

*На правах рукописи*



Тихонова Марина Сергеевна

**РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ В АУСТЕНИТНОЙ  
КОРРОЗИОННОСТОЙКОЙ СТАЛИ ПОСЛЕ БОЛЬШИХ  
ПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЙ**

Специальность 01.04.07

Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

БЕЛГОРОД – 2015

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Белгородский государственный национальный исследовательский университет» (НИУ «БелГУ»)

**Научный руководитель:**

**Беляков Андрей Николаевич**, доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов НИУ «БелГУ».

**Официальные оппоненты:**

**Зисман Александр Абрамович**, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник ЦНИИ КМ «Прометей»;

**Астафурова Елена Геннадьевна**, доктор физико-математических наук, доцент, старший научный сотрудник Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук.

**Ведущая организация:** Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Трудового Красного Знамени Института физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского Отделения РАН (ИФМ УрО РАН).

Защита состоится 28 мая 2015 г. в 15:30 на заседании диссертационного совета Д 212.132.08 при Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва, Ленинский проспект, д. 4, ауд. А-305.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» и на сайте [www. misis.ru](http://www.misis.ru).

Автореферат разослан « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2015 г.

Ученый секретарь

диссертационного совета Д 212.132.08

профессор, доктор физико-математических наук,



С.И. Мухин

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность проблемы.** Одной из основных задач физического материаловедения является получение субмикроструктурной и нанокристаллической структур в металлических материалах, которые обеспечивают в них уникальное сочетание технологических и эксплуатационных свойств. Механические свойства зависят от таких структурных параметров, как размер зерен, плотность дислокаций, тип границ зерен. Наиболее простым и эффективным способом получения материалов с ультрамелкозернистой структурой является термомеханическая обработка, основанная на сочетании больших пластических деформаций и отжига. Варьируя режимы термомеханической обработки, можно получать структуры с различными параметрами в результате развития тех или иных рекристаллизационных процессов, что позволяет за счет микроструктурного дизайна управлять свойствами материалов в широких пределах.

В настоящее время особенности рекристаллизации металлических материалов в процессе традиционных термомеханических обработок изучены достаточно хорошо. Формирование новых или изменение существующих зерен в процессе отжига классифицируют как статическую рекристаллизацию, тогда как микроструктурные изменения в процессе пластической деформации обсуждаются как динамическая рекристаллизация. Наиболее изученной к настоящему времени является первичная статическая рекристаллизация, которая развивается при нагреве холодно-деформированных металлов и сплавов. Формирование новой рекристаллизованной микроструктуры происходит путем зарождения и роста новых зерен. Таким образом, в процессе рекристаллизации доля рекристаллизованных зерен постепенно увеличивается, тогда как доля деформированной структуры уменьшается, что позволяет классифицировать такой неоднородный процесс эволюции микроструктуры как прерывистую статическую рекристаллизацию. В некоторых случаях формирование новой рекристаллизованной микроструктуры в процессе отжига ранее деформированных материалов происходит однородно во всем объеме материала за счет увеличения размера и взаимной разориентировки субзерен деформации. Такой механизм однородной микроструктурной эволюции в процессе отжига определяют как непрерывную статическую рекристаллизацию или рекристаллизацию «in situ».

Подобно статической рекристаллизации, процессы динамической рекристаллизации могут быть как прерывистые, так и непрерывные. При прерывистой динамической рекристаллизации зародыши новых зерен образуются благодаря локальному выпучиванию границ зерен, затем зародыши рекристаллизации растут, поглощая деформированную матрицу. При дальнейшей деформации рекристаллизованные зерна деформируются, что приводит к новому циклу рекристаллизации. Микроструктура, развивающаяся в результате непрерывной динамической рекристаллизации, представляет собой эволюцию субструктуры в процессе деформации,

которая характеризуется постепенным увеличением угловых разориентировок между субзернами до величин, свойственных обычным границам зерен.

Однако, несмотря на большое количество работ по исследованию влияния режимов термомеханической обработки на параметры субмикроструктурной и нанокристаллической структур в различных металлических материалах, природа рекристаллизационных процессов, которые ответственны за формирование такой структуры, на момент постановки данного исследования во многом оставалась неясной. Недостаток систематических экспериментальных исследований механизмов формирования зерен размером менее 1 мкм как при деформации, так и при отжиге существенно ограничивает разработку и широкое применение новых способов обработки с целью получения конструкционных сталей и сплавов с улучшенным комплексом механических свойств, который обеспечивается оптимальным субмикроструктурным или нанокристаллическим структурным состоянием.

В рамках данной работы была предпринята попытка на основе детальных исследований эволюции микроструктуры стали 10X18H8ДЗБР при температурах горячей и теплой деформации, а также при последующих отжигах установить общие закономерности рекристаллизационных процессов, ответственных за формирование субмикроструктурной структуры, а также оценить ее влияние на ключевые служебные свойства этого материала. Кроме того, получены данные о возможности использования мартенситного превращения при холодной деформации, а также последующего обратного превращения для получения сверхмелкозернистой структуры. Установленные закономерности рекристаллизационных процессов, а также образования мартенсита деформации в стали 10X18H8ДЗБР справедливы не только для данного материала, но и для всех аустенитных сталей и сплавов с низкой энергией дефекта упаковки (ЭДУ). Это делает результаты данной работы актуальными для всех материалов данного класса, а также других металлов и сплавов с ГЦК решеткой и низкой ЭДУ, которые подвергаются большим пластическим деформациям и последующему отжигу.

#### **Цель работы:**

Установление общих закономерностей и механизмов структурообразования в процессе деформации и последующего отжига аустенитной коррозионностойкой стали 10X18H8ДЗБР в широком интервале температур и степеней деформации и влияния формирующейся структуры на ее механические свойства и сопротивление коррозии.

Для достижения поставленной цели решались следующие частные

#### **Задачи:**

1 Установить закономерности эволюции структуры стали 10X18H8ДЗБР в процессе пластической деформации методом многократнойковки при 500-1100°С. Предложить механизмы динамической рекристаллизации, описывающие измельчение структуры в этой температурной области.

2 Установить особенности эволюции структуры стали 10X18H8ДЗБР в процессе пластической деформации многократной ковкой при комнатной температуре.

3 Выявить закономерности эволюции структуры сильнодеформированной аустенитной коррозионностойкой стали при статических отжигах и предложить механизм рекристаллизационного поведения сильнодеформированных материалов.

4 Оценить влияние субмикроструктурной структуры, полученной при пластической деформации и последующих отжигах, на механические свойства и сопротивление коррозии стали 10X18H8ДЗБР.

#### **Научная новизна:**

1 Проведено систематическое исследование особенностей эволюции микроструктуры при многократной ковке коррозионностойкой аустенитной стали в широком температурном интервале. Установлено влияние температуры деформации на механизмы и кинетику динамической рекристаллизации. Показано, что при температурах 500-800°C основным механизмом, ответственным за формирование новой зеренной структуры, является непрерывная динамическая рекристаллизация. Однако после больших степеней деформации наблюдается зарождение и рост новых зерен по механизму прерывистой рекристаллизации. Вклад механизма прерывистой динамической рекристаллизации увеличивается с увеличением температуры и степени деформации.

2 Показано, что твердорастворное легирование и введение дисперсных частиц в аустенитную матрицу смещает переход от прерывистой динамической рекристаллизации к непрерывной динамической рекристаллизации в сторону меньших размеров зерен и больших напряжений течения.

3 Установлено, что в процессе многократнойковки стали 10X18H8ДЗБР при комнатной температуре формируется нанокристаллическая двухфазная структура, состоящая из  $\alpha'$ -фазы и аустенита. Средний размер зерен при этом составляет 30 нм. Формирование нанокристаллической структуры в аустените происходит в результате измельчения исходных зерен за счет образования деформационных полос сдвига и двойников деформации, в то время как развитие прямого  $\gamma \rightarrow \alpha'$  превращения приводит к появлению нанозерен мартенсита.

4 Отжиг ультрамелкозернистых структур стали 10X18H8ДЗБР, которые были сформированы за счет непрерывной динамической рекристаллизации в процессе многократнойковки при 500-800°C, характеризуется развитием непрерывной постдинамической рекристаллизации. Кинетика постдинамической рекристаллизации замедляется с увеличением температуры предшествующей пластической деформации.

