

Чукин М.В., Копцева Н.В., Валиев Р.З., Яковлева И.Л., Zrnik G., Covarik T.

ДИФРАКЦИОННЫЙ ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ КОНСТРУКЦИОННЫХ УГЛЕРОДИСТЫХ СТАЛЕЙ ПОСЛЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ И ПОСЛЕДУЮЩЕГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ*

Управление структурой и свойствами материалов посредством интенсивной пластической деформации (ИПД) [1–3] является актуальной задачей современного материаловедения. Получение сталей с субмикроструктурной (СМК) и нанокристаллической (НК) структурой, обладающих улучшенными механическими и функциональными свойствами [4, 5], является одной из важнейших задач, решаемых в приоритетном направлении «Конструкционные стали с ультрадисперсной и наноструктурой, методы их получения и обработки».

Для конструктивных применений в различных отраслях промышленности и народного хозяйства большой интерес представляют технологии, позволяющие получать объемные (крупногабаритные) ультрамелкозернистые и наноструктурные стали с уникальными физико-механическими и эксплуатационными свойствами [1, 2, 6–10]. Эти технологии базируются на методах ИПД. Используя методы ИПД, можно добиться значительного уменьшения размера зерна и получения высокопрочного состояния без изменения химического состава. Особое внимание уделяется методу равноканального углового прессования (РКУП), который был предложен в 1970-х годах В.М. Сегалом и в начале 90-х развит Р.З. Валиевым [6, 8, 9]. Метод РКУП дает возможность получить беспористые объемные материалы с ультрамелкозернистой структурой, т.к. исключается конечное формоизменение заготовки и могут быть получены высокие степени деформации без разрушения материала, что практически недостижимо другими методами.

В целом, несмотря на достаточно большое число публикаций по тематике, связанной с ис-

следованием структуры и свойств субмикроструктурных металлов, процессы и механизмы, обуславливающие такие изменения в свойствах, остаются малоизученными. Кроме того, из-за сложности проведения деформации в основном выбираются относительно пластичные металлы (медь, никель, алюминий) и их сплавы. В последние годы заметно возрос интерес к такому классу широко используемых материалов, как стали, однако многие вопросы формирования их структуры и свойств при ИПД остаются открытыми. Для широкого практического использования объемных СМК и НК сталей с применением методов ИПД требуется изучение закономерностей формирования структуры и свойств при ИПД, механизмов деформации и упрочнения в деформируемых материалах. Однако до сегодняшнего дня структурообразование в сталях при РКУП практически не исследовано, нет данных по режимам ИПД в сочетании с термической обработкой для получения сверхмелкозернистых и наноструктурных состояний.

Целью данной работы является исследование особенностей формирования тонкой структуры углеродистых конструктивных сталей, подвергнутых термическому улучшению с целью повышения однородности структуры, РКУП и последующему волочению.

Для исследования были выбраны стали марок 20 и 45 промышленных плавок, которые широко используются для изготовления различных деталей и изделий в машиностроении. Образцы калиброванного проката диаметром 20 мм и длиной 120 мм перед РКУП подвергались термическому улучшению по режимам: для стали 20 – закалка от 880°C с последующим отпуском при 600°C, для стали 45 – закалка от 880°C с последующим отпуском при 700°C. Термическую обработку заготовок исследуемых материалов осуществляли в электропечах типа SNOL. Точность поддержания температуры в печи при проведении термической обработки заготовок составила $\pm 5^\circ\text{C}$.

Процесс РКУП реализовывался в условиях Института перспективных материалов ГОУ ВПО

* Работа выполнена в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007–2012 гг.» по направлению «Проведение опытно-конструкторских и опытно-технологических работ совместно с иностранными научными организациями Чехии по приоритетным направлениям Программы» (контракт № 02.527.11.9019).

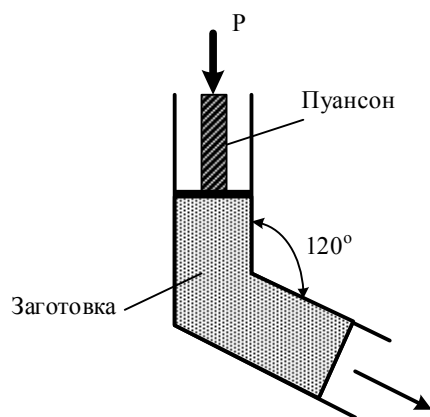


Рис. 1. Схема равноканального углового прессования

«Уфимский государственный авиационный технический университет». РКУП проводилось при 400°C. Угол пересечения каналов инструмента составлял 120° (рис. 1), количество проходов – 4 цикла с поворотом образца вокруг продольной оси на 90° после каждого прохода, что обеспечивало знакопеременную деформацию.

