, Р. Р. Мулюков // Физика металлов и металловедение. – 1992. – № 4. – С. 70–86.

- [6] Вплив деформації та легуючих елементів на твердість сталей і напилених покриттів після передрекристалізаційної термічної обробки [Текст] / О. М. Дубовий, С. Г. Кулік, О. О. Жданов, М. М. Бобров, О. І. Мирко // Зб. наук. праць НУК. – Миколаїв : НУК, 2011. – № 2. – С. 36–44.
- [7] **Горелик, С. С.** Рекристаллизация металлов и сплавов [Текст] / С. С. Горелик, С. В. Добаткина, Л. М. Капуткина. – М. : МИСИС, 2005. – 432 с.
- [8] **Горелик, С. С.** Рентгенографический и электроннооптический анализ [Текст] / С. С. Горелик, Л. Н. Расторгуев, Ю. А. Скаков. – М. : Металлургия, 1970. – 336 с.
- [9] **Гусев, А. И.** Аттестация нанокристаллических материалов по размеру частиц (зерен) [Текст] / А. И. Гусев, А. С. Курлов // Металлофизика и новейшие технологии. – 2008. – Т. 30, № 5. – С. 679–694.
- [10] Дослідження можливостей підвищення фізико-механічних властивостей деформованих металів і сплавів термічною обробкою [Текст] / О. М. Дубовий, Н. Ю. Лебедева, Т. А. Янковець, А. А. Карпеченко, О. О. Жданов // Зб. наук. праць НУК. – Миколаїв : НУК, 2010. – № 3(432). – С. 69–79.
- [11] **Дубовий, О. М.** Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на фізико-механічні властивості напилених покриттів та деформованих металів та сплавів [Текст] / О. М. Дубовий, Н. Ю. Лебедева, Т. А. Янковець // Металознавство та обробка металів. – 2010. – № 3. – С. 7–10.
- [12] **Пат. а 2010 02248 Україна, МІЖ С2П 8/00 С22F 1/00.** Спосіб деформаційно-термічної обробки металів та сплавів [Текст] / Дубовий О. М., Янковець Т. А., Лебедева Н. Ю., Казимиренко Ю. О., Жданов О. О., Бобров М. М. ; заявник та патентовласник Національний університет кораблебудування. – № 95378 ; заявл. 01.03.2010 ; опубл. 25.07.2011, Бюл. № 14.
- [13] **Синдо, Д.** Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия [Текст] : монография / Д. Синдо, Т. Оикава ; пер. с англ. С. А. Иванова. – М. : Технофера, 2006. – 246 с.
- [14] **Уманский, Я. С.** Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия [Текст] / Я. С. Уманский. – М. : Металлургия, 1982. – 632 с.
- [15] **Хоникомб, Р.** Пластическая деформация металлов [Текст] : [пер. с англ.] / Р. Хоникомб. – М., 1972.

---

© О. М. Дубовий, О. В. Чечель, О. О. Жданов

Надійшла до редколегії 05.11.2014

Статтю рекомендує до друку член редколегії ЗНП НУК  
д-р техн. наук, проф. *В. Ф. Квасницький*