

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

На правах рукописи



Однобокова Марина Викторовна

УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТЫЕ СТРУКТУРЫ ДЕФОРМАЦИОННОГО
ПРОИСХОЖДЕНИЯ И СВОЙСТВА МЕТАСТАБИЛЬНЫХ АУСТЕНИТНЫХ
СТАЛЕЙ

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 – 2019

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ.....	10
1.1 Аустенитные коррозионностойкие стали	10
1.2 Структурные изменения в процессе деформационной обработки при температурах ниже 0,4Т _{пл}	15
1.2.1 Фрагментация	15
1.2.2 Деформационное двойникование	18
1.2.3 Деформационные полосы сдвига.....	20
1.2.4 Деформационное фазовое превращение	22
1.3 Процессы, идущие при нагреве в аустенитных сталях, подвергнутых деформационной обработке	25
1.3.1 Обратное фазовое $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращение	25
1.3.2 Статическая рекристаллизация	28
1.4 Текстуры деформации и рекристаллизации	30
1.5 Постановка задач исследования.....	33
ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ	35
2.1 Материал исследования	35
2.2. Методики исследования	36
2.2.1 Методика механико-термической обработки.....	36
2.2.2 Методики определения фазового состава.....	37
2.2.3 Методика исследования структуры и текстуры	38
2.2.4 Методика испытаний на статическое растяжение	42
2.2.5 Методика измерения микротвердости по Виккерсу	43
2.2.6 Методика испытаний по определению стойкости к межкристаллитной коррозии	44
ГЛАВА 3 СТРУКТУРА АУСТЕНИТНЫХ КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ СТАЛЕЙ В ПРОЦЕССЕ ХОЛОДНОЙ / ТЕПЛОЙ ПРОКАТКИ И ПОСЛЕДУЮЩЕГО ОТЖИГА.....	46
3.1 Структурные изменения в процессе холодной и теплой прокатки аустенитных коррозионностойких сталей.....	46

3.2 Кинетика измельчения зерен в процессе холодной и теплой прокатки аустенитных коррозионностойких сталей.....	61
3.3 Структурные изменения в процессе отжига холоднокатаных и теплокатаных аустенитных коррозионностойких сталей.....	68
3.4 Условия формирования ультрамелкозернистой структуры в аустенитных коррозионностойких сталях	83
3.5 Выводы по главе 3.....	85
ГЛАВА 4 ФОРМИРОВАНИЕ ТЕКСТУРЫ В АУСТЕНИТНЫХ КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ СТАЛЯХ В ПРОЦЕССЕ ХОЛОДНОЙ/ТЕПЛОЙ ПРОКАТКИ И ПОСЛЕДУЮЩЕГО ОТЖИГА..	
4.1 Формирование текстуры в процессе холодной и теплой прокатки аустенитных коррозионностойких сталей.....	87
4.2 Формирование текстуры в процессе отжига деформированных аустенитных коррозионностойких сталей.....	95
1.3 Влияние $\gamma \rightarrow \alpha'$ и $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения на формирование текстуры в аустенитных коррозионностойких сталях	99
1.4 Выводы по главе 4.....	102
ГЛАВА 5 МЕХАНИЧЕСКИЕ И КОРРОЗИОННЫЕ СВОЙСТВА АУСТЕНИТНЫХ КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ СТАЛЕЙ ПОСЛЕ ХОЛОДНОЙ/ТЕПЛОЙ ПРОКАТКИ И ПОСЛЕДУЮЩЕГО ОТЖИГА.....	
5.1 Упрочнение и разупрочнение аустенитных коррозионностойких сталей после холодной/теплой прокатки и последующего отжига.....	104
5.2 Влияние холодной и теплой прокатки на механические свойства при растяжении аустенитных коррозионностойких сталей.....	107
5.3 Влияние отжига на механические свойства при растяжении аустенитных коррозионностойких сталей подвергнутых холодной и теплой прокатке	113
5.4 Влияние холодной/теплой прокатки и последующего отжига на коррозионные свойства аустенитных коррозионностойких сталей	117
5.5 Выводы по главе 5.....	123
ОБЩИЕ ВЫВОДЫ	125
ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ.....	127
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	129

ВВЕДЕНИЕ

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

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

На момент постановки задачи исследования как механизмы упрочнения, обеспечивающие высокую прочность аустенитных коррозионностойких сталей, так и закономерности эволюции ультрамелкозернистой структуры в процессе прокатки и отжига оставались неясными. Адекватный анализ влияния микроструктурных изменений на эволюцию текстуры в метастабильных аустенитных сталях, холодная пластическая деформация которых сопровождается мартенситным превращением, требовал проведения дополнительных систематических исследований. Для выявления этой зависимости

предметом исследования должна быть не макротекстура, а локальная микротекстура в масштабах отдельного структурного элемента или группы зерен.

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

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

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Установить влияние температуры и степени обжатия при прокатке на структурные и текстурные изменения в аустенитных коррозионностойких сталях.
2. Установить влияние температуры отжига на механизмы формирования ультрамелкозернистой структуры в аустенитных коррозионностойких сталях, подвергнутым большим пластическим деформациям.
3. Установить связь между механизмами структурных изменений и формированием текстуры в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе холодной и теплой прокатки и последующего отжига.
4. Установить влияние холодной и теплой прокатки, а также последующего отжига на механические и коррозионные свойства аустенитных коррозионностойких сталей.

Научная новизна:

1. Установлены особенности формирования структуры в метастабильных аустенитных коррозионностойких сталях в процессе холодной и теплой деформации при температурах $0,18 T_{пл}$ и $0,35 T_{пл}$, соответственно. Показано, что кинетика измельчения

зерен описывается модифицированным уравнением Джонсона-Мела-Аврами-Колмогорова, на основе которого предложено соотношение для расчета среднего размера зерен в аустените и мартенсите.

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

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

4. Последеформационный отжиг после больших обжатий при прокатке приводит к ослаблению текстуры деформации, особенно компоненты Латунь без качественного изменения других основных текстурных компонент. Это связано, во-первых, с развитием непрерывной рекристаллизации, когда растут кристаллиты, сформированные при предшествующей деформации без зарождения новых ориентировок, а во-вторых с обратным мартенситным превращением в соответствии с ориентационными соотношениями Курдюмова-Закса и Нишиямы-Вассерманна, в результате которого мартенсит с ориентацией I* ($\{223\} \langle 110 \rangle$) преимущественно трансформируется в аустенит с ориентацией близкой к текстурной компоненте Госс.

5. Показано, что предел текучести аустенитных коррозионностойких сталей после холодной прокатки может быть выражен модифицированным уравнением Холла-

Петча, учитывающим вклады от аустенита и мартенсита в соответствии с их объемными долями.

Практическая значимость:

Комплексные исследования влияния холодной и теплой прокатки с последующим отжигом на формирование ультрамелкозернистой структуры и механические свойства, могут быть использованы для прогнозирования структуры и свойств аустенитных коррозионностойких сталей, подвергнутых механико-термической обработке, а также при разработке технологии получения полуфабрикатов из аустенитных коррозионностойких сталей, обеспечивающей необходимое сочетание механических свойств.

Получен патент на изобретение «Способ получения высокопрочного проката аустенитной нержавеющей стали с наноструктурой» (патент РФ № 2611252 от 13.10.2015).

Положения, выносимые на защиту:

1. Закономерности и механизмы формирования ультрамелкозернистой структуры в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе холодной и теплой прокатки при 25°C и 300°C, соответственно, а также последующего отжига в интервале температур 600 - 800°C.
2. Влияние механизмов структурных изменений на эволюцию текстуры в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе холодной и теплой прокатки, а также последующего отжига.
3. Влияние ультрамелкозернистой структуры, формирующейся в процессе холодной и теплой прокатки, а также последующего отжига, на механические и коррозионные свойства аустенитных коррозионностойких сталей.

Достоверность и надежность полученных результатов:

Достоверность результатов диссертационной работы обусловлена использованием современного научно-исследовательского оборудования, прошедшего аккредитацию и проверки; проведением испытаний в соответствии с действующими ГОСТами; повторяемостью полученных результатов. Исследования проводились на оборудовании центра коллективного пользования «Технологии и Материалы» ФГАОУ ВО НИУ «БелГУ». Достоверность полученных результатов подтверждается публикацией основных исследований в реферируемых научных журналах, входящих в международные базы

цитирования WOS и Scopus, а также представлением на международных и российских конференциях.

Вклад автора:

Личный вклад соискателя состоит в выполнении основного объема экспериментальных исследований, включая пробоподготовку экспериментальных образцов, проведение структурных исследований, проведение механических испытаний, обработку и анализ результатов исследования. Постановка целей и задач исследований, а также подготовка научных статей и докладов на научные конференции проводилась совместно с научным руководителем.

Апробация работы:

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

- 1) 8th International conference on processing and manufacturing of advanced materials, THERMEC'2013 (США, г. Лас-Вегас, 2 – 6 декабря 2013 г.)
- 2) XV Международная уральская школа-семинар металловедов - молодых ученых (Россия, г. Екатеринбург, 8 – 12 декабря 2014 г.)
- 3) The 6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, NANOSPD6 (Франция, г. Метц , 30 июня – 4 июля 2014 г.)
- 4) Frontiers in Materials Processing Applications, Research and Technology, FIMPART'15 (Индия, г. Хайдарабад, 12 – 15 июня 2015 г.)
- 5) 11-ая Международная научно-техническая конференция «Современные металлические материалы и технологии» (Россия, г. Санкт-Петербург, 23–27 июня 2015 г.)
- 6) 12th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials, ICSAM-2015 (Япония, г. Токио, 7 – 11 сентября 2015 г.)
- 7) XV International conference on intergranular and interphase boundaries in materials iib-2016 (Россия, г. Москва, 23-27 мая 2016 г.)
- 8) 9th International conference on processing and manufacturing of advanced materials, THERMEC'2016 (Австрия, г. Грац, 29 мая – 3 июня 2016 г.)
- 9) XIV Эволюция дефектных структур в конденсированных средах, ЭДС – 2016 (Россия, г. Барнаул, 12 – 17 сентября 2016 г.)
- 10) XVII Международная уральская школа-семинар металловедов - молодых ученых (Россия, г. Екатеринбург, 5 – 9 декабря 2016 г.)

