На правах рукописи

Кусакин Павел Сергеевич

# ВЛИЯНИЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ ВЫСОКОМАРГАНЦЕВЫХ СТАЛЕЙ

Специальность 05.16.01 Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

# ΑΒΤΟΡΕΦΕΡΑΤ

диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук

Белгород - 2016

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

Научный руководитель: КАЙБЫШЕВ Рустам Оскарович, доктор физико-математических наук, руководитель лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов НИУ «БелГУ»

Официальные оппоненты: ПОПОВ Артемий Александрович, доктор технических наук, профессор («Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина»)

> ТЕРЕНТЬЕВ Владимир Фёдорович, доктор технических наук, профессор (ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук»)

# Ведущая организация: ФГБУН «Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН»

Защита состоится 02 марта 2017 г. в 15:30 на заседании диссертационного совета Д 212.132.08 на базе Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования "Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС" по адресу 119991, г. Москва, Ленинский проспект, д. 4, ауд. А-305.

С диссертацией библиотеке В Федерального можно ознакомиться государственного образовательного автономного учреждения высшего «Национальный профессионального образования исследовательский технологический университет «МИСиС» и на сайте www.misis.ru.

Автореферат разослан «\_\_\_\_» \_\_\_\_2017г.

Ученый секретарь диссертационного совета Д 212.132.08 профессор, доктор физико-математических наук

С. М с.И. Мухин

#### ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Развитие сталей, из которых изготавливаются кузова автомобилей, идет в направлении увеличения прочности и пластичности при комнатной температуре. Основное требование к автомобильным сталям – это способность к глубокой вытяжке, которая обеспечивается за счет оптимального сочетания прочности и пластичности. Эта операция является первой и самой сложной технологической операцией при листовой штамповке панелей и других деталей кузова. В настоящее время для изготовления корпусов автомобилей применяются низкоуглеродистые стали ферритного класса. Последним поколением этих сталей являются стали свободные от атомов внедрения (interstitial free – IF). Их временное сопротивление разрушению ( $\sigma_{\rm B}$ ) достигает 320 МПа при пластичности ( $\delta$ ) в 45%. Для силовых элементов автомобиля используются стали с двухфазной или многофазной (DP стали). структурой, содержащие либо феррит+мартенсит либо мартенсит/бейнит с большим количеством остаточного аустенита, который при холодной вытяжке трансформируется в мартенсит деформации (TRIP стали), либо стали, в которых ферритно-мартенситная структура сочетается с остаточным аустенитом (СР-К стали). Величина временного сопротивления разрушению в этих сталях может достигать 1000 МПа, а вот относительное удлинение находится на минимально возможном уровне в 15%. Соответственно, IF стали применяют для корпусных панелей, которые требуют большого коэффициента вытяжки, а DP для силовых элементов корпуса (лонжероны, поперечные силовые балки и т.д.), которые требуют высокой прочности и небольших степеней вытяжки. В качестве характеристики автосталей используют обобщенный показатель прочности и пластичности равный произведению временного сопротивления разрушению на удлинение после разрыва,  $\sigma_B \times \delta$ . Для большинства автосталей величина  $\sigma_B \times \delta$  изменяется в пределах 1...2×10<sup>4</sup> МПа×%. То есть, повышение прочности автосталей достигается за счет понижения пластичности и наоборот. Применение самых современных способов управления химическим составом и термомеханической обработки низколегированных сталей позволяет лишь создать автостали с оптимальной для определенных элементов кузова автомобиля комбинацией прочности и пластичности.

Качественный скачок в развитии автосталей был достигнут в конце XX века, когда были созданы деформируемые высокомарганцевые стали с абсолютно другим микроструктурным дизайном. Это высокомарганцевые стали с аустенитной матрицей, в которых, как в стали Гадфильда, при холодной деформации развивается двойникование, что обеспечивает сверхвысокую

(~100%) пластичность. Данный эффект получил название TWIP (Twinning Induced Plasticity – пластичность, наведенная двойникованием). TWIP стали содержат от 18 до 32 вес.% Мп, а также до 1% С, 3% Al и 3% Si. Максимальные величины  $\sigma_B \times \delta$  для этих сталей составляют 6-7×10<sup>4</sup> МПа×%, что делает их уникальным материалом для автомобилестроения, поскольку их величина  $\sigma_B \times \delta$  примерно в 2-3 раза выше, чем DP и IF сталей. Пластичность в листе перед холодной вытяжкой достигает 100%, а временное сопротивление превышает 650 МПа. Повышенная пластичность по сравнению с другими сталями, используемыми в автомобильной промышленности, позволяет получать детали сложной формы с меньшим количеством операций.

Основным недостатком сталей класса TWIP по сравнению с DP/CP-К сталями является низкий предел текучести, который ограничивает более широкое применение TWIP сталей. Одним из эффективных способов повышения предела текучести является термомеханическая обработка. С этой зрения данная работа, посвящённая разработке и точки оптимизации технологических процессов производства TWIP сталей с улучшенным комплексом механических свойств, является актуальной. В данной работе детально анализируются закономерности структурных изменений в процессе этой обработки и их влияние на механические свойства TWIP сталей, а также механизмы, обеспечивающие повышение прочности этих сталей за счет деформационного и термического воздействия. Практическая ценность настоящей работы обусловлена разработкой технологии получения листов из TWIР сталей с высоким комплексом механических свойств.

