

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Белгородский государственный национальный исследовательский университет»

На правах рукописи



Янушкевич Жанна Чеславовна

СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ И УПРОЧНЕНИЕ АУСТЕНИТНЫХ
КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ СТАЛЕЙ В ПРОЦЕССЕ ТЕПЛОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ
ОБРАБОТКИ

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

Диссертация на соискание ученой степени

Кандидата физико-математических наук

Научный руководитель

доктор физико-математических наук

Беляков Андрей Николаевич

Белгород – 2016

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ	11
1.1 Механизмы структурообразования в металлических материалах в процессе пластической деформации	11
1.1.1 Динамическая рекристаллизация	11
1.1.2 Динамический возврат	13
1.1.3 Прерывистая динамическая рекристаллизация	18
1.1.4 Непрерывная динамическая рекристаллизация	23
1.1.5 Метадинамическая рекристаллизация	25
1.1.6 Фрагментация	26
1.2 Аустенитные коррозионностойкие стали	27
1.3 Методы пластической деформации	30
1.4 Механизмы упрочнения и механические свойства аустенитных сталей (или ГЦК металлов)	33
ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ	37
2.1 Материал исследования	37
2.2 Деформационная обработка	38
2.3 Методика микроструктурных исследований	40
2.3.1 Методика приготовления образцов для электронно-микроскопических исследований	40
2.3.2 Просвечивающая-электронная микроскопия	40
2.3.3 Методика определения разориентировки границ с помощью ПЭМ	41
2.3.4 Растровая-электронная микроскопия	43
2.4 Методика испытаний на механические свойства	44
2.4.1 Методика испытаний на статическое растяжение при комнатной и повышенных температурах	44
2.4.2 Методика измерения микротвердости по шкале Виккерса	46
2.5 Методика испытаний по определению стойкости к межкристаллитной коррозии	47

ГЛАВА 3 ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ТЕПЛОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ АУСТЕНИТНЫХ КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ СТАЛЕЙ.....	48
3.1 Микроструктура аустенитных коррозионностойких сталей после тепловой деформационной обработки до больших степеней	48
3.1.1 Микроструктура деформации аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР после многократной тепловой деформации	49
3.1.2 Микроструктуры деформации аустенитных гомогенных сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 с низкой и средней ЭДУ, подвергнутых большому пластическому деформациям при 500-900°C.....	54
3.2 Зависимость размера рекристаллизованных зерен от температурно-скоростных условий деформации.....	60
3.3 Кинетика измельчения зерен в процессе тепловой деформации аустенитных коррозионностойких сталей.....	62
3.4 Деформационное упрочнение аустенитных коррозионностойких сталей в процессе больших пластических деформаций в интервале температур 500 -1000°C	66
3.5 Выводы по главе:	67
ГЛАВА 4 МЕХАНИЗМЫ СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ АУСТЕНИТНЫХ КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ СТАЛЕЙ В ПРОЦЕССЕ ТЕПЛОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ.....	69
4.1 Эволюция микроструктуры сталей в процессе деформации при температурах 500-700°C.....	69
4.2 Эволюция микроструктуры сталей в процессе деформации при температурах 800-1000°C.....	78
4.3 Механизмы формирования новых зерен в процессе деформации аустенитных коррозионностойких сталей.....	86
4.4 Влияние температуры деформации на кинетику измельчения микроструктуры	88
4.5 Выводы по главе:	95
ГЛАВА 5 МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АУСТЕНИТНЫХ КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ СТАЛЕЙ, ПОДВЕРГНУТЫХ ТЕПЛОЙ ДЕФОРМАЦИИ.....	96
5.1 Механические свойства аустенитных сталей при комнатной температуре.....	96

5.2 Механические свойства аустенитных коррозионностойких сталей в интервале температур испытаний 300 – 700°С	100
5.3 Влияние микроструктуры на механические свойства.....	113
5.4 Коррозионная стойкость аустенитных сталей, подвергнутых тепловой деформационной обработке.....	118
5.5 Выводы по главе:	120
ОБЩИЕ ВЫВОДЫ	122
ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ	124
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	126

ВВЕДЕНИЕ

Физические механизмы динамической рекристаллизации (ДР) металлических материалов являются объектом повышенного интереса со стороны ученых-исследователей на протяжении нескольких десятилетий. В зависимости от температурно-скоростных условий пластической деформации различают прерывистую ДР и непрерывную ДР. Прерывистая ДР развивается в материалах с низкой и средней энергией дефектов упаковки (ЭДУ) в процессе деформации при высоких температурах (т.н. горячая деформация). Основным механизмом прерывистой ДР является циклический процесс зарождения и роста новых кристаллитов в результате локальной миграции границ зерен. Непрерывная ДР может иметь место в более широкой температурной области, включая область т.н. теплой деформации, когда деформационное поведение определяется интенсивностью динамического возврата. Особый интерес вызывает непрерывная ДР, которая развивается в процессе теплой пластической деформации при температурах около половины температуры плавления и приводит к формированию ультрамелкозернистой и/или субмикроструктурной структуры, что позволяет получать высокие прочностные свойства.

Высокую эффективность непрерывной ДР с точки зрения упрочнения материалов следует ожидать при обработке металлов и сплавов, обладающих высокой способностью к деформационному упрочнению. Характерным представителем таких материалов являются аустенитные коррозионностойкие стали. Уникальное сочетание механических, технологических и функциональных свойств аустенитных коррозионностойких сталей определяет их широкое применение в различных отраслях промышленности. Основным недостатком, ограничивающим их использование в качестве конструкционного материала, является низкий предел текучести (200 – 400 МПа). Существует несколько подходов к повышению прочностных свойств аустенитных коррозионностойких сталей. Традиционный подход основан на введении дополнительных легирующих элементов, что позволяет повысить предел текучести аустенитных сталей за счет твердорастворного и/или дисперсионного упрочнения. Альтернативный подход к повышению прочностных свойств заключается в использовании деформационно-термической обработки в условиях теплой деформации, которая позволяет повысить предел текучести за счет деформационного и/или структурного упрочнения. Высокая эффективность такого подхода к улучшению механических свойств аустенитных коррозионностойких сталей обусловлена их высокой способностью к деформационному упрочнению. Таким образом, существенного повышения прочностных характеристик данных сталей можно добиться за

счет теплой пластической обработки, в процессе которой материал упрочняется по механизмам структурного и субструктурного упрочнения. В первом случае упрочнение связано с уменьшением среднего размера зерен, во втором – с формированием развитой дислокационной субструктуры. Однако, если область горячей деформации, в которой в аустенитных сталях развивается прерывистая динамическая рекристаллизация и формируются зерна размером около 2 мкм и выше, изучена достаточно хорошо, то закономерности непрерывной динамической рекристаллизации в процессе теплой деформации, в результате которой формируется субмикроструктурная структура с размером зерен менее микрометра, изучены не достаточно детально. Детальное изучение закономерностей и механизмов эволюции микроструктуры в аустенитных коррозионностойких сталях, подвергнутых теплой деформации, и взаимосвязи формирующейся структуры с механическими свойствами существенно расширит современные представления о механизмах пластического течения и структурных изменениях в псевдо однофазных металлах и сплавах с кубической гранецентрированной решеткой с низкой и средней ЭДУ. Решение таких задач внесет значительный вклад в развитие физического металловедения и откроет возможности производства полуфабрикатов из аустенитных коррозионностойких сталей и других подобных материалов с регламентированной микроструктурой и высокими механическими свойствами.

Целью диссертационной работы - изучение закономерности формирования границ зерен деформационного происхождения в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе пластической деформации в широком интервале температур от 0,45 до 0,75 температуры плавления ($T_{пл}$), а также анализ механизмов структурного и субструктурного упрочнения при комнатной и повышенных температурах.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1 Установить влияние температуры на закономерности микроструктурных изменений и основные параметры формирующейся структуры, включая размер и форму зерен и субзерен, плотность и распределение дислокаций, распределения границ зерен и субзерен по углам разориентировки в процессе больших пластических деформаций при температурах от 500 до 1000°C.

2 Проанализировать влияние температуры на кинетику формирования дислокационных субграниц и изменения их разориентировки в рамках известных моделей формирования границ зерен и субзерен деформационного происхождения и установить

основные механизмы формирования новых зерен в процессе деформации при температурах от 500 до 1000°C.

3 Определить механические свойства при растяжении в интервале температур 20-700°C образцов аустенитных сталей, подвергнутых большим пластическим деформациям при температурах 500-1000°C, рассчитать вклады структурного и субструктурного упрочнения.

Научная новизна

1 Установлено влияние температуры на механизмы непрерывной динамической рекристаллизации аустенитных сталей в процессе больших пластических деформаций при температурах 0,45-0,75 температуры плавления (500-1000°C). При повышенных температурах (800-1000°C) появление новых границ зерен происходит в результате формирования равноосной субструктуры и постепенного увеличения разориентировки между субзернами. Понижение температуры деформации сопровождается замедлением процессов динамического возврата, что ведет к появлению деформационных микрополос, разориентировка которых быстро увеличивается до значений, характерных для высокоугловых границ зерен, с увеличением степени деформации.

2 Установлено, что кинетика непрерывной динамической рекристаллизации аустенитных коррозионностойких сталей характеризуется слабой температурной зависимостью в интервале температур деформации 500-1000°C, что обусловлено противоположным влиянием температуры на различные механизмы эволюции структуры. При температурах 800-1000°C границы зерен деформационного происхождения появляются в результате увеличения разориентировки между субзернами; кинетика процесса определяется скоростью динамического возврата, которая ускоряется с повышением температуры деформации. В низкотемпературной области (500-700°C) формированию высокоугловых границ способствуют деформационные микрополосы, появление и увеличение разориентировки которых обусловлено ростом внутренних напряжений при понижении температуры пластической деформации.

3 Показано, что предел текучести аустенитных коррозионностойких сталей, подвергнутых прокатке при температурах 500-1000°C, может быть выражен уточненным соотношением Холла-Петча, учитывающим субструктурное упрочнение, вклад которого в общую прочность превалирует над структурным (размер зерна) и твердорастворным упрочнением.

4 Показано, что в интервале температур испытаний 20-500°C предел текучести аустенитных коррозионностойких сталей, подвергнутых прокатке при температурах 500-1000°C, нормированный на модуль сдвига, имеет очень слабую температурную зависимость, что свидетельствует о неизменности механизмов структурного упрочнения в данной температурной области. Понижение пределов текучести при температурах испытаний выше 500°C связано с ускорением термоактивируемых процессов движения дислокаций.

Практическая значимость

На основании полученных экспериментальных данных предложен и запатентован способ деформационно-термической обработки аустенитных коррозионностойких сталей с целью получения высоких прочностных свойств (патент РФ №2525006).

Результаты детального исследования закономерностей формирования мелкозернистой структуры в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе теплой и горячей прокатки, а также влияния структурных параметров на прочностные свойства сталей данного класса в широком интервале температур испытаний могут быть использованы для оптимизации режимов деформационно-термической обработки аустенитных сталей. Данные об эволюции микроструктуры и механических свойствах аустенитных коррозионностойких сталей могут быть использованы при разработке методов прогнозирования эксплуатационных характеристик изготавливаемых изделий.

Положения, выносимые на защиту:

1 Закономерности непрерывной динамической рекристаллизации, влияние температуры на кинетику формирования новых зерен и высокоугловых границ деформационного происхождения в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе больших пластических деформаций при гомологических температурах 0,45-0,75.

2 Зависимость прочностных характеристик (по изотермическим испытаниям на одноосное растяжение в широком интервале температур от 20 до 700°C) хромоникелевых аустенитных сталей от температуры прокатки в интервале 500-1000°C.

3 Влияние формирующейся в процессе прокатки микроструктуры на прочностные свойства аустенитных коррозионностойких сталей; модифицированное соотношение Холла-Петча, учитывающее субструктурное упрочнение.

Вклад автора

Личный вклад соискателя состоит в получении и анализе результатов работы, в совместной с научным руководителем постановке целей и задач исследования, подготовке научных статей и представлении докладов на научных конференциях. Эксперименты и испытания выполнены им лично, либо с его непосредственным участием

Апробация работы

Результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на крупнейших российских и международных конференциях, таких как:

1 VI Международная конференция «Фазовые превращения и прочность кристаллов», посвященная памяти академика Г. В. Курдюмова (г. Черноголовка, 16-19 ноября 2010 г.);

2 Международная конференция с элементами научной школы для молодежи «Наноматериалы и нанотехнологии в металлургии и материаловедении» (г. Белгород, 13-15 октября 2011 г.);

3 7th International conference on processing and manufacturing of advanced materials, THERMEC'2011 (г. Квебек, Канада, 1-5 августа 2011 г.);

4 XIII Международная научно-техническая Уральская школа – семинар для металлургов – молодых ученых (г. Екатеринбург, 12-16 ноября 2012 г.);

5 5th International Conference on Recrystallization and Grain Growth, ReX&GG'2013 (г. Сидней, Австралия, 5-10 мая 2013 г.);

6 Всероссийская конференция «Инновации в материаловедении» (г. Москва, 3-5 июня 2013 г.);

7 Всероссийская молодежная школа-конференция «Современные проблемы материаловедения» (г. Пицунда, Абхазия, 10-13 сентября 2013 г.);

8 Международная конференция «Актуальные проблемы прочности», (г. Екатеринбург, 11-15 ноября 2013 г.);

9 8th International conference on processing and manufacturing of advanced materials, THERMEC'2013 (США, 2-6 декабря 2013 г.);

10 12th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials, ICSAM-2015 (г. Токио, Япония, 7-11 сентября 2015 г.);

11 VIII-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур ПРОСТ-2016» (г. Москва, 19 -21 апреля 2016 г.);

12 Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов (г. Москва, 25-28 октября 2016 г.),

13 VI Всероссийская конференция по наноматериалам НАНО 2016 (г. Москва, 22-25 ноября 2016 г.);

14 XVII Международная научно-техническая Уральская школа – семинар для металловедов – молодых ученых (г. Екатеринбург, 5-9 декабря 2016 г.).

Публикации

По теме диссертации опубликовано 9 научных работ, из них 7 работ входят в перечень ВАК РФ. Получен 1 патент РФ (RU № 2525006 от 21.03.2013).

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав, основных результатов и выводов, а также списка литературы из 194 наименований. Основная часть работы изложена на 144 страницах, содержит 69 рисунков и 7 таблиц.

Благодарность

Автор диссертации выражает глубокую благодарность научному руководителю д.ф.-м. н. Белякову А.Н. и руководителю лаборатории д.ф.-м.н. Кайбышеву Р.О. за внесенный идейный вклад в работу и помощь при написании диссертации.

ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Механизмы структурообразования в металлических материалах в процессе пластической деформации

1.1.1 Динамическая рекристаллизация

Рекристаллизация является одним из наиболее распространенных процессов формирования структуры металлических материалов. основополагающие работы, посвященные описанию природы процессов рекристаллизации, среди советских ученых были сделаны Бочваром А.А [1], Савицким Е.М. [2], Гореликом .С.С. [3], Счастливым В.М. [4]. Некоторые аспекты исторического развития закономерностей процессов рекристаллизации обсуждались Меллом Р. [5], Берком Д. [6] и другими авторами [7–10]. Механические свойства металлов и сплавов в значительной степени определяются структурным состоянием материала. Для однофазных систем различают два механизма упрочнения - структурное упрочнение, связанное с повышением прочности при уменьшении среднего размера зерен, и субструктурное, которое достигается в результате формирования развитой дислокационной субструктуры. Наиболее популярный и широко используемый метод измельчения микроструктуры основан на применении пластической деформации при комнатной температуре с последующим отжигом при повышенных температурах [6, 8, 11–13].

Формирование новых зерен в процессе деформации определяют как динамическую рекристаллизацию [5, 6, 8, 10, 14–19], а формирование дислокационной субструктуры – как динамический возврат. Обычно процессы возврата и рекристаллизации микроструктуры развиваются в ходе деформации при повышенных температурах. Такие явления определяют как динамические, чтобы отличать от статических процессов при отжиге, которые происходят во время термической обработки после деформации.

На сегодняшний день выделяют два основных механизма динамической рекристаллизации: непрерывный и прерывистый механизмы динамической рекристаллизации. Традиционно принято, что в материалах с низким и средним значением энергии дефекта упаковки (ЭДУ) в процессе деформационной обработки при температурах больше $0,5 T_{пл}$ протекают процессы прерывистой динамической рекристаллизации (ПДР) [8, 20–23]. Авторами работ [8, 9, 15, 19, 24] был подробно изучен механизм прерывистой динамической рекристаллизации при горячей деформации материалов с низкой энергией дефекта упаковки. Развитие процессов прерывистой

динамической рекристаллизации связано с мобильностью границ. В процессе горячей деформации происходит локальная миграция отдельных участков границ исходных зерен по достижению некоторой критической степени деформации, которая необходима в первую очередь для накопления достаточной энергии деформации, а также для формирования зародышей новых зерен. Таким образом, локальная миграция отдельных участков исходных границ зерен приводит к появлению свободных от решеточных дислокаций микрообъемов, которые можно рассматривать как зародыши динамической рекристаллизации. При дальнейшей деформации такие зародыши растут, поглощая при этом соседние зерна с повышенной плотностью дефектов. В процессе деформации, сопровождаемой прерывистой динамической рекристаллизацией, происходит постоянное формирование новых зародышей рекристаллизованных зерен и их рост. Новые зерна начинают зарождаться не только на исходных границах, но и на границах ранее рекристаллизованных зерен. Таким образом, происходит постоянное обновление микроструктуры. Такой циклический характер процесса также можно наблюдать на диаграмме деформации в виде периодического упрочнения и разупрочнения [8, 9, 19]. Повторное формирование ряда рекристаллизованных зерен в процессе деформации приводит к формированию ультрамелкозернистой структуры. Средний размер зерен при этом сохраняется неизменным на протяжении всей обработки, и определяется температурно-скоростными режимами деформации или напряжениями течения на установившейся стадии пластического течения [21, 22]. Так как, динамическая рекристаллизация включает контролируемую диффузией миграцию границ зерен, увеличение температуры деформации ускоряет кинетику рекристаллизации.

Динамическая рекристаллизация открывает большие перспективы для производства современных ультрамелкозернистых металлических материалов. Конструкционные стали и сплавы со средним размером зерен менее 1 мкм демонстрируют уникальную комбинацию механических свойств включая высокую прочность и удовлетворительную пластичность [25–27]. Средний размер зерен, формирующийся в процессе динамической рекристаллизации, может быть существенно уменьшен в результате снижения температуры деформации [21, 28–30]. Таким образом, деформация в условиях теплой обработки является эффективным способом получения ультрамелкозернистых металлов и сплавов [8, 21, 27, 29–34]. Однако, в отличие от горячей обработки, механизмы и закономерности эволюции микроструктуры, а так же особенности динамической рекристаллизации, в процессе теплой деформации недостаточно изучены. Принято считать, что новые ультрамелкие зерна формируются в результате непрерывных процессов [21, 31–34]. В частности, структурные изменения характеризуются

последовательной трансформацией малоугловых границ деформационного происхождения в высокоугловые границы, когда разориентировка субграниц в процессе деформации увеличивается до значений типичных для высокоугловых границ зерен. Такие процессы в литературе часто называют непрерывная динамическая рекристаллизация [8, 21, 35–37]. Микрополосы деформации, которые быстро набирают большую разориентировку в деформированной субструктуре, играют важную роль в формировании высокоугловых границ зерен деформационного происхождения и новой мелкозернистой структуры при более низких температурах (0,4-0,7Тпл.) [21, 38–41]. Новые ультрамелкие зерна ускоренно появляются внутри деформационных полос и на их пересечениях. Плотность микрополос деформационного происхождения постепенно увеличивается с увеличением степени деформацией, что приводит к постепенному развитию непрерывной динамической рекристаллизации.

На сегодняшний день имеется ограниченное количество работ, посвященных кинетике непрерывной динамической рекристаллизации металлических материалов. Кинетика НДР остается до конца не изученной, что вызывает огромный интерес для ее исследования. Существенное замедление эволюции новых зерен в результате уменьшения температуры деформации может быть связано с замедлением динамического возврата [30, 40]. С другой стороны, модель фрагментации зерен основанная на искривлении решетки, предложенная Тос и др. [42], предполагает ускоренное формирование высокоугловых границ деформационного происхождения при понижении температуры деформации. Такая неоднозначность в кинетике НДР связана с отсутствием систематических экспериментальных данных и различие в подходах их интерпретации.

1.1.2 Динамический возврат

В металлах с высокой ЭДУ, таких как алюминий и его сплавы, α -железо и ферритные стали, переползание и поперечное скольжение дислокаций происходят легко. Поэтому динамический возврат развивается быстрее при высоких температурах, и в некоторых случаях только такой механизм структурных изменений имеет место. Диаграмма деформации в этом случае, как правило, характеризуется ростом напряжений течения до насыщения, после чего наблюдается плато на кривой напряжение-деформация с последующей постоянной или установившейся стадией деформации, как схематично показано на рисунке 1.1 [8]. Деформационное упрочнение на начальных стадиях деформации связано с накоплением и взаимодействием дислокаций. Однако с повышением плотности дислокаций увеличивается движущая сила динамического

возврата и, следовательно, растет скорость возврата. В течение этого периода формируются малоугловые дислокационные границы и субзерена. При определенном напряжении, скорости упрочнения и возврата достигают динамического равновесия, плотность дислокаций остается постоянной и напряжение течения выходит на установившуюся стадию (рис. 1.1).

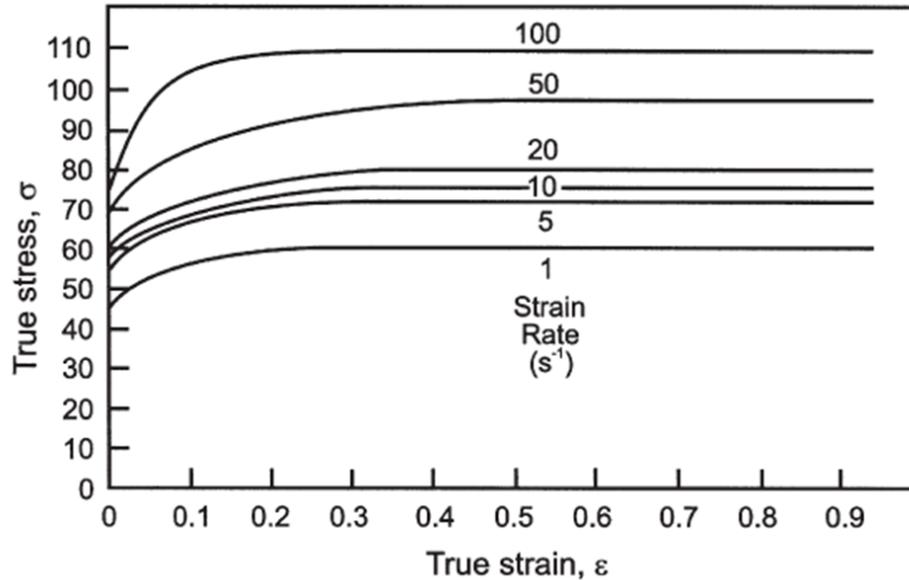


Рисунок 1.1 - Типичные зависимости напряжений течения (true stress) от степени деформации (true strain) при пластической обработке сопровождаемой развитием динамического возврата

При температурах деформации, когда развиваются термоактивируемые процессы возврата, эволюция микроструктуры будет зависеть от температуры деформации и от скорости деформации в дополнение к степени деформации. Скорость деформации и температура деформации часто объединяют в один параметр - Зинера-Холломона (Z), который определяется как [18]:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.1)$$

где $\dot{\epsilon}$ – скорость деформации, R – универсальная постоянная газовая (8,314 Дж/ (моль·К)), T – температура деформации, Q – энергия активации деформации. В данной работе для расчетов использовали энергию активации самодиффузии $Q = 280$ (кДж моль⁻¹) [43].

Если напряжения течения соответствуют механическому уравнению состояния, т.е. зависят только от мгновенных значений T , $\dot{\epsilon}$ и ϵ , а не от их происхождения, то связь между этими параметрами может быть выражена относительно простым эмпирическим уравнением [44, 45]. Установлено, что соотношение между напряжениями течения (σ) и параметром Зинера-Холломона может быть выражено в следующей форме:

$$Z = c_1 \sinh(c_2 \sigma)^n \quad (1.2)$$

где c_1 , c_2 и n – константы.

Таким образом видно, что Z тесно связано с напряжением течения и, следовательно, плотностью дислокаций. Параметр Зинера-Холломона особенно удобен для анализа процессов, в которых температура и скорость деформации как правило известно, в то время как напряжения течения не могут быть определены с достаточной точностью, как, например, при прокатке. В некоторых работах [46–50] было подробно рассмотрено механическое поведение при горячей деформации, определяющее соотношение микроструктуры и напряжений течения.

Механизмы эволюции микроструктуры при динамическом возврате. Основные механизмы динамического возврата – переползание и поперечное скольжения дислокаций, которые приводят к формированию малоугловых границ, как и при статическом возврате. Однако, при динамическом возврате приложенное напряжение обеспечивает дополнительное давление движущей силы на малоугловые границы и те из них, которые имеют противоположную разориентировку будут двигаться в противоположных направлениях, и такое поведение может внести значительный вклад в общую деформацию [51]. Такое поведение подвижных границ, аннигиляция дислокаций противоположного знака и взаимодействие тройных стыков позволяет субзернам оставаться практически равноосными во время деформации. Прямые эксперименты показали, что некоторые переориентации субзерен могут иметь место и при горячей деформации. Процессы упрочнения и возврата приводят к постоянному формированию и аннигиляции малоугловых границ, а также постоянной плотности «свободных» дислокаций в субзернах.

Микроструктура, сформировавшаяся в условиях низкотемпературной деформации, как правило, очень неоднородна, и области локальной неоднородности часто становятся местами формирования зародышей рекристаллизации при последующем отжиге. Установлено, что с увеличением температуры обработки микроструктура деформации становится более однородной [52, 53]. Такое поведение может быть объяснено

увеличением числа действующих систем скольжения, что приводит к однородной деформации. В процессе деформационной обработки при повышенных температурах, системы скольжения, которые не действуют при более низких температурах из-за более высокого барьера Пайерлса-Набарро, могут также стать активными. Часто формируются крупные полосы при деформации, которые видны в оптический микроскоп, которые уменьшаются в процессе деформации при повышенных температурах. Градиент разориентации снижается при уменьшении Z . Кроме того, обычно обнаруживается, что полосы сдвига становятся реже при более высоких температурах деформации.

При низких температурах и высоких скоростях деформации (высокий Z) повышение плотности дислокаций (наклеп) является определяющим фактором, в то время как при высоких температурах и низких скоростях деформации (низкий Z) доминирует динамический возврат. Поэтому после деформации, микроструктура будет зависеть от параметра Зинера-Холломона.

В работе [48] было обнаружено, что напряжение течения связано с плотностью дислокаций в субзернах (ρ_i) следующим соотношением:

$$\sigma = c_1 + c_2 Gb\rho_i^{1/2} \quad (1.3)$$

где c_1 и c_2 константы (рис. 1.2а). Если формируются субзерна, то напряжение течения обратно пропорционально среднему диаметру субзерен (D) (рис. 1.2б).

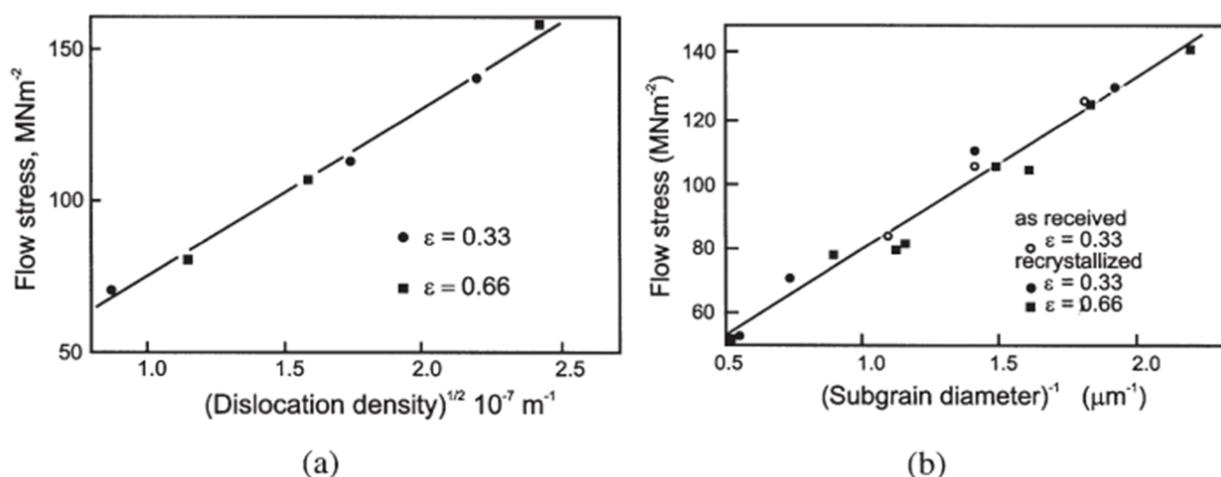


Рисунок 1.2 - Влияние напряжений течения (flow stress) на: (а) плотность дислокаций (dislocation density) и (б) размер субзерен (subgrain diameter) [48]

Авторами работы [54] показано, что произведение напряжений течения и размера субзерен является постоянной для любого класса материалов:

$$\frac{\sigma D}{G b} = K \quad (1.4)$$

Дерби [55] проанализировал данные для ряда металлов и минералов (рис. 1.3) и показал, что K имеет значение 10 для ГЦК металлов и $\sim 25-80$ для ионных кристаллов из структуры NaCl. При постоянном напряжении течения (или Z), получается уникальное соотношение между размером субзерен и плотностью дислокаций в субзернах:

$$\rho_i^{1/2} = c_3 D^{-1} \quad (1.5)$$

Такое соотношение предсказывается теоретическими моделями формирования субзерен во время деформации и экспериментальными исследованиями в различных материалах, включая стали.

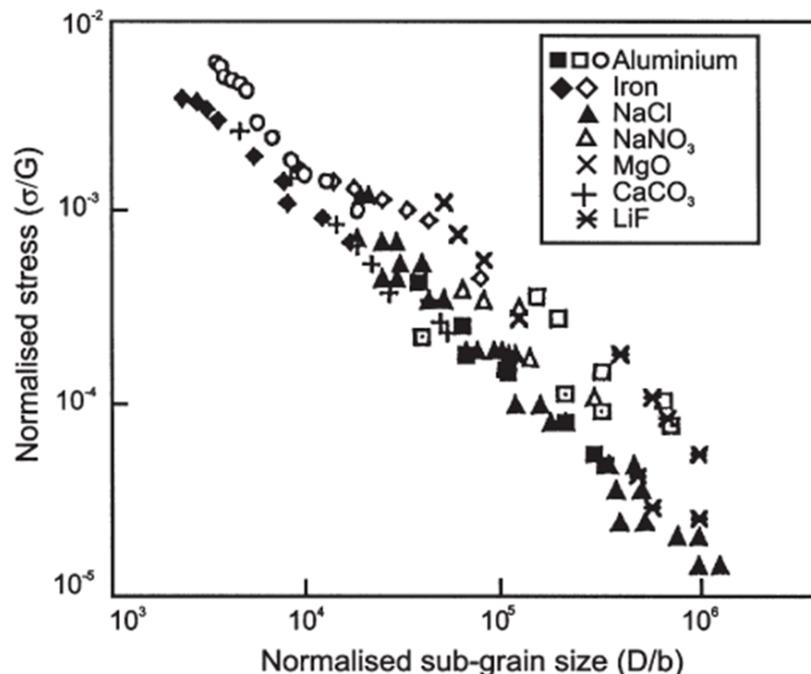


Рисунок 1.3 - Соотношение между размером субзерен (normalised sub-grain size) и напряжениями течения (normalized stress) в процессе деформации при повышенных температурах

При различных операциях горячей обработки давлением, температурно-скоростные условия деформации не остаются постоянными, и потому микроструктурные параметры, такие как плотность дислокаций и размер субзерен, будут эволюционировать в процессе деформации.

На сегодняшний день большой интерес вызывает моделирование эволюции микроструктуры в процессе горячей деформационной обработки металлических материалов, структурные изменения в которых определяются развитием динамического возврата. Ранние работы основаны на развитии эмпирических соотношений, но в последнее время большое внимание уделяется «физическим основам» моделирования, в которых такие параметры, как плотность дислокаций, размер субзерен и разориентировки объединяются для предсказания общей эволюции микроструктуры. Примеры такого рода моделирования могут быть найдены в работах [48, 56, 57].

1.1.3 Прерывистая динамическая рекристаллизация

В металлах и сплавах, в которых процессы возврата затруднены, что связано с низкими или средними значениями ЭДУ (меди, никеля и аустенитные стали), после некоторой, критической, степени деформации может иметь место прерывистая динамическая рекристаллизация [16, 58]. Кратко явление динамической рекристаллизации можно представить следующим образом. Новые зерна появляются на границах исходных зерен, но, так как материал продолжают деформировать, плотность дислокаций в новых зернах увеличивается, тем самым уменьшая движущую силу для дальнейшего роста, и рекристаллизованные зерна в итоге перестают расти. Дополнительным фактором, который может ограничить рост новых зерен - зарождение новых зерен на мигрирующих границах. Этот тип динамической рекристаллизации, которая имеет четкие стадии зарождения и роста, может быть классифицирован как прерывистый процесс.

Общие характеристики динамической рекристаллизации можно сформулировать следующим образом:

1. Как показано на рисунке 1.4 [58], диаграмма деформации материала, в котором протекают процессы динамической рекристаллизации в целом имеет широкий пик, отличающийся от плато, характерного для материала, в котором имеет место только динамический возврат. В условиях деформации с низким значением Z , на диаграмме деформации может наблюдаться несколько пиков напряжений течения.

2. Критическая степень деформации (ϵ_c) необходима, чтобы началась динамическая рекристаллизация. Начало рекристаллизации происходит несколько раньше, чем появляется пик на кривой напряжение-деформация.

3. Критическая деформация ϵ_c постоянно уменьшается с понижением напряжений или уменьшением параметра Зинера-Холломона, хотя при очень низких скоростях деформации критическая степень деформации может снова возрастать.

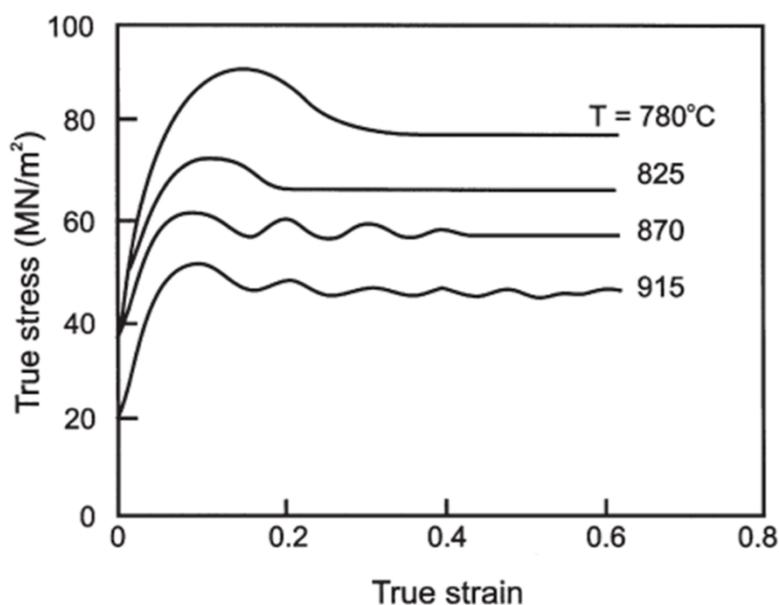


Рисунок 1.4 – Зависимость напряжений течения (true stress) от степени деформации (true strain) стали с 0,68% C, подвергнутой одноосной осадкой при различных температурах и скорости $\dot{\epsilon} = 1,3 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

4. Размер динамически рекристаллизованных зерен (D_R) постепенно возрастает с понижением напряжения.

5. Напряжения течения (σ) и D_R практически не зависят от начального размера зерен (D_0), несмотря на то, что кинетика динамической рекристаллизации ускоряется в образцах с меньшим начальным размером зерна.

6. Динамическая рекристаллизация, как правило, начинается на границах зерен, однако при очень низких скоростях деформации и больших исходных зернах преобладает внутризеренное зарождение.

Волнистые границы зерен являются предпочтительными местами для начала динамической рекристаллизации, и обычно предполагается, что механизм связан с миграцией границ зерен деформационного происхождения. Авторы работ [59–61] предполагают, что формирование зародышей динамически рекристаллизованных зерен

может быть связано с формированием локальных градиентов пластической деформации вблизи границ зерен.

На рисунке 1.5 схематично показано развитие микроструктуры в процессе динамической рекристаллизации. Из-за градиента плотности дислокаций по обе стороны от границы зерен во время деформации возникают «выступы» или «языки», которые впоследствии становятся зародышами рекристаллизации. Формирование зародышей в процессе динамической рекристаллизации, как правило начинается на исходных границах зерен (рис. 1.5а). Затем новые зерна формируются на границах растущих зерен (рис. 1.5б), и таким образом формируются группы рекристаллизованных зерен (рис. 1.5 в). Если есть большая разница между начальным размером зерна (D_0) и размером рекристаллизованного зерна (D_R), то на промежуточной стадии процесса формируется структура типа «ожерелье» (рис. 1.5б-в), но по завершению процесса материал будет полностью рекристаллизованным (рис. 1.5г).

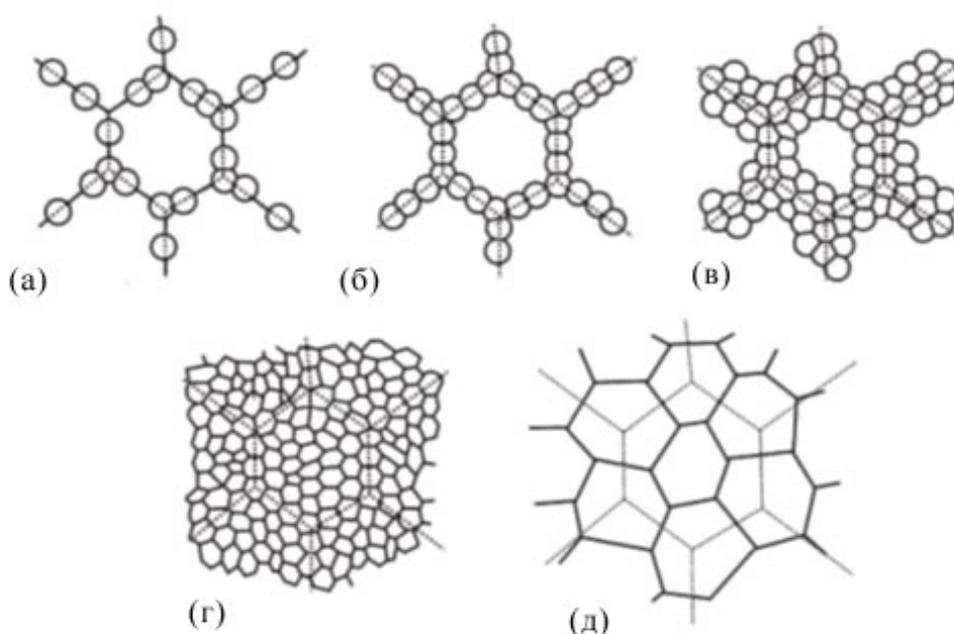


Рисунок 1.5 – Схема структурообразования в процессе динамической рекристаллизации:

(а) - (г) большой исходный размер зерна; (д) небольшой исходный размер зерна.

Пунктирные линии показывают исходные границы зерен [14]

Типичная микроструктура «ожерелье» показана на рисунке 1.6. В отличие от статической рекристаллизации, средний размер динамически рекристаллизованных зерен не меняется в процессе рекристаллизации. В некоторых случаях, микроструктурные изменения могут носить более сложный характер, так как начало динамической

рекристаллизации может привести к изменениям механизмов деформации. Например, если в процессе динамической рекристаллизации формируется мелкозернистая структура, то последующая деформация будет осуществляться по механизму зернограничного проскальзывания [62].

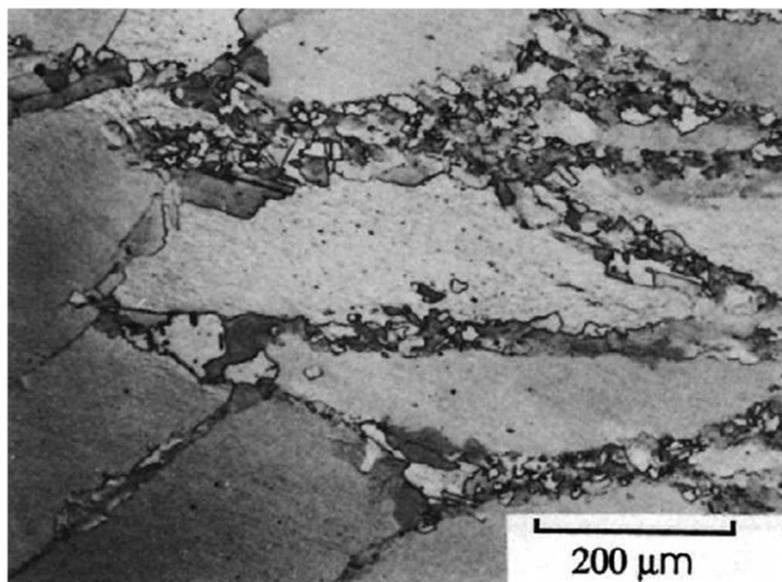


Рисунок 1.6 - Развитие динамической рекристаллизации по границам исходных зерен [63]

Экспериментальные данные показывают, что в размер зерен (D_R) при динамической рекристаллизации сильно зависит от напряжения течения и слабо зависит от температуры деформации [8]. Эмпирическое соотношение обычно имеет следующий вид:

$$\sigma = KD_R^{-m} \quad (1.6)$$

где $m < 1$ и K константа. Твисс [64] изучил связь между средним размером зерен и напряжением течения, на основании чего предложил универсальное выражение, которое может быть представлено в нормированном виде:

$$\frac{\sigma}{G} \left(\frac{D_R}{b} \right)^n = K_1 \quad (1.7)$$

где $n=0,8$ и $K_1= 15$, которое в целом похоже на аналогичное выражение для размера субзерен. Такие соотношения справедливы для очень широкого диапазона материалов (рис. 1.7). В некоторых работах [32, 65–68] сообщается, что показатель степени (m)

составляет 0,75 при низких напряжениях течения и 0,25 при высоких более высоких, что указывает на изменения в механизмах динамической рекристаллизации.

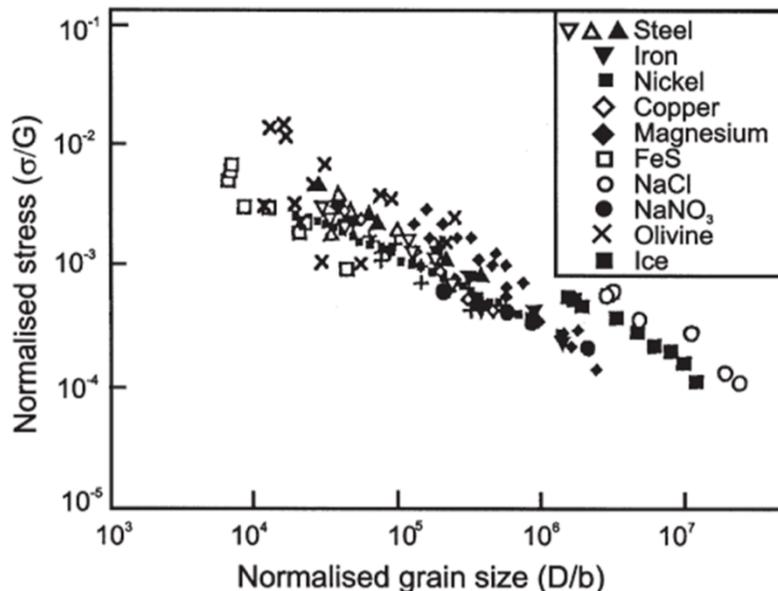


Рисунок 1.7 – Зависимость размера динамически рекристаллизованных зерен (normalised grain size) и напряжений течения (normalised stress) [55]

Таким образом в процессе динамической рекристаллизации происходит постоянное обновление микроструктуры, которое включает следующие стадии: деформация, зарождение и последующая миграция границ зерен, в результате чего появляются новые, свободные от дислокаций зерна, которые затем также деформируются. В случае стационарного состояния должно быть динамическое равновесие между зарождением новых зерен и миграцией границ ранее сформировавшихся зерен. В работах Дерби и Эшби [69] был проанализирован данный баланс. В течение времени, которое необходимо для занятия подвижной границей некоторого объема, эквивалентного устойчивому размеру зерна (D_R), скорость зарождения (N) должна быть достаточной для одного нового образования в каждом усредненном эквивалентном объеме микроструктуры. Если зарождение ограничивается уже существующими границами зерен, то это условие может быть выражено как:

$$\frac{CD_R^3 \dot{N}}{\dot{G}} = 1 \quad (1.8)$$

где C - геометрическая постоянная ~ 3 . Устойчивое состояние размера зерна будет зависеть от соотношения зарождения и темпа роста. Следует ожидать, что устойчивое состояние размера зерна будет слабо зависеть от температуры.

Как было показано на рисунке 1.4, на кривых напряжение-деформация могут наблюдаться как один пик, так и множественные пики напряжений. Такое поведение можно объяснить особенностями кинетики динамической рекристаллизации. При низких напряжениях, материал сначала полностью рекристаллизуется до начала второго цикла рекристаллизации, и затем этот процесс повторяется. При высоких напряжениях, последующие циклы рекристаллизации начинаются до конца предыдущих, поэтому материал всегда находится в частично рекристаллизованном состоянии после первого пика, и кривая напряжение-деформация сглаживается, в результате чего один пик становится широким.

1.1.4 Непрерывная динамическая рекристаллизация

В последние годы стало очевидным, что при определенных температурно-скоростных условиях деформации формирующиеся малоугловые границы могут увеличивать свою разориентировку до высокоугловых границ в процессе деформации, и таким образом в качестве одного из альтернативных способов структурообразования выделяют непрерывную динамическую рекристаллизацию (НДР) [32, 65–68]. В общем случае, на начальных стадиях деформации в результате динамического возврата внутри исходных зерен формируется устойчивая субструктура. С увеличением степени деформации увеличивается плотность дислокаций в субграницах и, как следствие, растут кристаллографические разориентировки между субзернами, что в некоторых случаях ведет к трансформации малоугловых границ в обычные высокоугловые границы зерен. В результате формируется новая мелкозернистая структура. Хотя такие процессы обычно феноменологически подразделяют на общие классификации непрерывной динамической рекристаллизации, следует отметить, что в данной категории есть несколько различных типов механизмов, которые должны быть рассмотрены отдельно. Есть по крайней мере два процесса, которые могут быть классифицированы как непрерывная динамическая рекристаллизация. Первая, известная как геометрическая динамическая рекристаллизация, имеет много сходств с непрерывной рекристаллизацией, которая реализуется при определенных схемах деформации, таких как прокатка, т.е. когда поперечное сечение заготовки непрерывно уменьшается в процессе обработки [8]. В том случае, если при больших степенях деформации размер субзерен становится равным размеру исходного

зерна, то формируется мелкозернистая структура, где размер зерна равен размеру предшествующих субзерен.

Критическая степень деформации для динамической рекристаллизации может быть получена [8]:

$$\varepsilon_c = \ln (K_1 D_0 / d_{сз}) \quad (1.9)$$

где D_0 – исходный размер зерен, $d_{сз}$ – размер субзерен, K_1 – константа.

