

Микроструктура, свойства и механизмы упрочнения низкоуглеродистой стали, подвергнутой равноканальному угловому прессованию

Малинин Андрей Владимирович^{*1,3}, кандидат технических наук,
заместитель генерального директора по исследованиям

Ситдигов Виль Даянович^{1,4}, доктор физико-математических наук,
старший эксперт

Лебедев Юрий Анатольевич², кандидат физико-математических наук,
старший научный сотрудник

¹ООО «РН-БашНИПИнефть», Уфа (Россия)

²Институт физики молекул и кристаллов Уфимского федерального исследовательского центра РАН, Уфа (Россия)

*E-mail: MalininAV@bnipi.rosneft.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1185-5648>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9948-1099>

Поступила в редакцию 22.07.2025

Пересмотрена 29.07.2025

Принята к публикации 20.08.2025

Аннотация: В работе методом равноканального углового прессования (РКУП) (8 проходов, 200 °С) сформировано ультрамелкозернистое (УМЗ) состояние в низкоуглеродистой стали, демонстрирующее высокие механические свойства (предел текучести 1021 МПа, предел прочности 1072 МПа, пластичность 10,7 %) наряду с удовлетворительной коррозионной стойкостью (0,345 мм/год). Для объяснения причин повышения прочностных и изменения коррозионных свойств проанализирована микроструктура УМЗ стали методами электронной микроскопии и рентгеновского рассеяния. В частности, методами электронной микроскопии установлено измельчение структуры подвергнутой РКУП стали, в результате которого формируются равноосные зерна со средним размером ~240 нм. Модифицированные рентгеновские методики Вильямсона – Холла и Уоррена – Авербаха применены для получения закономерностей изменения размера областей когерентного рассеяния, плотности ρ и доли f_s дислокаций винтового типа, внешнего эффективного радиуса R_e сечения дислокаций и ряда других параметров в низкоуглеродистой стали в зависимости от числа проходов (степени деформации) РКУП. Методами рентгенофазового анализа и малоуглового рентгеновского рассеяния найдены закономерности изменения массовой доли, размера и морфологии различных преципитатов от числа проходов РКУП. На основе полученных данных предложена модель трансформации микроструктуры стали при формировании в ней УМЗ состояния. Обсуждаются механизмы упрочнения крупнокристаллической и УМЗ стали. Обнаружено, что в исходном состоянии прочность стали в основном обеспечивается за счет зернограницного упрочнения и выпадения преципитатов $Me_{23}C_6$ и Me_3C_2 малого размера. Показано, что при формировании УМЗ структуры стали прочность возрастает в результате зернограницного упрочнения и роста плотности дислокаций. Вклад в упрочнение преципитатов в УМЗ состоянии понижается, и это обусловлено их ростом при обработке РКУП. Выявлено, что увеличение скорости коррозии УМЗ стали объясняется уменьшением размера ферритных зерен, повышением плотности зернограницных дислокаций и формированием ячеистой структуры.

Ключевые слова: низкоуглеродистая сталь; феррит; равноканальное угловое прессование; ультрамелкозернистая структура; микроструктура; механизмы упрочнения; рентгеноструктурный анализ; скорость коррозии; малоугловое рентгеновское рассеяние.

Благодарности: Авторы выражают благодарность ПАО «НК «Роснефть» и ООО «РН-БашНИПИнефть» за предоставленную возможность проведения исследований. Авторы также благодарят доктора химических наук А.И. Волошина, кандидата физико-математических наук Ю.Б. Линд, кандидата технических наук Н.Р. Яркееву (ООО «РН-БашНИПИнефть») за обсуждение полученных результатов и ценные замечания при подготовке статьи.

Для цитирования: Малинин А.В., Ситдигов В.Д., Лебедев Ю.А. Микроструктура, свойства и механизмы упрочнения низкоуглеродистой стали, подвергнутой равноканальному угловому прессованию // Frontier Materials & Technologies. 2025. № 3. С. 51–65. DOI: 10.18323/2782-4039-2025-3-73-4.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время низкоуглеродистые стали широко используются в автомобильной, строительной, аэрокосмической и нефтегазовой промышленности благодаря их высокому потенциалу промышленного применения. Несмотря на это, дальнейшее совершенствование комплекса физико-механических и эксплуатационных свойств низкоуглеродистых сталей за счет оптимизации легирующих

элементов и/или реализации различных режимов термо-механической обработки имеет важное фундаментальное и прикладное значение в материаловедении. На сегодняшний день среди различных способов улучшения физико-механических свойств металлических материалов и сплавов наиболее популярными являются методы интенсивной пластической деформации (ИПД) [1–4]. В результате ИПД-обработки в исходных крупнокристаллических (КК)

металлических материалах формируется ультрамелкозернистая (УМЗ) структура за счет измельчения исходных зерен [1–4]. Кроме того, сформированная методами ИПД УМЗ структура в металлах и сплавах характеризуется повышенной плотностью внесенных дефектов, продуктами различных фазовых переходов, формированием равноосных зерен нанометрического размера и крайне неравновесным состоянием их границ [5; 6]. Более того, в случае ИПД-воздействия на сплавы в них может протекать процесс динамического деформационного старения, в результате которого в основной фазе выпадают преципитаты различной морфологии, размера и химического состава [7; 8]. Все эти изменения в микроструктуре металлов и сплавов при таком способе обработки приводят к формированию в них высокопрочных состояний за счет активации различных механизмов упрочнения [9; 10]. В связи с этим создание высокопрочных сталей путем целенаправленного управления их структурой и фазовым составом является актуальной проблемой современного материаловедения.

Основными методами ИПД являются равноканальное угловое прессование (РКУП) и интенсивная пластическая деформация кручением (ИПДК) [1; 2]. Ранее эти методы были успешно применены для получения высокопрочных состояний в ряде низкоуглеродистых сталей [11–13]. В частности, авторы [11] применили метод РКУП для стали AISI 1010 с числом проходов, равным 3, в интервале температур 150–300 °С. В результате варьирования температуры РКУП, при 200 °С было получено высокопрочное состояние стали, характеризующееся высокими пределами текучести ($\sigma_{YS}=778$ МПа) и прочности ($\sigma_{UTS}=819$ МПа), существенно превышающими таковые значения для КК стали ($\sigma_{YS}=252$ МПа, $\sigma_{UTS}=307$ МПа) [11]. При этом пластичность уменьшилась более чем в два раза. Повышение прочностных характеристик авторы объяснили формированием УМЗ ферритной структуры [11]. В работе [12] авторы смогли увеличить число проходов (степень деформации) РКУП в ферритной стали до 6 путем увеличения температуры до 300 °С. Авторы [12] показали, что повышение степени деформации РКУП приводит к дальнейшему росту предела текучести до 851 МПа и предела прочности до 857 МПа. Однако величина пластичности не превышала 9 %. В результате анализа микроструктуры был сделан вывод о том, что формирование полосовой структуры, состоящей из субмикроструктурных зерен с высокой плотностью дислокаций, повышает механические характеристики ферритной стали [12]. Вместе с тем проведение горячей прокатки низкоуглеродистой стали перед проведением обработки РКУП позволило повысить число проходов до 10 [13]. Благодаря такой комбинированной обработке авторам удалось сформировать полосовую структуру, состоящую из удлиненных зерен шириной 200–300 нм, и тем самым повысить предел прочности до рекордно высоких значений (свыше 1 200 МПа) [13].

При установлении причин, приводящих к повышению прочностных характеристик подвергнутых РКУП сталей, авторы [11–13] использовали лишь данные электронной микроскопии. Вместе с тем методы рентгеновского рассеяния являются мощным инструментом, позволяющим интегрально охарактеризовать микроструктуру сталей иными параметрами структуры [14–16]. Недавно модифицированные методы Вильямсона – Холла и Уоррена – Авербаха успешно были применены для аттестации структуры сталей [17; 18]. В частности, были установлены причины разрушения приповерхностного слоя мартенситной стали, к которым в том числе привели понижение плотности дислокаций, изменение типа дислокаций и рост размера областей когерентного рассеяния (ОКР) [17]. В работе [18] авторы методом рентгеновского рассеяния изучили изменение параметров микроструктуры в ходе растяжения стали Fe–26Mn–1Al–0,14C. Было установлено, что при растяжении стали повышается плотность дислокаций, подавляется доля дислокаций винтового типа, возникает сильное дипольное поле дислокаций, свидетельствующее о формировании ячеистой структуры, а также реализуется процесс динамического возврата (рост внешнего радиуса сечения дислокаций) [18].

Приведенные выше примеры свидетельствуют о том, что комплексное использование методов рентгеновского рассеяния и электронной микроскопии позволяет детальнее охарактеризовать структуру сталей при термомеханической обработке. В связи с этим в данной работе эти методы были совместно использованы при установлении причин повышения прочностных характеристик и изменения коррозионных свойств низкоуглеродистой стали при формировании в ней УМЗ состояния.

Цель исследования – сформировать высокопрочное состояние в низкоуглеродистой стали методом равноканального углового прессования (РКУП), проанализировать механизмы упрочнения и установить возможные причины изменения коррозионных свойств на основе данных о микроструктуре, полученных методами рентгеновского рассеяния и электронной микроскопии.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Методика формирования УМЗ структуры

Для формирования УМЗ структуры методом РКУП была выбрана широко используемая низкоуглеродистая сталь. Измеренный методом оптико-эмиссионной спектроскопии химический состав стали приведен в таблице 1. Перед проведением РКУП образцы стали цилиндрической формы (диаметр 9 мм, длина 30 мм) подвергали отжигу при температуре 200 °С в течение 1 ч. РКУП проводили в оснастке, в которой угол пересечения двух каналов составлял 120°. Температура проведения РКУП равнялась 200 °С, маршрут деформации В_С, число проходов – 4, 6 и 8.

Таблица 1. Элементный состав исследуемой низкоуглеродистой стали (мас. %)
Table 1. Chemical composition of the studied steel (wt. %)

C	Si	Mn	Cr	Ni	Cu	P	S	Fe
0,108	0,195	0,397	0,135	0,216	0,087	0,003	0,012	остаток

Методика проведения механических и коррозионных испытаний

Механические испытания методом растяжения проводили на универсальной динамометрической машине Instron 8801. В результате были определены такие характеристики, как предел текучести σ_{YS} , предел прочности σ_{UTS} и пластичность δ . Для того чтобы исключить влияние неоднородности сформированной структуры и эффекты ухудшенной обработки периферийных областей, испытания проводили на малых образцах, вырезанных из центральной области прутка относительно его продольной оси [1; 3]. Размеры плоских образцов: длина 4 мм, стороны рабочей части $1 \times 1 \text{ мм}^2$. Скорость деформации при растяжении равнялась $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Твердость стали после различных проходов в оснастке РКУП измеряли методом Виккерса с помощью универсального твердомера Shimadzu HNV-G с нагрузкой на индентор 100 г и временем выдержки 10 с.

Скорость V_k коррозии определяли по потере массы после выдержки в коррозионной среде. Для коррозионных испытаний из исходных (состояние поставки) и РКУП-образцов вырезали таблетки диаметром 9 мм и толщиной 2 мм. Образцы выдерживали в течение 100 ч в испытательном растворе, изготовленном из 5,0 мас. % хлорида натрия, 0,5 мас. % уксусной кислоты и дистиллированной воды.