5 Постдинамическая рекристаллизация сопровождается увеличением доли специальных границ,  $\Sigma 3^n$ , которая определяется относительным изменением размера зерна, то есть отношением размера зерна после его роста к размеру зерна перед началом процесса роста ( $D/D_0$ ). Пятикратное увеличение размера зерна сопровождается ростом доли специальных границ

$\Sigma Z^n$  до 50%. Дальнейший рост зерен в диапазоне  $D/D_0 > 5$  сопровождается замедлением скорости увеличения доли специальных границ  $\Sigma Z^n$ .

**Практическая значимость:**

Полученные закономерности структурообразования в широкой температурной области в зависимости от степеней деформации могут быть использованы для разработки режимов ТМО нержавеющей стали аустенитного класса, обеспечивающих достижение высокого уровня прочностных свойств при сохранении коррозионной стойкости. Для стали 10X18H8ДЗБР определены режимы ТМО, которые позволяют получать повышенную прочность при неизменной коррозионной стойкости в массивных полуфабрикатах методом многократнойковки. Предложены и запатентованы два способа получения заготовок сталей аустенитного класса с повышенными прочностными свойствами (патенты № 2488637, № 2468093).

**Положения, выносимые на защиту:**

1 Закономерности и механизмы структурных изменений в стали 10X18H8ДЗБР в зависимости от температуры и степени деформации. Кинетика непрерывной динамической рекристаллизации. Зависимость размера динамически рекристаллизованного зерна от напряжения течения и от температурно-скоростных условий многократнойковки в диапазоне теплой и горячей деформации. Закономерности формирования нанокристаллической структуры в процессе холодной пластической деформации.

2 Закономерности структурных изменений при постдинамической рекристаллизации, включая зависимость доли специальных границ  $\Sigma Z^n$  от размера рекристаллизованного зерна и влияние температуры предшествующей большой пластической деформации.

3 Механические свойства и коррозионная стойкость стали 10X18H8ДЗБР с субмикрокристаллической структурой.

**Вклад автора.** Личный вклад соискателя состоит в выполнении основного объема экспериментальных исследований, включая проведение экспериментов, обработку результатов исследования, анализ результатов, подготовку научных статей и представление докладов на научных конференциях. Соавторы публикаций по теме диссертации принимали участие в подготовке объектов исследования и обсуждении полученных результатов.

**Апробация работы.** Материалы работы докладывались и обсуждались на следующих российских и международных конференциях и семинарах: «Проведение научных исследований в области индустрии наносистем и материалов» (Белгород, 2009 г.); Recrystallization and Grain Growth (Великобритания, 2010 г.); Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (Китай, 2011 г.); Bulk Nanostructured Materials (Уфа, 2011 г.); IV Всероссийская конференция по наноматериалам (Москва, 2011 г.); 7th International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials (Канада, 2011 г.); Наноматериалы и нанотехнологии в металлургии и металловедении (Белгород, 2011 г.); Фазовые превращения и прочность

кристаллов (Черноголовка 2010 г., 2012 г.); 8th International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials (США, 2013 г.); VII Международная конференция «Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений» (Тамбов, 2013 г.); Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (Франция, 2014 г.); Innovations in Mineral Resource Value Chains – Geology, Mining, Processing, Economics, Safety, and Environmental Management (Германия, 2014 г.); Научные чтения им. И. А. Одингга «Механические свойства современных конструкционных материалов» (Москва, 2014 г.).

**Публикации.** Основное содержание работы представлено в 29 научных публикациях, включая 14 публикаций в журналах из списка ВАК и 2 патента.

**Структура и объем работы.** Диссертация состоит из введения, шести глав, выводов и списка литературы из 169 наименований, изложена на 138 страницах и содержит 68 рисунков и 9 таблиц.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**ВО ВВЕДЕНИИ** обоснована актуальность решаемой научной и технической проблемы, сформулирована цель, научная новизна и практическая ценность диссертационной работы.

**В ПЕРВОЙ ГЛАВЕ** представлен анализ литературных данных по механизмам деформации и динамической рекристаллизации (ДР) в материалах с низким значением ЭДУ. Рассмотрены особенности рекристаллизационных процессов в однофазных материалах. Рассмотрены методы получения ультрамелкозернистой структуры в различных материалах, в частности, в аустенитных сталях, а также закономерности структурных изменений в процессе пластической деформации при различных температурах. Обобщены данные по влиянию измельчения зерен до 1 мкм и менее на механические свойства и сопротивление коррозии. На основании проведенного анализа литературы была определена цель и сформулированы задачи диссертационного исследования.

**ВО ВТОРОЙ ГЛАВЕ** описан материал (сталь 10X18H8ДЗБР) и методики исследования. Химический состав стали: 0,10%С–18,2%Cr–7,85%Ni–3%Cu–0,50%Nb–0,008%B–0,12%N–0,95%Mn–0,10%Si–Fe (вес.%).

Многократную ковку проводили последовательной осадкой призматических образцов размером 15-12,2-10 мм вдоль трех ортогональных направлений, т.е. с поворотом образца на 90° при каждой последующей осадке, с истинной степенью деформации 0,4 за одну осадку на универсальной испытательной машине Instron 5882 усилием 30 тонн при комнатной температуре и температурах 500°C, 600°C, 700°C, 800°C. Однократную осадку проводили при температурах 1100-900°C. Суммарная истинная деформация при всесторонней ковке составляла 4, при однократной осадке – 0,7. Скорость деформации составляла  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$ . Для исследования последовательности структурных изменений в процессе всестороннейковки несколько призматических образцов деформировали до истинных степеней деформации 0,4; 1,2; 2,0; 4,0. Образцы после многократнойковки при

комнатной температуре и 500-800°C подвергались отжигу при различных температурах и различном времени выдержки. Структурные исследования проводили при помощи растровой электронной микроскопии на микроскопе Quanta 600FEG, оснащенный приставкой для регистрации картин микродифракции обратно рассеянных электронов (метод EBSD анализа), и просвечивающей электронной микроскопии на микроскопе Jeol 2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ.

Размер зерен/субзерен измеряли методом случайных секущих в направлении оси деформации. Точное определение разориентировки между кристаллитами проводили при помощи Кикучи – линий. Плотность дислокаций оценивали по точкам выхода дислокаций на поверхность фольги. Содержание фаз, аустенита и  $\alpha'$  – мартенсита, определяли на зондовом микроскопе NTEGRAAura, при помощи рентгено-структурного анализа, который проводили на дифрактометре Rigaku Ultima IV, магнитно-индукционным методом на ферритометре Feritscope FMP30, а также методом растровой микроскопии на микроскопе Quanta-600 анализом картин дифракции обратно рассеянных электронов, обработанных в программе TSL OIM Analysis 5. Равновесное содержание фаз считали при помощи программного обеспечения ThermoCalc с использованием базы данных TCFe6. При расчете доли большеугловых границ в деформированных образцах методом анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов учитывалась только доля большеугловых границ (БУГ), образованных при пластической деформации, т. е. доля БУГ деформационного происхождения.

Образцы для изучения механических и коррозионных свойств были получены методом многократнойковки в изотермических условиях на прессе DEVR4000 усилием 400 тонн с возможностью точного регулирования скорости деформирования. Режимы многократнойковки были такие же, как и при многократнойковке мелких образцов для микроструктурных исследований, т. е. при комнатной температуре и температурах 500°C, 600°C, 700°C, 800°C до истинной степени деформации 4, исходный размер образцов составлял 50-62-75 мм. Механические испытания образцов стали проводили на универсальной испытательной машине Instron 5882 в соответствии с ГОСТ 1497-84. Испытания по определению стойкости к межкристаллитной коррозии проводили в соответствии с ГОСТ 9.917-91 методом потенциодинамической реактивации на приборе Poteniostat IPC-Pro.

Исследование проводилось на оборудовании центра коллективного пользования «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» ФГАОУ ВПО НИУ «БелГУ».