Существует немало свидетельств, что в некоторых материалах новые зерна с большеугловыми границами могут формироваться в процессе деформации путем постепенного вращения субзерен сопровождающегося небольшими миграциями границ. Такие деформационные явления не следует путать с субзеренным вращением, которое может наблюдаться в процессе статического отжига. В данном же случае, формирование новых зерен связано с прогрессивным вращением субзерен, прилегающих к уже существующей границе зерна. В центре исходного зерна, субзерена обычно плохо развиты или имеют низкий угол разориентировки, а ближе к границам зерен, разориентировки субзерен увеличиваются и при больших деформациях могут развиваться высокоугловые границы. Вполне вероятно, что данное явление связано с неоднородной деформацией и ускоренным динамическим возвратом в областях границ зерен. Несмотря на то, что в данном случае деформация приводит к частичной рекристаллизации, при больших деформациях может быть сформирована полностью рекристаллизованная структура. Механизм, предложенный в работе [70], который схематично изображен на рисунке 1.8, основан на местных сдвигах вблизи границ зерен. Такие сдвиги происходят из-за отсутствия систем скольжения необходимых для однородной деформации. Динамический возврат геометрически необходимых дислокаций приводит к формированию новых субзерен или зерен. Такой процесс является непрерывным, т.е. не наблюдается четкого разделение между этапами зарождения и роста. Предполагается, что механизм включает в себя взаимодействие между субграницами и волнистыми границами зерен. Высокоугловые границы зерен формируются скачкообразно при взаимодействии с деформированной субструктурой. Зернограничное проскальзывание может происходить только на участке границы, в то время, когда другие участки должны испытывать пластическую деформацию, что приводит к сдвигу и локальному вращению решетки. Так же в работе [34] было высказано предположение, что такой механизм может быть ответственным за формирование микроструктуры в процессе прерывистой динамической рекристаллизации.

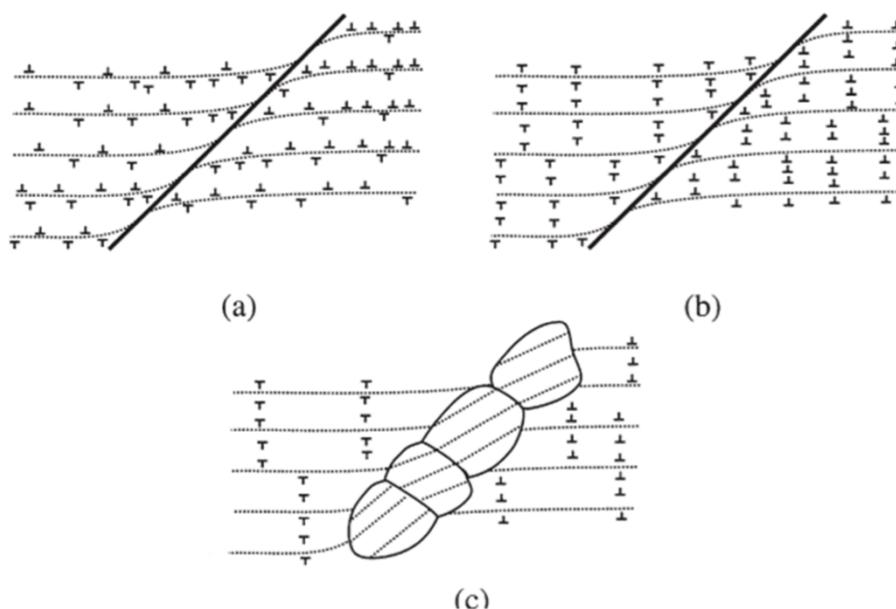


Рисунок 1.8 - Схематическое изображение механизма непрерывной динамической рекристаллизации вблизи границы зерна

Следует отметить, что для формирования новых зерен и субзерен в процессе, как прерывистой динамической рекристаллизации, так и непрерывной динамической рекристаллизации границы исходных зерен являются местом их преимущественного формирования, но при этом механизмы, ответственные за формирование новых (суб)зерен отличаются [71].

1.1.5 Метадинамическая рекристаллизация

Каждый раз, когда критическая степень деформация для динамической рекристаллизации (ϵ_c) будет превышена, в материале будут присутствовать зародыши рекристаллизации. Если деформация остановлена, но отжиг продолжается, такие зародыши будут расти без инкубационного периода, в гетерогенной, частично динамически рекристаллизованной матрице. Данное явление в литературе известно как метадинамическая рекристаллизация [8, 72, 73]. В таком случае, микроструктура материала, который претерпел некоторую динамическую рекристаллизацию очень неоднородна и может содержать:

А – Малые, динамически рекристаллизованные зерна (зародыши), которые практически свободны от дислокаций.

В - Большие рекристаллизованные зерна с умеренной плотностью дислокаций, которые продолжают расти.

С – Нерекристаллизованный материал с высокой плотностью дислокаций.

Каждый из этих типов структуры будет демонстрировать различное поведение при отжиге, а общая кинетика и распределение зерен может иметь очень сложный характер. Сакай с соавторами [74] определили несколько этапов отжига в горячедеформированном никеле, меди и стали:

- регионы А, могут продолжать расти на ранних стадиях отжига – механизм метадинамической рекристаллизации;

- регионы В будут испытывать возврат, если их плотность дислокаций (ρ) ниже критического значения (ρ_{RX}), что было названо метадинамическим возвратом; если $\rho > \rho_{RX}$ то эти регионы могут впоследствии подвергаться статической рекристаллизации;

- регионы С будут испытывать статический возврат, а затем статическую рекристаллизацию; когда материал полностью рекристаллизовался то может начаться рост зерен.

1.1.6 Фрагментация

На стадии развитой пластической деформации однородно ориентированные зерна поликристаллов фрагментируются. Фрагментация – процесс разделения деформируемых кристаллов на разориентированные микрообъемы, происходящий при пластической деформации [75]. Образование полосовых структур и стадийность структурообразования в сплавах ГЦК-решеткой, которые рассматриваются как главные особенности процесса фрагментации, показаны в работах [76, 77].

Впервые явление фрагментации было обнаружено в шейке под поверхностью излома цилиндрического образца поликристаллического молибдена, подвергнутого деформации при комнатной температуре в процессе одноосного растяжения [78, 79]. Позднее было показано, что фрагментация наблюдается у многих металлических материалов с различным кристаллическим строением, химическим и фазовым составом, а также структурным состоянием. Фрагментация также наблюдается в широком температурно-скоростном интервале, а также при различных схемах пластической деформации [27, 80–86].

В работе Рабина В.В. [87] была предложена модель формирования на стыках высокоугловых границ зерен оборванных дислокационных границ – частичных дисклинаций деформационного происхождения. Модель объясняет, каким образом в поликристаллах, пластическая деформация которых на микроуровне осуществляется исключительно посредством трансляционных сдвигов, на мезоуровне при деформации $\epsilon > 0,2$ с необходимостью образуются дефекты ротационного типа. В работах [80, 88] было

показано, что в ходе пластической деформации на стыках границ зерен возникают линейные мезодефекты ротационного типа. Они были названы стыковыми дисклинациями деформационного происхождения. Предполагалось, что эти теоретически предсказанные мезодефекты генерируют вокруг себя упругие поля напряжений дисклинационного типа, мощность которых постепенно увеличивается в процессе деформации. На стадии развитой пластической деформации они достигают критического значения и начинают релаксировать. Поскольку стыковые дисклинации неподвижны, подобная релаксация может осуществляться лишь за счет локального перераспределения окружающих ее дислокаций. Это приводит к зарождению на стыке оборванной дислокационной границы с минимальной разориентировкой. В терминах, описывающих эволюцию мезодефектов, это следует интерпретировать как реакцию отщепления от стыковой дисклинации элементарной частичной дисклинации мощности [87].

Полученные с помощью методов дифракционной просвечивающей электронной микроскопии экспериментальные данные показывают, что наблюдаемые на стадии развитой пластической деформации частичные дисклинации деформационного происхождения имеют ряд общих квалификационных признаков [80, 89, 90]. А именно все они представляют собой плотные оборванные дислокационные границы: 1) с преобладающей составляющей наклона; 2) с разориентировкой на порядок и более превосходящей разориентировку границ ранее сформировавшейся в кристалле (фоновой) ячеистой структуры; 3) зарождающиеся на стыках, изломах и ступеньках большеугловых границ зерен [78–80].

1.2 Аустенитные коррозионностойкие стали

В настоящее время аустенитные стали представляют собой один из наиболее востребованных классов конструкционных материалов. Широкий спектр их применения определяет ценность работ направленных на улучшение свойств сталей данного класса [91, 92]. Особое место среди аустенитных сталей занимают аустенитные хромоникелевые стали, основным преимуществом которых является их высокая коррозионная стойкость в большинстве рабочих сред. Кроме того аустенитные стали обладают хорошей технологичностью, что и обусловило их широкое применение в качестве конструкционного материала в различных отраслях промышленности [91]. Аустенитные коррозионностойкие стали также относятся к перспективным материалам, способным работать при повышенных нагрузках при сверхкритических параметрах пара. Стали данного класса используются для контуров перегрева пара, где необходимо

предотвращение проблем связанных с коррозией, так как рабочая температура этих элементов намного выше, чем в других компонентах паровых электростанций. Высокие жаропрочные свойства сталей этого класса обусловлены двумя основными факторами: многокомпонентным легированием матрицы и субмикроструктурной структурой образующейся при выделении карбидных и карбонитридных фаз. К настоящему времени разработан широкий спектр аустенитных коррозионностойких сталей.

Стандартная термообработка аустенитных сталей включает нагрев до температуры 1000-1100°C и быстрое охлаждение (закалку). Такая обработка позволяет получить в сталях твердый раствор на основе аустенита свободный от выделений карбидов и характеризующийся гомогенным распределением легирующих элементов, что обеспечивает наилучшие коррозионные свойства [93]. По сравнению с ферритной фазой аустенит характеризуется повышенной растворимостью легирующих элементов и примесей, но более низкой диффузионной подвижностью почти всех легирующих элементов. Повышенная растворимость позволяет получать однофазную микроструктуру с ГЦК решеткой с большим содержанием разнообразных легирующих элементов, что дает возможность варьировать механические и коррозионные свойства в широких пределах. Низкая подвижность растворенных элементов задерживает кинетику старения.

В целом аустенитные коррозионностойкие стали обладают сравнительно низким пределом текучести после стандартной термообработки. Предел текучести большинства аустенитных сталей составляет порядка 200 - 300 МПа [94]. Существенное повышение прочностных свойств сталей за счет твердорастворного упрочнения возможно при содержании в стали около 0.4% азота. Стали легированные азотом могут иметь оптимальную комбинацию механических и коррозионных свойств. Кроме того, при содержании в стали углерода свыше 0.05% возможно выделение карбидов типа $Cr_{23}C_6$ при нагреве до температур 400-900°C. Выделение карбидов происходит преимущественно по границам зерен, что отрицательно сказывается на коррозионной стойкости сталей.

Для повышения качества сталей примеси такие как марганец и кремний, добавляют в заданном количестве. При содержании марганца от 0,9% прочность стали повышается без значительного снижения ее пластичности. Кремний, содержание которого в обыкновенных сталях не превышает 0,35%, не оказывает существенного влияния на свойства стали. А фосфор в свою очередь относится к нежелательным загрязняющим примесям. Фосфор делает сталь хрупкой (хладноломкой).

Несмотря на низкий предел текучести аустенитные стали характеризуются высоким коэффициентом деформационного упрочнения, что создает возможность улучшения их механических свойств деформационной обработкой. Поскольку аустенит в таких сталях

является метастабильным при низких температурах, пластическая деформация при пониженных температурах приводит к развитию мартенситного превращения. Количество мартенсита деформации зависит от способа деформации [95] и размера исходных зерен аустенита [96], а также от скорости деформации [97]. Увеличение размера исходных зерен аустенита приводит к увеличению удельного объема мартенсита деформации, тогда как увеличение скорости деформации задерживает превращение [98].

Влияние мартенсита деформации на механические свойства было изучено в ряде работ [71, 99–103]. Однородное распределение пластин мартенсита деформации приводит к повышению коэффициента деформационного упрочнения и улучшает пластические свойства. Повышение прочностных характеристик в стали, содержащей мартенсит деформации, наблюдается также и при отжиге такого материала. Упрочнение в этом случае связано с сегрегацией атомов углерода на дефектах кристаллического строения, т.е. на дислокациях, подобно тому, как это имеет место в ферритных сталях. В литературе имеется ряд исследований посвященных изучению влияния холодной пластической обработки на свойства аустенитных гомогенных сталей типа 304L и 316L [103, 104]. Повышение прочностных свойств сталей аустенитного классов, рассчитанных на эксплуатацию при повышенных температурах добиваются путем дисперсионного упрочнения частицами вторичных фаз, которые выделяются из твердого раствора при отпуске или старении сталей. Введение меди в коррозионностойкие стали аустенитного класса позволяет повысить температуру их эксплуатации на 80-100°C [105]. Легирование медью позволяет получить существенный прирост длительной прочности и предела ползучести аустенитных сталей при сохранении хорошей обрабатываемости и свариваемости. В то же время установлено [106, 107], что в исходной структуре термически обработанной стали какие либо выделения меди отсутствуют.

Новой жаропрочной сталью аустенитного класса разработанной на базе стали типа 304 (18Cr-9Ni) является сталь Super 304H (русский аналог сталь 10X18H8ДЗБР) системы 0,1C-18Cr-9Ni-3Cu-Nb-N. Данная сталь используется в контурах перегрева турбин работающих при сверхкритических параметрах пара при температурах порядка 600°C и давлении в 25 МПа [108]. Главная особенность стали Super304H заключается в добавке меди, что приводит к значительному увеличению длительной прочности стали при повышенных температурах [109].

Предел прочности и условный предел текучести стали 10X18H8ДЗБР (Super 304H) представлены на рисунке 1.9. Прочность стали выше чем стали типа 304H вплоть до температур 750 °C в то время как значения относительных удлинений и сужений стали Super 304H остаются подобными стали 304H.

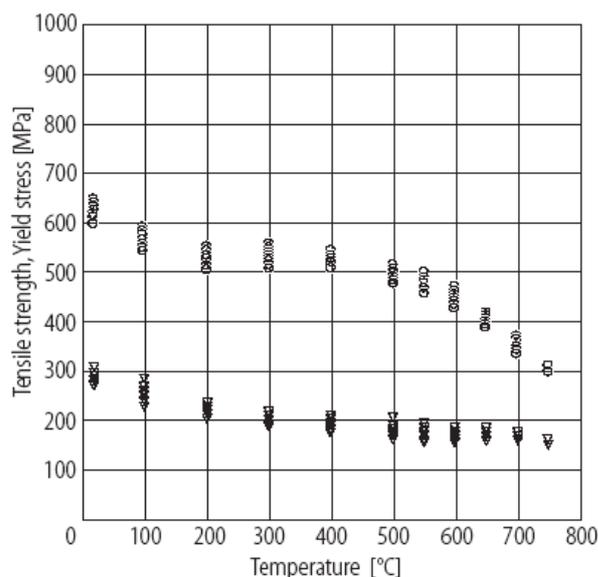


Рисунок 1.9 - Зависимость статической прочности стали Super304H от температуры испытаний

Основными частицами, упрочняющими сталь Super304H, являются богатые медью дисперсные когерентные фазы размером от 15 до 30 нм, природа которых в данное время остается неизвестной, а также карбиды типа $M_{23}C_6$, MC , M_6C . В исследованиях [110] проводимых с целью определения влияния меди на ползучесть стали Super 304H было показано, что морфология и общее количество карбидных частиц таких как $M_{23}C_6$, $Nb(C,N)$, M_6C остается неизменным. Основное влияние на свойства оказывает медь вводимая в сталь и выделяющаяся при старении в виде мелких дисперсных частиц упрочняющих аустенитную матрицу. В работе также показано, что для обеспечения высоких характеристик сопротивления ползучести при высоких температурах оптимальным является содержание в сплаве меди равное 4%. Когда содержание меди в сплаве равно 4%, дисперсные, богатые медью, фазы имеют идеальную комбинацию количества, размера и расстояния между частицами, что приводит к повышению длительной прочности сплава при повышенных температурах [111].

1.3 Методы пластической деформации

Деформационная обработка аустенитных коррозионностойких сталей может реализовываться как при комнатной температуре, так и при повышенных температурах. Структурные изменения, происходящие в процессе деформации в данных случаях, имеют некоторые различия. Так, например, упрочнение в процессе пластической деформации при комнатной температуре аустенитных коррозионностойких сталей с низкой энергией

дефекта упаковки происходит главным образом за счет фазовых превращений [112–124]. В данном случае, пластическая деформация инициирует сдвиговое фазовое $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение, поскольку аустенит в сталях данного класса метастабильная фаза при температурах близких к комнатной температуре. В работах [96, 125, 126] показано влияние фазового превращения в аустенитных коррозионностойких сталях на прочностные характеристики. К наиболее перспективным методам получения ультрамелкозернистой структуры относятся такие методы интенсивной пластической деформации, как равноканальное угловое прессование, кручение под высоким давлением, всесторонняя ковка, аккумулятивная прокатка (рис.1.10). Результаты лабораторных исследований позволяют представить общую последовательность структурных изменений, которые приводят к формированию субмикроструктурной структуры в металлических материалах [59, 127, 128].

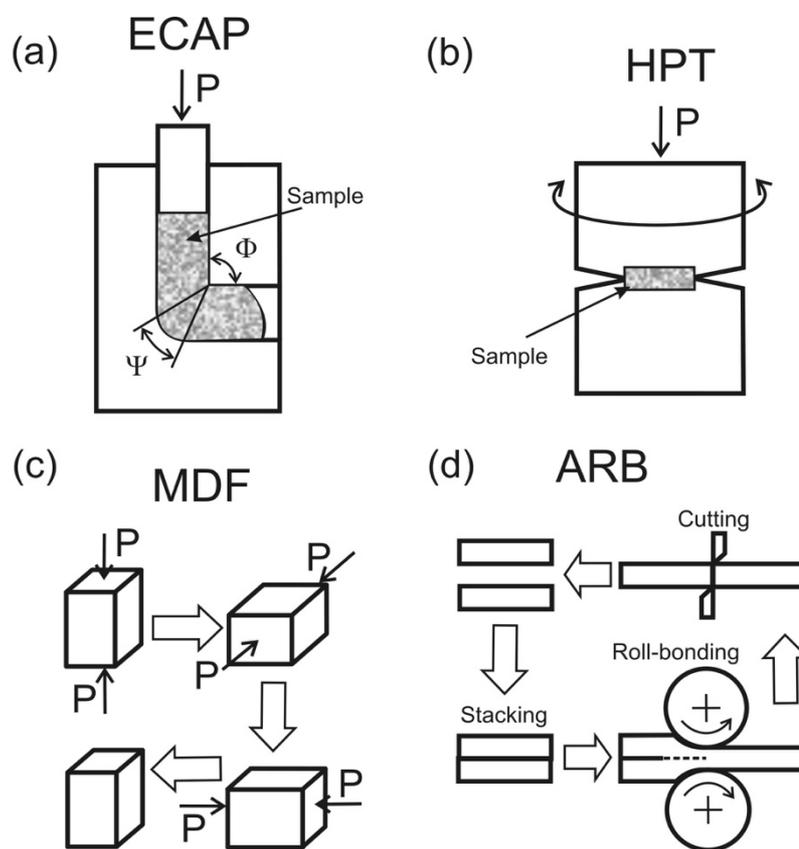


Рисунок 1.10 – Методы интенсивной пластической деформации: (а) равноканальное угловое прессование (ЕСАР), (б) кручение под высоким давлением (НРТ), (в) всесторонняя ковка (МДФ), (г) аккумулятивная прокатка (АРБ)

Показано, что формирование субмикроструктурной структуры является результатом эволюции субзеренной структуры, т.е. на ранних стадиях интенсивной

пластической деформации в материале формируется сетка дислокационных субграниц, разориентировка которых возрастает с увеличением степени деформации в процессе обработки. В некоторых случаях важную роль в формировании большеугловых границ в деформированной структуре играют полосы сдвига [129, 130]. Одним из наиболее дешевых и производительных методов обработки металлов давлением является прокатка. Для проведения прокатки не требуется применения сложного оборудования и возможно достижение значительных степеней деформации при температурах вплоть до комнатных температур. Недавние исследования показали, что принципиальным условием формирования субмикроструктурной структуры в металлических материалах в процессе интенсивной пластической деформации является большая степень пластической деформации, тогда как метод обработки не имеет решающего значения [131, 132].

Таким образом, поскольку прокатка позволяет получать крупногабаритные стальные полуфабрикаты с субмикроструктурной структурой, обладающие улучшенным комплексом механических характеристик, такой способ обработки представляется наиболее перспективными с точки зрения получения ультрамелкозернистой структуры в ГЦК материалах. Однако, следует отметить, что практическое использование прокатки как метода получения полуфабрикатов с субмикроструктурной структурой требует решения ряда фундаментальных проблем, связанных с установлением количественных закономерностей формирования субмикроструктурной структуры в сталях в процессе интенсивной пластической деформации.

Условно пластическую деформацию при температурах выше комнатной можно разделить на теплую и горячую. Главным отличием горячей деформации от холодной является то, что при горячей и теплой деформации металлических материалов устанавливается динамическое равновесие между процессами упрочнения, в результате накопления дефектов кристаллического строения непосредственно в процессе обработки, и процессами разупрочнения. В процессе разупрочнения происходит уменьшение плотности дислокаций, а также их перераспределение с образованием более стабильных конфигураций, таких как малоугловые субграницы и высокоугловые границы зерен. В процессе деформации при повышенных температурах аустенитных коррозионностойких сталей формирование микроструктуры определяется развитием процессов динамического возврата и динамической рекристаллизации. Скорость протекания процессов упрочнения и разупрочнения существенно зависит от многих факторов, таких как степень и скорость деформации, энергия дефекта упаковки, исходное структурное состояние, фазовый состав и др. Поскольку упрочнение и разупрочнение протекают параллельно, степень реализации

каждого из этих процессов и их вклад в формирование структуры сложно зависит от перечисленных выше факторов [3].

1.4 Механизмы упрочнения и механические свойства аустенитных сталей (или ГЦК металлов)

Структурное упрочнение. Размер зерен оказывает заметное влияние на явления, связанные с изменением предела текучести. Это влияние представлено на рисунке 1.11, который показывает изменение формы кривой напряжение – деформация для поликристаллического железа в широком интервале размеров зерен.

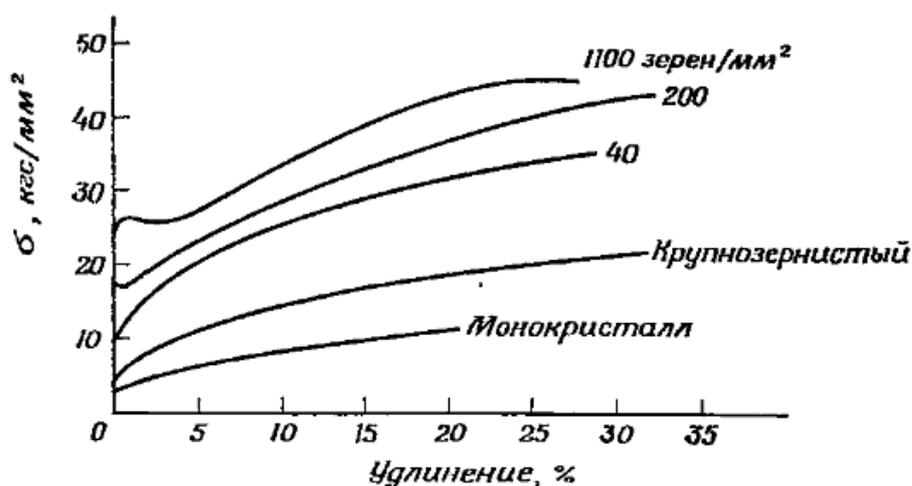


Рисунок 1.11 - Влияние размера зерен на характер кривых напряжение – деформация обезуглероженного железа [133]

При уменьшении размера зерен вся кривая смещается в область более высоких напряжений, при этом возрастает значение предела текучести [134].

Холл [135] и Петч [136] отметили, что предел текучести в поликристаллическом α -железе пропорционален $d^{-1/2}$, где d – диаметр зерна. Соотношение такого вида хорошо описывает также зависимость предела текучести [136, 137] и напряжение разрушения от размера зерен во многих материалах. Соотношение такого же типа для расстояния между препятствиями было установлено для проволоки из сплавов на основе железа [138], где d соответствовало размеру дислокационной ячейки, для стальной проволоки [139] и для полигонизованного алюминия. Печт показал, как такие соотношения могут быть объяснены с помощью теории дислокационных скоплений. Возможны и другие рациональные объяснения соотношения Холла-Петча. С полным пониманием того, что

могут существовать различные возможные объяснения этого соотношения, выведем в качестве примера соотношение Холла – Петча для идеализированного случая пластического течения.

Можно рассмотреть зерно диаметром d с источником Франка – Рида посередине. Если предположить, что напряжение, необходимое для действия источника, достигнуто, но в то же время приложенного сдвигового напряжения не достаточно, чтобы вызвать скольжение в прилежащих зернах. Скопление, показанное на рисунке 1.12, будет стимулировать скольжение в соседнем зерне, когда сила достигнет критического значения F^*/L . Тогда необходимое внешнее напряжение σ^* находится решением уравнения:

$$\sigma^* = Kd^{-1/2} \quad (1.10)$$

где

$$K = m \left[\frac{4\mu}{\pi(1-\nu)} \cdot \frac{F^*}{L} \right]^{1/2} \quad (1.11)$$

а m – множитель, преобразующий тензор внешнего напряжения в приведенное напряжение сдвига.

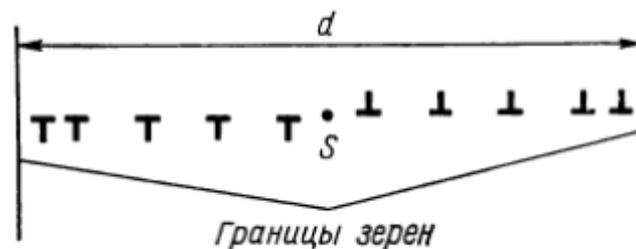


Рисунок 1.12 - Двустороннее скопление, образованное дислокациями, испущенными источником Франка – Рида S и задержанное на границе зерна

Кривая экспериментально полученной зависимости σ^* как функции $d^{1/2}$ имеет постоянный наклон, однако не экстраполируется к $\sigma^*=0$ при $d \rightarrow \infty$. Вместо этого экспериментальные данные описываются соотношением

$$\sigma^* = \sigma_0 + Kd^{-1/2} \quad (1.12)$$

Выражению 1.12 соответствует такое множество данных, что оно должно иметь фундаментальное значение, однако члену σ_0 трудно найти объяснение. Существуют два возможных объяснения смысла σ_0 : оно может означать напряжение, необходимое для преодоления трения при движении дислокаций при зарождении скольжения, и также может представлять собой обратное (запирающее) поле внутренних напряжений. Первое объяснение имеет тот недостаток, что оно основано на статической модели и не учитывает возможности ползучести. Что касается второго, то в этом случае не поддается объяснению влияние внедрений на σ_0 в о. ц. к. металлах. Очевидно, необходимы дальнейшие усилия для выяснения смысла величины σ_0 [140].

На сегодняшний день имеется много работ, посвященных изучению применимости соотношения Холла-Петча для ультрамелкозернистых материалов. В работах [141–144] показано, что соотношение Холла-Петча применимо для описания напряжений течения ультрамелкозернистых аустенитных сталей, в то время как для структуры с наноразмерными зёрнами наблюдаются некоторые отличия [143, 144]. Однако, согласно исследованиям [142] можно сказать, что соотношение не имеет место в стали AISI 301 и для размера зёрен порядка микрометра [141, 142]. Подобное отклонение от соотношения Холла-Петча было показано для аустенитной коррозионностойкой стали Fe–12,5Cr–9,5Ni–2Mo–0,1N со средним размером зёрна менее 0,5 мкм [145], такое поведение объясняется наличием в структуре субзёрен, имеющих границы с малоугловой разориентировкой. В работе [146] показано, что соотношение остается в силе вплоть до размеров зёрен около 0,54 мкм и авторы связали отклонение в соотношении Холла-Петча, представленное в исследовании [142], с наличием остаточного мартенсита в структуре. Таким образом, авторы работы [146] модифицировали соотношение Холла-Петча, заменив средний размер зёрна (d) на средневзвешенный размер зёрна (d_w).

В работах [147–150] была показана билинейная зависимость графика $\sigma - d^{(-1/2)}$ для некоторых аустенитных коррозионностойких сталей. В случае если аустенитные коррозионностойкие стали имеют низкую энергию дефекта упаковки и подвергается отжигу при более низких температурах, аннигиляция внешних зернограницных дислокаций (ВЗГ) будет затруднена [149, 150]. Такие ВЗГ будут скапливаться в окрестностях границ зёрен, образуя зоны скопления, которые являются прочнее, чем регионы внутри зёрен. Таким образом, микроструктуру мелкозернистых материалов можно рассматривать как состоящую из более твердых зон скопления и мягких внутризеренных. Влияния зон скопления на напряжения течения в материале становится сильнее в результате измельчения микроструктуры, что в свою очередь приводит к изменению наклона графика $\sigma - d^{(-1/2)}$ [149, 150]. В то время как авторы работ [147, 148]

для описания деформационного поведения стали 316L использовали два соотношения Холла-Петча, Синг и др. [149, 150] предположили, что более подходящим является использование составной модели Кокса [151], то есть вид графика $\sigma - d^{-1}$.

Несмотря на то, что стандартное соотношение Холла-Петча предполагает изменение напряжений течения из-за влияния отдельных вкладов напряжений внутри зерна (σ_0) и границ зерен $K*d^{(-1/2)}$ авторы работ [148] предположили, что между данными параметрами существует взаимодействие и, следовательно, их вклады в напряжения течения являются не просто добавочными. Учитывая совместное влияние двух параметров, авторами данной работы было предложено модифицированное соотношение Холла-Петча:

$$\sigma(\varepsilon) = a\varepsilon^n + b\varepsilon^m d^{-0,5} \quad (1.13)$$

где a , b , n и m являются константами.

Некоторые исследования для аустенитных коррозионностойких сталей показывают, что размеры дислокационных ячеек и напряжения течения так же связана соотношением, подобным Холлу-Петчу [152, 153]. В работе [147] было показано, что параметры σ_0 и K , полученные для стали 316L демонстрируют следующие зависимости: σ_0 монотонно возрастает с увеличением деформации при температурах от 24 до 700°C, а параметр K зависит от температуры.

Субструктурное упрочнение. Однако, зависимость Холла-Петча не учитывает какое-либо субструктурное упрочнение, которое может быть значительным в металлических материалах, подвергнутых пластической деформации при различных температурах. Существующие теории деформационного упрочнения исходят обычно лишь из какой-либо одной причины торможения. Однако все теории деформационного упрочнения дают качественно аналогичную зависимость напряжения, необходимого для продолжения пластической деформации, от плотности дислокаций [154]:

$$\sigma_T = \alpha M G b \rho^{1/2} \quad (1.14)$$

где α – коэффициент, зависящий от природы металла структуры и вклада различных механизмов торможения дислокаций в общее упрочнение; G – модуль сдвига; b – вектор Бюргерса; ρ – плотность дислокаций.

ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Материал исследования

С целью получения общих закономерностей, присущих хромоникелевым сталям аустенитного класса, в качестве материалов исследования были выбраны три стали, отличающиеся энергией дефекта упаковки (ЭДУ) и содержанием дисперсных частиц: гомогенные стали 03X19H10 (AISI 304L) и 03X17H12M2 (AISI 316L) с ЭДУ 20 и 78 Дж/см², соответственно, и дисперсионно-упрочняемая сталь 10X18H8ДЗБР (SUS Super304H), элементный состав которых представлен в таблице 2.1. Состояние поставки сталей – горячая ковка при температуре 1160°C до истинной степени деформации $\epsilon = 3$.

Таблица 2.1 – Химический состав исследуемых сталей (вес. %)

Содержание химических элементов												
C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	N	B	Nb	Cu	Co	Mo
Гомогенная сталь 03X19H10 с низкой ЭДУ												
0,05	0,43	1,65	0,05	0,04	18,2	8,8	-	-	-	-	-	-
Гомогенная сталь 03X17H12M2 со средней ЭДУ												
0,04	0,4	1,7	0,04	0,05	17,3	10,7	-	-	0,05	0,4	0,19	2
Дисперсионно-упрочняемая сталь 10X18H8ДЗБР												
0,09	0,10	0,95	0,01	0,006	18,4	7,85	0,12	0,005	0,5	2,24	-	-

Стальные прутки с исходным поперечным сечением 360 мм² были подвергнуты термической обработке, включающей нагрев и выдержку при 1100°C в течении 30 минут с последующим охлаждением в воде. Полученная в результате термической обработки сталь рассматривается в данной работе как исходная.

В исходном состоянии средние поперечные размеры зерен сталей 10X18H8ДЗБР (AISI S304H), 03X17H12M2 (AISI 316L) и 03X19H10 (AISI 304L) составили 7, 21 и 27 мкм, соответственно (рис. 2.1).

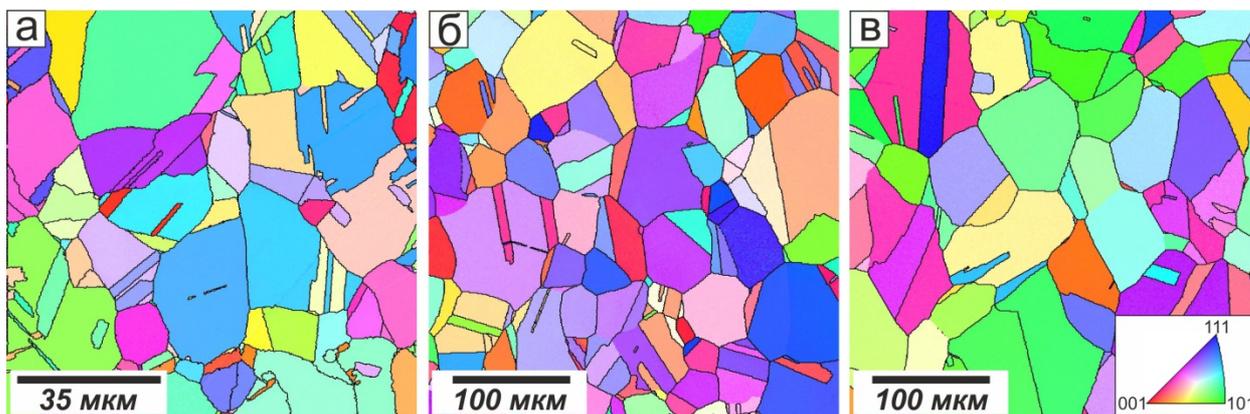


Рисунок 2.1 – Микроструктура аустенитных коррозионностойких сталей: (а) 10X18N8ДЗБР, (б) 03X17Н12М2и (в) 03X19Н10, подвергнутых стандартной термической обработке

2.2 Деформационная обработка

Продольная прокатка была выбрана как способ деформационной обработки аустенитных коррозионностойких сталей, при котором направление течения металла остается неизменным в процессе многократной обработки независимо от общей степени деформации. Прокатка является одним из наиболее технологичных способов обработки металлов давлением. В настоящей работе использовали способ многократной сортовой прокатки на пруток круглого сечения. Способ состоит в обжатии обрабатываемого материала между вращающимися валками прокатного стана. Цилиндрические валки имели нарезанные углубления, которые при совмещении двух валков образуют так называемые калибры. Прокатку проводили на трехвалковом реверсивном прокатном стане.

Прокатку проводили при температурах 400, 500, 600, 700, 800, 900, 1000°C. Стальные прутки поперечным сечением 360 мм² и длиной 100 мм нагревали до температуры прокатки в муфельной печи фирмы Nabertherm и выдерживали при заданной температуре в течение 20 мин. Отсчет времени выдержки при заданной температуре начинали после того как температура в печи достигнет заданного значения. Колебания температуры в рабочем объеме печи не превышали 2°. Деформационную обработку проводили в ручьях трехвалкового стана со скоростью 10 м/мин, которые позволяли последовательно уменьшать поперечное сечение стального прутка согласно схеме на рисунке 2.2.

Стальные заготовки последовательно прокатывали на прутки круглого и овального сечения. Такое чередование круг-овал-круг обеспечивало получение катаных прутков

круглого поперечного сечения диаметром 16,8 мм; 12,7 мм; 10 мм; 8 мм. Общая продолжительность одной операции прокатки не превышала 10 с.

Для получения прутка диаметром 16,8 мм было достаточно двух проходов: на овал и затем на круг нужного размера. Для получения каждого последующего прутка круглого сечения также было достаточно двух проходов прокатки. Таким образом, общее количество проходов составило: для получения прутка диаметром 16,8 мм – 2 прохода; для получения прутка диаметром 12,7 мм – 4 прохода; для получения прутка диаметром 10 мм – 6 проходов; для получения прутка диаметром 8 мм – 8 проходов. После каждых двух проходов обрабатываемые стальные прутки помещали в муфельную печь на 5 мин для восстановления заданной температуры деформации.

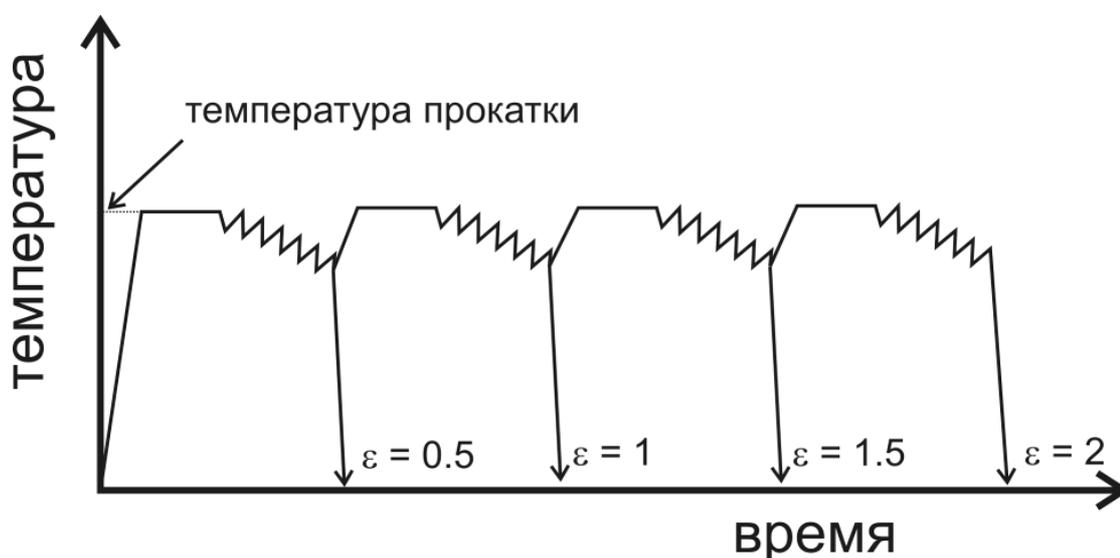


Рисунок 2.2 - Схема деформационной обработки исследуемых сталей

Истинную степень пластической деформации e при прокатке определяли по формуле:

$$e = \ln \frac{L_0}{L_k} \quad (2.1)$$

где L_0 и L_k – соответственно начальная и конечная длина стального прутка после прокатки. Полагая равномерное распределение деформации по сечению заготовки, истинная степень пластической деформации после прокатки составляет: $e = 0,5$ – для прутков диаметром 16,8 мм; $e = 1,0$ – для прутков диаметром 12,7 мм; $e = 1,5$ – для прутков диаметром 10 мм; $e = 2,0$ – для прутков диаметром 8 мм. После прокатки до заданной конечной степени деформации стальные прутки охлаждали в воде до комнатной температуры.

2.3 Методика микроструктурных исследований

2.3.1 Методика приготовления образцов для электронно-микроскопических исследований

Для электронно-микроскопических исследований микроструктуры использовали тонкие фольги, которые готовили из массивных образцов. С помощью электроэрозионного станка из образцов исследуемых сталей вырезали заготовки в виде пластин толщиной 0,3 - 0,5 мм. Затем полученные пластины подвергали механической шлифовке с использованием наждачной бумаги различной зернистости до толщины 0,1-0,2 мм. Из полученных пластин вырезали диски диаметром 3 мм, которые были подвергнуты струйной электролитической полировке на установке Struers «Tenipol-5», с использованием в качестве электролита 10%-го раствора хлорной кислоты в уксусной, при напряжении 22 В и температуре 20°С. После полировки готовые фольги промывали в дистиллированной воде и тщательно просушивали.

2.3.2 Просвечивающая-электронная микроскопия

Тонкую структуру исследовали с помощью просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) Jeol JEM-2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ со встроенным гониометром, позволяющим наклонять образец в колонне.

Поперечный размер субзерен определяли методом секущих [155, 156] по фотографиям, сделанным с помощью ПЭМ, по формуле:

$$d = l/n \quad (2.2)$$

где d – средний поперечный размер субзерен, l – суммарная длина всех секущих линий, n – суммарное количество зерен, попавших на секущие. С целью обеспечения достоверности результатов для каждого состояния измеряли не менее 300 субзерен. Это давало относительную погрешность 9,5% с доверительной вероятностью 0,9.

Плотность решеточных дислокаций определяли электронно-микроскопически по точкам выхода дислокаций на поверхность фольги [157], используя формулу:

$$\rho = \frac{N}{2F}, \quad (2.3)$$

где N – число выходов дислокаций на верхнюю и нижнюю поверхности фольги, площади которых равны F .

2.3.3 Методика определения разориентировки границ с помощью ПЭМ

Точные кристаллографические ориентировки (погрешность $\pm 0,25^\circ$) рассчитывали по линиям Кикучи на картинах микродифракции, полученных с помощью ПЭМ с использованием техники сходящегося электронного пучка [157]. Количество границ, анализируемых для каждого из исследуемых состояний, составляло не менее 80, а точность определения разориентировки составляла $\pm 0,25^\circ$. Методика определения угла разориентировки между кристаллитами по линиям Кикучи заключается в следующем:

1. На электронограмме выбирали три пары линий Кикучи таким образом, чтобы линии пересечения соответствующих плоскостей с экраном образовывали треугольник (рис. 2.3). Индексирование линий Кикучи проводили аналогично индексированию точечной дифракционной картины, только расчет межплоскостных расстояний проводили по измерению расстояния между линиями Кикучи, а положение и знак индексов $h k l$ уточняют по углам между соответствующими линиями Кикучи.

2. Рассчитывали три оси зоны, т.е. линии пересечения выбранных для анализа плоскостей. Поскольку ось зоны – вектор, расчет проводили с учетом заданного направления, например, навстречу падающему пучку электронов для всех трех осей.

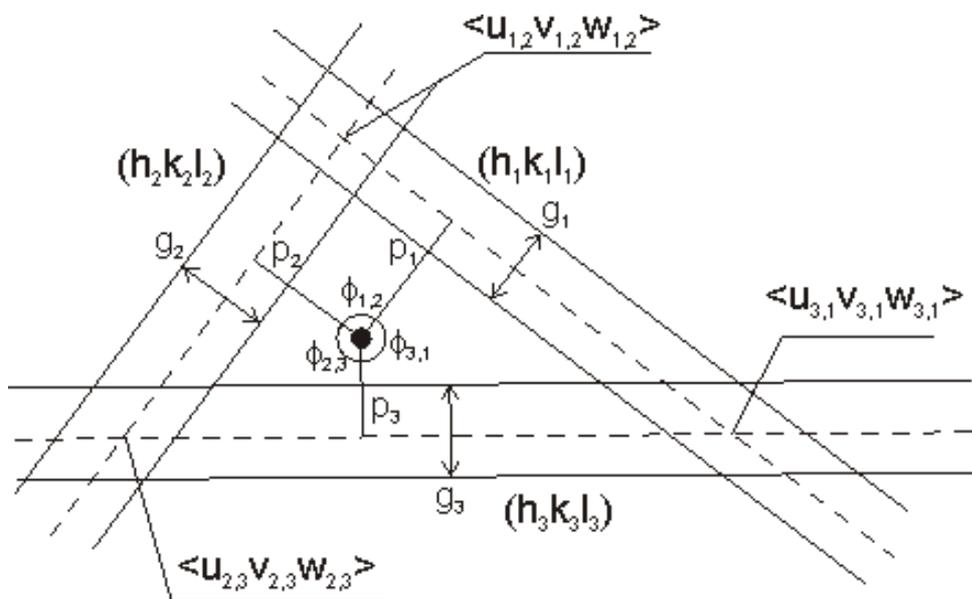


Рисунок 2.3 – Схема индексирования линий Кикучи

3. Определяли угол между одной из осей зоны и плоскостью, индексы которой не использовали для расчета этой оси зоны. Если рассчитанный угол меньше 90° , индицирование выполнено корректно. Если угол больше 90° – знаки в индексах всех плоскостей меняли на противоположные.

4. Зная точные индексы трех плоскостей ($h_i k_i l_i$) можно точно рассчитать направление оси зоны $U V W$, проходящей через центральный максимум на дифракционной картине. Измерив расстояние (a_i) от центрального максимума до линии пересечения плоскости ($h_i k_i l_i$) с плоскостью экрана (фотопластинки), определяли угол между осью зоны и данной плоскостью:

$$\operatorname{tg} \alpha_i = L/p_i \quad (2.4)$$

Точные значения $U V W$ можно рассчитать решив систему трех уравнений скалярного произведения векторов $[U V W]$ и $(h_i k_i l_i)$. Для кубических кристаллов уравнения имеют вид:

$$\cos \alpha_i = \frac{h_i U + k_i V + l_i W}{\sqrt{(h_i^2 + k_i^2 + l_i^2)(U^2 + V^2 + W^2)}} \quad (2.5)$$

Для точного описания кристаллографической ориентации кристаллита необходимо определить индексы еще одного кристаллографического направления (плоскости). Таким направлением может быть направление указки микроскопа или направление «к оператору», последнее, однозначно определяется краем фотографического изображения микродифракции. Индексы такого направления легко рассчитать по любым трем известным направлениям и измеренным на картине микродифракции углам между известными и искомым направлениями описанным выше способом. Угловую разориентировку между кристаллитами рассчитывали исходя из матрицы разориентировки:

$$R = A_1 A_2^{-1} \quad (2.6)$$

где A_1 и A_2 - ориентационные матрицы смежных зерен или субзерен. Угол разориентировки определяется следом матрицы R :

$$\cos((\Sigma R - 1)/2) \quad (2.7)$$

Направление разориентировки для кубической решетки: $[R_{32} - R_{23}, R_{13} - R_{31}, R_{21} - R_{12}]$.

2.3.4 Растровая-электронная микроскопия

Микроструктурные исследования проводили вдоль направления прокатки исследуемых сталей с использованием растровых электронных микроскопов Quanta Nova Nanosem 450 и Quanta 600 3D, оснащенных детектором регистрации обратно-рассеянных электронов. При помощи программного обеспечения для обработки изображений обратно рассеянных электронов TSL OIM Analysis строили карты разориентировок (EBSD карты). Анализ разориентировок (суб)зеренных границ проводили посредством метода анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD метод).