Методика исследования микроструктуры с помощью электронной микроскопии

Микроструктуру исходных (состояние поставки) и подвергнутых РКУП образцов анализировали с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) Thermo Scientific Q250 (США). Анализ микроструктуры проводили на шлифах, вырезанных из поперечного сечения подвергнутых РКУП образцов. Образцы для проведения РЭМ-исследований сначала подвергали шлифовке, далее полировке на алмазной пасте и травлению с использованием раствора нитала. Микроструктуру стали исследовали на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) для получения информации о размере структурных элементов при ускоряющем напряжении 200 кВ. Фольги для ПЭМ-исследований изготавливали методом двухструйной электрополировки с использованием электролита на основе *n*-бутилового спирта.

Методика проведения рентгеноструктурного анализа

Рентгеноструктурный анализ (РСА) на образцах стали проводили с использованием дифрактометра Tongda TD-3000 (Китай), в котором реализовали измерение дифрактограмм в геометрии Брэгга – Брентано. Дифрактограммы измеряли в пределах угла рассеяния 2θ от 25° до 140° в режиме непрерывного сканирования со скоростью $0,5^\circ/\text{мин}$. Использовали трубку с Cu анодом, в котором генерировали излучение ($\lambda=0,154060 \text{ нм}$) при напряжении 40 кВ и силе тока 35 мА. Регистрацию дифрагированных лучей производили с помощью многоканального детектора Mythen 2D (Швейцария). Паразитные β и W_L линии медного излучения гасили с помощью никелевой фольги толщиной 30 мкм. Использование прецизионного многоканального детектора и никелевой фольги при регистрации дифрагированного медного излучения позволило понизить уровень флуоресценции на дифрактограммах и тем самым измерить четкие (*hkl*) рефлексы не только ферритной стали, но и вторичных фаз.

Расчет параметров тонкой структуры (усредненного размера ОКР D , плотности ρ , доли винтовых дислокаций, эффективного внешнего радиуса сечения R_e и типа дислокаций) проводили согласно модифицированным методикам Вильямсона – Холла (мВ-Х) и Уоррена – Авербаха (мУ-А) [19]. В модифицированной мВ-Х размер ОКР D_{W-H} определяли через уширение линий FWHM по зависимости $\Delta K = FWHM \frac{\cos \theta}{\lambda}$ от $K = \frac{2 \sin \theta}{\lambda}$:

$$\Delta K = \frac{0,9}{D} + \left(\frac{\pi M^2 b^2}{2} \right)^{\frac{1}{2}} \rho^{\frac{1}{2}} \left(K \bar{C}^{-\frac{1}{2}} \right) + O(K^2 \bar{C}), \quad (1)$$

где K – величина вектора рассеяния;
 M – параметр Вилкенса, зависящий от эффективного внешнего радиуса R_e дислокаций;
 $\bar{C}$ – усредненный контраст-фактор дислокаций;
 b – величина вектора Бюргерса (0,204 нм).

Возведя в квадрат уравнение (1) и учитывая, что $(O(K^2 \bar{C}))^2 \approx 0$, получили следующее выражение для расчета D_{W-H} :

$$\frac{\Delta K^2 - \alpha}{K^2} = \frac{\pi M^2 b^2}{2} \rho \bar{C}_{h00} (1 - qH), \quad (2)$$

где $\bar{C}_{h00}$ – усредненный контраст-фактор дислокаций в плоскости $\{h00\}$;

q – постоянная, связанная с типом дислокаций и упругими постоянными стали;

H для произвольной плоскости $\{hkl\}$ определяли через выражение

$$H = \frac{h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2}{h^2 + k^2 + l^2};$$

$$\alpha = \left(\frac{0,9}{D} \right)^2.$$

Плотность дислокаций ρ , используемую в (2), находили через составляющие действительной $A(L)$ и размерной $A^s(L)$ частей коэффициентов Фурье (L – длина пространства Фурье), входящих в модифицированную мУ-А:

$$\ln A(L) = \ln A^s(L) - \frac{\pi b^2 \rho}{2} L^2 \ln \left(\frac{R_e}{L} \right) (K^2 \bar{C}) = \ln A^s(L) - Y K^2 \bar{C}, \quad (3)$$

$$\text{где } Y = \frac{\pi b^2 \rho}{2} L^2 \ln \left(\frac{R_e}{L} \right).$$

Преобразуя уравнение (3), получили зависимость для нахождения ρ :

$$\frac{Y}{L^2} = \frac{\pi b^2 \rho}{2} L^2 \ln \left(\frac{R_e}{L} \right) - \rho \frac{\pi b^2}{2} \ln(L). \quad (4)$$

Уравнения (3) и (4) подобны выражению $y = m + (-k)x$. Поэтому значения $A^s(L)$ находили путем аппроксимации зависимости $\ln A(L)$ от $K^2 \bar{C}$ до пересечения графика оси Y (т. е. оси $\ln A(L)$). Из зависимости (4) также находили значения Y через тангенс угла наклона кривой. Значения

плотности дислокаций ρ , входящие в правую часть уравнения (4), находили из графика зависимости Y/L^2 от $\ln(L)$ через тангенс угла наклона кривой. Величину R_e для каждого состояния находили путем аппроксимации графика зависимости (4) до пересечения с осью OY . Инструментальное уширение рефлексов (hkl) стали учитывали путем съемки и анализа дифрактограммы порошка LaB_6 .

Методика малоуглового рентгеновского рассеяния

Для получения информации о морфологии и размере преципитатов изготавливали тонкие фольги из шлифов (длина 5 мм, ширина 10 мм, толщина ~20 мкм). Кривые малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР) измеряли в пределах изменения вектора рассеяния q от 0,01 до $1,4 \text{ нм}^{-1}$ на дифрактометре Tongda TD-3000 (Китай) с использованием одноканального детектора. Диаметр анализируемой поверхности фольги был равен ~3,5 мм. При анализе преципитатов стали результирующую интенсивность $I(q)$ представляли как

$$I(q) = I(q)_1 + I(q)_2 + \dots + I(q)_n = \sum_{i=1}^n |F(q)_i|^2 |S(q)_i|^2,$$

где $I(q)_i$ – интенсивность рассеяния от преципитатов, имеющих i -форму;

$F(q)_i$ – фактор формы, определяющий i -морфологию преципитатов;

$S(q)_i$ – структурный фактор, устанавливающий пространственное распределение преципитатов i -формы.

Морфологию преципитатов задавали согласно изображениям, приведенным в [20].

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Испытания на растяжение и коррозионную стойкость

Результаты механических испытаний и сведения о скорости коррозии для изученных состояний стали приведены в таблице 2. Видно, что обработка РКУП исходной стали приводит к повышению ее твердости и прочностных характеристик (таблица 2). В частности, после 4 проходов РКУП значение твердости стали повышается в 1,4 раза, предел текучести σ_{YS} – в 2,9 раза, а предел прочности σ_{UTS} – в 2,3 раза по сравнению с исходным КК

состоянием. При этом наблюдается обратный эффект: пластичность стали понижается примерно в 2,7 раза. Данное состояние также характеризуется повышением скорости коррозии на 0,03 мм/год. Увеличение числа проходов РКУП до 6 приводит к закономерному росту микротвердости, предела прочности, предела текучести и скорости коррозии (таблица 2). Пластичность стали в данном состоянии имеет тенденцию к росту. После 8 проходов РКУП сталь демонстрирует очень высокие прочностные свойства, при которых пластичность достигает ~11 % (таблица 2). Скорость коррозии после 8 проходов РКУП возрастает на 0,046 мм/год.

Исследования микроструктуры методом электронной микроскопии

Фотографии микроструктуры исходной и подвергнутой РКУП стали приведены на рис. 1. В исходном состоянии микроструктура стали характеризуется наличием ферритных зерен (рис. 1 а). На некоторых зернах феррита также видны частицы цементита игольчатой формы. Средний размер ферритных зерен по результатам обработки не менее десяти изображений составил ~4 мкм. В результате РКУП-обработки (4 прохода) в стали формируется полосовая структура (рис. 1 б). Полосы содержат сильно измельченные зерна (средний размер ~270 нм по данным ПЭМ), на которых также видна высокая дефектность в виде дислокационных клубков (рис. 1 б, во вставке). После 6 проходов РКУП полосовая структура становится слабо выраженной (рис. 1 с). Средний размер ферритных зерен в данном состоянии по результатам ПЭМ-исследований составил ~250 нм (рис. 1 с, во вставке). После 8 проходов РКУП в стали формируется равноосная структура со средним размером зерен ~240 нм (рис. 1 d). Кроме того, в некоторых зернах прослеживается ячеистая структура (рис. 1 d, во вставке).

Исследования микроструктуры методом рентгеноструктурного анализа

На рис. 2 показаны экспериментальные дифрактограммы стали в различных структурных состояниях. Видно, что дифрактограммы для исходного и РКУП-состояний характеризуются наличием рефлексов феррита ($\alpha\text{-Fe}$) и частиц цементита (Fe_3C) (рис. 2 а). В то же

Таблица 2. Механические свойства и скорость коррозии низкоуглеродистой стали в крупнокристаллическом и ультрамелкозернистом состояниях

Table 2. Mechanical properties and corrosion rate of low-carbon steel in coarse-grained and ultrafine-grained states

Состояние	HV, ГПа	σ_{YS} , МПа	σ_{UTS} , МПа	δ , %	V_c , мм/год
КК	1,89±0,08	343±9	454±8	26,1±1,3	0,299±0,006
РКУП, 4 прохода	2,66±0,06	995±10	1033±6	9,7±0,5	0,329±0,008
РКУП, 6 проходов	2,77±0,04	1012±8	1061±9	9,9±0,4	0,336±0,006
РКУП, 8 проходов	2,85±0,05	1021±9	1072±12	10,7±0,4	0,345±0,005

Примечание. HV – твердость по Виккерсу; σ_{YS} – предел текучести; σ_{UTS} – предел прочности; δ – пластичность; V_c – скорость коррозии.

Note. HV is Vickers hardness; σ_{YS} is yield strength; σ_{UTS} is ultimate strength; δ is plasticity; V_c is corrosion rate.