**В ТРЕТЬЕЙ ГЛАВЕ** рассмотрено влияние температуры и степени деформации на характер структурных изменений и действующие механизмы ДР в условиях горячей и теплой пластической деформации с большими степенями. Показано, что в области горячей деформации формирование структуры в процессе деформации связано с развитием прерывистой динамической рекристаллизации (рис. 1).

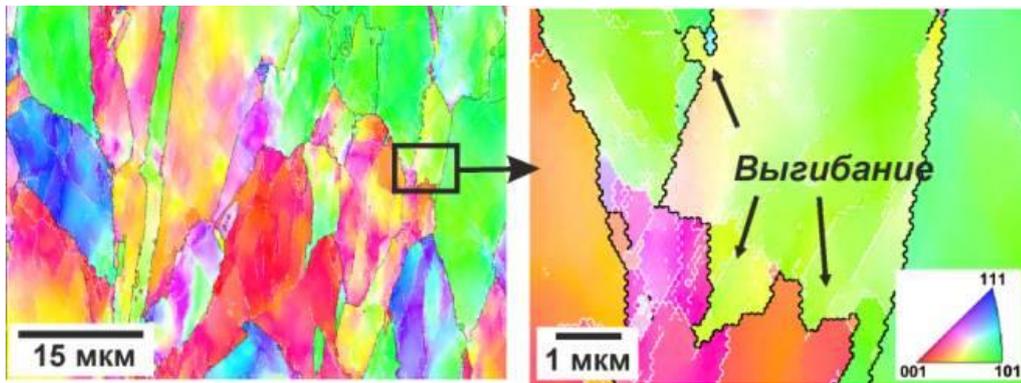


Рисунок – 1 Микроструктура стали 08X18H8ДЗБР после многократной ковки до истинной степени деформации 0,8 при температуре 800°С. Белыми и черными линиями обозначены малоугловые и высокоугловые границы, соответственно

Так при температурах деформации 1100–800°С формируется рекристаллизованная структура, средний размер зерна при этом уменьшается с понижением температуры. При 800°С происходит смена механизма ДР, вносящего основной вклад в измельчение зерен. Совместная работа механизмов НДР и ПДР изучена в диапазоне температур 500 – 800°С при многократной ковке на основе сопоставления данных по деформационному поведению стали

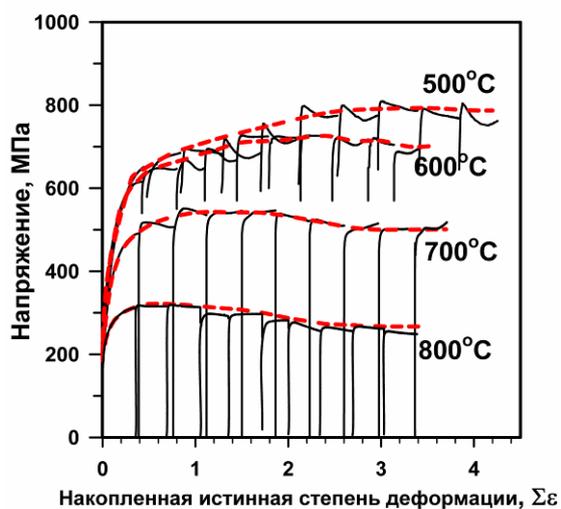


Рисунок 2 – Зависимость напряжения течения от истинной степени деформации стали 08X18H8ДЗБР при многократной ковке при температурах 500-800°С

(рис. 2) с результатами структурных исследований (рис. 3-5). Анализ суммарных кривых течения (пунктирные линии на рис. 2) показал, что с понижением температуры характер механического поведения меняется. При температуре 800°С деформационное поведение характерно для ПДР. Имеет место ярко выраженный пик напряжения течения при истинной степени деформации, значение пиковой истинной степени деформации  $\epsilon_{п} \sim 0,5$ . Дальнейшая деформация сопровождается разупрочнением, и кажущаяся установившаяся стадия пластического течения достигается при высоких истинных степенях деформации  $\sim 2,5$ . Понижение температуры до 700°С сопровождается увеличением степени деформации, при которой наблюдается пик напряжения ( $\epsilon_{п} \sim 1$ ). Одновременно уменьшается величина разупрочнения при  $\epsilon > \epsilon_{п}$ . Кажущаяся установившаяся стадия пластического течения достигается после  $\epsilon \sim 3$ . При 600°С стадия упрочнения расширяется до  $\epsilon \sim 2$ . Напряжения течения слегка уменьшаются с увеличением степени деформации после достижения своего максимального значения. Однако такое разупрочнение значительно меньше, чем при 700°С,

что позволяет предположить, что при 600°C стадия упрочнения переходит в стадию установившегося течения. При 500°C четко выявляются две стадии деформационного упрочнения: после значительного упрочнения при  $\epsilon \leq 0,4$  величина упрочнения снижается при последующей деформации. Переход к кажущейся стадии установившегося течения наблюдается при очень большой суммарной степени деформации  $\epsilon \sim 3,5$ . Разница в механическом поведении четко коррелирует с изменением вкладов механизмов ПДР и НДР в формирование новых зерен.

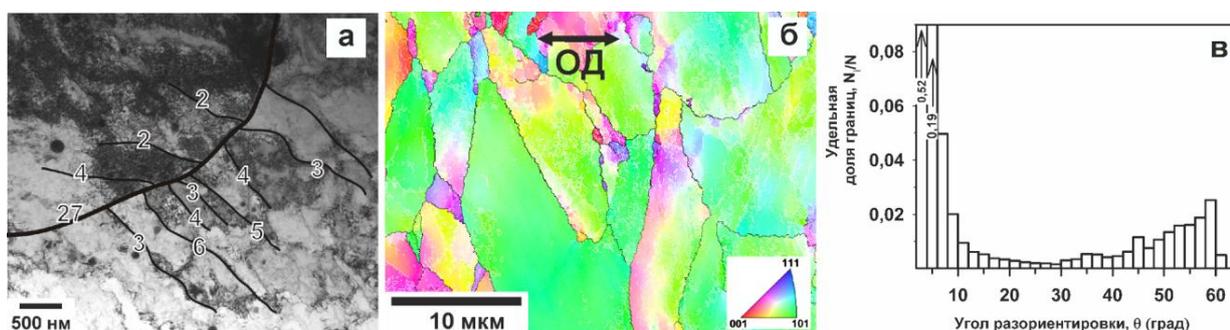


Рисунок 3 – Микроструктура стали 08X18N8ДЗБР после многократной ковки до истинной степени деформации 0,4 при температуре 700°C; а) тонкая структура, цифры указывают разориентировку границ в градусах; б) белыми и черными линиями обозначены малоугловые и высокоугловые границы, соответственно; в) распределение границ по углу разориентировки

При температурах 700-500°C на ранней стадии деформации внутри исходных зерен формируются субзерна, средняя угловая разориентировка между которыми не превышает несколько градусов. На распределении границ по углу разориентировки присутствует пик в области малоугловых границ (МУГ) (рис. 3 в). Дальнейшая деформация приводит к увеличению угла разориентировки, при этом зернограницный ансамбль имеет 2 пика в области малоугловых и в области большеугловых разориентировок (рис. 4 в). Причем первый пик уменьшается и расширяется в сторону большеугловых разориентировок с ростом степени деформации, что свидетельствует как о непрерывном формировании МУГ при любых степенях деформации, так и о постепенной трансформации МУГ деформационного происхождения в БУГ (рис. 4). При степени деформации  $\epsilon \sim 4$  формируются новые зерна, внутри которых имеются субграницы (рис. 4а). Таким образом, большинство зерен сформировано путем постепенной трансформации малоугловых границ в большеугловые, что является признаком НДР.

Изменение вкладов различных механизмов ДР в общий рекристаллизационный процесс происходит не только с понижением температуры, но и с ростом степени деформации. При 700°C и  $\epsilon > 1$  наблюдаются признаки ПДР: в структуре присутствуют границы зерен с углом разориентировки  $60^\circ < 111 \rangle$ , которые являются границами двойников отжига (рис. 4 б-в).