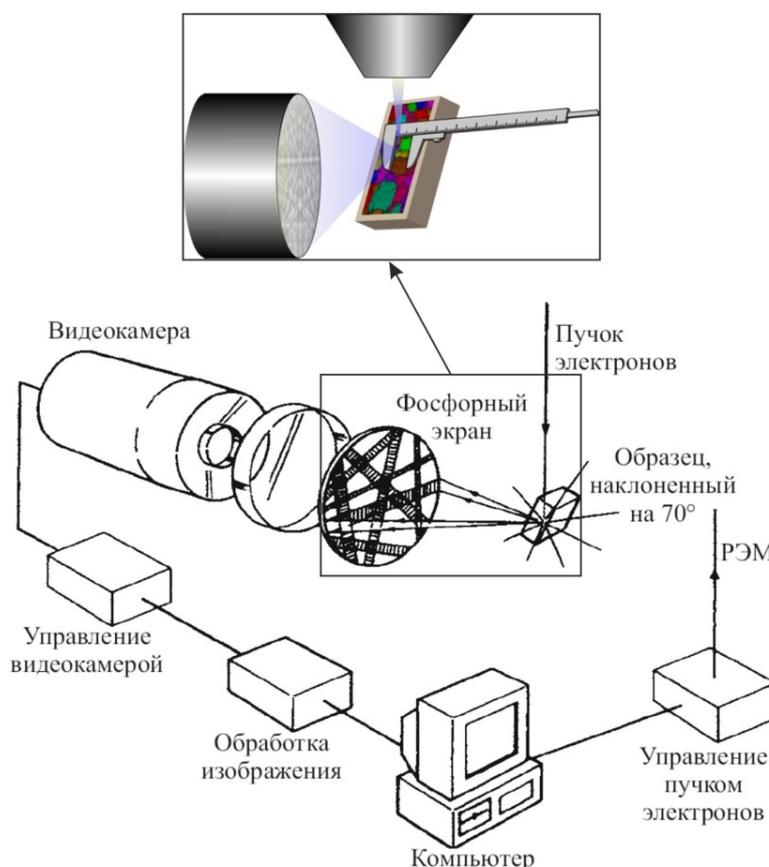


Рисунок 2.4 – Схема автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD)

Границами зерен считали высокоугловые границы (ВУГ) с разориентировкой $\theta \geq 15^\circ$, границы с разориентировкой менее 15° рассматривали как малоугловые границы (МУГ) или субграницы. Границы с разориентировкой менее 2° учитывали в ПЭМ, но не принимали во внимание при анализе EBSD-карт. Средний размер зерен считали по EBSD-

картам методом случайных секущих в направлении, перпендикулярном направлению прокатки, включая двойники отжига.

Сущность EBSD метода заключается в следующем: исследуемый образец, помещается в растровый электронный микроскоп и наклоняется на угол 70° , и исследуемая поверхность подвергается автоматическому пошаговому сканированию «от точки к точке» (рис. 2.4). Дифрагированные электроны, обратно рассеянные от каждой точки сканирования, формируют дифракционную картину (Кикучи-картину) на флуоресцентном экране цифровой видеокамеры, находящейся внутри микроскопа. Далее эти дифракционные картины оцениваются и автоматически индицируются. После чего вычисляются и сохраняются на компьютере следующие данные: три эйлеровских угла, характеризующих ориентировку кристаллической решетки; координаты (x, y), определяющие местоположение точки на поверхности образца; коэффициенты, характеризующие четкость и резкость Кикучи-полос, а также точность определения ориентировки. Данный процесс повторяется до тех пор, пока не будет отсканирована заданная площадь поверхности исследуемого образца. На основе полученных карт пространственного распределения кристаллографических ориентировок генерируются данные о характере зеренной структуры, спектре разориентировок и текстуре.

Средний размер зерна оценивали методом случайных секущих в направлении перпендикулярном оси деформации и в расчет принимали только большеугловые границы с минимальным углом разориентировки равным 15° , включая двойники отжига.

Средний угол разориентировки границ кристаллитов определяли как:

$$\theta_{cp} = \frac{\sum (\theta_i \cdot N_i)}{\sum N_i}, \quad (2.8)$$

где θ_{cp} – средний угол разориентировки, ($^\circ$); θ_i – угол разориентировки i -той границы, ($^\circ$); N_i – количество границ с углом разориентировки θ_i .

2.4 Методика испытаний на механические свойства

2.4.1 Методика испытаний на статическое растяжение при комнатной и повышенных температурах

Статические испытания на одноосное растяжение плоских образцов размером рабочей части $1,5 \times 3 \times 16$ мм³ проводили при комнатной температуре и повышенных температурах в интервале $300 - 700^\circ\text{C}$ на универсальной испытательной машине Instron 5882 с автоматической регистрацией значений деформирующей нагрузки и удлинения

образца. Вырезку образцов проводили на станке электроэрозионной резки с толщиной режущей медной проволоки 0,2 мм. Образцы вырезали вдоль оси многократной прокатки.

Запись данных осуществлялась на персональный компьютер с помощью специального программного обеспечения разработанного фирмой Instron. Измерение размеров образцов до испытания проводили не менее, чем в трех местах – в средней части и на границах рабочей длины. За начальную площадь поперечного сечения образца в его рабочей части принимали наименьшее из полученных значений на основании произведенных измерений с округлением до 0,01 мм². Величину начальной расчетной длины округляли в большую сторону до ближайшего числа, кратного 5, при условии, что различие между вычисленным и установленным значениями не превышает 10%. Начальную расчетную длину ограничивали на рабочей длине образца рисками и измеряли с помощью инструментального микроскопа с погрешностью измерения менее 0,1 мм.

По результатам испытания образцов при комнатной и повышенных температурах оценивали предел текучести ($\sigma_{0,2}$), предел прочности (σ_B) и относительное удлинение (δ) по методикам, описанным в ГОСТ 1497-84.

Предел текучести условный ($\sigma_{0,2}$), Н/мм² (кгс/мм²), вычисляли по формуле:

$$\sigma_{0,2} = \frac{P_{0,2}}{F_0} \quad (2.9)$$

Для определения временного сопротивления σ_B образец подвергали растяжению под действием плавно возрастающего усилия до разрушения. Наибольшее усилие, предшествующее разрушению образца, принимали за усилие P_{max} , соответствующее временному сопротивлению. Временное сопротивление (σ_B), Н/мм² (кгс/мм²), вычисляли по формуле:

$$\sigma_B = \frac{P_{max}}{F_0} \quad (2.10)$$

Для определения конечной расчетной длины образца l_k разрушенные части образца плотно складывали так, чтобы их оси образовали прямую линию. Измерение конечной расчетной длины проводили с помощью инструментального микроскопа измерением расстояния между метками, ограничивающими расчетную длину. Относительное удлинение образца после разрыва (δ) в процентах вычисляли по формуле:

$$\delta = \frac{(l_k - l_0) \cdot 100}{l_0} \quad (2.11)$$

Результаты испытаний не учитывали при разрыве образца в захватах испытательной машины или за пределами расчетной длины образца.

Механические испытания на одноосное растяжение при повышенных температурах проводили с использованием системы высокотемпературных испытаний, которая состоит из распашной трехзонной электрической печи и пульта управления, согласно ГОСТ 9651-84. Перед испытанием образцы помещали в жаропрочные захваты, затем выдерживали при заданной температуре в течение 15 минут. Образцы, находящиеся в печи и нагретые до заданной температуры, после установленного времени выдержки подвергались испытанию. Температура в печи контролировали при помощи термопары типа К, горячие спаи которой соприкасались с рабочей частью образца. Градиент температуры в печи был менее $\pm 2^\circ\text{C}$.

2.4.2 Методика измерения микротвердости по шкале Виккерса

Микротвердость исследуемых сталей измеряли с помощью твердомера 402 MVD по Виккерсу (рис. 2.5), согласно ГОСТ 9450-76. В качестве индентора использовалась четырехгранная алмазная пирамида. Для получения наиболее достоверных результатов микротвердость образцов определяли при использовании нагрузок от 50 до 300 г.

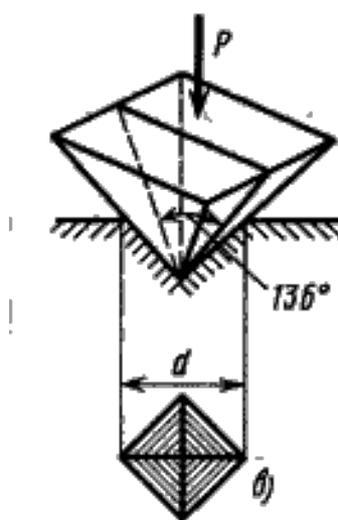


Рисунок 2.5 - Схема определения твердости по Виккерсу

Время выдержки образцов под нагрузкой составляло 10 секунд. Значения микротвердости определяли по формуле:

$$HV = 1,854 \frac{P}{d^2}, \quad (2.12)$$

где, P — нагрузка, (кгс); d — средняя арифметическая величина диагоналей отпечатка (мкм). Для каждого образца проводили не менее 10 измерений микротвердости.

2.5 Методика испытаний по определению стойкости к межкристаллитной коррозии

Испытания по определению коррозионной стойкости исследуемых сталей, подвергнутых многократной прокатке в интервале температур 500 – 1000°C до истинной степени деформации $\varepsilon \sim 2$, проводили в соответствии с ГОСТ 9.914 – 91 методом потенциодинамической реактивации в растворе испытания №1 (0,5 моль/дм³ серной кислоты и раствор 0,01 моль/ дм³ роданида калия) при температуре 30±1°C.

Стойкость исследуемых аустенитных сталей к межкристаллитной коррозии оценивали по соотношению заряда реактивации ($S_{\text{реак}}$) к заряду пассивации ($S_{\text{пасс}}$) или по соотношению максимальной плотности тока на катодной ($j_{\text{макрреак}}$) ветви к максимальной плотности тока на анодной ($j_{\text{макспасс}}$) ветви анодно – катодной развертки, полученной методом потенциодинамической реактивации. При соотношении $j_{\text{макрреак}}/ j_{\text{макспасс}}$ ($S_{\text{реак}}/ S_{\text{пасс}}$) < 0,11 – сталь считается стойкой к межкристаллитной коррозии, в случае превышения значения 0,11 – сталь считают склонной к межкристаллитной коррозии.

Перед проведением испытаний по определению стойкости к межкристаллитной коррозии образцы исследуемых сталей после многократной прокатки в интервале температур 500 – 1000°C до истинной степени деформации $\varepsilon \sim 2$ подвергали механической шлифовке на кругах различной зернистости и последующей электрополировке с использованием электролита, состоящего из 10% HClO₄ и 90% CH₃COOH при комнатной температуре и напряжении 20 В.

ГЛАВА 3 ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ТЕПЛОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ АУСТЕНИТНЫХ КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ СТАЛЕЙ

В настоящей главе представлены исследования закономерностей микроструктурных изменений в различных аустенитных сталях в процессе многократной прокатки в широком интервале температур от 500 до 1000°С. Исследовано влияние температуры, скорости и степени деформации на особенности непрерывной динамической рекристаллизации аустенитных сталей в процессе больших пластических деформаций.

3.1 Микроструктура аустенитных коррозионностойких сталей после тепловой деформационной обработки до больших степеней

В общем случае, пластическая деформация сопровождается ростом плотности дислокаций и приводит к формированию ячеистой или субзеренной структуры деформации. Затем, после достаточно больших степеней деформации формируется новая зеренная структура. Формирование новых зерен в процессе деформации оказывает существенное влияние на механические свойства сталей и сплавов, подвергнутых деформационной обработке [158–160].

Формирование новых зерен в процессе пластической деформации, как правило, обсуждается в терминах динамической рекристаллизации [22, 43, 55, 161]. На сегодняшний день в литературе известно два основных механизма динамической рекристаллизации: непрерывная динамическая рекристаллизация (НДР) и прерывистая динамическая рекристаллизация (ПДР). Наиболее изученным процессом является ПДР, которая протекает в различных металлах и сплавах с низкой и средней энергией дефекта упаковки (ЭДУ) в процессе горячей деформационной обработки [22, 43, 55, 161]. В данном случае эволюция микроструктуры в процессе динамической рекристаллизации включает две стадии: зарождение и рост. Динамический возврат приводит к формированию зародышей рекристаллизации, которые представляют собой свободные от дислокаций мелкие кристаллиты способные к росту в результате миграции их границ на большие расстояния и поглощения окружающей их деформированной матрицы. Зародыши рекристаллизации часто появляются на волнистых границах зерен. Структура, формирующаяся в процессе ПДР, обычно характеризуется субструктурной неоднородностью. Такая неоднородность является результатом циклического характера формирования микроструктуры в процессе ПДР (зарождение → рост → деформация

→зарождение и т.д.). Динамически рекристаллизованная структура содержит мелкие, свободные от дислокаций зародыши, растущие рекристаллизованные зерна с умеренной плотностью дислокаций и относительно сильно деформированные зерна, которые сформировались на предыдущей стадии рекристаллизации [18, 22, 74].

Способность границ зерен мигрировать на большие расстояния ослабевает с уменьшением температуры деформации, что ведет к изменению механизма динамической рекристаллизации. В условиях теплой деформации микроструктурные изменения связаны с непрерывным формированием ВУГ в результате увеличения угла разориентировки в результате непрерывного вращения субзерен в процессе деформации. Доля субграниц деформационного происхождения постепенно увеличивается в процессе деформации, что приводит к появлению новых ВУГ на месте существующих МУГ. Таким образом, формируется микроструктура, которая содержит пространственную сетку МУГ и ВУГ с однородным распределением дислокаций. В этом случае процесс рекристаллизации характеризуется формированием однородной микроструктуры на всех стадиях ее эволюции, и известен в литературе как непрерывная динамическая рекристаллизация (НДР) [16, 36, 70, 162–167]. Следует отметить, что НДР характеризуется более медленной кинетикой, чем ПДР. Развитие НДР обычно наблюдается при больших степенях деформации.

3.1.1 Микроструктура деформации аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР после многократной теплой деформации

Микроструктуры деформации, сформированные после многократной прокатки стали 10X18H8ДЗБР при различных температурах до истинной степени деформации 2, представлены на рисунке 3.1. Следует отметить, что средний размер зерна стали до деформационной обработки составлял 7 мкм. Многократная теплая прокатка приводит к удлинению исходных зерен вдоль направления прокатки и формированию новых мелких зерен, размер и объемная доля которых зависит от температуры обработки. Мелкие зерна так же немного удлинены в направлении течения материала. Среднее поперечное расстояние между высокоугловыми границами прокатанных прутков уменьшается от 0,95 до 0,4 мкм с уменьшением температуры прокатки от 1000 до 500°С. Следует отметить, что утонение исходных зерен после прокатки до степени деформации 2 должно привести к расстоянию между границами равному 2,7 мкм. Таким образом, измельчение зерна является очевидным для всех исследованных состояний. Многократная прокатка приводит к формированию микроструктуры lamellarного типа, которая характерна для одноосной

деформации. Микроструктуры с несколькими, субмикронного размера, зернами, находящимися на продольных границах зерен, формируются во время деформации при относительно низких температурах 500-700°C (рис. 3.1 (а-в)).

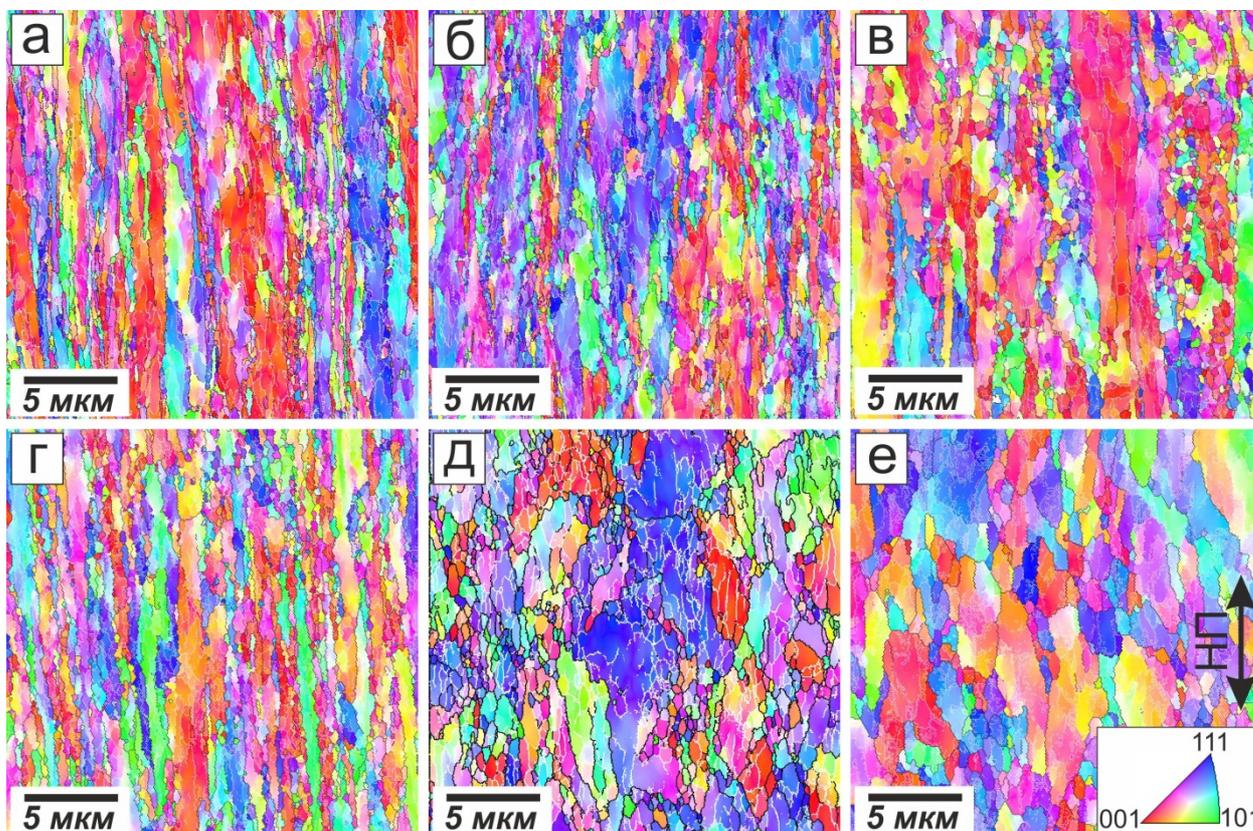


Рисунок 3.1 - Микроструктура аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10X18N8ДЗБР после многократной прокатки при: (а) 500°C, (б) 600°C, (в) 700°C, (г) 800°C, (д) 900°C и (е) 1000°C до истинной степени деформации $\epsilon \approx 2$. Обратные полюсные фигуры соответствуют направлению прокатки (НП). На EBSD-карте МУГ и ВУГ показаны белыми и черными линиями, соответственно

Количество мелких зерен значительно увеличивается после деформации при температуре 800°C (рис. 3.1 (г)). Структура деформации в этом случае состоит из сильно вытянутых зерен, которые чередуются с цепочками мелких зерен. На рисунке 3.1 (г) хорошо видно, что новые зерна формируются на волнистых исходных границах зерен. Новые зерна появляются в окрестности исходных границ зерен, и особенно в областях тройных стыков, а так же на микрополосах деформации. Наиболее однородная и равноостная микроструктура формируется во время прокатки при 1000°C (рис. 3.1е).

Следует отметить, что в структуре присутствует большое количество незавершенных ВУГ зерен, которые обрываются (продолжаются как малоугловые) внутри зерен (рис. 3.1а-е). Такие границы характеризуются наличием участков субграниц

деформационного происхождения. Появление незавершенных границ зерен является отличительной чертой процессов непрерывной динамической рекристаллизации (НДР), когда разориентировка МУГ постепенно увеличивается с увеличением степени деформации и преодолевает некоторое критическое значение разделяющее МУГ и ВУГ [21, 33, 34]. Таким образом, НДР является основным механизмом ответственным за эволюцию микроструктуры в аустенитной стали в исследованных условиях.

Понижение температуры деформации от 1000 до 500°C приводит к замедлению процессов динамического возврата и сопровождается формированием сильной металлографической и кристаллографической текстуры. Волокнистая текстура с направлениями $\langle 111 \rangle$ и $\langle 001 \rangle$ вдоль направлению прокатки, свойственная ГЦК металлам, чередуется с различными ориентировками, включая $\langle 011 \rangle$ (рис. 3.1). Обратные полюсные фигуры для стали 10X18H8ДЗБР, подвергнутой большим пластическим деформациям при температурах 500, 700, 900 и 1000°C, представлены на рисунке 3.2. Усиление текстуры происходит постепенно с уменьшением температуры деформации. Таким образом, значения максимальной интенсивности увеличиваются от 1,603 до 3,694, с уменьшением температуры многократной прокатки от 1000 до 500°C. В процессе деформации при температурах 500-700°C формируется острая аксиальная текстура с характерными текстурными максимумами от направлений $\langle 111 \rangle$ и $\langle 001 \rangle$. Следует также отметить формирование более слабой текстуры деформации после обработки при температурах 900 и 1000°C. Такое поведение связано с формированием большого количества мелких рекристаллизованных зерен, интенсивное развитие зернограничного проскальзывания по границам которых в процессе деформации приводит к неизбежному размытию текстуры деформации.

Субструктура деформации после теплой прокатки дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР характеризуется высокой плотностью дислокаций и формированием четких субграниц, разделяющих исходные зерна (рис. 3.3). Большинство сформированных субграниц расположено вдоль оси прокатки. Подобно расстоянию между границами зерен, поперечный размер субзерен увеличивается примерно от 100 до 200 нм с увеличением температуры обработки от 500 до 1000°C. Несмотря на сравнительно высокие температуры обработки, субструктура деформации характеризуется высокой плотностью дислокаций внутри субзерен.

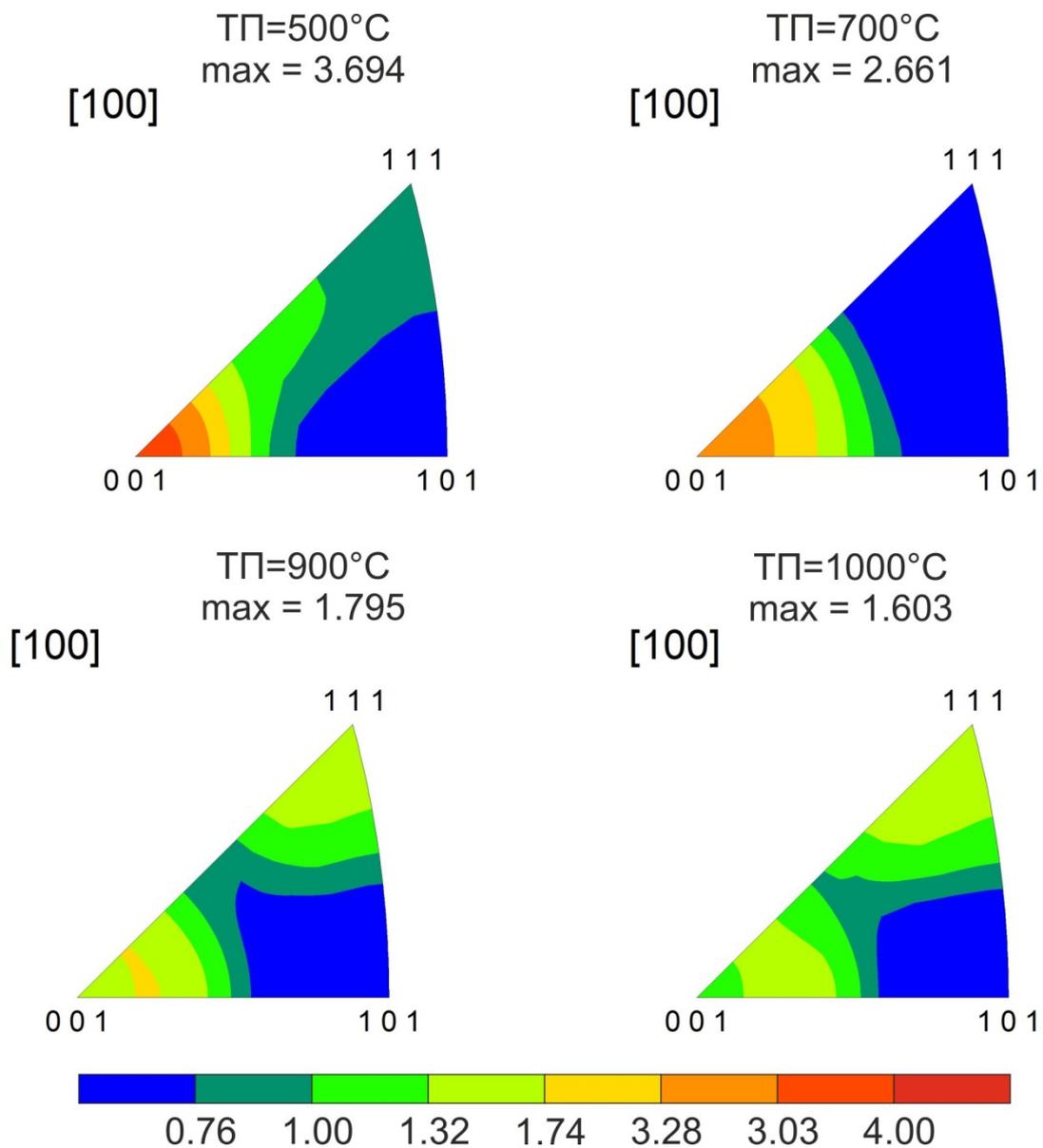


Рисунок 3.2 – Обратные полюсные фигуры для направления прокатки аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР, подвергнутой тепловой прокатке (ТП) до истинной степени деформации $\epsilon = 2$ (max – максимальная интенсивность)

Плотность дислокаций составляет около $20 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ и $7 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ в стали, подвергнутой многократной деформации при 500 и 1000°C, соответственно. Высокая плотность дислокаций объясняется наличием дисперсных выделений вторичных фаз. В структуре стали присутствует большое количество мелких карбонитридов ниобия, размером около 50 нм. Такие частицы выделились в процессе предварительной термической обработки. Наличие равномерно распределенных частиц способствует повышению однородности деформации и упрочнению стали при прокатке. Несколько удлиненная форма зерен и субзерен в направлении оси деформации свидетельствует о том, что данные

микроструктуры формировались в процессе прокатки без участия статических процессов полигонизации и рекристаллизации.

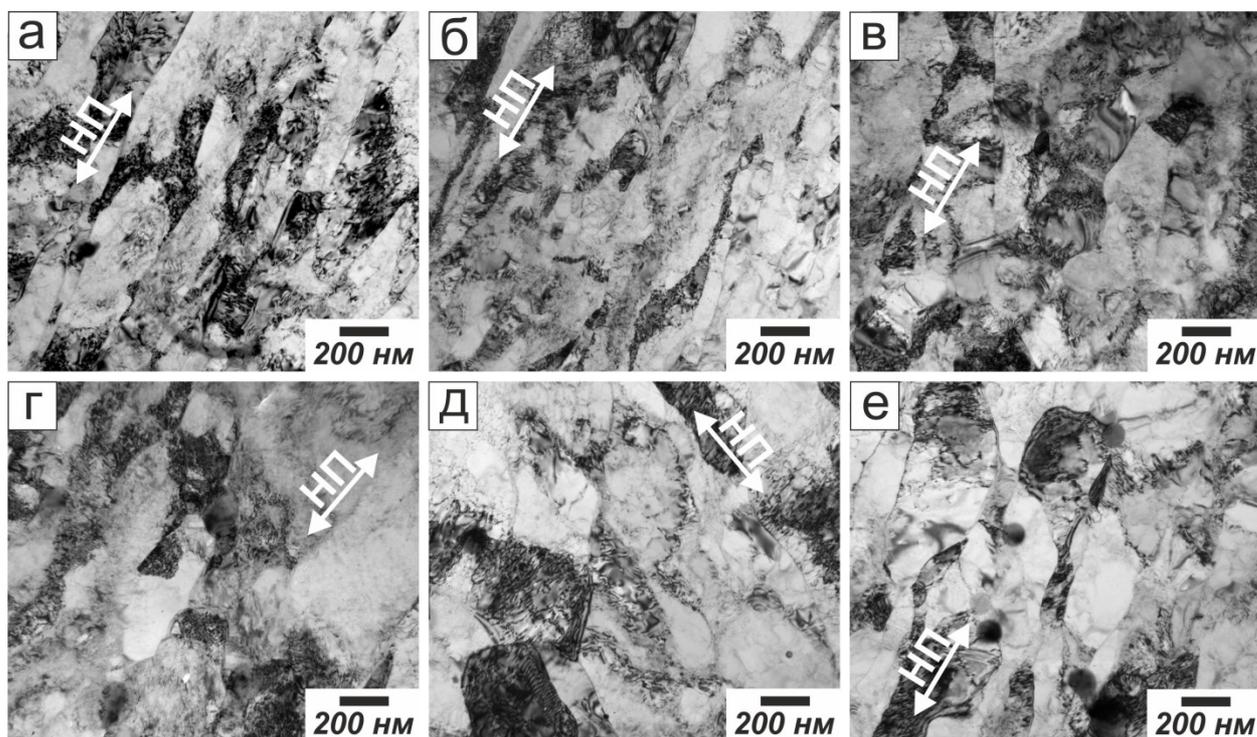


Рисунок 3.3 - Тонкая структура аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали, подвергнутой деформации при: (а) 500°С, (б) 600°С, (в) 700°С, (г) 800°С, (д) 900°С и (е) 1000°С. НП показывает направление прокатки

Основные структурные параметры стали 10X18H8ДЗБР, подвергнутой деформации при температурах 500 - 1000°С до истинной степени деформации $\epsilon = 2$ при различных температурах, приведены в таблице 3.1 с доверительной вероятностью 95%.

Таблица 3.1 - Структурные параметры аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР

Температура, °С	Размер зерна, нм	Размер субзерна, нм	Плотность дислокаций, $\times 10^{14} \text{ м}^{-2}$
500	420 ± 60	115 ± 10	$20,2 \pm 5,7$
600	390 ± 55	120 ± 10	$19,6 \pm 2,3$
700	470 ± 65	150 ± 10	$14,5 \pm 4,1$

800	430 ± 60	165 ± 25	12,6 ± 3,1
900	850 ± 120	170 ± 10	11,4 ± 2,0
1000	950 ± 130	195 ± 30	6,6 ± 1,5

Таким образом, после многократной теплой прокатки субструктура деформации аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали характеризуется высокой плотностью дислокаций и формированием четких субграниц, разделяющих исходные зерна. При температурах деформации 500-700°C формируются многочисленные субграницы, которые располагаются параллельно направлению прокатки, что приводит к формированию удлиненных в направлении течения металла зерен и субзерен. Деформация при температурах 800-1000°C характеризуется формированием более равноосных зерен и субзерен с пониженной плотностью дислокаций.

3.1.2 Микроструктуры деформации аустенитных гомогенных сталей 03X19N10 и 03X17N12M2 с низкой и средней ЭДУ, подвергнутых большому пластическим деформациям при 500-900°C

Микроструктура аустенитной гомогенной стали с низкой ЭДУ 03X19N10 после многократной прокатки в интервале температур от 500 до 900°C до истинной степени деформации $\epsilon \approx 2$ представлена на рисунке 3.4. Хорошо видно, что сформировавшаяся в процессе деформации микроструктура, как и в дисперсионно-упрочняемой стали 10X18N8ДЗБР, главным образом зависит от температуры обработки. Многократная прокатка при относительно низкой температуре 500°C приводит к удлинению вдоль направления прокатки исходных зерен и формированию границ зерен деформационного происхождения. Новые зерна так же немного удлинены в направлении течения материала (рис. 3.4(a)). В микроструктуре наблюдается хорошо развитая сетка МУГ субграниц. Некоторые участки субграниц имеют высокоугловую разориентировку, и выглядят как незавершенные границы зерен, что свидетельствует о протекании непрерывной ДР, которая является основным механизмом формирования микроструктуры в процессе деформации при относительно низких температурах (500°C). Средний поперечный размер зерен, формирующийся в процессе деформации при 500°C составляет 0,95 мкм (рис. 3.4a). Повышение температуры деформации до 700°C приводит к увеличению среднего поперечного размера зерен до 1,85 мкм, что в два раза больше по сравнению с

деформацией при 500°C (рис. 3.4б). Микроструктура, сформировавшаяся в процессе деформации при 900°C отличается довольно крупными зернами, поперечный размер которых составляет 3,5 мкм (рис. 3.4в). В отличие от микроструктуры деформации при температурах 500 – 700°C, прокатка при 900°C характеризуется формированием равноосных зерен. Такие зерна могли сформироваться в процессе дополнительного нагрева до температуры 900°C между проходами в результате метадинамической прерывистой рекристаллизации.

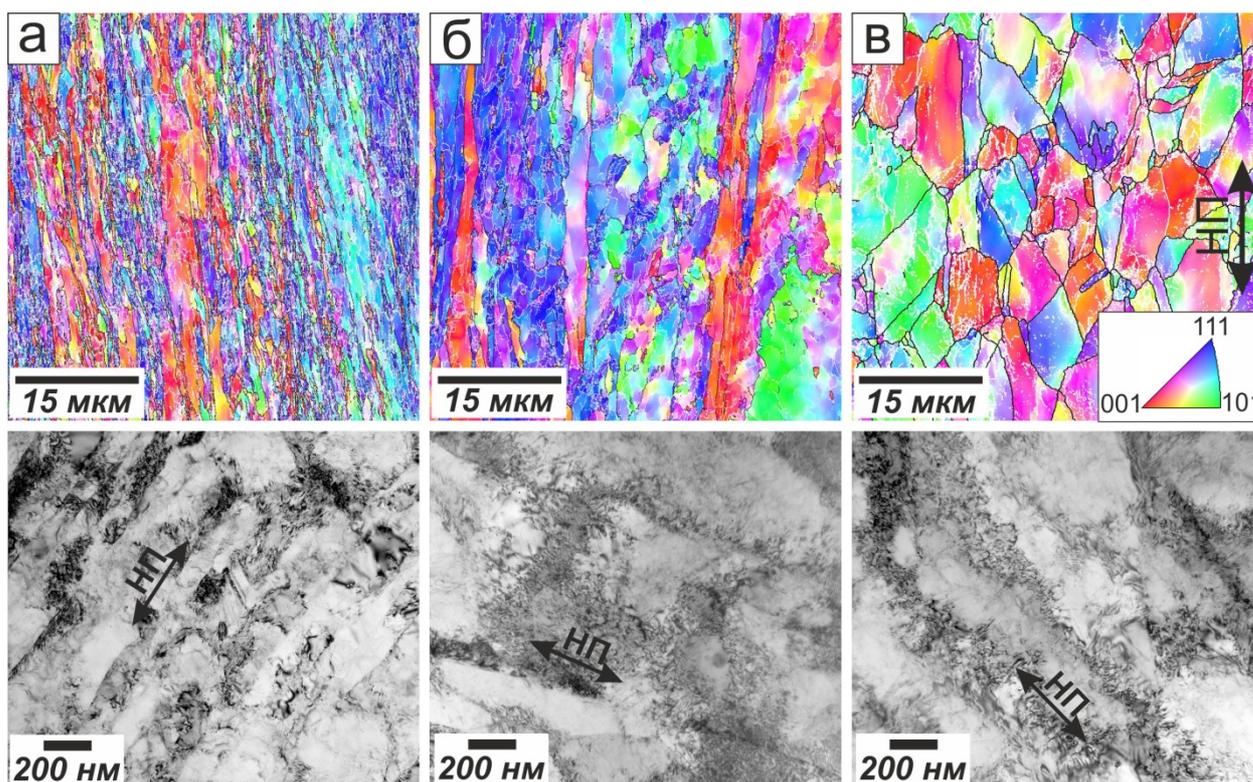


Рисунок 3.4 - Микроструктура аустенитной коррозионностойкой гомогенной стали 03X19N10 с низкой ЭДУ после деформации при: (а) 500°C, (б) 700°C и (в) 900°C. НП показывает направление прокатки

На рисунке 3.5 представлены обратные полюсные фигуры для аустенитной гомогенной стали 03X19N10 с низкой ЭДУ, подвергнутой прокатке при температурах 500 и 900°C. В данной стали наблюдается аналогичная тенденция к усилению текстуры с уменьшением температуры деформации, как было показано для дисперсионно-упрочняемой стали 10X18N8ДЗБР. Интенсивность текстурных максимумов увеличивается от 1,887 до 2,705 с уменьшением температуры деформации от 900 до 500°C. В процессе деформации при температуре 500°C формируется острая аксиальная текстура с характерными текстурными максимумами для направлений $\langle 111 \rangle$ и $\langle 001 \rangle$. Прокатка при

температуре 900°C характеризуется наличием слабых текстурных максимумов для $\langle 001 \rangle$ и $\langle 101 \rangle$.

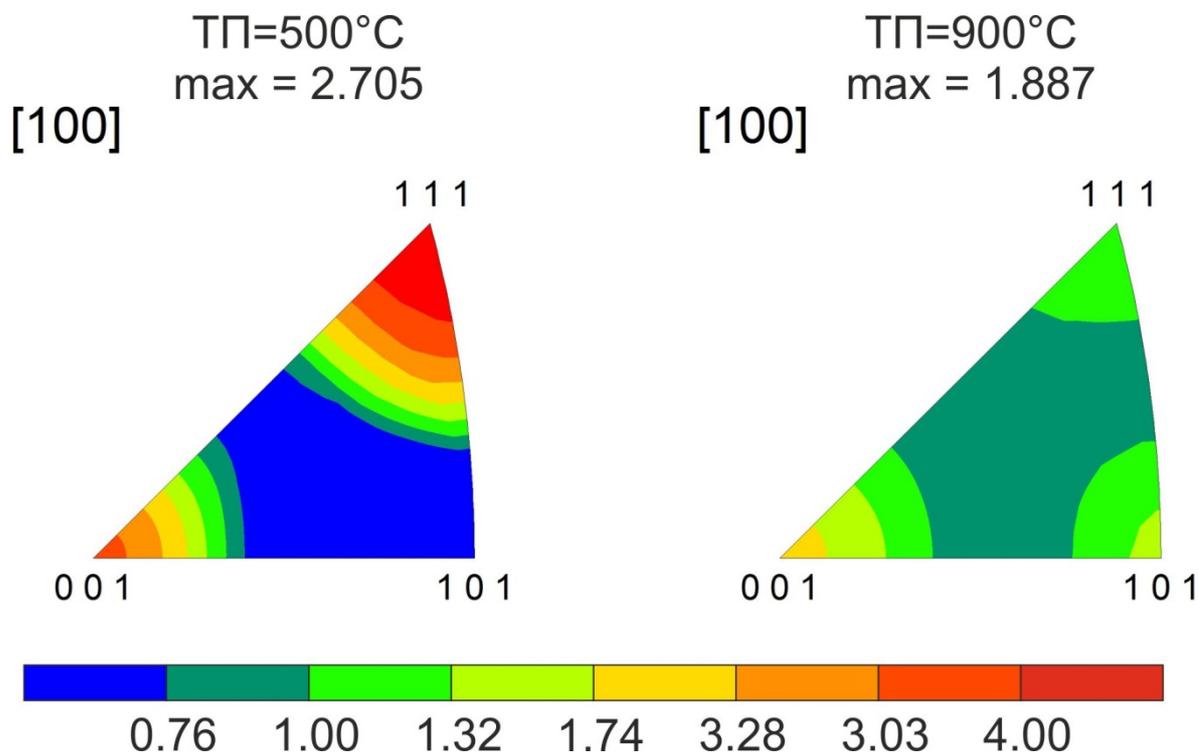


Рисунок 3.5 – Обратные полюсные фигуры аустенитной коррозионностойкой стали 03X19N10, подвергнутой тепловой прокатке (ТП) до истинной степени деформации $\epsilon = 2$

Гомогенная сталь 03X17N12M2 со средней ЭДУ характеризуется формированием более мелкозернистой структуры, по сравнению со сталью 03X19N10 с низкой ЭДУ (рис. 3.6). Микроструктура деформации, формирующаяся при 700°C, состоит из сильно вытянутых зерен, которые чередуются с цепочками мелких зерен (рис. 3.6а,б). Кроме того, в структуре присутствует большое количество отдельных незавершенных границ зерен деформационного происхождения, что также является отличительной чертой процессов непрерывной ДР [33, 168]. Однако в микроструктуре также можно наблюдать признаки прерывистой динамической рекристаллизации, свидетельством чего является формирование новых зерен на волнистых исходных границах [21]. Микроструктура, формирующаяся в процессе деформации при 900°C отличается формированием довольно крупных зерен, поперечный размер которых составляет 3,4 мкм (рис. 3.6в). В отличие от микроструктуры деформации при температурах 500-700°C, образцы аустенитной гомогенной стали со средней ЭДУ, подвергнутой деформации при 900°C характеризуются формированием равноосных зерен. Такие зерна могут возникнуть в процессе

дополнительного нагрева до температуры 900°C между проходами прокатки, как и в гомогенной стали с низкой ЭДУ.

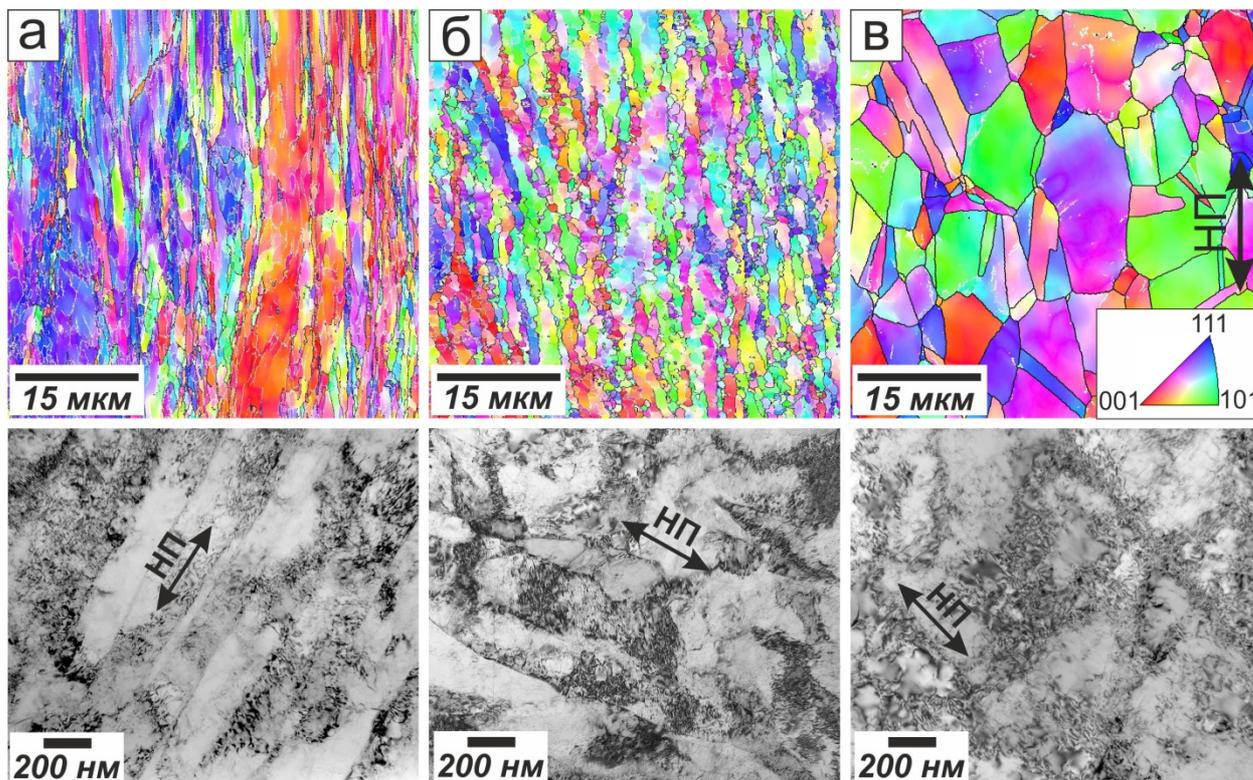


Рисунок 3.6 - Микроструктура аустенитной гомогенной стали 03X17N12M2 со средней ЭДУ после многократной прокатки при: (а) 500°C, (б) 700°C и (в) 900°C. НП показывает направление прокатки

Обратные полюсные фигуры для аустенитной гомогенной стали 03X17N12M2 со средней ЭДУ, подвергнутой деформации при температурах 500 и 900°C, представлены на рисунке 3.7. Максимальная интенсивность увеличивается от 1,887 до 2,593 с уменьшением температуры многократной прокатки от 900 до 500°C. В процессе прокатки при температуре 500°C формируется острая аксиальная текстура с характерными для гцк решетки текстурными максимумами для направлений $\langle 111 \rangle$ и $\langle 001 \rangle$. Деформация при температуре 900°C не приводит к появлению сильных текстурных максимумов от ориентировок $\langle 001 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$. Кроме того, появляются небольшие текстурные максимумы для направлений $\langle 110 \rangle$ и $\langle 112 \rangle$, что указывает на случайный характер эволюции текстуры при повышенных температурах деформации. Отсутствие ярко выраженной осевой текстуры при одноосной деформации свидетельствует о развитии зернограничного скольжения и связанных с ним больших угловых поворотов зерен и субзерен в процессе деформации, что является характерным для непрерывной ДР, особенно для ее поздней

стадии, когда в материале формируется достаточно большое количество высокоугловых границ зерен деформационного происхождения.

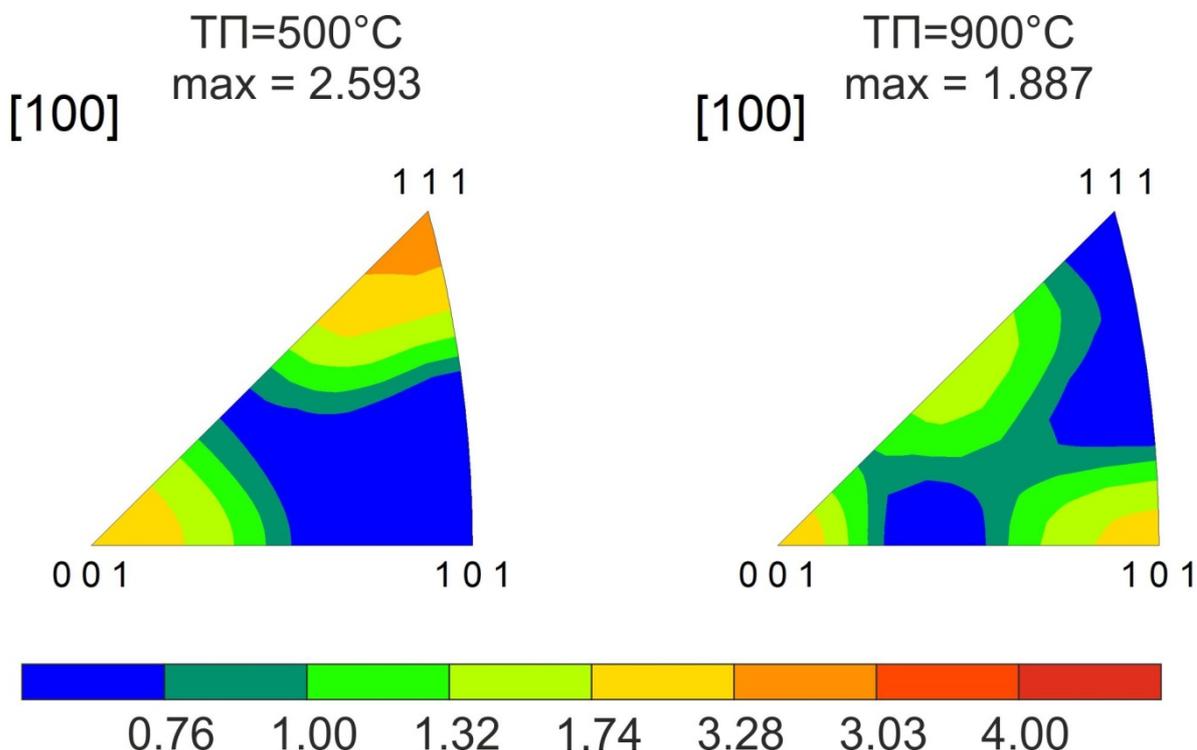


Рисунок 3.7 – Обратные полюсные фигуры аустенитной гомогенной стали 03X17N12M2, подвергнутой тепловой прокатке (ТП) до истинной степени деформации $\epsilon = 2$

Таким образом, гомогенные аустенитные стали отличаются более крупным размером структурных элементов, формирующихся в процессе деформации до истинной степени деформации $\epsilon = 2$, по сравнению со сталью содержащей дисперсные частицы (рис. 3.4, 3.6). В стали 03X17N12M2 средний поперечный размер зерен уменьшается от 3,4 до 0,85 мкм, а размер субзерен от 240 до 150 нм, с уменьшением температуры прокатки от 900 до 500°C. Так как в гомогенных сталях отсутствуют частицы вторых фаз, то во время деформации идет непрерывный рост субзерен и зерен, что приводит к формированию более крупных зерен и субзерен, по сравнению с дисперсионно-упрочняемой сталью.

