ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «БЕЛГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Однобокова Марина Викторовна

УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТЫЕ СТРУКТУРЫ ДЕФОРМАЦИОННОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ И СВОЙСТВА МЕТАСТАБИЛЬНЫХ АУСТЕНИТНЫХ СТАЛЕЙ

Специальность: 01.04.07

Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Научный руководитель: доктор физико-математических наук Беляков А.Н.

БЕЛГОРОД – 2019

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Аустенитные коррозионностойкие хромоникелевые стали – один из наиболее востребованных классов конструкционных материалов, которые нашли широкое применение в различных отраслях промышленности благодаря высокой пластичности, ударной вязкости и хорошей свариваемости. Общим недостатком аустенитных сталей с рекристаллизованной структурой после традиционной обработки является низкий предел текучести (200 - 250 МПа). Аустенитные стали имеют низкую или среднюю энергию дефекта упаковки и, как следствие, пластическая деформация сопровождается повышением плотности дислокаций, а развитие как статической, так и динамической рекристаллизации позволяет получить однородную структуру с регламентированным размером зерна, включая нанометровый диапазон. Соответственно, прочность аустенитных сталей может быть повышена за счет дислокационного и/или структурного упрочнения. Совмещение дислокационного и структурного упрочнения при использовании больших пластических деформаций при температуре ниже 0,4 Тпл дает возможность многократно повысить прочность аустенитных сталей. Актуальной задачей, которая решается в данной работе, является разработка механизмов формирования ультрамелкозернистой структуры с высокой плотностью дислокаций и механизмов упрочнения аустенитных коррозионностойких сталей в процессе больших пластических деформаций.

B тоже время, сильнодеформированные аустенитные стали С нанокристаллической структурой демонстрируют низкую пластичность при комнатной ограничивает температуре, ЧТО существенно возможность ИХ применения. Пластичность аустенитных сталей может практического быть частично восстановлена за счет последующей термической обработки при температурах ниже температуры прерывистой рекристаллизации, что позволяет получить ультрамелкозернистую структуру в результате развития непрерывной с такой структурой демонстрируют рекристаллизации. Стали оптимальное сочетание прочности и пластичности.

На момент постановки задачи исследования как механизмы упрочнения, обеспечивающие высокую прочность аустенитных коррозионностойких сталей, так и закономерности эволюции ультрамелкозернистой структуры в процессе прокатки и отжига оставались неясными. Адекватный анализ влияния микроструктурных изменений на эволюцию текстуры в метастабильных аустенитных сталях, холодная

пластическая деформация которых сопровождается мартенситным превращением, требовал проведения дополнительных систематических исследований. Для выявления этой предметом зависимости исследования должна быть не макротекстура, а локальная микротекстура в масштабах отдельного структурного элемента или группы зерен.

Актуальность работы обусловлена ее вкладом в понимание природы ультрамелкозернистой формирования структуры В аустенитных коррозионностойких сталях в процессе прокатки при температурах менее 0,4Тпл, а также последующего отжига. Изучение кинетики измельчения структуры в процессе холодной и теплой прокатки позволило оценить вклад различных механизмов упрочнения в предел текучести. Отдельное внимание было уделено влиянию γ→α' и α'→γ превращений на эволюцию микротекстуры. Результаты работы могут быть использованы в качестве научной основы при разработке режимов механико-термической обработки с целью существенного улучшения механических свойств аустенитных коррозионностойких сталей.

Цель диссертационной работы: установить закономерности и механизмы формирования ультрамелкозернистой структуры в аустенитных коррозионностойких сталях в условиях холодной и теплой прокатки при температурах 25°C и 300°C, соответственно, и последующего отжига, а также определить механизмы упрочнения, ответственные за высокие прочностные характеристики этих материалов.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Установить влияние температуры и степени обжатия при прокатке на структурные и текстурные изменения в аустенитных коррозионностойких сталях.

2. Установить влияние температуры отжига на механизмы формирования ультрамелкозернистой структуры в аустенитных коррозионностойких сталях, подвергнутым большим пластическим деформациям.

3. Установить связь между механизмами структурных изменений и формированием текстуры в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе холодной и теплой прокатки и последующего отжига.

4. Установить влияние холодной и теплой прокатки, а также последующего отжига на механические и коррозионные свойства аустенитных коррозионностойких сталей.

Научная новизна:

1. Установлены особенности формирования структуры в метастабильных коррозионностойких сталях в процессе холодной и теплой аустенитных деформации при температурах 0,18 Тпл и 0,35 Тпл, соответственно. Показано, что измельчения зерен описывается модифицированным кинетика уравнением Джонсона-Мела-Аврами-Колмогорова, основе которого предложено на соотношение для расчета среднего размера зерен в аустените и мартенсите.

2. Показано, аустенитных коррозионностойких что В сталях, отличающихся химическим составом, зависимость удельного объема мартенсита деформации от степени деформации описывается сигмоидальной функцией Олсона и Когена. Установлено, существование критической степени холодной деформации, выше которой доля мартенсита не увеличивается. Для стали 03X19H10 критическая деформация е = 3, после которой удельный объем мартенсита составляет около 80%, что близко к термодинамически равновесному объему феррита. Для стали 03X17H12M2 критическая деформация е = 2, при которой удельный объем мартенсита составляет 25%, что почти в 3 раза меньше равновесного значения удельного объема феррита.