После РКУП образцы подвергались волочению на промышленных станах по традиционной

технологии.

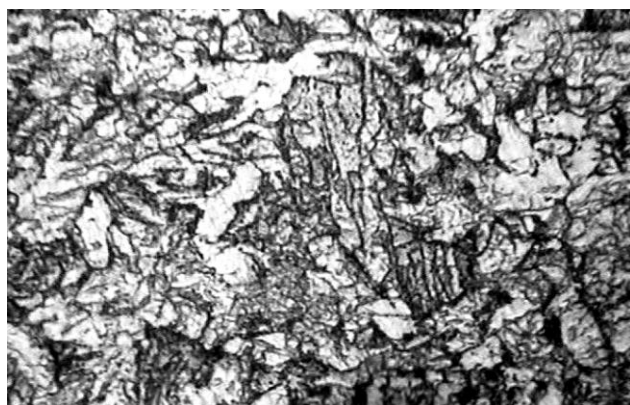
Дифракционный электронно-микроскопический анализ структуры тонких фольг, вырезанных из центральных областей поперечного сечения обработанных образцов, проводили на просвечивающем электронном микроскопе JEM-200СХ в светлом и темном поле при напряжении 160 kV.

Качественный и количественный микроанализ проводился на микроскопе «ЭПИКВАНТ» с использованием системы компьютерного анализа изображений SIAMS-600.

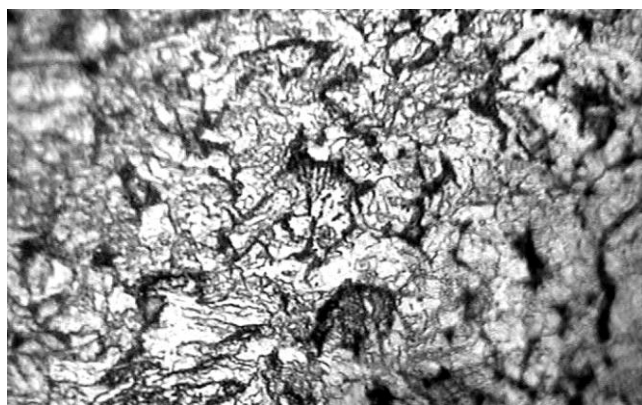
Твердость измерялась методом Роквелла (шкала В и С) и методом вдавливания алмазной пирамиды на твердомере ПМТ-3 при различных нагрузках.

Исходная структура стали 20 без термообработки и РКУП состояла из феррита с размером зерна 21,8 мкм и перлита, объемная доля которого составляет 24%, а в стали 45 объемная доля перлита составляла около 60%, размер зерна феррита – от 15,8 до 29 мкм.

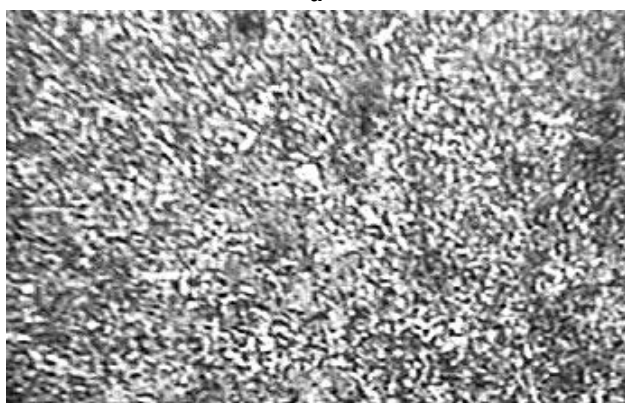
При проходе через оснастку в зоне пересечения каналов в материале происходит деформация простого сдвига высокой интенсивности. При повторении процедуры степень деформации образца



