

На правах рукописи

Казанцева Вера Васильевна

**СТРУКТУРНЫЕ И ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ, ПРОТЕКАЮЩИЕ В
ОБЛАСТЯХ ЛОКАЛИЗАЦИИ ДЕФОРМАЦИИ СТАЛИ 110Г13Л
ПРИ ДИНАМИЧЕСКИХ НАГРУЗКАХ**

Специальность

05.16.09 – Материаловедение (в машиностроении)

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Барнаул – 2010

Работа выполнена в Федеральном государственном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Сибирский федеральный университет»

Научный руководитель: доктор физико-математических наук, профессор
Квеглис Людмила Иосифовна

Официальные оппоненты: доктор технических наук, профессор
Гурьев Алексей Михайлович

доктор технических наук, профессор
Батаев Владимир Андреевич

Ведущая организация: ГОУ ВПО «Сибирский государственный
индустриальный университет», г. Новокузнецк

Защита состоится ___ октября 2010 г. в ___ часов на заседании диссертационного совета Д 212.004.07 при Государственном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Алтайский государственный технический университет им. И. И. Ползунова» по адресу: г. Барнаул, пр. Ленина, 46.
Тел./факс (3852) 368413
E-mail: berd50@mail.ru

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ГОУ ВПО «Алтайский государственный технический университет им. И. И. Ползунова».

Автореферат разослан «__» _____ 2010 г.

Учёный секретарь
диссертационного совета,
кандидат технических наук,
доцент



А. А. Бердыченко

Подписано в печать 21.07.10
Формат 60x84/16. Уч.-изд. л. 1,0
Тираж 130 экз. Заказ № 2116

Отпечатано в типографии БИК СФУ
660041, г. Красноярск, пр. Свободный, 82а

Ершов, Л. И. Квеглис // Открытая школа-конференция стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы – 2008»; Уфа. – 2008. – с.112–113.

20. **Казанцева, В.В. Механохимические эффекты в материалах с эффектом памяти формы** [Текст] / В. В. Казанцева, Г. Б. Тажибаева и др. // Открытая школа-конференция стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы – 2008»; Уфа. – 2008. – с.112–113.

21. **Kveglis, L.I. THE LOCAL ELECTRON STRUCTURE AND MAGNETIZATION IN β -Fe₈₆Mn₁₃C** [Текст] / L. I. Kveglis, V. V. Kazantseva, F. M. Noskov, A. V. Nyavro, V. A. Musikhin // Moscow International Symposium on Magnetism; 2008. – p. 768.

22. **Казанцева, В. В. Исследование структуры и магнитных свойств стали 110Г13Л** [Текст] / В. В. Казанцева, Р. Б. Абылкалыкова и др. // Сбор. тезисов III - Байкальской межд. конф. «Магнитные материалы. Новые технологии»; Иркутск. – 2008. – с. 48–49.

23. **Казанцева, В. В. Механохимические эффекты в материалах с эффектом памяти формы** [Текст] / В. В. Казанцева, Г. Б. Тажибаева и др. // Сборник тезисов III – Байкальской межд. конф. «Магнитные материалы. Новые технологии»; Иркутск. – 2008. – с. 133–134.

24. **Казанцева, В. В. Возможности формирования квантовых точек в тонких наноструктурированных пленках Co-Pd и Fe-Mn-C** [Текст] / В. В. Казанцева, Л. И. Квеглис, Р. Б. Абылкалыкова, В. А. Мусихин // Сбор. трудов XVI рос. симп. по растровой эл. микр. и аналит. методам исследования тв. тел «РЭМ-2009»; Черноголовка. – 2009. – с.48.

25. **Kveglis, L. I. Ability of formation quantum dots in thin nanostructured films Co-Pd and Fe-Mn-C** [Текст] / L. I. Kveglis, V. V. Kazantseva, V. A. Musikhin, R. B. Abylkalykova // Сбор. трудов III Межд. конф. «Фундаментальные основы механохимических технологий»; Новосибирск. – 2009. – с. 156.

26. **Казанцева, В. В. Влияние кратковременных циклических механических воздействий на структуру и магнитные свойства стали 110Г13Л** [Текст] / В. В. Казанцева, Л. И. Квеглис, Ю.В. Паничкин // Сбор. трудов Всерос. науч.-техн. конф. с междунар. участием «Ультрадисперсные порошки, наноструктуры, материалы»; Красноярск. – 2009. – с. 308.

27. **Абылкалыкова, Р. Б. Моделирование сдвиговой трансформационной зоны для исследования явления ускоренной диффузии при квазистатическом одноосном растяжении сплава Ni₃Al** [Текст] / Р.Б. Абылкалыкова Н.В. Никифорова, Г.Б. Тажибаева, Л.И. Квеглис, В.В. Казанцева // Сбор. статей VII межд. рос.-яп.-каз. науч. конф.; Волгоград. – 2009. – с. 504–513.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Среди износостойких аустенитных сталей особое место занимает сталь Гадфильда (110Г13Л). Высокие свойства данной стали в условиях ударных механических нагрузок вызваны её свойством упрочняться при холодной пластической деформации. Это свойство обусловило применение стали 110Г13Л в деталях машин и оборудовании, работающих в условиях ударных механических нагрузок. Механизм высокой износостойкости стали 110Г13Л при статических и, тем более, динамических нагрузках не раскрыт полностью. Известно, что аустенитная сталь – неферромагнитный материал. Тем не менее, в литературе обсуждается вопрос о причине появления намагниченности в деталях, изготовленных из стали 110Г13Л. Сталь 110Г13Л исследована достаточно широко, однако остаются невыясненными следующие вопросы: природа самоупрочнения стали данного состава при ударном нагружении; структура, сформированная в зоне сдвиговой деформации; причины локального изменения намагниченности в условиях ударной нагрузки. Кроме того, существующая технология изготовления деталей из этой стали не позволяет получить стабильно высокие свойства. Решение этих задач зависит от полноты исследования структурных изменений стали в процессе изготовления из неё деталей и их эксплуатации. Поэтому тема диссертации – исследование областей локализации деформации при эксплуатации изделий из данной стали в условиях динамических нагрузок – актуальна.