3. Установлено, что холодная и теплая прокатка приводят к развитию в аустените сильной текстурной компоненты Латунь ({110} <112>) и S ({123} <634>) на фоне сравнительно слабой компоненты Госс ({110}<001>), что обусловлено развитием деформационного двойникования и фомированием полос сдвига. Текстура мартенсита деформации характеризуется γ -волокном (<111>||HH) с сильной компонентой F ({111}<112>) в интервале истинных степеней деформации 1-2, когда наблюдается резкое увеличение доли мартенсита. Появлению этой текстурной компоненты способствует сдвиговое превращение аустенита с ориентацией Латуни по ориентационным соотношениям Курдюмова-Закса и Нишиямы-Вассерманна. С увеличением степени прокатки в мартенсите усиливается текстурная компонента I* ({223}<110>), которая связанна с дислокационным скольжением в ОЦК - решетке. Ее доля растет быстрее при замедлении мартенситного превращения.

4. Последеформационный отжиг после больших обжатий при прокатке приводит к ослаблению текстуры деформации, особенно компоненты Латуни без качественного изменения других основных текстурных компонент. Это связано, вопервых, с развитием непрерывной рекристаллизации, когда растут кристаллиты,

сформированные при предшествующей деформации без зарождения новых ориентировок, а во-вторых с обратным мартенситным превращением в соответствии с ориентационными соотношениями Курдюмова-Закса и Нишиямы-Вассерманна, в результате которого мартенсит с ориентацией I* ({223}<110>) преимущественно трансформируется в аустенит с ориентацией близкой к текстурной компоненте Госс.

5. Показано, что предел текучести аустенитных коррозионностойких сталей после холодной прокатки может быть выражен модифицированным уравнением Холла-Петча, учитывающим вклады от аустенита и мартенсита в соответствии с их объемными долями.

Практическая значимость:

Комплексные исследования влияния холодной И теплой прокатки С последующим отжигом на формирование ультрамелкозернистой структуры и механические свойства, могут быть использованы для прогнозирования структуры и свойств аустенитных коррозионностойких сталей, подвергнутых механикотермической обработке. а также при разработке технологии получения полуфабрикатов из аустенитных коррозионностойких сталей, обеспечивающей необходимое сочетание механических свойств. Получен патент на изобретение «Способ получения высокопрочного проката аустенитной нержавеющей стали с наноструктурой» (патент РФ № 2611252 от 13.10.2015).

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Закономерности и механизмы формирования ультрамелкозернистой структуры в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе холодной и теплой прокатки при 25°C и 300°C, соответственно, а также последующего отжига в интервале температур 600 - 800°C.

2. Влияние механизмов структурных изменений на эволюцию текстуры в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе холодной и теплой прокатки, а также последующего отжига.

3. Влияние ультрамелкозернистой структуры, формирующейся в процессе холодной и теплой прокатки, а также последующего отжига, на механические и коррозионные свойства аустенитных коррозионностойких сталей.

Апробация работы. Результаты диссертационной работы обсуждались на многочисленных российских и международных конференциях, таких как: 8^{th} International conference on processing and manufacturing of advanced materials,

ТНЕRМЕС'2013 (США, г. Лас-Вегас, 2 – 6 декабря 2013 г.); XV Международная металловедов - молодых ученых школа-семинар (Россия. уральская Г. Екатеринбург, 8 – 12 декабря 2014 г.); 6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, NANOSPD6 (Франция, г. Метц, 30 июня – 4 июля 2014 г.); Frontiers in Materials Processing Applications, Research and Technology, FIMPART'15 (Индия, г. Хайдарабад, 12 – 15 июня 2015 г.); 11-ая Международная научно-техническая конференция «Современные металлические материалы и технологии» (Россия, г. Санкт-Петербург, 23-27 июня 2015 г.); 12th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials, ICSAM-2015 (Япония, г. Токио, 7 – 11 сентября 2015 г.); XV International conference on intergranular and interphase boundaries in materials, iib-2016 (Россия, г. Москва, 23-27 мая 2016 г.); 9th International conference on processing and manufacturing of advanced materials, ТНЕRМЕС'2016 (Австрия, г. Грац, 29 мая – 3 июня 2016 г.); Эволюция дефектных структур в конденсированных средах, ЭДС – 2016 (Россия, г. Барнаул, 12 – 17 сентября 2016 г.); XVII Международная уральская школа-семинар металловедов молодых ученых (Россия, г. Екатеринбург, 5 – 9 декабря 2016 г.); Frontiers in Materials Processing Applications, Research and Technology, FIMPART'17 (Франция, г. Бордо, 9 – 12 июля 2017 г.); European Congress and Exhibition on Advanced Materials and Processes, EUROMAT 2017 (Греция, г. Салоники, 17-22 сентября 2017 г.); Международная конференция «Перспективные материалы с иерархической структурой для новых технологий и надежных конструкций» (Россия, г. Томск, 9-13 октября 2017 г.)

Публикации. Основное содержание работы представлено в 12 научных публикациях, входящих в перечень ВАК. Получен 1 патент РФ (RU № 2611252 от 13.10.2015).

Вклад автора. Личный вклад соискателя состоит в проведении экспериментов, обработке и анализе полученных результатов, представлении докладов на научных конференциях. Постановка цели и задач исследования, обсуждение полученных результатов, формулировка основных положений и выводов, а также подготовка статей проведены совместно с научным руководителем Беляковым А.Н.