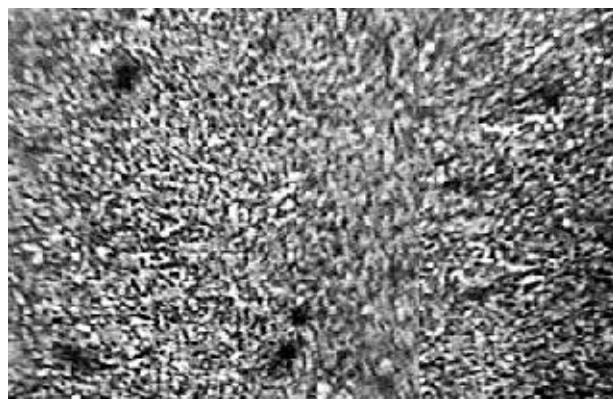
а



б



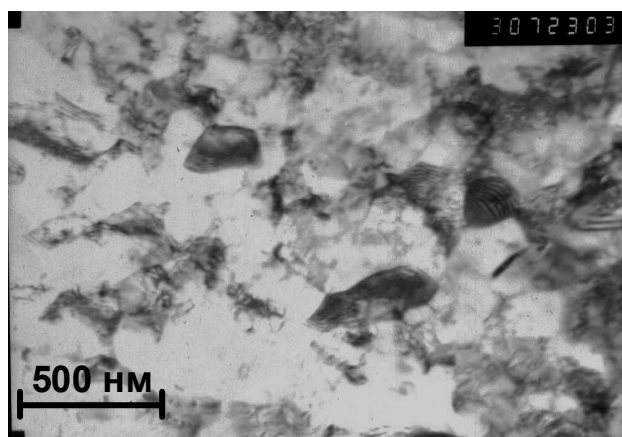
в



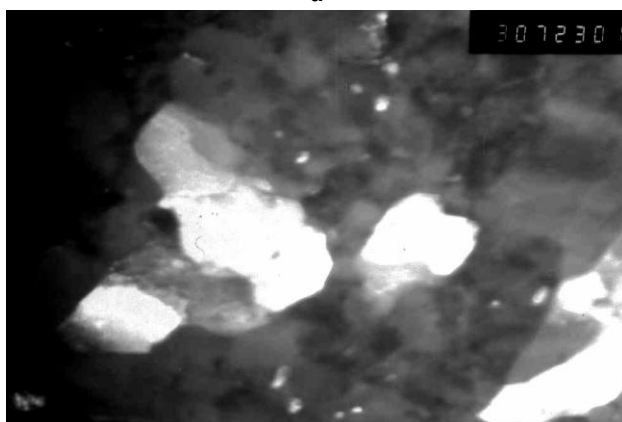
г

Рис. 2. Структура в центре (а, в) и у поверхности (б, г) поперечного сечения образцов из стали 20 (а, б) и стали 45 (в, г) после РКУП в улучшенном состоянии, $\times 1000$

возрастает. Структурообразование в ходе РКУП представляет собой результат интенсивного наклепа, релаксации напряжений и динамического возврата, вследствие которых дислокационная структура эволюционирует и формируется ультрамелкозернистое строение металла.



а



б



в

Рис. 3. Микроструктура стали 20 после РКУП в улучшенном состоянии, $\times 30000$:

а – светлопольное изображение; б – темнопольное изображения в рефлексе 110_F («подсвечивает» карбидный рефлекс); в – электронограмма с изображенного участка

Анализ результатов металлографического исследования показал, что при РКУП предварительно улучшенных по указанным режимам заготовок из сталей 20 и 45 происходит интенсивное диспергирование структурных составляющих и формируется структура (рис. 2), определить величину зерна которой методами оптической микроскопии не представляется возможным.

Электронно-микроскопическое исследование показало, что в стали 20, при РКУП формируется структура, состоящая преимущественно из ультрамелких зерен феррита размером 300–500 нм (рис. 3, а) и более крупных зерен феррита с размерами до 1000 нм и более (рис. 4, а). Размер зерна определялся методом темнопольного анализа.

Электронограммы, полученные методом микродифракции электронов (рис. 3, в) с участков, подобных изображенным на рис. 3, а, представляют собой множество рефлексов, расположенных по концентрическим окружностям, т.е. являются практически кольцевыми. Это свидетельствует о том, что они были получены от множества мелких зерен, имеющих большеугловые границы и ориентированных произвольным образом.