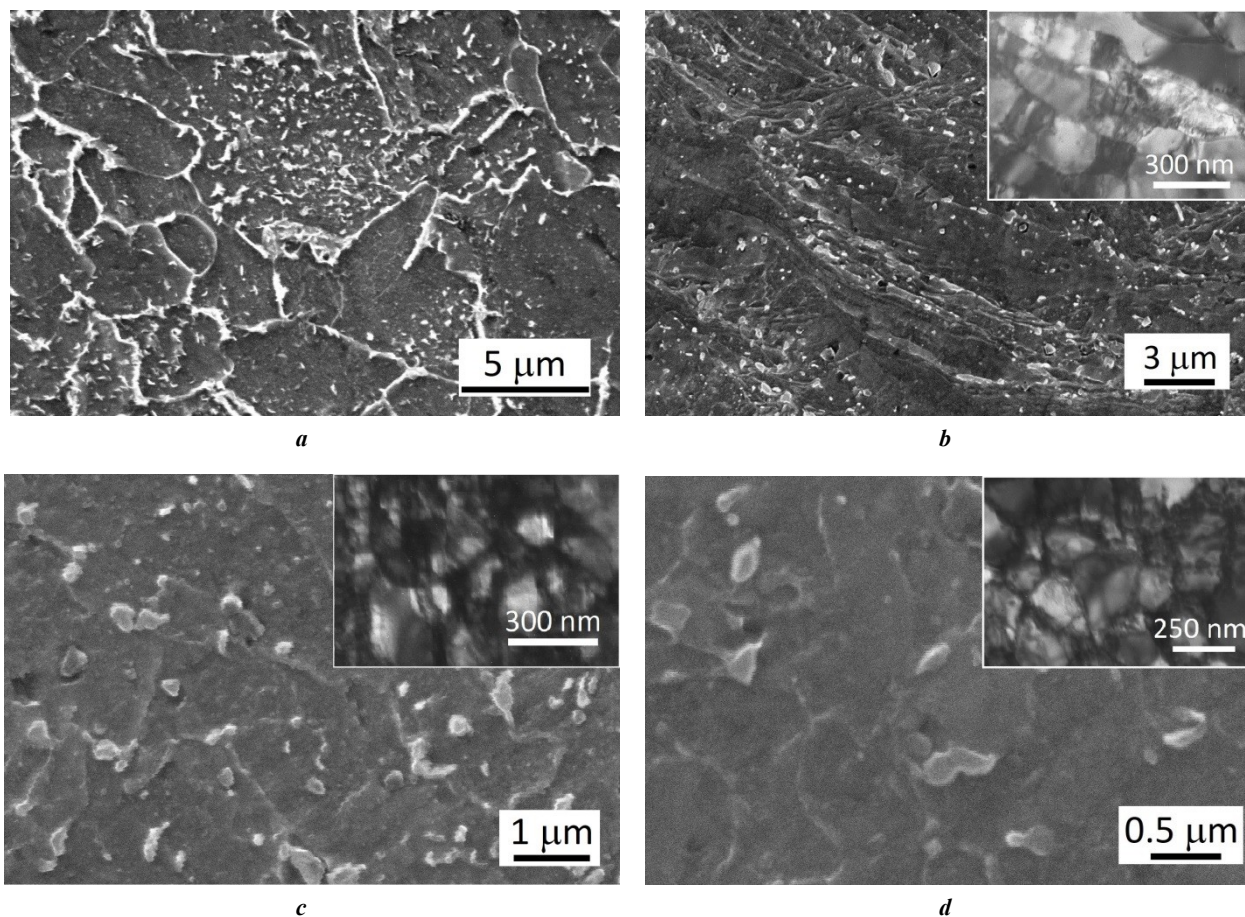


Рис. 1. РЭМ-изображения микроструктуры исследуемой стали:
a – крупнокристаллическое состояние; *b* – после 4 проходов РКУП; *c* – после 6 проходов РКУП;
d – после 8 проходов РКУП. Во вставках изображения, полученные ПЭМ
Fig. 1. SEM images of the microstructure of the steel under study:
a – in the coarse-grained state; *b* – after 4 ECAP passes; *c* – after 6 ECAP passes;
d – after 8 ECAP passes. The insets contain TEM images

время на дифрактограмме образца после РКУП (4 проходов) появляются новые рефлексы (рис. 2 а).

Идентификация показала, что они принадлежат частицам (преципитатам) типа Me_{23}C_6 и Me_3C_2 . Увеличение числа проходов РКУП привело к росту интенсивности рефлексов Me_{23}C_6 и Me_3C_2 на дифрактограммах (рис. 2 а). Для оценки массовой доли обнаруженных фаз провели обработку дифрактограмм методом Ритвельда. На рис. 2 б показан пример такой обработки. Малые флуктуации на разностной линии между измеренной и смоделированной дифрактограммами свидетельствуют о хорошей их корреляции. Полученные в результате рентгеновского анализа сведения о содержании обнаруженных фаз приведены в таблице 3.

Исходная сталь характеризуется относительно высоким содержанием частиц цементита Fe_3C и преципитатами типа Me_{23}C_6 с низкой массовой долей. При формировании в стали УМЗ структуры массовые доли частиц Me_{23}C_6 и Me_3C_2 растут, а содержание частиц цементита практически не изменяется (таблица 3).

Прецизионный анализ дифрактограмм показал, что помимо возникновения и роста рефлексов от частиц Me_{23}C_6 и Me_3C_2 имеет место увеличение ширины рефлексов (hkl) феррита и их смещение в область больших углов

в результате РКУП-обработки. Обнаруженные изменения в дифрактограммах наглядно продемонстрированы на рис. 3 на примере рефлексов (110) и (210) феррита.

Во вставках к рис. 3 б приведены рефлексы (200) и (320) гексаборида лантана, по которым учитывали вклад инструментального уширения пиков (110) и (211) феррита. Как известно [21], увеличение ширины рефлексов свидетельствует о росте дефектности тонкой структуры и уменьшении размера ОКР D , а смещение пиков в область больших углов приводит к понижению параметра решетки. В связи с этим проанализировали эти изменения микроструктуры методом РСА. Для оценки размера ОКР и типа дислокаций применили модифицированную мВ-Х (уравнение (2)), а для анализа плотности эффективного внешнего радиуса дислокаций и параметра Вилкенса использовали модифицированную мУ-А (уравнение (4)).

Для нахождения значения $\bar{C}_{h00}$ в уравнении (2) рассчитывали контраст-факторы $\bar{C}_{hkl}^e$ для краевых и винтовых $\bar{C}_{hkl}^s$ дислокаций согласно [22]. Для рассматриваемой марки стали упругие постоянные C_{11} , C_{12} и C_{44} равны 245, 139 и 122 ГПа соответственно [23]. Полученные расчетные значения $\bar{C}_{hkl}^e$ и $\bar{C}_{hkl}^s$ приведены в таблице 4. Далее

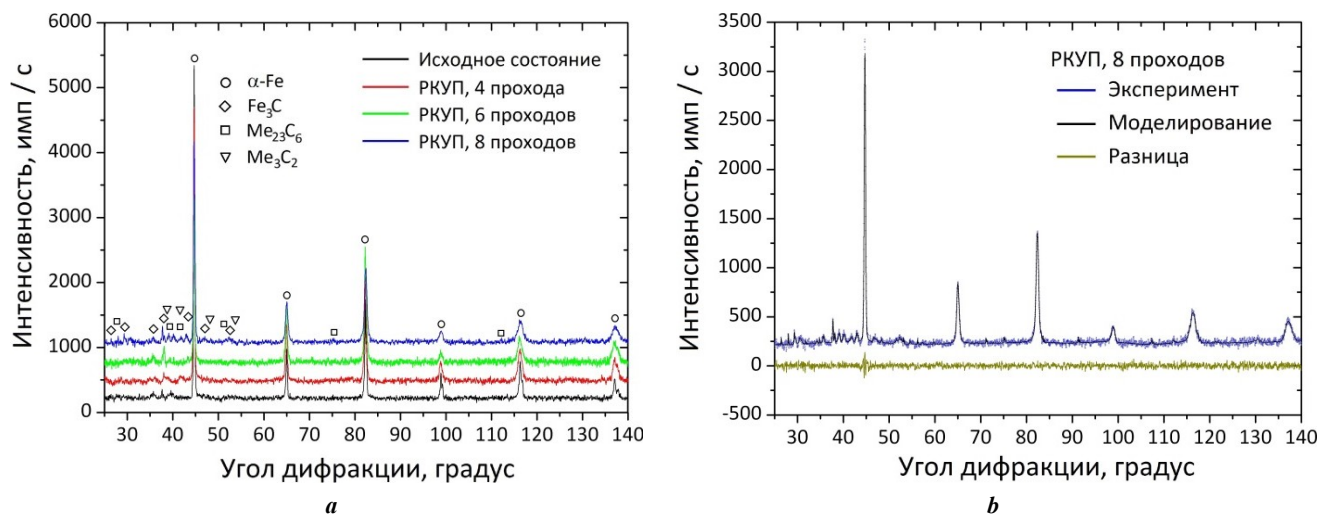


Рис. 2. Экспериментальные дифрактограммы стали в различных структурных состояниях:

a – общий вид; *b* – обработанная дифрактограмма стали после 8 проходов РКУП

Fig. 2. Experimental diffraction patterns of steel in different structural states:

a – general view; *b* – processed diffraction pattern of steel after 8 ECAP passes

Таблица 3. Обнаруженные фазы и их массовая доля в исходной и ультрамелкозернистой низкоуглеродистой стали
Table 3. Identified phases and their mass fraction in the original and ultrafine-grained low-carbon steel

Состояние	Массовая доля фаз, %			
	α -Fe	Fe_3C	Me_{23}C_6	Me_3C_2
КК	99,24±0,54	0,76±0,07	0,13±0,07	—
РКУП, 4 прохода	98,72±0,61	0,82±0,06	0,34±0,05	0,12±0,05
РКУП, 6 проходов	98,45±0,49	0,85±0,04	0,54±0,06	0,16±0,05
РКУП, 8 проходов	98,36±0,55	0,81±0,04	0,62±0,05	0,21±0,06

по найденным значениям $\bar{C}_{hkl}^e$ и $\bar{C}_{hkl}^s$ оценили теоретические значения q_{th}^e и q_{th}^s , которые получились равными 1,29 и 2,44 соответственно. Для оценки величины q проводили оптимизацию параметра α в уравнении (2) так, чтобы получить линейную зависимость, как показано на рис. 4 а. Путем аппроксимации зависимостей, изображенных на рис. 4 а до пересечения с осью OX , получили значения $1/q$ для каждого состояния ($q=2,25, 1,94, 1,81$ и 1,66 для исходного КК состояния и после 4, 6 и 8 проходов РКУП). Далее находили долю краевых (f_e) и винтовых (f_s) дислокаций согласно выражению

$$q = (1 - f_s)q_{th}^e + f_s q_{th}^s.$$

Полученные значения позволили найти $\bar{C}_{h00}$ по формуле

$$\bar{C}_{h00} = (1 - f_s)\bar{C}_{h00}^e + f_s \bar{C}_{h00}^s.$$

Усредненные значения $\bar{C}_{hkl}$ находили по формуле (таблица 4)

$$\bar{C}_{hkl} = \bar{C}_{h00}(1 - qH).$$

Далее по полученным данным строили зависимость $\Delta K(K\bar{C}^{1/2})$, изображенную на рис. 4 б. Экстраполяция зависимости $\Delta K(K\bar{C}^{1/2})$ до пересечения с осью OY позволила оценить размер ОКР D_{W-H} по модифицированной мВ-Х. Полученные значения D_{W-H} и доли винтовых дислокаций для изученных состояний приведены в таблице 5.

Для оценки плотности дислокаций в модифицированной мУ-А сначала находили коэффициенты Фурье путем анализа каждого рефлекса на дифрактограмме исходной и подвергнутой РКУП стали.

Примеры полученных коэффициентов Фурье $\ln A(L)$ в зависимости от величины $K^2\bar{C}$ (уравнение (3)) для исходной и УМЗ стали (8 проходов РКУП) приведены на рис. 5 а, б. В дальнейшем по зависимостям $\ln A(L)$ от $K^2\bar{C}$ путем аппроксимации линий до пересечения с осью OY (вставки на рис. 5 а, б) находили размерные значения $A^s(L)$ коэффициентов Фурье. Эти коэффициенты для исследуемых состояний стали приведены на рис. 5 с в виде зависимостей $A^s(L)$.