Формирующаяся, в процессе деформации при температуре 500°C гомогенных сталей 03X19N10 и 03X17N12M2, субструктура характеризуется высокой плотностью дислокаций и субграниц, расположенных преимущественно вдоль направления деформации (рис. 3.4а, 3.6а). Увеличение температуры пластической деформации до 900°C приводит к формированию типичной ячеистой структуры, содержащей плотные дислокационные скопления (рис. 3.4б, 3.6б).

Основные структурные параметры аустенитных коррозионностойких гомогенных сталей 03X19H10 и 03X17H12M2, подвергнутых тепловой обработке до истинной степени деформации $\epsilon \approx 2$, при различных температурах, приведены в таблице 3.2 с доверительной вероятностью 95%.

Таблица 3.2 - Структурные параметры аустенитных коррозионностойких сталей с низкой и средней ЭДУ, подвергнутых большим пластическим деформациям

Температура, °С	Размер зерна, нм	Размер субзерна, нм	Плотность дислокаций, $\times 10^{14} \text{ м}^{-2}$
03X19H10			
500	950± 60	170± 10	18± 3,4
700	1840± 100	235± 15	14,3± 2,1
900	3500± 150	345± 20	7,7± 1,3
03X17H12M2			
500	850± 50	150± 10	21,7± 4,7
700	1200± 80	170± 15	16± 3,1
900	3400± 150	240± 20	9,3± 1,9

Следует отметить, что прерывистый, так и непрерывный механизмы динамической рекристаллизации могут одновременно работать в изученных условиях. Особенности микроструктуры деформации, развивающейся в процессе прокатки до истинной степени деформации 2, указывают на то, что прерывистая динамическая рекристаллизация и метадинамическая рекристаллизация вносят определенный вклад в формирование новых зерен при повышенных температурах (~1000°С), что способствовало формированию более равноосной однородной микроструктуры. Прерывистый механизм рекристаллизации включает в себя зарождение зерен в результате локальной миграции границ, с последующим их укрупнением, которые растут, поглощая зерна с повышенной плотностью дислокаций. Несколько удлиненная форма мелких зерен/субзерен наряду с

высокой плотностью дислокаций свидетельствует, что полученная микроструктура формировалась в процессе деформации, в то время как статическая рекристаллизация вряд ли имела место после последнего прохода прокатки и оказала существенное влияние на развитие микроструктуры. Высокая плотность дислокаций также показывает, что вклад метадинамической рекристаллизации в формирование новых зерен после последнего прохода прокатки незначителен.

Формирование незавершенных высокоугловых границ зерен является отличительной чертой процессов непрерывной динамической рекристаллизации (НДР), когда разориентировка малоугловых границ (МУГ) постепенно увеличивается с увеличением степени деформации и достигает значений, характерных для высокоугловых границ (ВУГ) [21, 33, 34]. Таким образом, непрерывную динамическую рекристаллизацию можно рассматривать как основной механизм, ответственный за эволюцию микроструктуры в аустенитных коррозионностойких сталях в исследованных условиях.

3.2 Зависимость размера рекристаллизованных зерен от температурно-скоростных условий деформации

Напряжение течения и размер зерен, формирующийся в процессе деформации, зависят от условий обработки. Напряжение течения металлических материалов может быть выражено степенной функцией температурно-скоростного параметра (параметр Зинера-Холломона):

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (3.1)$$

где $\dot{\epsilon}$ – скорость деформации, R – универсальная постоянная газовая (8,314 Дж/ (моль·К)), T – температура деформации, Q – энергия активации деформации. В данной работе для расчетов использовали энергию активации самодиффузии $Q = 280$ (кДж моль⁻¹) [9, 43]. На рисунке 3.8 представлен график зависимости поперечного размера динамически рекристаллизованных зерен (D) от параметра Зинера-Холломона (Z), включая данные опубликованных ранее работ [29, 43, 169–172]. Зависимость имеет бимодальный характер, что связано с различием действующих механизмов динамической рекристаллизации. Для двух областей, соответствующих прерывистой и непрерывной ДР, были получены следующие соотношения между размером зерен и параметром Зинера-Холломона: $D \sim Z^{-1}$

0,4 и $D \sim Z^{-0,1}$. Пограничным значением, отделяющим процессы непрерывной и прерывистой ДР, является Z около 10^{12} с^{-1} [172, 173]. Прерывистая ДР имеет место в процессе горячей обработки при $Z < 10^{12} \text{ с}^{-1}$, в то время как непрерывная ДР определяет структурные изменения при $Z > 10^{12} \text{ с}^{-1}$. Из рисунка видно, что прерывистая ДР, которая развивается в области высоких температур, характеризуется достаточно сильной температурно-скоростной зависимостью от среднего размера зерен. В области более низких температур, где основным механизмом, ответственным за формирования микроструктуры является непрерывная ДР, средний размер зерна слабо зависит от параметра Зинера-Холломона.

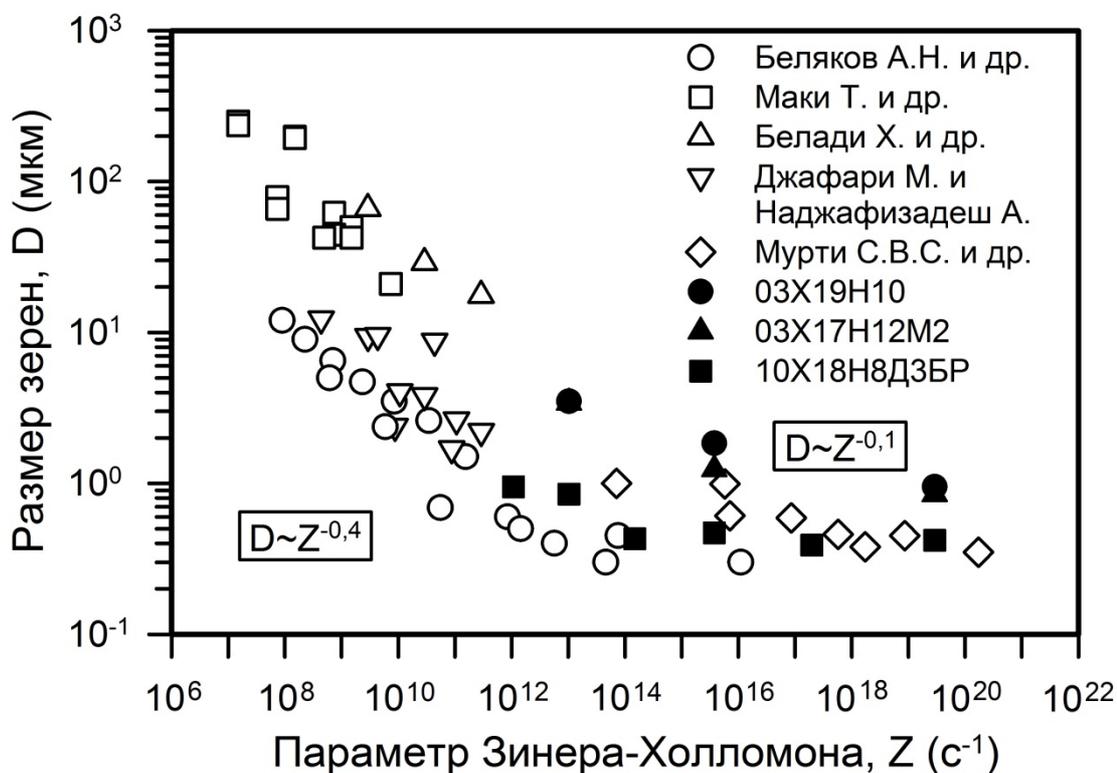


Рисунок 3.8 – Зависимость размера зерна, формирующегося в процессе теплой и горячей прокатки, от параметра Зинера-Холломона

Следует отметить, что вклад различных механизмов структурных изменений в формирующуюся микроструктуру зависит еще от степени легирования и фазового состава стали. Гомогенные стали не содержат дисперсных частиц, поэтому средний размер зерен в таких сталях больше и переход от прерывистой к непрерывной ДР происходит при больших значениях Z , чем для дисперсионно-упрочненной стали. Т.е., в отличие от дисперсионно-упрочняемой стали, прокатка гомогенных сталей при температуре 900°C

соответствует условиям горячей обработки, когда напряжения течения существенно зависят от температуры и скорости деформации. Область непрерывной рекристаллизации, которая характеризуется слабой зависимостью напряжений течения от температуры и скорости деформации в этом случае смещается в сторону меньших температур.

3.3 Кинетика измельчения зерен в процессе теплой деформации аустенитных коррозионностойких сталей

Зависимость основных структурных параметров, таких как средний поперечный размер зерна, доля высокоугловых границ и плотность дислокаций, от степени деформации представлена на рисунке 3.9. Средний поперечный размер зерен быстро уменьшается на ранних стадиях деформации ($\epsilon < 0,5$), а с увеличением степени деформации уменьшение размера зерна постепенно замедляется. Такое поведение является типичным для одноосной деформации и связано с формированием субграниц деформационного происхождения, повышение плотности которых постепенно замедляется с увеличением степени деформации. Если предположить, что изменение формы зерен соответствуют изменению формы образца, то зависимость среднего поперечного размера зерен от степени деформации будет следовать пунктирной линии на рисунке 3.9. В диапазоне небольших степеней деформации ($\epsilon < 1$), поперечный размер зерна уменьшается быстрее, чем размер образца. Таким образом, этот участок соответствует области измельчения зерен, когда деформация сопровождается появлением новых границ зерен деформационного происхождения. Однако, количество зерен в поперечном сечении образца уменьшается в области больших степеней деформации ($\epsilon > 1$), которые можно рассматривать как области укрупнения зерен, где динамический размер зерна практически не зависит от степени деформации.

Кинетика процессов непрерывной ДР может быть описана зависимостью доли высокоугловых границ от степени деформации. При небольших степенях деформации $\epsilon \sim 0,5$ доля ВУГ определяется исходным структурным состоянием (доля ВУГ в исходном состоянии 0,97). Если исключить исходные границы зерен (как показано пунктирной линией), рост доли ВУГ деформационного происхождения в процессе деформации может быть выражен функцией $F_{\text{НАВ}} \sim 0,2\epsilon$ в диапазоне средних степеней деформации для всех образцов независимо от температуры деформации (рис. 3.9).

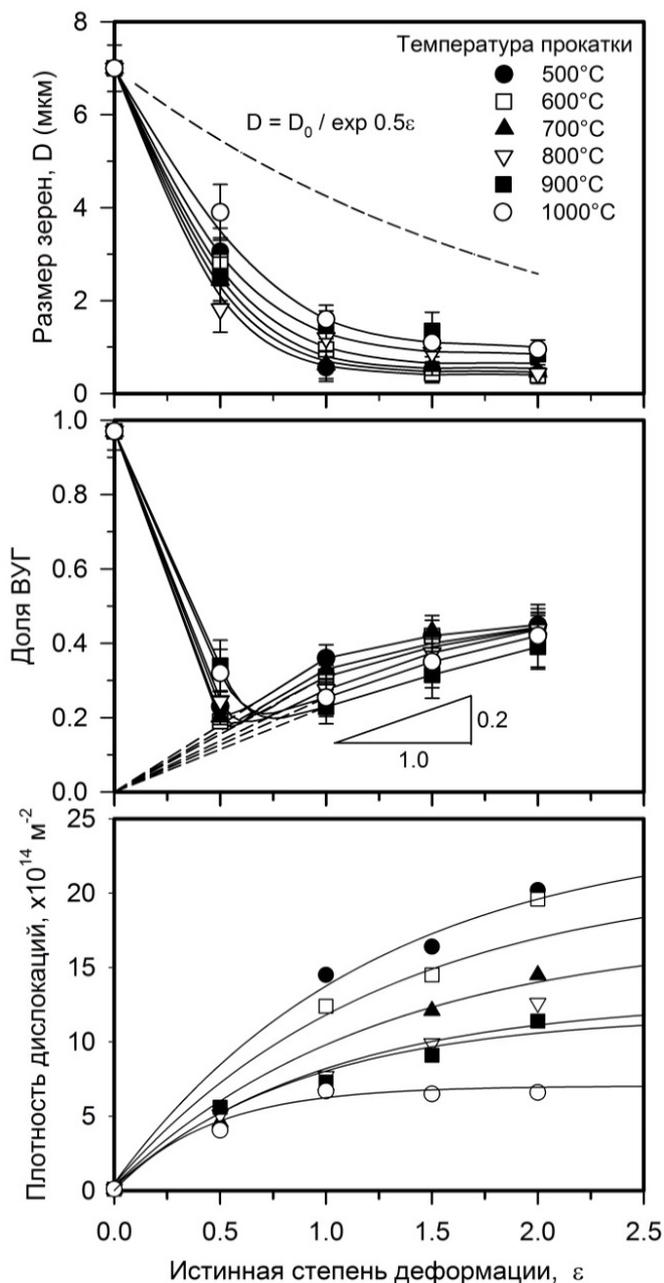


Рисунок 3.9 - Зависимость структурных параметров от степени деформации аустенитной коррозионностойкой стали 10X18H8ДЗБР, подвергнутой многократной прокатке при 500 – 1000°C

Несмотря на сравнительно высокие температуры обработки, субструктура деформации характеризуется высокой плотностью дислокаций внутри субзерен (рис. 3.9). Увеличение плотности дислокаций отражает деформационное упрочнение и может быть представлено модифицированным уравнением Кокса-Меккинга как постепенное

увеличение от начального значения (ρ_0), значение которого уменьшается с увеличением температуры деформации до насыщения (ρ_{max}) [174–176, 183]:

$$\rho = \rho_0 + \rho_{max}(1 - \exp(-n\varepsilon)) \quad (3.2)$$

где значение насыщения для исследуемых сталей уменьшается от 23,7 до $7,3 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$, с увеличением температуры прокатки от 500 до 1000°C.

В таблице 3.3 приведены основные структурные параметры аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР, подвергнутой многократной прокатке при различных температурах и степенях деформации.

Таблица 3.3 – Структурные параметры дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР, подвергнутой многократной прокатке в интервале температур 500 – 1000°C

Температура прокатки, °С	Истинная степень деформации, ε	Средний поперечный размер зерна, мкм	Доля ВУГ	Плотность дислокаций, $\times 10^{14} \text{ м}^{-2}$
500	0,5	3,06	0,230	
	1	0,56	0,360	14,5
	1,5	0,48	0,420	16,4
	2	0,42	0,448	20,2
600	0,5	2,85	0,190	
	1	0,95	0,310	12,4
	1,5	0,43	0,420	14,5
	2	0,39	0,431	19,6
700	0,5	2,44	0,202	4,6
	1	0,62	0,329	7,1
	1,5	0,59	0,431	12,1
	2	0,47	0,439	14,5
800	0,5	1,82	0,245	5,1
	1	1,20	0,275	7,7
	1,5	0,88	0,374	9,9
	2	0,43	0,437	12,6
	0,5	2,5	0,340	5,6

	1	1,48	0,229	7,3
	1,5	1,35	0,315	9,1
	2	0,85	0,390	11,4
1000	0,5	3,9	0,320	4,1
	1	1,6	0,254	6,7
	1,5	1,1	0,350	6,5
	2	0,95	0,420	6,6

Значения структурных параметров аустенитных коррозионностойких сталей зависят от механизмов эволюции микроструктуры в процессе деформации. Исследованная температурная область теплой деформации является переходной между горячей деформацией, которая характеризуется сильной степенной зависимостью размера зерен и плотности дислокаций от температурно-скоростных условий (параметр Z), и холодной деформацией, при которой размер зерен и плотность дислокаций слабо зависят от параметра Z (рис. 3.10). В области теплой деформации, таким образом, происходит постепенное изменение зависимостей структурных параметров (размера зерен и плотности дислокаций) от температурно-скоростных условий.

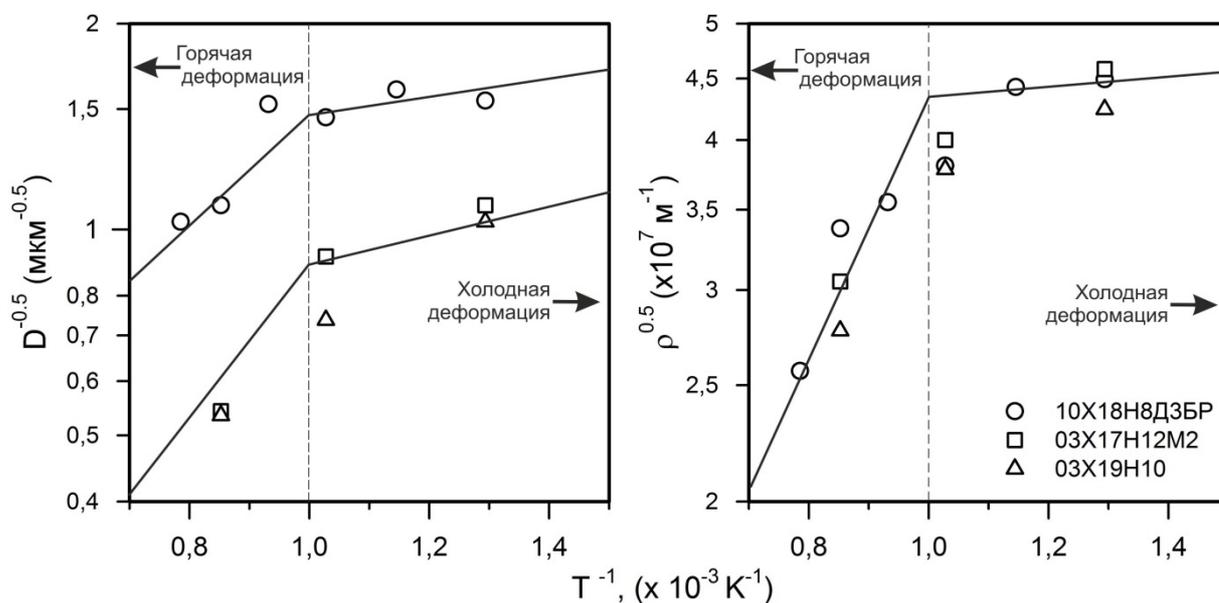


Рисунок 3.10 – Зависимость структурных параметров аустенитных коррозионностойких сталей от температурно-скоростных условий деформации

3.4 Деформационное упрочнение аустенитных коррозионностойких сталей в процессе больших пластических деформаций в интервале температур 500 -1000°С

Влияние степени деформации при различных температурах на микротвердость по Виккерсу аустенитной дисперсионно-упрочняемой коррозионностойкой стали 10X18Н8ДЗБР, подвергнутой многократной прокатке в интервале температур 500 – 1000°С, показано на рисунке 3.11. Многократная прокатка приводит к существенному упрочнению стали. На начальной стадии прокатки, при истинной степени деформации 0.5, наблюдается существенное увеличение твердости. В процессе дальнейшей прокатки скорость деформационного упрочнения снижается, что приводит к постепенному замедлению повышения твердости с увеличением общей степени деформации.

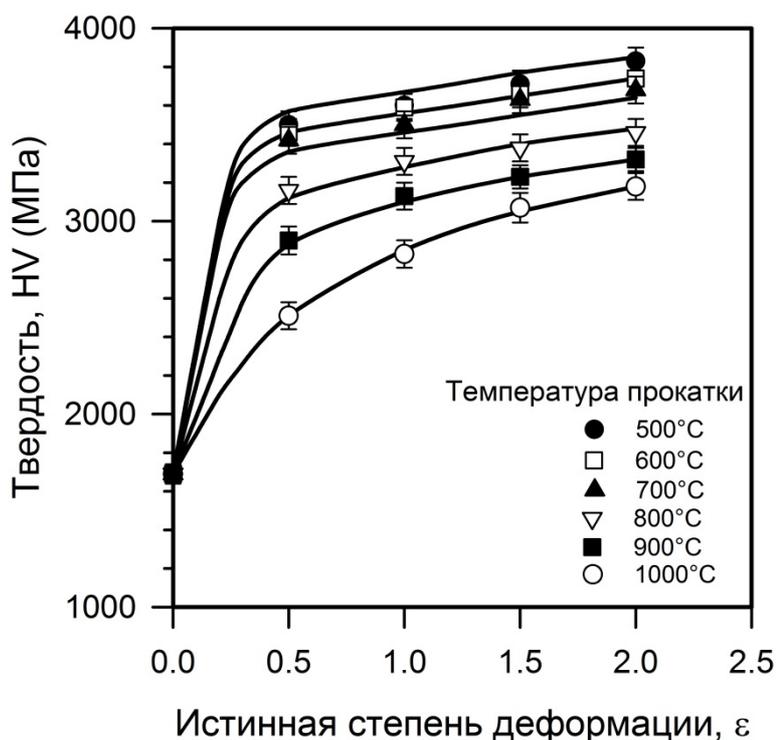


Рисунок 3.11 – Деформационное упрочнение аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10X18Н8ДЗБР, подвергнутой прокатке в интервале температур 500 – 1000°С

Несмотря на схожую кинетику деформационного упрочнения можно выделить две температурные области (т.е. 500-700 и 800-1000°С), отличающиеся скоростью упрочнения в процессе деформации. В интервале температур 500-700°С деформационное упрочнение характеризуется слабой температурной зависимостью. Твердость резко увеличивается до

3500 МПа после прокатки до истинной степени деформации $\epsilon = 0,5$. Дальнейшая прокатка в данном температурном интервале характеризуется практически постоянной скоростью упрочнения (160 МПа на единицу деформации), что приводит к почти линейному росту значений твердости до 3750 МПа после прокатки до истинной степени деформации $\epsilon = 2$.

В то же время упрочнение в температурном интервале 800-1000°C характеризуется сильной температурной зависимостью. При небольших степенях деформации скорость деформационного упрочнения уменьшается с повышением температуры. После прокатки до истинной степени деформации $\epsilon = 0,5$ при температурах 1000 и 800°C твердость составляет 2500 и 3200 МПа, соответственно. С увеличением степени деформации температурная зависимость деформационного упрочнения изменяется. Более высокие температуры деформации характеризуются более высоким коэффициентом упрочнения. При увеличении степени деформации от 0,5 до 2 прирост твердости составляет более 20% при 1000°C, а при 800°C не превышает 10%. Различия в кинетике упрочнения в процессе прокатки в этих температурных интервалах указывают на разницу механизмов эволюции микроструктуры.

3.5 Выводы по главе

1. Многократная прокатка при температурах 500-1000°C приводит к формированию в аустенитных коррозионностойких сталях ультрамелкозернистой структуры с высокой плотностью внутризеренных дислокаций. Средний поперечный размер зерен уменьшается с понижением температуры прокатки и повышением степени легирования стали. После прокатки до истинной степени деформации 2 при 500°C поперечный размер зерен составляет 0,42 мкм в дисперсионной-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР и 0,85 мкм в гомогенной стали 03X17H12M2.

2. Понижение температуры деформации до 500-700°C приводит к замедлению процессов динамического возврата, слабой температурной зависимости упрочнения и сопровождается формированием сильной металлографической и кристаллографической текстуры. Усиление текстуры происходит постепенно с уменьшением температуры деформации.

3. В процессе высокотемпературной деформации исследуемых сталей (900-1000°C) размер зерен значительно зависит от температуры и скорости деформации, тогда как в интервале температур от 500 до 700°C наблюдается слабая зависимость размера зерен от температурно-скомпенсированной скорости деформации.

3. Кинетика процессов непрерывной ДР может быть описана зависимостью доли высокоугловых границ от степени деформации. Доля ВУГ деформационного происхождения в процессе прокатки может быть выражена как $F_{\text{ВУГ}} \sim 0,2e$.

4. Несмотря на сравнительно высокие температуры обработки, субструктура деформации характеризуется высокой плотностью дислокаций внутри субзерен. Повышение плотности дислокаций может быть выражено модифицированным уравнением Кокса-Меккинга как постепенное увеличение от начального значения (ρ_0) до насыщения (ρ_{max}), где значение насыщения для исследуемых сталей уменьшается от 25×10^{14} до $5 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ при увеличении температуры прокатки от 500 до 1000°C.

5. Многократная теплая прокатка приводит к существенному упрочнению сталей. Можно выделить две температурные области (т.е. 500-700 и 800-1000°C), отличающиеся скоростью упрочнения в процессе прокатки, а также особенностями формирования микроструктуры.

ГЛАВА 4 МЕХАНИЗМЫ СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ АУСТЕНИТНЫХ КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ СТАЛЕЙ В ПРОЦЕССЕ ТЕПЛОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

На основании анализа деформационного упрочнения в процессе многократной прокатки при различных температурах (глава 3, рис. 3.11) были выделены две температурные области (т.е. 500-700 и 800-1000°С), отличающиеся скоростью упрочнения в процессе деформации. В данной главе представлены детальные исследования закономерностей формирования высокоугловых границ деформационного происхождения и новых зерен в исследуемых сталях в процессе многократной прокатки при температурах 500-1000°С. Представлено влияние температуры деформации на кинетику измельчения микроструктуры.

4.1 Эволюция микроструктуры сталей в процессе деформации при температурах 500-700°С

Структурные изменения в процессе больших пластических деформаций исследуемых сталей в низкотемпературной области, которой соответствует интервал температур 500 – 700°С, иллюстрируют рисунки 4.1-4.3. Исследование эволюции микроструктуры в процессе деформации в низкотемпературной области дисперсионно-упрочняемой стали показало, что на ранней стадии прокатки формируется большое количество микрополос деформации, которые появляются в различных исходных зернах независимо от их кристаллографической ориентировки (рис. 4.1 а,г,ж). Как было показано ранее, деформационное упрочнение в низкотемпературной области характеризуется слабой температурной зависимостью (рис. 3.11). Таким образом, деформационное поведение, включающее эволюцию микроструктуры, слабо зависит от контролируемых диффузией процессов возврата. В таких условиях, формирование новых зерен главным образом связано с эволюцией микрополос деформационного происхождения. Границы таких микрополос быстро увеличивают свою разориентировку до значений типичных для ВУГ в процессе деформации, что приводит к появлению большого числа ВУГ деформационного происхождения при относительно малых степенях деформации. Дальнейшая деформация сопровождается разбиением микрополос деформации поперечными границами, разориентировка которых увеличивается в процессе прокатки, что приводит к появлению мелких зерен при достаточно больших степенях деформации (рис. 4.1 б,д,з).

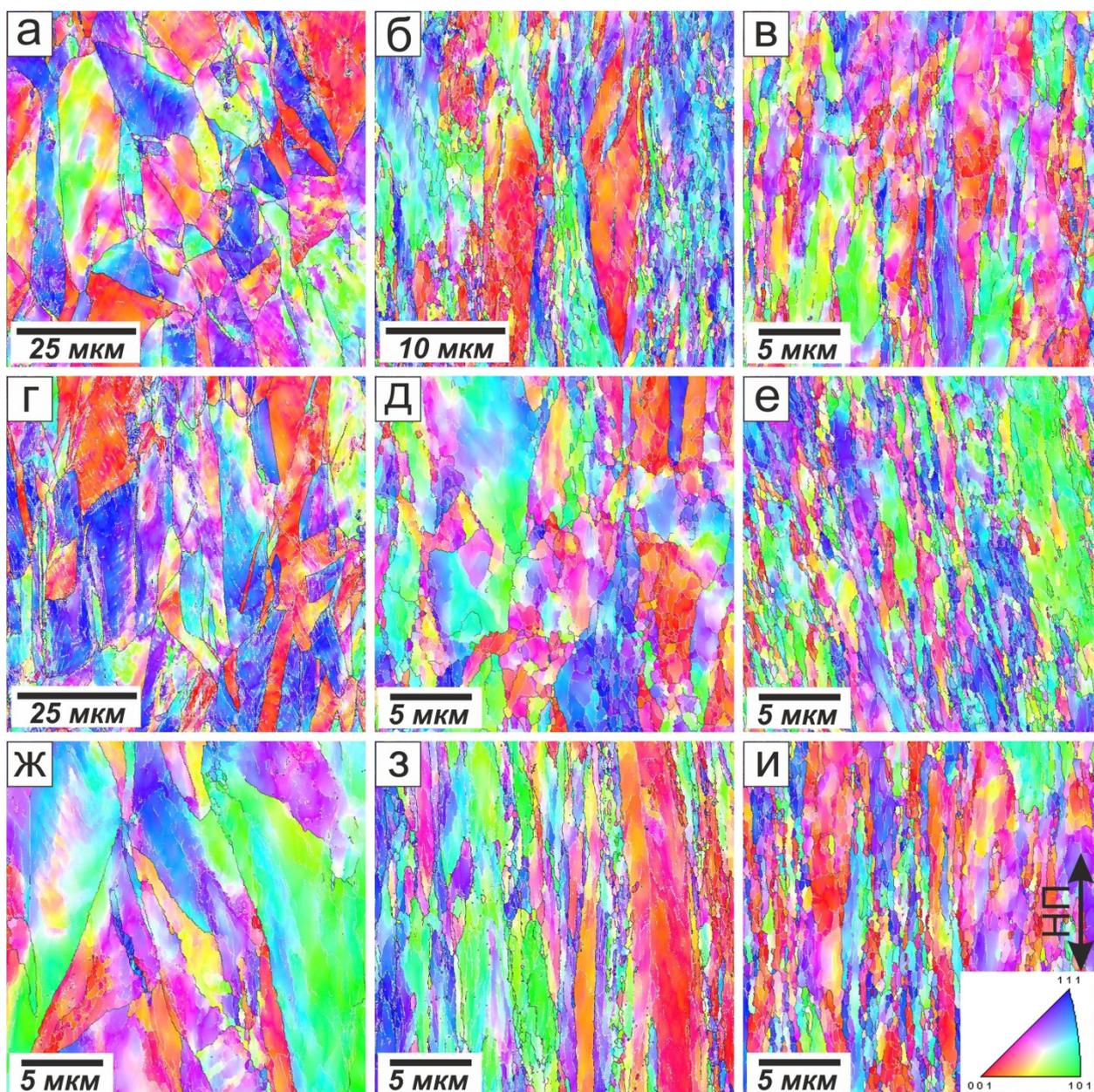


Рисунок 4.1 - Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 10X18H8ДЗБР после многократной прокатки при 500°С и истинной степени деформации ϵ : (а) 0,5, (б) 1, (в) 1,5; при 600°С и ϵ : (г) 0,5, (д) 1, (е) 1,5; при 700°С и ϵ : (ж) 0,5, (з) 1, (и) 1,5; Обратные полюсные фигуры соответствуют направлению прокатки (НП). На EBSD-карте малоугловые и большеугловые границы показаны белыми и черными линиями, соответственно

Прокатка при 700°С до истинной степени деформации 0,5 приводит к формированию многочисленных субграниц, в виде пространственных сеток в исходных зернах (рис. 4.1 ж). Разориентировка субграниц существенно различается. Субграницы, которые формируются вблизи исходных границ, имеют более высокие разориентировки по сравнению с теми, которые находятся внутри зерна и могут быстро превращаться в

высокоугловые границы [33, 177]. Субграницы, расположенные вблизи исходных границ зерен частично имеют высокоугловую разориентировку. Высокоугловая разориентировка позволяет считать такие границы границами зерен деформационного происхождения. Места возле исходных границ имеют высокую плотность границ зерен, сформировавшихся в процессе деформации. Количество границ деформационного происхождения увеличивается с увеличением степени деформации (рис. 4.1в,е,и). Таким образом, новые мелкие зерна сформированные во время деформации при относительно низких температурах 500-700°C часто наблюдаются на исходных границах зерен.

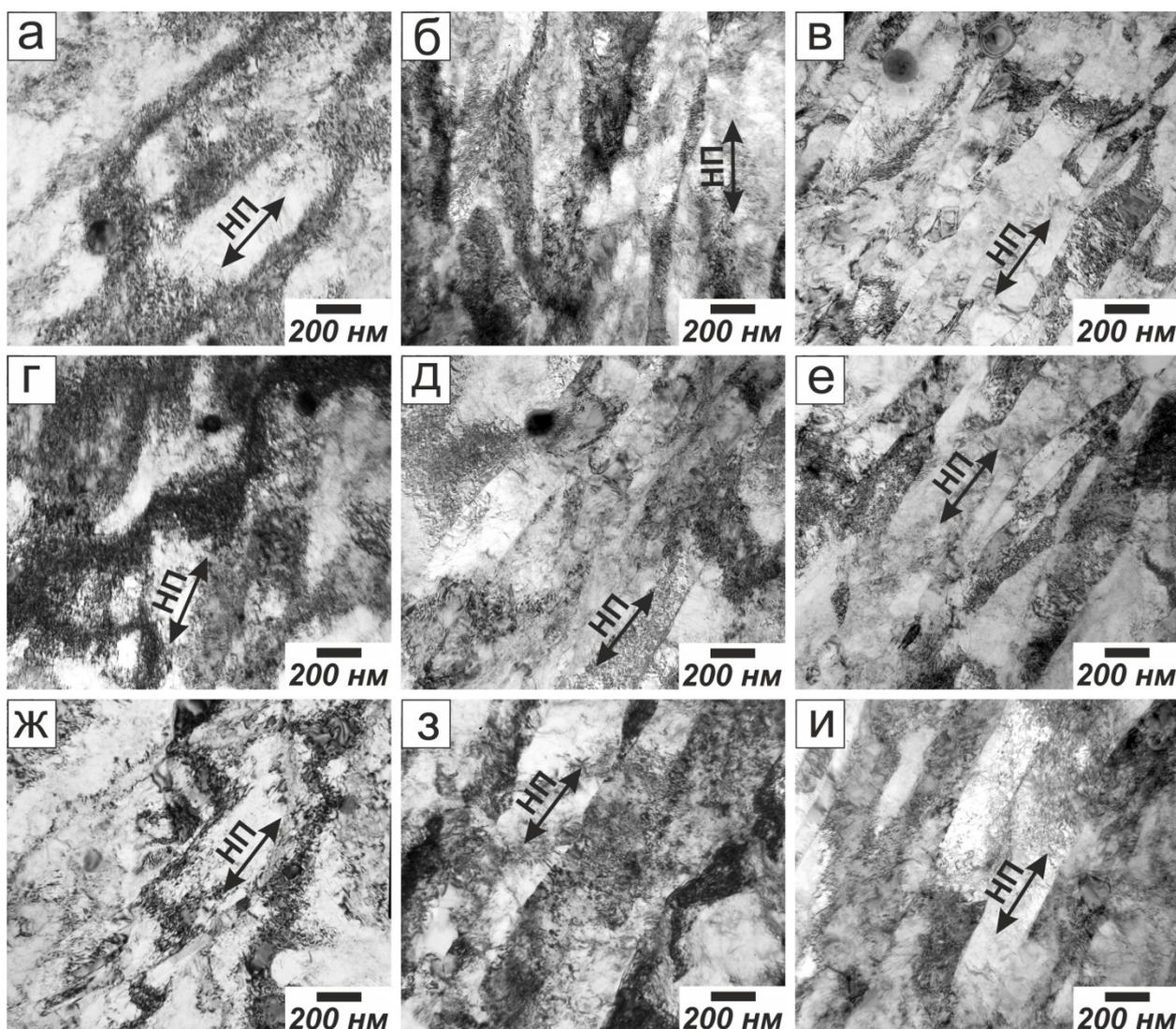


Рисунок 4.2 - Микроструктура аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали после многократной прокатки при 500°C: сталь 03X19N10, истинная степень деформации ϵ : (а) 0,5,(б) 1, (в) 1,5; сталь 03X17N12M2, ϵ : (г) 0,5, (д) 1, (е) 1,5; при 700°C и ϵ : (ж) 0,5, (з) 1, (и)1,5. Обратные полюсные фигуры соответствуют направлению прокатки (НП). На EBSD-карте малоугловые и большеугловые границы показаны белыми и черными линиями, соответственно

Эволюция субструктуры деформации аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР, подвергнутой деформации в интервале температур 500-700°C, представлена на рисунке 4.2. Теплая деформация приводит к формированию дислокационной ячеистой субструктуры с высокой плотностью внутризеренных дислокаций. Ячеистая субструктура разделена на блоки, границы которых представляют собой плотные дислокационные стенки деформационного происхождения. Таким образом, на ранних стадиях деформации происходит формирование ячеистой структуры (рис. 4.2 а,г,ж), а с увеличением степени деформации ($\epsilon < 0,5$) субграницы деформационного происхождения выравниваются вдоль направления прокатки (рис. 4.2). В общем, прокатка в низкотемпературном интервале характеризуется формированием субграниц деформации, которые расположены параллельно друг другу и представляют собой микрополосы деформации.

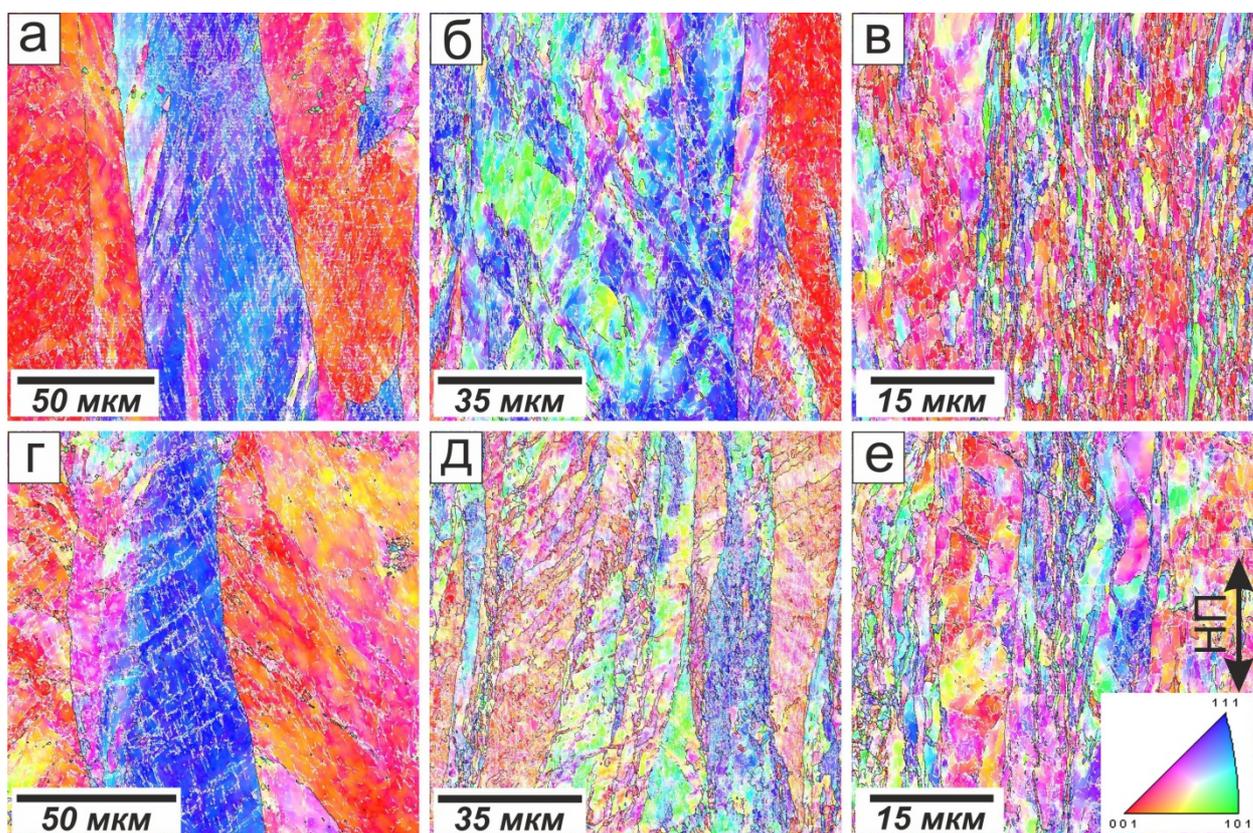


Рисунок 4.3 - Микроструктура аустенитных гомогенных сталей после многократной прокатки при 500°C: сталь 03X19H10, истинная степень деформации ϵ : (а) 0,5, (б) 1, (в) 1,5; сталь 03X17H12M2, ϵ : (г) 0,5, (д) 1, (е) 1,5. Обратные полюсные фигуры соответствуют направлению прокатки (НП). На EBSD-карте малоугловые и большеугловые границы показаны белыми и черными линиями, соответственно

Микроструктуры деформации аустенитных гомогенных сталей 03X19N10 и 03X17N12M2 с низкой и средней ЭДУ, соответственно, подвергнутых деформации в низкотемпературном интервале ($500 - 700^{\circ}\text{C}$), представлены на рисунке 4.3. Закономерности эволюции микроструктуры в гомогенных сталях такие же, как и в дисперсионно-упрочняемой стали. Деформация до относительно низких степеней деформации ($\epsilon > 0,5$) приводит к формированию большого количества микрополос деформации, которые появляются в различных исходных зернах независимо от их кристаллографической ориентировки (рис. 4.3 а, г). Количество границ деформационного происхождения увеличивается с увеличением степени деформации (рис. 4.3 б, д). Микроструктура деформации при больших степенях ($\epsilon > 1$) характеризуется наличием вытянутых вдоль направления прокатки зерен lamellarного типа, микрополос деформации и цепочек мелких зерен (рис. 4.3 в, е).

Типичная микроструктура, формирующаяся в процессе деформации при относительно низких степенях $\epsilon \approx 0,5$ в низкотемпературном интервале показана на рисунке 4.4. Структурные изменения характеризуются формированием микрополос деформационного происхождения, которые на рисунке 4.4 представлены многочисленными параллельными МУГ. Микрополосы появляются в различных зернах независимо от кристаллографической ориентировки этих зерен. Формирование микрополос сопровождается появлением градиента разориентировок внутри деформированного зерна. Характерное изменение разориентировок в пределах одного зерна вдоль линии T_1 (разориентировка между соседними точками и накопленная разориентировка) представлено на рисунке 4.4. Несмотря на большое количество МУГ со средней разориентировкой около 2° , накопленная разориентировка не достигает 10° даже на достаточно большом расстоянии 20 мкм. Следовательно, разориентировка микрополос деформации является взаимно скомпенсированной.

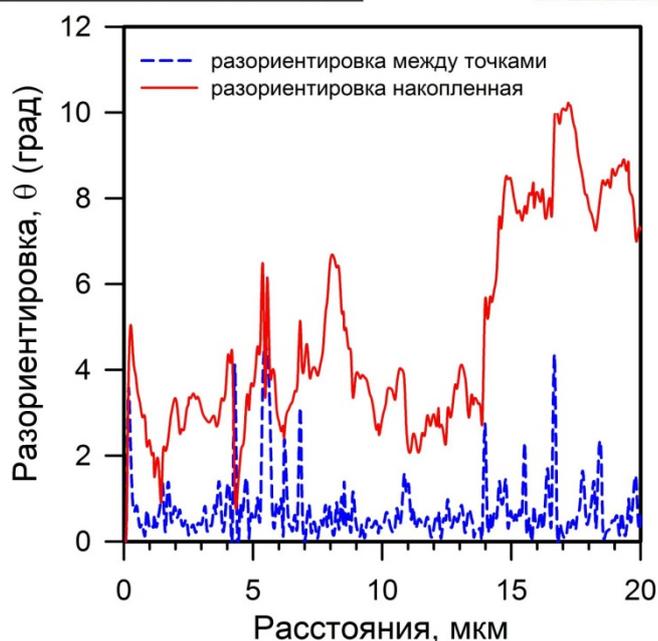
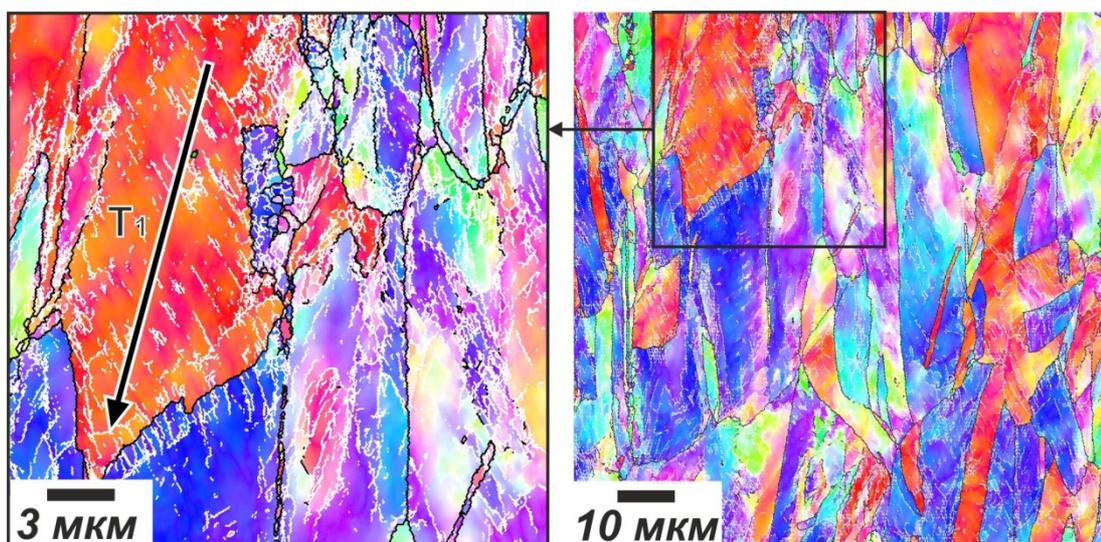


Рисунок 4.4 - Микроструктура деформации стали 10X18H8ДЗБР подвергнутой тепловой прокатке при 600°C до истинной степени деформации $\epsilon = 0,5$. На графике показано изменение угла разориентировки вдоль линии T_1

Тонкая структура, развивающаяся в процессе деформации при температуре 600°C и истинной степени деформации 0,5 представлена на рисунке 4.5. Дислокационная субструктура, формирующаяся в окрестностях исходных границ зерен, характеризуется большой плотностью МУГ с повышенной разориентировкой (рис. 4.5). На увеличенном изображении рисунка 4.5 показаны разориентировки границ и кристаллографические направления. Можно наблюдать большое количество близко расположенных друг к другу МУГ с углом разориентировки 5-10° и формирующихся вблизи исходной границы ВУГ деформационного происхождения. Важно отметить, что вытянутые вдоль направления

прокатки МУГ деформационного происхождения совпадают с различными кристаллографическими направлениями. Изменение систем скольжения в исходных зернах приводит к появлению геометрически необходимых границ, которые образуются при взаимном развороте смежных областей зерен [170, 178].

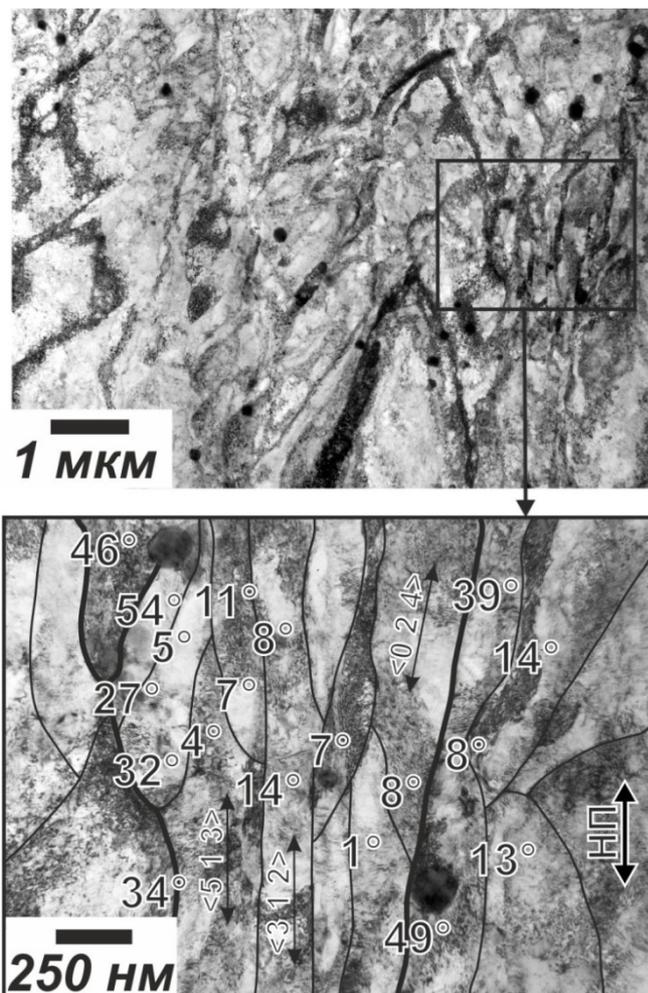


Рисунок 4.5 – Субструктура деформации дисперсионно-упрочняемой стали 10X18N8ДЗБР подвергнутой прокатке при 600°С до истинной степени деформации $\epsilon = 0,5$. Цифры показывают разориентировку границ и кристаллографические направления вдоль направления прокатки (НП)

Количество и разориентировка МУГ деформационного происхождения постепенно увеличивается в процессе многократной прокатки, что приводит к формированию мелкозернистой микроструктуры (рис. 4.6). Формирующаяся в данном случае микроструктура является результатом эволюции сетки МУГ субзерен деформационного происхождения. Измеренная вдоль линии T_2 разориентировка показывает, что значение накопленной разориентировки соизмеримы со значениями разориентировки отдельных (суб)границ (20-60°).