Крупные зерна феррита, подобные изображенным на рис. 4, а, фрагментированы, т.е. при РКУП происходит образование субграниц, сопровождающееся разориентацией микрообъемов в пределах одного зерна, что подтверждается размытием рефлексов феррита на электронограммах и темнопольным анализом микроструктуры (рис. 4, б).

Наличие в структуре зерен с размерами от ультрамелких до микромелких, (т.е. с бимодальным распределением) позволяет условно отнести полученную структуру к бимодальным. Это может, как было установлено, повысить пластичность не только в процессе испытания на растяжение, но и в процессе циклической деформации (что важно для повышения усталостных свойств) [11].

Следует отметить, что ярко выраженная металлографическая текстура наблюдалась лишь в отдельных участках (рис. 5).

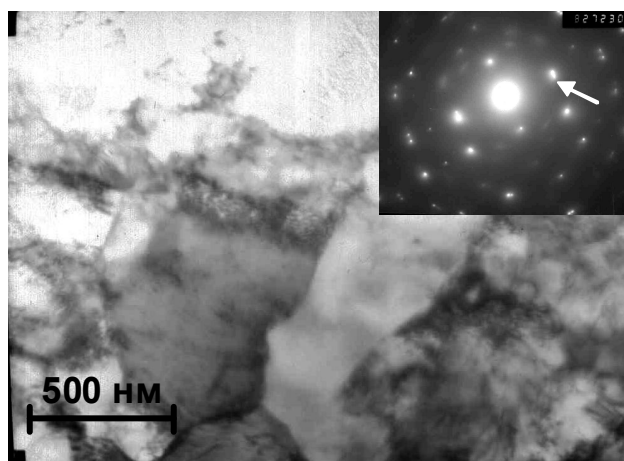
Карбидные рефлексы на микроэлектронограммах в подавляющем большинстве случаев отсутствуют, что свидетельствует о небольшом количестве карбидных частиц и их малых размерах. Такие частицы можно было наблюдать только на отдельных участках (рис. 6). Размер карбидных частиц составляет от 16 до 100 нм.

Тонкая структура стали 45 после предварительного улучшения и РКУП (рис. 7) во многом аналогична микроструктуре стали 20 после такой же обработки. Однако количество карбидных частиц больше, и они более крупные (рис. 8).

При этом на практически кольцевых электронограммах наблюдаются отчетливые карбидные

рефлексы (см. рис. 7).

Размер мелких зерен феррита, определенный с помощью темнопольного метода, составил 200–360 нм, крупных – до 670 нм, а размер кар-

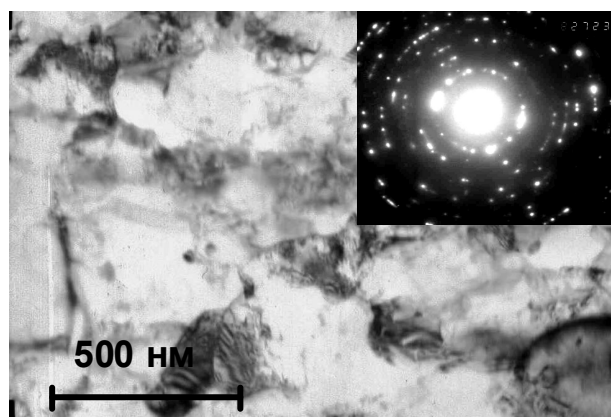


а



б

Рис. 4. Крупные фрагментированные зерна феррита в стали 20, $\times 30000$:
а – светловольное изображение и электронограмма с изображенного участка;
б – темнопольное изображение в указанном рефлексе 110_F



а



б

Рис. 6. Карбидные частицы в структуре стали 20 после РКУП в улучшенном состоянии, $\times 37000$:
а – светловольное изображение и электронограмма; б – темнопольное изображение в рефлексе цементита