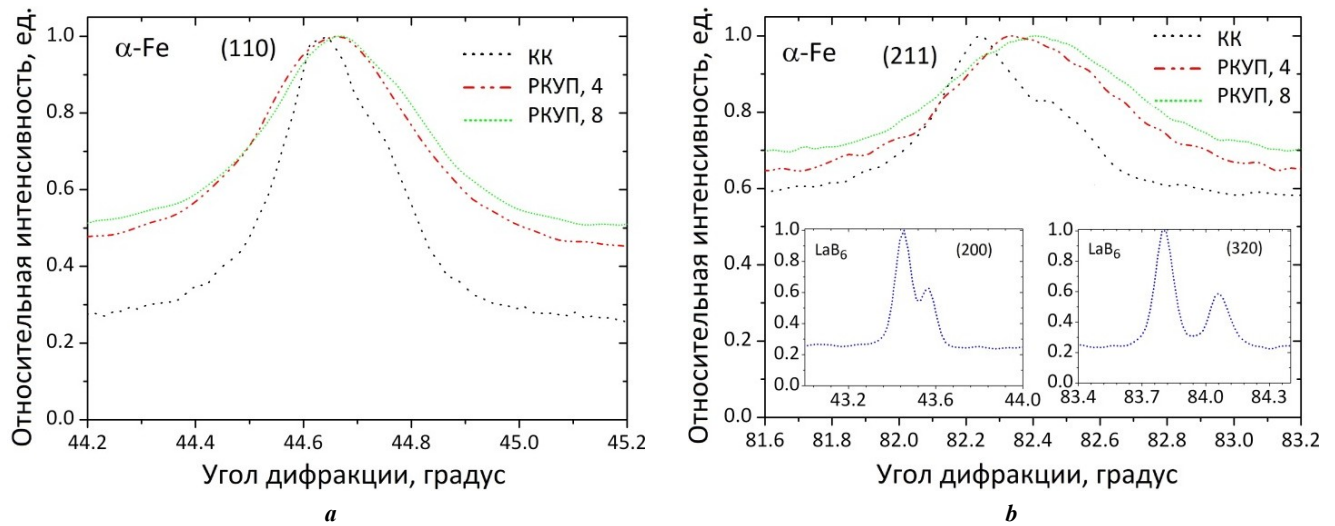


Рис. 3. Нормализованные рефлексы стали, демонстрирующие изменение их ширины и угловой позиции на дифрактограмме: **a** – отражение (110); **b** – (211).

Во вставках приведены некоторые рефлексы LaB_6 , по которым учитывали инструментальные уширения пиков

Fig. 3. Normalised reflections of steel demonstrating the change in their width and angular position on the diffraction pattern: **a** – reflection (110); **b** – (211).

The insets show some reflections of LaB_6 , which were used to take into account the instrumental broadening of the peaks

Таблица 4. Рассчитанные для крупнокристаллической и подвергнутой РКУП стали значения $\bar{C}_{hkl}^e$, $\bar{C}_{hkl}^s$ и $\bar{C}_{hkl}$

Table 4. Calculated values of $\bar{C}_{hkl}^e$, $\bar{C}_{hkl}^s$ and $\bar{C}_{hkl}$ for coarse-grained and ECAP steel

Плоскость (hkl)	$\bar{C}_{hkl}^e$	$\bar{C}_{hkl}^s$	$\bar{C}_{hkl}$			
			КК	РКУП, 4 прохода	РКУП, 6 проходов	РКУП, 8 проходов
(110)	0,172182	0,118142	0,05568	0,06202	0,06469	0,06776
(200)	0,252323	0,379299	0,35786	0,32378	0,30949	0,29300
(211)	0,172182	0,118138	0,05568	0,33083	0,06468	0,06776
(220)	0,172182	0,118142	0,05568	0,33084	0,05797	0,06776
(310)	0,223471	0,204317	0,16551	0,16960	0,17132	0,17330
(222)	0,145468	0,073234	0,02200	0,02699	0,02908	0,03150

Проведя касательные к полученным кривым в области малых значений L , находили размер ОКР D_{W-A} для различных структурных состояний стали. В дальнейшем по найденным коэффициентам Фурье $A^s(L)$ строили зависимость Y/L^2 от $\ln L$, изображенную на рис. 5 d. Из полученной зависимости согласно уравнению (4) находили плотность дислокаций. Путем аппроксимации кривых (рис. 5 d) до пересечения с осью OY ($\ln L=0$) находили эффективный внешний радиус сечения дислокаций R_e . Полученные сведения о параметрах тонкой структуры показаны в таблице 5.

Анализ таблицы 5 показывает, что повышение числа проходов РКУП приводит к понижению параметра решетки, уменьшению параметра ОКР, росту плотности дислокаций и понижению доли дислокаций винтового

типа. В то же время понижение величины R_e и M свидетельствует о росте дислокационных дипольных полей, а характер взаимного расположения дислокаций становится упорядоченным.

Исследования микроструктуры методом малоуглового рентгеновского рассеяния

Для получения размерных характеристик, выявленных при фазовом анализе преципитатов (Fe_3C , Me_{23}C_6 , Me_3C_2), провели измерение и анализ кривых МУРР, полученных для исследованных состояний. Экспериментальные кривые МУРР стали в КК и УМЗ состояниях, а также пример обработки кривой рассеяния после 8 проходов РКУП продемонстрированы на рис. 6.

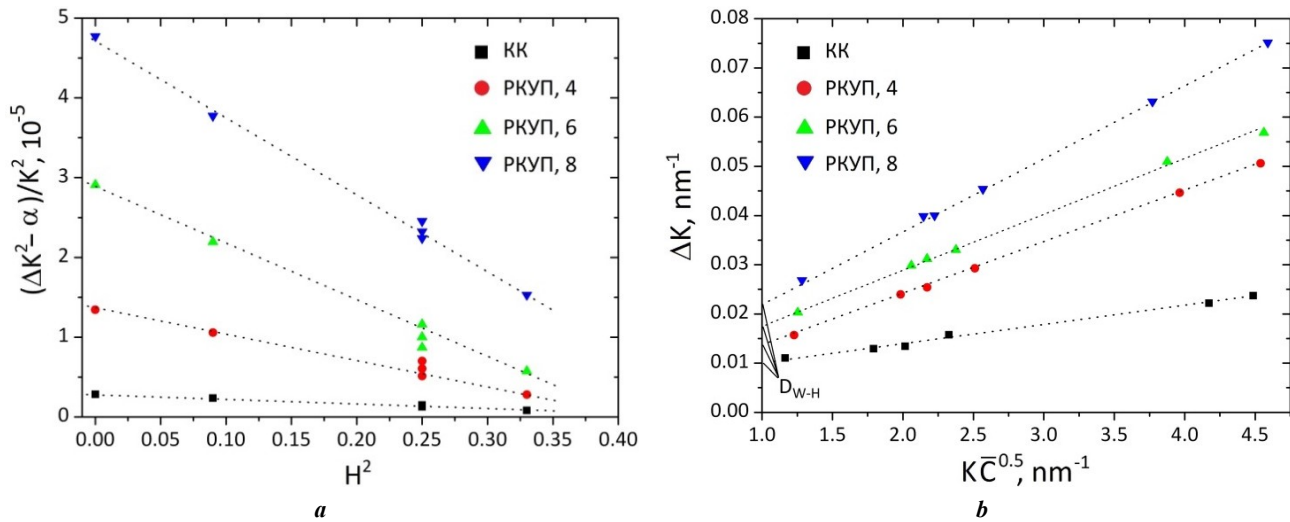


Рис. 4. Экспериментальные зависимости для различных структурных состояний стали

по модифицированной методике Вильямсона – Холла: **a** – $\frac{\Delta K^2 - \alpha}{K^2}$ от H^2 ; **b** – ΔK от $K\bar{C}^{1/2}$

Fig. 4. Experimental dependencies for various structural states of steel

in the modified Williamson–Hall method: **a** – $\frac{\Delta K^2 - \alpha}{K^2}$ vs H^2 ; **b** – ΔK vs $K\bar{C}^{1/2}$

Таблица 5. Параметры тонкой структуры стали в исходном состоянии и в состояниях после РКУП

Table 5. Fine structure parameters of steel in the initial state and after ECAP

Состояние	a, нм	D_{W-H} , нм	D_{W-A} , нм	ρ , 10^{15} м^{-2}	f_s , %	R_e , нм	M
КК	0,286808±0,000012	229±20	356±24	0,11±0,03	83±4	184±15	1,94±0,11
РКУП, 4 прохода	0,286769±0,000009	88±5	53±3	1,93±0,02	56±3	14±2	0,63±0,05
РКУП, 6 проходов	0,286732±0,000011	79±4	48±2	2,68±0,02	45±3	8±1	0,41±0,04
РКУП, 8 проходов	0,286692±0,000013	61±4	43±2	3,32±0,03	32±2	6±1	0,33±0,03

Примечание. a – параметр решетки;

D_{W-H} – размер ОКР, найденный по модифицированной методике Вильямсона – Холла;

D_{W-A} – размер ОКР, найденный по модифицированной методике Уоррена – Авербаха;

ρ – плотность дислокаций; f_s – доля дислокаций винтового типа; R_e – эффективный внешний радиус сечения дислокаций;

M – параметр Вилкенса.

Note. a is the lattice parameter;

D_{W-H} is the CSD size found in modified Williamson–Hall (mW-H);

D_{W-A} is the CSD size found in modified Warren–Averbach (mW-A) technique; ρ is the dislocation density;

f_s is the fraction of screw-type dislocations; R_e is the effective outer radius of the dislocation cross-section;

M is the Wilkens parameter.

В отличие от кривой МУРР для КК состояния стали, УМЗ кривые характеризуются ярко выраженными точками перегиба, сосредоточенными в области Гинье (интервал от $\sim 0,05$ до $\sim 0,5 \text{ нм}^{-1}$) (рис. 6 а). Кроме того, в данной области кривые МУРР УМЗ стали демонстрируют резкое уменьшение интенсивности от вектора рассеяния (рис. 6 а).