- 11) Frontiers in Materials Processing Applications, Research and Technology, FIMPART'17 (Франция, г. Бордо, 9 – 12 июля 2017 г.)
- 12) European Congress and Exhibition on Advanced Materials and Processes, EUROMAT 2017 (Греция, г. Салоники, 17-22 сентября 2017 г.)
- 13) Международная конференция «Перспективные материалы с иерархической структурой для новых технологий и надежных конструкций» (Россия, г. Томск, 9-13 октября 2017 г.)

Публикации:

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

Структура и объем работы:

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

Благодарность:

Автор диссертации выражает глубокую благодарность научному руководителю д.ф.-м.н. Белякову А.Н. за внесенный идейный вклад в работу и помощь при написании диссертации, руководителю НИЛ Механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов НИУ «БелГУ» д.ф.-м.н. Кайбышеву Р.О. за практическое содействие в работе и научно-методической консультации. Автор бесконечно признателен своей семье за поддержку.

ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Аустенитные коррозионностойкие стали

Аустенитные коррозионностойкие стали представляют собой один из наиболее востребованных классов конструкционных материалов [1]. Важность аустенитных коррозионностойких сталей очень ярко проявляется в широчайшем спектре их применения от бытовых приборов, посуды, медицинских имплантатов и элементов конструкции космических аппаратов [2]. Особое место среди аустенитных коррозионностойких сталей занимают хромоникелевые стали, основным преимуществом которых является их высокая коррозионная стойкость в большинстве рабочих сред и хорошая технологичность [3, 4]. Благодаря своим уникальным свойствам аустенитные коррозионностойкие стали широко используются в химической и нефтеперерабатывающей промышленности, в судостроении [5], в атомной энергетике [6]. Несмотря на разработку новых биосовместимых и биodeградирующих материалов, коррозионностойкие хромоникелевые стали остаются основным материалом для изготовления элементов имплантатов и стентов [7].

Для достижения высоких показателей коррозионной стойкости основным легирующим элементом коррозионностойких сталей является хром [8]. В составе применяемых коррозионностойких сталей хром находится в пределах от 11 до 30 % [5]. Благодаря хрому коррозионностойкие стали не нуждаются в дополнительной защите поверхности. Хром образует на поверхности бесцветный прозрачный оксидный слой, который сам залечивается при повреждениях поверхности благодаря содержащемуся в воздухе или воде кислороду [9].

Для получения аустенитной структуры коррозионностойкие стали легируют никелем. Введение никеля в железохромистые сплавы способствует расширению аустенитной области (γ - области) при высоких и низких температурах. Также увеличение содержания никеля в железохромистых сплавах способствует сильному понижению критических точек, отвечающих за $\gamma \rightarrow \alpha$ превращение [10].

Эффективность действия никеля в стабилизации аустенитной структуры зависит от содержания хрома [11]. На рисунке 1 изображена диаграмма, показывающая влияние хрома в сплавах железа с 8% никеля на положение фаз при различных температурах [10, 11]. Из диаграммы видно, что после застывания сплавы железа с 8% никеля имеют два вида твердых растворов α и γ , а также область смешанных твердых растворов $\alpha + \gamma$. При

пониженных температурах, кроме твердых растворов α , γ и $\alpha + \gamma$ встречается σ - фаза. При содержании хрома более 40% γ - фаза не наблюдается.

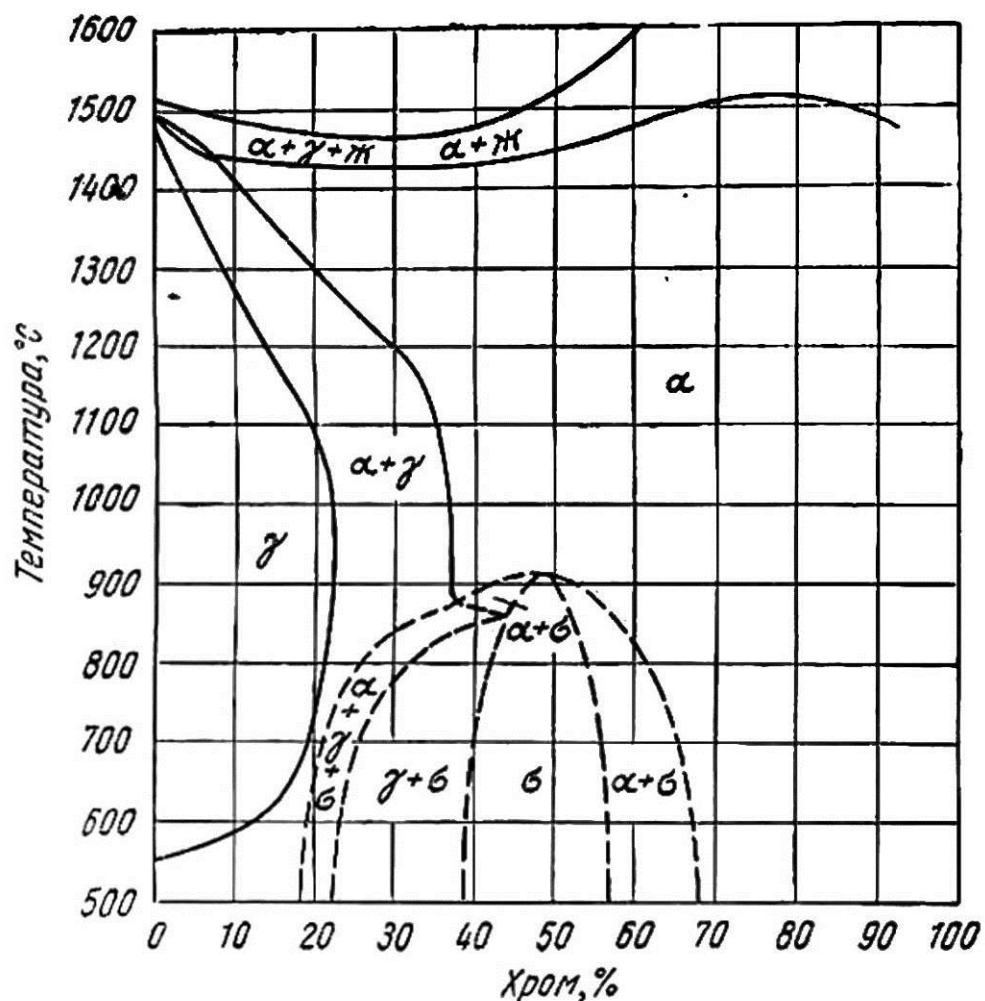


Рисунок 1.1. Влияние хрома на положение фаз в сплавах железа с 8% никеля [10, 11]

Устойчивость аустенита в сильной степени зависит от суммарного влияния легирующих элементов. При этом, чем ближе состав сплава лежит к границе, отделяющей γ - область от α - области, тем большую неустойчивость проявляет сплав при изменении условий, способствующих восстановлению равновесия [10]. Автор работы [10] выделяет несколько видов проявления этой неустойчивости. Так, например, у аустенито-мартенситных сталей чисто аустенитная структура, фиксированная путем быстрого охлаждения с высоких температур, при нагревании до умеренных температур и последующем охлаждении частично переходит в мартенситную. У аустенитных сталей эта неустойчивость проявляется при холодной деформации, при которой сталь из немагнитной становится магнитной. Степень магнитности зависит от степени холодной деформации, состояния материала перед деформацией и состава стали [12]. В данном

случае холодную деформацию (давление) следует рассматривать как один из факторов, приводящих к равновесию. Еще один вид неустойчивости связан с изменением растворимости углерода (карбидов) при изменениях температуры и проявляется в старении переохлажденных сплавов при их нагревании до умеренных температур. У аустенитных сталей, лежащих вблизи границ аустенитной области, выделение карбидов из твердого раствора при умеренных температурах сопровождается изменением концентрации легирующих добавок углерода и хрома в твердом растворе [13]. Это может вызвать нарушение равновесного состояния, вследствие чего происходят вторичные процессы, сопровождающиеся частичным превращением $\gamma \rightarrow \alpha$. Такое превращение протекает при определенных условиях температуры и состава стали преимущественно по границам зерен, где наблюдается наибольшее обеднение твердого раствора хромом и углеродом [12].

Кроме основных элементов, входящих в состав твердого раствора, хромоникелевые стали содержат и другие легирующие элементы, которые добавляют для придания сталям различных свойств (повышения жаропрочности, технологичности, изменения коррозионной стойкости и др.). Такие легирующие элементы могут влиять на соотношение между фазами. Одни элементы такие как: углерод, азот, никель, марганец, медь действуют в сторону образования аустенита, расширяя аустенитную область; другие элементы такие как: хром, вольфрам, тантал, молибден, титан, ниобий, кремний, ванадий, алюминий действуют в сторону образования феррита, способствуя расширению ферритной области.

Присадка азота к хромоникелевым сталям действует аналогично углероду и никелю, способствуя расширению γ - области. Чем выше содержание азота в хромоникелевой стали, тем меньше требуется никеля, чтобы сделать сталь полностью аустенитной [14]. Некоторые из ферритообразующих элементов, например хром, способствуют стабилизации аустенита путем задержки превращения при низких температурах, поэтому косвенно действуют как аустенитообразующие при определенной концентрации. Ряд элементов (ниобий, титан, тантал, хром и др.) могут образовывать стойкие карбиды, что уменьшает их способность в присутствии углерода действовать в качестве ферритообразующих элементов. Однако образование карбидов уменьшает количество свободного углерода, который действует как сильный аустенитообразующий элемент. Таким образом, очень трудно выявить роль каждого из элементов, тем более что каждый из них действует не в одном, а в нескольких направлениях [10].