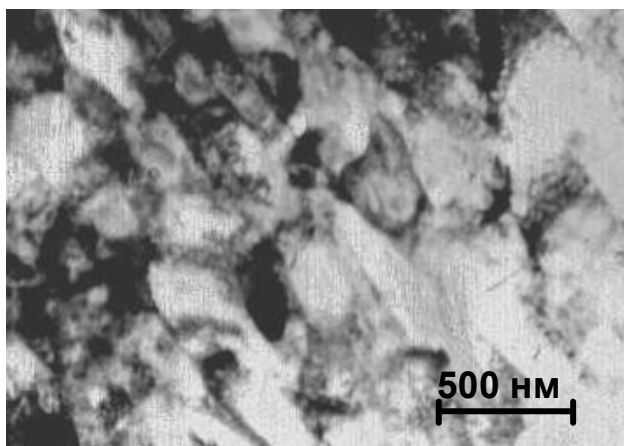


Рис. 5. Участки с металлографической текстурой феррита в стали 20, $\times 30000$

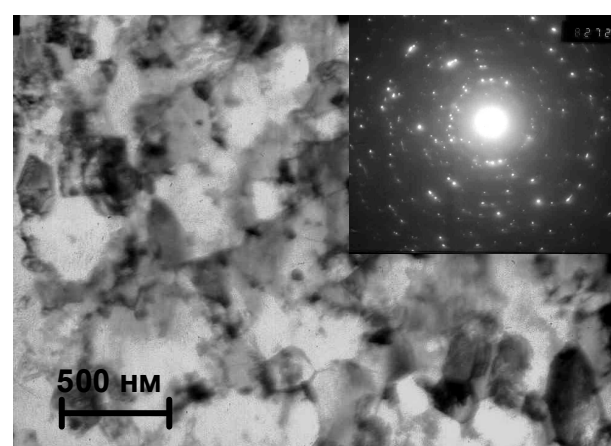


Рис. 7. Микроструктура стали 45 после РКУП в улучшенном состоянии, $\times 20000$

бидных частиц – от 16 до 230 нм.

Темнопольный анализ показал также, что после улучшения и РКУП межзеренные границы в большинстве случаев волнообразные, изогнутые, т.е. являются неравновесными. Образование таких границ, способных на сдвиг, увеличивает пластичность [12, 13].

После волочения наноструктурированных в улучшенном состоянии сталей 20 и 45 в структуре наблюдаются зерна феррита с размером меньше, чем после РКУП, что естественным об-

разом связано с вытягиванием зерен феррита в продольном направлении и уменьшением сечения зерен в поперечном направлении в процессе волочения (рис. 9, а, б).

При этом электронограммы приобретают еще более отчетливо выраженное кольцевое строение