Цель работы – установить влияние холодной пластической деформации и последующей термической обработки на структуру и механическое поведение Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al сталей. Для достижения поставленной цели решались следующие частные задачи:

1. Установить влияние холодной прокатки с различными степенями обжатия и температуры последеформационных отжигов на структурные изменения.

2. Выявить влияние структуры на механические свойства, определить вклады структурного и дислокационного упрочнения сталей.

3. Установить природу высокой пластичности сталей на основе анализа стадийности их деформационного поведения при растяжении (продолжительность и интенсивность деформационного упрочнения на разных стадиях пластического течения) в зависимости от исходного структурного состояния, а также от химического состава.

#### Научная новизна.

1. Показано, что в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в процессе холодной прокатки происходит фрагментация исходных зерен на нанообласти, окруженные большеугловыми границами как за счет механического двойникования, которое развивается при степенях деформации ≤0,5, так и за счет образования полос сдвига при больших степенях деформации. При степенях обжатия 80% расстояние между большеугловыми границами уменьшается до размеров, сопоставимых с толщиной нанодвойников, которая составляет 20 нм. Толщина вторичных двойников в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al не меняется с увеличением степени обжатия при прокатке. С увеличением степени деформации плоскости двойникования располагаются параллельно плоскости прокатки, причем границы отдельных двойников сохраняют свои кристаллографические характеристики.

2. Установлено, что высокая пластичность сталей связана с тем, что в процессе растяжения последовательность структурных изменений обеспечивает высокое деформационное упрочнение вплоть до разрушения, наступление которого коррелирует с переходом к стадии пластической нестабильности согласно критерию Консидэре. Выявлено пять стадий деформационного упрочнения. На первой стадии происходит скольжение дислокаций, на второй идет единичное двойникование, на третьей стадии развивается множественное двойникование, способствующее накоплению дислокаций в решетке, на четвертой стадии достигается предел фрагментации зерен за счет двойникования и начинают образовываться полосы сдвига, и на пятой стадии происходит переход от устойчивого пластического течения к неустойчивому и разрушение.

3. Показано, что в процессе холодной прокатки вклады дислокационного упрочнения и упрочнения от образования высокоугловые границ двойников равновелики. Фрагментация структуры на нанообласти, окруженные высокоугловыми границами, позволяет увеличивать плотность дислокаций для сверхбольших величин, что и является основной причиной высокого деформационного упрочнения. Предел текучести сталей может быть рассчитан Холла-Петча, по модифицированному соотношению учитывающему переменный дислокационного Твердорастворное вклад упрочнения. упрочнение высокомарганцевых сталей обеспечивается за счет повышения содержания углерода, а содержания марганца и алюминия в аустените практически не влияют на его величину.

4. Установлено, что статическая рекристаллизация в холодно деформируемых TWIP сталях начинается при относительно низкой температуре 550°С после 80% обжатия при прокатке. Двойники деформации сохраняются в структуре вплоть до начала рекристаллизации.

#### Практическая значимость.

Полученные данные по влиянию термомеханической обработки на структуру и механические свойства высокомарганцевых сталей были использованы для разработки режимов ДТО, обеспечивающих оптимальные сочетание прочности и пластичности в TWIP сталях. Эта обработка оформлена в виде заявок на патенты № 2016117287 от 04.05.2016 и № 2016103968 от 08.02.2016. Предложен и запатентован способ термомеханической обработки высокомарганцевой стали для применения в сейсмостойких конструкциях (НОУ-ХАУ №192 от 12.11.2015).

#### Положения, выносимые на защиту.

1. Влияние холодной прокатки и последеформационных отжигов на структуру и механические свойства сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al.

2. Причины влияния микроструктуры и химического состава на предел текучести высокомарганцевых сталей и вклады в него различных механизмов упрочнения.

3. Стадийность и природа деформационного упрочнения высокомарганцевых сталей в исходном и деформированном состояниях.

#### Вклад автора.

Личный вклад соискателя состоит в выполнении основного объёма экспериментальных исследований, включая подготовку экспериментальных образцов, проведение экспериментов, обработку результатов исследования, обсуждение результатов исследований, подготовку научных статей и представление докладов на научных конференциях. Соавторы публикаций принимали участие в обсуждении результатов проведенных экспериментов.