Для облегчения определения фазового состава хромоникелевых сталей существуют структурные диаграммы, из которых наиболее простой и распространенной является

диаграмма А. Шеффлера. По линиям, приведенным на рисунке 2, подсчитываются эквиваленты, которые учитывают аустенитообразующее и ферритообразующее действие различных элементов. Аустенитообразующее действие сравнивается с никелем, а ферритообразующее с хромом. Подсчет эквивалентов позволяет получить точку на диаграмме, попадающую в ту или иную фазовую область [5].

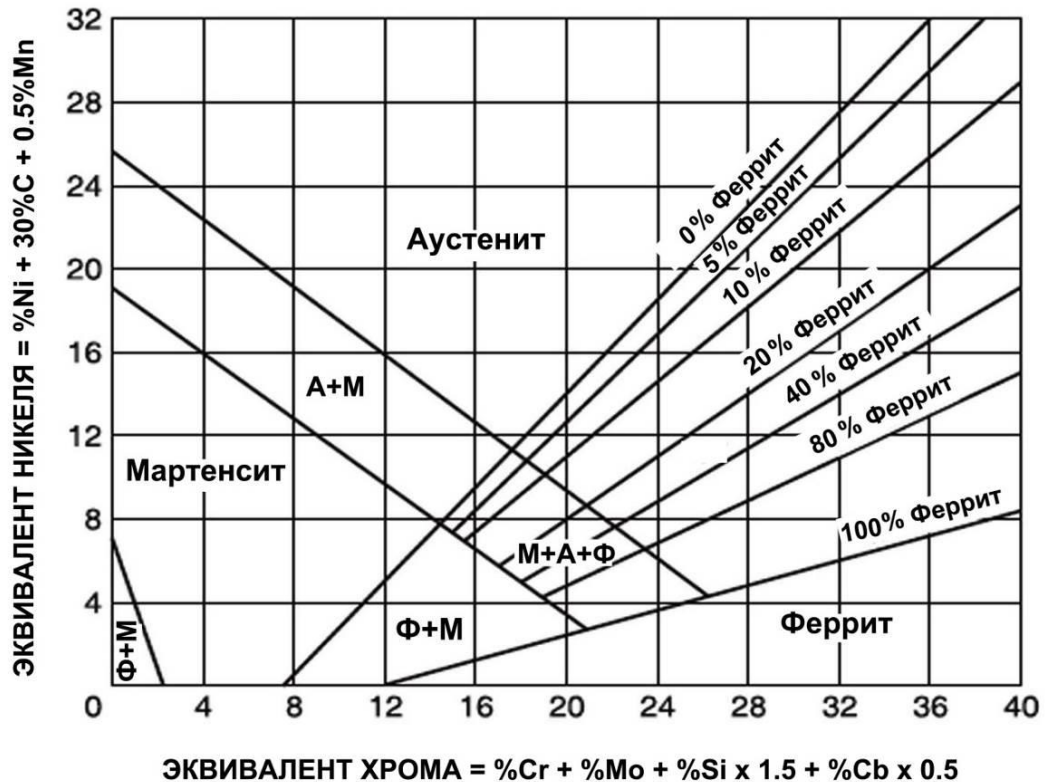


Рисунок 1.2. Структурная диаграмма для нержавеющей хромоникелевых сталей [15]

Кроме того в хромоникелевых сталях при длительном нагреве или медленном охлаждении при температурах ниже 900 - 950°C может образовываться σ – фаза [10]. Поскольку σ – фаза является хрупкой составляющей и в ряде случаев выделяется преимущественно по границам зерен, ее исследованию посвящено немало работ. Так как σ – фаза обогащена хромом, то диффузия атомов хрома рассматривается как контролирующий фактор ее образования [4]. В недавнем исследовании [16] было установлено, что диффузия других элементов замещения (например, таких как молибден), также может способствовать образованию σ – фазы. В работе [17] было показано, что формирование σ - фазы в аустенитных коррозионностойких сталях в значительной степени зависит от размера зерен, поскольку он влияет на плотность центров зародышеобразования. Снижение размера зерен, обеспечивает большее количество центров зародышеобразования σ – фазы. В недавних исследованиях [18, 19] было

обнаружено, что образование σ – фазы зависит не только от размера зерен, но и от их формы. В работе посвященной изучению дуплексной коррозионностойкой стали было показано, что высокая кристаллографическая разориентировка между аустенитом и ферритном способствует образованию σ – фазы [20].

Многие исследования были посвящены изучению взаимосвязи между карбидом Me_{23}C_6 и σ – фазой, но единого понимания их взаимосвязи не было получено. В ранних и недавних работах [21, 22] было выдвинуто предположение, что карбид Me_{23}C_6 является предшественником σ – фазы. Это мнение также оспаривалось многими ранними и недавними исследованиями [24, 25]. В более поздней работе [26] посвященной изучению последовательности выделений в аустенитной коррозионностойкой стали 316L при температурах ниже 500°C было обнаружено, что формирование σ – фазы предшествует образованию Me_{23}C_6 .

Изучению влияния σ – фазы на механические свойства посвящено также немало научных исследований. Например, во многих работах отмечается снижение предела ползучести из-за присутствия σ – фазы [27-31]. Так в работе [31] снижение предела ползучести связывают с растворением карбидов вблизи σ – фазы. Тем не менее, в работе [32] было показано, что σ – фаза улучшает предел ползучести стали 25Cr–20Ni, когда она тонкодисперсная и равномерно распределена внутри зерна. В недавних исследованиях [33, 34] было обнаружено, что в дуплексной коррозионностойкой стали 25Cr–8Ni распределение и морфология σ – фазы должным образом контролируется соответствующей предварительной обработкой, в результате которой можно улучшить предел ползучести, пластичность, предел текучести и предел прочности.

В ранних исследованиях было показано, что σ – фаза может улучшить теплопроводность [35], и этот вывод был подтвержден в более поздних работах [36-38]. Кроме того, авторы работ [34, 35] обнаружили, что σ – фаза может способствовать сверхпластичности дуплексных коррозионностойких сталей за счет замедления роста зерен при высоких температурах. Однако авторы работы [39] отмечают, что σ – фаза выступает в качестве места зародышеобразования трещин во время зернограницного скольжения и, следовательно, отрицательно сказывается на сверхпластическом поведении дуплексных коррозионностойких сталей. В работе [40] авторы обнаружили, что в коррозионностойких сталях при определенном количестве σ – фазы улучшается коррозионное изнашивание в серной кислоте. Таким образом, σ – фаза оказывает неоднозначное влияние на механические и технологические свойства хромоникелевых коррозионностойких сталей, поэтому при выборе химического состава и предварительной обработки стараются зафиксировать однофазную γ – структуру.

Для получения однофазной γ – структуры в хромоникелевых коррозионностойких сталях применяют стандартную термообработку, которая включает нагрев до температуры 1000-1100°C и быстрое охлаждение. В результате такой термообработки в хромоникелевых коррозионностойких сталях фиксируется γ – твердый раствор с однородным распределением легирующих элементов, в котором отсутствуют карбидные выделения, что обеспечивает наилучшие коррозионные свойства [4]. Большинство аустенитных хромоникелевых коррозионностойких сталей после стандартной обработки на твердый раствор имеют крупнокристаллическую структуру и низкий предел текучести порядка 200 - 250 МПа [1].

Одним из эффективных способов повышения механической прочности аустенитных коррозионностойких сталей является структурное упрочнение за счет уменьшения размера зерен до субмикрокристаллического или нанокристаллического уровня [41-43]. Наиболее перспективным методом измельчения микроструктуры металлических материалов является интенсивная пластическая деформация или большая пластическая деформация при пониженной температуре [44-47].

К настоящему времени разработан целый ряд специфических методов интенсивной пластической обработки, такие как кручение образца под давлением [48], равноканальное угловое прессование [49, 50], всесторонняя ковка [51-53] и др. Стоит отметить, что субмикрокристаллические и нанокристаллические структуры могут быть получены традиционными способами обработки металлов давлением, наиболее производительным среди которых является холодная или теплая прокатка до больших степеней деформации [54-57].

Таким образом, далее будут рассмотрены структурные изменения в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе деформационной обработки при температурах ниже 0,4 Тпл.

1.2 Структурные изменения в процессе деформационной обработки при температурах ниже 0,4 Тпл

1.2.1 Фрагментация

Фрагментация – это процесс разбиения кристалла на микрообласти (фрагменты), разориентированные на углы порядка нескольких градусов [58]. Впервые фрагментация как процесс, который определяет формирование структуры материала при больших пластических деформациях, была рассмотрена в работах Рыбина В.В. и соавторов [58-66].

Возникновение разориентированных фрагментов в этих работах было объяснено направленным и непрерывным движением частичных дисклинаций в процессе пластической деформации (т.е. появлением ротационной моды пластической деформации). В работах Рыбина В.В. была объяснена роль границ зерен в зарождении пластических ротаций, также было показано возникновение фрагментов на фоне слабоориентированной ячеистой структуры, а не в результате постепенной эволюции этой ячеистой структуры [67].

В работах Коневой Н.А. и Козлова Э.В. с сотрудниками были изучены особенности процесса фрагментации, которые связаны с образованием полосовых структур в сплавах с ГЦК решеткой [68-72]. В данных работах на примере никелевых и медных сплавов было показано, что развороты соседних микрополос чередуются по знаку, вследствие чего наблюдается компенсация разворотов в масштабе зерна. Изучению фрагментации в алюминии, а именно морфологии и кристаллогеометрии внутризеренной структуры, были посвящены работы Хансена [73-75]. Как и в работах Рыбина В.В., было показано, что разориентировки между ячейками относительно слабо изменяются при больших деформациях, в то время как разориентировки между фрагментами продолжают расти при всех степенях деформации.