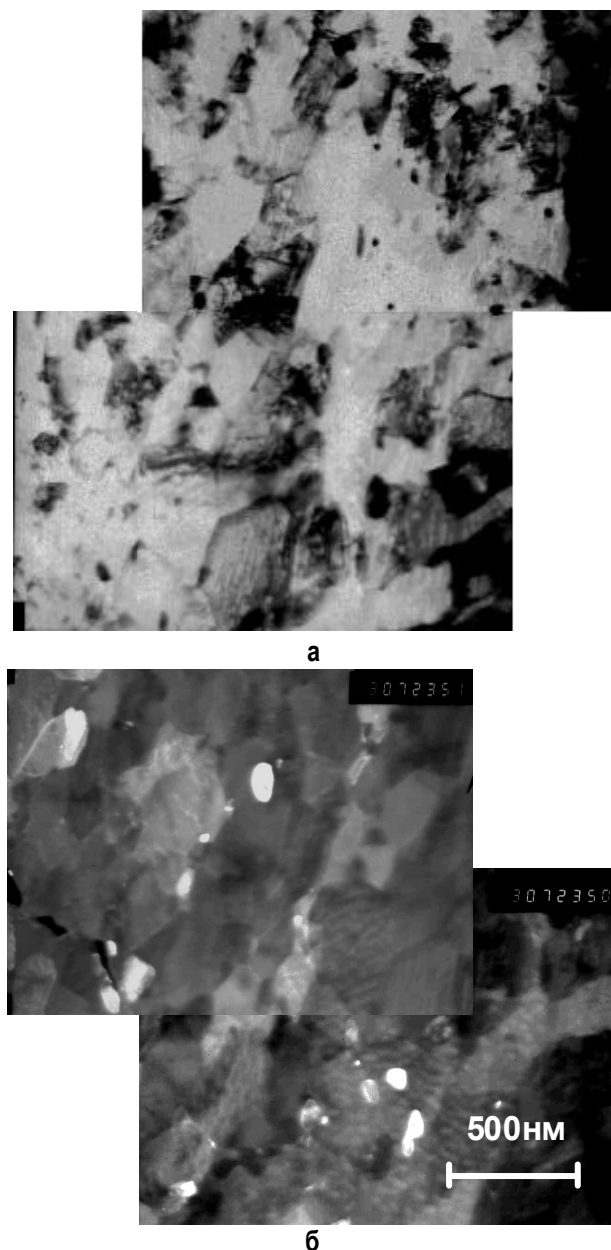


Рис. 8. Карбидные частицы в структуре стали 45 после РКУП в улучшенном состоянии, $\times 30000$: а – светлопольное изображение; б – темнопольное изображение в рефлексе цементита

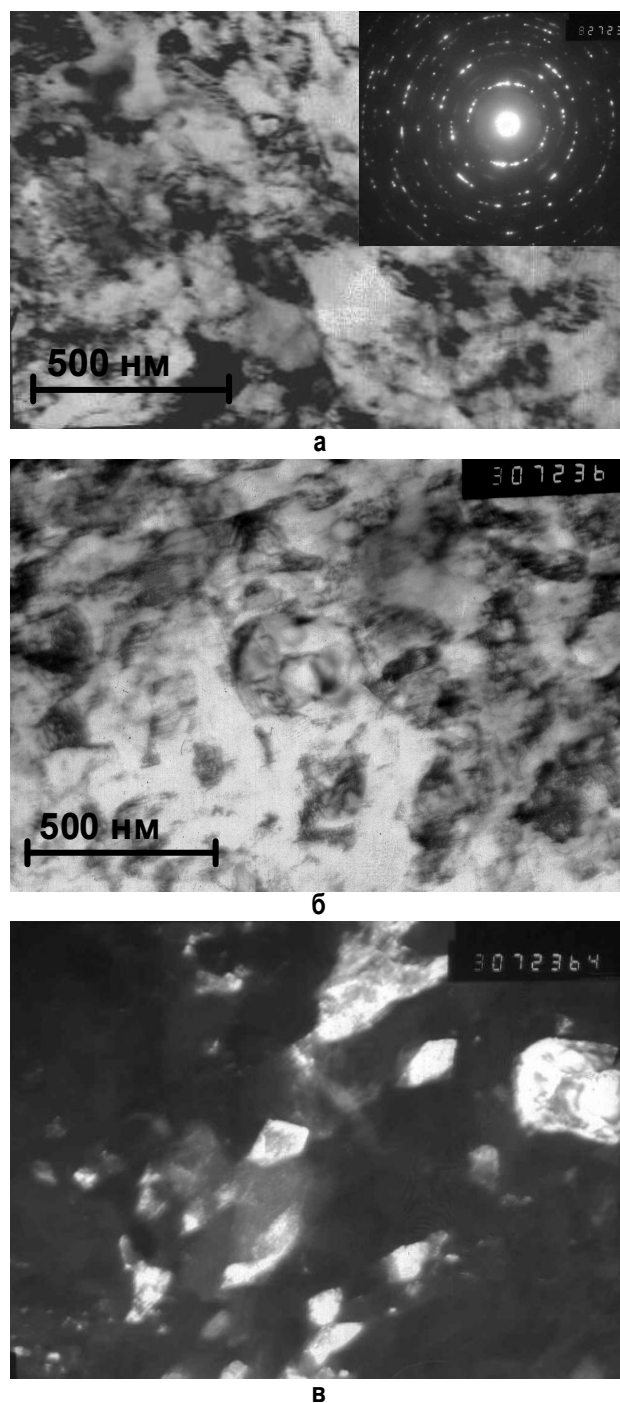
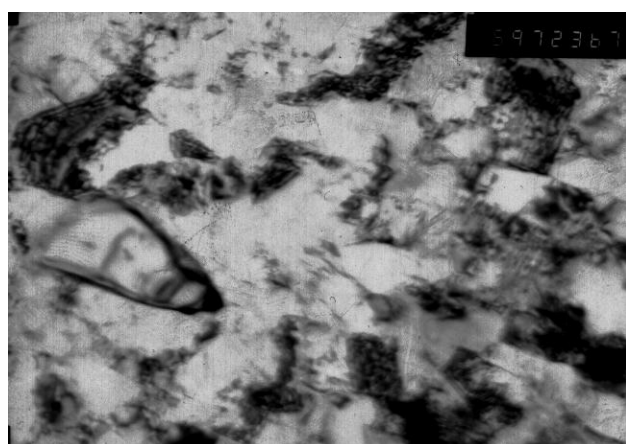
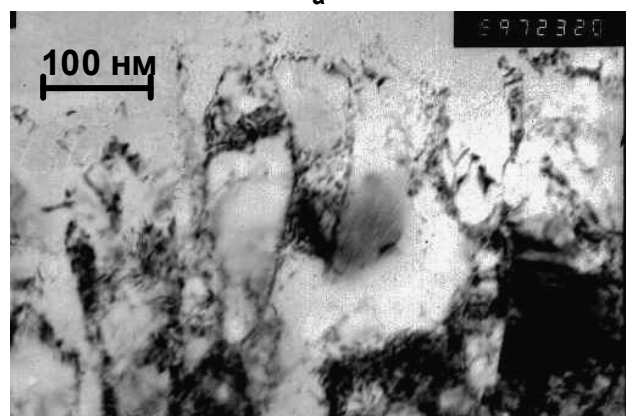