Апробация работы. Результаты, обсуждаемые в диссертационной работе, конференциях представлены на международных были И семинарах: Международная конференция с элементами научной школы для молодежи «Наноматериалы и нанотехнологии в металлургии и материаловедении» (г. 2011), «Фазовые превращения И прочность Белгород, кристаллов» (Черноголовка, 2012), «Инновации в материаловедении» (Москва, 2013), VII Международная конференция "Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений" (MPFP – 2013) (Тамбов, 2013 г.), III Всероссийская молодежная школа-конференция «Современные проблемы металловедения», (Абхазия, 2013 г.), 54 Международная конференция «Актуальные проблемы прочности» (Екатеринбург, 2013 г.), International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials «Thermec'2013», (США, 2013 г.), The International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation NANOSPD6 (Франция, 2014 г.), 4th International Symposium on Steel Science (ISSS-2014) (Япония 2014 г.), Всероссийская конференция «Инновации в материаловедении» (Москва 2015 г.), 12th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (ICSAM'2015), (Япония 2015 г.), Научные чтения им. чл.-корр. РАН И.А. Одинга «Механические свойства современных конструкционных материалов», (Москва 2016 г.), «Перспективные материалы с иерархической структурой для новых технологий и надежных конструкций», (Томск, 2016 г.), «VI Всероссийская конференция по наноматериалам с элементами научной школы для молодежи «НАНО 2016» (Москва 2016 г.).

**Публикации.** Основное содержание работы представлено в 18 научных публикациях, из которых 8 входят в перечень ВАК, 2 заявках на патенты и 1 НОУ-ХАУ.

Структура и объём работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов и списка литературы из 138 наименования, изложена на 122 страницах и содержит 65 рисунков и 10 таблиц.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

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

В ПЕРВОЙ ГЛАВЕ выполнен обзор литературных источников по диссертационной работы. Рассмотрен феномен пластичности, тематике наведенной двойникованием, а также зависимость энергии дефекта упаковки (ЭДУ) от химического состава в аустенитных сталях и влияние энергии дефектов упаковки на доминантный механизм деформации высокомарганцевых сталей. Рассмотрены существующие модели образования двойников деформации. Рассмотрены существующие представления 0 влиянии свойства химического состава на механические высокомарганцевых аустенитных сталей. Рассмотрено влияние деформационной и термической обработки на структуру и свойства высокомарганцевых сталей. На основании выполненного анализа литературы была определена цель и сформулированы задачи диссертационного исследования.

**ВО ВТОРОЙ ГЛАВЕ** описаны материалы (стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al) и методики исследования. Химические составы были выбраны таким образом, чтобы стали имели одинаковую ЭДУ равную 29 мДж/м<sup>2</sup>.

Стали в исходном состоянии были получены после горячей прокатки при температуре 1150°С с последующим отжигом при температуре 1150°С в течение 1 часа. Холодную прокатку выполняли при комнатной температуре на двухвалковом прокатном стане НАNKOOK М-ТЕСН при линейной скорости валков 10 м/мин с исходной толщины 10 мм до окончательной толщины 2 мм с деформацией за проход 10%. Общая истинная степень деформации составила

1,6. Для исследований микроструктуры и механических свойств были отобраны образцы после 20, 40, 60 и 80% обжатия. После холодной прокатки выполняли отжиги при температурах 400°С, 500°С, 550°С, 600°С, 700°С, 800°С, 900°С в течение 20 минут. Механические испытания образцов стали на растяжение проводили на универсальной испытательной машине INSTRON 5882 в соответствии с ГОСТ 1497-84. Измерения микротвердости проводили на приборе Wolpert 402MVD при нагрузке на индентор 3H в соответствии с ГОСТ 9450-76. Структурные исследования были проведены при помощи оптической микроскопии с использованием микроскопа Olympus GX71, растровой электронной микроскопии на микроскопе Quanta 600FEG, оснащенном приставкой для регистрации картин микродифракции обратно рассеянных EBSD И просвечивающей электронов (метод анализа), электронной микроскопии на микроскопе Jeol 2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ. Плотность дислокаций была определена посредством измерения внутренних напряжений по методу Уильямсона-Холла при помощи рентгеновского дифрактометра Rigaku Ultima IV.

Размер зерен измеряли методом случайных секущих. Толщину двойников деформации и расстояния между ними измеряли методом секущих, нормальных к границам двойников.

Исследования проводились на оборудовании центра коллективного пользования «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» ФГАОУ ВО НИУ «БелГУ».

**В ТРЕТЬЕЙ ГЛАВЕ** рассмотрено влияние холодной прокатки и отжига на микроструктуру высокомарганцевых сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al.

В исходном состоянии стали обладают равноосной полностью аустенитной структурой, средний размер зерна с учетом границ двойников отжига составляет 42 мкм для стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и 24 мкм для стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al. Показано, что холодная прокатка с 20% обжатия приводит к вытягиванию зерен в направлении прокатки. В благоприятно ориентированных для двойникования зернах появляются двойники деформации (профиль разориентировок по линии 1 с большим числом пиков в 60° на рис. 1), а в зернах с другой ориентировкой присутствуют линии скольжения дислокаций. Планарное скольжение ведет к образованию деформационных полос, окруженных малоугловыми границами, что подтверждается малоугловыми (до 5°) разориентировками по линии 2 (рис. 1). В микроструктуре сталей могут быть выделены 3 типа зерен: в зернах типа I отсутствуют двойники деформации, в зернах типа II присутствуют двойники одной системы двойникования, а к типу III относятся зерна, в которых присутствуют двойники нескольких систем.