На основе полученных экспериментальных данных в работе [67] были предложены два механизма фрагментации. Согласно первому механизму, различие в тензорах деформации зерен порождает стыковые дисклинации, которые являются источниками дальнедействующих напряжений. В процессе релаксации этих напряжений около стыков образуются оборванные дислокационные субграницы с разориентировкой около 1° . Появление в структуре таких оборванных границ является характерной особенностью начальной стадии фрагментации. Продолжение деформации приводит к обновлению стыковых дисклинаций на межзеренных границах с последующим испусканием границами частичных дисклинаций внутрь зерна. Дисклинации одного знака отталкиваются, поэтому естественным путем понижения энергии системы является ветвление оборванной границы (рис.1.3).

Постепенно фрагментация охватывает весь объем зерна, а разориентировки на границах фрагментов возрастают. В результате, при больших степенях деформации появляются большеугловые границы деформационного происхождения [62]. При наличии ступенек или изломов границ зерен на границе возникают диполи стыковых дисклинаций, которые приводят к возникновению микрополос.

Согласно второму механизму, фрагментации часто предшествует образование регулярной ячеистой структуры, обычно в форме дислокационных слоев [76-77].

Поскольку изначально стенки дислокационных ячеек состоят в основном из дислокационных диполей, они не несут на себе разориентировки. Однако они служат барьерами для скольжения дислокаций, что приводит к отклонению от однородной пластической деформации и поворота. В результате, различие в пластических поворотах соседних полос ведет к постепенному росту разориентировки между ними в ходе деформации.

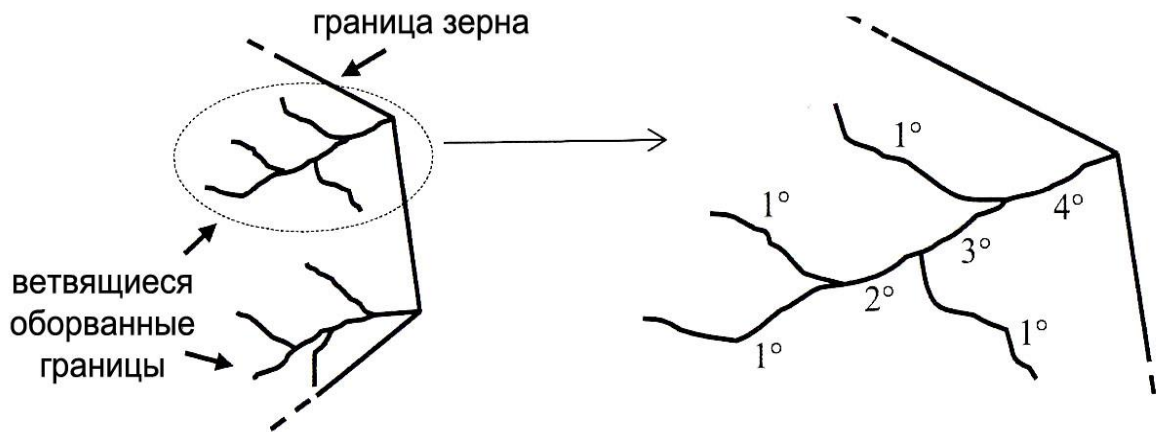


Рисунок 1.3. Образование ветвящихся оборванных границ на начальной стадии фрагментации поликристалла [67]

Два рассмотренных механизма фрагментации не являются независимыми, тем не менее, разделение имеет смысл [67]. Разделение связано с тем, что два этих механизма дают различные картины распределения ориентаций внутри исходного зерна. При фрагментации первого типа разбегание фрагментов в пространстве ориентаций может приводить к образованию градиента ориентаций в масштабе зерна - при смещении от одной его границы к другой поворот будет накапливаться. При фрагментации второго типа избыточные сдвиги в чередующихся полосах должны взаимно компенсироваться, чтобы дальнедействующие поля внутренних напряжений не нарастали неограниченно. Результатом такого распределения деформации является примерное равенство разворотов решетки по величине и чередованию по знаку. В этом случае поворот не накапливается при смещении поперек полос, а также не происходит образование значительного градиента ориентации [67].

1.2.2 Деформационное двойникование

Высокой скоростью структурной фрагментации обладают материалы, в которых деформационное двойникование является одним из механизмов деформации. Развитие множественного двойникования приводит к формированию плотной пространственной сетки высокоугловых границ деформационного происхождения, которые становятся границами новых мелких зерен. Развитие множественного двойникования следует ожидать при значениях энергии дефектов упаковки варьирующихся от 20 до 40 мДж/м² [78]. Характерными представителями таких материалов являются аустенитные стали [79].

Интенсивность деформационного двойникования в аустенитных сталях определяется не только величиной энергии дефектов упаковки, но и условиями деформационной обработки. Деформационное двойникование развивается в тех случаях, когда скольжение затруднено, например, при низких температурах или высоких скоростях деформации [80]. Однако часто началу двойникования предшествует скольжение, которое приводит к повышению плотности дислокаций и создает концентрацию напряжений в микрообъемах, достаточную для зарождения двойников [80]. Двойники образуются при взаимодействии дислокаций различных систем скольжения, которое приводит к появлению многослойного дефекта упаковки с последующим образованием зародыша двойника. Обычно плоскостью двойникования является кристаллографическая плоскость с малыми индексами, которая является плоскостью симметрии двойникового образования относительно исходного кристалла. Для материалов с ГЦК решеткой преимущественными плоскостью и направлением двойникования является $\{111\}\langle 112 \rangle$ [80 - 82]. Авторы работ [83, 84] сообщают, что граница между матрицей и двойником деформации является специальной границей $\Sigma 3$ с углом разориентировки 60° вокруг оси $\langle 111 \rangle$.

В работе [85] показано, что в процессе холодной прокатки и холодного волочения до относительно небольших степеней деформации ($\epsilon = 0,3$) в аустенитной коррозионностойкой стали (AISI 316) на фоне высокой плотности дислокаций развиваются двойники деформации в виде тонких двойниково-сопряженных пластинок (рис.1.4). Кроме того авторы работы [85] отмечают, что в образце после холодного волочения развивается два типа деформационных двойников с разными плоскостями двойникования типа $\{111\}$ (рис.1.4б).

На сегодняшний день не существует единой модели формирования деформационных двойников. Авторы работы [86] для аустенитных коррозионностойких сталей выделили три механизма деформационного двойникования, которые основаны на расщеплении полной дислокации типа $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$.

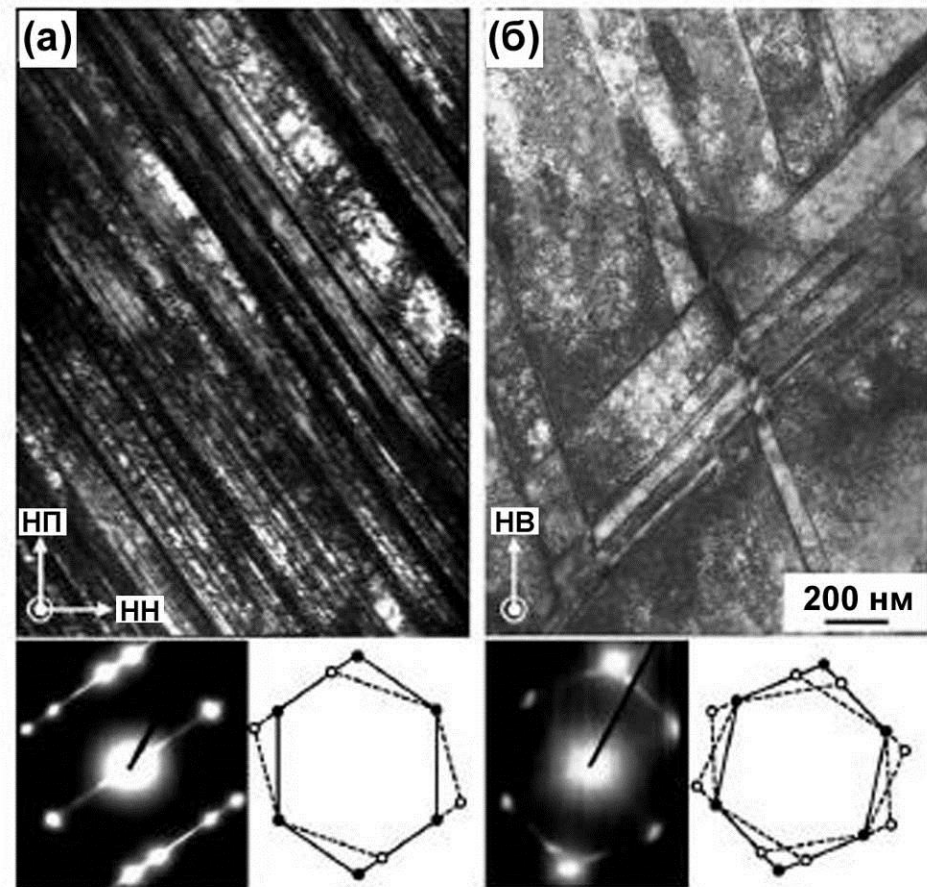


Рисунок 1.4. Тонкая структура аустенитной коррозионностойкой стали (AISI 316) после холодной прокатки (а) и холодного волочения (б) до истинной степени деформации 0,3 (НП - направление прокатки, НВ - направление волочения) [85]

Первый механизм – это полюсный механизм, который был предложен в работе [87]. Полюсный механизм заключается в диссоциации полной призматической дислокации (АС) на сидячую дислокацию Франка ($A\alpha$), которая действует как полюсная дислокация, и на частичную дислокацию Шокли (αC). Дислокация Шокли вращается в обратном направлении вокруг двух полюсов, пока снова не встретит сидячую дислокацию Франка. После встречи эти дислокации снова образуют полную дислокацию, оставляя после себя дефект упаковки. Полюсный механизм описывается уравнением:

$$\frac{1}{2} [01\bar{1}] \rightarrow \frac{1}{3} [1\bar{1}1] + \frac{1}{6} [21\bar{1}]$$

$$(AC \rightarrow A\alpha + \alpha C) \quad (1.1)$$

Второй механизм связан с моделью образования трехслойного двойника, предложенной в работе [88]. Согласно данной модели две копланарные дислокации

$\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ с различными векторами Бюргерса могут диссоциировать на три частичные дислокации Шокли. Данная реакция диссоциации выражается следующим уравнением:

$$\frac{1}{2} [\bar{1}01] + \frac{1}{2} [\bar{1}\bar{1}0] \rightarrow 3 \times \frac{1}{6} [\bar{2}11]$$

$$(CB + AB \rightarrow 3 \times \delta B) \quad (1.2)$$

Таким образом, в результате взаимодействия первичной дислокации $\frac{1}{2} [\bar{1}01]$ (CB) с компланарной дислокацией $\frac{1}{2} [\bar{1}\bar{1}0]$ (AB) образуются три частичные дислокации Шокли (δB) с вектором Бюргерса $\frac{1}{6} [\bar{2}11]$, что приводит к формированию трехслойного дефекта, при росте которого появляется макроскопический двойник.