Рис. 9. Структура сталей 20 (а) и 45 (б, в) после улучшения, РКУП и волочения с диаметра 6,75 мм на диаметр 3,95 мм, $\times 37000$: а, б – светлопольные изображения; в – темнопольное изображение в рефлексе 110 ϕ



а



б

Рис. 10. Неравновесные границы зерен в структуре стали 45 (а) и дисперсные карбидные частицы в структуре стали 20 (б) после волочения наноструктурированной заготовки с диаметра 6,75 мм на диаметр 3,95 мм, $\times 59000$

(см. рис. 9, а). Размер зерен феррита, который был определен с помощью метода темнопольного анализа, составил 160–320 нм (рис. 9, в).

Плотность дислокаций в структуре повышена (см. рис. 9, а, б). При больших увеличениях можно видеть, что большеугловые границы во многих случаях являются неравновесными, а в наиболее крупных зернах формируется субзеренная структура со сложным дислокационным строением субграниц (рис. 10, а). Размытие рефлексов на электронограммах также подтверждает фрагментацию феррита.

Количество карбидных частиц при волочении наноструктурированных в улучшенном состоянии сталей 20 и 45 сильно уменьшается, что особенно отчетливо наблюдается в стали 45, где относительная доля карбидной фазы перед волочением была значительно больше. Обращает на себя внимание, что карбидные рефлекссы на электронограммах практически не наблюдаются,



Рис. 11. Изменение твердости при волочении наноструктурированных сталей

размеры карбидных частиц очень малы: в основном не более 23 нм. При этом при больших увеличениях можно наблюдать, что карбидные частицы расположены на субграницах (рис. 10, б).

Все это свидетельствует о частичном растворении карбидов в процессе пластического деформирования при волочении. При этом атомы углерода переходят, как полагают многие исследователи, в дефекты кристаллического строения феррита [14, 15 и др.]. При последующем нагреве может происходить «очистка» феррита от углерода и частичное восстановление цементита, что позволяет рассчитывать на увеличение пластичности без значительного снижения прочности.

Наличие таких дисперсных частиц второй фазы (в данном случае карбидов) может видоизменять продвижение полосы скольжения в процессе деформации, увеличивая, таким образом, пластичность [16].

Изменение твердости при волочении заготовки, предварительно подвергнутой улучшению и РКУП, иллюстрирует рис. 11. Он показывает, что такая технология, сочетающая термическую обработку, ИПД и последующее волочение, может позволить в стали 20 получить прочностные характеристики, приближающиеся к характеристикам стали 45. Следует отметить, что промежуточных отжигов при волочении не производилось [17].

Закключение. Формирующаяся при РКУП специфическая микроструктура (с близким к бимодальному распределением зерен, с ультрамелкими зернами с большеугловыми и неравновесными границами, с дисперсными частицами карбидной фазы) при волочении, очевидно, обеспечивает упрочнение, которое особенно значительно в низкоуглеродистой стали в сочетании с повышенной пластичностью.