Актуальность темы подтверждается и тем, что она выполнялась по заданию Рособразованию по аналитической ведомственной целевой программе «Развитие научного потенциала высшей школы» (проект 2.1.2/3047 «Формирование структуры и свойств объемных образцов и их нанокристаллических аналогов на основе сплавов переходных ферромагнитных металлов (Fe-Mn-C, Fe-C, Co-C и др.)», а также в соответствии с договором о творческом сотрудничестве с АО «ВОСТОКМАШЗАВОД».

Цель диссертационной работы заключается в исследовании механизма упрочнения стали 110Г13Л при динамических нагрузках.

Для достижения цели поставлены следующие **задачи**:

1. Произвести статистический анализ влияния изменений химического состава на ударную вязкость стали 110Г13Л на основании выборки из технологических журналов АО «ВОСТОКМАШЗАВОД».

2. Произвести статистический анализ зависимости ударной вязкости от микроструктуры поверхности деталей и их «свидетелей» из стали 110Г13Л на основании выборки из технологических журналов АО «ВОСТОКМАШЗАВОД», а также на основании исследования микроструктуры оптическим методом.

3. С помощью метода рентгеноструктурного анализа определить зависимость ударной вязкости от фазового состава.

4. Выявить связь ударной вязкости и характера излома образцов с помощью растровой электронной микроскопии.

5. Провести энергодисперсионный микроанализ для выявления изменения химического состава в областях локализации деформации.

6. Сравнить процессы, протекающие в областях локализации деформации массивных образцов с процессами, протекающими в тонкопленочных образцах стали 110Г13Л, подвергнутых криомеханической обработке, с целью выявления их аналогии.

7. Исследовать связь между ударной вязкостью, структурой и магнитными свойствами стали 110Г13Л.

Научная новизна

1. На основе статистического анализа зависимости ударной вязкости от микроструктуры поверхности деталей и их «свидетелей» выявлено, что ударная вязкость может быть в четыре раза больше в образцах, в структуре которых наблюдается большое число полос сдвиговой деформации, чем в образцах, в структуре которых эти полосы отсутствуют. Области локализации деформации в виде полос сдвиговой деформации, возникшие после динамических нагрузок, имеют тетраэдрическую плотноупакованную структуру Франка-Каспера.

2. Обнаружено, что мартенсит деформации, формирующийся в изделиях из стали 110Г13Л при ее эксплуатации в условиях трения с ударами (щеки камнедробилки), имеет тетраэдрическую плотноупакованную структуру Франка-Каспера, появление которой повышает значения ударной вязкости в четыре раза, но снижает сопротивление абразивному износу в два раза.

3. Обнаружен эффект магнитного последствия (магнитной вязкости) в изделиях из стали 110Г13Л, подверженных динамическим нагрузкам. Этот эффект положен в основу способа определения качества стали по времени магнитного последствия.

4. Выявлена зависимость между временем намагничивания и свойствами стали 110Г13Л. Сталь 110Г13Л, подвергнутая динамическим нагрузкам, при времени намагничивания, составляющем доли секунды, обладает перлитно-цементитной структурой. При времени намагничивания, составляющем минуты или десятки минут – обладает структурой аустенита с областями локализации деформации, имеющими ферромагнитную структуру Франка-Каспера.

5. Показана возможность моделирования процессов структурообразования в межзеренных границах массивных образцов стали 110Г13Л на тонкопленочных образцах стали 110Г13Л.

Значение полученных результатов для теории и практики

1. Совокупность экспериментальных и теоретических результатов, полученных при проведении исследований, расширяет знания о процессах, протекающих в областях локализации деформации стали 110Г13Л при динамических нагрузках.

2. Выявление тетраэдрической плотноупакованной структуры Франка-Каспера в мартенсите деформации, формирующемся в изделиях из стали 110Г13Л при ее эксплуатации в условиях трения с ударами, позволило опреде-

9. Квеглис, Л. И. **Инварные эффекты в пленках Fe-Mn-C и Fe-Ni-C** [Текст] / Л. И. Квеглис, А. В. Кузовников, В. В. Казанцева и др. // Сбор. трудов XII Национальной конференции по росту кристаллов; Москва. – 2006. – с. 88.

10. **Казанцева, В. В. Инварные эффекты в пленках Fe-Mn-C и Fe-Ni-C** [Текст] / В. В. Казанцева, Л. И. Квеглис, А. В. Кузовников, П. В. Софронов // Сбор. трудов всер. науч.-техн. конф. с междунар. участием «Ультрадисперсные порошки, наноструктуры, материалы»; Красноярск., КГТУ. – 2006. – с. 200–203.

11. **Квеглис, Л. И. Электронно-микроскопические исследования пленок сплавов Fe-Mn-C и Fe-Ni-C с внутренним изгибом атомной решетки** [Текст] / Л. И. Квеглис, А. В. Кузовников, В. В. Казанцева, П. В. Софронов // Сбор. трудов всерос. науч. конф. мол. уч. «Наука. Технологии. Инновации»; Новосибирск, НГУ. – 2006. – с. 187–188.

12. **Казанцева, В. В. Электронно-микроскопические исследования сплавов Fe-Mn и Fe-Ni** [Текст] / В. В. Казанцева, Л. И. Квеглис, А. В. Кузовников, П. В. Софронов // Сбор. трудов всерос. науч. конф. молодых ученых «Молодежь и наука – Третье тысячелетие»; Красноярск. – 2006. – с. 366–369.

13. **Казанцева, В. В. Электронно-микроскопические исследования сплава Fe-Mn-C** [Текст] / В. В. Казанцева, Л. И. Квеглис // Сбор. трудов междунар. регионал. науч. конф. студентов, аспирантов и молодых ученых-физиков НКСФ-XXXV; Красноярск. – 2007. – с. 98.

14. **Казанцева, В. В. Эффект Виллари при динамическом нагружении стали 110Г13** [Текст] / В. В. Казанцева, Л. И. Квеглис // 49-я науч.-техн. конф. Студентов, аспирантов и молодых ученых политехнического института СФУ; Красноярск. – 2007. – с. 63.