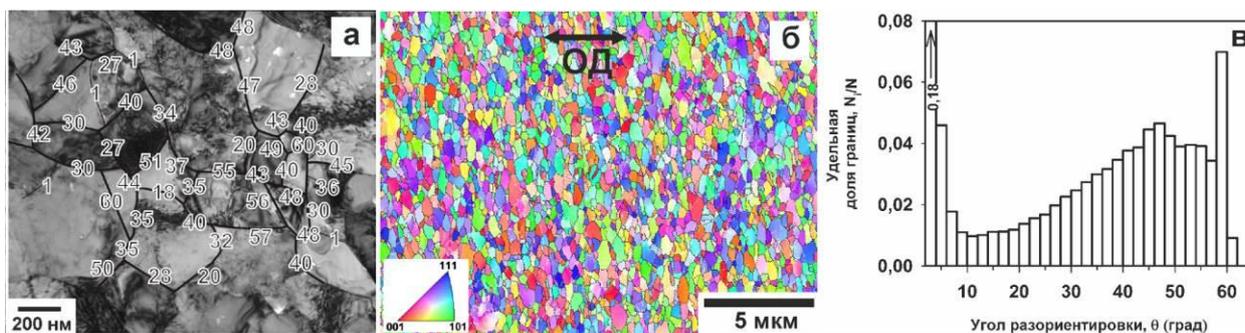


Рисунок 4 – Микроструктура стали 08X18H8ДЗБР после многократной ковки до истинной степени деформации 4 при температуре 700°C; а) тонкая структура, цифры указывают разориентировку границ в градусах; б) белыми и черными линиями обозначены малоугловые и высокоугловые границы, соответственно; в) распределение границ по углу разориентировки

Причем зерна с двойниками отжига характеризуются наличием внутризеренных дислокаций, что исключает их образование в результате статической рекристаллизации. Наличие двойников отжига позволяет предположить, что происходит либо локальная миграция исходных границ, либо миграция границ деформационного происхождения, что является признаком действия механизма ПДР.

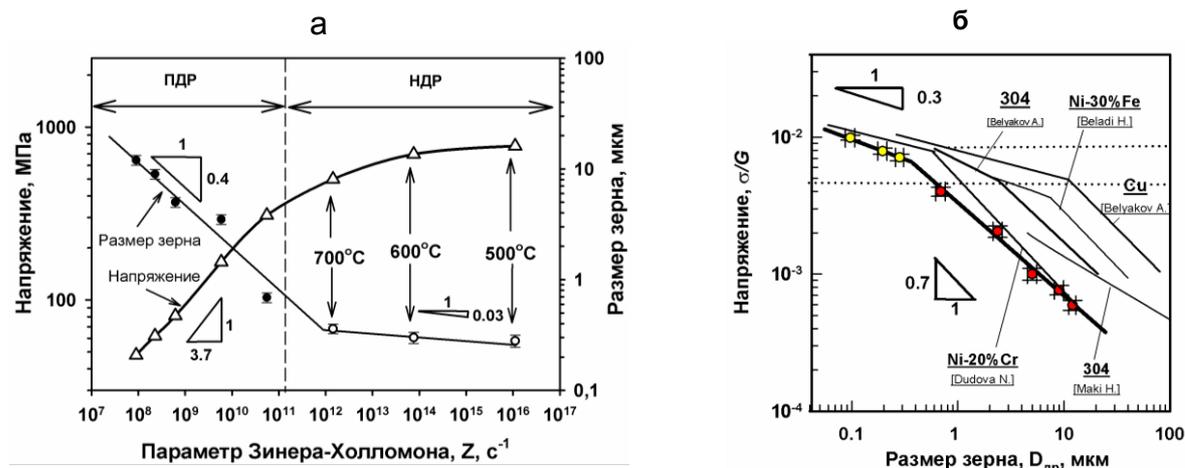


Рисунок 5 – а) зависимость напряжения течения и размера зерна стали 10X18H8ДЗБР от температурно-скоростных условий деформации (параметр Зинера – Холломона); б) соотношение между напряжением течения, нормированным на модуль сдвига ( $\sigma/G$ ), и динамически рекристаллизованным размером зерна ( $D_{др}$ )

Однако тщательные структурные исследования при небольших степенях деформации (рис. 3) не выявили формирования двойников отжига в результате локальной миграции исходных БУГ. Следовательно, появление двойников отжига может быть связано только с ограниченной миграцией большеугловых границ зерен деформационного происхождения. Это предположение подтверждается появлением границ  $\Sigma 3^n$  в структуре только при  $\epsilon > 2$ .

В процессе многократной ковки при температурах деформации 500 – 700°C формируется ультрамелкозернистая структура с высокой плотностью дислокаций. С уменьшением температуры деформации средний размер зерна

уменьшается от 0,36 до 0,28 мкм. Более наглядно переход механизмов от ПДР к НДР в процессе пластической деформации можно продемонстрировать на графике зависимости размеров зерна и напряжения течения от параметра Зинера – Холломона ( $Z$ ) (рис. 5а).

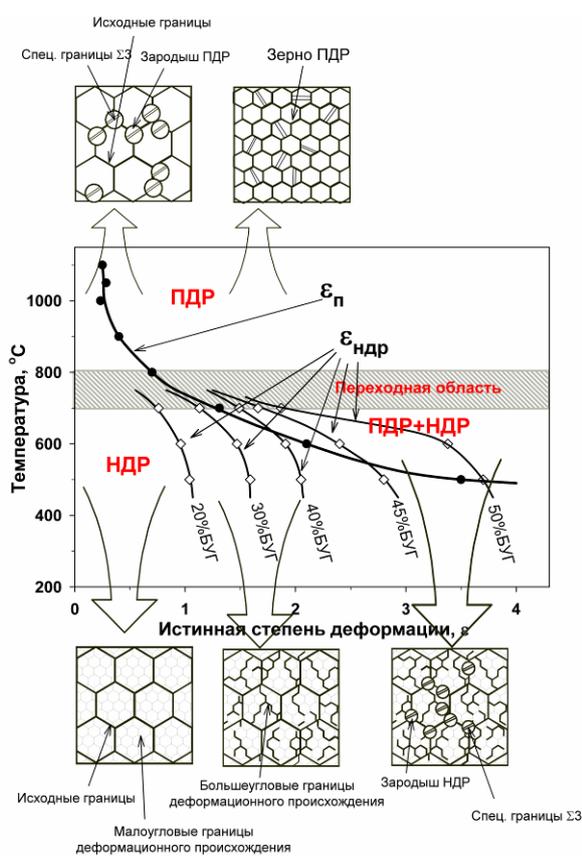


Рисунок 6 – Механизмы динамической рекристаллизации в стали 10X18H8ДЗБР в процессе горячей и теплой деформации

Помимо данных, полученных для аустенитной стали 10X18H8ДЗБР, в настоящей работе для сравнения приведены данные из литературы для различных материалов с ГЦК решеткой. Видно, что при одних и тех же уровнях напряжения размер динамически рекристаллизованного зерна уменьшается как с увеличением содержания легирующих элементов в твердом растворе, так и при введении дисперсных частиц в аустенитную матрицу (сталь 10X18H8ДЗБР содержит карбиды ниобия в отличие от AISI304). Наибольший эффект на размер рекристаллизованных зерен в ГЦК материалах оказывает легирование твердого раствора элементами замещения, которые имеют высокое сродство к углероду и, следовательно, эффективно понижают коэффициент диффузии. Это вытекает из сравнительного анализа рекристаллизационного поведения чистой меди и сплава Ni-30%Fe с аустенитными сталями и нихромом.

На рисунке 6 показана обобщенная температурная зависимость кинетики ПДР и НДР. В области высоких температур структура формируется по механизму ПДР, который начинает действовать после пиковой степени деформации,  $\epsilon > \epsilon_{п}$ .

При  $Z < 5 \times 10^{11} \text{ c}^{-1}$  преобладает механизм ПДР, зависимость размера динамически рекристаллизованных зерен ( $D$ ) выражается степенным законом  $D \sim Z^{-0,4}$ . При  $Z > 5 \times 10^{11} \text{ c}^{-1}$ , что соответствует теплой деформации, основным механизмом, отвечающим за формирование микроструктуры, является НДР, вышеуказанная зависимость имеет вид  $D \sim Z^{-0,12} \text{ c}^{-1}$ . То есть, как и в других материалах изменение механизма ДР изменяет зависимость размера рекристаллизованного зерна от температурно-скоростных условий деформации.