Структура и объем диссертационной работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, основных результатов и выводов, а также списка литературы из 185 наименований. Основная часть работы изложена на 144 страницах, содержит 80 рисунков и 13 таблиц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

ВО ВВЕДЕНИИ обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цель и задачи, представлена научная новизна и практическая значимость полученных результатов, изложены основные положения, выносимые на защиту.

В ПЕРВОЙ ГЛАВЕ приведен обзор литературных данных по влиянию легирующих элементов на фазовый состав аустенитных коррозионностойких сталей. Рассмотрены структурные изменения в аустенитных сталях в процессе деформационной обработки при температурах ниже 0,4 Тпл. Рассмотрены нагреве процессы, аустенитных идущие при В сталях, подвергнутых деформационной обработке. Приведены современные представления о влиянии деформации и отжига на формирование текстуры в ГЦК и ОЦК металлах. На основе представленного аналитического обзора поставлены цели и задачи исследования.

ВО ВТОРОЙ ГЛАВЕ обоснован выбор материала, и изложены методики исследований. В качестве материала исследования были выбраны две аустенитные коррозионностойкие стали 03Х19Н10 (AISI 304L) и 03Х17Н12М2 (AISI 316L), отличающиеся энергией дефекта упаковки. Из слитков были получены прутки квадратного сечения 30 × 30 мм² в результате проведения горячей ковки при температуре 1100°С до истинной деформации е ~ 0,5 (e = ln (h_0 / h_k), где h_0 , h_k – начальная и конечная толщина стального листа). После горячей ковки был проведен высокотемпературный отжиг при температуре 1100°С в течение 30 минут с последующим охлаждением в воду. Эти слитки рассматриваются в данной работе как исходный материал. В качестве способа деформационной обработки была выбрана листовая прокатка, которую проводили при комнатной температуре (холодная прокатка) и температуре 300°С (теплая прокатка) на реверсивном двухвалковом прокатном стане фирмы HANKOK M-TECH INDUSTRIES CO LTD до истинных деформаций е = 0,5; 1; 2 и 3. В качестве способа последующей термической обработки был выбран отжиг в интервале температур 600 - 800°С в течение 30 минут, 1 часа и 2 часов.

Для определения доли γ-Fe и α-Fe в сталях после прокатки и отжига, проводили измерения с помощью ферритометра модели Fisher Feritscope FMP30, а также рентгеноструктурные исследования на дифрактометре Rigaku Ultima IV.

Микроструктурные исследования проводили с помощью растровых электронных микроскопов Quanta Nova Nanosem 450 и Quanta 600 FEG 3D,

детектором для автоматического анализа дифракции обратнооснащенных (EBSD - анализ). По EBSD рассеянных электронов картам с помощью программного обеспечения TSL OIM Analysis строили функции распределения ориентировок (ФРО) и определяли средний размер зерен. Тонкую структуру исследовали с помощью просвечивающего электронного микроскопа Jeol JEM-2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ. С помощью просвечивающей электронной микроскопии оценивали плотность решеточных дислокаций И кристаллографические ориентировки кристаллитов. Плотность решеточных дислокаций определяли по точкам выхода дислокаций на поверхность фольги, используя формулу $\rho = N/2F$, где N – число выходов дислокаций на поверхность, площадь которой равна F. Разориентировку между кристаллитами определяли с помощью линий Кикучи на изображениях микродифракции, которые были получены в сходящемся электронном пучке.

Механические испытания на растяжение проводили при комнатной температуре в соответствии с ГОСТ 1497-84 на универсальной испытательной машине Instron 5882. Микротвердость по Виккерсу измеряли с помощью твердомера 402MVD Instron Wolpert Wilson Instruments согласно ГОСТ 2999 – 75.

Исследования проводились на оборудовании центра коллективного пользования «Технологии и Материалы» ФГАОУ ВО НИУ «БелГУ».

В ТРЕТЬЕЙ ГЛАВЕ рассмотрены закономерности формирования ультрамелкозернистой структуры в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе холодной и теплой прокатки, а также последующего отжига.

Показано, что в процессе холодной и теплой прокатки до относительно небольших степеней деформации (е = 0,5) происходит вытягивание зерен вдоль направления прокатки, а внутри зерен аустенита появляются субзеренные границы деформационного происхождения с малоугловой разориентировкой (рис. 1). Появление субзеренных границ связано с различием действующих систем скольжения в различных участках исходных зерен. Кроме того, на ранних стадиях холодной деформации развивается деформационное двойникование, которое приводит к фрагментации исходных аустенитных зерен двойниковыми границами (угол разориентировки около 60°). В процессе теплой прокатки двойникование развивается при более высокой степени деформации (е = 1). Холодная прокатка сопровождается фазовым \rightarrow α' превращением. Сталь 03X17H12M2 γ характеризуется более медленной кинетикой мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения,

чем сталь 03Х19Н10. На промежуточных степенях холодной и теплой деформации (e = 1 и e = 2) в структуре сталей формируются микрополосы сдвига. Места пересечения микрополос сдвига и двойников деформации служат местами предпочтительного зарождения мартенсита деформации. Вытягивание зерен и развитие микрополос сдвига под углом 30° к направлению прокатки приводят к формированию волнистой микроструктуры при больших степенях деформации.