Как известно, размер частиц определяется положением области Гинье на кривой МУРР, а морфология частиц определяется через зависимость $I \sim q^{-\alpha}$, где параметр α равен 1, 2, 3 и 4 (форма частиц: 1 – цилиндр, 2 –

диск, 3 и 4 – сфера) [24]. Анализ показал, что в КК состоянии область Гинье характеризуется зависимостью $I \sim 1/q$, и данный факт свидетельствует о наличии в исходной стали частиц преимущественно цилиндрической формы. В случае подвергнутой РКУП стали выявили, что область от $\sim 0,05$ до $\sim 0,5 \text{ нм}^{-1}$ на кривой не подчиняется известным закономерностям, описанным выше. Поэтому при ее анализе в модель одновременно закладывали три типа частиц (таблица 3), отличающихся по морфологии. Результат такой обработки, например, для состояния после 8 проходов РКУП показан

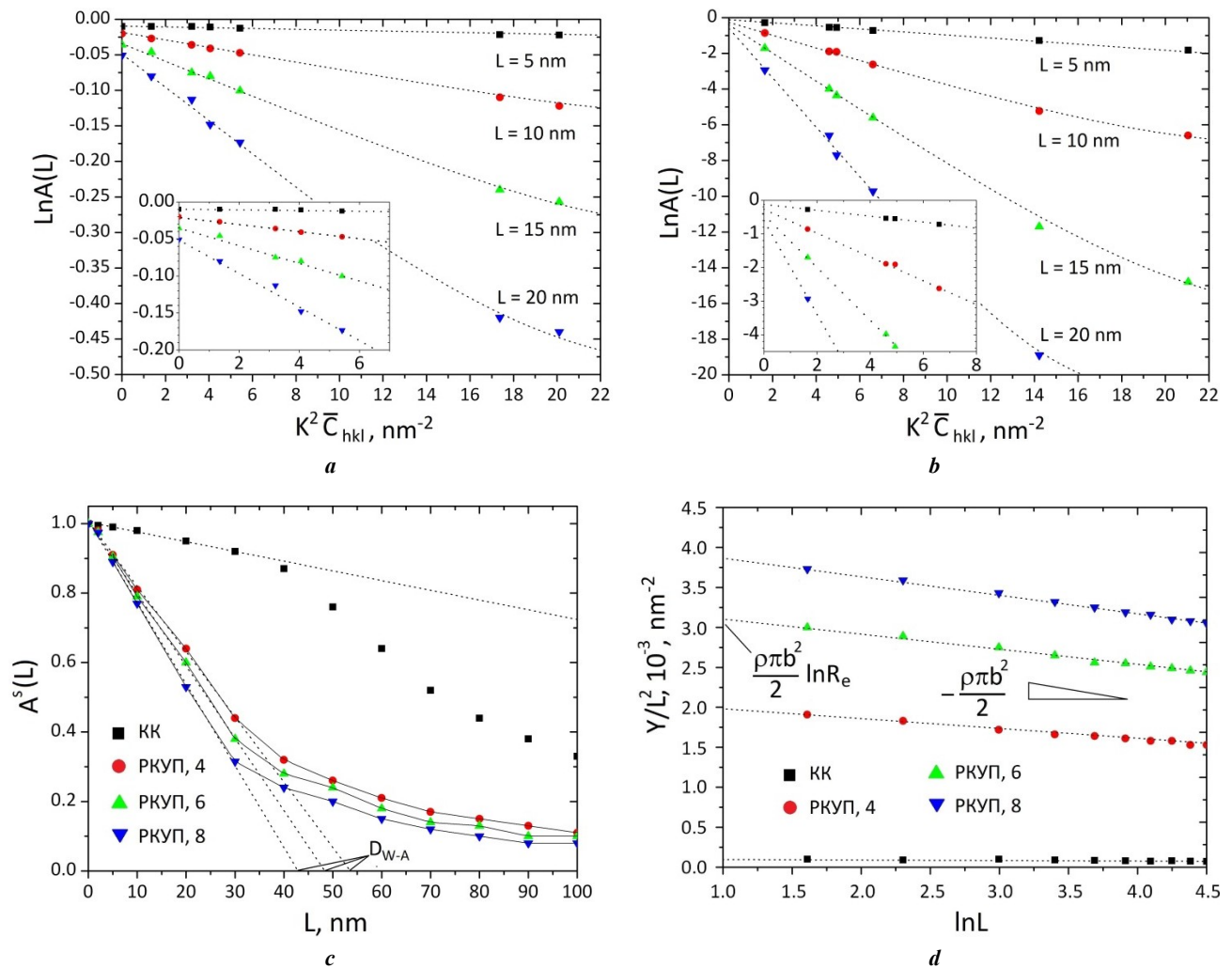


Рис. 5. Экспериментальные зависимости для различных структурных состояний стали по модифицированной методике Уоррена – Авербаха:

a – $\ln A(L)$ от $K^2 \bar{C}$ для исходной стали; *b* – $\ln A(L)$ от $K^2 \bar{C}$ для ультрамелкозернистой стали (8 проходов РКУП); *c* – закономерности $A^5(L)$; *d* – зависимость $Y/L^2(\ln L)$ для различных структурных состояний стали.

Во вставках показаны увеличенные области, по которым находили коэффициенты $A^5(L)$

Fig. 5. Experimental dependencies for various structural states of steel in the modified Warren–Averbach method: *a* – $\ln A(L)$ on $K^2 \bar{C}$ for the initial steel; *b* – $\ln A(L)$ on $K^2 \bar{C}$ for UFG steel (8 ECAP passes); *c* – $A^5(L)$ patterns; *d* – $Y/L^2(\ln L)$ dependence for different structural states of steel.

The insets show enlarged areas where the $A^5(L)$ coefficients were found

на рис. 6 б. Видно, что данный подход достаточно хорошо позволяет смоделировать экспериментальные кривые МУРР УМЗ стали – были установлены размер и форма частиц (таблица 6).

Кроме того, такой анализ дает возможность установить вклад отдельных типов частиц в результирующую интенсивность МУРР. В частности, на рис. 5 б видно, что интенсивность МУРР от цилиндрических частиц Fe_3C больше, чем от сферических частиц типа Me_3C_2 . Это обстоятельство указывает на повышенную долю частиц цементита по сравнению с частицами типа Me_3C_2 , что согласуется с данными, приведенными в таблице 3.

В результате анализа кривых МУРР выявили, что размер частиц в КК стали значительно меньше, чем в УМЗ стали (таблица 6). При этом увеличение числа проходов РКУП сопровождается ростом цилиндрических, эллипсовидных и сферических частиц.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Проведенные исследования стали, подвергнутой РКУП, показали существенное повышение прочности, понижение пластичности и рост скорости коррозии, к которым привели непосредственные изменения в ее структуре. В частности, в результате обработки стали РКУП установили уменьшение размера ферритных зерен до нанометрических значений. При этом сами зерна при больших степенях обработки РКУП принимают равноосную форму. Обнаруженное методами микроскопии измельчение зерен при РКУП согласуется с уменьшением размера ОКР, выявленного модифицированными мВ-Х и мУ-А (таблица 5). Исследования показали, что, помимо измельчения структуры, при обработке стали РКУП протекал процесс динамического старения. Этот факт подкрепляется сведениями о том, что при формировании УМЗ структуры стали наблюдали

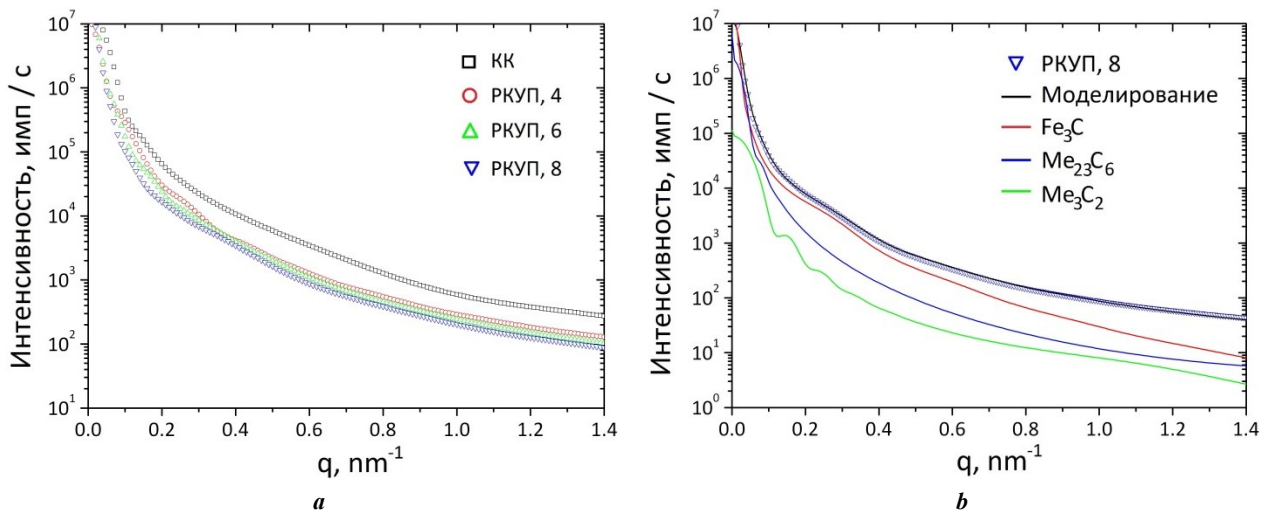


Рис. 6. Экспериментальные кривые малоуглового рентгеновского рассеяния стали:

a – общий вид кривых для различных структурных состояний;

b – обработанная кривая малоуглового рентгеновского рассеяния стали (8 проходов РКУП)

Fig. 6. Experimental small-angle X-ray scattering curves of steel:

a – general view of curves for different structural states;

b – processed small-angle X-ray scattering curve of steel (8 ECAP passes)

Таблица 6. Средний размер и форма преципитатов, полученных методом малоуглового рентгеновского рассеяния.

Размерность частиц указана в нанометрах

Table 6. Average size and morphology of precipitates obtained by small-angle X-ray scattering method.

Particle sizes are given in nanometers

Состояние	Fe ₃ C	Me ₂₃ C ₆	Me ₃ C ₂
	Цилиндр d/l	Эллипс a_1/a_2	Сфера d
КК	113/384	10/6	–
РКУП, 4 прохода	157/431	57/34	31
РКУП, 6 проходов	223/458	94/69	49
РКУП, 8 проходов	259/460	139/98	72

выпадение и рост выделений типа Me_{23}C_6 и Me_3C_2 , а также незначительное повышение массовой доли частиц цементита (таблица 3). Процесс динамического старения стали, как правило, должен привести к очищению кристаллической решетки феррита от примесных элементов, и это должно сопровождаться изменением параметра решетки основной матрицы. Действительно, обнаруженное уменьшение параметра решетки феррита подтверждает данный факт (таблица 5). Как известно, табличное значение параметра решетки чистого феррита составляет 0,286 нм [25]. В исходном состоянии наличие примесных элементов в феррите привело к повышению параметра решетки до 0,286808 нм (таблица 5). Однако после 8 проходов РКУП значение параметра решетки понизилось до 0,286692 нм и стало ближе к характерному для чистого феррита.

Наряду с перечисленными выше изменениями, микроструктура стали после РКУП характеризуется высокой плотностью внесенных дефектов (таблица 5).

В частности, по сравнению с исходным состоянием, после 8 проходов РКУП плотность дислокаций существенно возрастает. При этом изменяется и тип дислокаций. Так, если в исходном состоянии дислокации в основном относились к винтовому типу, то после 8 проходов РКУП они преимущественно состоят из дислокаций краевого типа (таблица 5). Полученные сведения о степени и типе дефектности структуры согласуются с ранними исследованиями [26; 27], согласно которым при больших пластических деформациях реализуется интенсивный процесс аннигиляции винтовых дислокаций в теле зерен, а дислокации краевого типа с повышенной плотностью накапливаются на их границах, а иногда формируют стенки ячеек. Для анализа данной теории провели оценку изменения параметров R_e и M (таблица 5). Как известно, параметр R_e характеризует степень экранирования дальнедействующих деформационных полей дислокаций прилегающими дислокациями [28]. В связи с этим понижение значения R_e при РКУП свидетельствует о росте степени экранирования

дальнодействующих полей дислокаций, которые в результате могут образовать диполи. Данное явление приводит к корреляционному взаимодействию дислокаций, которое, как известно, приводит к формированию ячеистой структуры [29].