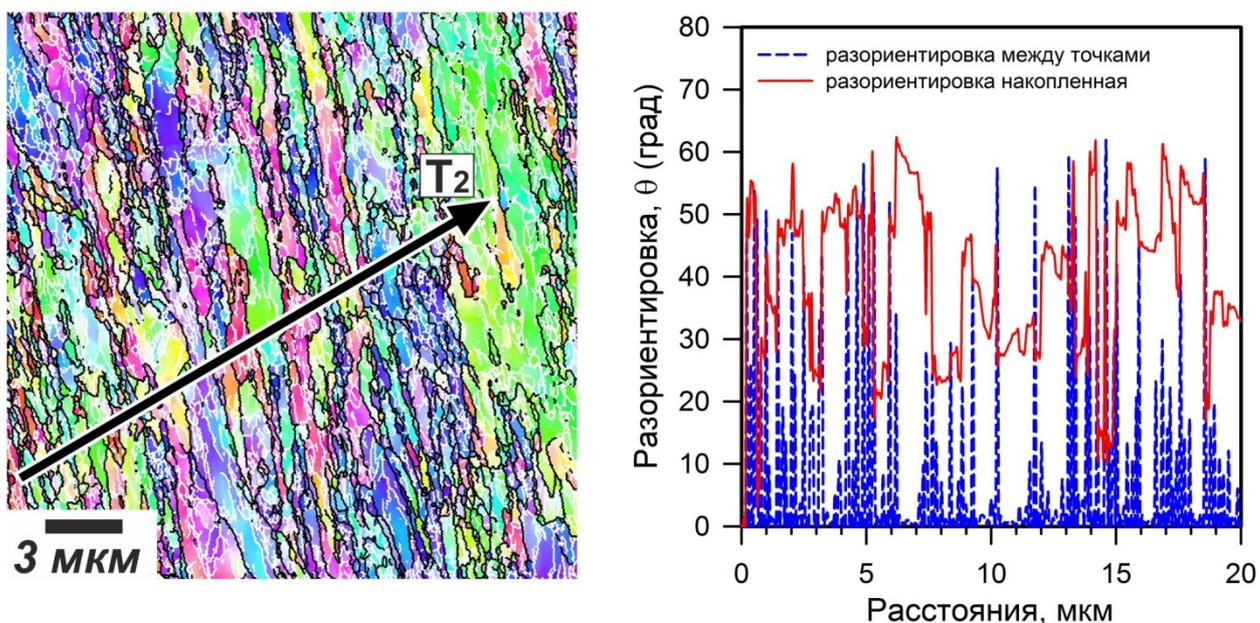


Рисунок 4.6 - Микроструктура деформации стали 10X18N8ДЗБР подвергнутой тепловой прокатке при 600°C до истинной степени деформации $\epsilon = 1,5$. На графике показано изменение угла разориентировки вдоль линии T_2

Появлению мелких зерен способствует формирование средне- и высокоугловых деформационных границ, перпендикулярных направлению прокатки. Пример такой сетки границ показан на рисунке 4.7. Данные границы разделяют ранее сформировавшиеся микрополосы на цепочки мелких кристаллитов, ограниченных средне- и высокоугловыми границами. Прокатка при температуре 600°C до истинной степени деформации $\epsilon = 2$ сопровождается появлением новых рекристаллизованных зерен преимущественно в тройных стыках (рис.4.7), где различие в системах скольжения приводит к ускоренной эволюции геометрически необходимых границ [170].

Такое распределение разориентировок часто наблюдалось в различных ультрамелкозернистых сталях и сплавах, подвергнутых интенсивным пластическим деформациям [179–181].

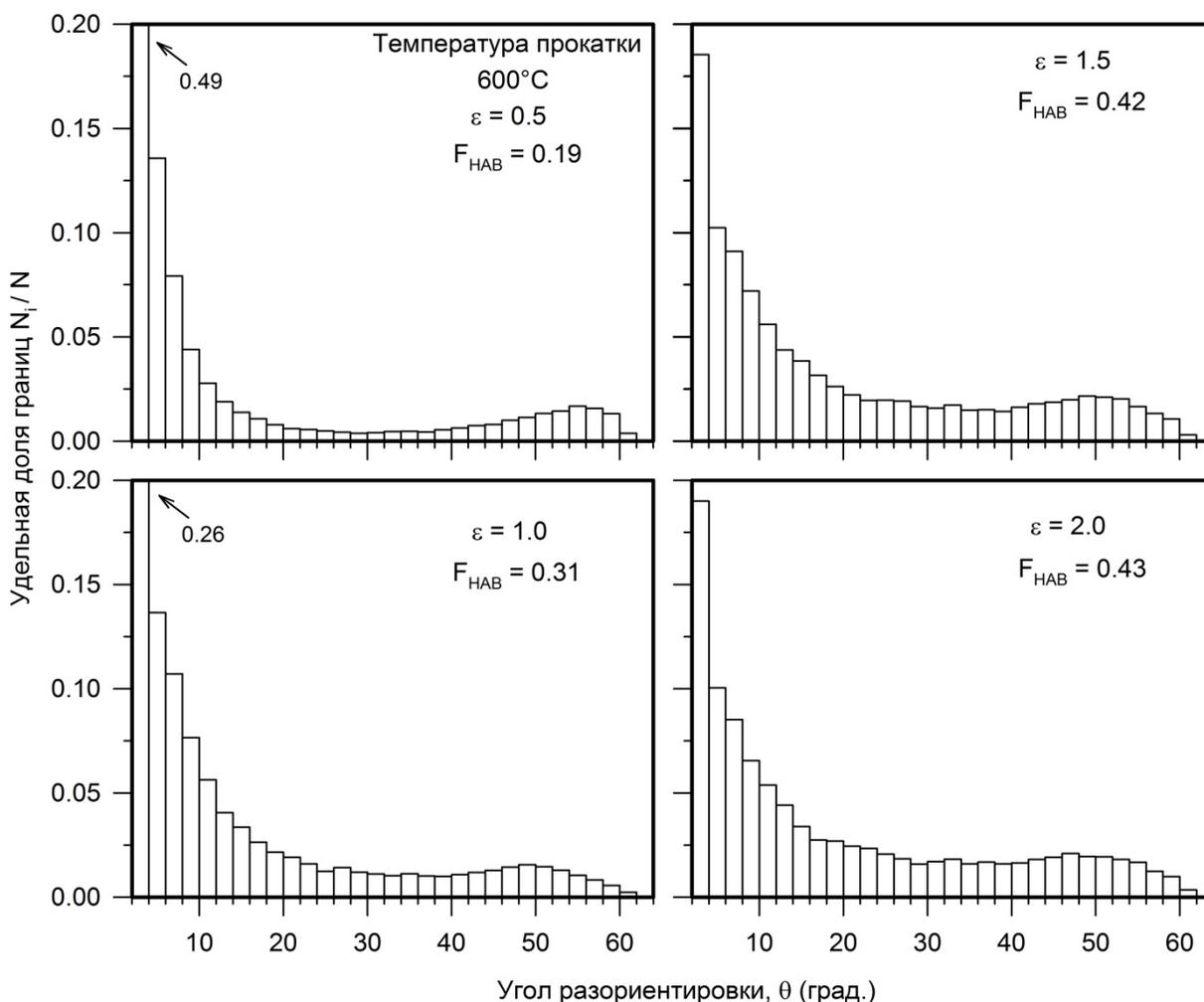


Рисунок 4.8 - Влияние степени деформации на распределение границ зерен и субзерен по углам разориентировки и долю высокоугловых границ (F_{HAB}) в дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР подвергнутой деформации при температуре 600°C

4.2 Эволюция микроструктуры сталей в процессе деформации при температурах 800-1000°C

В отличие от низкотемпературной области деформации, микроструктура, формирующаяся в процессе прокатки при 800-1000°C, более однородна. Прокатка до истинной степени деформации 0,5 характеризуется развитием однородной субструктуры деформации состоящей из сетки равноосных субзерен (рис. 4.9 а, г, ж и рис. 4.11).

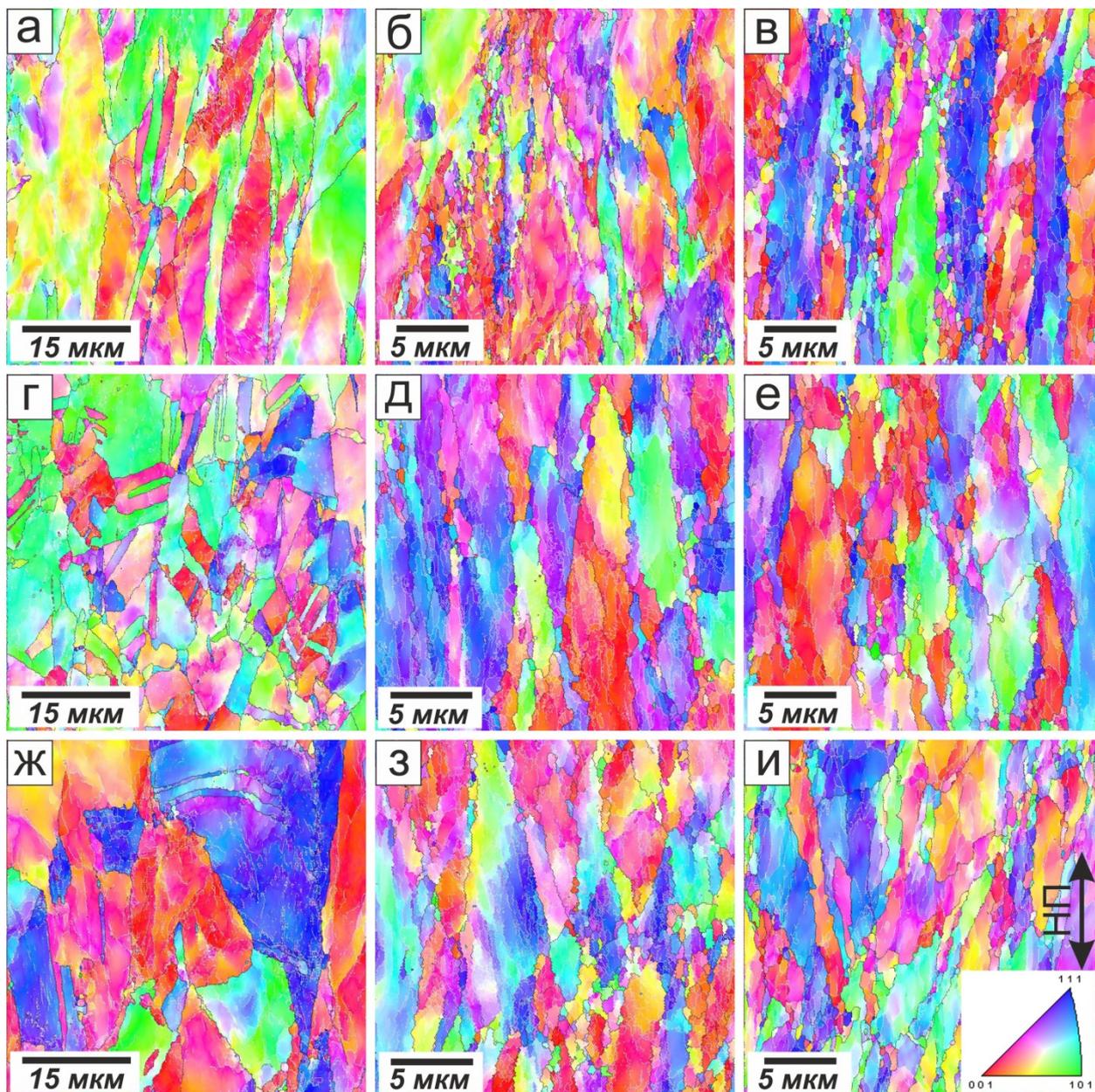


Рисунок 4.9 - Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 10X18H8ДЗБР после многократной прокатки при 800°С и истинной степени деформации ϵ : (а) 0,5, (б) 1, (в) 1,5; при 900°С и ϵ : (г) 0,5, (д) 1, (е) 1,5; при 1000°С и ϵ : (ж) 0,5, (з) 1, (и) 1,5; Обратные полюсные фигуры соответствуют направлению прокатки (НП)

Такие субзерна равномерно распределены внутри исходных зерен, несмотря на то, что плотность деформационных субграниц, сформировавшихся вблизи исходных границ зерен несколько выше, чем в теле зерен (рис. 4.9 а, г, ж). С увеличением степени деформации отдельные участки субграниц приобретают высокоугловую разориентировку, протяженность таких участков увеличивается, формируется однородная сетка границ зерен и субзерен деформационного происхождения, в которой отдельные сегменты

представлены как малоугловыми субграницами так и новыми высокоугловыми границами зерен.

На рисунке 4.10 представлена тонкая структура аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР, подвергнутой прокатке при температурах 800, 900 и 1000°C до истинных степеней деформации от 0,5 до 1,5. Разориентировка субграниц деформационного происхождения имеет тенденцию к росту с увеличением степени деформации, что приводит к формированию новых ВУГ и является характерной особенностью непрерывной динамической рекристаллизации.

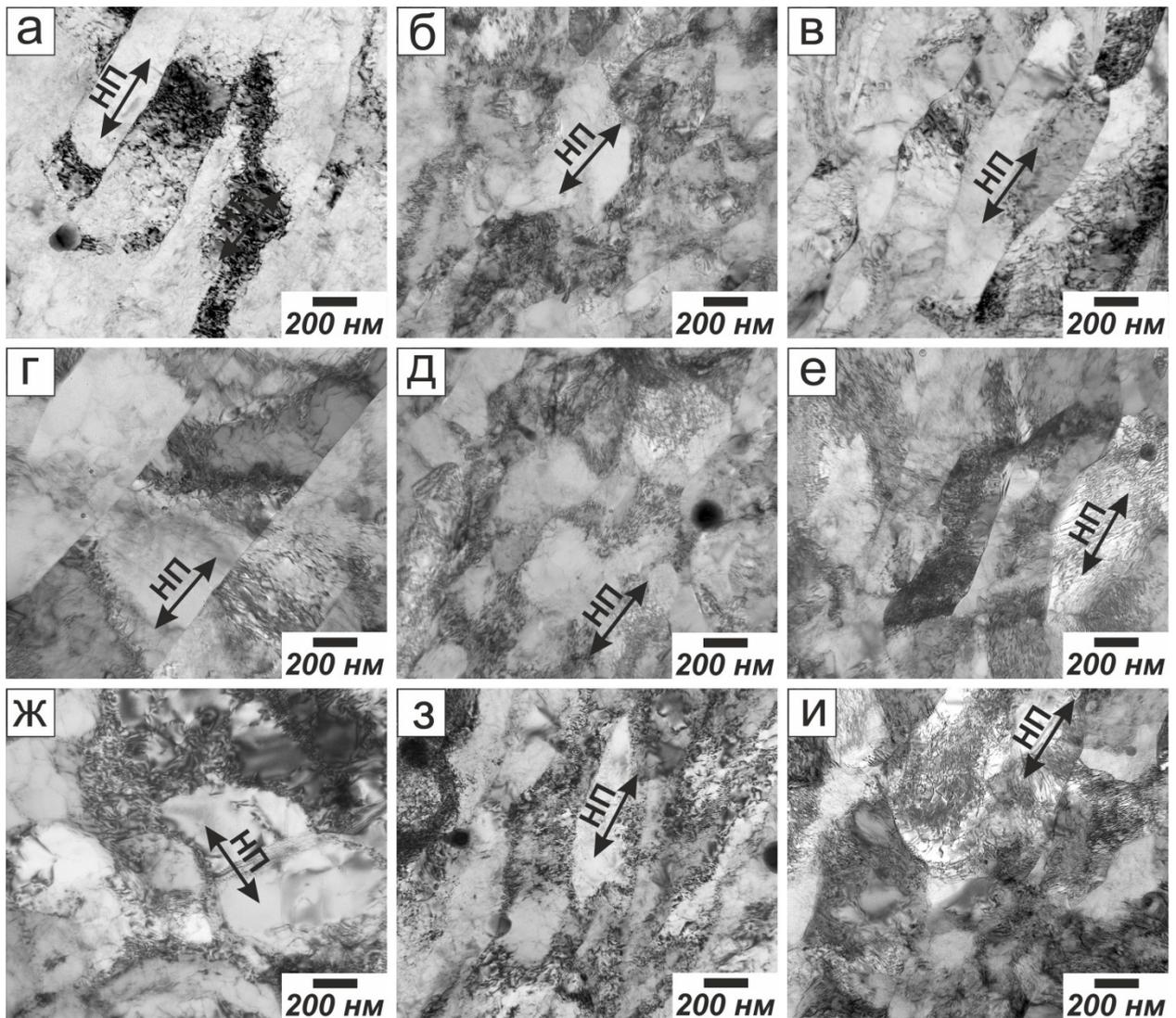


Рисунок 4.10 - Тонкая структура стали 10X18H8ДЗБР после многократной прокатки при 800°C и истинной степени деформации ϵ : (а) 0,5, (б) 1, (в) 1,5; при 900°C и ϵ : (г) 0,5, (д) 1, (е) 1,5; при 1000°C и ϵ : (ж) 0,5, (з) 1, (и) 1,5; Стрелками показано направление прокатки (НП)

Также, в процессе прокатки в высокотемпературной области деформации происходит «озубчивание» границ зерен/субзерен. Волнистые границы зерен/субзерен являются предпочтительными местами для зарождения динамически рекристаллизованных зерен, что является особенностью прерывистой динамической рекристаллизации [18, 22, 33, 34].

Многократная прокатка в высокотемпературной области (800 – 1000°C) до истинной степени деформации $\epsilon \approx 0,5$ характеризуется формированием однородной субструктуры деформации, которая состоит из равноосных субзерен (рис.4.11 и 4.12).

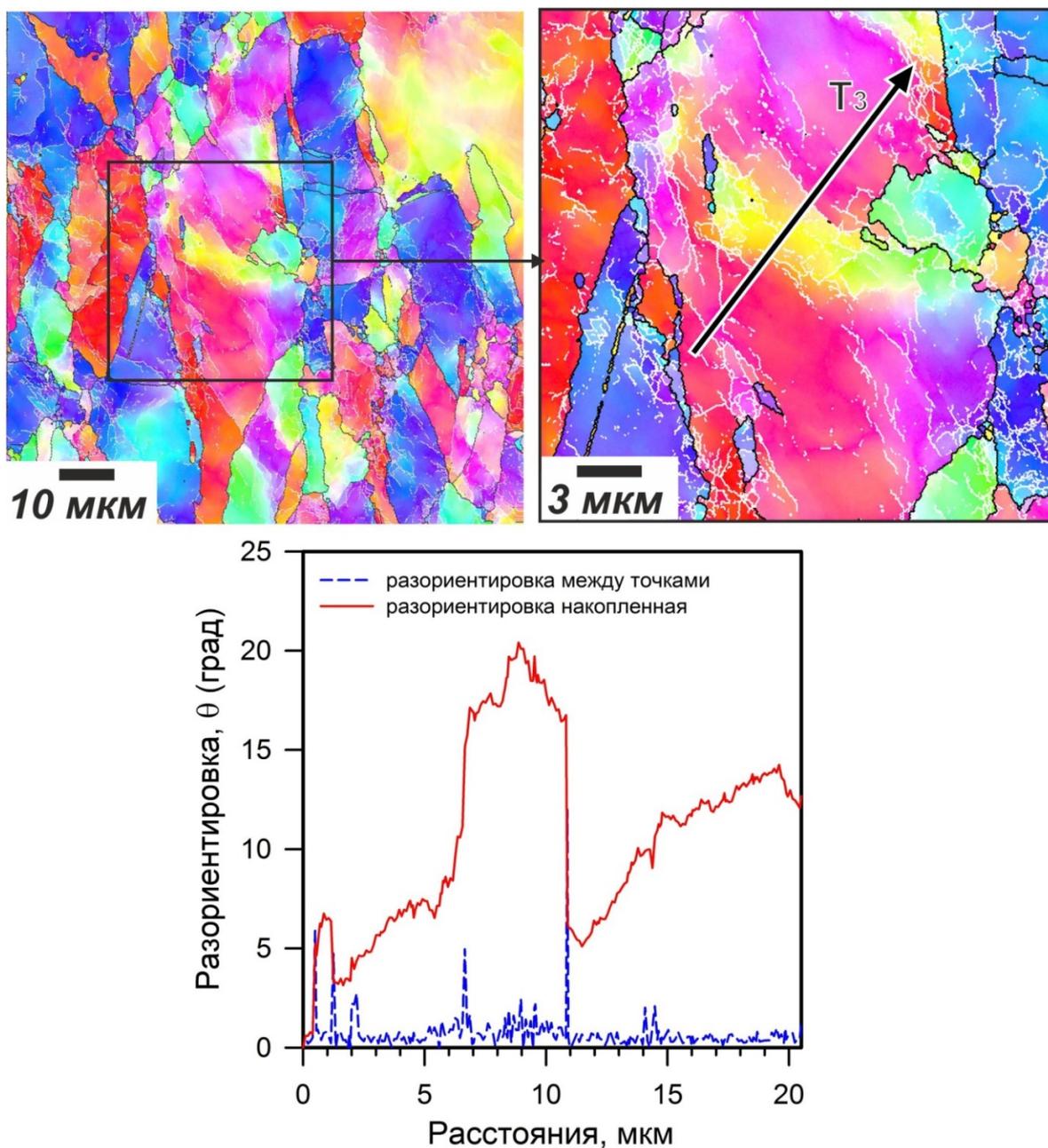


Рисунок 4.11 – Микроструктура деформации стали 10X18N8ДЗБР подвергнутой тепловой прокатке при 1000°C до истинной степени деформации $\epsilon = 0,5$. На графике показано изменение угла разориентировки вдоль линии T_3

Формирование однородной субструктуры деформации сопровождается постепенным поворотом кристаллической решетки внутри отдельных зерен до значений характерных для ВУГ, как показывает анализ профиля разориентировок вдоль линии Т₃ на рисунке 4.11. Накопленная разориентировка достигает 20°, в то время как субграницы деформации имеют малоугловую разориентировку. В ранних исследованиях, посвященных непрерывной динамической рекристаллизации, такие структурные особенности обсуждали как один из необходимых элементов развития непрерывной ДР [182].

Важно отметить, что некоторые дислокационные МУГ характеризуются средним углом разориентировки 8-10° (рис. 4.12). Такие МУГ можно рассматривать как потенциальные границы зерен деформационного происхождения. Действительно существуют участки субграниц деформационного происхождения, разориентировка которых превышает критическое значение, которое отделяет МУГ от ВУГ. На рисунке 4.11 можно наблюдать несколько ультрамелких зерен среди деформационных субзерен.

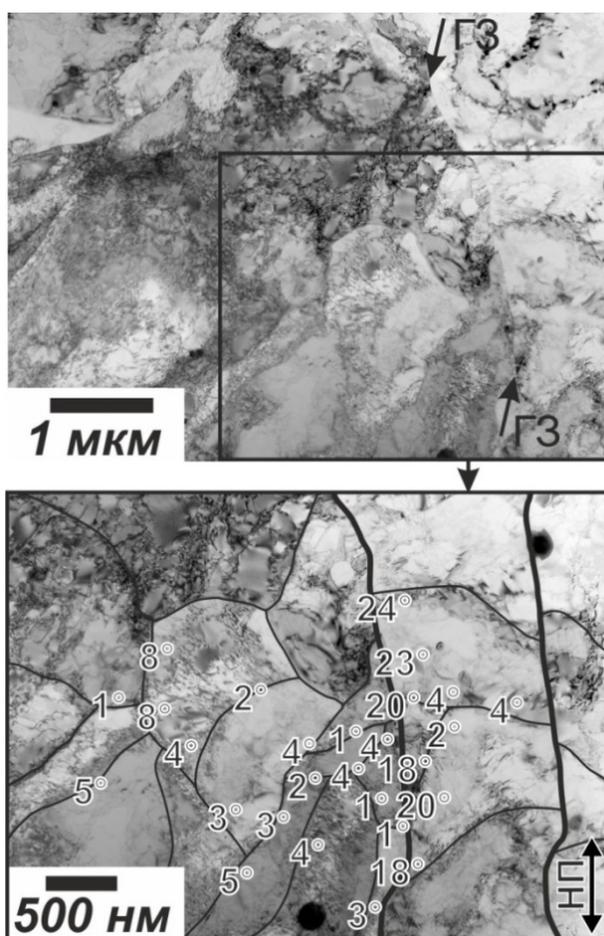


Рисунок 4.12 – Субструктура деформации стали 10X18H8D3BP подвергнутой тепловой прокатке при 1000°С до истинной степени деформации $\epsilon = 0,5$. Стрелками показаны граница зерна (ГЗ) и направление прокатки (НП)

Микроструктура деформации аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР, подвергнутой тепловой прокатке при 1000°С до истинной степени деформации $\epsilon = 1$, характеризуется наличием ультрамелких зерен, чередующихся с субзернами деформационного происхождения (рис. 4.13 и 4.14). Аналогично низкотемпературной области деформации, окрестности границ зерен являются предпочтительными местами для появления новых мелких зерен. Постепенное увеличение угла разориентировки субзерен деформационного происхождения приводит к формированию однородной мелкозернистой структуры.

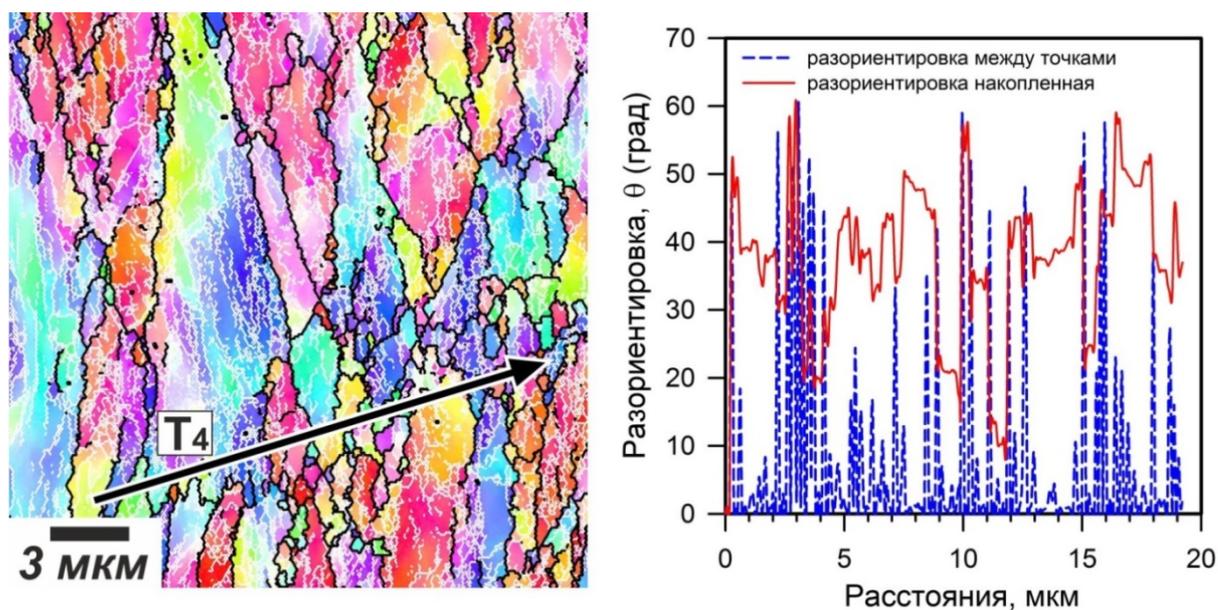


Рисунок 4.13 –Микроструктура деформации стали 10X18H8ДЗБР, подвергнутой тепловой прокатке при 1000°С до истинной степени деформации $\epsilon = 1$. На графике показано изменение угла разориентировки вдоль линии T₄

Изменение разориентировки зерен/субзерен вдоль линии T₄ на рисунке 4.13 характеризуется наличием большого количества ВУГ с углом 20-60°. Накопленная разориентировка составляет 40±20°, что свидетельствует о случайном распределении разориентировок. Следует отметить, что формирующаяся в высокотемпературной области деформации мелкозернистая структура состоит из более равноосных зерен/субзерен по сравнению с низкотемпературной областью деформации.

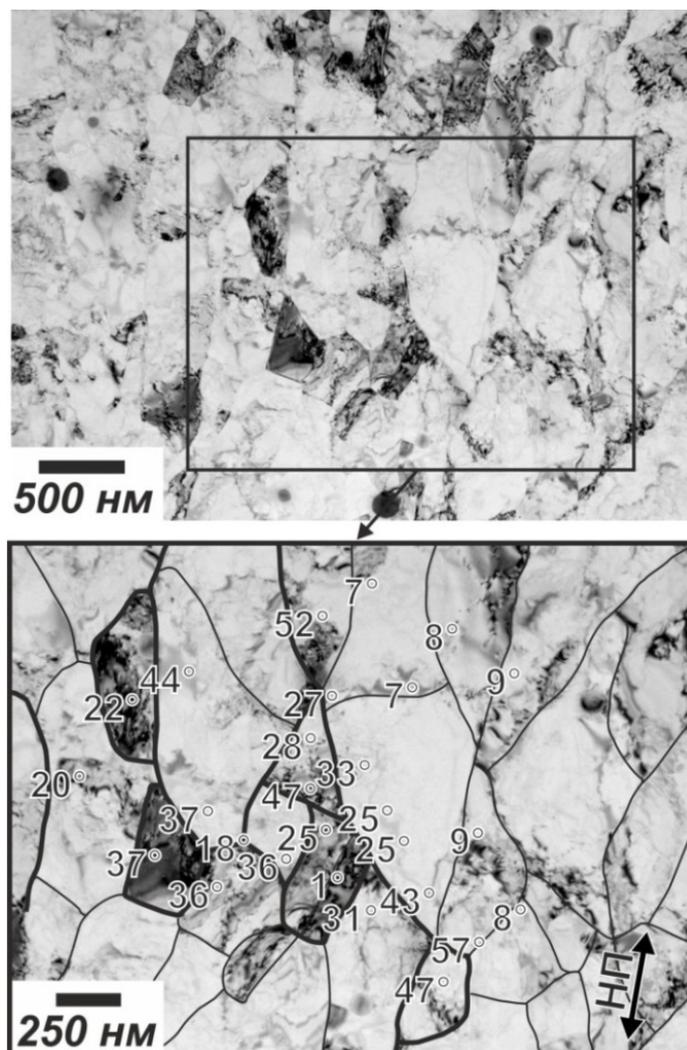


Рисунок 4.14 –Тонкая структура дисперсионно-упрочняемой стали, подвергнутой тепловой прокатке при 1000°С до истинной степени деформации $\epsilon = 2$. Стрелкой показано направление прокатки (НП)

Несмотря на отличия в эволюции микроструктуры аустенитных коррозионностойких сталей в высокотемпературной и низкотемпературной областях, изменение разориентировки в процессе деформации практически одинаковое (рис.4.8 и 4.15). Графики распределения границ зерен по углам разориентировки в стали 10X18H8ДЗБР, подвергнутой прокатке при температуре 1000°С, показывают постепенное увеличение доли ВУГ.

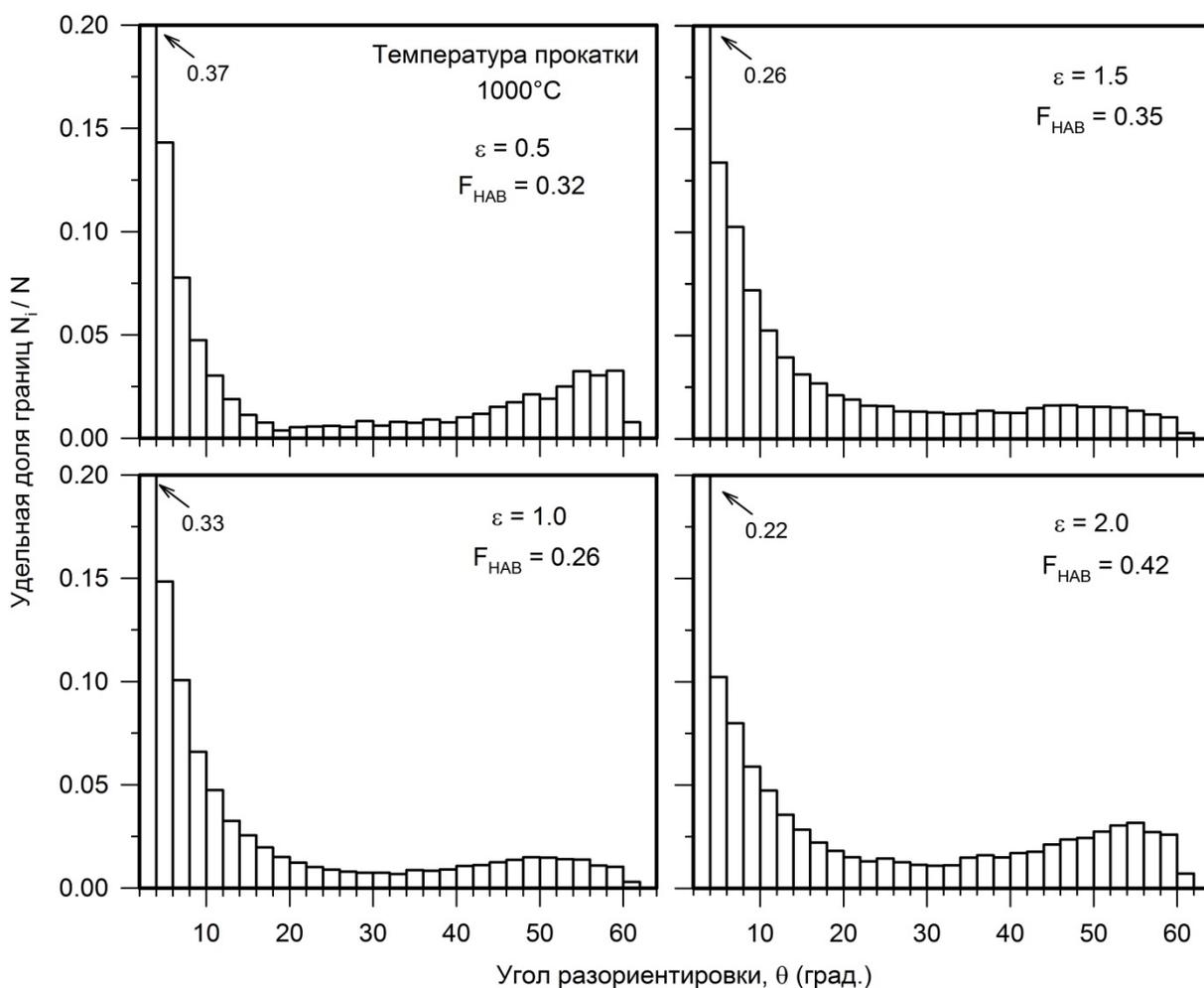


Рисунок 4.15 – Влияние степени деформации на распределение границ зерен и субзерен по углам разориентировки и долю высокоугловых границ (F_{HAB}) в стали 10X18H8ДЗБР подвергнутой многократной прокатке при температуре 1000°C

Повышенное по сравнению с низкотемпературной областью значение доли ВУГ при небольших степенях деформации ($\varepsilon = 0,5$) может быть связано с формированием более крупных субзерен в процессе деформации при высоких температурах (800 – 1000°C). Увеличение размера субзерен деформационного происхождения должно привести к повышению доли ВУГ на начальных стадиях деформации, так как доля ВУГ в основном представлена исходными границами зерен. Локальная миграция границ зерен при повышенных температурах может сопровождаться появлением двойников отжига, которые должны увеличить количество границ с 60° разориентировкой при больших степенях деформации. Важно отметить, что зарождение динамически рекристаллизованных зерен посредством «выпучивания» границ с последующим ростом рекристаллизованных зерен является отличительным признаком прерывистой ДР, интенсивное развитие которой сопровождается разупрочнением в процессе горячей

деформации [8, 18, 20, 22]. В нашем случае прокатка сопровождалась упрочнением экспериментальных сталей при всех исследованных температурах деформации. Таким образом, в данном случае прерывистый механизм ДР имеет малое влияние как на эволюцию микроструктуры, так и на деформационное упрочнение.

4.3 Механизмы формирования новых зерен в процессе деформации аустенитных коррозионностойких сталей

Измельчение зерен в аустенитных гомогенных и дисперсионно-упрочняемой сталях в процессе многократной прокатки при температурах 500-1000°C в основном связано с процессами непрерывной ДР. Однако, механизмы непрерывной ДР в низкотемпературной (500-700°C) и высокотемпературной (800-1000°C) областях имеют некоторые отличия. Особенности формирования новых зерен в процессе прокатки в низко- и высокотемпературной областях деформации обобщены и схематично представлены на рисунке 4.16. Как было показано ранее, деформационное упрочнение в низкотемпературной области (500-700°C) характеризуется достаточно слабой температурной зависимостью (глава 3, рис. 3.11). Таким образом, деформационное поведение, включающее эволюцию микроструктуры, слабо зависит от контролируемых диффузией процессов динамического возврата. В таких условиях, формирование новых зерен главным образом связано с эволюцией микрополос деформационного происхождения. Границы таких микрополос быстро увеличивают свою разориентировку до значений типичных для ВУГ в процессе деформации, что приводит к появлению большого числа ВУГ деформационного происхождения при относительно малых степенях деформации. Дальнейшая пластическая деформация сопровождается разбиением микрополос деформационного происхождения поперечными границами, разориентировка которых увеличивается в процессе прокатки, что приводит к появлению мелких зерен при достаточно больших степенях деформации.

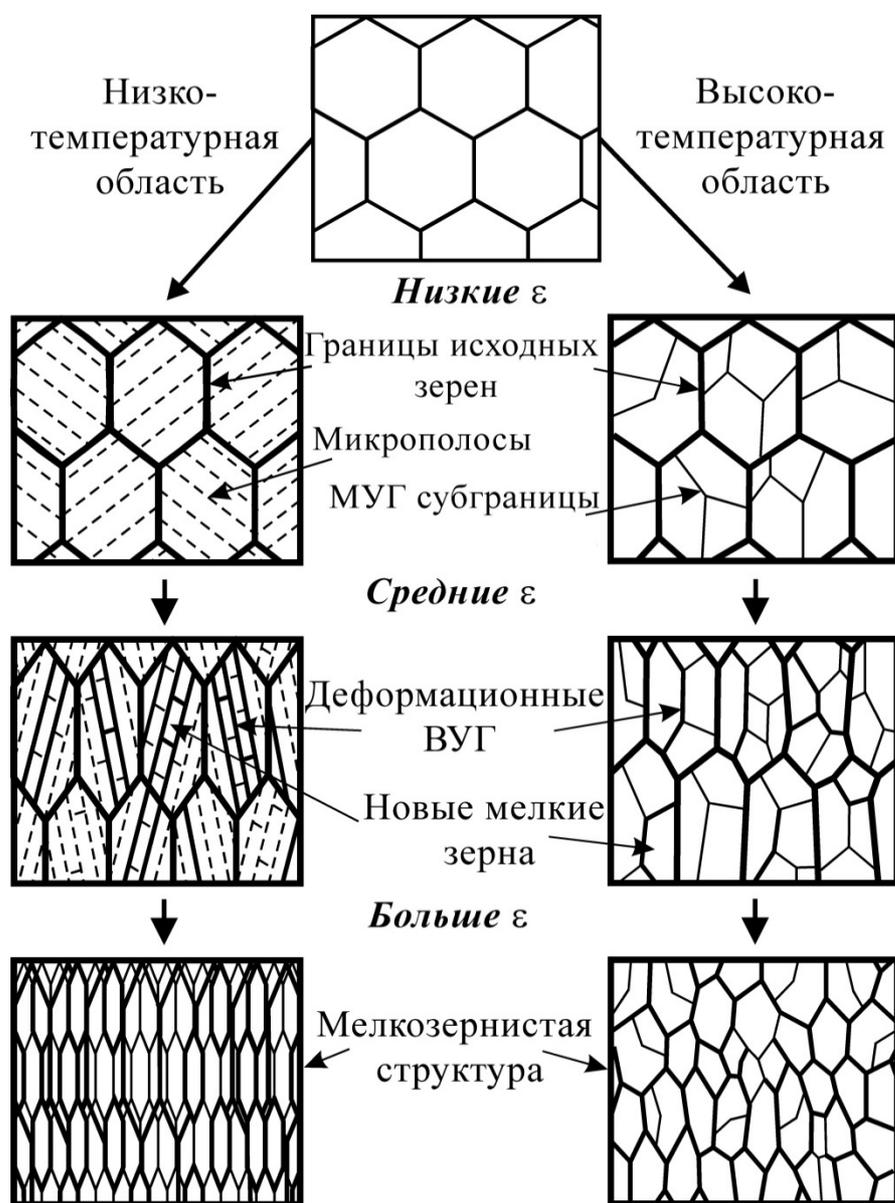


Рисунок 4.16 – Схематичное представление механизмов измельчения микроструктуры в условиях теплой деформации аустенитных коррозионностойких сталей

С другой стороны, динамический возврат играет важную роль в процессе прокатки в высокотемпературной области деформации (т.е. 800-1000°C), на что указывает сильная температурная зависимость деформационного упрочнения (глава 3, рис. 3.11). Динамический возврат является основным механизмом, ответственным за формирование однородной субструктуры, которая развивается в процессе деформации при повышенных температурах. Формирование ВУГ в процессе деформации происходит в результате увеличения угла разориентировки отдельных МУГ (рис. 4.14). Интересно отметить, что изменение основных структурных параметров исследуемых сталей в процессе деформации (глава 3, рис. 3.9) практически не зависит от температуры, не смотря на

различие в механизмах структурообразования, ответственных за эволюцию новых зерен при различных температурах.

4.4 Влияние температуры деформации на кинетику измельчения микроструктуры

В процессе непрерывной динамической рекристаллизации новые зерна формируются за счет постепенного увеличения угла разориентировки малоугловых границ. Модифицировав уравнение Лаасроуи-Джонаса [183] для деформационного упрочнения и динамического возврата, Горде С. и Монтейлет Ф. [66] предложили модель непрерывной ДР в процессе горячей деформационной обработки. Согласно данной модели новые зерна формируются за счет постепенного увеличения угла разориентировки МУГ. Перестройка МУГ в ВУГ происходит в результате поглощения дислокаций существующими субграницами. Для описания модели авторы работы [66] схематично изобразили микроструктуру, состоящую из совокупности кристаллитов, разделенных частично МУГ, которые рассматриваются как плоские массивы дислокаций, и частично ВУГ (рис.4.17).

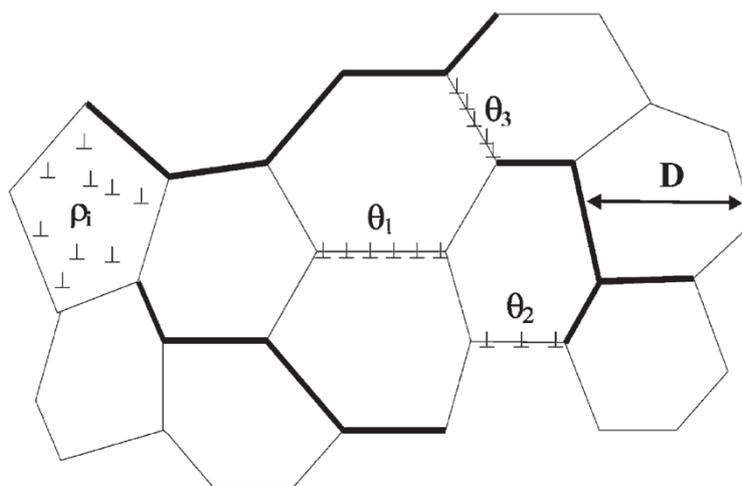


Рисунок 4.17 – Схематичное представление микроструктуры, формирующейся в процессе непрерывной динамической рекристаллизации согласно модели Горде С. и Монтейлета Ф. Жирными и тонкими линиями показаны ВУГ и МУГ, соответственно [66]

В процессе непрерывной динамической рекристаллизации, формируется однородная микроструктура В модель были введены две скалярные внутренние переменные, такие как средняя плотность дислокаций внутри кристаллитов ρ_i и средний размер кристаллитов D .

В качестве D было использовано следующее стереографическое отношение: $D = 2/S$, где S представляет собой общую площадь границ на единицу объема.

Дополнительно был использован третий параметр разориентировки МУГ, который задается функцией распределения $\varphi(\theta)$: $\varphi(\theta)d\theta$ обозначает поверхностную долю МУГ с разориентировкой в диапазоне от θ до $\theta + d\theta$. Из данного условия, поверхностная доля МУГ определялась по формуле:

$$f_{МУГ} = \int_{\theta_0}^{\theta_c} \varphi(\theta) d\theta \quad (4.1)$$

где θ_0 – угол, при котором образуется МУГ, θ_c – критическое значение, выше которого образуется ВУГ. В данной работе были выбраны обычные значения, соответствующие $\theta_0 = 1^\circ$ и $\theta_c = 15^\circ$. Если $f_{ВУГ}$ в свою очередь означает поверхностную долю ВУГ, тогда $f_{ВУГ} + f_{МУГ} = 1$. Доля ВУГ была исключена из рассмотрения в представленной модели, так как ВУГ имеют схожее поведение, независимо от угла их разориентировки. Для данной разориентировки МУГ классическое соотношение $\theta = b/d$, где b вектор Бюргера и d расстояние между двумя дислокациями, можно выразить через длину дислокаций на единицу поверхности $L_\theta = n\theta/b$, где n число систем дислокаций в границе. Таким образом, длина дислокаций МУГ на единицу объема задается уравнением:

$$\rho_{МУГ} = \int_{\theta_0}^{\theta_c} L_\theta S \varphi(\theta) d\theta \quad (4.2)$$

которое может быть представлено в следующем виде:

$$\rho_{МУГ} = \frac{2nf_{МУГ}\bar{\theta}}{bD} \quad (4.3)$$

где $\bar{\theta}$ средний угол разориентировки:

$$\bar{\theta} = \frac{1}{f_{МУГ}} \int_{\theta_0}^{\theta_c} \varphi(\theta)\theta d\theta \quad (4.4)$$

Эволюция плотности дислокаций внутри кристаллитов предположительно примет вид модифицированного уравнения Лаасроуи-Джонаса [183]:

$$d\rho_i = (h - r\rho_i)d\varepsilon - \rho_i dV \quad (4.5)$$

где h и g параметры деформационного упрочнения и динамического возврата, dV – объем, занимаемый мобильными дислокациями. В процессе деформации $d\varepsilon$ плотность дислокаций инициируемая деформацией составляет $d\rho_i^+ = h d\varepsilon$; плотность дислокаций «конденсируемых» на новых МУГ или поглощаемых уже существующими границами $d\rho_i^-(1) = r\rho_i d\varepsilon$ вычитается из ρ_i . Еще одна доля $d\rho_i^-(2) = \rho_i dV$, соответствующая дислокациям, расположенным в объеме dV , занимаемом мобильными дислокациями, аннигилирует (рис.4.18).