Рисунок 1 – Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 03Х19Н10 после холодной (ХП) и теплой (ТП) прокатки до истинной деформации е = 0,5 и е = 1. Черные, белые и красные линии соответствуют большеугловым, малоугловым и двойниковым границам (Σ3), соответственно. Обратные полюсные фигуры показаны для направления нормали к плоскости прокатки (НН)

После холодной прокатки до $\varepsilon = 3$ формируется ультрамелкозернистая структура состоящая из аустенитных (γ) и мартенситных (α') зерен со средним размером 100 γ / 115 α' нм и 150 γ / 100 α' нм в сталях 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2, соответственно (рис. 2). После теплой прокатки до е = 3 формируется ультрамелкозернистая структура со средним размером зерен аустенита 260 нм и 160 нм в сталях 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2, соответственно (рис. 2).

Влияние степени деформации на долю мартенсита деформации можно описать с помощью сигмоидальной зависимости Олсона и Когена (рис. 3):

$$F_{\rm M} = 1 - \exp(-B(1 - \exp(-A e))^{\rm n})$$
 (1)

где B, A и n – коэффициенты. Для исследуемых сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 были получены следующие коэффициенты B = 1,7; A = 1,2; n = 4 и B = 0,3; A = 1,8; n = 4, соответственно.



Рисунок 2 – Микроструктура аустенитных коррозионностойких сталей 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2 после холодной (ХП) и теплой (ТП) прокатки до истинной деформации е = 3. Черные, белые и красные линии соответствуют большеугловым, малоугловым и двойниковым границам (Σ3), соответственно. Обратные полюсные фигуры показаны для направления нормали к плоскости прокатки (НН)

В исходном состоянии распределение зерен по размерам описывается кривой нормального распределения. Так как ультрамелкозернистая структура формируется непрерывно в процессе деформации, следовательно, в сильно деформированном состоянии распределение зерен по размерам также аппроксимируется кривой нормального распределения, которая ограничивает размер зерен в интервале от 0,05 до 0,5 мкм после холодной прокатки до e = 3 и в интервале от 0,05 до 1 мкм после теплой прокатки до e = 3. Таким образом, в случае холодной прокатки за ультрамелкие зерна были приняты зерна с размером менее 0,5 мкм, а в случае теплой прокатки с размером менее 1 мкм.

Показано, что кинетика измельчения зерен в процессе холодной и теплой прокатки, аналогична кинетике динамической рекристаллизации в условиях горячей деформации, и подчиняется модифицированному уравнению Джонсона – Мела – Аврами – Колмогорова (Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov, JMAK), а именно:

$$F_{yM3} = 1 - \exp(-ke^n),$$
 (2)

где F_{УМЗ} - доля ультрамелких зерен; е – истинная деформация; k и n - постоянные, которые зависят от материала и условий деформационной обработки.



Рисунок 3 – Влияние истинной деформации на долю мартенсита деформации (F_M) в аустенитных коррозионностойких сталях 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2

Приняв удельные доли площадей зерен с размером менее 0,5 мкм в случае холодной прокатки и менее 1 мкм в случае теплой прокатки за долю ультрамелких зерен (F_{УM3}), кинетика измельчения зерен в исследуемых сталях была описана с помощью уравнения (2) и определены коэффициенты k и n (рис. 4).

Предполагая, что новые ультрамелкие зерна с размером D_{УМЗ} формируются в микроструктуре с исходным размером зерна D₀, средний размер зерен D, полученный в процессе прокатки до различных истинных

деформаций (е), был выражен следующим уравнением:

$$\mathbf{D} = ((1 - F_{\rm YM3}) \mathbf{D}_0^{-2} + F_{\rm YM3} \mathbf{D}_{\rm YM3}^{-2})^{-0.5}.$$
 (3)

Подставив долю ультрамелких зерен (F_{УМЗ}) из уравнения (2) в уравнение (3), средний размер зерен составляет:

$$D = D_{\rm YM3} \left(1 + \left(\left(D_{\rm YM3} / D_0 \right)^2 - 1 \right) \exp \left(-k \, \epsilon^n \right) \right)^{-0.5}. \tag{4}$$

Средний размер ультрамелких зерен (D_{УМ3}), формирующихся в процессе холодной прокатки, то есть тех, которые имеют размер менее 0,5 мкм, с

увеличением степени деформации стремится к 100 нм. В свою очередь средний размер ультрамелких зерен $(D_{YM3}),$ формирующихся процессе В теплой прокатки, то есть тех, которые имеют размер менее 1 увеличением МКМ, С степени деформации стремится к 150 нм. Таким образом, средний размер зерен (D) был рассчитан по формуле 4, приняв $D_{YM3} = 100$ нм в случае холодной прокатки и D_{УМ3} = 150 нм в случае теплой



Рисунок 4 – Зависимость доли ультрамелких зерен (F_{УM3}) от истинной деформации (е) в процессе холодной

(XП) и теплой прокатки (ТП) аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2

прокатки, пренебрегая величиной $(D_{yM3}/D_0)^2$ как пренебрежимо малым значением. Изменение среднего размера зерен в процессе холодной и теплой прокатки показано пунктирными линиями на рисунке 5 вместе с экспериментальными значениями размеров зерен аустенита и мартенсита в аустенитных коррозионностойких сталях 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2.