В то же время безразмерный параметр Вилкенса $M = R_e \sqrt{\rho}$ характеризует взаимное расположение дислокаций в зернах и, кроме того, устанавливает сильное или слабое поле диполя дислокаций [28]. Так, в исходном КК состоянии параметр M близок к 2, что свидетельствует о хаотичном расположении дислокаций и слабом поле диполя. И наоборот, после РКУП данный параметр резко понижается ($M < 1$), и этот факт указывает на упорядоченное расположение дислокаций в структуре стали. В целом, понижение параметра Вилкенса при обработке РКУП свидетельствует о формировании в структуре стали дислокационных клубков, стенок дислокаций, приводящих к образованию ячеистой структуры [18]. Некоторые области ячеистой структуры в ферритных зернах также обнаружили по данным ПЭМ-исследований (рис. 1).

Таким образом, согласно полученным данным, в результате обработки РКУП плотность дислокаций, поле диполей и степень упорядоченности дислокаций растут, что в итоге приводит к формированию ячеистой структуры. Впоследствии ячеистая структура трансформируется в границы зерен [1]. Измельчение ферритных зерен при РКУП протекает согласно механизму, схематично изображенному на рис. 7.

Проведенные исследования структуры позволяют также проанализировать и установить причины повышения скорости коррозии стали при РКУП. Как известно, УМЗ металлические материалы характеризуются ростом объемной доли границ зерен в результате уменьшения их размера [1; 3]. Анализ показал, что границы зерен в УМЗ стали содержат высокую плотность дислокаций преимущественно краевого типа. Известно, что коэффициент диффузии по ядрам дислокаций на несколько порядков выше по сравнению с коэффициентом решеточной диффузии [30]. Данное обстоятельство приводит к тому,

что границы зерен УМЗ стали должны обладать повышенным значением коэффициента диффузии. В результате примесные атомы (Н, О, S и др.), вступающие в химическую реакцию с Fe, могут быстрее, по сравнению с ее КК аналогом, диффундировать по границам зерен в УМЗ стали. Можно ожидать, что формирование УМЗ структуры с повышенной плотностью зернограницных дислокаций является причиной повышения скорости коррозии подвергнутой РКУП стали.

Полученные сведения о параметрах микроструктуры стали также позволяют оценить работу отдельных механизмов упрочнения при обработке РКУП. Как известно, предел прочности сталей определяется действием различных механизмов упрочнения, к которым можно отнести упрочнение, вызванное напряжением течения σ_o , границами зерен σ_{gb} , выделениями σ_{pp} , твердым раствором σ_{ss} и дислокациями σ_d [31]. В рамках полученных данных методами электронной микроскопии и рентгеновского рассеяния провели теоретическую оценку отдельных механизмов упрочнения и рассчитали результирующую прочность. Сравнительный вклад в результирующую прочность отдельных компонент упрочнения приведен в таблице 7.

При расчете упрочнения σ_{pp} стали в КК состоянии рассматривали частицы двух типов, а при РКУП – трех типов и находили суммарное упрочнение $\Sigma \sigma_{pp}$ (таблицы 3, 6). Ранее в [31] было показано, что при теоретической оценке результирующего предела прочности необходимо применить среднеквадратическое суммирование компонент упрочнения $\sqrt{\Sigma \sigma_i^2}$. В данной работе ре-

зультирующую прочность также находили таким способом суммирования. Полученные результирующие прочности для изученных состояний приведены в таблице 7. Видно, что значения результирующей прочности $\sqrt{\Sigma \sigma_i^2}$ для КК и подвергнутой РКУП стали хорошо согласуются с экспериментальными данными (таблица 2). Анализ механизмов упрочнения показал, что в УМЗ состоянии рост предела прочности стали в основном обеспечивается за счет зернограницного упрочнения

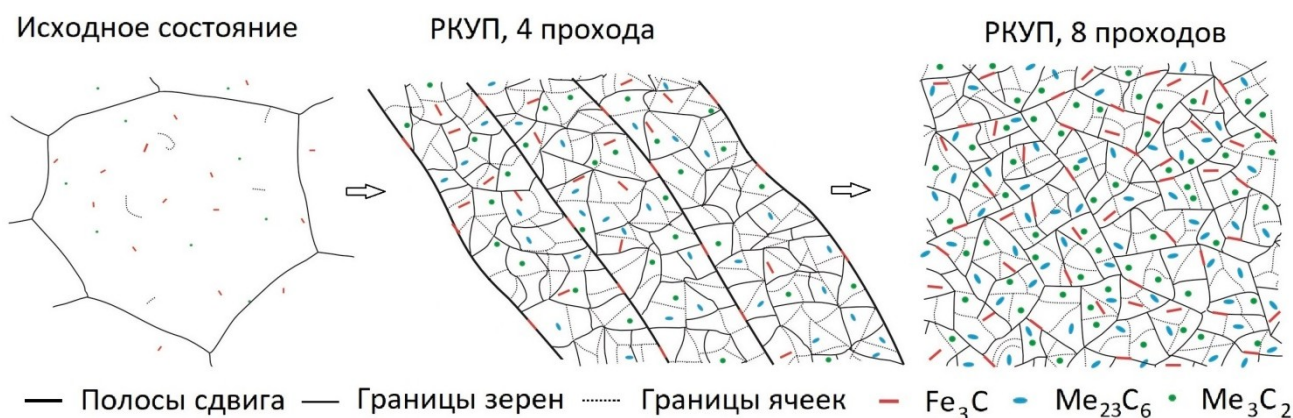


Рис. 7. Схематичное изображение трансформации структуры при формировании ультрамелкозернистого состояния в низкоуглеродистой стали
Fig. 7. Schematic representation of structure transformation during the formation of an ultrafine-grained state in low-carbon steel

Таблица 7. Вклад различных механизмов упрочнения в крупнокристаллическом и ультрамелкозернистом состояниях низкоуглеродистой стали
 Table 7. Contribution of different strengthening mechanisms in coarse-grained and ultrafine-grained states of low-carbon steel

Состояние	Рассчитанные данные, МПа					
	σ_o	σ_{gb}	$\Sigma\sigma_{pp}$	σ_{ss}	σ_d	$\sqrt{\Sigma\sigma_i^2}$
КК	50	300	268	75	88	419
РКУП, 4 прохода	50	916	222	75	366	1015
РКУП, 6 проходов	50	946	179	75	431	1059
РКУП, 8 проходов	50	951	147	75	480	1079

Примечание. σ_o – напряжение течения; σ_{gb} – зернограницная прочность; σ_{pp} – дисперсионная прочность; σ_{ss} – прочность твердого раствора; σ_d – дислокационная прочность.

Note. σ_o is yield stress; σ_{gb} is grain-boundary strengthening; σ_{pp} is precipitation strengthening; σ_{ss} is solid solution strengthening; σ_d is dislocation hardening.

σ_{gb} (таблица 7). При этом повышение вклада зернограницного упрочнения σ_{gb} при РКУП, согласно данным электронной микроскопии, реализуется в результате измельчения зеренной структуры до нанометрических размеров. Кроме того, действие дислокационного механизма упрочнения σ_d также повышает предел прочности стали благодаря росту плотности дислокаций при РКУП (таблицы 5, 7). С другой стороны, вклад упрочнения $\Sigma\sigma_{pp}$ за счет выпадения частиц понижается при формировании УМЗ структуры стали. Анализ показал, что в случае КК стали высокое значение $\Sigma\sigma_{pp}$ достигается за счет эллипсоидных частиц $Me_{23}C_6$ малого размера (таблицы 6, 7). В то же время понижение упрочнения $\Sigma\sigma_{pp}$ при РКУП объясняется ростом частиц цементита, $Me_{23}C_6$ и Me_3C_2 .

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Методом РКУП в стали сформировано высокопрочное состояние (предел прочности 1072 МПа) с удовлетворительной пластичностью (10,7 %) и скоростью коррозии (0,345 мм/год). Методами электронной микроскопии и рентгеновского рассеяния установлено, что при формировании УМЗ состояния происходит измельчение зеренной структуры до 240 нм, повышение плотности дислокаций преимущественно краевого типа, выпадение и рост преципитатов $Me_{23}C_6$ и Me_3C_2 , формирование ячеистой дислокационной структуры (понижение параметра M). В КК состоянии упрочнение стали в основном обеспечивается за счет зернограницного упрочнения и выпадения частиц (цементит, $Me_{23}C_6$) относительно малого размера. Повышение прочности УМЗ стали в основном достигается в результате измельчения зеренной структуры до нанометрического размера и роста плотности дислокаций до $3 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$. Упрочнение за счет выделений в УМЗ состоянии понижается в результате роста массовой доли и размера частиц $Me_{23}C_6$ и Me_3C_2 . Повышение скорости коррозии УМЗ стали объясняется малым размером ферритных зерен, содержащих высокую плотность зернограницных дислокаций, и наличием ячеистой структуры.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zayed E.M., Shazly M., El-Sabbagh A., El-Mahallawy N.A. Deformation behavior and properties of severe plastic deformation techniques for bulk materials: A review // Heliyon. 2023. Vol. 9. № 6. Article number e16700. DOI: [10.1016/j.heliyon.2023.e16700](https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e16700).
2. Еникеев Н.А., Абрамова М.М., Смирнов И.В., Мавлютов А.М., Ким Ю.Г., Ли Х.С., Ким Х.С. Поведение стали с пластичностью, наведенной двойникованием, при многопроходном равноканальном угловом прессовании при повышенных температурах // Физическая мезомеханика. 2024. Т. 27. № 4. С. 85–99. DOI: [10.55652/1683-805X_2024_27_4_85-99](https://doi.org/10.55652/1683-805X_2024_27_4_85-99).
3. Figueiredo R.B., Langdon T.G. Deformation mechanisms in ultrafine-grained metals with an emphasis on the Hall–Petch relationship and strain rate sensitivity // Journal of Materials Research and Technology. 2021. Vol. 14. P. 137–159. DOI: [10.1016/j.jmrt.2021.06.016](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.06.016).
4. Kasaeian-Naeini M., Sedighi M., Hashemi R. Severe plastic deformation (SPD) of biodegradable magnesium alloys and composites: A review of developments and prospects // Journal of Magnesium and Alloys. 2022. Vol. 10. № 4. P. 938–955. DOI: [10.1016/j.jma.2021.11.006](https://doi.org/10.1016/j.jma.2021.11.006).
5. Li Changsheng, Shao Zhibao, Li Kun, Peng Lianggui, Dong Jingbo. Mechanical properties and plastic deformation mechanisms of Fe–Cr–Ni–Mn–Mo–0.37/0.47 N low magnetic stainless-steel plates // Materials Chemistry and Physics. 2025. Vol. 344. Article number 131114. DOI: [10.1016/j.matchemphys.2025.131114](https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2025.131114).
6. Levitas V.I. Steady states in severe plastic deformations and microstructure at normal and high pressure // Journal of Materials Research and Technology. 2025. Vol. 36. P. 382–397. DOI: [10.1016/j.jmrt.2025.03.060](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2025.03.060).
7. Ranaware P.G. Effect of severe plastic deformation on aging kinetics of precipitation hardening 17–4 stainless steel // Materials Today: Proceedings. 2022. Vol. 62. Part 14. P. 7600–7604. DOI: [10.1016/j.matpr.2022.04.783](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.04.783).
8. Усманов Э.И., Резяпова Л.Р., Валиев Р.З. Высокопрочное состояние и механизмы упрочнения титана с ультрамелкозернистой структурой // Физиче-