Рисунок 1 – Микроструктура стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после 20% обжатия при прокатке и профили разориентировок, взятые по линиям 1 и 2

Деформационные двойники проявляются в виде шириной групп несколько микрометров, тогда как отдельные двойники имеют толщину порядка 20-40 нм. С увеличением обжатия до 40% возрастает количество деформационных двойников и увеличивается удельная доля зерен типа II и III. В то же время образуются новые деформационные двойники, пересекающие ранее образовавшиеся двойники под углом 75°, что близко к углу 70,5° между двумя плоскостями {111}, являющимися плоскостями двойникования в ГЦК решетке (рис. 2а,г). Дальнейшее увеличение обжатия до 60% приводит к увеличению плотности двойников, а также к образованию микрополос сдвига (МПС) (рис. 2б,д). Границы ранее образованных двойников деформации выравниваются параллельно плоскости прокатки. Микрополосы сдвига перерезают деформационные двойники под углом около 30°. При увеличении степени обжатия до 80% количество и ширина микрополос сдвига значительно увеличивается (рис. 2в,е).

Увеличение количества и толщины полос сдвига с увеличением степени деформации сопровождается разворотом продвойниковавших микрообъемов, так что плоскость двойникования ориентируется параллельно плоскости прокатки.



Рисунок 2 – Микроструктура сталей Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (а,б,в) и Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (г,д,е) после 40% (а,г), 60% (б,д) и 80% (в,е) обжатия при прокатке. НП – направление прокатки

Разворот продвойниковавших микрообъемов происходит как единое целое, границы отдельных двойников сохраняют свои кристаллографические характеристики, что подтверждается наличием двойниковых рефлексов на картине микродифракции (рис. 3).



Рисунок 3 – Двойники деформации в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al после 80% обжатия

Холодная прокатка приводит к резкому повышению плотности дислокаций с 10<sup>13</sup> м<sup>-2</sup> до 1,2×10<sup>15</sup> м<sup>-2</sup> в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и до 1,8×10<sup>15</sup> м<sup>-2</sup> в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после 20% обжатия. Дальнейшая деформация до 80% повышает плотность дислокаций до 3,5×10<sup>15</sup> м<sup>-2</sup> и 4.5×10<sup>15</sup> м<sup>-2</sup> в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, соответственно. Кроме того, при увеличении обжатия при прокатке с 20% до 80% наблюдалось уменьшение среднего расстояния между двойниковыми границами со 135 нм до 20 нм и с 570 нм до 33 нм в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, И соответственно. Параметры микроструктуры

сталей, подвергнутых холодной прокатке, приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Параметры микроструктуры сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, подвергнутых холодной прокатке

| Материал               | Степень обжатия при прокатке, % | Расстояние между двойниками, нм | Толщина<br>двойников,<br>нм | р <sub>дисл</sub> , 10 <sup>14</sup> м <sup>-2</sup> |
|------------------------|---------------------------------|---------------------------------|-----------------------------|--|
| Fe-18Mn-0.6C-<br>1.5Al | 0                               | -                               | -                           | 0,1±0,03   |
|                        | 20                              | 135±92                          | 31±7                        | 12,8±2,2   |
|                        | 40                              | 74±26                           | 41±3                        | 33,3±4   |
|                        | 60                              | 43±9                            | 36±12                       | 39,7±1,7   |
|                        | 80                              | 20±3                            | 16±11                       | 36,2±1,6   |
| Fe-23Mn-0.3C-<br>1.5Al | 0                               | -                               | -                           | 0,1±0,04   |
|                        | 20                              | 570±13                          | 23±4                        | 18±5,7   |
|                        | 40                              | 183±21                          | 22±4                        | 18,6±2   |
|                        | 60                              | 100±15                          | 20±2                        | 34,4±3,9   |
|                        | 80                              | 33±18                           | 22±2                        | 44,7±2,2   |

Установлено, что отжиг холоднокатаных сталей при температурах  $400^{\circ}$ С и  $500^{\circ}$ С в течение 20 минут не приводит к образованию новых зерен в структуре, однако небольшое падение твердости для образцов, прокатанных на 40-80% (рис. 4), свидетельствует о процессах возврата при температуре  $500^{\circ}$ С.



Рисунок 4 – Зависимость микротвердости стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al от степени обжатия при прокатке и температуры отжига (а) и зависимость микротвердости и размера рекристаллизованных зерен стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после прокатки с 80% обжатия от температуры отжига (б). XП20% - холодная прокатка с 20% обжатия

Обнаружено, что двойники деформации не изменяются вплоть до начала процессов рекристаллизации, например, на рис. 5а приведена микроструктура образца стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, прокатанного с обжатием 20% и отожженного при температуре 600°C, в которой одновременно присутствуют двойники деформации (обозначены «Дв») и рекристаллизованные зерна (обозначены Rx).