Рисунок 5 – Влияние истинной деформации на средний размер зерен в аустенитных коррозионностойких сталях 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2, подвергнутых холодной (ХП) и теплой прокатке (ТП)

Отжиг холоднокатаных сталей при температурах 500°C выше приводит К обратному фазовому $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращению. Отжиг при температурах ниже 700°С не приводит полному К обратному превращению. После отжига 600°C при микроструктура остается двухфазной как В стали 03Х19Н10 (65% - аустенит и 35% - мартенсит деформации), так и в стали 03Х17Н12М2 (85%) аустенит и 15% -мартенсит деформации). Отжиг при этой температуре

сопровождается непрерывной рекристаллизацией, как в холоднокатаных, так и теплокатаных сталях. Нагрев до 700°С приводит полному превращению мартенсита деформации в холоднокатаных образцах в аустенит. Кроме того при температуре отжига 700°С более активно протекает непрерывная статическая рекристаллизация. Рекристаллизованные зерна формируются в виде цепочек из ультрамелких зерен на границах сильно вытянутых вдоль направления прокатки зерен, а также в микрополосах сдвига. Ультрамелкозернистая структура с размером зерен менее 1 мкм сохраняется после отжига при 700°С в исследуемых сталях, подвергнутых как холодной, так и теплой прокатке. Следует также отметить, что некоторые отожженные зерна характеризуются высокой плотностью дислокаций (рис. 6). Эта особенность отличает настоящую микроструктуру от микроструктуры, полученной результате первичной рекристаллизации ПО прерывистому механизму В

(прерывистая рекристаллизация). При дальнейшем повышении температуры отжига 800°C собирательная ЛО развивается рекристаллизация/нормальный рост зерен в обеих Сталь 03X17H12M2 сталях. характеризуется более медленной кинетикой рекристаллизации в интервале температур 700-800°C.

В ЧЕТВЕРТОЙ ГЛАВЕ рассмотрено влияние механизмов структурообразования на текстуры ЭВОЛЮЦИЮ В аустенитных коррозионностойких сталях В процессе теплой прокатки, холодной И а также последующего отжига. Так как в процессе холодной В прокатки аустенитных 03X19H10 коррозионностойких сталях И 03X17H12M2 протекает мартенситное исследование текстуры превращение, проводили для двух фаз аустенита и мартенсита. Схематическое представление ФРО основных текстурных компонент для аустенита и мартенсита приведено на рисунке



Рисунок 6 – Тонкая структура аустенитной коррозионностойкой стали 03X19H10 после теплой прокатки до e=3 и последующего отжига при температуре 700°С в течение 30 минут. Цифры указывают разориентировку границ в градусах

7а. После холодной прокатки текстура аустенита обеих сталей характеризуется формированием повышенной плотности ориентаций вдоль α – волокна и γ – волокна (рис. 7б). α – волокно характеризуется двумя отличительными максимумами интенсивностей вблизи текстурной компоненты Латунь ({110} <112>) и текстурной компоненты Госс ($\{110\} < 001>$), которые появляются в обеих сталях при относительно небольших деформациях и усиливаются с увеличением степени деформации. у – волокно с максимумами интенсивностей, которые соответствуют текстурным компонентам Е ({111} <110>) и F ({111} <112>), быстро развивается на промежуточных степенях деформации от е = 1 до е = 2, а с увеличением степени деформации ослабляется. После холодной прокатки текстура мартенсита обеих сталей характеризуется развитием δ – волокна и γ – волокна. δ – волокно с максимумами интенсивностей вблизи текстурной компоненты -

Повернутый Куб ({001} <110>) усиливается при деформации до е = 2. Интенсивность γ – волокна постепенно увеличивается в процессе холодной прокатки, что приводит к выравниванию плотности ориентаций вдоль всего волокна после больших степеней деформации.



Рисунок 7 – Схематическое представление ФРО (сечение при φ_2 =45°) основных текстурных компонент для аустенита и мартенсита (а) и ФРО аустенитных коррозионностойких сталей 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2 после холодной прокатки до различных степеней деформации (б)

Пример различных текстурных компонент в аустенитной стали 03X7H12M2 после холодной прокатки показан на рисунке 8. Основными текстурными компонентами в аустените являются Госс, Латунь и S. Текстурная компонента Госс развивается в относительно больших областях исходных зерен, вытянутых вдоль направления прокатки, в которых не появился мартенсит деформации и не сформировались новые зерна, что может быть связано с их стабильной ориентацией в процессе прокатки. С другой стороны, текстурные компоненты Латунь и S ({123} <634>) появляются в зернах с высокой плотностью микрополос сдвига, где

довольно большие участки зерен с ориентацией текстурных компонент Латунь и S (пурпурные и голубые участки на рис. 8) чередуются с ультратонкими зернами и субзернами, которые принадлежат текстурной компоненте F (желтые участки на рис. 8). Формирование микрополос сдвига в аустените с низкой энергией дефекта



Рисунок 8 - Распределение текстурных компонент в структуре аустенитной стали 03X17H12M2 после холодной прокатки до истинной деформации е = 1. В аустените представлены компоненты Латунь (пурпурный), Госс (красный), Е (зеленый), F (желтый), S (голубой); в мартенсите представлены компоненты Е (зеленый), F (желтый), H (красный), I* (синий)

упаковки В процессе холодной может сопровождаться прокатки активным развитием текстурных компонент Е и F. В исследуемых сталях кажущееся уменьшение объемной доли текстурных компонент Е и F В процессе холодной прокатки до больших степеней деформаций связано с протеканием мартенситного превращения. Мартенситное превращение активно развивается в микрополосах сдвига, a, следовательно, приводит к уменьшению В аустените ориентаций, связанных С микрополосами сдвига. На рисунке 8 хорошо видно, что большая часть

мартенсита деформации в микрополосах сдвига имеет ориентацию текстурных компонент Е, F и I*. Текстурные компоненты Е и F, которые входят в γ – волокно, часто наблюдаются в деформированных ОЦК металлах. Появление текстурных компонент Е и F в мартенсите аустенитных сталей связано с протеканием сдвигового $\gamma \rightarrow \alpha$ ' превращения по ориентационным соотношениям Курдюмова - Закса и Нишияма - Вассермана, в результате трансформации аустенита с ориентировкой текстурных компонент – Латунь, S и Госс (рис.9). Развитие сильной текстурной компоненты - I* обычно связано с основной системой скольжения типа {110} <111>.