- ская мезомеханика. 2023. Т. 26. № 3. С. 5–17. DOI: [10.55652/1683-805X_2023_26_3_5](https://doi.org/10.55652/1683-805X_2023_26_3_5).
9. Cho Yeongeun, Cho Hyung-Jun, Noh Han-Seop, Kim Sung-Ho, Kim Sung-Joon. Strengthening mechanism and martensite transformation behavior in grain-refined low-Ni austenitic stainless steel // *Materials Science and Engineering: A*. 2024. Vol. 916. Article number 147368. DOI: [10.1016/j.msea.2024.147368](https://doi.org/10.1016/j.msea.2024.147368).
 10. Mohd Yusuf Sh., Chen Ying, Yang Shoufeng, Gao Nong. Microstructural evolution and strengthening of selective laser melted 316L stainless steel processed by high-pressure torsion // *Materials Characterization*. 2019. Vol. 159. Article number 110012. DOI: [10.1016/j.matchar.2019.110012](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.110012).
 11. Zrník J., Kraus L., Dobatkin S.V. Influence of Thermal Condition of ECAP on Microstructure Evolution in Low Carbon Steel // *Materials Science Forum*. 2007. Vol. 558-559. Part 1. P. 611–616. DOI: [10.4028/0-87849-443-x.611](https://doi.org/10.4028/0-87849-443-x.611).
 12. Zrník J., Lapovok R., Raab G.I. Prior thermo-mechanical processing to modify structure and properties of severely deformed low carbon steel // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2014. Vol. 63. Article number 012066. DOI: [10.1088/1757-899X/63/1/012066](https://doi.org/10.1088/1757-899X/63/1/012066).
 13. Wang Jing Tao, Xu Cheng, Du Zhong Ze, Qu Guo Zhong, Langdon T.G. Microstructure and properties of a low-carbon steel processed by equal-channel angular pressing // *Materials Science and Engineering: A*. 2005. Vol. 410–411. P. 312–315. DOI: [10.1016/j.msea.2005.08.111](https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.08.111).
 14. Hajizadeh K., Kurzydowski K.J. On the possibility of fabricating fully austenitic sub-micron grained AISI 304 stainless steel via equal channel angular pressing // *Material Today Communications*. 2023. Vol. 35. Article number 105641. DOI: [10.1016/j.mtcomm.2023.105641](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.105641).
 15. Wauthier-Monnin A., Chauveau T., Castelnau O., Réglé H., Bacroix B. The evolution with strain of the stored energy in different texture components of cold-rolled IF steel revealed by high resolution X-ray diffraction // *Materials Characterization*. 2015. Vol. 104. P. 31–41. DOI: [10.1016/j.matchar.2015.04.005](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.04.005).
 16. Hao Ting, Tang Haiyin, Luo Guangnan, Wang Xianping, Liu Changsong, Fang Qianfeng. Enhancement effect of inter-pass annealing during equal channel angular pressing on grain refinement and ductility of 9Cr1Mo steel // *Materials Science and Engineering: A*. 2016. Vol. 667. P. 454–458. DOI: [10.1016/j.msea.2016.04.098](https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.04.098).
 17. Das Bakshi S., Sinha D., Ghosh Chowdhury S. Anisotropic broadening of XRD peaks of α' -Fe: Williamson–Hall and Warren–Averbach analysis using full width at half maximum (FWHM) and integral breadth (IB) // *Materials Characterization*. 2018. Vol. 142. P. 144–153. DOI: [10.1016/j.matchar.2018.05.018](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.05.018).
 18. Das S.R., Shyamal S., Shee S.K., Kömi J.I., Sahu P. X-ray line profile analysis of the deformation microstructure in a medium-grained Fe–Mn–Al–C austenitic steel // *Materials Characterization*. 2021. Vol. 172. Article number 110833. DOI: [10.1016/j.matchar.2020.110833](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110833).
 19. Schafner E., Zehetbauer M.J., Ungár T. Measurement of screw and edge dislocation density by means of X-ray Bragg profile analysis // *Materials Science and Engineering: A*. 2001. Vol. 319-321. P. 220–223. DOI: [10.1016/S0921-5093\(01\)00979-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)00979-0).
 20. Sitdikov V.D., Murashkin M.Yu., Valiev R.Z. Full-scale use of X-ray scattering techniques to characterize aged Al-2wt.%Cu alloy // *Journal of Alloys and Compounds*. 2018. Vol. 735. P. 1792–1798. DOI: [10.1016/j.jallcom.2017.11.282](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.11.282).
 21. Gubicza J., Ungár T. Characterization of defect structures in nanocrystalline materials by X-ray line profile analysis // *Zeitschrift für Kristallographie - Crystalline Materials*. 2007. Vol. 222. № 11. P. 567–579. DOI: [10.1524/zkri.2007.222.11.567](https://doi.org/10.1524/zkri.2007.222.11.567).
 22. Ungár T., Dragomir I., Révész Á., Borbély A. The contrast factors of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice // *Journal of Applied Crystallography*. 1999. Vol. 32. P. 992–1002. DOI: [10.1107/s0021889899009334](https://doi.org/10.1107/s0021889899009334).
 23. Park Soon-Dong, Kim Sung Youb, Kim Daeyong. Ab initio investigations of the interfacial bond of Fe(001)/Al(001) // *Materials Today Communications*. 2021. Vol. 26. Article number 102107. DOI: [10.1016/j.mtcomm.2021.102107](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.102107).
 24. Ren Yang, Zuo Xiaoding. Synchrotron X-Ray and Neutron Diffraction, Total Scattering, and Small-Angle Scattering Techniques for Rechargeable Battery Research // *Small Methods*. 2018. Vol. 2. № 8. Article number 1800064. DOI: [10.1002/smt.201800064](https://doi.org/10.1002/smt.201800064).
 25. Huan F., Larker R., Rubin P., Hedström P. Effect of Solute Silicon on the Lattice Parameter of Ferrite in Ductile Irons // *ISIJ International*. 2014. Vol. 54. № 1. P. 248–250. DOI: [10.2355/isijinternational.54.248](https://doi.org/10.2355/isijinternational.54.248).
 26. Mughrabi H. Dislocation wall and cell structures and long-range internal stresses in deformed metal crystals // *Acta Metallurgica*. 1983. Vol. 31. № 9. P. 1367–1379. DOI: [10.1016/0001-6160\(83\)90007-x](https://doi.org/10.1016/0001-6160(83)90007-x).
 27. Zehetbauer M. Cold work hardening in stages IV and V of F.C.C. metals – II. Model fits and physical results // *Acta Metallurgica et Materialia*. 1993. Vol. 41. № 2. P. 589–599. DOI: [10.1016/0956-7151\(93\)90089-b](https://doi.org/10.1016/0956-7151(93)90089-b).
 28. Ungár T., Révész Á., Borbély A. Dislocations and Grain Size in Electrodeposited Nanocrystalline Ni Determined by the Modified Williamson–Hall and Warren–Averbach Procedures // *Journal of Applied Crystallography*. 1998. Vol. 31. P. 554–558. DOI: [10.1107/S0021889897019559](https://doi.org/10.1107/S0021889897019559).
 29. Wu R., Zaiser M. Cell structure formation in a two-dimensional density-based dislocation dynamics model // *Journal of Materials Science: Materials Theory*. 2021. Vol. 5. Article number 3. DOI: [10.1186/s41313-020-00025-x](https://doi.org/10.1186/s41313-020-00025-x).
 30. Sauvage X., Enikeev N.A., Valiev R.Z., Nasedkina Y., Murashkin M.Yu. Atomic-scale analysis of the segregation and precipitation mechanisms in a severely deformed Al–Mg alloy // *Acta Materialia*. 2014. Vol. 72. P. 125–136. DOI: [10.1016/j.actamat.2014.03.033](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.03.033).
 31. Islamgaliev R.K., Nikitina M.A., Ganeev A.V., Sitdikov V.D. Strengthening mechanisms in ultrafine-grained ferritic/martensitic steel produced by equal channel angular pressing // *Materials Science and Engineering: A*. 2019. Vol. 744. P. 163–170. DOI: [10.1016/j.msea.2018.11.141](https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.11.141).

REFERENCES

1. Zayed E.M., Shazly M., El-Sabbagh A., El-Mahallawy N.A. Deformation behavior and properties of severe plastic deformation techniques for bulk materials: A review. *Heliyon*, 2023, vol. 9, no. 6, article number e16700. DOI: [10.1016/j.heliyon.2023.e16700](https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e16700).