Третий механизм был предложен в работе [89], в которой Fujita и Mori объяснили возникновение деформационного двойникового на основе механизма поперечного скольжения, индуцированного активацией вершинной дислокации. Они предположили, что когда растянутая первичная дислокация ($C\delta + \delta B$) встречает препятствие, такое как барьер Ломер-Коттрелла, основная частичная дислокация Шокли (δB) на первичной плоскости (111) диссоциирует на вершинную дислокацию ($\delta\gamma$) и другую частичную дислокацию Шокли (γB) на сопряженной плоскости ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$), согласно уравнению:

$$\frac{1}{2} [\bar{1}01] \rightarrow \frac{1}{6} [\bar{1}\bar{1}\bar{2}] + \frac{1}{6} [\bar{2}11] \rightarrow \frac{1}{6} [\bar{1}\bar{1}\bar{2}] + \frac{1}{6} [\bar{1}\bar{1}0] + \frac{1}{6} [\bar{1}21]$$

$$(CB \rightarrow C\delta + \delta B \rightarrow C\delta + \delta\gamma + \gamma B) \quad (1.3)$$

1.2.3 Деформационные полосы сдвига

В работе Рыбина В.В.[58] отмечено, что в связи с постепенным истощением возможности пластической деформации путем микродвойникового в металлах и сплавах с низкой энергией дефекта образуются полосы сдвига. Полосы сдвига зарождаются в пакетах микродвойников, ориентированных вдоль плоскости прокатки, и пересекают их под углом около 35° . Полосы сдвига состоят из слегка вытянутых фрагментов с поперечными размерами 0,02-0,1 мкм. В процессе последующей деформации межфрагментные границы становятся более острыми и совершенными, что свидетельствует об увеличении их разориентировок. Таким образом, локализация

пластического течения в полосах сдвига способствует структурной фрагментации материалов.

Ранняя работа Т. Morikawa и соавторов [90] посвящена изучению полос сдвига в холоднокатаной аустенитной коррозионностойкой стали 310S с помощью просвечивающего электронного микроскопа. В данной работе показано, что полосы сдвига появляются в области двойниково-матричных ламелей при умеренных степенях деформации (70%). Пересекая друг друга, полосы сдвига формируются под углом 30-40° к направлению прокатки (рис.1.5а). При более высоком увеличении (рис.1.5б) авторы работы показали, что ламели расположенные около границы полосы сдвига изогнуты. По мнению авторов, этот изгиб предполагает интенсивную сдвиговую деформацию в области полосы сдвига. Внутри самой полосы сдвига наблюдали мелкие зерна, которые вытянуты вдоль направления сдвига. Используя темнопольные изображения, авторы определили разориентировку некоторых соседних зерен в полосе сдвига, которая составила около 20°.

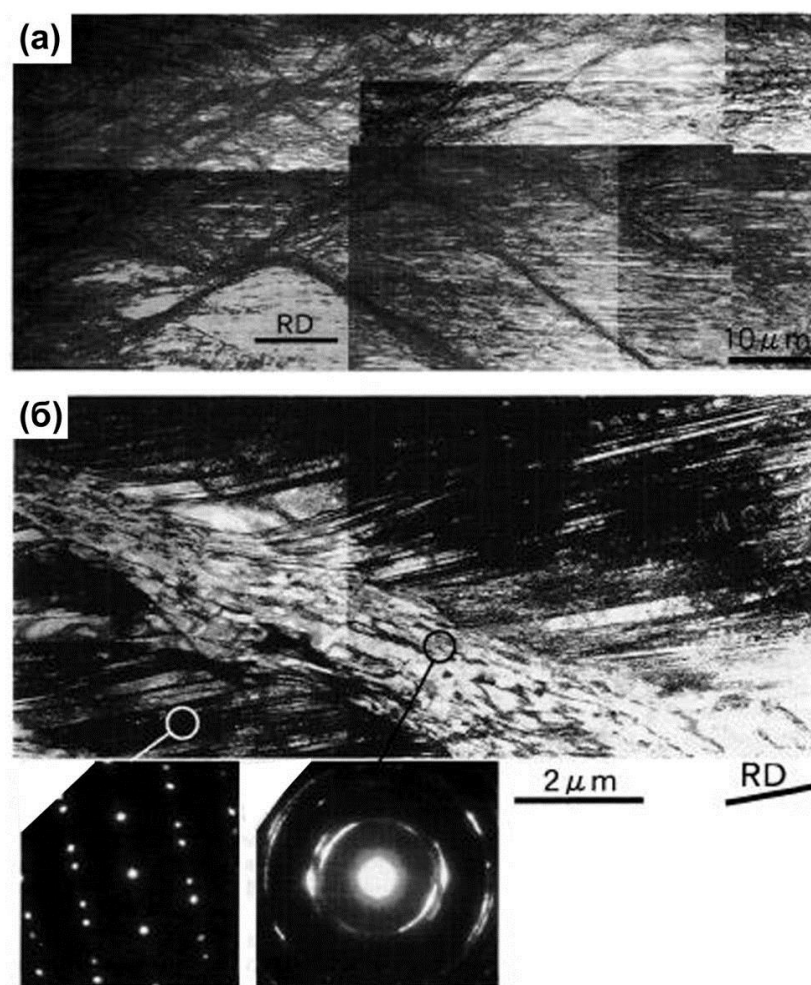


Рисунок 1.5. Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали (AISI 310S) после холодной прокатки с обжатием 70% (RD-направление прокатки) [90]

Позднее Т. Morikawa в работе [91] показал, что эволюция микроструктуры аустенитной коррозионностойкой стали 310S в процессе холодной прокатки характеризуется переходом от ламельной структуры в мелкозернистую. Ламельный тип структуры связан с двойникованием, а появление полос сдвига приводит к разбиению двойниково-матричных ламелей, тем самым способствует формированию мелкозернистой структуры (рис. 1.6). Таким образом, полосы сдвига являются еще одним механизмом структурной фрагментации, что согласуется с результатами работы Рыбина В.В.

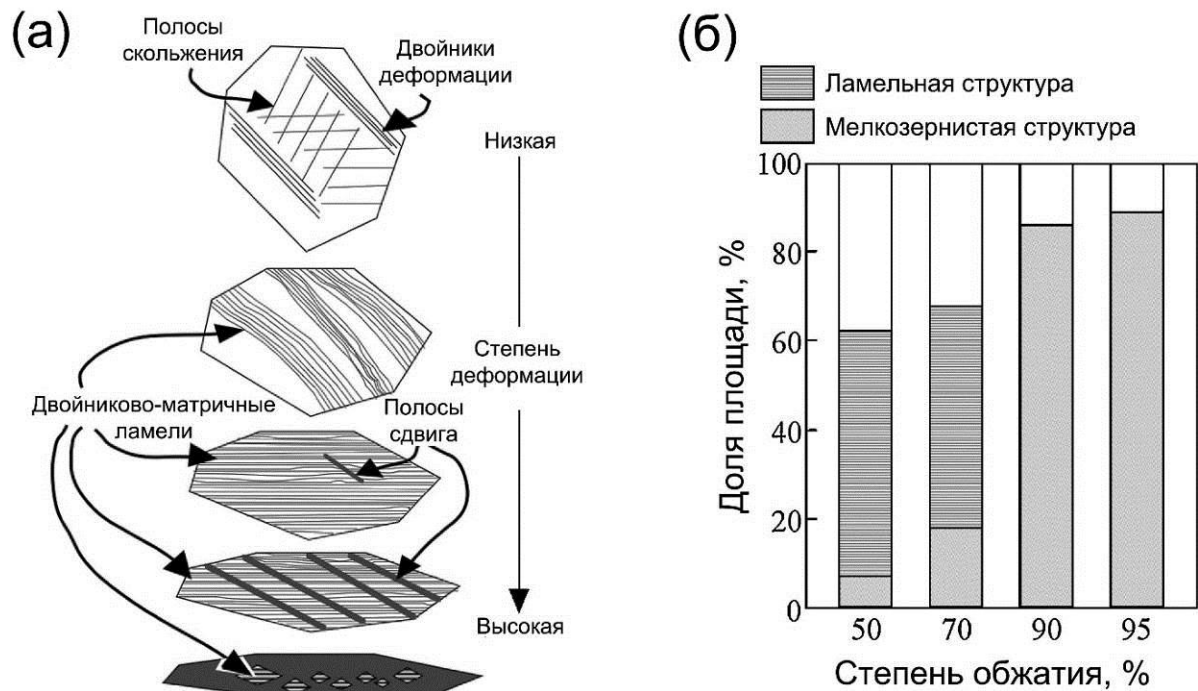


Рисунок 1.6. Схематическое изображение эволюции микроструктуры в холоднокатаной аустенитной стали 310S (а). Количественное изменение микроструктуры в процессе холодной прокатки аустенитной стали 310S (б). Белые области на гистограмме показывают области, внутри которых не наблюдались двойниково-матричные ламели [91]

1.2.4 Деформационное фазовое превращение

Аустенитные коррозионностойкие стали являются метастабильными при комнатной температуре. Интенсивная пластическая деформация таких сталей при пониженных температурах будет сопровождаться фазовым $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращением, где α' – мартенсит деформации с решеткой ОЦК или близкой к ней ОЦТ решеткой [92-96]. Авторы работ [97, 98] отметили, что α' – мартенсит образуется на местах пересечения пластин ϵ – мартенсита, имеющего ГПУ решетку, в соответствии с ориентационными

соотношениями: $\{111\}\gamma // \{0001\}\varepsilon // \{110\}\alpha'$ и $\{110\}\gamma // \{2110\}\varepsilon // \{111\}\alpha'$. В работе [99] приведена модель образования α' – мартенсита, согласно которой зародышами мартенсита деформации выступают места пересечения пластин ε – мартенсита. В недавнем исследовании [100] показано, что при высоких скоростях деформации α' – мартенсит может образовываться на отдельных пластинах ε – мартенсита, а не на их пересечении. Авторы работы [101] с помощью просвечивающей электронной микроскопии обнаружили, что при низких скоростях деформации в стали 304LN α' – мартенсит формируется в полосах сдвига, а также в местах пересечения границ зерен. В работе [102] показано, что пересечение двойников деформации также выступает в качестве места зарождения α' – мартенсита.