На рисунке 5б представлена связь между нормированным на температурную зависимость модуля сдвига напряжением течения и размером рекристаллизованного зерна.

Миграция большеугловых границ зерен при ПДР приводит к резкому уменьшению плотности дислокаций, что обуславливает наличие пика напряжений течения. С уменьшением температуры деформации величина пиковой степени деформации возрастает. В диапазоне температур 800-700°C происходит смена механизмов динамической рекристаллизации. При  $T \leq 700^\circ\text{C}$  доминирующим механизмом формирования микроструктуры становится НДР. Кинетику НДР можно оценивать через изменение доли БУГ, сформировавшихся в процессе деформации. Для этого были рассчитаны величины степеней деформации ( $\epsilon_{\text{НДР}}$  на рис. 6), необходимые для формирования определенной доли БУГ (XX%БУГ на рис. 6). Зависимости определенных долей БУГ от температуры и степени деформации демонстрируют, что в области повышенных температур ( $0,5 - 0,6 T_{\text{пл}}$ ) имеет место сильная температурная зависимость скорости НДР, тогда как при более низких температурах кинетика НДР слабо зависит от температуры деформации.

**В ЧЕТВЕРТОЙ ГЛАВЕ** рассмотрены механизмы формирования структуры в процессе многократнойковки при комнатной температуре. Установлено, что наноструктура формируется за счет действия двух механизмов.

При  $\epsilon \leq 0,8$  формируются деформационные полосы, внутри которых активно развивается нанодвойникование (рис. 7).

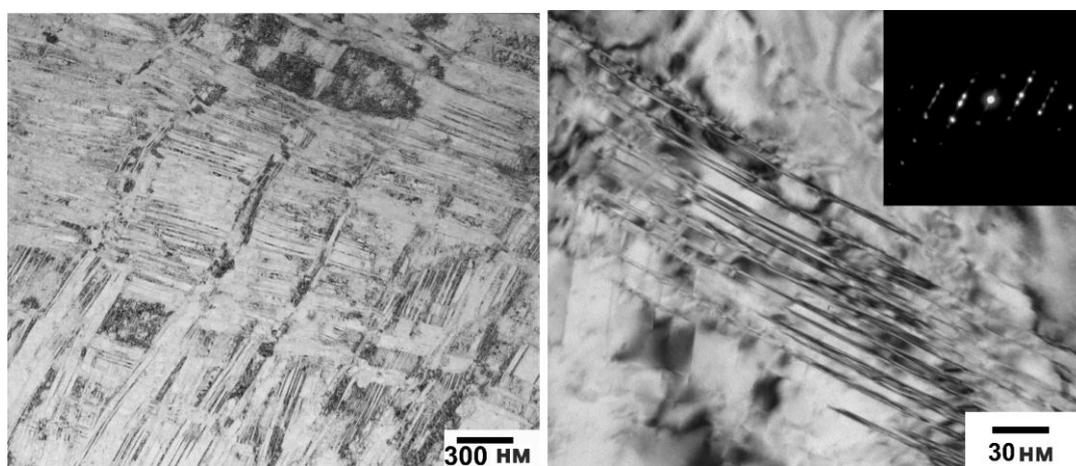


Рисунок 7 – Микроструктура стали 10X18H8ДЗБР после многократнойковки при комнатной температуре до истинной степени деформации 0,8

Двойникование играет основную роль в формировании пространственной сетки БУГ в интервале степеней деформации от 0 до 2. Соответственно, в деформированной структуре появляется большое количество двойниковых границ со средним расстоянием между ними 30 нм.

После  $\epsilon \sim 1$  к формированию новых нанозерен подключается мартенситное превращение. При  $\epsilon \geq 2$  оно становится основным механизмом, обеспечивающим формирование нанокристаллической структуры.

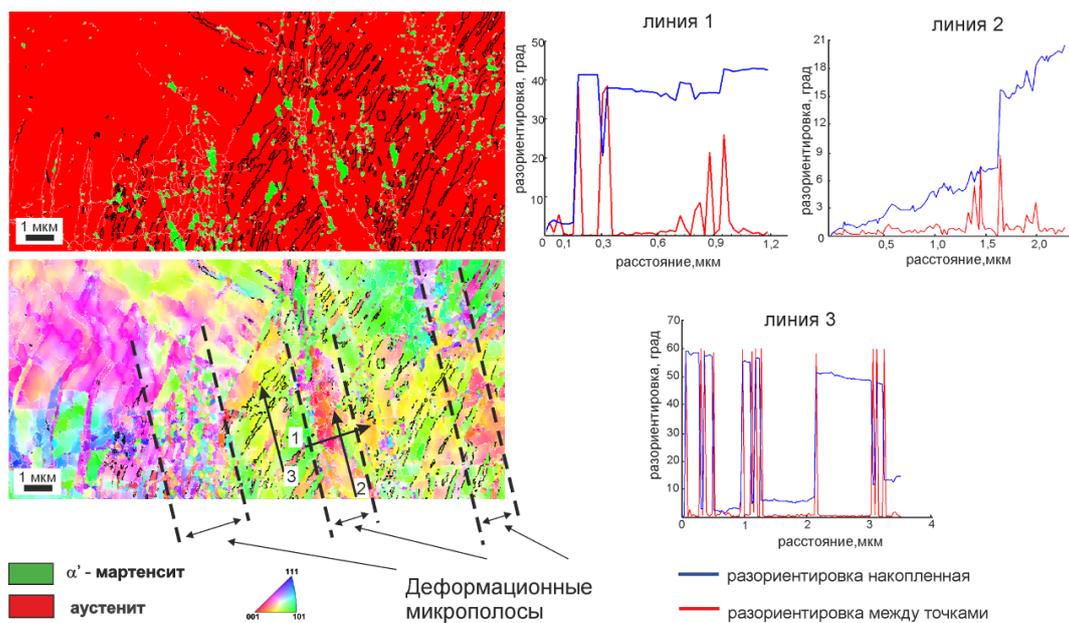


Рисунок 8 – Микроструктура стали 10X18N8ДЗБР после многократнойковки до истинной степени деформации 1,2 при комнатной температуре. Черными линиями выделены специальные границы Σ3, белыми – большеугловые границы общего типа

Зерна  $\alpha'$ -мартенсита в первую очередь образуются на деформационных полосах (рис. 8).

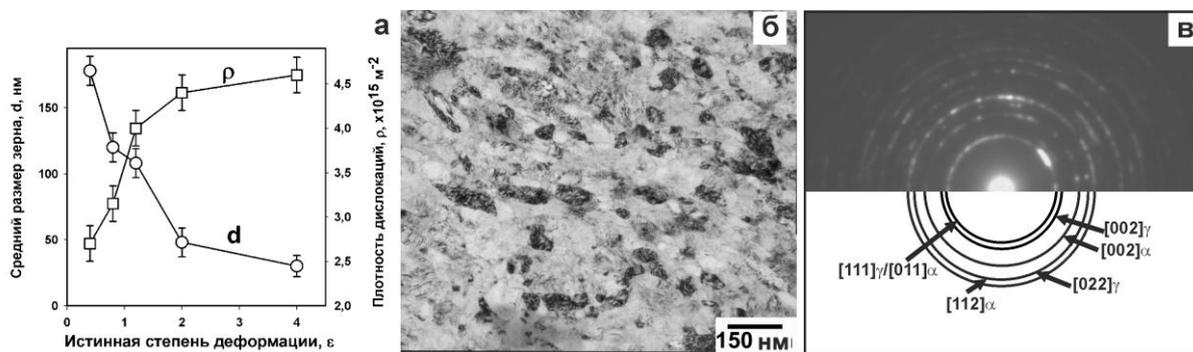


Рисунок 9 – Зависимость а) плотности дислокаций и среднего размера (суб)зерен от степени деформации; б) нанокристаллическая структура стали 10X18N8ДЗБР после многократной осадки при комнатной температуре до истинной степени деформации 4; в) электронограмма получена с области диаметром 600 нм (центральная часть на рисунке б)

Следует отметить, что кинетика измельчения новых зерен в стали 10X18N8ДЗБР при многократнойковке значительно выше при  $\epsilon < 2$ , когда они образуются в результате фрагментации исходных зерен деформационными полосами с последующим их разделением двойниками (рис. 9а). При увеличении степени деформации скорость образования новых нанозерен падает. При  $\epsilon \sim 4$  структура состоит из нанозерен аустенита и мартенсита, средний размер которых равен 30 нм, причем доля мартенсита составляет 60% (рис. 9 б).