15. **Kazantseva, V. V. The local electron structure and magnetization in β -Fe₈₆Mn₁₃C** [Текст] / V. V. Kazantseva, L. I. Kveglis, D. L. Khalyapin // The 20th International Conference on Transport Theory; Obninsk. – 2007. – с. 246.

16. **Kveglis, L. I. Formation of Frank-Kasper Tetrahedral Close Packed Structure in Intergranular Space of the Austenitic β -Fe₈₆Mn₁₃C Steel Exposed by Shock Deformation** [Текст] / L. I. Kveglis, V. V. Kazantseva, D. L. Khalyapin, V. S. Demidenko et al. // Electron Microscopy and Multiscale Modeling EMMM-2007; Moscow. – 2007. – p. 44.

17. **Казанцева, В. В. Увеличение объема при динамическом нагружении закаленных образцов сплава 110Г13Л** [Текст] / В. В. Казанцева, Ф. М. Носков, Р. Б. Абылкалыкова и др. // X междунар. симп. «Упорядочение в металлах и сплавах ОМА-10»; Ростов-на-Дону. – 2007. – с. 89–93.

18. **Казанцева, В. В. Корреляция структуры и механических свойств при ударном нагружении стали 110Г13Л** [Текст] / В. В. Казанцева, Л. И. Квеглис и др. // Сбор. трудов XXII рос. конф. по эл. Микроскопии; Черноголовка. – 2008. – с. 174.

19. **Казанцева, В. В. Исследование структуры и магнитных свойств стали 110Г13Л** [Текст] / В. В. Казанцева, Ф. М. Носков, В. А. Мусихин, А. В.

7. Эффект магнитного последействия, выявленный благодаря исследованию связи между ударной вязкостью, структурой и магнитными свойствами стали 110Г13Л (магнитной вязкости), положен в основу способа распределения литых деталей из стали 110Г13Л по их назначению: по сопротивлению ударным нагрузкам и по сопротивлению абразивному износу.

Основные результаты диссертации изложены в следующих работах:

Статья в изданиях, рекомендованных ВАК:

1. Квеглис, Л. И. **Особенности структуры межзеренных границ в сплавах инварного состава на основе Fe-Mn и Fe-Ni** [Текст] / Л. И. Квеглис, В. С. Жигалов, В. В. Казанцева, А. В. Кузовников, В. А. Мусихин, П. В. Софронов // Нанотехника. – 2007. – № 4. – с. 73–78.

Прочие публикации:

2. **Казанцева, В. В. Рентгеноструктурное исследование сплавов железо-марганец-углерод с аномальным объемом кристаллической решетки** [Текст] / В. В. Казанцева, Л. И. Квеглис, Ф. М. Носков, Р. Б. Абылкалыкова, У. А. Рахимова, И. Н. Рубцов, Т. А. Меньшикова // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2007. – № 8. – с. 58.

3. **Казанцева, В. В. Сплавы железо-марганец-углерод с аномальным объемом кристаллической решетки** [Текст] / В. В. Казанцева, Л. И. Квеглис, Ф. М. Носков, Р. Б. Абылкалыкова, У. А. Рахимова, В. А. Мусихин, Н. Л. Зайцев, Т. А. Меньшикова // Известия РАН. Серия Физическая. – 2008. – №8. – т. 72. – с. 1256–1258.

4. **Kazantseva, V. V. The Structure and Magnetic Properties of Fe-Mn-C Alloy** [Текст] / V. V. Kazantseva, L. I. Kveglis // Journal of Siberian Federal University. Engineering & Technologies. – 2009. – № 4. – p. 376–383.

5. **Kveglis, L. I. Alloys with Anomalous Volume of Crystal Lattice Fe-Mn-C** [Текст] / L. I. Kveglis, F. M. Noskov, V. V. Kazantseva et al. // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. – 2008. – Vol. 72. – №8. – p. 1169–1171.

6. **Kveglis, L. I. The ability of formation quantum dots in thin nanostructured films Co-Pd and Fe-Mn-C** [Текст] / L. I. Kveglis, V. V. Kazantseva, V. A. Musikhin, R. B. Abylkalykova // Journal «Theory and Practice of Energetic materials»; China. – 2009. – V.8. – p. 17.

7. **Квеглис, Л. И. Структурные и магнитные превращения в аустенитной стали 110Г13Л при динамическом нагружении** [Текст] / Л. И. Квеглис, В. И. Темных, И. Н. Рубцов, В. В. Казанцева, Р. Б. Абылкалыкова, Г. Б. Тажибаева // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2010. – № 7. – с. 1–6.

8. **Казанцева, В. В. Электронно-микроскопические исследования пленок Fe-Mn-C с внутренним изгибом атомной решетки** [Текст] / В. В. Казанцева, А. В. Кузовников, П. В. Софронов, Л. И. Квеглис // Сбор. трудов рос. конф. по электронной микроскопии; – Черногловка. – 2006. – с. 63.

лить причины повышения в ней ударной вязкости и снижения сопротивления абразивному износу.

3. Обнаружение эффекта магнитного последействия (магнитной вязкости) в стали 110Г13Л вносит вклад в развитие материаловедения магнитных материалов, используемых в машиностроении, и, в частности, в раскрытие причин возникновения магнитной вязкости в структурно-неоднородных материалах с различным типом магнитного порядка.

4. Обнаруженный эффект магнитного последействия в стали 110Г13Л, подвергнутой динамическим нагрузкам, и выявленная зависимость между временем намагничивания и свойствами стали, позволили создать основы для разработки метода неразрушающего контроля свойств этой стали, применяемого в настоящее время на АО «ВОСТОКМАШЗАВОД» (г. Усть-Каменогорск).

На защиту выносятся следующие положения:

1. Результаты статистического анализа зависимости ударной вязкости от состава и микроструктуры поверхности деталей из стали 110Г13Л и их «свидетелей».

2. Результаты исследования структурных изменений стали 110Г13Л, возникающих в результате динамических нагрузок.

3. Выявленный эффект магнитного последействия (магнитной вязкости) в изделиях из стали 110Г13Л, подверженных динамическим нагрузкам, на основе которого предлагается способ распределения литых заготовок.