Текстура после теплой прокатки также характеризуется двумя сильными текстурными компонентами Латунь и Госс, которые образуют повышенную плотность ориентаций вдоль α – волокна (рис. 10), как и после холодной прокатки.



Рисунок 9 - Ориентация мартенсита, полученная в результате трансформации аустенита с ориентировкой Латунь {110} <112>, Госс {110} <001> и S {123} <634> по ориентационным соотношениям Курдюмова - Закса (а) и Нишияма - Вассермана (б)

Стоит отметить, что после больших степеней теплой деформации в текстуре прокатки сохраняется *γ* – волокно (рис. 10), которое затухает при больших степенях

холодной деформации. Как было отмечено ранее, γ – волокно, включающее текстурные компоненты Е и F, связано с формированием микрополос сдвига в аустените с низкой энергией дефекта упаковки в процессе деформации. Так как в процессе теплой прокатки не происходит зарождения мартенсита деформации в полосах сдвига, текстурные компоненты Е и F сохраняются.

Последующий отжиг приводит к ослаблению текстур деформации, хотя основные текстурные компоненты качественно не изменяются независимо фазового превращения. Такое поведение OT обусловлено, во-первых, развитием непрерывной статической рекристаллизации, когда растут кристаллиты, сформированные при



Рисунок 10 - ФРО аустенитных коррозионностойких сталей 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2 после теплой прокатки до истинной деформации е = 3

предшествующей деформации без зарождения новых ориентировок, во-вторых, протеканием обратного мартенситного превращения по ориентационным соотношениям, в результате которого мартенсит с ориентацией I* ({223}<110>)

преимущественно трансформируется в аустенит с ориентацией близкой к текстурной компоненте Госс (рис. 11).



Рисунок 11 - Ориентации аустенита, полученные в результате трансформации мартенсита с ориентировкой {223} <110> по ориентационным соотношениям Курдюмова - Закса (а) и Нишияма - Вассермана (б)

В ПЯТОЙ ГЛАВЕ рассмотрено влияние ультрамелкозернистой структуры, формирующейся в процессе холодной/теплой прокатки и последующего отжига, на механические и коррозионные свойства аустенитных коррозионностойких сталей. В исходном состоянии стали характеризуются низкой прочностью. Предел текучести составляет 220 МПа и 235 МПа в стали 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2, соответственно. Холодная прокатка до истинной деформации е = 0,5 приводит к повышению предела текучести в обеих сталях в 4 раза. Такое резкое увеличение прочности на ранних стадиях деформации связано с быстрым измельчением структуры. Холодная прокатка до истинной деформации от 1 до 2 приводит к дальнейшей фрагментации зерен и как следствие повышению предела текучести до значений близких к 1150 МПа (e = 1) и 1500 МПа (e = 2) в обеих сталях. Дальнейшая холодная деформация до е = 3 приводит к $\sigma_{0,2}$ = 1680 МПа в стали 03Х17Н12М2 и к $\sigma_{0,2}$ = 1595 МПа в стали 03X19H10. В исследуемых сталях после холодной прокатки до е = 3 локализация деформации происходит практически сразу после начала растяжения, поэтому относительное удлинение составило 3 - 5%. Проведение теплой прокатки до истинной деформации e = 0.5 также приводит к повышению предела текучести в обеих сталях почти в 3 раза. После теплой прокатки до е = 3 предел текучести составил 1005 МПа и 1080 МПа в стали 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2, соответственно.

Упрочнение в процессе холодной или теплой деформации обычно связано с уменьшением размера зерен (D) в соответствии с соотношением Холла-Петча. На рисунке 12 показан график зависимости скорости измельчения зерен от степени

деформации. В случае холодной прокатки скорость измельчения зерен монотонно уменьшается во всем диапазоне степеней деформации. Таким образом, упрочнение можно выразить через средний размер зерен. В случае теплой прокатки скорость измельчения зерен повышается с увеличением степени деформации до е = 1, а затем



Рисунок 12 - График зависимости скорости измельчения зерен от истинной деформации

уменьшается при e > 1. Т.е. при истинной деформации e = 0,5 изменения среднего размера зерен недостаточно для расчета упрочнения. В этом случае необходимо учитывать вклад в упрочнение от плотности дислокаций (дислокационное упрочнение).

Предел текучести исследуемых сталей после холодной прокатки до различных степеней деформации был выражен через уравнение Холла-Петча, с

учетом объемных долей мартенсита (F_M) и аустенита (F_A=1-F_M):

$$\sigma_{0.2} = F_A \left(\sigma_{0A} + k_A D_A^{-0.5} \right) + F_M \left(\sigma_{0M} + k_M D_M^{-0.5} \right), \tag{5}$$

где σ_{0A} и σ_{0M} – предел текучести монокристалла аустенита и мартенсита, k_M и k_A – коэффициент зернограничного упрочнения в аустените и мартенсите. Для оценки предела текучести сталей после теплой прокатки до различных степеней деформации необходимо отдельно учитывать вклад от дислокационного упрочнения:

$$\sigma_{0.2} = \sigma_{0A} + k_A D_A^{-0.5} + \alpha G b \rho_A^{0.5}, \qquad (6)$$

где ρ_A – плотность дислокаций в аустените, α – коэффициент, G - модуль сдвига и b - вектор Бюргерса.