Рисунок 5 – Микроструктура стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al после прокатки с обжатием: (a) 20%, (b) 40% и (г) 80% и отжига на 600°С; (б) распределение границ зерен по разориентировкам на рисунке (a). На рисунке: Дв – двойники деформации, Rx – рекристаллизованные зёрна

Подтверждением наличия двойников деформации в структуре является пик на  $60^{\circ}$  на распределении разориентировок, соответствующий границе  $\Sigma3$  (рис. 5б). С увеличением степени обжатия увеличивается доля рекристаллизованных зерен, например после 40% обжатия и отжига при 600°С в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al рекристаллизованных зерен составляет около 60% доля (рис. 5b). B сильнодеформированных образцах (ХП80%) стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al при отжиге на 700°С рекристаллизация начинается в полосах сдвига, вследствие чего в этих местах рекристаллизованные зерна немного крупнее (рис. 5г).

В образцах стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, прокатанных на 80% и отожженных при 550°С, наблюдается частично рекристаллизованная структура, средний размер рекристаллизованных зерен в которой составляет 0,2±0,1 мкм, а их доля 90% (рис. 6a). Темными участками на рис. 6a обозначены около сильнодеформированные области, которые не были распознаны при EBSD анализе. С повышением температуры средний размер зерен увеличивается и после отжига на 900°С составляет 6,2±3,8 мкм (рис. 6б). Установлено, что размер рекристаллизованных зерен увеличивается с температурой отжига и уменьшается с увеличением степени обжатия при прокатке. Так, в образцах стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, прокатанных на 60% и отожженных на 600°С и 700°С, средний размер рекристаллизованных зерен составил 1,7 мкм и 2,3 мкм, соответственно, а у образцов, прокатанных на 80% и отожженных при тех же температурах, 0,8 мкм и 1,2 мкм, соответственно.



Рисунок 6 – Микроструктура стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после прокатки с обжатием80% и отжига на 550°С (а) и 900°С (б)

**В ЧЕТВЕРТОЙ ГЛАВЕ** рассматривается влияние холодной прокатки и отжигов на механические свойства сталей при растяжении, а также влияние параметров микроструктуры на механические свойства.

Испытания на растяжение показывают, что стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном состоянии обладают относительно низкими пределами текучести  $\sigma_{0,2} = 295$  МПа и 235 МПа, соответственно, и средними значениями временного сопротивления разрушению  $\sigma_{\rm B} = 790$  МПа и 660 МПа при относительном удлинении до разрушения обеих сталей в 95% (рис. 7а,б). Кроме того, сталь Fe-18Mn-0.6C-1.5Al демонстрирует зубчатость на кривой течения. Холодная прокатка с 20% обжатия приводит к повышению предела текучести и временного сопротивления до 770 МПа и 980 МПа в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и 690 МПа и 840 МПа в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, соответственно, и снижению относительного удлинения до разрушения до 35% в обеих сталях. Дальнейшее увеличение степени обжатия до 80% приводит к падению относительного удлинения до нескольких процентов (6-10% в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al И 4-7% В Fe-23Mn-0.3C-1.5Al) И значительному повышению прочностных характеристик: предел текучести и временное сопротивление составляют 1520 МПа и 1800 МПа в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и 1400 МПа и 1580 МПа в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (рис. 7а,б).



Рисунок 7 – Кривые течения сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б) в исходном состоянии и после прокатки

Отжиг сталей при температуре 400°С приводит к незначительному падению прочности без прироста пластичности во всех образцах (рис. 8а-д). При повышении температуры отжига до 500°С в образцах стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, прокатанных с 20%, 60% и 80% обжатия (рис. 8а,в,г), происходит снижение предела текучести при небольшом повышении относительного удлинения, временное сопротивление разрушению при этом не меняется. Образец с 40% обжатия отличается от них повышением временного сопротивления разрушению. В образцах стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al с 80% обжатия отжиг при 500°С приводит к падению характеристик прочности при практически неизменном относительном удлинении, а при 550°С к необычному сочетанию свойств: предел текучести составляет 690 МПа, временное сопротивление 37%.

Дальнейшее повышение температуры отжига свыше 600°С приводит к увеличению относительного удлинения всех образцов свыше 45% при снижении предела текучести и временного сопротивления с повышением температуры отжига (рис. 8а-д).

Показано, что предел текучести сталей в рекристаллизованном состоянии обратно пропорционален квадратному корню из среднего размера зерна согласно закону Холла-Петча:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_0 + K_y d^{-0,5}$$
(1)

где  $\sigma_0$  постоянная,  $K_y$  коэффициент Холла-Петча, d – средний размер зерен. Количественная оценка зависимости (рис. 8е) показывает, что  $K_y$  в обеих сталях равен 0,22 МПа×м<sup>0,5</sup>, а  $\sigma_0$  составляет 245 МПа и 195 МПа для сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, соответственно.