4. Моделирование процессов, протекающих в областях локализации деформации, на тонкопленочных образцах стали 110Г13Л, подверженных крио-механической обработке.

Достоверность полученных результатов.

Достоверность подтверждена статистической обработкой экспериментальных результатов, применением стандартных методик исследования структуры и свойств, а также подтверждением основных выводов работы поздними публикациями других авторов.

Апробация работы. Основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих научных конференциях, симпозиумах и семинарах: XXI Российская конференция по электронной микроскопии (Черногловка, 2006 г., 2007 г., 2009 г.); XII Национальная конференция по росту кристаллов (Москва, 2006 г.); Всероссийская научно-техническая конференция с международным участием «Ультрадисперсные порошки, наноструктуры, материалы» (Красноярск, 2006 г., 2009 г.); Всероссийская научная конференция молодых ученых «Наука. Технологии. Инновации» (Новосибирск, 2006 г.); Всероссийская научная конференция молодых ученых «Молодежь и наука – Третье тысячелетие» (Красноярск, 2006 г.); Межвузовская региональная научная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых – физиков «НКСФ-XXXVI» (Красноярск, 2007 г.); 49-я научно-техническая конференция студентов, аспирантов и молодых ученых политехнического института СФУ (Красноярск, 2007 г.);

Electron Microscopy and Multiscale Modeling EMMM-2007 (Москва, 2007 г.); X междисциплинарный, международный симпозиум «Фазовые превращения в твердых растворах и сплавах ОМА-10» (Ростов-на-Дону, 2007 г.); Открытая школа-конференция стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы – 2008» (Уфа, 2008 г.); Moscow International Symposium on Magnetism (Москва, 2008 г.); III - Байкальская международная конференция «Магнитные материалы. Новые технологии» (Иркутск, 2008 г.); III Международная конференция «Фундаментальные основы механохимических технологий» (Новосибирск, 2009 г.); VII Международная Российско-Японско-Казахстанская научная конференция «Перспективные технологии, оборудование и аналитические системы для материаловедения и наноматериалов» (Волгоград, 2009 г.).

Публикации. По теме диссертационной работы опубликовано 27 печатных работ; работ, опубликованных в ведущих рецензируемых научных журналах и изданиях, определённых Высшей аттестационной комиссией – 1, 4 статьи в журналах и 10 статей в сборниках научных трудов; 12 тезисов докладов в сборниках материалов научных конференций.

Личный вклад автора состоит в формулировке проблемы, определении цели и задач исследования, решении поставленных задач, выполнении основной части исследований, анализе полученных результатов и их интерпретации.

Объем и структура диссертации. Диссертация включает введение, четыре главы, основные выводы и список литературы. Диссертация содержит 140 страниц машинописного текста, 95 рисунков, 6 таблиц и 124 ссылки на литературные источники.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обоснована актуальность темы исследования, дана характеристика изученности проблемы, определены цель и задачи работы, показаны научная новизна и практическая ценность полученных результатов, а также сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

В **главе 1** выполнен краткий аналитический обзор литературы по теме диссертации. Даются основные понятия и определения по структуре и свойствам марганцовистых сплавов, рассмотрено влияние магнитного поля на структуру и свойства металлов и сплавов. Рассмотрены физические основы появления упругих напряжений и магнитоstriction в сплавах под действием механических воздействий. Описана возможность применения теорий сдвиговой трансформационной зоны (СТЗ-теория) и супер-Аррениусовской релаксации.

Глава 2 посвящена описанию методов получения и исследования образцов стали 110Г13Л. Описываются методы исследования структуры и магнитных свойств стали 110Г13Л. Описываются методы контроля химического состава, фазового состава, методы испытания механических свойств.

Глава 3 посвящена описанию результатов исследования структуры образцов стали 110Г13Л, а также приведено сравнение процессов, протекающие в

ния износостойкости важно устанавливать качество отливок по макроструктуре, микроструктуре и ударной вязкости. Свойства деталей можно сравнивать только внутри определенной по назначению и условиям эксплуатации группы деталей (например, щеки дробилок, траки, подвижные и неподвижные конуса и т. д.), так как условия изнашивания у различных групп различные. Для распределения готовых изделий по их назначению необходимо выявить параметры для такого распределения. В условиях АО «ВОСТОКМАШЗАВОД» определены два направления распределения: по трещиностойкости и по сопротивлению абразивному износу. Время магнитного последствия является одним из основных параметром для распределения готовых изделий по их назначению. Чисто аустенитная сталь не намагничивается; сталь, содержащая большое количество карбидов или оксидов намагничивается за доли секунды. Сталь, содержащая мартенсит деформации со структурой Франка-Каспера намагничивается с последствием, время которого составляет минуты и часы. На основе способа создается прибор для контроля качества литых заготовок.

По результатам исследования сделаны следующие **выводы**:

1. На основе статистического анализа зависимости ударной вязкости от микроструктуры поверхности деталей и их «свидетелей» выявлено, что ударная вязкость может быть в четыре раза больше в образцах, в структуре которых наблюдается большое число полос сдвиговой деформации, чем в образцах, в структуре которых эти полосы отсутствуют.

2. Установлено, что в областях локализации деформации (межзеренных межграницных прослойках, полосах сдвиговой деформации) стали 110Г13Л, возникающих в условиях динамической нагрузки, обнаружены фазы, обладающие тетраэдрическими плотноупакованными структурами Франка-Каспера, появление которых повышает в четыре раза значения ударной вязкости.

3. На основе статистического анализа ячеистой структуры изломов стали 110Г13Л с разными значениями ударной вязкости, установлено, что наименьшим средним радиусам ячеек (1-2 мкм) соответствуют наибольшие значения ударной вязкости (до 325 Дж/см²).

4. В областях локализации деформации образцов с высокой ударной вязкостью выявлено увеличение содержания марганца в 2-3 раза при помощи энергодисперсионного анализа.

5. Анализ процессов, протекающих в областях локализации деформации массивных образцов и процессов, протекающих в тонкопленочных образцах стали 110Г13Л, подвергнутых криомеханической обработке, показал, что тонкопленочные образцы стали 110Г13Л можно считать аналогами межзеренных межграницных прослоек.