2. Enikeev N.A., Abramova M.M., Smirnov I.V., Mavlyutov A.M., Kim J.G., Lee C.S., Kim H.S. Performance of twinning-induced plasticity steel processed by multipass equal channel angular pressing at high temperatures. *Physical mesomechanics*, 2024, vol. 27, no. 6, pp. 698–709. DOI: [10.1134/S1029959924060079](https://doi.org/10.1134/S1029959924060079).
3. Figueiredo R.B., Langdon T.G. Deformation mechanisms in ultrafine-grained metals with an emphasis on the Hall–Petch relationship and strain rate sensitivity. *Journal of Materials Research and Technology*, 2021, vol. 14, pp. 137–159. DOI: [10.1016/j.jmrt.2021.06.016](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.06.016).
4. Kasaeian-Naeini M., Sedighi M., Hashemi R. Severe plastic deformation (SPD) of biodegradable magnesium alloys and composites: A review of developments and prospects. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2022, vol. 10, no. 4, pp. 938–955. DOI: [10.1016/j.jma.2021.11.006](https://doi.org/10.1016/j.jma.2021.11.006).
5. Li Changsheng, Shao Zhibao, Li Kun, Peng Lianggui, Dong Jingbo. Mechanical properties and plastic deformation mechanisms of Fe–Cr–Ni–Mn–Mo–0.37/0.47 N low magnetic stainless-steel plates. *Materials Chemistry and Physics*, 2025, vol. 344, article number 131114. DOI: [10.1016/j.matchemphys.2025.131114](https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2025.131114).
6. Levitas V.I. Steady states in severe plastic deformations and microstructure at normal and high pressure. *Journal of Materials Research and Technology*, 2025, vol. 36, pp. 382–397. DOI: [10.1016/j.jmrt.2025.03.060](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2025.03.060).
7. Ranaware P.G. Effect of severe plastic deformation on aging kinetics of precipitation hardening 17–4 stainless steel. *Materials Today: Proceedings*, 2022, vol. 62, part 14, pp. 7600–7604. DOI: [10.1016/j.matpr.2022.04.783](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.04.783).
8. Usmanov E.I., Rezyapova L.R., Valiev R.Z. High-strength state and strengthening mechanisms of ultrafine-grained titanium. *Physical Mesomechanics*, 2023, vol. 26, no. 5, pp. 483–494. DOI: [10.1134/s1029959923050016](https://doi.org/10.1134/s1029959923050016).
9. Cho Yeongeun, Cho Hyung-Jun, Noh Han-Seop, Kim Sung-Ho, Kim Sung-Joon. Strengthening mechanism and martensite transformation behavior in grain-refined low-Ni austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2024, vol. 916, article number 147368. DOI: [10.1016/j.msea.2024.147368](https://doi.org/10.1016/j.msea.2024.147368).
10. Mohd Yusuf Sh., Chen Ying, Yang Shoufeng, Gao Nong. Microstructural evolution and strengthening of selective laser melted 316L stainless steel processed by high-pressure torsion. *Materials Characterization*, 2019, vol. 159, article number 110012. DOI: [10.1016/j.matchar.2019.110012](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.110012).
11. Zrník J., Kraus L., Dobatkin S.V. Influence of Thermal Condition of ECAP on Microstructure Evolution in Low Carbon Steel. *Materials Science Forum*, 2007, vol. 558-559, part 1, pp. 611–616. DOI: [10.4028/0-87849-443-x.611](https://doi.org/10.4028/0-87849-443-x.611).
12. Zrník J., Lapovok R., Raab G.I. Prior thermo-mechanical processing to modify structure and properties of severely deformed low carbon steel. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2014, vol. 63, article number 012066. DOI: [10.1088/1757-899X/63/1/012066](https://doi.org/10.1088/1757-899X/63/1/012066).
13. Wang Jing Tao, Xu Cheng, Du Zhong Ze, Qu Guo Zhong, Langdon T.G. Microstructure and properties of a low-carbon steel processed by equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 2005, vol. 410–411, pp. 312–315. DOI: [10.1016/j.msea.2005.08.111](https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.08.111).
14. Hajizadeh K., Kurzydowski K.J. On the possibility of fabricating fully austenitic sub-micron grained AISI 304 stainless steel via equal channel angular pressing. *Material Today Communications*, 2023, vol. 35, article number 105641. DOI: [10.1016/j.mtcomm.2023.105641](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.105641).
15. Wauthier-Monnin A., Chauveau T., Castelnau O., Réglé H., Bacroix B. The evolution with strain of the stored energy in different texture components of cold-rolled IF steel revealed by high resolution X-ray diffraction. *Materials Characterization*, 2015, vol. 104, pp. 31–41. DOI: [10.1016/j.matchar.2015.04.005](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.04.005).
16. Hao Ting, Tang Haiyin, Luo Guangnan, Wang Xianping, Liu Changsong, Fang Qianfeng. Enhancement effect of inter-pass annealing during equal channel angular pressing on grain refinement and ductility of 9Cr1Mo steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, vol. 667, pp. 454–458. DOI: [10.1016/j.msea.2016.04.098](https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.04.098).
17. Das Bakshi S., Sinha D., Ghosh Chowdhury S. Anisotropic broadening of XRD peaks of α' -Fe: Williamson–Hall and Warren–Averbach analysis using full width at half maximum (FWHM) and integral breadth (IB). *Materials Characterization*, 2018, vol. 142, pp. 144–153. DOI: [10.1016/j.matchar.2018.05.018](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.05.018).
18. Das S.R., Shyamal S., Shee S.K., Kömi J.I., Sahu P. X-ray line profile analysis of the deformation microstructure in a medium-grained Fe–Mn–Al–C austenitic steel. *Materials Characterization*, 2021, vol. 172, article number 110833. DOI: [10.1016/j.matchar.2020.110833](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110833).
19. Schafler E., Zehetbauer M.J., Ungár T. Measurement of screw and edge dislocation density by means of X-ray Bragg profile analysis. *Materials Science and Engineering: A*, 2001, vol. 319-321, pp. 220–223. DOI: [10.1016/S0921-5093\(01\)00979-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)00979-0).
20. Sitdikov V.D., Murashkin M.Yu., Valiev R.Z. Full-scale use of X-ray scattering techniques to characterize aged Al-2wt.%Cu alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 2018, vol. 735, pp. 1792–1798. DOI: [10.1016/j.jallcom.2017.11.282](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.11.282).
21. Gubicza J., Ungár T. Characterization of defect structures in nanocrystalline materials by X-ray line profile analysis. *Zeitschrift für Kristallographie – Crystalline Materials*, 2007, vol. 222, no. 11, pp. 567–579. DOI: [10.1524/zkri.2007.222.11.567](https://doi.org/10.1524/zkri.2007.222.11.567).
22. Ungár T., Dragomir I., Révész Á., Borbély A. The contrast factors of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice. *Journal of Applied Crystallography*, 1999, vol. 32, pp. 992–1002. DOI: [10.1107/s0021889899009334](https://doi.org/10.1107/s0021889899009334).
23. Park Soon-Dong, Kim Sung Youb, Kim Daeyong. Ab initio investigations of the interfacial bond of Fe(001)/Al(001). *Materials Today Communications*, 2021, vol. 26, article number 102107. DOI: [10.1016/j.mtcomm.2021.102107](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.102107).
24. Ren Yang, Zuo Xiaoding. Synchrotron X-Ray and Neutron Diffraction, Total Scattering, and Small-Angle Scattering Techniques for Rechargeable Battery Research. *Small Methods*, 2018, vol. 2, no. 8, article number 1800064. DOI: [10.1002/smt.18000064](https://doi.org/10.1002/smt.18000064).
25. Huyen F., Larker R., Rubin P., Hedström P. Effect of Solute Silicon on the Lattice Parameter of Ferrite in Ductile Irons. *ISIJ International*, 2014, vol. 54, no. 1, pp. 248–250. DOI: [10.2355/isijinternational.54.248](https://doi.org/10.2355/isijinternational.54.248).
26. Mughrabi H. Dislocation wall and cell structures and long-range internal stresses in deformed metal crystals. *Acta Metallurgica*, 1983, vol. 31, no. 9, pp. 1367–1379. DOI: [10.1016/0001-6160\(83\)90007-x](https://doi.org/10.1016/0001-6160(83)90007-x).

27. Zehetbauer M. Cold work hardening in stages IV and V of F.C.C. metals – II. Model fits and physical results. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1993, vol. 41, no. 2, pp. 589–599. DOI: [10.1016/0956-7151\(93\)90089-b](https://doi.org/10.1016/0956-7151(93)90089-b).
28. Ungár T., Révész Á., Borbély A. Dislocations and Grain Size in Electrodeposited Nanocrystalline Ni Determined by the Modified Williamson–Hall and Warren–Averbach Procedures. *Journal of Applied Crystallography*, 1998, vol. 31, pp. 554–558. DOI: [10.1107/S0021889897019559](https://doi.org/10.1107/S0021889897019559).
29. Wu R., Zaiser M. Cell structure formation in a two-dimensional density-based dislocation dynamics model. *Journal of Materials Science: Materials Theory*, 2021, vol. 5, article number 3. DOI: [10.1186/s41313-020-00025-x](https://doi.org/10.1186/s41313-020-00025-x).
30. Sauvage X., Enikeev N.A., Valiev R.Z., Nasedkina Y., Murashkin M.Yu. Atomic-scale analysis of the segregation and precipitation mechanisms in a severely deformed Al–Mg alloy. *Acta Materialia*, 2014, vol. 72, pp. 125–136. DOI: [10.1016/j.actamat.2014.03.033](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.03.033).
31. Islamgaliev R.K., Nikitina M.A., Ganeev A.V., Sitdikov V.D. Strengthening mechanisms in ultrafine-grained ferritic/martensitic steel produced by equal channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, vol. 744, pp. 163–170. DOI: [10.1016/j.msea.2018.11.141](https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.11.141).

UDC 691.714, 539.26

doi: 10.18323/2782-4039-2025-3-73-4

Microstructure, properties and strengthening mechanisms of low-carbon steel subjected to equal-channel angular pressing

Andrey V. Malinin^{*1,3}, PhD (Engineering),

Deputy General Director for Research

Vil D. Sitdikov^{1,4}, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics),
senior expert

Yuri A. Lebedev², PhD (Physics and Mathematics),
senior researcher

¹LLC RN-BashNIPIneft, Ufa (Russia)

²Institute of Physics of Molecules and Crystals of Ufa Federal Research Center of RAS, Ufa (Russia)

*E-mail: MalininAV@bnipi.rosneft.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1185-5648>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9948-1099>

Received 22.07.2025

Revised 29.07.2025

Accepted 20.08.2025

Abstract: In the work, an ultrafine-grained (UFG) state was formed in a low-carbon steel by equal-channel angular pressing (ECAP) (8 passes, 200 °C), demonstrating high mechanical properties (yield strength is 1021 MPa, tensile strength is 1072 MPa, ductility is 10.7 %) along with satisfactory corrosion resistance (0.345 mm/year). To explain the reasons for improvement of strength properties and changes in corrosion properties, UFG steel microstructure was analysed using electron microscopy and X-ray scattering methods. Specifically, electron microscopy methods revealed structural refinement of ECAP-processed steel, resulting in the formation of equiaxed grains averaged ~240 nm in size. Modified Williamson–Hall and Warren–Averbach X-ray procedures were applied to find the patterns of changes in coherent scattering domains size, density ρ and fraction f_s of screw-type dislocations, effective outer cut-off radius R_e of dislocations and some other parameters of low-carbon steel depending on a number of ECAP passes (degree of deformation). X-ray diffraction analysis and small-angle X-ray scattering methods were used to determine evolution trends of mass fraction, size and morphology of various precipitates depending on the number of ECAP passes. Based on the obtained data, a model of microstructure transformation during UFG state formation in steel was proposed. Furthermore, strengthening mechanisms of both coarse-grained and UFG steels were discussed. It was found that in initial state, steel strength was primarily ensured by grain-boundary strengthening and precipitation of small Me_{23}C_6 and Me_3C_2 precipitates. It was shown that during UFG structure formation, steel strength increases due to grain-boundary strengthening and dislocation density increase. The contribution of precipitates in the UFG state to the strengthening decreases and this is due to their growth during ECAP processing. It was found that an increase in corrosion rate of UFG steel results from a decrease in ferrite grain size, an increase in grain-boundary dislocations density and a cellular structure formation.

Keywords: low-carbon steel; ferrite; equal-channel angular pressing; ultrafine-grained structure; microstructure; strengthening mechanisms; X-ray diffraction analysis; corrosion rate; small-angle X-ray scattering.

Acknowledgments: The authors express their gratitude to PJSC Rosneft Oil Company and LLC RN-BashNIPIneft for the opportunity to conduct the research. The authors also thank A.I. Voloshin, Doctor of Sciences (Chemistry), Yu.B. Lind, PhD (Physics and Mathematics), and N.R. Yarkeeva, PhD (Engineering) (LLC RN-BashNIPIneft) for discussing the results obtained and valuable comments during the preparation of the paper.

For citation: Malinin A.V., Sitdikov V.D., Lebedev Yu.A. Microstructure, properties and strengthening mechanisms of low-carbon steel subjected to equal-channel angular pressing. *Frontier Materials & Technologies*, 2025, no. 3, pp. 51–65. DOI: 10.18323/2782-4039-2025-3-73-4.