**В ПЯТОЙ ГЛАВЕ** рассмотрены структурные изменения в аустенитной нержавеющей стали 10X18H8ДЗБР в процессе отжигов после многократнойковки.

Отжиг при температурах ниже 600°C образцов стали 10X18H8ДЗБР, подвергнутых многократнойковки при комнатной температуре до степени деформации  $\varepsilon \sim 4$ , не приводит к значительным изменениям в структуре. Средний размер зерна и плотность дислокаций остаются практически неизменными, несмотря на развитие обратного  $\alpha' \rightarrow \gamma$  превращения, что приводит к существенному уменьшению доли мартенситной фазы.

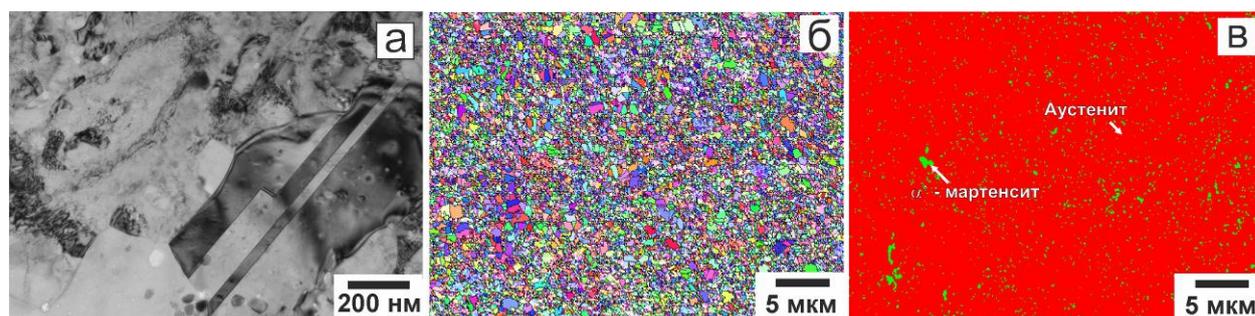


Рисунок 10 – Микроструктура стали 10X18H8ДЗБР после многократнойковки до истинной степени деформации 4 при комнатной температуре и последующего отжига при 700°C

Повышение температуры отжига до 700°C приводит к развитию рекристаллизационных процессов, схожих со вторичной рекристаллизацией. При этом формируется неоднородная микроструктура, состоящая из крупных рекристаллизованных зерен и нанокристаллической аустенитной матрицы (рис. 10 а). Именно наличие матрицы, зерна которой содержат очень высокую плотность дислокаций, отличает этот процесс от классической вторичной рекристаллизации и позволяет его интерпретировать в терминах «прерывистого» роста зерен (discontinuous grain growth).

Эволюция микроструктуры стали 10X18H8ДЗБР, подвергнутой многократнойковки при температурах 500-800°C до степени деформации  $\varepsilon \sim 4$ , в процессе последующего отжига при 800-1000°C характеризуется постепенным укрупнением зерен. Такое явление было интерпретировано как непрерывная постдинамическая рекристаллизация. В результате развития непрерывной постдинамической рекристаллизации формируется однородная микроструктура. Распределения зерен по размеру характеризуются наличием одного ярко выраженного пика (рис. 11).

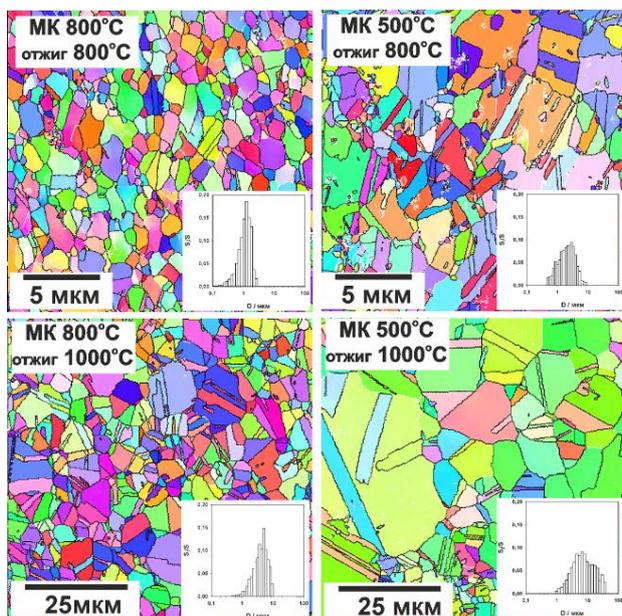


Рисунок 11 – Микроструктура стали 10X18H8ДЗБР и распределение зерен по размеру после многократнойковки (МК) до истинной степени деформации 4 при различных температурах и последующего отжига при 800°С и 1000°С

С увеличением температуры отжига средний размер зерна возрастает. Установлено, что повышение температуры предшествующей многократнойковки замедляет кинетику постдинамической рекристаллизации. Так, после отжига при 800°С размер зерна образцов после многократнойковки при 500°С увеличился в 6 раз, а в образцах после многократнойковки при 600 - 800°С практически не изменился (рис. 11).

Рост зерен во время постдинамической рекристаллизации сопровождается появлением многочисленных  $\Sigma 3^n$  специальных границ. Доля двойниковых границ,

следовательно, должна возрастать с увеличением размера рекристаллизованных зерен. Полученные результаты показывают, что увеличение доли двойниковых границ во время непрерывной постдинамической рекристаллизации зависит от изменения размера зерен при отжиге (рис. 12). Специальные границы  $\Sigma 3^n$  формируются за счет роста зерен в процессе миграции границ зерен, поэтому существует взаимосвязь между ростом зерен и долей специальных границ.

Поскольку вероятность появления двойников зависит от скорости миграции границ зерен, которая, в свою очередь, пропорциональна движущей силе, можно выразить долю специальных границ через движущую силу миграции границы зерна ( $P$ ), принимая, что последняя определяется площадью поверхности границ и, следовательно, обратно пропорциональна размеру зерна ( $D$ ):

$$P \sim \frac{1}{D} \quad (1)$$

Скорость миграции границ прямо пропорциональна движущей силе, соответственно, количество двойниковых границ будет обратно пропорционально размеру зерна:

$$N \sim \frac{1}{D} \quad (2)$$

Действительно, образцы, подвергнутые ковке при более низкой температуре, т. е. образцы с меньшим размером зерен, проявляют более быструю кинетику роста зерен при последующем отжиге и имеют большую долю специальных границ.

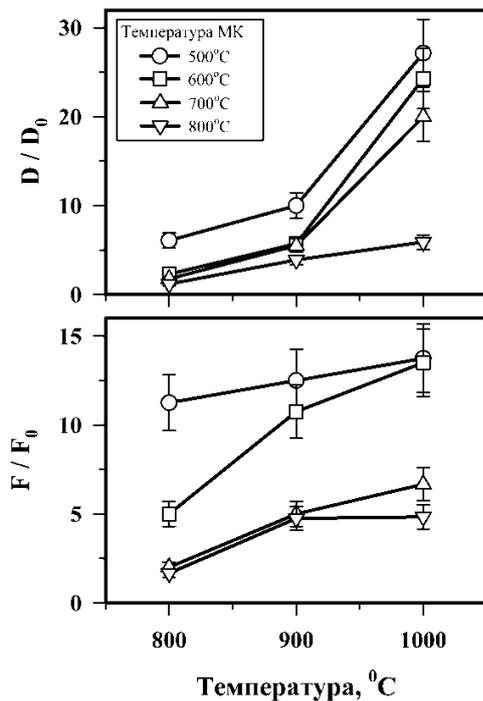


Рисунок 12 – Зависимость изменения размера зерна ( $D/D_0$ ) и доли специальных границ  $\Sigma 3^n$  ( $F/F_0$ ) от температуры отжига в стали 10X18N8ДЗБР подвергнутой, многократной ковке (МК) и отжигам при различных температурах