1.5Аl после 80% обжатия при прокатке и отжигов при температурах 400-900°С (д), зависимость предела текучести сталей от размера рекристаллизованных зерен (е)

Напряжение  $\sigma_0$  может быть записано как аддитивный вклад напряжения Пайерлса-Набарро чистого железа,  $\sigma_{\Pi-H} = 20-30$  МПа, и вклад от твердорастворного упрочнения. Для расчетов вкладов от Mn и Al была применена формула, впервые использованная Коксом с соавторами:

$$\Delta \sigma_{\rm TB,p-p} = \Sigma K_{\rm i} C_{\rm i}^{2/3} \tag{2}$$

где  $K_i$  – коэффициент упрочнения от элемента i, а  $C_i$  – концентрация элемента. Для расчетов было использовано  $\sigma_{\Pi-H}=22$  МПа,  $K_{Mn}=8,28$  МПа/%,  $K_C=262,4$  МПа/%, а алюминий практически не вносит вклада в твердорастворное упрочнение. Таким образом, предел текучести может быть описан следующей формулой:



Рисунок 9 – Сравнение экспериментальных и рассчитанных значений пределов текучести различных сталей

$$\sigma_{0,2} = \sigma_{\Pi-H} + \Sigma K_i C_i^{2/3} + K_y d^{-0,5} \qquad (3)$$

Сравнение полученных результатов с литературными данными приведено на рис. 9.

Для расчета упрочнения сталей деформированном В было состоянии использовано модифицированное уравнение Холла-Петча, дополнительно учитывающее вклад ОТ накопленных дислокаций:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_0 + K_y D^{-0.5} + \alpha M G b \rho^{0.5}$$
(4)

где D – расстояние между границами двойников деформации, α – коэффициент, M – фактор Тейлора, G – модуль сдвига, b – вектор Бюргерса, ρ – плотность дислокаций. Результаты расчетов представлены на рис. 10, постоянные, использованные в расчетах, приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Коэффициенты, использованные для расчетов в уравнении (4)

| Сталь              | σ₀, МПа | $K_y$ , МПа×м <sup>0.5</sup> | α    | Μ | G, MПa | b, м                  |
|--------------------|---------|------------------------------|------|---|--------|-----------------------|
| Fe-18Mn-0.6C-1.5Al | 245     | 0,.1                         | 0,17 | 3 | 72000  | $2,4 \times 10^{-10}$ |
| Fe-23Mn-0.3C-1.5Al | 195     | 0,1                          | 0,17 | 3 | 72000  | $2,4 \times 10^{-10}$ |

Из расчетов следует, что коэффициент зернограничного упрочнения от границ двойников деформации в уравнении (4) вдвое ниже, чем упрочнения от границ исходных аустенитных зерен в уравнении (1).



Рисунок 10 – Экспериментальные и расчетные значения пределов текучести и вклады отдельных механизмов упрочнения для образцов сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б), подвергнутых холодной прокатке

ПЯТОЙ B ГЛАВЕ рассматривается природа деформационного упрочнения высокомарганцевых сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5АІ. Показано, что обе стали в исходном состоянии показывают схожее деформационное упрочнение, характеризующееся падением деформационного упрочнения до истинной деформации 0,2, увеличением деформационного упрочнения в интервале истинной деформации 0,2-0,5 и последующем падении до нуля (рис. 11а,б). Стали после прокатки до 20% демонстрируют падение деформационного упрочнения до истинной деформации 0,05, после чего идет линейный участок в интервале истинной деформации 0,05-0,2 и затем падение нуля. Образцы сталей, прокатанные с обжатием 40% И выше, ДО демонстрируют резкое падение деформационного упрочнения практически сразу после начала деформации.



Рисунок 11 – Кривые деформационного упрочнения do/dɛ сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б) в исходном состоянии и после холодной прокатки

На кривых деформационного упрочнения do/dɛ-ɛ при растяжении сталей в исходном состоянии можно выделить 5 хорошо различимых стадий, обозначенных цифрами I-V на рисунках 11а и 116 для сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, соответственно. Истинная степень деформации, при которой развивается каждая из стадий деформационного упрочнения, приведена в таблице 3.

|                    |                  | • •  | -    |      |      |  |
|--------------------|------------------|------|------|------|------|--|
| Стоп               | Начало стадии, є |      |      |      |      |  |
| Сталь              | Ι                | II   | III  | IV   | V    |  |
| Fe-18Mn-0.6C-1.5Al | 0                | 0,14 | 0,21 | 0,44 | 0,52 |  |
| Fe-23Mn-0.3C-1.5Al | 0                | 0,18 | 0,22 | 0,39 | 0,49 |  |
|                    |                  | ,    | ,    | ,    | ,    |  |

Таблица 3 – Границы стадий I-Vдеформационного упрочнения на рис. 11

Было найдено, что наклон стадии III пропорционален отношению количества углерода к количеству марганца в стали (рис. 11):  $d^2\sigma/d\epsilon^2 = M \times C_C/C_{Mn}$ . Значения  $C_C/C_{Mn}$  для сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al составляют 0,033 и 0,013, соответственно, а коэффициент пропорциональности M равен 5,7×10<sup>4</sup> МПа.