Библиографический список

1. Бриджмен П.В. Исследование больших пластических деформаций и разрыва. Влияние высокого гидростатического давления на механические свойства материалов. М.: Изд-во иностр. лит., 1955. 444 с.
2. Segal V.M. *et al.* Processes of Structure Formation in Metals – Nauka i Tekhnica. Minsk, Belarus, 1994. 232 p.
3. Segal V.M. Materials processing by simple shear // Mater. Sci. Eng. 1995. A. 17. P. 157–164.
4. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000. 272 с.
5. Валиев Р.З. Создание наноструктурных металлов и сплавов с уникальными свойствами, используя интенсивные пластические деформации // Российские Нанотехнологии. 2006. Т. 1, № 1–2. С. 208–216.
6. Рааб Г.И., Валиев Р.З. Равноканальное угловое прессование длинномерных заготовок // Цветная металлургия. 2000. № 5. С. 50–53.
7. Пат. 93001341-02RU. Способ обработки малоуглеродистых сталей / Корзников А.В., Сафаров И.М., Валиев Р.З., Пышминцев И.Ю., Емельянов А.А.
8. Равноканальное угловое прессование металлических материалов: достижения и направления развития (Тематическая подборка статей под ред. В.М. Сегала, С.В. Добаткина и Р.З. Валиева) // Металлы. 2004. № 1, 2.
9. Valiev R.Z., Estrin Y., Horita Z., Langdon T.G., Zehetbauer M.J., Zhu Y.T. Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation // JOM. 2006. 58. No 4. P. 33.
10. Valiev R.Z. Nanostructuring of Metals by Severe Plastic Deformation for Advanced Properties // Nature Materials. 2004. Vol. 3. P. 511–516.
11. Wang Y., Chen V., Zhou F., Ma E. High tensile ductility in nanostructured metal. Nature 419, 912–915 (2002).
12. Валиев Р.З. Наноструктурирование материалов интенсивной пластической деформацией для достижения перспективных свойств // Фазовые и структурные превращения в сталях: Сб. науч. тр. Вып. 4. В 2 т. Т. 1 / Под ред. В.Н. Урцева. Магнитогорск: Магнитогорск. Дом печати, 2006. С. 215–229.
13. Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation // Progr. Mater. Sci. 2000. V. 45. P. 103–189.
14. Гриднев В.Н., Мешков Ю.Я., Ошадеров С.П., Черненко Н.Ф. Технологические основы электротермической обработки стали. Киев: Наук. думка, 1977. 213 с.
15. Сагардзе В.В. Деформационно-индуцируемые низкотемпературные диффузионные превращения в сталях. Развитие идей академика В.Д. Садовского: Сб. тр. Екатеринбург, 2008. С. 192–218.
16. Koch C.C. Optimization of strength and ductility in nanocrystalline and ultrafine grained metals. Scripta Mater. 49, 657–662 (2003).
17. Металлографический анализ заготовки для сердечника сталемедной проволоки / Н.В. Копцева, Ю.Ю. Ефимова, М.В. Чукин и др. // Вестник МГТУ. 2007. № 3. С. 76–80.

УДК 373.24, 373.25

Рубин Г.Ш., Корнешук Н.Г., Семенов В.П.

КОНЦЕПЦИЯ РЕГИОНАЛЬНОЙ СИСТЕМЫ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА ОБРАЗОВАНИЯ (РСОКО) ЧЕЛЯБИНСКОЙ ОБЛАСТИ

Согласно Закону «Об образовании» [1, ст. 8] под системой образования в Российской Федерации понимается совокупность взаимодействующих преемственных образовательных программ и государственных образовательных стандартов различного уровня и направленности. Однако эффективное и оперативное управление всей системой образования требует оценки как конечного результата, так и результатов образовательного процесса отдельных уровней.

Таким образом, необходимо четко определить объекты оценивания как организационные и функциональные подсистемы образовательной системы.

Придерживаясь подхода, обоснованного в

[2], на региональном уровне целесообразно рассматривать следующие объекты оценки:

- региональная система образования;
- муниципальная образовательная система;
- образовательное учреждение;
- образовательные программы;
- учащийся (воспитанник, обучающийся, студент).

Для дальнейшей конкретизации подходов к оцениванию этих объектов необходимо определить субъекты оценки.

Под субъектами оценивания мы понимаем те заинтересованные в качестве образования стороны, которые вовлекаются в систему обеспечения качества как эксперты, высказывающие свое