Зависимость между пределом текучести и размером зерен аустенита и мартенсита в исследуемых сталях, подвергнутых холодной прокатке показана на рисунке 13а, где размер зерен аустенита и мартенсита рассчитан по формуле 4, а σ_{0A} = 180 МПа и σ_{0M} = 120 МПа. Экспериментальные точки на рисунке 12а могут быть аппроксимированы уравнением плоскости, в котором k_A = 635 МПа × мкм^{0,5} и k_M = 470 МПа × мкм^{0,5}.

Зависимость между пределом текучести, размером зерен и плотностью дислокаций в исследуемых сталях подвергнутых теплой прокатке показана на рисунке 136, где размер зерен аустенита рассчитан по формуле 4, $\sigma_{0A} = 180$ МПа, G

= 81 ГПа, b = 0,25 нм, а плотность дислокаций в аустените была аппроксимирована с помощью уравнения:

$$\rho = \rho_0 + \beta (1 - \exp (-n e)),$$
 (7)

где ρ_0 – плотность дислокаций в исходном состоянии; β , n – коэффициенты. Приняв пренебрежимо малое значение, плотность как дислокаций была ρ_0 аппроксимирована с помощью уравнения 7, как показано пунктирными линиями на 14. Экспериментальные точки на рисунке 136 могут рисунке быть аппроксимированы уравнением плоскости, в котором $k_A = 5 \text{ M}\Pi a \times \text{мкм}^{0,5}$; а коэффициент $\alpha = 0,77$.

Отжиг при относительно низкой температуре 600°С не приводит к существенным изменениям микроструктуры деформированных образцов. При этой температуре в основном происходят процессы статического возврата. Таким образом, кривые растяжения образцов, отожженных при температуре 600°С, подобны кривым растяжения после прокатки. Отжиг при температуре 700°C приводит К завершению обратного фазового превращения и, следствие, как К росту зерен сопровождается аустенита, ЧТО разупрочнением. Однако сохранение ультрамелкозернистой структуры после отжига при 700°С позволяет получить в сталях сочетание высокой прочности И пластичности. Так образец стали 03Х17Н12М2 после холодной прокатки и отжига при



Рисунок 13 - Зависимость между пределом текучести и размером зерен аустенита и мартенсита в аустенитных коррозионностойких сталях 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2, подвергнутых холодной (а) и теплой (б) прокатке

700°С в течение 2 часов характеризуется высоким пределом текучести $\sigma_{0,2} \approx 960$ МПа и удовлетворительной пластичностью $\delta \approx 17\%$. Образец стали 03Х19Н10 после холодной прокатки и отжига при 700°С в течение 30 минут также демонстрирует

высокие прочностные ($\sigma_{0,2} \approx 890$ МПа, $\sigma_{\rm B} \approx 975$ МПа) и пластические характеристики ($\delta \approx 29\%$).



Рисунок 14 - Зависимость плотности дислокаций (р) от истинной деформации (е) в аустенитных коррозионностойких сталях 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2, подвергнутых теплой прокатке

Испытания межкристаллитную на коррозию проводились на образцах сталей 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2 после холодной и теплой прокатки до степени деформации е = 3 и последующего отжига в интервале температур 600 -800°C 30 в течение МИНУТ. Зa исключением образца стали 03Х19Н10 после холодной прокатки до е = 3 и последующего отжига при температуре 600°С все полученные образцы сталей признаны стойкими к межкристаллитной коррозии, так как соотношение

максимальной плотности тока реактивации (j_{maxpeak}) к максимальной плотности тока пассивации (j_{maxnace}) составило менее 0,11.

выводы:

1. Зарождение мартенсита деформации при холодной прокатке происходит на пересечениях деформационных двойников и микрополос сдвига. Зависимость объемной доли мартенсита деформации описывается сигмоидальными функцией Олсона-Когена. Ускоренный рост объемной доли мартенсита деформации заканчивается при истинных деформациях е = 0,75-1 в обеих сталях 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2. Однако в первом случае доля мартенсита деформации приближается к насыщению при е = 3 и составляет 80%, а во втором – при е = 2 и составляет 25%.

2. Формирование ультрамелких зерен в процессе холодной и теплой прокатки происходит гетерогенно в результате деформационного двойникования, формирования микрополос сдвига и протекания мартенситного превращения (при холодной деформации). Изменение объемной доли ультрамелких зерен в процессе модифицированным уравнением деформации описывается Джонсона-Мела-Аврами-Колмогорова. Средний размер зерен (D) как в аустените, так и в мартенсите (при холодной деформации) можно оценить по изменению доли ультрамелких зерен в процессе деформации.

3. Текстура аустенита после прокатки характеризуется сильными компонентами Латунь ({110} <112>), S ({123} <634>) и Госс ({110}<001>). После холодной прокатки до е = 3 компоненты Латунь и S связаны с формированием полос сдвига, их удельные доли составляют около 30% и 10%, соответственно. Компонента Госс ({110}<001>) наблюдается в областях свободных от полос сдвига, ее удельная доля составляет около 5% и 10% в стали 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2, соответственно. Повышение температуры прокатки приводит к усилению S компоненты; удельные доли компонент Латунь и S составляют по 25% после е = 3. Текстура мартенсита деформации в обеих сталях после е = 3 включает у-волокно (<111>||HH) с сильной компонентой F ({111}<112>, удельная доля около 15%), формированию которой способствует трансформация аустенита с ориентацией Латуни в соответствии с ориентационным соотношением Курдюмова-Закса или Нишиямы-Вассерманна, и компоненту I* ({223}<110>, удельная доля более 25%). Доля компоненты I* в сталях 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2 увеличивается до своего максимума в интервале е = 2 - 3 и е = 1 - 2, соответственно, что связано с более высокой стабильностью аустенита в последнем случае.