6. Обнаружено свойство магнитного последствия как в массивных так и тонкопленочных образцах стали 110Г13Л, содержащих фазу со структурой Франка-Каспера.

вырезанные искровым методом. На рисунке 13 (а), (б) представлены зависимости крутящего момента от угла поворота магнитного поля напряженностью 3 кЭ для пластинок из стали 110Г13Л. Из характера кривых крутящего момента (рисунок 13 (а), (б)) следует наличие в образцах магнитной вязкости (магнитного последствия), то есть ход кривой по часовой стрелке не совпадает с ходом кривой против часовой стрелки. Время перемагничивания стандартного ферромагнитного образца составляет 10^{-9} – 10^{-12} с, время перемагничивания наших образцов составляет минуты и часы.

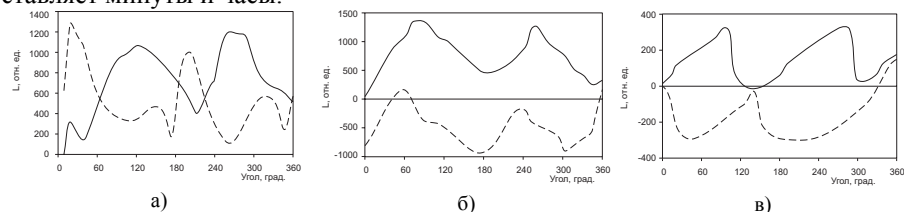


Рисунок 13 – Зависимость крутящего момента от угла поворота магнитного поля: а) для пластинок из стали 110Г13Л – исходное измерение; б) для пластинок из стали 110Г13Л – измерение после трёхдневной выдержки в остаточном поле магнита; в) для тонкопленочных образцов стали 110Г13Л

Эффект магнитного последствия (магнитной вязкости) характерен для материалов с неоднородной магнитоупорядоченной структурой, таковой является сталь 110Г13Л. Особенностью этого эффекта является то, что происходит перемагничивание магнитомягкого мартенсита деформации (ферритмагнитного) слоя, в то время как причиной этого эффекта являются флуктуационные процессы, которые имеют место в высокоэритивном аустенитном слое (антиферромагнетик). Было обнаружено, что при воздействии молотом весом 2 кг на пластинки из стали 110Г13Л величина крутящего момента увеличилась вдвое при тех же значениях угла вращения. Следовательно, намагниченность стали 110Г13Л зависит от величины механической нагрузки. Это происходит за счет того, что в областях локализации деформации возникает больше областей с магнитной фазой Франка-Каспера. На тонкопленочных образцах стали 110Г13Л наблюдается такой же характер кривой крутящих моментов (рисунок 12 (в)), что говорит о том, что свойства тонких пленок, подверженных криомеханической обработке, аналогичны свойствам объемных образцов, подвергнутых механическим нагрузкам.

Эффект магнитного последствия лежит в основе способа распределения литых заготовок из стали 110Г13Л по назначению, основанного на определении времени намагничивания образцов или изделий из стали 110Г13Л, подвергнутых динамическим нагрузкам. Этот эффект не наблюдается если динамические нагрузки не приводят к образованию полос сдвиговых деформаций (в случае карбидной сетки (рисунок 2)). Многочисленные сравнительные исследования отливок из стали 110Г13Л, выпущенных на АО «ВОСТОКМАШЗАВОД» и бывших в эксплуатации, позволяют заключить, что в общей проблеме повыше-

массивных образцов с процессами, протекающими в тонкопленочных образцах стали 110Г13Л, с целью выявления их аналогии.

Структура стали 110Г13Л

Образцы стали 110Г13Л получены на АО «ВОСТОКМАШЗАВОД» (г. Усть-Каменогорск). Были взяты 1000 стандартных по размеру «свидетелей» ($100 \times 10 \times 10$ мм), полученных методом электродуговой плавки. Перед закалкой образцы подвергались отжигу при температуре 800–850 °С; нагрев под закалку на аустенит происходил от 1150 °С в течение 30 минут; охлаждение в воду. С помощью световой оптической микроскопии установлена связь между величиной ударной вязкости и структурой «свидетелей». На рисунке 1 приведены микроструктуры образцов стали 110Г13Л с различными значениями ударной вязкости.

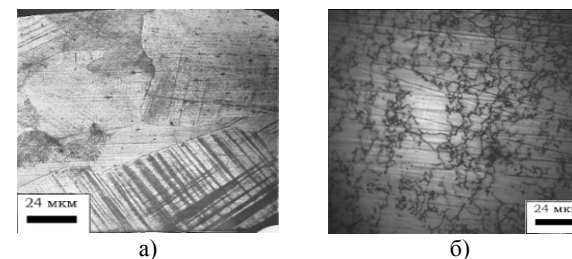


Рисунок 1 – Микроструктуры образцов стали 110Г13Л: а) образец с ударной вязкостью порядка 300 Дж/см²; в) образец с ударной вязкостью порядка 80 Дж/см²

В образцах, в структуре которых содержалось большое количество полос сдвиговой деформации (рисунок 1 (а)), ударная вязкость примерно в четыре раза больше, чем в образцах, в структуре которых эти полосы отсутствуют (рисунок 1 (б)). Из рисунка 2 видно, что существует ниспадающая линейная зависимость между ударной вязкостью и твердостью для стали 110Г13Л. При этом погрешность в определении ударной вязкости может составлять ± 25 %.