В недавнем исследовании [103] авторы показали, что для одной и той же коррозионной стали возможны две последовательности фазового превращения: $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ и $\gamma \rightarrow \alpha'$. В работах [104, 105] отмечено, что ε – мартенсит выступает в качестве предшественника α' – мартенсита при фазовом превращении по пути $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$. Этот путь трансформации авторы работы [106] наблюдали на примере высококачественной коррозионностойкой стали. В исследовании Киреевой И.В. [107] показано, что появление ε – мартенсита в результате криогенной предварительной деформации (при 77 К) способствует образованию α' – мартенсита при последующей холодной деформации (при 300 К) в аустенитной коррозионностойкой стали Fe-17% Cr-12% Ni-2% Mn-0,75% Si, в которой обычно мартенсит деформации не наблюдается при комнатной температуре. Это исследование еще раз подтвердило, что ε – мартенсит может действовать как фаза - предшественник α' – мартенсита.

Однако авторы работы [102] пришли к выводу, что последовательность фазового превращения зависит от температуры деформации, поэтому ε – мартенсит не всегда выступает в качестве фазы - предшественника α' – мартенсита. Авторы работы [108] отметили, что α' – мартенсит будет образовываться в области скопления дислокаций.

На протекание мартенситного превращения в процессе пластической деформации могут оказывать влияние различные факторы: размер исходного аустенитного зерна, химический состав, температура и скорость пластической деформации, а так же схема пластической деформации [109-118].

Авторы работы [109] на примере аустенитной коррозионностойкой стали AISI 304LN показали, что пластическая деформация приводит к образованию мартенсита деформации, доля которого выше в крупнозернистом образце (размер зерен 350 мкм) по сравнению с мелкозернистым (размер зерен 60 мкм). В работе [110] для стали AISI 304

авторы получили обратную зависимость кинетики фазового превращения от размера исходного зерна аустенита.

В работе [111] авторы наблюдали уменьшение объемной доли α' – мартенсита при повышении скорости деформации, что связано с повышением температуры образца из-за накопленной энергии при пластической деформации. Однако в работе [112] авторы обнаружили, что с увеличением скорости деформации кинетика мартенситного превращения возрастает. Данную зависимость авторы работы [112] объяснили тем, что большие скорости деформации способствуют пересечению полос сдвига, и как следствие, увеличению мест зарождения α' – мартенсита.

Авторы работ [113, 114] отметили, что при понижении температуры пластической деформации кинетика мартенситного превращения увеличивается. В работе [103] было показано, что в присутствии внешнего магнитного поля облегчено преобразование ϵ – мартенсита в α' – мартенсит. Схема деформации так же оказывает влияние на скорость мартенситного превращения как отмечено в работах [115 - 117].

В работе [118] авторы установили связь между химическим составом трех сталей с кинетикой мартенситного превращения. Авторы показали, что в стали, химический состав которой обеспечивает минимальное значение энергии дефекта упаковки, происходит формирование большего количества полос сдвига, и как следствие, наблюдается более высокая скорость мартенситного превращения.

Протекание мартенситного превращения в процессе пластической деформации происходит по сдвиговому механизму, когда перестройка кристаллической решетки носит упорядоченный характер [92, 93, 119]. В процессе сдвигового мартенситного превращения происходит кооперативное и взаимосвязанное перемещение атомов, в результате кристаллическая решетка образующегося мартенсита закономерно ориентирована по отношению к решетке исходной аустенитной фазы. Таким образом, фазовое $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение проходит в соответствии с ориентационными соотношениями [120-124]:

- $\{111\}\gamma \parallel \{011\}\alpha <101>\gamma \parallel <111>\alpha$ (Курдюмов – Закс);
- $\{111\}\gamma \parallel \{011\}\alpha <112>\gamma \parallel <011>\alpha$ (Нишияма – Вассерман);
- $\{010\}\gamma \parallel \{101\}\alpha <101>\gamma \parallel <111>\alpha$ (Питч);
- $\{111\}\gamma \parallel \{011\}\alpha <5\ 12\ 17>\gamma \parallel <7\ 17\ 17>\alpha$ (Гренингер – Трояно).

В работе [125] указано, что минимальный угол разориентировки между γ – решеткой и α – решеткой составляет $42.85^\circ <0.968\ 0.178\ 0.178>$, $45.98^\circ <0.976\ 0.083\ 0.201>$, $45.98^\circ <0.976\ 0.201\ 0.083>$ и $44.23^\circ <0.973\ 0.189\ 0.133>$ для ориентационных соотношений Курдюмова – Закса, Нишиямы – Вассермана, Питча и Гренингера – Трояно, соответственно.

1.3 Процессы, идущие при нагреве в аустенитных сталях, подвергнутых деформационной обработке

1.3.1 Обратное фазовое $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращение

Особенностью структурных изменений при отжиге метастабильных аустенитных коррозионностойких сталей, подвергнутых интенсивной пластической обработке, является возможность развития обратного фазового превращения мартенсита деформации в аустенит [126 - 132].

Размер формирующихся зерен в этом случае определяется механизмом обратного превращения. Авторы работы [126] различают два механизма формирования аустенита из мартенсита деформации: обратное сдвиговое превращение и обратное диффузионное превращение (рис.1.7). В случае сдвигового механизма – превращенный аустенит наследует высокую плотность дислокаций мартенсита и в процессе отжига развивается статическая рекристаллизация превращенного аустенита, которая приводит к сравнительно крупнозернистой микроструктуре. Во втором случае – зерна аустенита, сформировавшиеся по диффузионному механизму, свободны от субструктуры и, как следствие, при отжиге такой микроструктуры наблюдается только ограниченный рост зерен, что ведет к формированию более мелкозернистой структуры аустенита в конечном итоге.

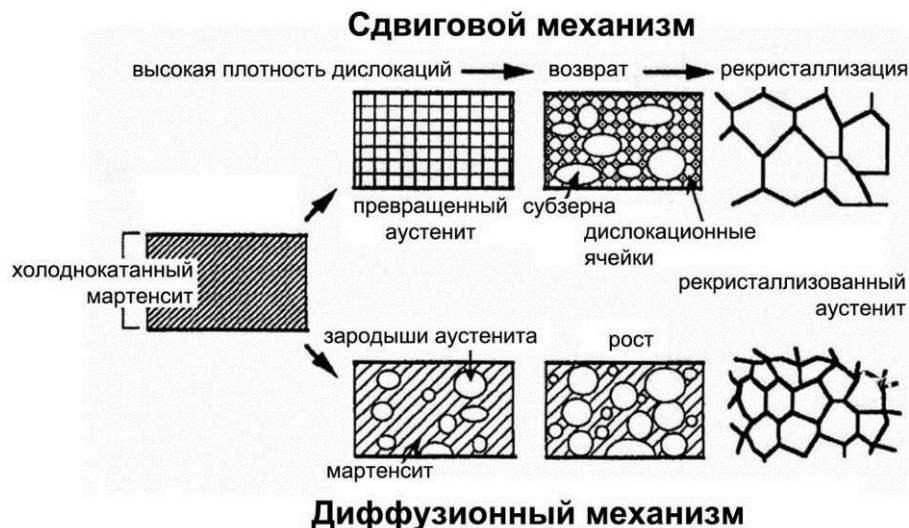


Рисунок 1.7. Механизмы обратного фазового превращения в процессе отжига хромоникелевой аустенитной стали, предварительно подвергнутой интенсивной пластической деформации [126]

В работе [126] показано, что для протекания обратного фазового превращения по сдвиговому механизму изменение свободной энергии Гиббса между α' - фазой и γ - фазой ($\Delta G^{\alpha \rightarrow \gamma}$) должно составлять -500 Дж/моль. Для сталей системы Fe – Cr – Ni авторы работы [126] получили следующую зависимость изменения свободной энергии Гиббса между α' и γ фазами: $\Delta G^{\alpha \rightarrow \gamma}(\text{Дж/моль}) = 10^{-2} \Delta G_{Fe}^{\alpha \rightarrow \gamma} (100 - \text{Cr} - \text{Ni}) - 97.5\text{Cr} + 97.5\text{Cr} + 2.02\text{Cr}^2 - 108.8\text{Ni} + 0.52\text{Ni}^2 - 0.05\text{CrNi} + 10^{-3}T(73.3\text{Cr} - 0.67\text{Cr}^2 + 50.2\text{Ni} - 0.84\text{Ni}^2 - 1.51\text{CrNi})$, где T – выбранная температура в кельвинах (K), содержание Cr и Ni выражается в массовых процентах (масс.%). Авторы определили, что в стали 16Cr – 10Ni обратное фазовое превращение будет протекать по сдвиговому механизму при температуре 923 K, в то время как в стали 18Cr – 9Ni температура должна быть не менее 1023 K (рис.1.8).