4. Текстуры деформации ослабляются в процессе отжига, хотя основные текстурные компоненты качественно не изменяются независимо от фазового превращения. Такие текстурные изменения обусловлены сдвиговым механизмом обратного фазового превращения по ориентационным соотношениям Курдюмова-Закса или Нишиямы-Вассерманна, в соответствии с которыми аустенит, трансформированный из мартенсита с ориентацией I* ({223}<110>), будет иметь ориентировку близкую к Госс ({110}<001>), и развитием непрерывной рекристаллизации, при которой рост зерен не сопровождается зарождением новых кристаллитов.

5. Холодная прокатка до истинной деформации е = 3 приводит к увеличению предела текучести до 1600 МПа в стали 03Х19Н10 и 1680 МПа в стали 03Х17Н12М2. Теплая прокатка позволяет получить предел текучести порядка 1000 МПа и 1080 МПа в сталях 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2, соответственно, после е = 3. Предел текучести сталей может быть выражен модифицированным уравнением Холла-Петча, учитывающим изменение удельной доли аустенита в процессе холодной прокатке, и дислокационное упрочнение аустенита при теплой прокатке.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ ИЗЛОЖЕНО В СЛЕДУЮЩИХ РАБОТАХ, ОПУБЛИКОВАННЫХ В НАУЧНЫХ ЖУРНАЛАХ, ВХОДЯЩИХ В ПЕРЕЧЕНЬ ВАК:

- Odnobokova M. Grain refinement and strengthening of austenitic stainless steels during large strain cold rolling / M. Odnobokova, A. Belyakov, R. Kaibyshev. // Philosophical Magazine. – 2019. –V.99 –№5 – P. 531 – 556.
- Odnobokova M. Annealing behavior of a 304L stainless steel processed by large strain cold and warm rolling / M. Odnobokova, A. Belyakov, N. Enikeev, D.A. Molodov, R. Kaibyshev // Materials Science and Engineering A. – 2017. – V.689 – P. 370 – 383.
- Однобокова М.В. Влияние холодной прокатки и последующего отжига на микроструктуру и микротекстуру аустенитных коррозионностойких сталей / М.В. Однобокова, А.Н. Беляков // Деформация и разрушение материалов. – 2018. – № 9. – С. 23–32.
- Odnobokova M. Effect of Severe Cold or Warm Deformation on Microstructure Evolution and Tensile Behavior of a 316L Stainless Steel / M. Odnobokova, A. Belyakov, R. Kaibyshev // Advanced Engineering Materials. – 2015. – V. 17 – P.1812-1820
- Odnobokova M. Development of nanocrystalline 304L stainless steel by large strain cold working / M. Odnobokova, A. Belyakov, R. Kaibyshev. // Metals. 2015. V. 5 P. 656-668.
- Odnobokova M. Development of Σ3n CSL boundaries in austenitic stainless steels subjected to large strain deformation and annealing / M. Odnobokova, M. Tikhonova, A. Belyakov, R. Kaibyshev // Journal of Materials Science. – 2017. – V. 52 – P. 4210 - 4223.
- Belyakov A. Development of Ultrafine Grained Austenitic Stainless Steels by Large Strain Deformation and Annealing / A. Belyakov, A. Kipelova, M. Odnobokova, I. Shakhova, R. Kaibyshev // Materials Science Forum. – 2014. – V. 783-786 – P. 651-656.
- Belyakov A. Nanocrystalline structures and tensile properties of stainless steels processed by severe plastic deformation / A. Belyakov, M. Odnobokova, A. Kipelova, K. Tsuzaki, R. Kaibyshev // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2014. – V. 63 – 012156.

- Odnobokova M. Formation of ultrafine-grained structures in 304L and 316L stainless steels by recrystallization and reverse phase transformation / M. Odnobokova, A. Belyakov, A. Kipelova, R. Kaibyshev // Materials Science Forum. 2016. V. 838-839 P.410-415.
- Belyakov A. Regularities of microstructure evolution and strengthening mechanisms of austenitic stainless steels subjected to large strain cold working / A. Belyakov, M. Odnobokova, I. Shakhova, R. Kaibyshev // Materials Science Forum. – 2017. – V. 879 – P. 224 - 229.
- Odnobokova M. Deformation microstructures and mechanical properties of an austenitic stainless steel subjected to warm rolling / M. Odnobokova, A. Belyakov, R. Kaibyshev // Materials Science Forum. 2017. V. 879 P. 1414 1419.
- Odnobokova M. Effect of large strain warm rolling and subsequent annealing on microstructure and mechanical properties of austenitic stainless steels / M. Odnobokova, Z. Yanushkevich, A. Belyakov, R. Kaibyshev // AIP Conference Proceedings. – 2017. – V. 1909 – № 020155.

Патент:

Патент на изобретение RU № 2611252 от 13.10.2015 «Способ получения высокопрочного проката аустенитной нержавеющей стали с наноструктурой».