Для оценки причин такого изменения деформационного упрочнения испытания на растяжение были остановлены после 20, 40, 60 и 80% (истинная деформация е = 0,18; 0,34; 0,47; 0,59), что соответствует стадиям II, III, IV и V, соответственно, для стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и стадиям I, III, IV и V для Fe-23Mn-0.3C-1.5Al. Результаты исследования микроструктуры на этих стадиях приведены на рисунке 12. Таким образом, показано, что на первой стадии не происходит образования двойников деформации (рис. 12д), а упрочнение достигается за счет скольжения частичных и полных дислокаций. На второй стадии происходит образование отдельных деформационных двойников одной системы (рис. 12а), а на третьей множественное двойникование (рис. 12б,е), способствующее накоплению дислокаций в решетке. На четвертой стадии достигается предел измельчения зерен за счет двойникования, а на пятой стадии происходит образование микрополос сдвига шириной в несколько мкм (обозначены стрелками на рис. 12 $\Gamma$ ,и) и разрушение.



Рисунок 12 – Микроструктура сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а-г) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (д-и) после 20% (а,д), 40% (б,е), 60% (в,ж) и 80% растяжения (г,и). НД – направление деформации



Рисунок 13 – Кривые истинные напряжения – истинная деформация сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном состоянии и после прокатки до 20%. Точками обозначены экспериментальные данные, сплошными линиями – расчет по уравнению Людвигсона

Для образцов обеих сталей, показывающих деформационное упрочнение (в исходном состоянии и после 20% прокатки), область равномерного удлинения на кривых течения была аппроксимированы уравнением Людвигсона:

$$\sigma = K_1 \varepsilon^{n_1} + \exp(K_2 + n_2 \varepsilon) \tag{5}$$

K<sub>1</sub>,  $K_2$ , где  $n_1$ И  $n_2$ коэффициенты, 3 истинная деформация. Уравнение Людвигсона является дополненным уравнением Холломона ( $\sigma = \sigma_0 + K\epsilon^n$ ). В

данном уравнении член  $\exp(K_2+n_2\epsilon)$  описывает отклонение от уравнения Холломона в результате планарного скольжения, имеющего место, как было показано выше, в этих сталях, как в и других материалах с низкой ЭДУ. Кроме того, минимальная деформация, после которой вклад члена  $\exp(K_2+n_2\epsilon)$ становится незначительным, а кривая может быть описана уравнением Холломона, рассчитывается из следующего соотношения (6):

$$\exp(\mathbf{K}_2 + \mathbf{n}_2 \boldsymbol{\varepsilon}_L) / \mathbf{K}_1 \boldsymbol{\varepsilon}_L^{n_1} = 0,02 \tag{6}$$

Результаты расчета приведены на рис. 13. а использованные коэффициенты и значения є сведены в таблицу 4. Отмечено, что значения параметра є для сталей в исходном состоянии точно совпадают с максимальными значениями деформационного упрочнения do/de на рис. 11, максимальной интенсивностью образования двойников связываемого с деформации. В образцах сталей после прокатки с 20% обжатия  $\varepsilon_{L} = -0.1$ , что максимальной свидетельствует интенсивности деформационного 0 двойникования при данной степени деформации.

| Сталь              | Состояние | К₁, МПа | $n_1$ | $K_2$ | n <sub>2</sub> | ε <sub>L</sub> |
|--------------------|-----------|---------|-------|-------|----------------|----------------|
| Fe-18Mn-0.6C-1.5Al | Исх       | 2208    | 0,84  | 5,65  | -5,01          | 0,492          |
|                    | ХП20%     | 1792    | 0,26  | 6,06  | -28,97         | 0,105          |
| Fe-23Mn-0.3C-1.5Al | Исх       | 1855    | 0,81  | 5,43  | -5,05          | 0,475          |
|                    | ХП20%     | 1462    | 0,22  | 5,80  | -30,65         | 0,095          |

Таблица 4 – Коэффициенты, использованные для расчетов в уравнениях (5) и (6)

#### выводы:

1. Установлено, что с увеличением степени деформации при прокатке расстояние между границами деформационных двойников уменьшается с 135±92 нм до 20±3нм в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и с 570±13 нм до 33±18 нм в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al. При этом расстояние между границами двойников после прокатки с обжатием 40% снижается В пропорционально изменению геометрических размеров образца, ЧТО свидетельствует прекращении 0 образования новых двойниковых границ при прокатке. Толщина двойников деформации при этом составляет 30±18 нм в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и 22±6 нм в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al и не меняется с увеличением степени обжатия при прокатке. Показано, что двойники деформации сохраняют двойниковую ориентацию своих границ вплоть до 80% обжатия. После 20% обжатия плотность дислокаций в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al превышает 10<sup>15</sup> м<sup>-</sup> <sup>2</sup>, а дальнейшее увеличение степени обжатия до 80% приводит к увеличению плотности дислокаций до  $3,5 \times 10^{15}$  м<sup>-2</sup> и  $4,5 \times 10^{15}$  м<sup>-2</sup>, соответственно.

2. Показано, что отжиг при температурах менее 500°С не приводит к значительным изменениям в структуре сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al. Двойники деформации остаются стабильными вплоть до начала рекристаллизации. Предложена термомеханическая обработка, которая включает в себя отжиг при 600°С после прокатки с 80% обжатием, которая обеспечивает получение субмикрокристаллической структуры с размером зерен 0,8 мкм и 0,55 мкм в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, соответственно. Формирование такой структуры обеспечивает повышение предела текучести этих сталей на 73% и 112%, а временного сопротивления разрушению на 25% и 32% при сохранении высокой пластичности в 45% и 60%, соответственно.