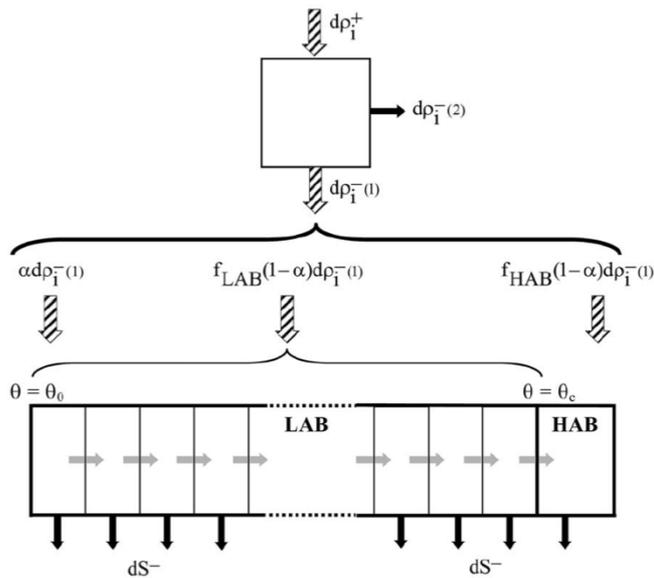


Рисунок 4.18 – Схема, показывающая путь дислокаций, инициированных в процессе деформационного упрочнения, которые распределены между различными структурными элементами (стрелки со штриховкой). Черными стрелками показано поглощение дислокаций и границ мигрирующими ВУГ. Серые стрелки показывают непрерывное увеличение разориентировок МУГ ($\theta = \theta_0 - \theta = \theta_c$) [66]

С целью упрощения было допущено, что только ВУГ являются мобильными, так как скорость миграции МУГ сравнительно мала. Исходя из этого, dV – является произведением площади ВУГ на единицу объема ($2 f_{ВУГ} / D$) и расстояние, пройденное в течение времени $dt(v_{ВУГ}d\varepsilon/\dot{\varepsilon})$:

$$dV = (2f_{ВУГ}v_{ВУГ}/D\varepsilon)d\varepsilon \quad (4.6)$$

где $v_{ВУГ}$ – скорость миграции ВУГ.

Доля α восстановленной плотности дислокаций $d\rho_i^-(1)$ расходуется на формирование новых МУГ (связано с углом θ_0), в то время как доля $1 - \alpha$ поглощается уже

существующими границами (рис. 4.18). Что касается последнего параметра $(1 - \alpha)$ часть дислокаций просто удаляется ВУГ, в то время как оставшаяся часть, включенная в МУГ, вызывает увеличение разориентировки в соответствии со следующим соотношением, которое было выведено, так же как и уравнение 4.3:

$$d\theta = (b/2n)(1 - \alpha)r\rho_i Dd\varepsilon \quad (4.7)$$

В первом приближении предполагается, что изменение разориентировки всегда положительно и все дислокации, абсорбированные МУГ, имеют одинаковый знак. Такое приближение является обоснованным, так как дислокации противоположных знаков мигрируют в противоположных направлениях. Другим важным предположением в уравнении 4.7 является то, что все МУГ абсорбируют одинаковое количество дислокаций на единицу поверхности, независимо от их угла разориентировки. Как следствие, $d\theta$ является одинаковым для всех МУГ. Изменение общей площади границ на единицу объема равно $dS = dS^+ - dS^-$, где dS^+ - площадь МУГ ($\theta = \theta_0$), образовавшихся в процессе деформации (с увеличением деформации) и dS^- - площадь МУГ аннигилированных за счет движения ВУГ. С учетом выводов, сделанных для уравнения (4.3) можно показать, что:

$$dS^+ = (b/n\theta_0)\alpha r\rho_i d\varepsilon \quad (4.8)$$

и так как, $dS^- = SdV$:

$$dS^- = f_{ВУГ} S 2\nu_{ВУГ} d\varepsilon / \varepsilon \quad (4.9)$$

Далее было рассмотрено изменение распределения разориентировок $\varphi(\theta, \varepsilon)$ в результате приращения деформации $d\varepsilon$. Таким образом, МУГ с углом разориентировки в диапазоне от θ до $\theta + \delta\theta$, соответствует площади на единицу объема $\delta S(\theta, \varepsilon) = \varphi(\theta, \varepsilon) S(\varepsilon) \delta\theta$. На рисунке 4.19 показана эволюция МУГ в процессе приращения деформации $d\varepsilon$. Во-первых угол разориентировки МУГ увеличивается на величину $d\theta$, которая связана с $d\varepsilon$ через уравнение (4.7). Во-вторых, поверхность $\delta S(\theta, \varepsilon) dV$, связанная с границами расположенными в объеме dV , окруженная мобильными границами, исчезает. Новая доля поверхности МУГ $\varphi(\theta + d\theta, \varepsilon + d\varepsilon) \delta\theta$ может быть выражена через $\delta S(\theta, \varepsilon) (1 - dV)/S(\varepsilon + d\varepsilon)$, что может быть записано как: $\varphi(\theta + d\theta, \varepsilon + d\varepsilon) = \varphi(\theta, \varepsilon) (1 - dV) S(\varepsilon) / S(\varepsilon + d\varepsilon)$. И, наконец, в первом приближении $d\varepsilon$ может быть выражено следующим образом:

$$\varphi(\theta + d\theta, \varepsilon + d\varepsilon) = [1 + \left(\frac{1}{D}\right) \left(\frac{dD}{d\varepsilon}\right) d\varepsilon - dV] \varphi(\theta, \varepsilon) \quad (4.10)$$

В целом эволюция численности МУГ может быть описана следующим образом: новые границы генерируются с углом θ_0 согласно уравнению $\varphi(\theta_0, \varepsilon) d\theta = dS^+ / S$. Используя уравнения 4.7 и 4.8 можно получить:

$$\varphi(\theta_0, \varepsilon) = \alpha / (1 - \alpha) \theta_0 \quad (4.11)$$

В тоже время, разориентировка МУГ, сформировавшаяся ранее, сдвигает $d\theta$ к большим углам. Таким образом, некоторые из них могут превратиться в ВУГ, так как их разориентировка превысит критический угол θ_c .

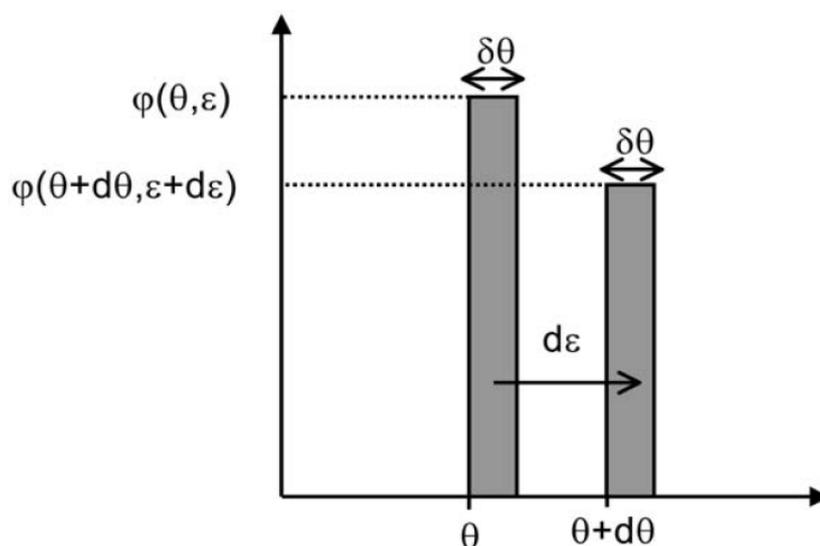


Рисунок 4.19 – Эволюция МУГ с увеличением угла разориентировки от θ до $\theta + \delta\theta$ во время приращения деформации $d\varepsilon$. Доля площади МУГ, представленная столбиками, меняется в соответствии с уравнением (4.10), а увеличение разориентировки $d\theta$ связано с $d\varepsilon$ через уравнение (4.7) [66].

Таким образом, для разориентировки, увеличивающейся в процессе деформации, было получено следующее уравнение:

$$d\theta / d\varepsilon = (b/2n)(1 - \alpha) r \rho d \quad (4.12)$$

где b вектор Бюргера, n количество систем дислокаций в границе, $(1 - \alpha)$ доля поглощенных дислокаций, r параметр динамического возврата, ρ плотность дислокаций и d размер субзерен. Плотность дислокаций и размер субзерен могут быть

выражены через напряжения течения как $\rho = (\sigma/(K_1Gb))^2$ и $d = K_2Gb/\sigma$, где K_1 и K_2 постоянные, G модуль сдвига. Тогда уравнение 4.11 примет следующий вид:

$$d\theta/d\varepsilon = 2n(1 - \alpha)r(\sigma K_2/K_1^2 G) \quad (4.13)$$

Таким образом, для приращения разориентировки может быть получено простое уравнение, которое имеет следующий вид:

$$d\theta/d\varepsilon = K_3 r \sigma \quad (4.14)$$

где $K_3 = (1 - \alpha)K_2/(2nGK_1^2)$. Уравнение 4.14 характеризует скорость увеличения разориентировки в зависимости от параметра возврата (скорость возврата) и напряжений течения. Джонас Д. с соавторами [184] получили следующее соотношение между параметром возврата и пиковым напряжением течения для горячей деформации аустенитных сталей: $\log r = -2,6\sigma 10^{-3} + 0,9698$. Таким образом, ускорение динамического возврата с увеличением температуры деформации должно способствовать развитию непрерывной ДР.

Зарождение границ деформационного происхождения можно рассмотреть как результат формирования и движения частичных дисклинаций при накоплении локальных внутренних напряжений на границах зерен. Внутренние напряжения будут увеличиваться, если скорость накопления дислокаций превысит скорость релаксации дислокаций в процессе деформации. Рассматривая явление фрагментации металлических материалов, Рыбин В.В. [87] показал, что активизация вторичных систем скольжения и перераспределение дислокаций, приводящее к формированию новых субграниц деформационного происхождения, будет иметь место, когда локальные напряжения достигнут определенного критического уровня. Боазис О. [185] и др. предположили, что скорость накопления дислокаций на границе должна зависеть от отношения времени релаксации для «размещения» дислокаций внутри границ ($t_r = D^2/D_{GB}$) от характерного времени перемещения дислокаций через зерно ($t_p = b/(D\dot{\gamma})$), где D - размер зерна, D_{GB} - коэффициент зернограницной диффузии и $\dot{\gamma}$ - скорость пластического сдвига. Таким образом, количество накопленных дислокаций может быть выражено как:

$$N_\rho = t_r/t_p = K_4 \exp(Q/RT) \quad (4.15)$$

$K_4 = D_0 \gamma \cdot (D_0 b)$, D_0 - максимальный коэффициент диффузии, Q - энергия активации зернограницной диффузии, R - газовая постоянная и T - температура.

Уравнение 4.15 предсказывает увеличение скорости формирования границ деформационного происхождения при уменьшении температуры деформации. Таким образом, кинетика измельчения зерен, согласно различным структурным механизмам, описывается противоположными температурными зависимостями, как показано на рисунке 4.20.

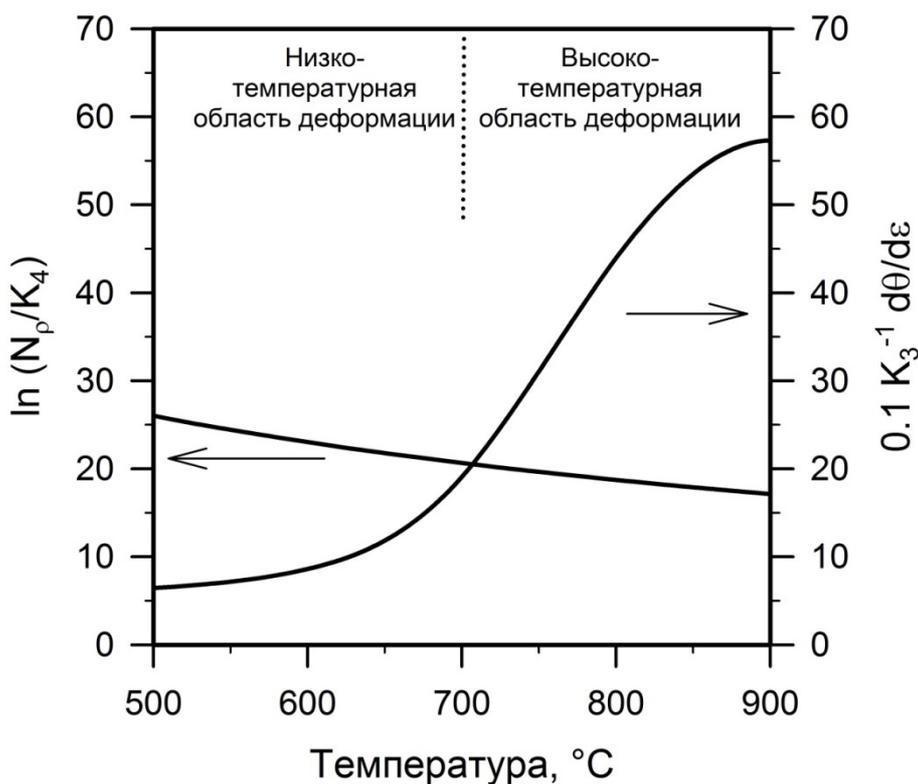


Рисунок 4.20 – Сравнительный график влияния температуры деформации на скорость формирования границ зерен деформационного происхождения в результате локальной переориентации решетки вызванной накоплением дислокаций на границах зерен и в результате постепенного увеличения разориентировки субграниц

Следует отметить, что графики на рисунке 4.20 нельзя сравнить непосредственно друг с другом. Представленные зависимости могут быть использованы только для оценки влияния температуры на кинетику формирования границ зерен согласно тому или иному механизму структурных изменений. Таким образом, вклады различных механизмов эволюции микроструктуры в измельчение зерен в процессе деформации изменяются в противоположных направлениях с изменением температуры обработки. Отсюда следует,

что суперпозиция различных механизмов формирования границ зерен деформационного происхождения делает кинетику непрерывной ДР в исследуемых сталях слабо зависимой от температуры в широком температурном диапазоне теплой деформации.

4.5 Выводы по главе

1. Установлено, что измельчение зерен в аустенитных гомогенных и дисперсионно-упрочняемой сталях в процессе многократной прокатки при температурах 500-1000°C в основном связано с процессами непрерывной ДР. Однако, механизмы непрерывной ДР в низкотемпературной (500-700°C) и высокотемпературной (800-1000°C) областях имеют некоторые отличия.

2. В низкотемпературной области (500-700°C) деформации формирование новых границ связано с появлением микрополос деформации, зарождению которых способствует подавление динамического возврата при невысоких температурах деформации. Показано, что на ранней стадии прокатки формируется большое количество микрополос деформации, которые появляются в различных исходных зернах независимо от их кристаллографической ориентировки. Границы таких микрополос быстро увеличивают свою разориентировку до значений типичных для ВУГ в процессе деформации, что приводит к появлению большого числа ВУГ деформационного происхождения при относительно малых степенях деформации.

3. В высокотемпературной области (800-1000°C) формирование новых зерен происходит в результате эволюции сетки деформационных субграниц, угол разориентировки которых в процессе деформации увеличивается до значений высокоугловых границ. В этом случае кинетика эволюции микроструктуры зависит от динамического возврата, скорость которого увеличивается с повышением температуры деформации.

4. Несмотря на отличия в механизмах эволюции микроструктуры аустенитных коррозионностойких сталей в высокотемпературной и низкотемпературной областях теплой пластической деформации, микроструктуры деформации характеризуются одинаковым распределением границ зерен и субзерен по углам разориентировки.

5. Различный температурный эффект на кинетику различных структурных механизмов приводит к температурно-независимой кинетике измельчения микроструктуры в широком диапазоне температур деформации.

ГЛАВА 5 МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АУСТЕНИТНЫХ КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ СТАЛЕЙ, ПОДВЕРГНУТЫХ ТЕПЛОЙ ДЕФОРМАЦИИ

В данной главе представлены результаты механических испытаний аустенитных сталей, подвергнутых многократной прокатке в широком интервале температур деформации (500 - 1000°C), полученные после испытаний на одноосное растяжение в диапазоне температур 20-700°C, а также представлен анализ влияния температур деформации и испытания на механические свойства и взаимосвязь формирующейся в процессе тепловой деформации микроструктуры с прочностными характеристиками.

5.1 Механические свойства аустенитных сталей при комнатной температуре

Многократная прокатка аустенитных коррозионностойких сталей в интервале температур 500 – 1000°C сопровождается повышением прочностных характеристик. В исходном состоянии гомогенные стали демонстрирует низкие прочностные свойства, предел текучести таких сталей обычно составляет менее 300 МПа, а предел прочности не превышает 550 МПа при достаточно высоких характеристиках пластичности $\approx 90\%$. Дисперсионно-упрочняемая сталь характеризуется повышенными прочностными свойствами в исходном состоянии, предел прочности достигает 670 МПа, а относительное удлинение 40%, в то время как предел текучести также не превышает 300 МПа.

Пластическая деформация аустенитной гомогенной стали 03X19N10 с низкой ЭДУ при температурах 500-900°C приводит к значительному упрочнению (рис. 5.1, табл. 5.1). Приращение прочности возрастает с уменьшением температуры прокатки. Предел текучести при комнатной температуре увеличивается от 700 МПа до 900 МПа с уменьшением температуры прокатки от 900 до 500°C. Упрочнение сопровождается ухудшением пластичности. Общее удлинение при комнатной температуре снижается от 23% до 10% с уменьшением температуры от 900 до 500°C.

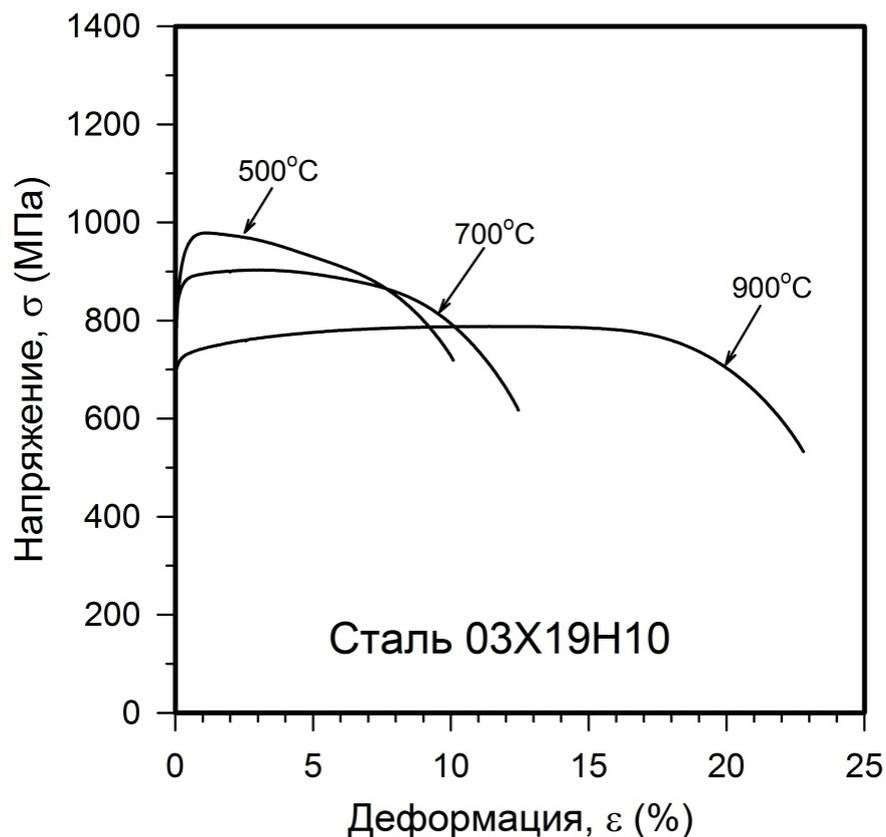


Рисунок 5.1 - Кривые растяжения при комнатной температуре образцов аустенитной стали 03X19H10 после теплой прокатки

Аналогично гомогенной стали с низкой ЭДУ аустенитная коррозионностойкая сталь 03X17H12M2 со средней ЭДУ, подвергнутая многократной прокатке в интервале температур 500 - 900°C обладает повышенными прочностными характеристиками (рис. 5.2). Пределы прочности и текучести при комнатной температуре увеличиваются от 820 до 1080 МПа и от 720 до 945 МПа с уменьшением температуры прокатки от 900 до 500°C, соответственно (табл. 5.1). Повышение прочности также приводит к деградации пластичности. Относительное удлинение снижается до 10% при понижении температуры деформационной обработки до 500°C. Следует отметить, что равномерное удлинение в данном случае составляет несколько процентов. Такое поведение связано с влиянием температуры прокатки на способность к упрочнению стали в ходе механических испытаний на растяжение. Так же как и гомогенная сталь с низкой ЭДУ, аустенитная сталь 03X17H12M2 со средней ЭДУ после прокатки при 900°C демонстрирует более интенсивное деформационное упрочнение. С другой стороны, напряжение течения при растяжении резко возрастает до максимума при удлинении около 2% с последующим образованием шейки и разрушением образцов, подвергнутых прокатке при 500-700°C.

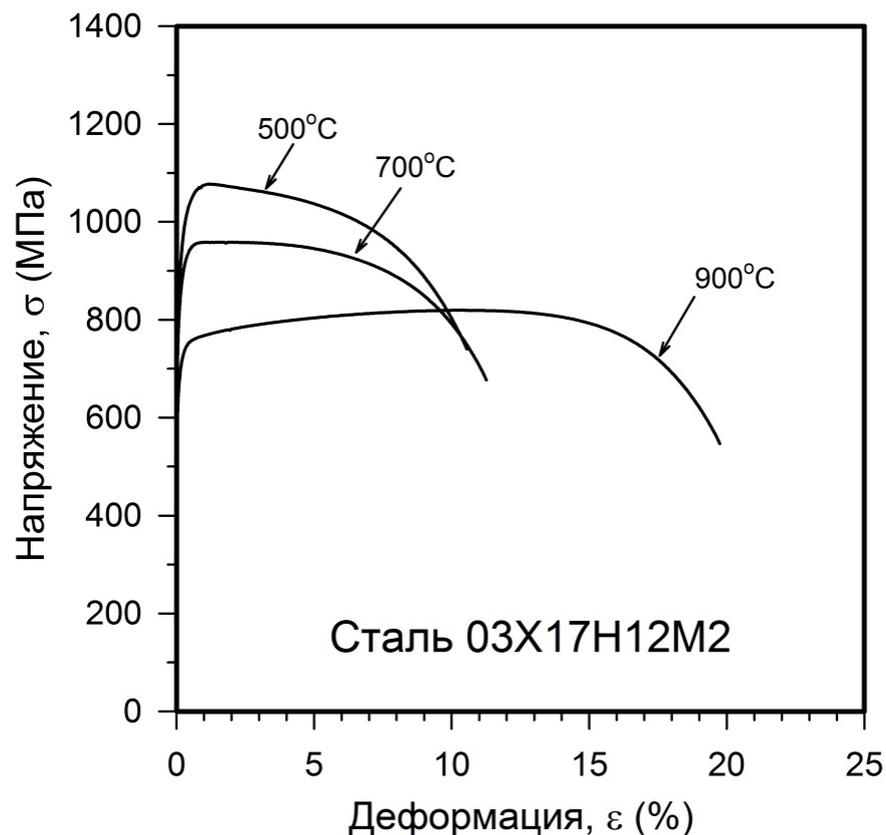


Рисунок 5.2 - Кривые растяжения при комнатной температуре образцов аустенитной стали 03X17H12M2 после теплой прокатки

На рисунке 5.3 представлены диаграммы деформации, полученные после испытаний на растяжение при комнатной температуре аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР после прокатки в интервале температур 500-1000°C. Снижение температуры деформации также сопровождается значительным упрочнением исследуемой стали. Предел текучести повышается до 1030 МПа в образцах стали после прокатки при 500°C, что более чем в два раза выше, чем для образцов, деформированных при 1000°C. Упрочнение при теплой прокатке сопровождается снижением пластичности. Относительное удлинение уменьшается от 28% до 11% при понижении температуры деформации с 1000 до 500°C (табл. 5.1). Образцы стали 10X18H8ДЗБР, деформированной при 500-600°C характеризуются незначительной короткой стадией деформационного упрочнения после начала пластического течения при растяжении, что делает предел прочности почти равным пределу текучести.

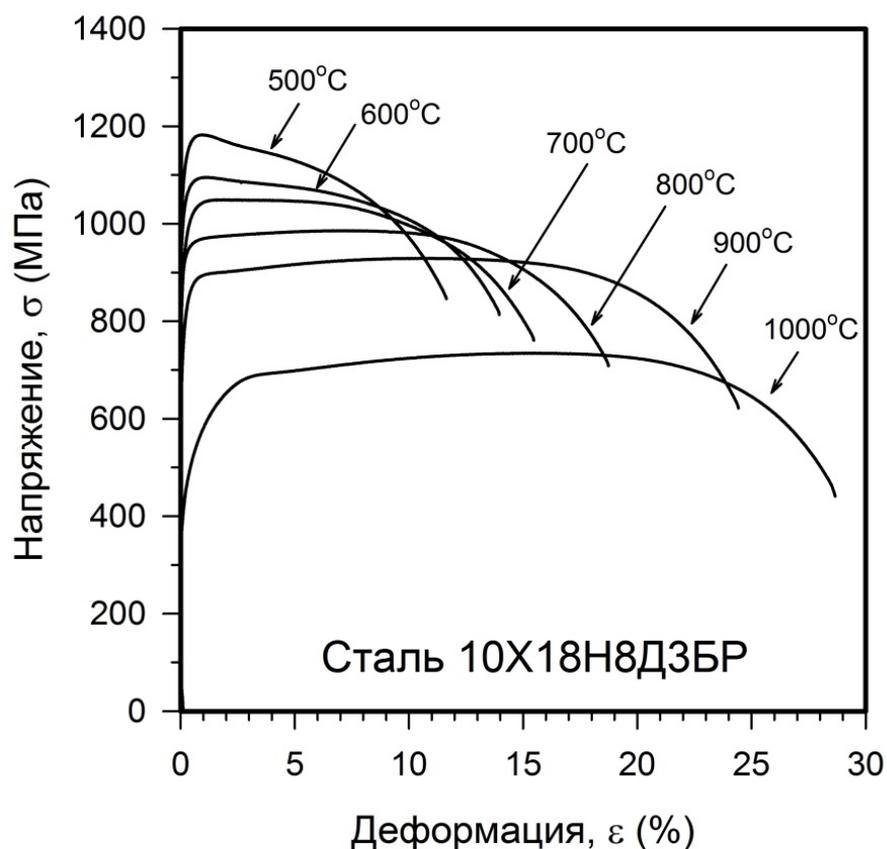


Рисунок 5.3 - Кривые растяжения при комнатной температуре образцов аустенитной стали 10X18H8ДЗБР после теплой/горячей прокатки

Таблица 5.1 – Механические свойства аустенитных коррозионностойких сталей, подвергнутых большим пластическим деформациям, после испытаний на растяжение при комнатной температуре

Температура, °C	Предел прочности, МПа	Предел текучести, МПа	Относительное удлинение, %
Гомогенная сталь 03X19H10 с низкой ЭДУ			
Исходное	560	270	88,8
500	975	895	10,2
700	885	805	12,5
900	790	700	23,0
Гомогенная сталь 03X17H12M2 со средней ЭДУ			

Исходное	550	270	86,4
500	1080	945	10,5
700	960	875	11,5
900	820	720	20,0
Дисперсионно-упрочняемая сталь 10X18H8ДЗБР			
Исходное	330	670	36,1
400	1240	1120	8,7
500	1030	1130	11,6
600	1000	1070	13,9
700	955	1055	15,5
800	860	970	18,7
900	780	920	24,4
1000	480	795	28,6

Изменение механического поведения коррелирует с изменениями механизмов рекристаллизации. Высокая плотность дислокаций в образцах, обработанных при относительно низких температурах, ограничивает дальнейшее упрочнение и ухудшает пластичность.

5.2 Механические свойства аустенитных коррозионностойких сталей в интервале температур испытаний 300 – 700°C

Серия кривых напряжение-деформация после испытаний на растяжение в интервале температур 300-700°C гомогенной стали 03X19H10 с низкой ЭДУ, подвергнутой многократной прокатке при различных температурах, представлена на рисунке 5.4. Предел прочности уменьшается с увеличением температуры испытания. Такое поведение наиболее характерно для образцов, подвергнутых тепловой прокатке при относительно низких температурах, в то время как влияние температуры испытания на прочность стали, подвергнутой прокатке повышенных температурах менее ярко выражено.

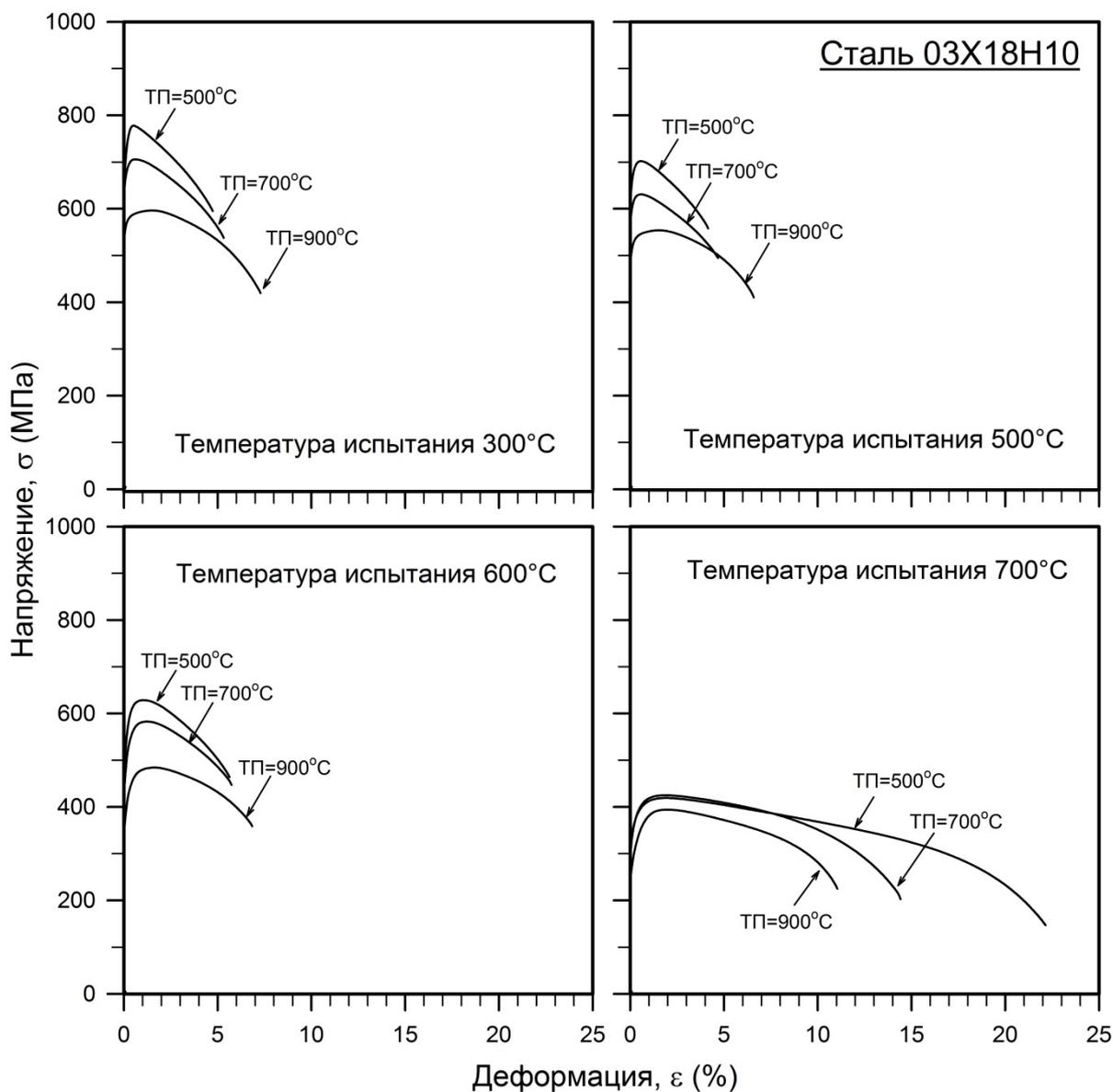


Рисунок 5.4 – Диаграммы растяжения аустенитной гомогенной стали 03X19H10 с низкой ЭДУ при различных температурах испытания после многократной деформации при 500-900°C (ТП)

Таблица 5.2 – Механические свойства гомогенной стали 03X19H10 с низкой ЭДУ, подвергнутой большим пластическим деформациям, после испытаний на растяжение в интервале температур 300 – 700°C

Температура испытания, °C	Температура деформации, °C	Предел прочности, МПа	Предел текучести, МПа	Относительное удлинение, %
300	Исходное	380	150	46,6

	500	780	750	4,8
	700	700	650	5,3
	900	600	570	7,4
500	Исходное	350	125	44,4
	500	700	650	2,2
	700	625	560	5,1
	900	535	475	7,6
600	Исходное	315	120	44,5
	500	630	540	6,0
	700	580	470	5,9
	900	485	400	7,3
700	Исходное	245	115	58,7
	500	420	400	22,3
	700	425	355	14,4
	900	395	325	11,4

Можно заметить, что в интервале температур испытаний на одноосное растяжение 300-600°C аустенитной стали 03X19H10, не происходит существенного увеличения пластичности, относительное удлинение имеет максимальное значение $\approx 7,5\%$ в образцах, подвергнутых деформационной обработке при 900°C (табл. 5.2).

Инженерные кривые напряжение-деформация полученные после испытаний на одноосное растяжение при различных температурах аустенитной гомогенной стали 03X17H12M2 со средней ЭДУ, подвергнутой тепловой деформации при температурах 500-1000°C, представлены на рисунке 5.5. Как и в случае гомогенной стали с низкой ЭДУ, предел прочности стали уменьшается с увеличением температуры испытания, а снижение прочности не сопровождается увеличением пластичности. Общее равномерное удлинение уменьшается с увеличением температуры испытания от 300 до 500°C. Относительное удлинение при температуре испытания 700°C достигает 10-13%, что соизмеримо с удлинением после испытаний при комнатной температуре (табл. 5.3).

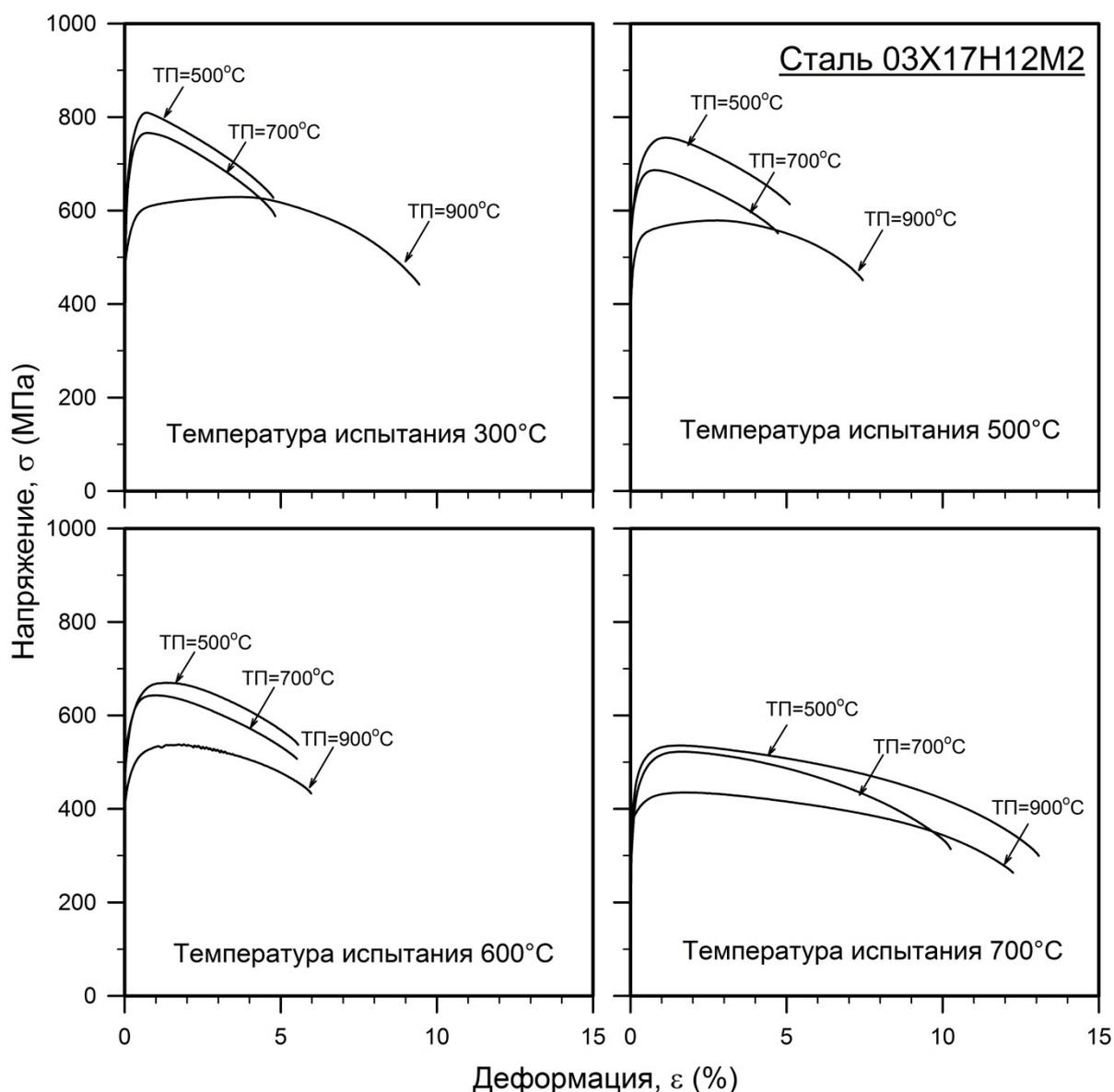


Рисунок 5.5 – Диаграммы растяжения аустенитной гомогенной стали 03X17H12M2 со средней ЭДУ при различных температурах испытания после многократной деформации при 500-900°C

Таблица 5.3 – Механические свойства гомогенной стали 03X17H12M2, подвергнутой большим пластическим деформациям, после испытаний на растяжение в интервале температур 300 – 700°C

Температура испытания, °C	Температура деформации, °C	Предел прочности, МПа	Предел текучести, МПа	Относительное удлинение, %
300	Исходное	400	135	43,6

	500	810	725	4,5
	700	765	700	5,0
	900	630	560	9,5
500	Исходное	375	155	42
	500	755	660	5,0
	700	685	640	4,5
	900	580	520	7,0
600	Исходное	355	135	48,0
	500	645	585	5,5
	700	670	580	5,5
	900	540	475	6,0
700	Исходное	265	135	65,6
	500	535	460	13,0
	700	520	430	10,0
	900	435	395	11,5

На рисунке 5.6 представлены серии кривых напряжение-деформация после испытаний на растяжение в интервале температур 300 – 700°C аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР деформированной при различных температурах. Аналогично представленным ранее результатам для гомогенных сталей, прочностные свойства дисперсионно-упрочняемой стали уменьшаются с увеличением температуры испытаний на растяжение. Снижение прочности с повышением температуры испытания наиболее характерно для образцов стали, подвергнутых теплой прокатке при относительно низких температурах, в то время как влияние температуры испытания на прочность стали, подвергнутой прокатке при повышенных температурах, менее ярко выражено. Следует отметить, что увеличение температуры испытания до 700°C не приводит к существенному повышению пластичности. После деформационной обработки при температуре 1000°C общее удлинение не превышает 15%, а равномерное удлинение не превышает 5% (табл. 5.4).

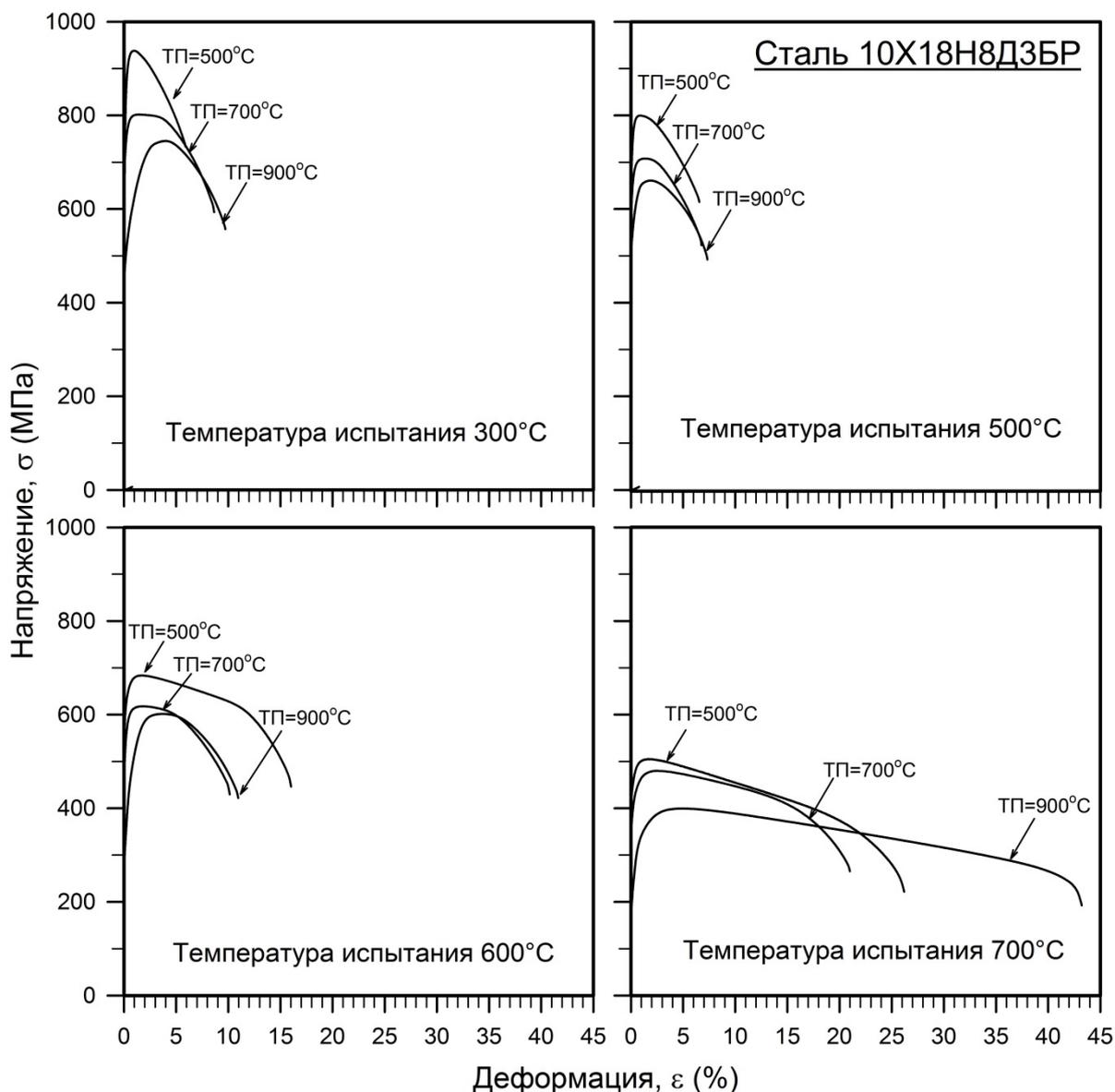


Рисунок 5.6 – Диаграммы растяжения образцов аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8D3BR при различных температурах испытания после многократной деформации при 500-900°C

Таблица 5.4 – Механические свойства дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8D3BR, подвергнутой большим пластическим деформациям, после испытаний на растяжение в интервале температур 300 – 700°C

Температура испытания, °C	Температура деформации, °C	Предел прочности, МПа	Предел текучести, МПа	Относительное удлинение, %
300	Исходное	470	130	39,8

	400	950	850	6,1
	500	940	840	5,8
	600	870	770	7,4
	700	800	740	8,7
	800	770	730	6,5
	900	715	650	9,7
	1000	680	620	11,8
500	Исходное	430	130	40,2
	400	830	770	5,4
	500	800	755	6,6
	600	750	705	10,7
	700	710	660	6,8
	800	665	595	9,1
	900	645	570	10,6
	1000	612	530	13,1
600	Исходное	420	160	35,2
	400	690	640	9,4
	500	680	620	16,1
	600	630	595	13,1
	700	620	550	10,2
	800	565	470	12,7
	900	570	445	11,0
	1000	540	430	12,6
700	Исходное	-	-	-
	400	540	500	15,9
	500	510	455	26,1
	600	485	430	29,6

	700	480	400	21,1
	800	415	345	27,3
	900	400	300	31,0
	1000	425	310	25,1

Для всех исследуемых сталей прочность уменьшается с повышением температуры механических испытаний интервале температур 300-700°C. В диапазоне температур 300-600°C также наблюдается снижение пластичности. При температурах испытания 700°C снижение прочности во всех исследованных состояниях сопровождается небольшим увеличением пластичности.

Влияние температуры испытания на предел прочности и предел текучести гомогенных сталей с низкой и средней ЭДУ после многократной прокатки в широком интервале температур деформации, показано на рисунках 5.7 и 5.8, соответственно. На графиках для обеих сталей можно выделить две области с разной температурной зависимостью предела прочности при растяжении. Предел прочности равномерно уменьшается с увеличением температуры испытания с 20 до 600°C. Дальнейшее увеличение температуры испытания (выше 600°C) приводит к ускоренному снижению предела прочности при растяжении, независимо от температуры прокатки. Кажущееся упрочнение при температурах от 300°C до 600°C может быть связано с динамическим старением [186], хотя это интересное явление заслуживает более детального исследования, поскольку гомогенные стали 03X19H10 и 03X17H12M2 не должны демонстрировать динамическое старение. Резкое снижение прочности в процессе растяжения при повышенных температурах (выше 600°C) можно отнести к изменению механизма деформации, связанного с увеличением вкладов термически активируемых процессов [45]. Напряжение течения довольно слабо зависит от температуры и скорости деформации в диапазоне относительно низких температур (ниже 600°C). Напротив, напряжение течения демонстрирует сильную зависимость от скорости деформации и температуры во время горячей деформации при высоких температурах, когда пластическое течение в значительной степени зависит от термически активируемых процессов. Увеличение предела текучести при повышенных температурах, как было показано, возможно за счет уменьшения размера зерен до микронных и субмикронных размеров [187, 188].