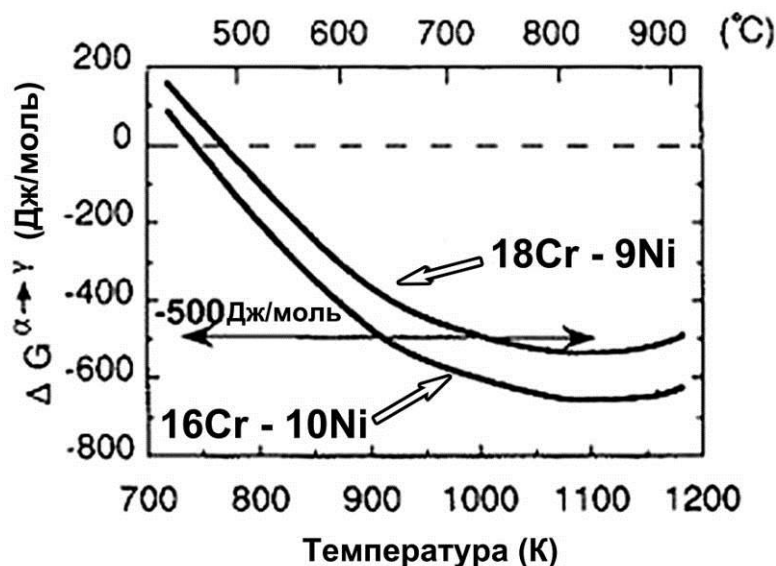


Рисунок 1.8. Влияние температуры на изменение свободной энергии Гиббса в сталях 16Cr – 10Ni и 18Cr – 9Ni [126]

Таким образом, авторы работы [126] пришли к выводу, что механизм протекания обратного фазового превращения будет зависеть как от химического состава сталей, так и от температуры отжига.

Авторы работы [127] на примере аустенитной коррозионностойкой стали Fe – 18%Cr – 8.5%Ni показали, что на механизм обратного фазового превращения влияет исходная деформированная структура перед отжигом. Сталь Fe – 18%Cr – 8.5%Ni подвергали холодной прокатке до степеней деформации 50% и 90%, в результате которой доля мартенсита деформации составила около 95% в обоих образцах. Однако образец после холодной прокатки до 50% имел пластинчатую структуру, а образец после холодной прокатки до 90% дислокационную ячеистую структуру. Последующий отжиг

обоих образцов при температуре 773 К в течение 1.5 часа привел к частичному обратному фазовому превращению (доля превращенного аустенита составила около 20%). В образце, катанном до 50%, γ' – превращенный аустенит сохраняет пластинчатую морфологию α' – мартенсита деформации (рис.1.9), а межфазная граница – α'/γ' соответствует ориентационному соотношению Курдюмова – Закса, что подтверждает протекание обратного фазового превращения по сдвиговому механизму. В образце, катанном до 90%, обратное фазовое превращение протекает по диффузионному механизму, поэтому превращенный аустенит имеет равноосную морфологию зерен со случайной ориентацией (рис.1.9).

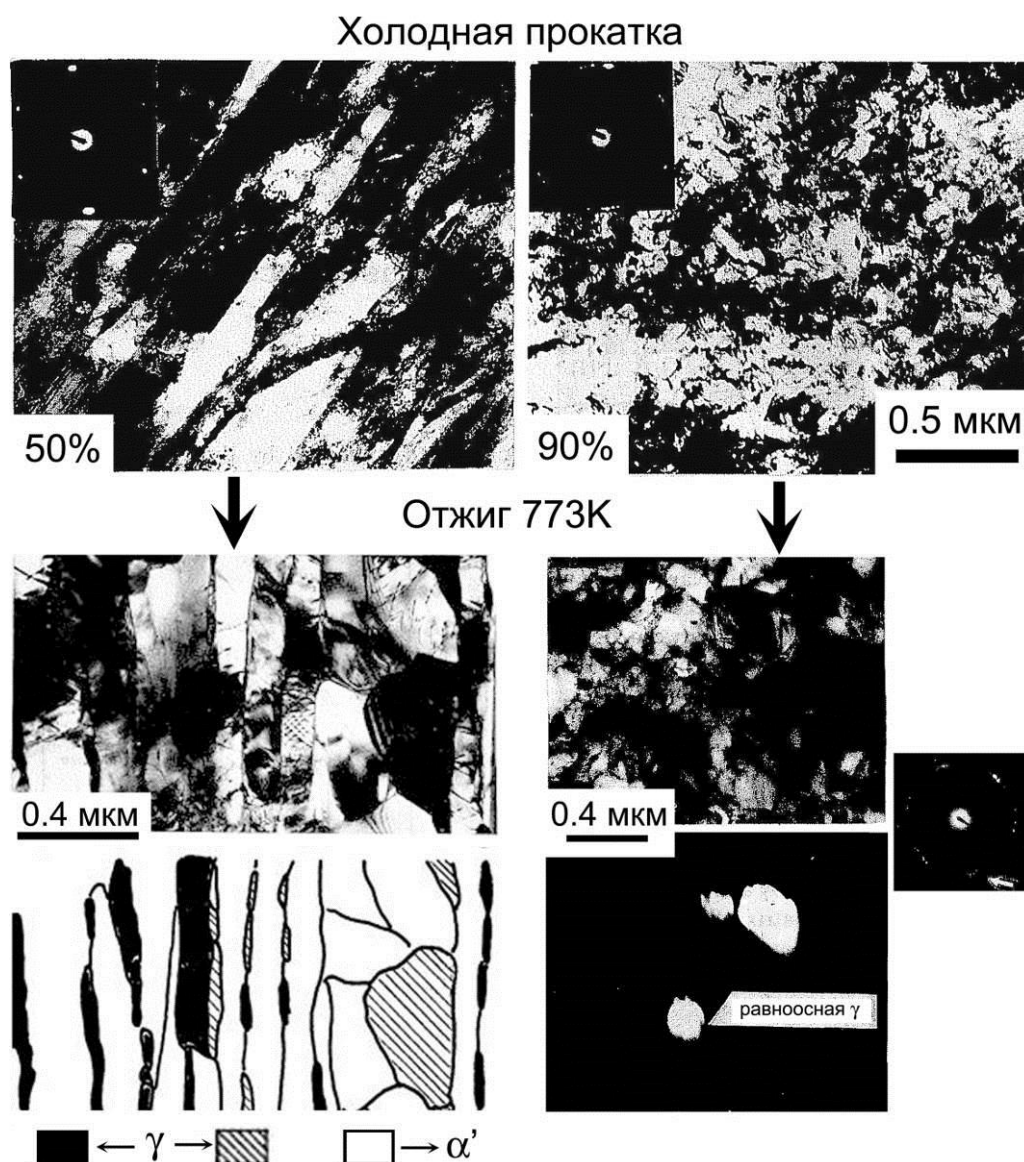


Рисунок 1.9. Влияние холодной прокатки и последующего отжига на изменение микроструктуры стали Fe – 18%Cr – 8.5%Ni [127]

1.3.2 Статическая рекристаллизация

При отжиге холоднодеформированного металла возникают зародыши новых зерен, которые растут за счет поглощения деформированной структуры [133]. Зародыши новых зерен имеют более совершенную структуру (т.е. содержат значительно меньше дефектов решетки, чем деформированная матрица), и окружены высокоугловыми границами [92]. Такой процесс называется первичной рекристаллизацией [92, 133]. Движущая сила для роста зерен при первичной рекристаллизации связана с различием плотностей дислокаций в зародыше и в деформированной матрице [133].

В работе [133] рассмотрены два типа рекристаллизации - непрерывная и прерывистая. Непрерывная рекристаллизация связана с перераспределением дислокаций во время отжига, которое приводит к формированию областей с низкой плотностью дислокаций, разделенных высокоугловыми границами зерен. Таким образом, при непрерывной рекристаллизации новые зерна образуются без миграции высокоугловых границ. В случае прерывистой рекристаллизации образование зародышей новых зерен связано с миграцией готовой высокоугловой границы, которая проходит через деформированную структуру, оставляя за собой область с меньшим количеством дефектов.

По окончании первичной рекристаллизации дальнейший рост зерен будет происходить уже в рекристаллизованном материале. Различают нормальный рост зерен (собирательная рекристаллизация), когда размеры отдельных зерен относительно постоянны, и аномальный рост зерен, когда некоторые зерна растут быстрее других [133]. Таким образом, в отличие от аномального роста зерен, при нормальном росте распределение зерен по форме и размерам не меняется. Аномальный рост по своим внешним проявлениям похож на первичную рекристаллизацию (т.е. небольшое количество зерен растет за счет всех остальных), поэтому такой рост часто называют вторичной рекристаллизацией [133].

Существует несколько возможных механизмов зарождения новых зерен, которые основаны на представлении об образовании области почти совершенного кристалла, способного к дальнейшему росту в окружающую деформированную матрицу [133]. Механизм зарождения, который основан на росте полигонизованного субзерна, был независимо предложен Беком [134] и Каном [135], а позднее рассмотрен Коттреллом [136].

Еще один механизм основывается на модели, согласно которой субзерно приобретает увеличенный размер и большую разориентировку путем коалесценции двух или более субзерен [137, 138]. Коалесценция субзерен предпочтительно происходит

вблизи границ зерен (рис.1.10). Такая коалесценция возникает за счет положительной разности энергии в малоугловой границе и в границе с высокоугловой разориентировкой.