микроструктуре (т.е. до роста зерен), изменение доли двойниковых границ при отжиге можно оценить по формуле:

$$\frac{F}{F_0} = \frac{K (F_0^{-1} - 1) \ln \frac{D}{D_0} + 1}{K (1 - F_0) \ln \frac{D}{D_0} + 1} \quad (6)$$

На рисунке 13 хорошо видно, что рассчитанные значения  $F$  и  $F/F_0$  хорошо совпадают с экспериментальными данными. Видно, что доля двойниковых границ резко возрастает до  $\sim 0,5$  в диапазоне  $D/D_0$  от 1 до 5. Данный интервал можно считать одним из первых этапов постдинамической непрерывной рекристаллизации. Затем темпы роста доли двойниковых границ существенно замедляются в диапазоне  $D/D_0 > 5$ . То есть доля двойниковых границ имеет тенденцию к насыщению на уровне 0,5-0,6 в начале непрерывной рекристаллизации и меняется незначительно в течение дальнейшего роста рекристаллизованных зерен. Таким образом, отношение  $D/D_0 \approx 5$  можно считать критическим условием, при котором доля двойниковых границ приближается к своему насыщению во время непрерывной постдинамической рекристаллизации. Выявленная связь между долей двойниковых границ и изменением размера зерна при отжиге может быть использована для получения ультрамелкозернистых металлических материалов с большой долей специальных границ

Количество границ двойников одного растущего зерна можно оценить суммированием первоначального числа границ двойников ( $N_0$ ), т. е. двойников внутри зерна до роста, и числа границ двойников ( $N$ ), которые появились во время роста зерна:

$$N = N_0 + N_{(D-D_0)} \quad (3)$$

Количество границ двойников на 1 зерно получается путем интегрирования выражения (2) по размеру зерен от  $D_0$  до  $D$ :

$$N = \int_{D_0}^D K \frac{1}{D}, \Rightarrow N = K \ln \frac{D}{D_0}, \quad (4)$$

где  $K \approx 0...1$  зависит от энергии дефекта упаковки (ЭДУ) сплава. В металлах и сплавах с высокой ЭДУ, таких как алюминий, значение  $K$  равно нулю, т.е. в таких материалах двойники отжига не формируются.

Доля двойниковых границ в отожженном состоянии может быть оценена как:

$$F = \frac{N_0 + K \ln \frac{D}{D_0}}{N_0 + K \ln \frac{D}{D_0} + 1} \quad (5)$$

Принимая  $N_0$  как  $(F_0^{-1} - 1)^{-1}$ , где  $F_0$  – это доля двойниковых границ в исходной

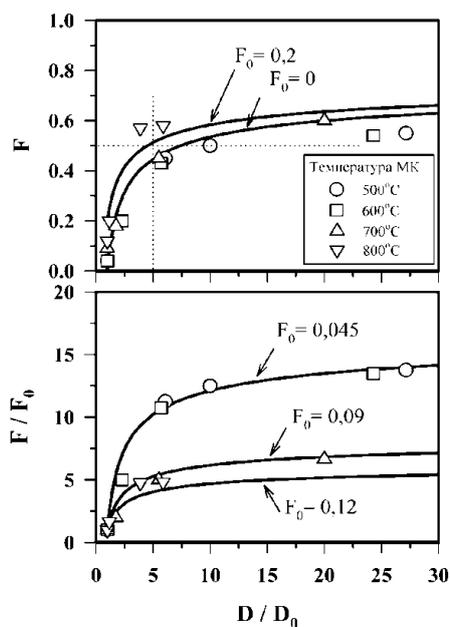


Рисунок 13 – Зависимость изменения доли специальных границ  $\Sigma 3^n$  ( $F$  и  $F/F_0$ ) от изменения размера зерна ( $D/D_0$ ) в стали 10X18H8ДЗБР, подвергнутой многократной ковке (МК) и отжигам при различных температурах

В ШЕСТОЙ ГЛАВЕ рассмотрены механические (таблица 1) и коррозионные свойства аустенитной стали 10X18H8ДЗБР после многократнойковки до истинной степени деформации  $\varepsilon \sim 4$  при различных температурах и последующих отжигов.

Видно, что формирование субмикроструктурной структуры со средним размером зерна 0,25-0,72 мкм в интервале температур 800-500°C приводит к росту предела текучести в 2 - 3,5 раза по сравнению с исходным состоянием. Снижение температуры многократнойковки заметно увеличивает предел текучести. В то же время относительное удлинение до разрушения демонстрирует обратную зависимость.

Последующий отжиг при температуре 800°C образцов стали 0X18H8ДЗБР, деформированных при температурах 800 и 500°C, приводит к снижению предела текучести и росту значений относительного

удлинения до разрушения.

Многократнаяковка при комнатной температуре стали 10X18H8ДЗБР приводит к формированию наноструктурного состояния с размером зерен 30 нм и сопровождается ростом предела текучести до 1430 МПа, в то же время относительное удлинение до разрушения падает до 7 %. Последующий отжиг при температурах 500-600°C не приводит к значительным изменениям механических свойств, несмотря на развитие обратного  $\alpha' \rightarrow \gamma$  превращения. При температуре 700°C структура полностью аустенитная со средним размером зерна 0,25 мкм. Однако структура при этом неоднородная и состоит из отдельных крупных рекристаллизованных зерен в нанокристаллической матрице. Предел текучести таких образцов составляет 1190 МПа, а относительное удлинение до разрушения – 5,6%. Таким образом, изменяя температуру многократнойковки и температуру последующих отжигов, можно варьировать механические свойства стали в очень широких пределах.

Стойкость к межкристаллитной коррозии исследовалась в образцах после многократнойковки при температурах 20 – 800°C, а также в образцах после многократнойковки при температурах 500 и 800°C с последующим 30-минутным отжигом при температуре 800°C. Установлено, что в образцах, подвергнутых многократнойковки при комнатной температуре, сохраняется стойкость к межкристаллитной коррозии.

Таблица 1 Механические свойства ультрамелкозернистой аустенитной стали 10X18H8ДЗБР при комнатной температур

Состояние	Размер структурных элементов, мкм	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_b$ , МПа	$\delta$ , %
Исходное состояние	10*	280	610	65
Многократная ковка 800°C, $\epsilon \sim 4$	0,72*	550	730	36,1
Многократная ковка 700°C, $\epsilon \sim 4$	0,36*	680	820	31,1
Многократная ковка 600°C, $\epsilon \sim 4$	0,31*	850	960	22
Многократная ковка 500°C, $\epsilon \sim 4$	0,25*	970	1090	13,3
Многократная ковка 800°C, $\epsilon \sim 4$ + отжиг 800°C	0,79*	530	730	43
Многократная ковка 500°C, $\epsilon \sim 4$ + отжиг 800°C	0,8*	790	940	25
Многократная ковка 20°C, $\epsilon \sim 4$	0,03**	1430	1540	7,2
Многократная ковка 20°C, $\epsilon \sim 4$ + отжиг 500°C	0,05**	1420	1410	4,8
Многократная ковка 20°C, $\epsilon \sim 4$ + отжиг 600°C	0,06**	1410	1530	3,6
Многократная ковка 20°C, $\epsilon \sim 4$ + отжиг 700°C	0,25**	1190	1320	5,6
* расстояние между большеугловыми границами, данные получены методом EBSD анализа.				
** расстояние между границами, включающими в себя мало- и большеугловые границы, данные получены методом ПЭМ.				