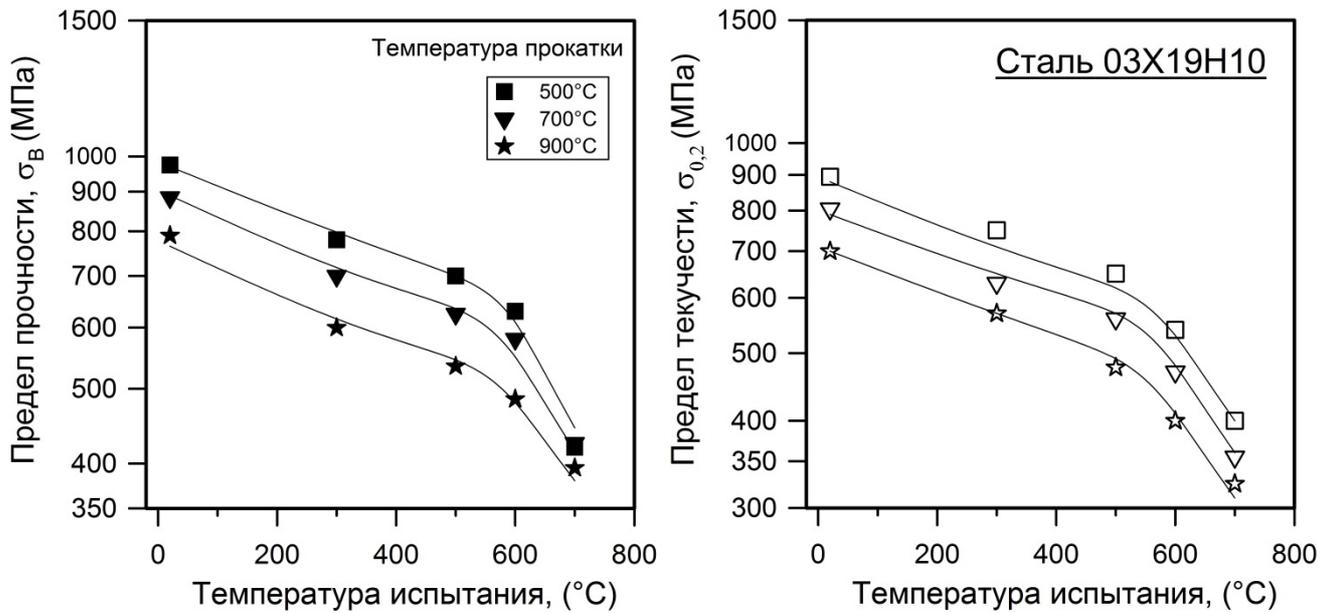


Рисунок 5.7 - Зависимость предела прочности (σ_B) и предела текучести ($\sigma_{0,2}$) от температуры испытания для различных температур деформации гомогенной стали 03X19N10 с низкой ЭДУ

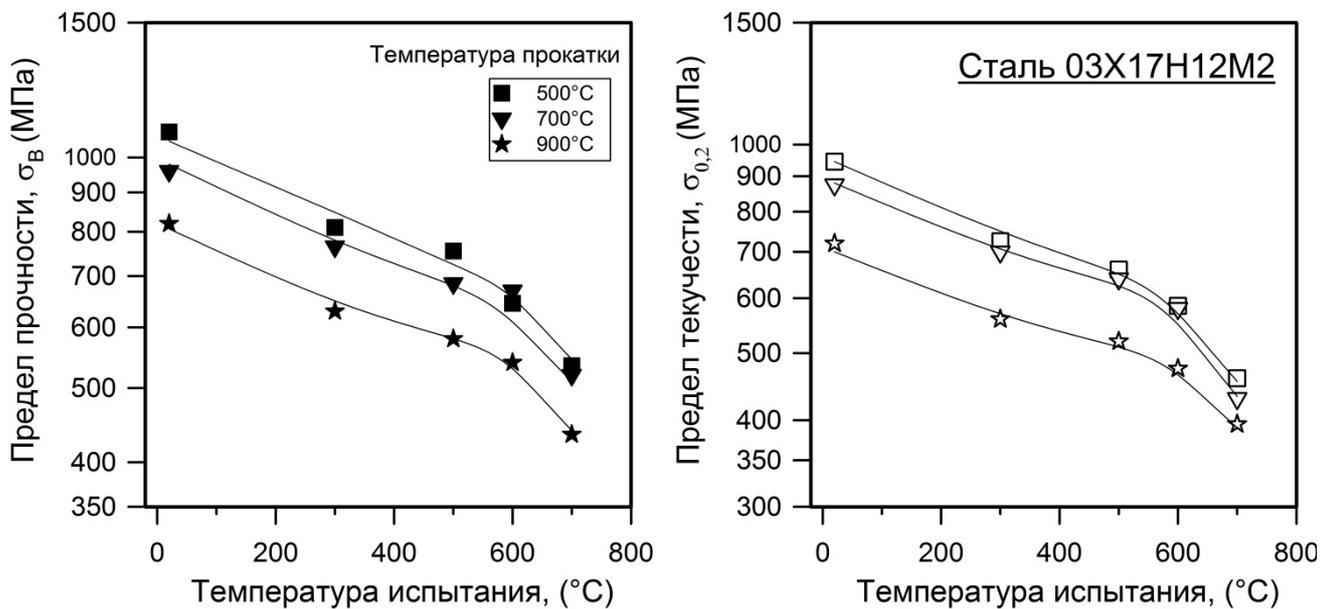


Рисунок 5.8 - Зависимость предела прочности (σ_B) и предела текучести ($\sigma_{0,2}$) от температуры испытания для различных температур деформации гомогенной стали 03X17N12M2 со средней ЭДУ

На рисунке 5.9 показаны графики зависимости температуры испытания от пределов прочности и текучести аустенитной дисперсионно-упрочняемой 10X18N8ДЗБР стали,

подвергнутой многократной прокатки в широком интервале температур деформации. Логарифм предела прочности линейно уменьшается с увеличением температуры испытания до 500°C. Дальнейшее повышение температуры испытания приводит к резкому падению $\lg(\sigma_B)$ независимо от температуры прокатки.

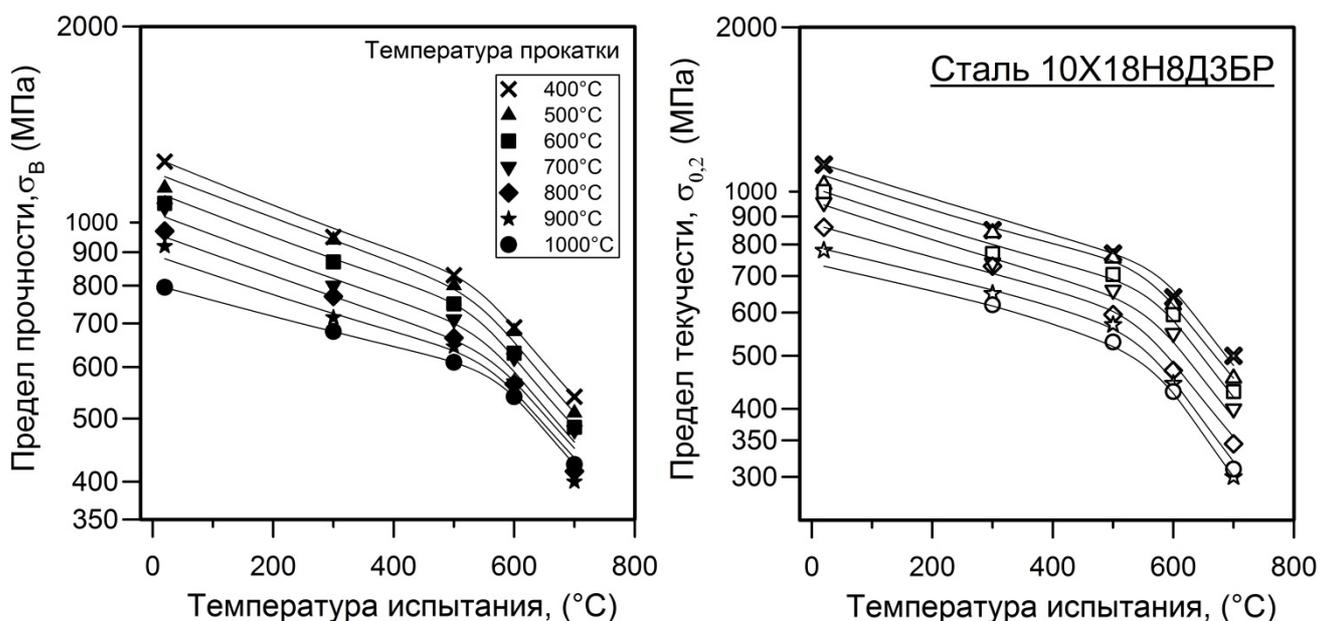


Рисунок 5.9 – Зависимость предела прочности (σ_B) и предела текучести ($\sigma_{0,2}$) от температуры испытания для различных температур деформации дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР

В целом, прочность уменьшается с увеличением температуры испытания (рис. 5.7-5.9). Уменьшение предела прочности с увеличением температуры испытания происходит быстрее в образцах, подвергнутых теплой прокатке при относительно низких температурах. Такое влияние температуры прокатки на предел прочности и предел текучести при испытаниях на растяжение наблюдается во всех исследованных аустенитных коррозионностойких сталях (рис. 5.10-5.12).

На рисунке 5.10 представлены зависимости предела прочности (σ_B) и предела текучести ($\sigma_{0,2}$) от температуры прокатки и температуры испытания для гомогенной стали 03X19H10 с низкой ЭДУ. Можно заметить, что в интервале температур механических испытаний на растяжение 20-700°C как предел прочности, так и предел текучести линейно уменьшаются с увеличением температуры многократной прокатки.

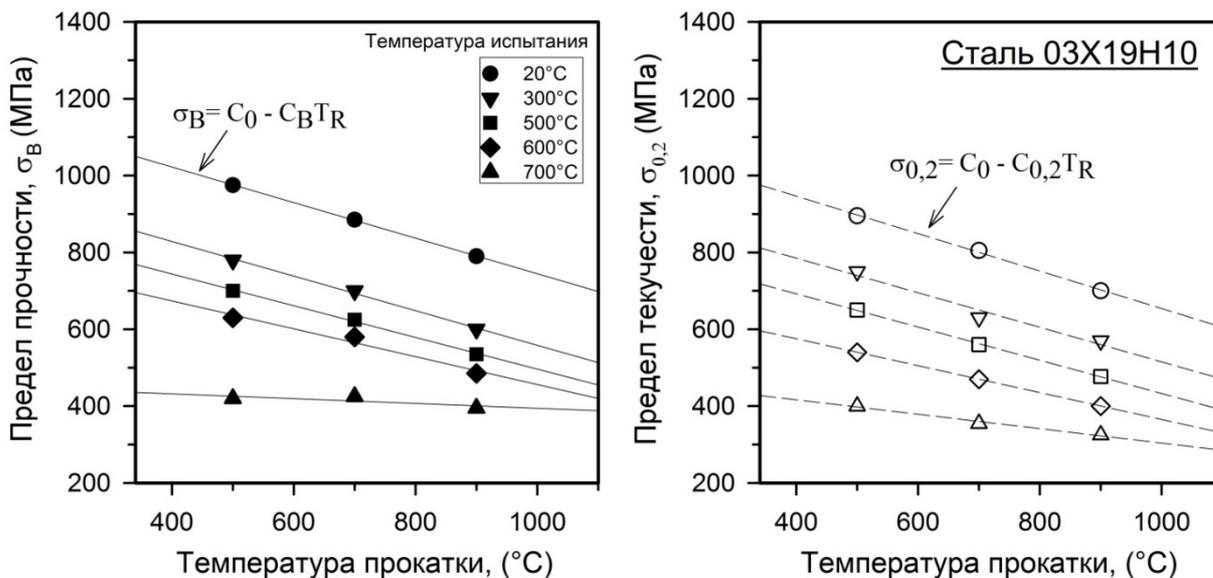


Рисунок 5.10 – Влияние температуры прокатки на предел прочности (σ_B) и предел текучести ($\sigma_{0,2}$) при различных температурах испытания гомогенной стали 03X19N10 с низкой ЭДУ

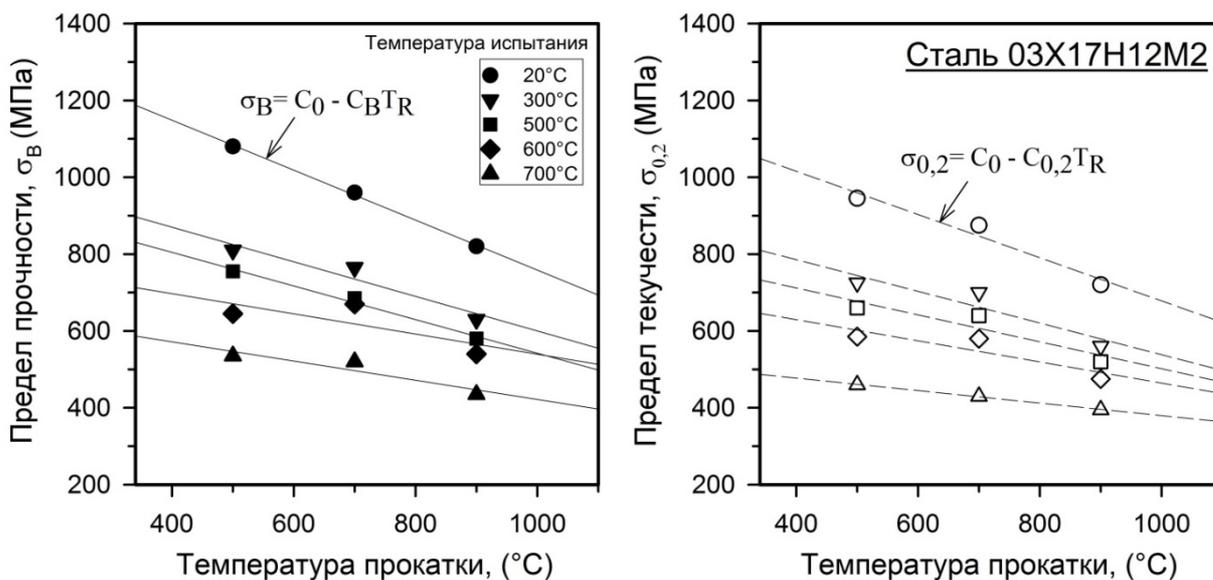


Рисунок 5.11 - Влияние температуры прокатки на предел прочности (σ_B) и предел текучести ($\sigma_{0,2}$) при различных температурах испытания гомогенной стали 03X17N12M2 со средней ЭДУ

Аналогичные зависимости предела прочности и предела текучести от температуры прокатки были получены для аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10X18N8ДЗБР, подвергнутой деформационной обработке в интервале температур 500-1000°C (рис. 5.12).

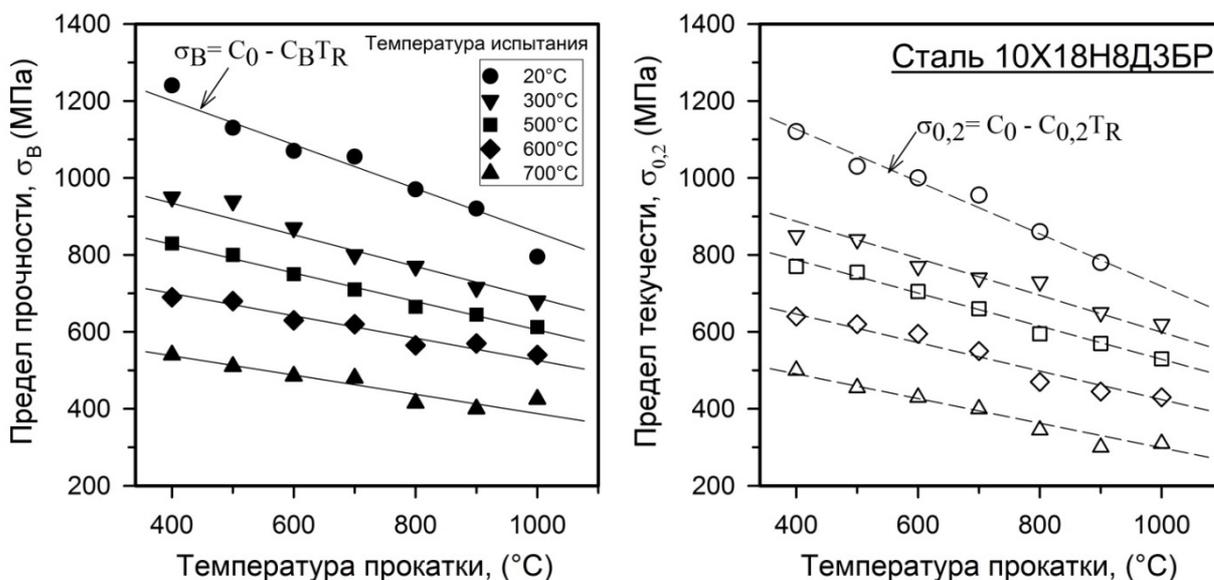


Рисунок 5.12 - Влияние температуры прокатки на предел прочности (σ_B) и предел текучести ($\sigma_{0,2}$) при различных температурах испытания дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР

Зависимости предела прочности и предела текучести от температуры прокатки могут быть выражены линейными функциями, то есть $\sigma_B = C_0 - C_B T_R$ и $\sigma_{0,2} = C_0 - C_{0,2} T_R$ (рис. 5.10-5.12). Интересно отметить, что прочностные свойства подчиняются простому линейному закону в широком диапазоне температур прокатки независимо от некоторых различий в механизмах структурообразования, действующих при различных температурах прокатки. Константы C_0 , C_B и $C_{0,2}$ для предела прочности и предела текучести аустенитных гомогенных и дисперсионно-упрочняемой стали представлены в таблице 5.5.

Таблица 5.5 – Константы C_0 , C_B и $C_{0,2}$ для различных температур испытания.

Температура испытания, °С	$C_{0(B)}$ (МПа)	$C_{0(0,2)}$ (МПа)	C_B (МПа К ⁻¹)	$C_{0,2}$ (МПа К ⁻¹)
Гомогенная сталь 03X19H10 с низкой ЭДУ				
20	1207	1141	0,46	0,49
300	1008	965	0,45	0,45
500	909	865	0,41	0,43
600	819	715	0,36	0,35
700	457	491	0,06	0,19
Гомогенная сталь 03X17H12M2 со средней ЭДУ				
20	1408	1240	0,65	0,56

300	1050	950	0,45	0,41
500	980	852	0,44	0,35
600	802	739	0,26	0,27
700	672	542	0,25	0,16
Дисперсионно-упрочняемая сталь 10X18H8ДЗБР				
20	1428	1398	0,57	0,68
300	1098	1079	0,41	0,48
500	975	959	0,37	0,43
600	816	794	0,29	0,37
700	638	619	0,25	0,32

Исследованная температурная область теплой деформации является переходной между горячей деформацией, короткая характеризуется сильной степенной зависимостью размера зерен и плотности дислокаций от температурно-скоростных условий (параметр Z), и холодной деформацией, при которой размер зерен и плотность дислокаций слабо зависят от параметра Z . В области теплой деформации, таким образом, происходит постепенное изменение зависимостей структурных параметров (размера зерен и плотности дислокаций) от температурно-скоростных условий. В исследованной области теплой деформации такое изменение соответствующих степенных зависимостей от параметра Z приводит к почти линейным зависимостям ($\rho^{0.5}$) и ($D^{-0.5}$) от температуры деформации (рис. 5.13).

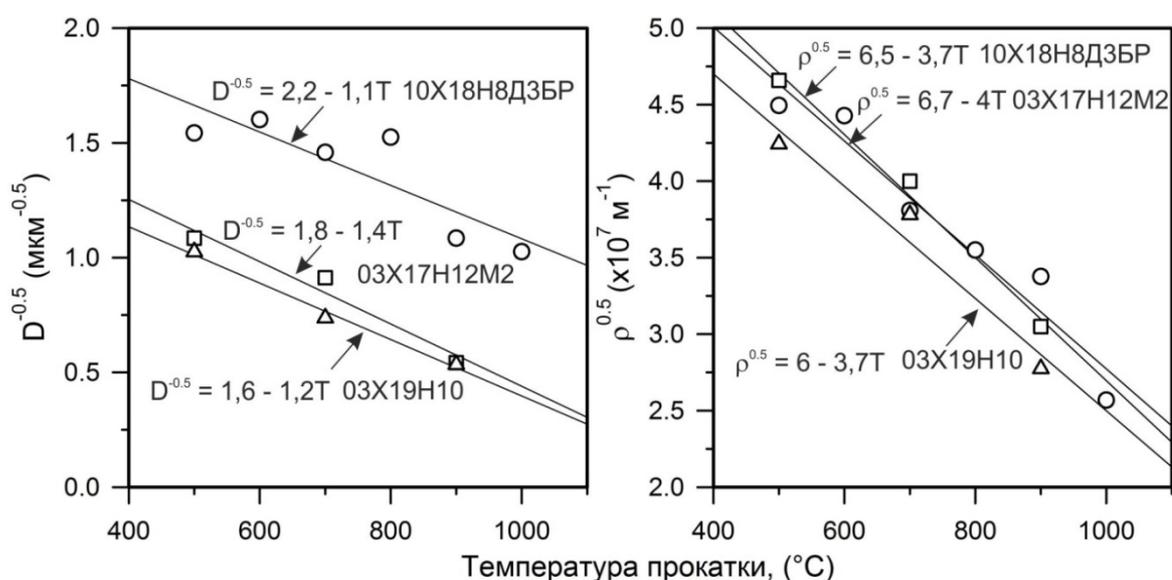


Рисунок 5.13 – Влияние температуры прокатки на структурные параметры исследуемых сталей

Соответственно, линейные температурные зависимости вкладов структурного и субструктурного упрочнения дают кажущуюся линейную зависимость прочностных свойств от температуры прокатки исследуемых сталей.

5.3 Влияние микроструктуры на механические свойства

Формирование новых зерен в процессе деформации оказывает существенное влияние на механические свойства сталей и сплавов, подвергнутых деформационной обработке. Таким образом, напряжения течения могут быть выражены по соотношению Холла-Печта, которое используется для описания структурного упрочнения. Соотношение между пределом текучести и поперечным размером зерен, сформировавшихся во время прокатки стали, показано на рисунках 5.14-5.15. Видно, что предел текучести может быть выражен линейной функцией обратного квадратного корня из размера зерна [104, 125, 189–191]:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_{\varepsilon} + k_{\varepsilon} D^{-0,5}, \quad (5.1)$$

где параметр σ_{ε} включает силу Пайерлса, твердорастворное и дислокационное упрочнение, а k_{ε} – коэффициент зернограницного упрочнения.

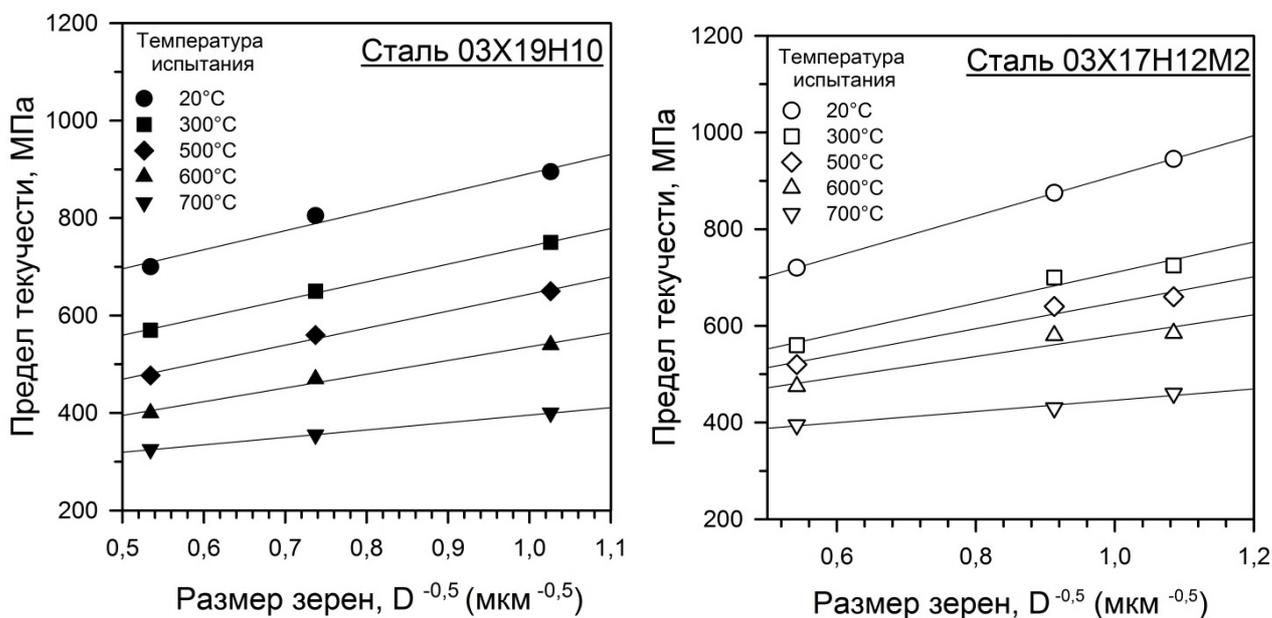


Рисунок 5.14 - Влияние размера зерна на предел текучести аустенитных гомогенных сталей, подвергнутых большим пластическим деформациям в широком интервале температур

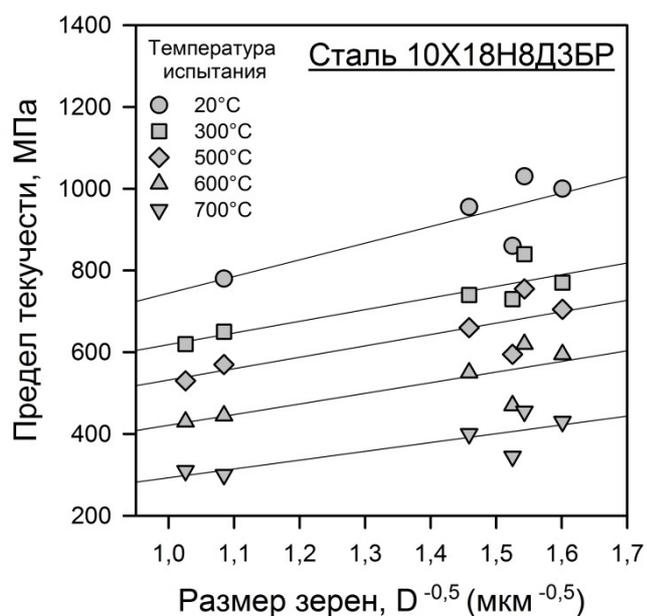


Рисунок 5.15 - Влияние размера зерна на предел текучести аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали, подвергнутой большим пластическим деформациям в широком интервале температур

Экспериментальные константы σ_ε и k_ε , полученные из графиков (рис. 5.14 и 5.15), представлены в таблице 5.6.

Таблица 5.6 - Параметры уравнения Холл-Петча для различных температур испытания

Температура испытания, °C	σ_ε , МПа	k_ε , МПа/мкм ^{0,5}
Гомогенная сталь 03X19H10 с низкой ЭДУ		
20	500	391
300	377	365
500	295	350
600	294	350
700	243	153
Гомогенная сталь 03X17H12M2 со средней ЭДУ		
20	450	412
300	400	312
500	385	265
600	370	212
700	315	138
Дисперсионно-упрочняемая сталь 10X18H8ДЗБР		
20	337	408

300	333	286
500	254	278
600	161	260
700	77	216

Коэффициенты σ_ϵ и k_ϵ уменьшаются с увеличением температуры испытания. Как правило, данные параметры в уравнении Холла-Петча являются функциями модуля сдвига (G). Влияние температуры испытания на прочностные свойства может быть связано с температурной зависимостью модуля сдвига. Принимая во внимание факт, что модуль сдвига зависит от температуры, можно нормировать значения пределов текучести и коэффициентов уравнения Холла-Петча на модуль сдвига при каждой температуре испытания (рис. 5.16). Таким образом, влияние температуры испытания на предел текучести становится незначительным. Таким образом, изменения силы Пайерлса, твердорастворного и дислокационного упрочнения с изменением температуры испытания в основном связано с температурной зависимостью модуля сдвига. Различные модели дислокационных скоплений или зернограницных дислокаций предсказывают степенную или линейную зависимость коэффициента зернограницного упрочнения от модуля сдвига: $k_\epsilon \sim G^{0.5}$ или $k_\epsilon \sim G$ [192–194].

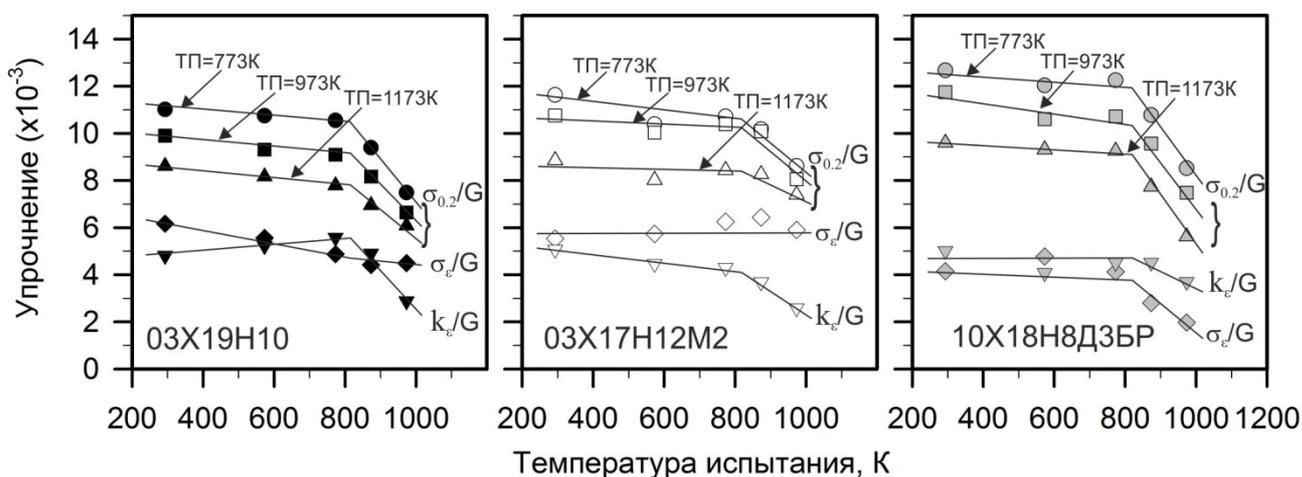


Рисунок 5.16 - Влияние температуры испытания на $\sigma_{0.2}$, σ_ϵ и K_ϵ , нормированные на модуль сдвига

Таким образом, при температурах испытания 20-500°C пределы текучести аустенитных коррозионностойких сталей, подвергнутых прокатке при температурах 500-1000С°, нормированные на модуль сдвига, имеют очень слабую температурную

зависимость, что свидетельствует о неизменности механизмов пластического течения в этой температурной области. Небольшое понижение пределов текучести с увеличением температуры связано с влиянием термоактивируемых процессов движения дислокаций.

Изменение предела текучести ($\sigma_{0,2}$) связанное с изменением размера зерен (D) на основе отношения Холла-Петча применимо для различных рекристаллизованных металлов и сплавов. Однако, зависимость Холла-Петча не учитывает какое-либо субструктурное упрочнение, которое может быть значительным в исследованных образцах стали. Из рисунка 5.17 видно, что зависимость между размером субзерен и плотностью дислокаций, т.е. $d \sim \rho^{-0.5}$ [54], выполняется для аустенитной стали, подвергнутой тепловой прокатке при различных температурах. Таким образом, субструктурное упрочнение можно оценить либо через размер субзерен либо плотность дислокаций.

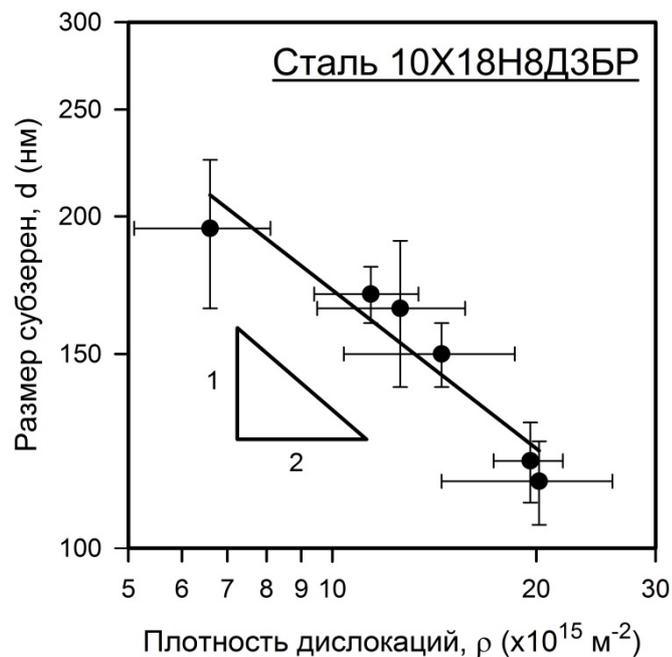


Рисунок 5.17 - График зависимости между размером субзерен и плотностью дислокаций в аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР после многократной прокатки при температурах от 500 до 1000°C

Прирост упрочнения ($\Delta\sigma$) за счет увеличения плотности дислокаций (ρ) может быть выражен следующим образом [154]:

$$\Delta\sigma = \alpha G b \rho^{0.5} \quad (5.2)$$

где G и b модуль сдвига и вектор Бюргера, соответственно, и коэффициент α лежит в пределах от 0,05 до 1. Соответственно, предел текучести может быть выражен следующим образом:

$$\sigma_{0.2}^* = \sigma_0 + \alpha G b \rho^{0.5} + K D^{-0.5} \quad (5.3)$$

Наилучшее совпадение рассчитанных значений с экспериментальными результатами получается при $\sigma_0 = 160 \text{ МПа}$, $\alpha = 0.7$, и $K = 0.12 \text{ МПа м}^{0.5}$.

Размер зерен и плотность дислокаций могут быть выражены следующими линейными уравнениями (рис. 5.13):

$$D^{-0.5} = A_1 - B_1 T \quad (5.4)$$

$$\rho^{0.5} = A_2 - B_2 T \quad (5.5)$$

Если выражения 5.4 и 5.5 подставить в уравнение (5.3), получится следующее уравнение для напряжений течения в зависимости от температуры деформационной обработки:

$$\sigma = (\sigma_0 + kA_1 + \alpha G b A_2) - (kB_1 + \alpha G b B_2) T \quad (5.6)$$

График на рисунке 5.18 показывает хорошее совпадение экспериментальных данных с расчетными, что подтверждает адекватность использованных моделей.

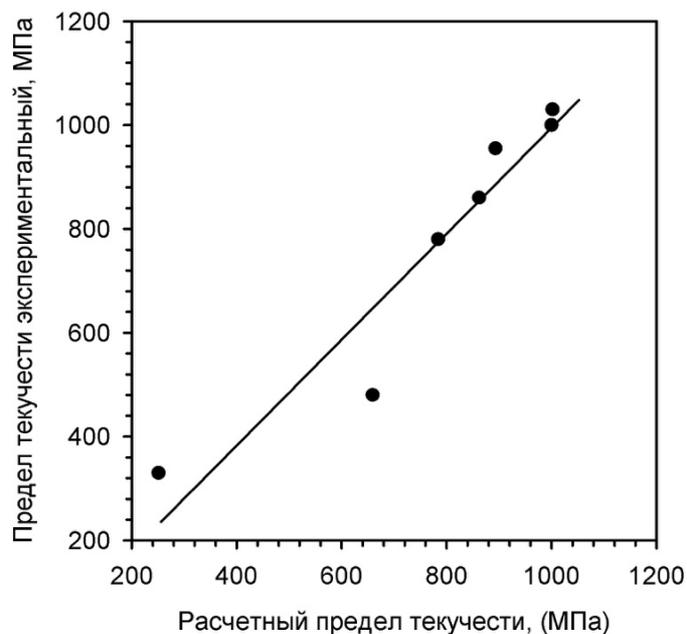


Рисунок 5.18 – Совпадение экспериментального предела текучести с пределом текучести, рассчитанным по формуле (5.3)

Упрочнение стали после многократной прокатки в интервале температур 800-1000°C в основном связано с уменьшением среднего размера зерна. Рост предела текучести с уменьшением температуры прокатки от 800 до 700°C объясняется субструктурным упрочнением, связанным с высокой плотностью дислокаций. Измельчение зерна сопровождается существенным повышением плотности дислокаций в условиях теплой обработки, что приводит к значительному упрочнению, хотя пластичность ухудшается [224].

5.4 Коррозионная стойкость аустенитных сталей, подвергнутых тепловой деформационной обработке

На рисунке 5.19 приведены кривые анодно-катодной развертки, полученные методом потенциодинамической реактивации, для аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР, подвергнутой тепловой пластической деформации в интервале температур 500 – 1000°C.

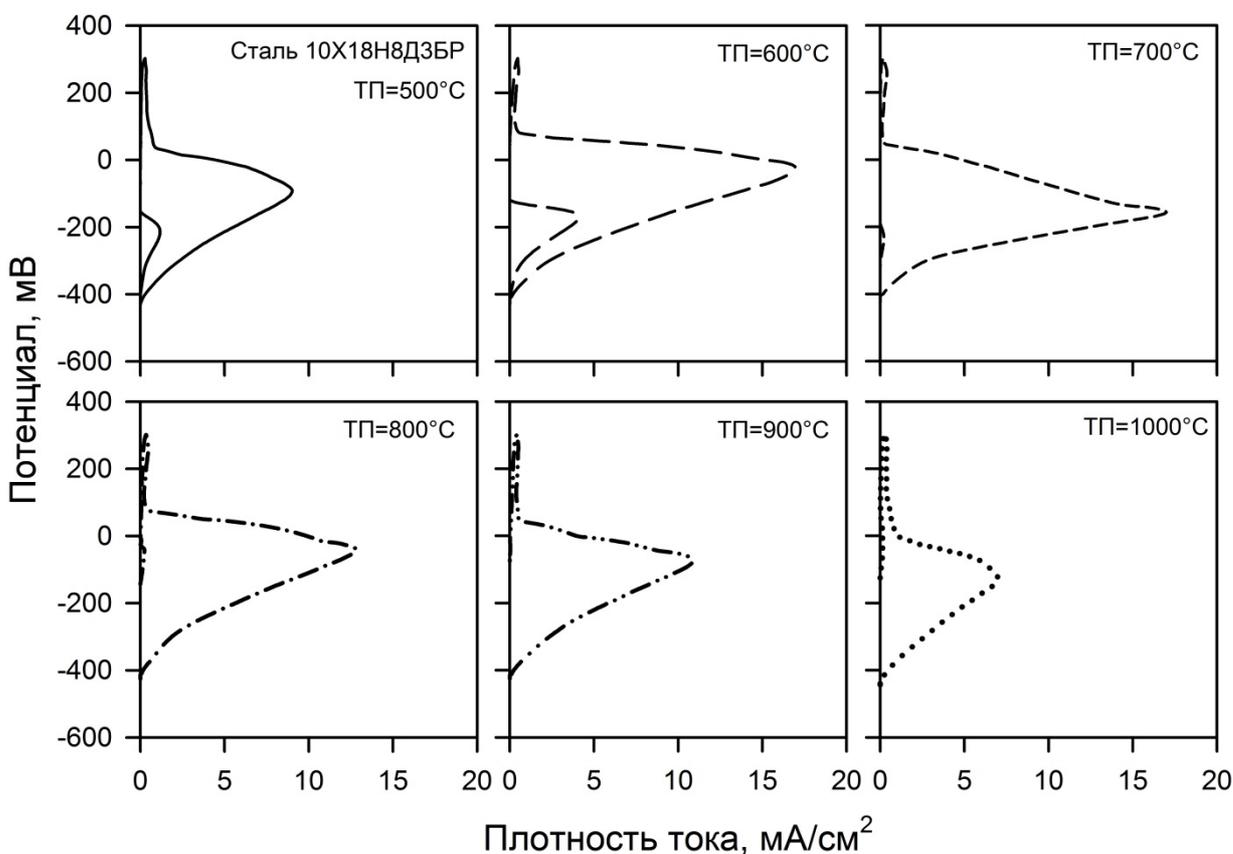


Рисунок 5.19 – Потенциодинамические поляризационные кривые для стали 10X18H8ДЗБР после деформации в интервале 500 - 1000°C до истинной степени деформации $\epsilon = 2$

Образцы стали 10X18H8ДЗБР, подвергнутые деформации при температурах 500 и 600°C имеют пик заряда реактивации. Отношение площади реактивации к площади пассивации для образцов после деформации при 600°C составляет 0,11 (табл. 5.7), таким образом сталь не является стойкой к межкристаллитной коррозии при данной температуре. Повышение склонности дисперсионно-упрочняемой стали 10X18H8ДЗБР к межкристаллитной коррозии является результатом выделения $Cr_{23}C_6$ преимущественно по границам зерен. Диффузия атомов Cr на границы зерен с последующим выделением карбидов $Cr_{23}C_6$ приводит к формированию обедненных Cr областей вблизи границ зерен, в результате чего аустенитная сталь теряет стойкость к межкристаллитной коррозии.

Таблица 5.7 – Значения коэффициента реактивации (S_{peak}/S_{pass}) для стали 10X18H8ДЗБР, (ТП – температура прокатки)

ТП, °C	500	600	700	800	900	1000
S_{peak}/S_{pass}	0,06	0,11	0,01	0,01	-	0,01

В интервале температур деформации 700-1000°C соотношение практически не изменяется и составляет $\approx 0,01$ и кривые не имеют слабый пик реактивации. Отсюда следуют, что сталь демонстрирует стойкость к межкристаллитной коррозии. Так же следует отметить, что после деформации при 900°C наблюдается отсутствие пика реактивации.

Гомогенная сталь 03X19H10 с низкой ЭДУ характеризуется отсутствием пика реактивации в интервале температур 500-900°C, таким образом сталь является стойкой к межкристаллитной коррозии (рис. 5.20).

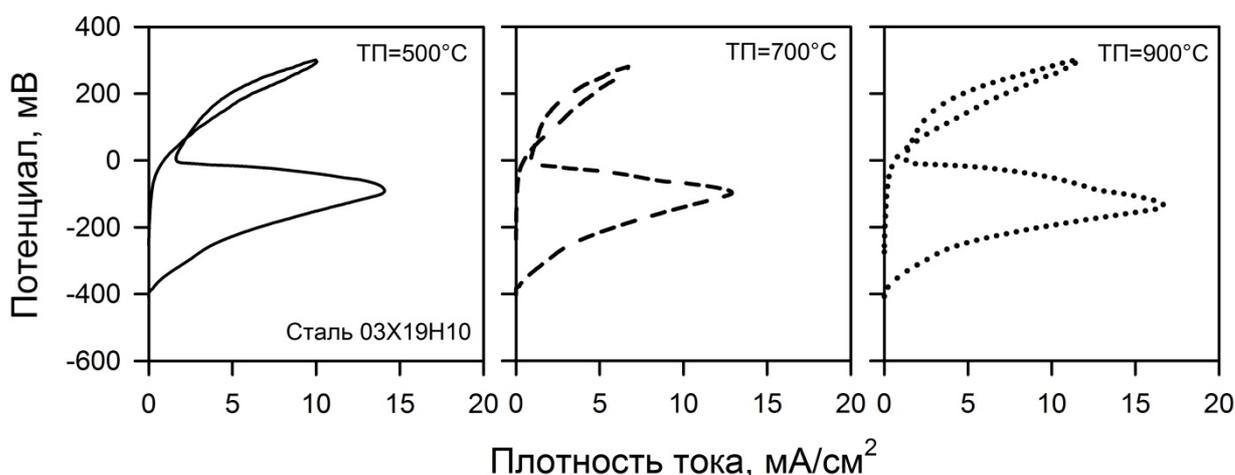


Рисунок 5.20 – Потенциодинамические поляризационные кривые для стали 03X19H10 после деформации в интервале 500 - 1000°C до истинной степени деформации $\epsilon = 2$

Потенциодинамические поляризационные кривые для гомогенной стали 03X17H12M2 со средней ЭДУ, подвергнутой деформации в интервале температур 500 – 900°C показали, что в процессе испытаний образцы не пассивируются, и ток постоянно возрастает (рис. 5.21). Таким образом, сталь 03X17H12M2 не склонна к межкристаллитной коррозии.

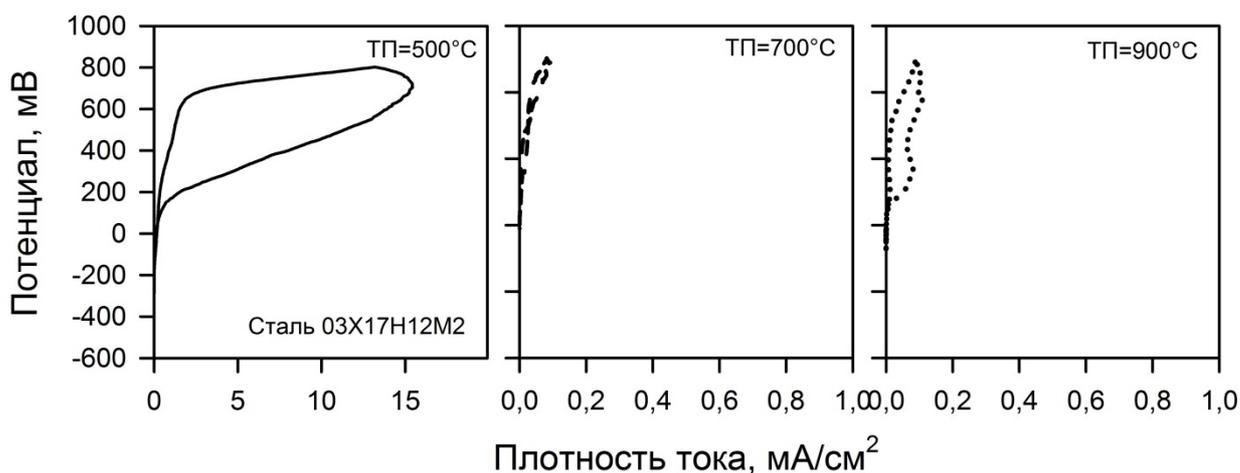


Рисунок 5.21 - Потенциодинамические поляризационные кривые для стали 03X17H12M2 после деформации в интервале температур 500 - 900°C до истинной степени деформации $\epsilon = 2$

5.5 Выводы по главе

1. Многократная прокатка приводит к существенному упрочнению аустенитных коррозионностойких сталей. Понижение температуры прокатки до 500°C позволяет получить стали с пределом текучести порядка 950-1050 МПа после суммарной истинной степени деформации 2.

2. Повышение температуры механических испытаний на одноосное растяжение аустенитных коррозионностойких сталей в интервале температур 300-700°C приводит к уменьшению прочности. При температурах испытания 700°C снижение прочности во всех исследованных состояниях сопровождается увеличением пластичности.

3. Предел прочности и предел текучести в интервале температур испытания 20-700°C могут быть выражены линейными функциями температуры прокатки: $\sigma_B = C_0 - C_\sigma T_R$ и $\sigma_{0,2} = C_0 - C_{0,2} T_R$, где C_0 , C_σ , $C_{0,2}$ постоянные, зависящие от температуры испытания.

4. Предел текучести образцов сталей, подвергнутых многократной тепловой прокатке, подчиняется модифицированному соотношению Холла-Петча, которое учитывает упрочнение от повышения плотности дислокаций: $\sigma_{0.2} = \sigma_0 + \alpha G b \rho^{0.5} + K D^{-0.5}$. В исследуемых сталях вклад субструктурного упрочнения превалирует над структурным.

5. Многократная теплая прокатка до истинной степени деформации 2 является эффективным способом деформационно-термической обработки, позволяющим получить аустенитные коррозионностойкие стали с повышенными прочностными свойствами.

6. Теплая прокатка до истинной степени деформации не оказывает существенного влияния на коррозионную стойкость. Падение стойкости к межкристаллитной коррозии при температуре 600°C связано с обеднением границ зерен хромом при выделении карбидов Cr_{23}C_6 по границам зерен.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. Установлены два основных механизма формирования границ зерен деформационного происхождения в аустенитных коррозионноустойчивых сталях в процессе теплой пластической деформации, относительный вклад которых в развитие непрерывной динамической рекристаллизации зависит от температуры деформации.

2. В высокотемпературной области (800–1000°C) формирование новых границ зерен происходит главным образом в результате эволюции сетки деформационных субграниц, угол разориентировки которых в процессе деформации увеличивается до значений высокоугловых границ. Скорость роста разориентировки определяется скоростью динамического возврата, которая увеличивается с повышением температуры деформации.

3. В низкотемпературной области (500–700°C) формирование новых границ зерен связано с появлением микрополос деформации. Зарождение и разориентировка границ микрополос определяется внутренними напряжениями, скорость накопления которых зависит от отношения времени релаксации дислокаций внутри границ к характерному времени перемещения дислокаций через зерно и, таким образом, увеличивается с понижением температуры деформации.