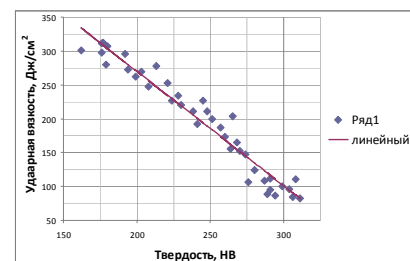


Рисунок 2 – Корреляция ударной вязкости и твердости для стали 110Г13Л: оценка точности произведена методом наименьших квадратов для линейного случая

Были исследованы образцы, вырезанные из литых деталей после эксплуатации в течение двух месяцев в камнедробилке на обогатительной фабрике рудника «Васильевский» в Восточно-Казахстанской области. Щеки камнедробилки были выполнены из стали 110Г13Л. Микрофотографии исходного «свидетеля»

теля» литой детали и щеки камнедробилки после эксплуатации с ударной вязкостью порядка 300 Дж/см² представлены на рисунке 3. «Свидетель» имел твердость 250 НВ. Микроструктура «свидетеля» содержит равноосные зерна с четкой тонкой межзеренной границей (рисунок 3 (а)). После эксплуатации микроструктура содержит широкие межзеренные границы темного цвета (рисунок 3 (б)). В условиях эксплуатации были возможны как общие, так и местные пластические деформации. Такая структура характерна для глубины от поверхности щеки камнедробилки порядка 2 см. После эксплуатации твердость детали составила более 400 НВ. Исследование методом Виккерса показало, что микротвердость межзеренной границы равна 4830 МПа, а микротвердость основного зерна аустенита равна 3460 МПа.

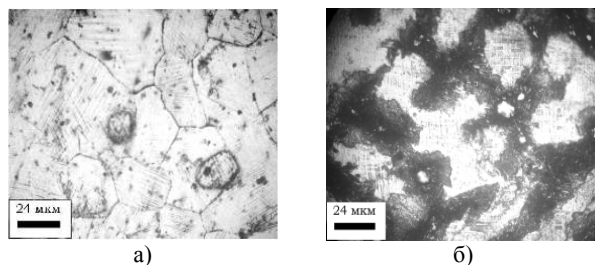


Рисунок 3 – Микроструктура поверхности шлифа образца стали 110Г13Л: а) исходного «свидетеля»; б) после эксплуатации в руднике «Васильевский»

Методом рентгеноструктурного анализа (ДРОН-4) получены рентгенограммы (рисунок 4) с поверхности детали после эксплуатации, представленной на рисунке 3 (б). Из детали для исследования были вырезаны пластинки искровым методом. Рентгенограмма, полученная сканированием образца под рентгеновским лучом от зерна аустенита, соответствует структуре ГЦК (рисунок 4 (а)). Рентгенограмма, полученная с широкой области межзеренной межграницной прослойки, не соответствует ни ОЦК-структуре, ни ГЦК-структуре по интенсивности и набору рефлексов (рисунок 4 (б)).

При расшифровке рентгенограммы (рисунок 4 (б)) обнаружено, что некоторые дополнительные рефлексы, полученные от широкой межзеренной межграницной прослойки, частично соответствуют рефлексам икосаэдрической фазы, которая имеет структуру Франка-Каспера (ФК12) (рисунок 4 (в)). Некоторые рефлексы соответствуют структуре ФК14. Таким образом, структура межзеренной границы может соответствовать фазе β -Fe-Mn, которая содержит два типа многогранников Франка-Каспера – ФК12 и ФК14. При сравнении спектра от межзеренной межграницной прослойки со спектром, взятым из литературы для полосы сдвиговой деформации аустенитной стали, выявлено, что они совпадают. То есть, можно предполагать, что полосы сдвиговой деформации имеют тот же фазовый состав, что и межзеренные границы.

вязкостью для эксплуатации в условиях ударных нагрузок необходимо уже при выплавке создавать условия для формирования микрокластеров со структурой Франка-Каспера. Однако для эксплуатации в условиях абразивного изнашивания необходимо производить выплавку деталей без перегрева печи для формирования стали с низкой ударной вязкостью, содержащей в своей структуре карбидную сетку. Таким образом, проведенные исследования областей локализации деформации дают более полное представление о процессах, происходящих в структуре изделий из стали 110Г13Л при их эксплуатации.

В Главе 4 приведены результаты исследования магнитных свойств стали 110Г13Л. Детали камнедробилки из стали 110Г13Л после эксплуатации на руднике «Васильевский» изменяли свое магнитное состояние. Структура исходных «свидетелей» являлась немагнитной, типичной для аустенитных сталей. Структура литых деталей после эксплуатации в камнедробилке оказывалась магнитной, характерной для структур Франка-Каспера, которые были обнаружены методом рентгеноструктурного анализа в главе 3.

Для исследования зависимости магнитных свойств от структуры использовали различные методы измерения магнитных характеристик: индукционный метод, метод крутящих моментов, метод Керра, Мёссбауэровскую спектроскопию, температурный магнитометр.

С помощью индукционного метода были получены зависимости коэрцитивной силы в области отпечатка и вне области отпечатка, полученные методом Бринелля. Образцы-«свидетели» для этого метода имели ударную вязкость 280 Дж/см². Вне области отпечатка коэрцитивная сила составляла 300 Эрстед (рисунок 12 (а)).

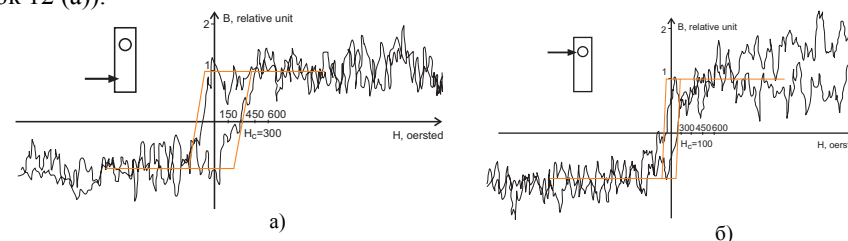


Рисунок 12 – Измерение коэрцитивной силы: а) вне области отпечатка; б) в области отпечатка

В области отпечатка коэрцитивная сила была значительно меньше – 100 Эрстед (рисунок 12 (б)). Результаты данного метода говорят о том, что сталь 110Г13Л обладает неоднородной магнитной структурой; участок, подверженный деформации, перемагничивается легче, чем участки, неподверженные деформации. Неоднородность магнитной структуры стали 110Г13Л также подтверждалась температурными зависимостями намагниченности и Мёссбауэровскими спектрами в главе 4 диссертации.