Отношение пика реактивации к пику пассивации в данном случае менее 0,11 (значение 0,11 пика реактивации к пику пассивации является граничным, превышение этой величины свидетельствует о склонности стали к межкристаллитной коррозии). Поскольку склонность стали 10X18H8ДЗБР к межкристаллитной коррозии, главным образом, связана с обеднением приграничных областей Cr, а выделение частиц  $Cr_{23}C_6$  происходит при температурах выше 450°C, то образцы, подвергнутые многократной ковке при температурах 500°C – 700°C, теряют стойкость к межкристаллитной коррозии. С увеличением температуры деформации скорость диффузии Cr увеличивается, что повышает однородность распределения Cr. Таким образом, образцы после многократнойковки при 800°C сохраняют стойкость к межкристаллитной коррозии. Также показано, что стойкость к межкристаллитной коррозии значительно увеличивается при отжиге при температуре 800°C в течение 30 минут в образцах после многократнойковки при 500°C. При этом на кривых анодно-катодной разверстки, полученных методом потещиодинамической реактивации, полностью пропадает пик реактивации, соответственно, стойкость к межкристаллитной коррозии в таком случае высокая. То есть, в общем случае стойкость к межкристаллитной коррозии практически не зависит от деформированной структуры и может уменьшиться только в результате выделения карбидов  $Cr_{23}C_6$  по границам зерен в процессе термомеханической обработки.

## ВЫВОДЫ:

1 Установлено, что в интервале температур 500-700°C непрерывная динамическая рекристаллизация является главным механизмом, ответственным за измельчение зерна стали 10X18H8ДЗБР, хотя прерывистая динамическая рекристаллизация также вносит вклад в формирование новых зерен. Начало действия прерывистой динамической рекристаллизации с уменьшением температуры деформации смещается в область больших степеней деформации.

2 Установлено, что зависимость размера динамически рекристаллизованных зерен ( $D$ ) от параметра Зинера – Холломона ( $Z$ ) выражается степенным законом. Переход из области горячей деформации в область теплой деформации сопровождается изменением механизмов динамической рекристаллизации, что приводит к трёхкратному уменьшению показателю степени. Так при  $Z < 5 \times 10^{11} \text{ c}^{-1}$  превалирует прерывистая динамическая рекристаллизация, а в температурно-скоростной области  $Z > 5 \times 10^{11} \text{ c}^{-1}$  субмикроструктурная структура формируется в результате непрерывной динамической рекристаллизации.

3 Показано, что многократная ковка при комнатной температуре до  $\varepsilon \sim 4$  приводит к формированию смешанной структуры, состоящей из нанозерен аустенита, сформировавшихся в результате фрагментации исходных зерен деформационными полосами и двойниками деформации, и кристаллитов  $\alpha'$ -мартенсита деформации. Средний размер кристаллитов составляет  $\sim 30$  нм.

4 Показано, что отжиг стали 10X18H8ДЗБР с ультрамелкозернистой структурой, которая сформировалась в результате непрерывной динамической рекристаллизации в процессе пластической деформации, характеризуется развитием непрерывной постдинамической рекристаллизации. Кинетика непрерывной постдинамической рекристаллизации в ультрамелкозернистой матрице замедляется с увеличением температуры предыдущей деформации. Рост зерен сопровождается увеличением доли специальных границ  $\Sigma 3^n$ , которую можно определить по относительному изменению размера зерна.

5 Показано, что формирование субмикроструктурной и нанокристаллической структур в стали 10X18H8ДЗБР многократной ковкой и последующими отжигами позволяет повысить прочностные свойства в 2,5-3,5 и  $\sim 5$  раз. Формирование субмикроструктурной и нанокристаллической структур само по себе не оказывает существенного влияния на коррозионную стойкость. Падение стойкости к межкристаллитной коррозии связано с обеднением границ зерен хромом при выделении карбидов  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  по границам зерен.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ ПРЕДСТАВЛЕНО В СЛЕДУЮЩИХ РАБОТАХ:

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах,  
входящих в список ВАК:

1 **Tikhonova, M.**  $\Sigma$ 3 CSL Boundary Distributions in an Austenitic Stainless Steel Subjected to Multidirectional Forging Followed by Annealing / Marina Tikhonova, Yuliya Kuzminova, Xiaoying Fang, Weiguo Wang, Rustam Kaibyshev and Andrey Belyakov // Philosophical Magazine. – 2014. – Vol. 94 (no.36), – P. 4181–4196.

2 **Tikhonova, M.** Strain-induced grain evolution in an austenitic stainless steel under warm multiple forging / M. Tikhonova, A. Belyakov, R. Kaibyshev // Materials Science and Engineering A. – 2013. – Vol. 564, – P. 413-422.

3 **Tikhonova, M.** Grain boundary assemblies developed in an austenitic stainless steel during large strain warm working. / M.Tikhonova, R. Kaibyshev, X. Fang, W. Wang, A. Belyakov // Materials Characterization. – 2012. – Vol. 70, – P. 14-20.

4 **Tikhonova, M.** Nanocrystalline S304H austenitic stainless steel processed by multiple forging / M.Tikhonova, Y.Kuzminova, A. Belyakov, R. Kaibyshev //Reviews on Advanced Materials Science. – 2012. – Vol. 31, – P. 68-73.

5 **Tikhonova, M.** The Formation of Fine-Grained Structure in S304H-Type Austenitic Stainless Steel during Hot-To-Warm Working / M. Tikhonova, V. Dudko, A. Belyakov, R. Kaibyshev // Materials Science Forum – 2012. – Vols. 715-716, – P. 380-386.

6 **Tikhonova, M.** The Formation of Submicrometer Scale Grains in a Super304H Steel During Multiple Compressions at 700°C / M. Tikhonova, V. Dudko, A. Belyakov and R. Kaibyshev // Materials Science Forum. – 2011. – Vols. 667-669. – P. 565-570.

7 **Tikhonova, M.** Kinetics of Grain Refinement by Warm Deformation of 304-Type Stainless Steel /M. Tikhonova, A. Belyakov, R. Kaibyshev // Materials Science Forum. – 2012. – Vols. 706-709, – P. 2328-2334.

8 **Tikhonova, M.** Tensile behavior of an austenitic stainless steel subjected to multidirectional forging. / M. Tikhonova, J. Sorokopudova, E. Bondareva, A. Belyakov and R. Kaibyshev // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2014. –Vol. 63 (1)-012063.

9 **Tikhonova, M.** Static grain growth in an austenitic stainless steel subjected to intense plastic straining / M. Tikhonova, A. Belyakov, R. Kaibyshev // Materials Science Forum. – 2012. – Vol. 783-786. – P. 1021-1026.

10 **Беляков, А. Н.** Анализ искажений кристаллической решетки сильнодеформированных металлических материалов с помощью просвечивающей электронной микроскопии / Беляков А.Н., **Тихонова М.С.**, Кайбышев Р.О. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2012 – т. 78. – с.55-58.

11 **Сорокопудова, Ю. В.** Сопротивление межкристаллитной коррозии субмикроструктурной аустенитной нержавеющей стали, подвергнутой

интенсивной пластической деформации / Ю.В. Сорокопудова, **М.С. Тихонова**, А.Н. Беляков // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. – 2013 – Т.18, – Вып. 4, – Часть 2, – С. 1988-1989.

12 **Тихонова, М.С.** Особенности статической рекристаллизации аустенитной нержавеющей стали после интенсивной пластической деформации / Тихонова, М.С., Беляков А.Н. // Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского. Серия Физика твердого тела. – 2013. – № 2(2). – С. 92-95.

13 **Тихонова, М.С.** Эволюция микроструктуры аустенитной нержавеющей стали в процессе многократнойковки при температурах 500°C и 800°C / М.С.Тихонова, А.Н. Беляков // Фундаментальные исследования, – 2013. – № 1 (часть 2). – С. 468-472.

14 Дудова, Н.Р. Анализ границ зерен в наноструктурных материалах / Н.Р. Дудова, **М.С. Тихонова**, О.А. Дудов // Научное обозрение. – 2012. – № 5–С. 43-50.

#### **Патенты:**

1 Патент № 2488637. Способ получения заготовок сталей аустенитного класса с нанокристаллической структурой / Кайбышев Р.О., Беляков А.Н., Тихонова М.С., Дудко В.А. / Зарегистрирован в Государственном реестре изобретений РФ 27 июля 2013 г.

2 Патент № 2468093. Способ получения заготовок сталей аустенитного класса / Кайбышев Р.О., Беляков А.Н., Тихонова М.С., Дудко В.А. / Зарегистрирован в Государственном реестре изобретений РФ 27 ноября 2012 г.