4. Различие влияния температуры на кинетику образования зерен в высокотемпературной и низкотемпературной областях непрерывной ДР приводит к слабой температурной зависимости кинетики формирования границ зерен в широком диапазоне температур деформации от 0,45 до 0,75 Тпл.

5. Развитие непрерывной динамической рекристаллизации в условиях теплой деформации сопровождается существенным упрочнением аустенитных коррозионноустойчивых сталей. Предел прочности и предел текучести при комнатной и повышенных температурах испытания могут быть выражены линейными функциями температуры деформационной обработки: $\sigma_B = C_0 - C_6T$ и $\sigma_{0,2} = C_0 - C_{0,2}T$. В интервале

температур испытания 20-500°C изменение значений C_0 , C_B , $C_{0,2}$ коррелирует с температурной зависимостью модуля сдвига, что свидетельствует о неизменности механизмов упрочнения.

6. Предел текучести образцов сталей, подвергнутых тепловой пластической деформации может быть выражен модифицированным соотношением Холла-Петча, которое учитывает упрочнение от повышения плотности дислокаций. В сталях, структура которых сформировалась в результате непрерывной динамической рекристаллизации, вклад субструктурного упрочнения в общую прочность превалирует над зернограничным.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

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

1. **Z. Yanushkevich**, A. Belyakov, R. Kaibyshev. Microstructural evolution of a 304-type austenitic stainless steel during rolling at temperatures of 773-1273K // *Acta Materialia*. – 2015. – vol. 82. – pp. 244-254.
2. **Z. Yanushkevich**, A. Lugovskaya, A. Belyakov, R. Kaibyshev. Deformation microstructures and tensile properties of an austenitic stainless steel subjected to multiple warm rolling // *Materials Science and Engineering: A*. – 2016. – vol. 667. – pp. 279-285.
3. **Z. Yanushkevich**, A. Mogucheva, M. Tikhonova, A. Belyakov, R. Kaibyshev. Structural strengthening of an austenitic stainless steel subjected to warm-to-hot working // *Materials Characterization*. – 2011. – vol. 62. – pp. 432-437.
4. **Z. Yanushkevich**, A. Belyakov, R. Kaibyshev. Structural changes in a 304-type austenitic stainless steel processed by multiple hot rolling // *Advanced Materials Research*. – 2012. – vol. 409. – pp.730-735.
5. **Z. Yanushkevich**, A. Belyakov, R. Kaibyshev. Mechanical properties at elevated temperatures of an S304H-type austenitic stainless steel processed by warm rolling // *Advanced Materials Research*. – 2014. – vol. 922. – pp. 844-849.
6. A. Belyakov, M. Tikhonova, **Z. Yanushkevich** and R. Kaibyshev. Regularities of Grain Refinement in an Austenitic Stainless Steel during Multiple Warm Working // *Materials Science Forum*. – 2013. – vol. 753. – pp. 411-416.
7. A. Belyakov, **Z. Yanushkevich**, M. Tikhonova and R. Kaibyshev. On Regularities of Grain Refinement through Large Strain Deformation // *Materials Science Forum*. – 2016. – vols. 838-839. – pp. 314-319.

В других изданиях:

1. **Z. Yanushkevich**, A. Mogucheva, M. Tikhonova, A. Belyakov, R. Kaibyshev. Mechanical Properties and Microstructures of an S304H-type Steel Subjected to Hot Working //

Proceedings of the Sixth International Conference on Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants, Santa Fe, New Mexico, USA, 31.08 – 3.09, 2010, pp. 986 – 995.

2. A. Belyakov, **Z. Yanushkevich**, I. Shakhova, R. Kaibyshev. Austenitic Stainless Steel: Microstructural Evolution // Encyclopedia of Iron, Steel, and Their Alloys. – New York: Taylor and Francis, 2016. – pp. 243-253.

Патенты:

Патент на изобретение RU № 2525006 от 21.03.2013 «Способ термомеханической обработки сталей аустенитного класса».

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Бочвар А.А. Рекристаллизация твердых растворов / Бочвар А.А., Меркурьев Н.Е. // Рекристаллизация сплавов олова с сурьмой, висмутом, свинцом, медью и алюминием II Цветные металлы. 1930 – № 4 – с. 495–499.
2. Савицкий Е.М. Влияние температуры на механические свойства металлов и сплавов / Е. М. Савицкий, Н. В. Агеев – АН СССР, 1957.– 324 с.
3. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов / С. С. Горелик – М.: Металлургия, 1978.– 568 с.
4. Счастливец В.М. О причинах образования крупного ободка в прессованных прутках алюминиевых сплавов / Счастливец В.М., Садовский В.Д. Д.// ФММ, – 1969. –т. 28. – № 5. – с. 945-948.
5. Mehl R.F. ASM Metals Handbook / Mehl R. // ASM, Metals Park, Ohio – 1948. – vol. 259.
6. Burke J. E. Recrystallization and grain growth / Burke J., Turnbull D. // Progress in metal physics – 1952. –vol. 3 – pp. 220 - 292.
7. Бахтеева Н. Д. Динамическая рекристаллизация при высокотемпературном растяжении монокристаллов сплава ХН77ТЮР / Бахтеева Н.Д., Левит В.И. // ФММ – 1982. –vol. 54 – № 4 – pp. 149–158.
8. Humphreys, F. J. Recrystallization and Related Annealing Phenomena / F. J. Humphreys, M. Hatherly // Oxford, –1996. – 497 p.
9. McQueen H.J. Recovery and recrystallization during high temperature deformation / McQueen H.J., Jonas J.J. // Treatise on Materials Science and Technology – 1975. – pp. 394–490.
10. Haessner F. Migration of high angle grain boundaries / Haessner F., Hofmann S. // In: Recrystallization of metallic materials.(A79-22801 08-26) Stuttgart, Dr. Riederer Verlag GmbH, – 1978. –vol. 1 – pp. 63–95.
11. Cahn R.W. Recrystallization mechanisms / Cahn R.W. // Recrystallization, Grain Growth and Textures – 1966.

12. Sellars C.M. Recrystallization of metals during hot deformation / Sellars C.M. // *Phil. Trans. R. Soc.* – 1978. –vol. 288 – № 1350 – pp. 147–158.
13. Doherty R.D. Current issues in recrystallization: A review / Doherty R.D., Hughes D.A., Humphreys F.J., Jonas J.J., Juul Jensen D., Kassner M.E., King W.E., McNelley T.R., McQueen H.J., Rollett A.D. // *Materials Science and Engineering A* – 1997. –vol. 238 – № 2 – pp. 219–274.
14. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов / Горелик С.С., Добаткин С. В., Капусткина Л. М. // М.: МИСИС – 2005. – 432 с.
15. Hardwick D. Structural changes during the deformation of copper, aluminium and nickel at high temperatures and high strain rates / Hardwick D., Tegart W.M. // *J Inst Met* – 1961. –vol. 90 – pp. 17–21.
16. Sitdikov O. Dynamic Recrystallization in Pure Magnesium. / Sitdikov O., Kaibyshev R. // *Materials Transactions* – 2001. –vol. 42 – № 9 – pp. 1928–1937.
17. Sellars C. M. Recrystallization of metals during hot deformation / Sellars C. M. // *Philosophical Transactions of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* – 1978. –vol. 288 – № 1350 – pp. 147–158.
18. Sakai T. Dynamic recrystallization microstructures under hot working conditions / Sakai T. // *Journal of Materials Processing Technology* – 1995. –vol. 53 – № 1 – pp. 349–361.
19. Luton M.J. Dynamic recrystallization in nickel and nickel-iron alloys during high temperature deformation / Luton M.J., Sellars C.M. // *Acta Metallurgica* – 1969. –vol. 17 – № 8 – pp. 1033–1043.
20. McQueen H.J. Recovery and recrystallization during high temperature deformation/ McQueen H.J., Jonas J.J. // *Treatise on Materials Science and Technology* – 1975. – pp. 393–493.
21. Sakai T. Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions / Sakai T., Belyakov A., Kaibyshev R., Miura H., Jonas J.J. // *Progress in Materials Science* – 2014. –vol. 60 – № 1 – pp. 130–207.
22. Sakai T. Overview no. 35 Dynamic recrystallization: Mechanical and microstructural considerations / Sakai T., Jonas J.J. // *Acta Metallurgica* – 1984. –vol. 32 – № 2 – pp. 89–209.

23. Brünger E. Nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in austenitic steel alloy 800H / Brünger E., Wang X., Gottstein G. // *Scripta materialia* – 1998. –vol. 38 – № 12 – pp.1843–1849.
24. Jonas J. Strength and structure under hot-working conditions / Jonas J., Sellars C., Tegart W.M. // *Metallurgical Reviews* – 2013.
25. Kaibyshev R. Continuous dynamic recrystallization in an Al-Li-Mg-Sc alloy during equal-channel angular extrusion / Kaibyshev R., Shipilova K., Musin F., Motohashi Y. // *Materials Science and Engineering A* – 2005. –vol. 396 – № 1–2 – pp.341–351.
26. Valiev R.Z. The art and science of tailoring materials by nanostructuring for advanced properties using SPD techniques / Valiev R.Z., Langdon T.G. // *Advanced Engineering Materials* – 2010. –vol. 12 – № 8 – pp. 677–691.
27. Estrin Y. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: a wealth of challenging science / Estrin Y., Vinogradov A. // *Acta materialia* – 2013. –vol. 61 – № 3 – pp. 782–817.
28. Ryan N.D. Dynamic softening mechanisms in 304 austenitic stainless steel / Ryan N.D., McQueen H.J. // *Canadian Metallurgical Quarterly* – 1990. –vol. 29 – № 2 – pp. 147–162.
29. Belyakov A. Grain refinement under multiple warm deformation in 304 type austenitic stainless steel / Belyakov A., Sakai T., Miura H., Kaibyshev R. // *ISIJ international* – 1999. –vol. 39 – № 6 – pp. 592–599.
30. Kobayashi C. Ultrafine grain development in copper during multidirectional forging at 195 K / Kobayashi C., Sakai T., Belyakov A., Miura H. // *Philosophical Magazine Letters* – 2007. –vol. 87 – № 10 – pp. 751–766.
31. Humphreys F.J. Developing stable fine-grain microstructures by large strain deformation / Humphreys F.J., Prangnell P.B., Bowen J.R., Gholinia A., Harris C. // *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* – 1999. –vol. 357 – № 1756 – pp. 1663–1681.
32. Belyakov A. Grain refinement in copper under large strain deformation / Belyakov A., Sakai T., Miura H., Tsuzaki K. // *Philosophical Magazine A: Physics of Condensed Matter, Structure, Defects and Mechanical Properties* – 2001. –vol. 81 – № 11 – pp. 2629–2643.

33. Belyakov A. Strain-Induced Grain Evolution in Polycrystalline Copper during Warm Deformation / Belyakov A., Gao W., Miura H., Sakai T. // *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science* – 1998. –vol. 29 – № 12 – pp. 2957–2965.
34. Dudova N. Dynamic recrystallization mechanisms operating in a Ni-20%Cr alloy under hot-to-warm working / Dudova N., Belyakov A., Sakai T., Kaibyshev R. // *Acta Materialia* – 2010. –vol. 58 – № 10 – pp. 3624–3632.
35. Hales S.J. Recrystallization and superplasticity at 300 °C in an aluminum-magnesium alloy / Hales S.J., McNelley T.R., McQueen H.J. // *Metallurgical Transactions A* – 1991. –vol. 22 – № 5 – pp. 1037–1047.
36. Gourdet S. An experimental study of the recrystallization mechanism during hot deformation of aluminium / Gourdet S., Montheillet F. // *Materials Science and Engineering: A* – 2000. –vol. 283 – № 1 – pp. 274–288.
37. Baker R.T.K. / Baker R.T.K. // *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. - 2001.
38. Huang Y. The formation of nanograin structures and accelerated room-temperature theta precipitation in a severely deformed Al-4 wt.% Cu alloy / Huang Y., Robson J.D., Prangnell P.B. // *Acta Materialia* – 2010. –vol. 58 – № 5 – pp. 1643–1657.
39. Hughes D.A. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms / Hughes D.A., Hansen N. // *Acta Materialia* – 1997. –vol. 45 – № 9 – pp. 3871–3886.
40. Sakai T. Ultrafine grain formation in ferritic stainless steel during severe plastic deformation / Sakai T., Belyakov A., Miura H. // *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science* – 2008. –vol. 39 – № 9 – pp. 2206–2214.
41. Kaibyshev R. The role of deformation banding in grain refinement under ECAP / R. Kaibyshev, S. Malopheyev, V. Kulitskiy, M. Gazizov – , 2014.– 2641 c.
42. Toth L.S. A model of grain fragmentation based on lattice curvature / Tóth L.S., Estrin Y., Lapovok R., Gu C. // *Acta Materialia* – 2010. –vol. 58 – № 5 – pp. 1782–1794.

43. Maki T. Dynamic recrystallization of austenite in 18-8 stainless steel and 18 Ni maraging steel / Maki T., Akasaka K., Okuno K., TAMURA I. // Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan – 1982. –vol. 22 – № 4 – pp. 253–261.
44. Jonas J. Metall / Jonas J., Sellars C., Tegart W.M. – 1969.
45. Frost H.J. Deformation mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics / Frost H.J., Ashby M.F. – 1982.
46. Wang X. The role of twinning during dynamic recrystallization in alloy 800H / Wang X., Brünger E., Gottstein G. // Scripta materialia – 2002. –vol. 46 – № 12 – pp. 875–880.
47. Gómez M. Evolution of austenite static recrystallization and grain size during hot rolling of a V-microalloyed steel / Gómez M., Rancel L., Fernández B.J., Medina S.F. // Materials Science and Engineering: A – 2009. –vol. 501 – № 1 – pp. 188–196.
48. Sellars C. Modelling microstructural development during hot rolling / Sellars C. // Materials Science and technology – 1990. –vol. 6 – № 11 – pp. 1072–1081.
49. Abbod M.F. Modelling of dynamic recrystallisation of 316L stainless steel using a systems approach / M. F. Abbod, M. Mahfouf, D. A. Linkens, C. M. Sellars – , 2007.– 2455c.
50. Akta S. Hot deformation and recrystallization of 3% silicon steel part 1: Microstructure, flow stress and recrystallization characteristics / Akta S., Richardson G.J., Sellars C.M. // ISIJ International – 2005. –vol. 45 – № 11 – pp. 1666–1675.
51. Exell S.F. Sub-grain boundary migration in aluminium / Exell S.F., Warrington D.H. // Philosophical Magazine – 1972. –vol. 26 – № 5 – pp. 1121–1136.
52. Drury M. The development of microstructure in Al-5% Mg during high temperature deformation / Drury M., Humphreys F. // Acta Metallurgica – 1986. –vol. 34 – № 11 – pp. 2259–2271.
53. Ball E. Thermomechanical Processing (TMP 2), ed. by WB Hutchinson, et al / Ball E., Humphreys F. // ASM, Ohio – 1996. – pp. 184.
54. Takeuchi S. Steady-state creep of single-phase crystalline matter at high temperature / Takeuchi S., Argon A. // Journal of materials science – 1976. –vol. 11 – № 8 – pp. 1542–1566.

55. Derby B. The dependence of grain size on stress during dynamic recrystallisation / Derby B. // *Acta metallurgica et materialia* – 1991. –vol. 39 – № 5 – pp. 955–962.
56. Nes E. Hot deformation behaviour of particle-stabilized structures in Zr-bearing Al alloys / Nes E. // *Metal Science* – 1979. –vol. 13 – № 3–4 – pp. 211–215.
57. Nes E. Recovery revisited / Nes E. // *Acta metallurgica et materialia* – 1995. –vol. 43 – № 6 – pp. 2189–2207.
58. Petkovich R.A. Recovery and recrystallization of carbon steel between intervals of hot working / Petkovich R.A., Luton M.J., Jonas J.J. // *Canadian Metallurgical Quarterly* – 1975. – vol. 14 – № 2 – pp. 137–145.
59. Murty S.N. Ferrite grain size formed by large strain-high Z deformation in a 0.15 C steel / Murty S.N., Torizuka S., Nagai K. // *Materials transactions* – 2005. –vol. 46 – № 11 – pp. 2454–2460.
60. Beladi H. Dynamic recrystallization of austenite in Ni-30 pct Fe model alloy: microstructure and texture evolution / Beladi H., Cizek P., Hodgson P.D. // *Metallurgical and Materials Transactions A* – 2009. –vol. 40 – № 5 – pp. 1175–1189.
61. Frommert M. Mechanical behavior and microstructure evolution during steady-state dynamic recrystallization in the austenitic steel 800H / Frommert M., Gottstein G. // *Materials Science and Engineering: A* – 2009. –vol. 506 – № 1 – pp. 101–110.
62. Ponge D. Necklace formation during dynamic recrystallization: mechanisms and impact on flow behavior / Ponge D., Gottstein G. // *Acta Materialia* – 1998. –vol. 46 – № 1 – pp. 69–80.
63. Humphreys F. The deformation of particle-containing aluminium single crystals / Humphreys F., Ardakani M. // *Acta metallurgica et materialia* – 1994. –vol. 42 – № 3 – pp. 749–761.
64. Twiss R.J. Theory and applicability of a recrystallized grain size paleopiezometer / Twiss R.J. // *Pure and Applied Geophysics Pageoph* – 1977. –vol. 115 – № 1–2 – pp. 227–244.
65. Yang X. Continuous Dynamic Recrystallization in a Superplastic 7075 Aluminum Alloy. / Yang X., Miura H., Sakai T. // *Materials Transactions* – 2002. –vol. 43 – № 10 – pp. 2400–2407.

66. Gourdet S. A model of continuous dynamic recrystallization / Gourdet S., Montheillet F. // *Acta Materialia* – 2003. –vol. 51 – № 9 – pp. 2685–2699.
67. Kassner M. New developments in geometric dynamic recrystallization / Kassner M., Barrabes S. // *Materials Science and Engineering: A* – 2005. –vol. 410 – pp. 152–155.
68. Murty S.N. Microstructural evolution during simple heavy warm compression of a low carbon steel: Development of a processing map / Murty S.N., Torizuka S., Nagai K. // *Materials Science and Engineering: A* – 2005. –vol. 410 – pp. 319–323.
69. Derby B. On dynamic recrystallisation / Derby B., Ashby M. // *Scripta Metallurgica* – 1987. –vol. 21 – № 6 – pp. 879–884.
70. Galiyev A. Correlation of plastic deformation and dynamic recrystallization in magnesium alloy ZK60 / Galiyev A., Kaibyshev R., Gottstein G. // *Acta materialia* – 2001. –vol. 49 – № 7 – pp. 1199–1207.
71. Belyakov A. Effect of initial microstructures on grain refinement in a stainless steel by large strain deformation / Belyakov A., Tsuzaki K., Miura H., Sakai T. // *Acta Materialia* – 2003. –vol. 51 – № 3 – pp. 847–861.
72. Dehghan-Manshadi A. Recrystallization in AISI 304 austenitic stainless steel during and after hot deformation / Dehghan-Manshadi A., Barnett M.R., Hodgson P. // *Materials Science and Engineering: A* – 2008. –vol. 485 – № 1 – pp. 664–672.
73. Beladi H. The mechanism of metadynamic softening in austenite after complete dynamic recrystallization / Beladi H., Cizek P., Hodgson P.D. // *Scripta Materialia* – 2010. –vol. 62 – № 4 – pp. 191–194.
74. Sakai T. Dislocation substructures developed during dynamic recrystallisation in polycrystalline nickel / Sakai T., Ohashi M. // *Materials Science and Technology* – 1990. –vol. 6 – № 12 – pp. 1251–1257.
75. Золоторевский Н.Ю. Фрагментация и текстурообразование при деформации металлических материалов / Н. Ю. Золоторевский, В. В. Рыбин – Санкт-Петербург: Издательство Политехнического университета, 2014.– 207 с.

76. Конева Н.А. Эволюция дислокационной структуры и стадии пластического течения поликристаллического железо-никелевого сплава / Конева Н.А., Лычагин Д.В., Жуковский С.П., Козлов Э.В. // ФММ – 1985. – т. 60 – с. 171–179.
77. Конева Н.А. Природа субструктурного упрочнения / Конева Н.А., Козлов Э.В. // Изв. вузов. Физика – 1982. – № 8 – с. 3–14.
78. Рыбин В.В. Вязкое разрушение молибдена как следствие фрагментации структуры / Рыбин В.В., Вергазов А.Н., Лихачев В.А. // Физика металлов и металловедение – 1974. – т. 37 – № 2 – с. 620–624.
79. Вергазов А.Н. Исследование фрагментированной структуры, образующейся в молибдене при активной пластической деформации / Вергазов А.Н., Лихачев В.А., Рыбин В.В. // Физика металлов и металловедение – 1976. – т. 42 – № 1 – с. 1241–1246.
80. Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов / Рыбин В.В. // Металлургия – 1986. – т. 224 – с. 9–1.
81. Salishchev G.A. Development of Ti–6Al–4V sheet with low temperature superplastic properties / Salishchev G.A, Galeyev R.M., Valiakmetov O.R., Safiullin R.V., Lutfullin R.Y., Senkov O.N., Froes F.H., Kaibyshev O.A. // Journal of Materials Processing Technology – 2001. –vol. 116 – № 2 – pp. 265–268.
82. Lowe T. Producing nanoscale microstructures through severe plastic deformation / Lowe T., Valiev R. // Jom – 2000. –vol. 52 – № 4 – pp. 27.
83. Валиев Р.З. Объемные наноструктурные металлические материалы: недавние достижения и новые тенденции / Валиев Р.З. – 2007.
84. Zehetbauer M.J. Nanomaterials by severe plastic deformation / M. J. Zehetbauer, R. Z. Valiev – Wiley Online Library, 2004.
85. Langdon T.G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: achieving exceptional properties through grain refinement / Langdon T.G. // Acta Materialia – 2013. –vol. 61 – № 19 – pp. 7035–7059.
86. Рыбин В.В. Анализ разориентированных структур в модельном соединении медь-медь, полученном сваркой взрывом / Рыбин В.В., Золоторевский Н.Ю., Ушанова Э. А. // Журнал технической физики – 2014. – т. 84 – № 12.

87. Рыбин В.В. Модель формирования оборванных дислокационных границ на стыковых дисклинациях / Рыбин В.В., Перевезенцев В.Н., Свирина Ю.В. // Журнал технической физики – 2016. – т. 86 – № 6 – с.100–105.

88. Рыбин В.В. Стыковые дисклинации в пластически деформируемых кристаллах / Рыбин В.В., Зисман А.А., Золоторевский Н.Ю. // Физика твердого тела – 1985. – т. 27 – № 1 – с.181–186.

89. Romanov A. Mechanics and physics of disclinations in solids / Romanov A. // European Journal of Mechanics-A/Solids – 2003. –vol. 22 – № 5 – pp. 727–741.

90. Romanov A.E. Application of disclination concept to solid structures / Romanov A.E., Kolesnikova A.L. // Progress in materials science – 2009. –vol. 54 – № 6 – P.740–769.

91. Гольдштейн М.И. Специальные стали. Учебник для вузов / Гольдштейн М.И., Грачев С.В., Векслер Ю.Г. – 1985.

92. Арзамасов Б.Н. Материаловедение. Учебник для высших технических учебных заведений / Арзамасов Б.Н., Сидорин И.И., Косолапов Г.Ф., Макарова В.И., Мухин Г.Г., Рыжов Н.М., Силаева В.И., Ульянова Н.В. – 1986.

93. Lo K.H. Recent developments in stainless steels / Lo K.H., Shek C.H., Lai J. // Materials Science and Engineering: R: Reports – 2009. –vol. 65 – № 4 – pp. 39–104.

94. Martienssen W. / Martienssen W., Warlimont H. // Springer Handbook of Condensed Matter and Materials Data – 2005.

95. Murr L. Effects of strain state and strain rate on deformation-induced transformation in 304 stainless steel: Part II. Microstructural study / Murr L., Staudhammer K., Hecker S. // Metallurgical Transactions A – 1982. –vol. 13 – № 4 – pp. 627–635.

96. Sundara Raman S.G. Tensile deformation-induced martensitic transformation in AISI 304LN austenitic stainless steel / Sundara Raman S.G., Padmanabhan K. // Journal of Materials Science Letters – 1994. –vol. 13 – № 5 – pp. 389–392.

97. Das A. Morphologies and characteristics of deformation induced martensite during tensile deformation of 304 LN stainless steel / Das A., Sivaprasad S., Ghosh M., Chakraborti P., Tarafder S. // Materials Science and Engineering: A – 2008. –vol. 486 – № 1 – pp. 283–286.

98. Mirzadeh H. Correlation between processing parameters and strain-induced martensitic transformation in cold worked AISI 301 stainless steel / Mirzadeh H., Najafizadeh A. // *Materials characterization* – 2008. –vol. 59 – № 11 – pp. 1650–1654.
99. De A.K. Deformation-induced phase transformation and strain hardening in type 304 austenitic stainless steel / De A.K., Speer J.G., Matlock D.K., Murdock D.C., Mataya M.C., Comstock Jr R.J. // *Metallurgical and Materials Transactions A* – 2006. –vol. 37 – № 6 – pp. 1875–1886.
100. Wu C.-C. Inverse effect of strain rate on mechanical behavior and phase transformation of superaustenitic stainless steel / Wu C.-C., Wang S.-H., Chen C.-Y., Yang J.-R., Chiu P.-K., Fang J. // *Scripta materialia* – 2007. –vol. 56 – № 8 – pp. 717–720.
101. Belyakov A. Microstructure evolution in ferritic stainless steels during large strain deformation / Belyakov A., Kimura Y., Adachi Y., Tsuzaki K. // *Materials Transactions* – 2004. –vol. 45 – № 9 – pp. 2812–2821.
102. Odnobokova M. Formation of ultrafine-grained structures in 304L and 316L stainless steels by recrystallization and reverse phase transformation / Odnobokova M., Belyakov A., Kipelova A., Kaibyshev R. // *Materials Science Forum* – 2016. –vol. 838–839 – pp. 410–415.
103. Odnobokova M. Effect of Severe Cold or Warm Deformation on Microstructure Evolution and Tensile Behavior of a 316L Stainless Steel / Odnobokova M., Belyakov A., Kaibyshev R. // *Advanced Engineering Materials* – 2015. –vol. 17 – № 12 – pp. 1812–1820.
104. Odnobokova M. Development of nanocrystalline 304L stainless steel by large strain cold working / Odnobokova M., Belyakov A., Kaibyshev R. // *Metals* – 2015. –vol. 5 – № 2 – pp. 656–668.
105. Laha K. An advanced creep cavitation resistance Cu-containing 18Cr–12Ni–Nb austenitic stainless steel / Laha K., Kyono J., Shinya N. // *Scripta Materialia* – 2007. –vol. 56 – № 10 – pp. 915–918.
106. Caminada S. Creep properties and microstructural evolution of austenitic Tempaloy steels / Caminada S., Cumino G., Cipolla L., Venditti D., Di Gianfrancesco A., Minami Y., Ono T. // *International journal of pressure vessels and piping* – 2010. –vol. 87 – № 6 – pp. 336–344.

107. Iseda A. Long term creep properties and microstructure of Super304H, TP347HFG and HR3C for A-USC boilers / Iseda A., Okada H., Semba H. al, Igarashi M. // *Energy Materials* – 2013.
108. Masuyama F. Alloy development and material issues with increasing steam temperature //Proc. 4th International Conference on Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants. – 2004.
109. Sawaragi Y., Hirano S. The development of a new 18-8 austenitic steel (0.1 C-18Cr-9Ni-3Cu-Nb, N) with high elevated temperature strength for fossil fired boilers //New alloys for pressure vessels and piping. – 1990.
110. Bai J. Coherent precipitation of copper in Super304H austenite steel / Bai J., Liu P., Zhu Y., Li X., Chi C., Yu H., Xie X., Zhan Q. // *Materials Science and Engineering: A* – 2013. – vol. 584 – pp. 57–62.
111. Cheng S. C. et al. Copper in Super 304H Heat Resistant Steel //1st International Conference «Supper High Strength Steel». Contribution. – №. 152..
112. Nakada N. Deformation-induced martensitic transformation behavior in cold-rolled and cold-drawn type 316 stainless steels / Nakada N., Ito H., Matsuoka Y., Tsuchiyama T., Takaki S. // *Acta Materialia* – 2010. –vol. 58 – № 3 – pp. 895–903.
113. Eskandari M. Formation of nanocrystalline structure in 301 stainless steel produced by martensite treatment / Eskandari M., Kermanpur A., Najafizadeh A. // *Metallurgical and Materials Transactions A* – 2009. –vol. 40 – № 9 – pp. 2241–2249.
114. Eskandari M. Effect of strain-induced martensite on the formation of nanocrystalline 316L stainless steel after cold rolling and annealing / Eskandari M., Najafizadeh A., Kermanpur A. // *Materials Science and Engineering: A* – 2009. –vol. 519 – № 1 – pp. 46–50.
115. Tsuchida N. Stress-induced martensitic transformation behaviors at various temperatures and their TRIP effects in SUS304 metastable austenitic stainless steel / Tsuchida N., Morimoto Y., Tonan T., Shibata Y., Fukaura K., Ueji R. // *ISIJ international* – 2011. –vol. 51 – № 1 – pp. 124–129.
116. Tsuji N. Enhanced structural refinement by combining phase transformation and plastic deformation in steels / Tsuji N., Maki T. // *Scripta Materialia* – 2009. –vol. 60 – № 12 – pp. 1044–1049.

117. Jafarian H. Martensitic Transformation from Ultrafine Grained Austenite Fabricated by ARB in Fe-24Ni-0.3 C Trans Tech Publ, 2011. – 361–366 p.
118. Choi J.-Y. Strain induced martensite formation and its effect on strain hardening behavior in the cold drawn 304 austenitic stainless steels / Choi J.-Y., Jin W. // Scripta Materialia – 1997. –vol. 36 – № 1 – pp. 99–104.
119. Stringfellow R. A constitutive model for transformation plasticity accompanying strain-induced martensitic transformations in metastable austenitic steels / Stringfellow R., Parks D., Olson G. // Acta Metallurgica et Materialia – 1992. –vol. 40 – № 7 – pp. 1703–1716.
120. Sahu P. Martensitic Transformation During Cold Rolling Deformation of an Austenitic Fe-26Mn-0.14 C Alloy / Sahu P., Hamada A., Sahu T., Puustinen J., Oittinen T., Karjalainen L. // Metallurgical and Materials Transactions A – 2012. –vol. 43 – № 1 – pp. 47–55.
121. Han H.N. A model for deformation behavior and mechanically induced martensitic transformation of metastable austenitic steel / Han H.N., Lee C.G., Oh C.-S., Lee T.-H., Kim S.-J. // Acta Materialia – 2004. –vol. 52 – № 17 – pp. 5203–5214.
122. Zhang H. Formation of nanostructured surface layer on AISI 304 stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment / Zhang H., Hei Z., Liu G., Lu J., Lu K. // Acta materialia – 2003. –vol. 51 – № 7 – pp. 1871–1881.
123. Forouzan F. Production of nano/submicron grained AISI 304L stainless steel through the martensite reversion process / Forouzan F., Najafizadeh A., Kermanpur A., Hedayati A., Surkialabad R. // Materials Science and Engineering: A – 2010. –vol. 527 – № 27 – pp. 7334–7339.
124. Rezaee A. Production of nano/ultrafine grained AISI 201L stainless steel through advanced thermo-mechanical treatment / Rezaee A., Kermanpur A., Najafizadeh A., Moallemi M. // Materials Science and Engineering: A – 2011. –vol. 528 – № 15 – pp. 5025–5029.
125. Huang X. Ultrafine structure and high strength in cold-rolled martensite / Huang X., Morito S., Hansen N., Maki T. // Metallurgical and Materials Transactions A – 2012. –vol. 43 – № 10 – pp. 3517–3531.

126. Belyakov A. Ultrafine grain evolution in austenitic stainless steel during large strain deformation and subsequent annealing / Belyakov A., Tsuzaki K., Kaibyshev R. // *Materials Science Forum* – 2012. –vol. 715–716 – pp. 273–278.

127. Dobatkin S. Structure formation, phase transformations and properties in Cr–Ni austenitic steel after equal-channel angular pressing and heating / Dobatkin S., Rybal'chenko O., Raab G. // *Materials Science and Engineering: A* – 2007. –vol. 463 – № 1 – pp. 41–45.

128. Dobatkin S. Structure and fatigue properties of Cr-Ni-Ti austenitic steel after equal channel angular pressing / Dobatkin S., Skrotzki W., Terent'ev V., Rybalchenko O., Belyakov A., Prosvirnin D., Zolotarev E. // *Advanced Materials Research* – 2014. –vol. 783–786 – pp. 2611–2616.

129. Hurley P. The application of EBSD to the study of substructural development in a cold rolled single-phase aluminium alloy / Hurley P., Humphreys F. // *Acta Materialia* – 2003. – vol. 51 – № 4 – pp. 1087–1102.

130. Sitdikov O. Grain refinement in coarse-grained 7475 Al alloy during severe hot forging / Sitdikov O., Sakai* T., Goloborodko A., Miura H., Kaibyshev R. // *Philosophical Magazine* – 2005. –vol. 85 – № 11 – pp. 1159–1175.

131. Belyakov A. Recovery and recrystallization in ferritic stainless steel after large strain deformation / Belyakov A., Kimura Y., Tsuzaki K. // *Materials Science and Engineering A* – 2005. –vol. 403 – № 1–2 – pp. 249–259.

132. Humphreys F. Developing stable fine-grain microstructures by large strain deformation / Humphreys F., Prangnell P., Bowen J., Gholinia A., Harris C. // *Philosophical Transactions of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* – 1999. –vol. 357 – № 1756 – pp. 663–1681.

133. Armstrong R. Dislocation queueing and fracture in an elastically anisotropic material / Armstrong R., Head A. // *Acta Metallurgica* – 1965. –vol. 13 – № 7 – pp. 759–764.

134. Heslop J. The ductile-brittle transition in the fracture of α -iron: II / Heslop J., Petch N. // *Philosophical Magazine* – 1958. –vol. 3 – № 34 – pp. 1128–1136.

135. Pande C. Pile-up based Hall-Petch relation for nanoscale materials / Pande C., Masumura R., Armstrong R. // *Nanostructured materials* – 1993. –vol. 2 – № 3 – pp. 323–331.

136. Cracknell A. Frictional forces on dislocation arrays at the lower yield point in iron / Cracknell A., Petch N. // *Acta Metallurgica* – 1955. –vol. 3 – № 2 – pp. 186–189.
137. Armstrong R. Theory of the tensile ductile-brittle behavior of poly-crystalline hcp materials, with application to beryllium / Armstrong R. // *Acta Metallurgica* – 1968. –vol. 16 – № 3 – pp. 347–355.
138. Spitzig W.A. The effect of orientation and temperature on the plastic flow properties of iron single crystals / Spitzig W.A., Keh A.S. // *Acta Metallurgica* – 1970. –vol. 18 – № 6 – pp. 611–622.
139. Embury J. The structure and properties of drawn pearlite / Embury J., Fisher R. // *Acta Metallurgica* – 1966. –vol. 14 – № 2 – pp. 147–159.
140. Хирт Д. Теория дислокаций/Под ред. ЭМ Надгорного, ЮА Осипьяна / Хирт Д., Лоте И. // М.: Атомиздат – 1972.
141. Schino A.D. Effects of martensite formation and austenite reversion on grain refining of AISI 304 stainless steel / Schino A.D., Salvatori I., Kenny J. // *Journal of Materials Science* – 2002. –vol. 37 – № 21 – pp. 4561–4565.
142. Schino A.D. Development of ultra fine grain structure by martensitic reversion in stainless steel / Schino A.D., Barteri M., Kenny J. // *Journal of materials science letters* – 2002. – vol. 21 – № 9 – pp. 751–753.
143. Zhang X. Nanoscale-twinning-induced strengthening in austenitic stainless steel thin films / Zhang X., Misra A., Wang H., Nastasi M., Embury J., Mitchell T., Hoagland R., Hirth J. // *Applied physics letters* – 2004. –vol. 84 – № 7 – pp. 1096–1098.
144. Zhang X. Effects of deposition parameters on residual stresses, hardness and electrical resistivity of nanoscale twinned 304 stainless steel thin films / Zhang X., Misra A., Wang H., Lima A., Hundley M., Hoagland R. // *Journal of applied physics* – 2005. –vol. 97 – № 9 – pp. 094302.
145. Murata Y. Recent Trends in the Production and Use of High Strength Stainless Steels. / Murata Y., Ohashi S., Uematsu Y. // *ISIJ international* – 1993. –vol. 33 – № 7 – pp. 711–720.

146. Rajasekhara S. Hall–Petch behavior in ultra-fine-grained AISI 301LN stainless steel / Rajasekhara S., Ferreira P., Karjalainen L., Kyröläinen A. // Metallurgical and Materials Transactions A – 2007. –vol. 38 – № 6 – pp. 1202–1210.
147. Kashyap B. On the Hall-Petch relationship and substructural evolution in type 316L stainless steel / Kashyap B., Tangri K. // Acta metallurgica et materialia – 1995. –vol. 43 – № 11 – pp. 3971–3981.
148. Kashyap B. Hall-Petch relationship and substructural evolution in boron containing type 316L stainless steel / Kashyap B., Tangri K. // Acta materialia – 1997. –vol. 45 – № 6 – pp. 2383–2395.
149. Singh K. Hall-Petch behaviour of 316L austenitic stainless steel at elevated temperatures / Singh K., Sangal S., Murty G. // Materials science and technology – 2002. –vol. 18 – № 10 – pp. 1168–1178.
150. Singh K. Hall–Petch behaviour of 316L austenitic stainless steel at room temperature / Singh K., Sangal S., Murty G. // Materials science and technology – 2002. –vol. 18 – № 2 – pp. 165–172.
151. Kocks U. The relation between polycrystal deformation and single-crystal deformation / Kocks U. // Metallurgical and Materials Transactions – 1970. –vol. 1 – № 5 – pp. 1121–1143.
152. Lee W.-S. Impact properties and microstructure evolution of 304L stainless steel / Lee W.-S., Lin C.-F. // Materials Science and Engineering: A – 2001. –vol. 308 – № 1 – pp. 124–135.
153. Gavriljuk V. Effect of nitrogen on the electron structure and stacking fault energy in austenitic steels / Gavriljuk V., Petrov Y., Shanina B. // Scripta materialia – 2006. –vol. 55 – № 6 – pp. 537–540.
154. Hull D. / Hull D., Bacon D.J. // Introduction to Dislocations – 1984.
155. Салтыков А.И. Стереометрическая металлография (стереология металлических материалов) / Салтыков А. – 1976.
156. Брандон Д. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля / Брандон Д., Каплан У. // М.: Техносфера – 2004. – т. 384 – с. 1.

157. Томас Г. Просвечивающая электронная микроскопия материалов: Пер. с англ / Г. Томас, М. Д. Гориндж, Б. К. Вайнштейн – Наука. Гл. ред. физ.-мат. лит., 1983.
158. Hall E. The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results / Hall E. // Proceedings of the Physical Society. Section B – 1951. –vol. 64 – № 9 – pp. 747.
159. Young C.M. Sub-Grain Formation and Sub-Grain-Boundary Strengthening in Fe-Based Materials / Young C.M., Sherby O.D. // J. Iron Steel Inst. – 1973. –vol. 211 – № 9 – pp. 640–647.
160. Yanushkevich Z. Structural strengthening of an austenitic stainless steel subjected to warm-to-hot working / Yanushkevich Z., Mogucheva A., Tikhonova M., Belyakov A., Kaibyshev R. // Materials characterization – 2011. –vol. 62 – № 4 – pp. 432–437.
161. Belyakov A. Dynamic recrystallization under warm deformation of a 304 type austenitic stainless steel / Belyakov A., Miura H., Sakai T. // Materials Science and Engineering: A – 1998. –vol. 255 – № 1 – pp. 139–147.
162. Solberg J. Influence of ultra-high strains at elevated temperatures on the microstructure of aluminium. Part I / Solberg J., McQueen H., Ryum N., Nes E. // Philosophical Magazine A – 1989. –vol. 60 – № 4 – pp. 447–471.
163. Hales S. Recrystallization and superplasticity at 300 C in an aluminum-magnesium alloy / Hales S., McNelley T., McQueen H. // Metallurgical Transactions A – 1991. –vol. 22 – № 5 – pp. 1037–1047.
164. Qing L. On deformation-induced continuous recrystallization in a superplastic Al Li Cu Mg Zr alloy / Qing L., Xiaoxu H., Mei Y., Jinfeng Y. // Acta metallurgica et materialia – 1992. –vol. 40 – № 7 – pp. 1753–1762.
165. Gourdet S. Recrystallization during hot deformation of aluminium/ Konopleva, E. V., McQueen, H. J., & Montheillet, F. //Materials Science Forum. – Trans Tech Publications, 1996. – vol. 217. – pp. 441-446.
166. Tsuzaki K. Mechanism of dynamic continuous recrystallization during superplastic deformation in a microduplex stainless steel / Tsuzaki K., Huang X., Maki T. // Acta materialia – 1996. –vol. 44 – № 11 – pp. 4491–4499.

167. Tsuji N. Dynamic recrystallization of ferrite in interstitial free steel / Tsuji N., Matsubara Y., Saito Y. // *Scripta materialia* – 1997. –vol. 37 – № 4 – pp. 477–484.
168. Belyakov A. Fine-Grained Structure Formation in Austenitic Stainless Steel under Multiple Deformation at 0.5T m / Belyakov A., Sakai T., Miura H. // *Materials Transactions, JIM* – 2000. –vol. 41 – № 4 – pp. 476–484.
169. Jafari M. Correlation between Zener–Hollomon parameter and necklace DRX during hot deformation of 316 stainless steel / Jafari M., Najafizadeh A. // *Materials Science and Engineering: A* – 2009. –vol. 501 – № 1 – pp. 16–25.
170. Beladi H. On the characteristics of substructure development through dynamic recrystallization / Beladi H., Cizek P., Hodgson P.D. // *Acta materialia* – 2010. –vol. 58 – № 9 – pp. 3531–3541.
171. Murty S. Effect of initial grain size on evolved ferrite grain size during high Z large strain deformation / Murty S., Torizuka S., Nagai K., Kitai T., Kogo Y. // *Materials Science and Technology* – 2010. –vol. 26 – № 7 – pp. 879–885.
172. Belyakov A. Regularities of grain refinement in an austenitic stainless steel during multiple warm working / Belyakov A., Tikhonova M., Yanushkevich Z., Kaibyshev R. // *Materials Science Forum* – 2013. –vol. 753 – pp. 411–416.
173. Tikhonova M. Strain-induced grain evolution in an austenitic stainless steel under warm multiple forging / Tikhonova M., Belyakov A., Kaibyshev R. // *Materials Science and Engineering A* – 2013. –vol. 564 – pp. 413–422.
174. Kocks U.F. Physics and phenomenology of strain hardening: The FCC case / Kocks U.F., Mecking H. // *Progress in Materials Science* – 2003. –vol. 48 – № 3 – pp. 171–273.
175. Bouaziz O. Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels / Bouaziz O., Allain S., Scott C. // *Scripta Materialia* – 2008. – vol. 58 – № 6 – pp. 484–487.
176. Salishchev G. Effect of deformation on misorientations of grain boundaries in metallic materials / Salishchev G., Mironov S., Zherebtsov S., Belyakov A. // *Materials Physics and Mechanics* – 2016. –vol. 25 – № 1 – pp. 42–48.

177. Salishchev G. Changes in misorientations of grain boundaries in titanium during deformation / Salishchev G., Mironov S., Zharebtsov S., Belyakov A. // *Materials Characterization* – 2010. –vol. 61 – № 7 – pp. 732–739.

178. Hughes D. Geometrically necessary boundaries, incidental dislocation boundaries and geometrically necessary dislocations / Hughes D., Hansen N., Bammann D. // *Scripta Materialia* – 2003. –vol. 48 – № 2 – pp. 147–153.

179. Belyakov A. Development of a high-strength high-conductivity Cu-Ni-P alloy. Part II: Processing by severe deformation / Belyakov A., Murayama M., Sakai Y., Tsuzaki K., Okubo M., Eto M., Kimura T. // *Journal of Electronic Materials* – 2006. –vol. 35 – № 11 – pp. 2000–2008.

180. Belyakov A. Regularities of deformation microstructures in ferritic stainless steels during large strain cold working / Belyakov A., Tsuzaki K., Kimura Y. // *ISIJ International* – 2008. –vol. 48 – № 8 – pp. 1071–1079.

181. Shakhova I. Grain refinement in a Cu-Cr-Zr alloy during multidirectional forging / Shakhova I., Yanushkevich Z., Fedorova I., Belyakov A., Kaibyshev R. // *Materials Science and Engineering A* – 2014. –vol. 606 – pp. 380–389.

182. Belyakov A.N. Structural changes in a ferritic steel during hot deformation / Belyakov A.N., Kaibyshev R.O. // *Phys. Met. Metallogr.* – 1994. –vol. 78 – № 1 – pp. 91–97.

183. Laasraoui A. Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates / Laasraoui A., Jonas J.J. // *Metallurgical Transactions A* – 1991. –vol. 22 – № 7 – pp. 1545–1558.

184. Jonas J.J. The Avrami kinetics of dynamic recrystallization / Jonas J.J., Quelellenc X., Jiang L., Martin E. // *Acta Materialia* – 2009. –vol. 57 – № 9 – pp. 2748–2756.

185. Bouaziz O. Critical grain size for dislocation storage and consequences for strain hardening of nanocrystalline materials / Bouaziz O., Estrin Y., Bréchet Y., Embury J.D. // *Scripta Materialia* – 2010. –vol. 63 – № 5 – pp. 477–479.

186. Choudhary B. Influence of Strain Rate and Temperature on Tensile Deformation and Fracture Behavior of Type 316L (N) Austenitic Stainless Steel / Choudhary B. // *Metallurgical and Materials Transactions A* – 2014. –vol. 45 – № 1 – pp. 302–316.

187. Rao V.K. The grain size dependence of flow and fracture in a Cr-Mn-N austenitic steel from 300 to 1300K / Rao V.K., Taplin D., Rao P.R. // Metallurgical Transactions A – 1975. –vol. 6 – № 1 – pp. 77–86.

188. Schneibel J. Temperature dependence of the strength of fine-and ultrafine-grained materials / Schneibel J., Heilmaier M., Blum W., Hasemann G., Shanmugasundaram T. // Acta Materialia – 2011. –vol. 59 – № 3 – pp. 1300–1308.

189. Hansen N. Hall–Petch relation and boundary strengthening / Hansen N. // Scripta Materialia – 2004. –vol. 51 – № 8 – pp. 801–806.

190. Shakhova I. Effect of large strain cold rolling and subsequent annealing on microstructure and mechanical properties of an austenitic stainless steel / Shakhova I., Dudko V., Belyakov A., Tsuzaki K., Kaibyshev R. // Materials Science and Engineering A – 2012. –vol. 545 – pp. 176–186.

191. Abramova M. Grain boundary segregation induced strengthening of an ultrafine-grained austenitic stainless steel / Abramova M., Enikeev N., Valiev R., Etienne A., Radiguet B., Ivanisenko Y., Sauvage X. // Materials Letters – 2014. –vol. 136 – pp. 349–352.

192. Hall E.O. The deformation and ageing of mild steel: II Characteristics of the Lüders deformation / Hall E.O. // Proceedings of the Physical Society. Section B – 1951. –vol. 64 – № 9 – pp. 42–747.

193. Armstrong R. The plastic deformation of polycrystalline aggregates / Armstrong R., Codd I., Douthwaite R.M., Petch N.J. // Philos. Mag. – 1962. –vol. 7 – pp. 45–58.

194. Li J.C.M. The role of dislocations in the flow stress grain size relationships / Li J.C.M., Chou Y.T. // Metallurgical and Materials Transactions – 1970. –vol. 1 – № 5 – pp. 1145–1159.