Для исследования методом крутящих моментов в крутильном магнитометре использовали тонкие пластинки из стали 110Г13Л размером 10×5×1 мм,

стали 110Г13Л после испытаний на маятниковом копре. Видны темные полосы мартенсита в светлой фазе аустенита. Стрелками указаны направления регистрации химического состава по марганцу и железу. Сведения о химическом составе приведены в таблице 1. Поскольку диаметр зонда составлял не менее 1 мкм, а период между полосами сдвиговой деформации меньше, то не удалось четко увидеть разброс по Mn и Fe. Однако, на зерне d, содержащем неоднородные полосы сдвиговой деформации периодически наблюдалось изменение содержания Mn и Fe вдоль направления стрелки. Изменения составляют несколько процентов. Вероятно, области мартенсита деформации отличаются более резко по химическому составу, но это трудно зафиксировать из-за большого диаметра зонда. В зернах а и с, где отсутствуют полосы сдвиговой деформации перераспределение элементов по Mn и Fe практически не наблюдалось.

Была сделана попытка связать значения ударной вязкости с содержанием углерода, кремния, марганца и фосфора. В зависимостях от кремния, фосфора и углерода особенностей не проявлялось. Особенность проявилась при анализе зависимости величины ударной вязкости от содержания марганца для 1000 образцов (рисунок 10).

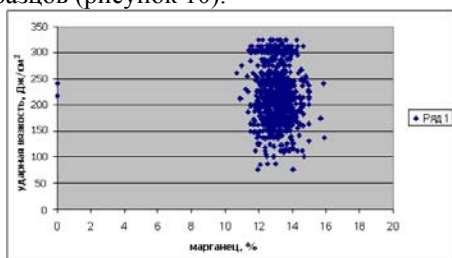


Рисунок 10 – Сопоставление ударной вязкости с содержанием марганца в стали 110Г13Л

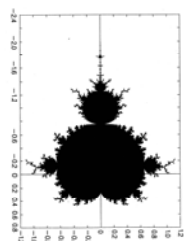


Рисунок 11 – Множество Манделброта для случайного процесса

Видно, что существует два притягивающих центра при одних и тех же значениях основных параметров содержания марганца и углерода это средние значения ударной вязкости стали 110Г13Л – 200 Дж/см² и порядка 300 Дж/см². Такая картина подобна двум притягивающим центрам в модели Манделброта (рисунок 11). Последовательность Манделброта описываются системы, в которых большое число управляющих параметров. В заводских условиях невозможно точно знать какой параметр будет доминирующим в каждом конкретном случае, следовательно, задача исследователей найти такой способ сортировки литья по назначению, который бы был достаточно прост и эффективен. При анализе технологических журналов завода и анализе потребляемой энергии при работе печи выявлено, что именно в режиме перегрева печи получались образцы с высокой ударной вязкостью. Это способствовало формированию в локализованных областях (порядка 2–3 мкм) фаз со структурами Франка-Каспера (ФК12 и ФК14) типа β -Mn-Fe. Следовательно, для получения изделий с высокой ударной

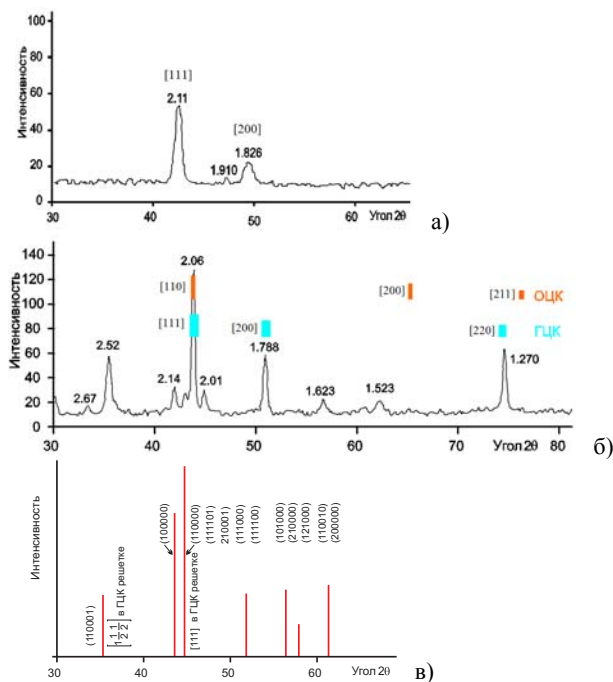


Рисунок 4 – Спектры рентгеновской дифракции: а) с зерна аустенита; б) с межзеренной межграницной прослойки; в) для структуры икосаэдрической фазы (цифрами обозначено шестизначная индексация для икосаэдрической фазы ФК12)

На рисунке 5 показана предполагаемая схема образования структуры Франка-Каспера, как результата твердофазной реакции, инициированной ударами, производимыми в различных направлениях.

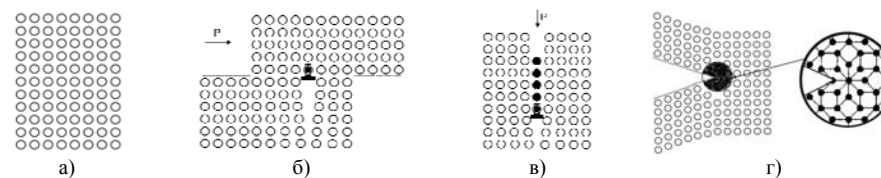


Рисунок 5 – Схема механохимической реакции с образованием структуры Франка-Каспера: а) исходное состояние – аустенит с ГЦК-решеткой; б) образование дислокации в результате пластической деформации; в) механохимическая реакция, инициированная нагрузкой сверху, создала переключение химических связей; г) схема остановки трещины структурой Франка-Каспера ФК12 + ФК14, сформированной в состоянии, далеком от равновесия

При сдвиговой нагрузке слева (рисунок 5 (б)) образуется дислокация, как свободной объем или объем возбужденных атомов. При нагрузке сверху

часть атомов проскакивает в свободный объем со скоростью, близкой к скорости звука (по краудинному механизму) (рисунок 5 (в)). В результате в системе возбужденных атомов происходит переключение химических связей с образованием в локализованных мезоскопических областях тетраэдрически плотноупакованных структур Франка-Каспера, которые препятствуют образованию трещин (рисунок 5 (г)) за счет отсутствия элементов скольжения, так как они регулярные, но не периодические (квазикристаллы). В результате происходит упрочнение детали и повышается ударная вязкость.