3. Установлено, что в рекристаллизованном состоянии предел текучести высокомарганцевых сталей может быть рассчитан как сумма вкладов от напряжений Пайерлса-Набарро, твердорастворного упрочнения от атомов марганца и углерода и напряжений от размера зерна согласно закону Холла-Петча. В деформированном состоянии высокие прочностные свойства сталей обеспечиваются измельчением структуры до наноразмерной в результате деформационного двойникования и высокой плотностью дислокаций. При этом коэффициент зернограничного упрочнения для двойниковых границ вдвое меньше, чем для границ зерен, и составляет 0,1 МПа×м<sup>0.5</sup>.

4. Установлена последовательность структурных изменений, обеспечивающих высокое деформационное упрочнение высокомарганцевых сталей. Показано, что упрочнение происходит в 5 стадий: на первой происходит скольжение частичных и полных дислокаций, на второй образование отдельных двойников одной системы, на третьей множественное деформационных двойникование, способствующее накоплению дислокаций в решетке, на четвертой стадии достигается предел измельчения зерен за счет двойникования, и на пятой стадии происходит образование микрополос сдвига и разрушение. Установлено, что деформационное упрочнение, связанное с образованием деформационных двойников, зависит от отношения количества углерода к количеству марганца в сталях. Оптимальное соотношение, обеспечивающее наиболее продолжительную третью стадию упрочнения, составляет C/Mn = 0.033.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ ПРЕДСТАВЛЕНО В СЛЕДУЮЩИХ РАБОТАХ:

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

1. Кусакин, П.С. Эволюция микроструктуры и механических свойств высокомарганцевой стали с ТWIP-эффектом при прокатке / Кусакин, П.С., Кайбышев, Р.О. // Вестник Тамбовского Университета. – 2013. – Т. 18. – С.1607–1608.

2. **Kusakin, P.** Effect of Cold Rolling on Microstructure and Mechanical Properties of a Fe-23Mn-0.3C-1.5Al TWIP Steel / Kusakin, P., Belyakov, A., Kaibyshev, R., Molodov, D.A. // Advanced Materials Research. – 2014. – T. 922. – C. 394–399.

3. **Kusakin, P.** Microstructure evolution and strengthening mechanisms of Fe-23Mn-0.3C-1.5Al TWIP steel during cold rolling / Kusakin P,.Belyakov, A., Haase, C., Kaibyshev, R., Molodov, D.A. // Material Science and Engineering A. – 2014. – T. 617. – C. 52–60.

4. **Kusakin, P.** Modeling the effect of deformation on strength of a Fe-23Mn-0.3C-1.5Al TWIP steel / Kusakin, P., Belyakov, A., Kaibyshev, R. // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2014. – T. 63. – 012059.

5. **Kusakin, P.** Ultrafine-grained structure and mechanical properties of a high-Mn twinning induced plasticity steel / Kusakin, P.S., Belyakov, A.N., Kaibyshev, R.O., Molodov, D.A. // Materials Science Forum. – 2016. – T. 838–839. – C. 392–397.

6. Kusakin, P. High-Mn twinning-induced plasticity steels: Microstructure and mechanical properties / Kusakin, P., Kaibyshev. R. // Reviews on Advanced Materials Science. -2016. -T. 44 (4). -C. 326–360.

7. **Kusakin, P.** Advanced Thermo-Mechanical Processing for a High-Mn Austenitic Steel / Kusakin, P., Tsuzaki, K., Molodov, D.A., Belyakov, A., Kaibyshev, R. // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2016. – T. 47 (12). – P. 5704-5708.

8. **Kusakin, P.** Analysis of the tensile behavior of high-Mn TWIP steel based on the microstructural evolution / Kusakin P., Belyakov A., Kaibyshev R. // AIP Conference Proceedings – 2016. – T. 1783. – 20125.

#### Патенты:

1. Заявка на патент № 2016117287 от 04.05.2016. Способ деформационнотермической обработки высокомарганцевой стали / Кайбышев Р.О., Беляков А.Н., Кусакин П.С.

2. Заявка на патент № 2016117287 от 08.02.2016. Ультравысокопрочная сталь системы Fe - Mn - Al - C, обладающая эффектом TWIP и TRIP / Кайбышев Р.О., Беляков А.Н., Кусакин П.С.

3. НОУ-ХАУ № 192 от 12.11.2015. Способ термомеханической обработки высокомарганцевой стали для применения в сейсмостойких конструкциях / Кайбышев Р.О., Беляков А.Н., Кусакин П.С.

Подписано в печать 26.12.2016. Times New Roman. Формат 60×84/16. Усл. п. л. 1,39. Тираж 150 экз. Заказ 326. Оригинал-макет подготовлен и тиражирован в ООО «Эпицентр» 308010, г. Белгород, ул. Б. Хмельницкого, д. 135, офис 1.