В работе обнаружена аналогия структуры межзеренных границ и тонкопленочных образцов стали 110Г13Л. Тонкопленочные образцы стали 110Г13Л были получены термическим вакуумным осаждением образцов массой 25–100 мг на подложки из стекла и NaCl в ВУП-4. С помощью ПЭМ в режиме дифракции электронов получили дифракционные картины от тонких пленок стали 110Г13Л до и после криомеханической обработки в жидком азоте (рисунок 6).

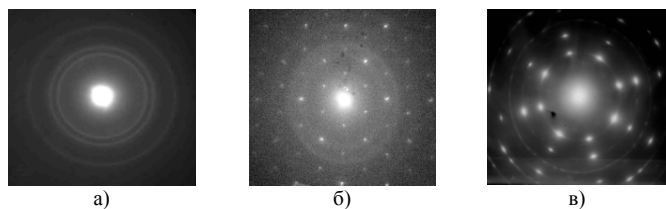


Рисунок 6 – Дифракционная картина для пленок стали 110Г13Л: а) исходная пленка; б) пленка после криомеханической обработки в жидком азоте; в) после напыления “взрывом” на поверхность [001] разогретого кристалла NaCl

Согласно дифракционной картине (рисунок 6 (а)), кристаллическая решетка исходной пленки имеет сложную структуру с размытыми кольцами. После криомеханической обработки в жидком азоте появилась новая фаза, имеющая кристаллическую решетку с осью симметрии 6-го порядка (рисунок 6 (б)).

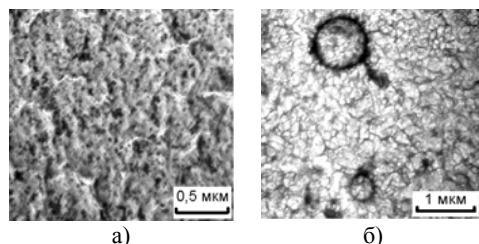


Рисунок 7 – Структура поверхности пленки стали 110Г13Л: а) исходная пленка, размер зерна 10Å; б) после криомеханической обработки в жидком азоте (видны изгибные контуры с изгибом кристаллической решетки порядка 70°/микрон)

При напылении пленки методом “взрывом” на поверхность [001] разогретой подложки монокристалла NaCl получаем пленки, имеющие квазикристаллическую структуру: дифракционная картина соответствует монокристаллу с осью симметрии 8-го порядка (рисунок 6 (в)). Структуры пленок стали 110Г13Л, с которых были получены дифракционные картины, представлены на рисунке 7. Основываясь на значения величины внутренних напряжений порядка

6 ГПа, тонкую пленку можно считать системой возбужденных атомов. Такая система существует и в областях локализации деформации (икосаэдрическая фаза) объемных материалов стали 110Г13Л при длительной динамической нагрузке.

Для определения ударной вязкости «свидетели» из стали 110Г13Л с V-образным надрезом с углом в 30° подвергались испытаниям на маятниковом копре. Различные области излома образцов исследовали с помощью РЭМ JSM-6390LV. Сталь с ударной вязкостью порядка 300 Дж/см² имеет типичный вязкий излом, сталь с ударной вязкостью порядка 80 Дж/см² имеет хрупкий излом.

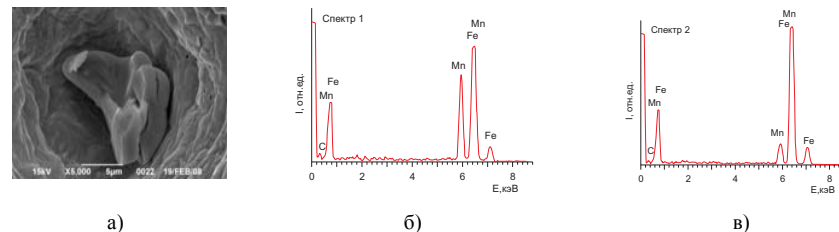


Рисунок 8 – Исследование распределения марганца в области разрыва образца с ударной вязкостью порядка 300 Дж/см²: а) частица, образовавшаяся в области отрыва; б) спектр ЭДС с частицы; в) спектр ЭДС с края кратера

При проведении статистического анализа ячеистой структуры изломов, выявлено, что наименьшим средним радиусам ячеек соответствуют наибольшие значения ударной вязкости. На дне кратеров при вязком изломе обнаружены частицы (рисунок 8 (а)). Энергодисперсионный анализ показал, что частица на дне кратера обогащена марганцем в несколько раз больше, чем стенка кратера (рисунок 8 (б), (в)). В процессе динамического нагружения в контакте удара (в области локализации деформации) происходит перераспределение марганца в структуре стали 110Г13Л.

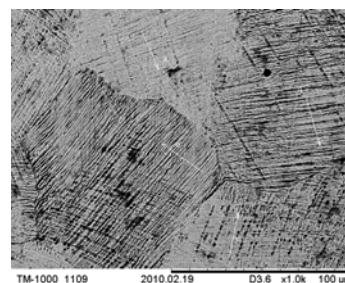


Рисунок 9 – Микроструктура поверхности стали 110Г13Л, стыка четырех зерен

Таблица 1 – Химический состав вдоль поверхности зерна d

Name	Si, %	Ca, %	Mn, %	Fe, %	Ta, %
Spectrum1	0,6		9,7	89,8	
Spectrum2	0,9		12,2	86,9	
Spectrum3	1,2		10,8	88,0	
Spectrum4			9,9	90,1	
Spectrum5			11,6	88,4	
Spectrum6			10,1	89,9	
Spectrum7		1,1	10,6	88,3	
Spectrum8	0,7		11,0	88,3	
Spectrum9	1,0		9,8	89,2	
Spectrum10	1,0		10,4	88,6	
Spectrum11			11,3	88,7	
Spectrum12			10,6	89,4	

На поверхности этого же образца также наблюдали неравномерное распределение марганца. На рисунке 9 представлена микроструктура поверхности