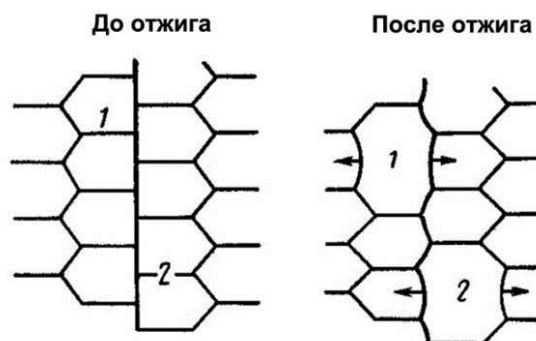


Рисунок 1.10. Схематическое представление коалесценции субзерен (где 1 и 2 – две субграницы около исходной границы зерна, которые исчезают при коалесценции в процессе отжига) [133]

В работах [139-141] авторы предложили механизм, который основан на миграции границ под действием упругих напряжений. При таком механизме субзерно, примыкающее к ранее существовавшей высокоугловой границе, растет путем миграции этой границы в соседнее зерно [133]. Движущей силой такой миграции является разность в объемной энергии по обе стороны от границы, которая продвигается в зерно с более высокой плотностью дислокаций (рис.1.11) [92]. Сравнительно крупное и совершенное субзерно может быть участком, от которого начинается выгибание высокоугловой границы [92].

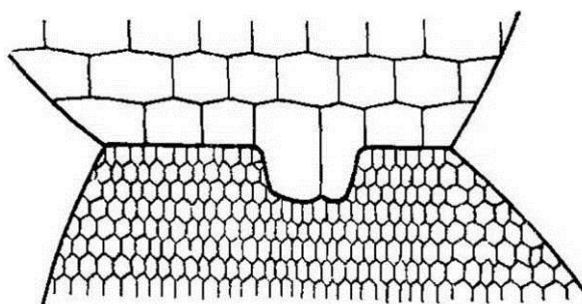


Рисунок 1.11. Схема образования выступа на границе путем ее миграции [92]

Зародыши новых зерен появляются около существовавших ранее границ зерен, в переходных полосах, в полосах сдвига, около крупных включений, а также после очень сильной деформации внутри деформированных зерен [92, 133].

1.4 Текстуры деформации и рекристаллизации

Деформационная обработка приводит не только к изменению формы зерен поликристаллического образца, но и их кристаллографической ориентировки. По мере увеличения степени деформации постепенно происходит изменение ориентировки, в результате чего в сильно деформированных образцах возникает отчетливая текстура деформации. Текстуры деформации многокомпонентны, т.е. компоненты текстуры представляют собой зерна с одинаковой ориентировкой. Тип текстуры зависит от поворота кристаллической решетки в процессе движения дислокаций в зернах, а также связан с особенностями самого материала и условиями деформирования [142].

До недавнего времени стандартным способом описания текстур были двумерные прямая и обратная полюсные фигуры, однако в настоящее время для представления текстур все чаще используют функции распределения ориентировок (ФРО), которые дают более полное трехмерное представление текстуры. ФРО можно представить «трубкой текстур» внутри параллелепипеда, определяемого углами Эйлера: φ_1 , Φ , φ_2 [142]. Углы Эйлера описывают ориентацию осей кристаллита относительно осей образца [143]. Эти «трубки текстур» соединяют максимумы интенсивности в стопке сечений «волоконными трубками» [142, 144-145]. Текстуры описывают преимущественным направлением $[uvw]$ или их совокупностью $\langle uvw \rangle$ и преимущественной кристаллографической плоскостью (hkl) [142].

Так как аустенитные стали являются метастабильными при комнатной температуре и холодная деформация может приводить к двухфазной структуре, состоящей из α - Fe и γ - Fe, рассмотрим возможные текстуры прокатки в ГЦК и ОЦК материалах.

Чтобы упростить описание и облегчить количественное сравнение текстур прокатки с помощью ФРО, были выделены идеальные текстурные компоненты - $\{hkl\}\langle uvw \rangle$, у которых нормаль к плоскости $\{hkl\}$ параллельна направлению нормали к плоскости прокатки, а направление $\langle uvw \rangle$ параллельно направлению прокатки [146]. Идеальные текстурные компоненты для катанных ГЦК материалов представлены в таблице 1.1.

В зависимости от энергии дефекта упаковки в ГЦК материалах различают два типа текстур: текстуру меди и текстуру латуни [142, 147]. Для материалов с относительно высокой энергией дефекта упаковки характерной является текстура меди, которая связана с текстурными компонентами Cu (Медь), S и В (Латунь), а для материалов с низкой энергией дефекта упаковки характерна текстура латуни с текстурными компонентами В и G (Госс) [146]. Различие в типах текстур связано с механизмами деформации, так в

металлах с высокой энергией дефекта упаковки идет скольжение, а при низкой энергии дефекта упаковки – двойникование [142, 146].

Сочетание текстурных компонент Cu – S – В можно представить как непрерывную «трубку текстур» (рис.1.12), которая называется β – волокном и распространяется от $\{112\}\langle 111\rangle$ («Cu» с $\Phi=35^\circ$; $\varphi_1=90^\circ$; $\varphi_2=45^\circ$) через $\{123\}\langle 634\rangle$ («S» с $\Phi=37^\circ$; $\varphi_1=59^\circ$; $\varphi_2=63^\circ$) к $\{110\}\langle 112\rangle$ («В» с $\Phi=45^\circ$; $\varphi_1=35^\circ$; $\varphi_2=90^\circ$). Второе сочетание текстурных компонент G – В называется α – волокном и распространяется от $\{110\}\langle 001\rangle$ («G» с $\Phi=45^\circ$; $\varphi_1=0^\circ$; $\varphi_2=90^\circ$) к $\{110\}\langle 112\rangle$ («В» с $\Phi=45^\circ$; $\varphi_1=35^\circ$; $\varphi_2=90^\circ$) [142].

В текстуре ГЦК металлов с промежуточными значениями энергии дефекта могут присутствовать два новых типа волокон – τ и γ [142]. τ – волокно распространяется от $\{112\}\langle 111\rangle$ («Cu» с $\Phi=35^\circ$; $\varphi_1=90^\circ$; $\varphi_2=45^\circ$) к $\{110\}\langle 001\rangle$ («G» с $\Phi=90^\circ$; $\varphi_1=90^\circ$; $\varphi_2=45^\circ$), в то время как γ – волокно распространяется от $\{111\}\langle 001\rangle$ (при $\Phi=55^\circ$; $\varphi_1=0^\circ$; $\varphi_2=45^\circ$) к $\{111\}\langle 112\rangle$ (при $\Phi=55^\circ$; $\varphi_1=90^\circ$; $\varphi_2=45^\circ$).

Таблица 1.1 – Идеальные текстурные компоненты катанных ГЦК металлов [142, 144]

Компонента, символ	$\{hkl\}$	$\langle uvw \rangle$	φ_1	Φ	φ_2
Медь / Copper (Cu)	112	111	90	35	45
S	123	634	59	37	63
Госс / Goss (G)	011	100	0	45	90
Латунь / Brass (B)	011	211	35	45	90
Дилламор / Dillamore (D)	4, 4, 11	11, 11, 8	90	27	45
Куб / Cube (C)	001	100	0	0	0

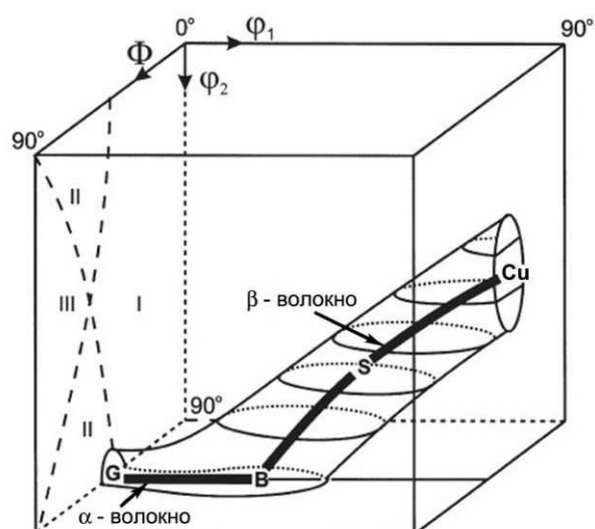


Рисунок 1.12. Схематическое представление текстурных волокон в ГЦК металлах [144]

По сравнению с ГЦК металлами, текстуры деформации ОЦК металлов более сложные и менее изученные. Однако во многих случаях важные текстурные компоненты катанных ОЦК металлов можно представить одним сечением ФРО при $\varphi_2 = 45^\circ$. В таблице 1.2 перечислены основные текстурные компоненты катанных ОЦК металлов.

Таблица 1.2 – Идеальные текстурные компоненты катанных ОЦК металлов [146]

Компонента, символ	$\{hkl\} \langle uvw \rangle$	φ_1	Φ	φ_2
Куб / Cube (C)	$\{001\} \langle 100 \rangle$	45	0	45
Повернутый куб / Rotated cube (H)	$\{001\} \langle 110 \rangle$	0	0	45
E_1	$\{111\} \langle 110 \rangle$	0	55	45
E_2	$\{111\} \langle 110 \rangle$	60	55	45
F_1	$\{111\} \langle 112 \rangle$	30	55	45
F_2	$\{111\} \langle 112 \rangle$	90	55	45
I	$\{112\} \langle 110 \rangle$	0	35	45
Госс / Goss (G)	$\{110\} \langle 001 \rangle$	90	90	45

На рисунке 1.13 (а) показано сечение ФРО при $\varphi_2 = 45^\circ$ холоднокатаной IF - стали, а расположение важных текстурных компонент показано на рисунке 1.13 (б) [144]. Из рисунка 1.13 видно, что основные текстурные компоненты лежат в двух полосах, образующих букву - L. Вертикальная полоса представляет собой частичное текстурное α – волокно с направлением $\langle 110 \rangle$ параллельным направлению прокатки. Данное α – волокно распространяется от $(001) [1\bar{1}0]$ до $(111) [1\bar{1}0]$ с изменением угла Φ от 0° до $\sim 55^\circ$, включая в себя текстурные компоненты: $\{001\} \langle 110 \rangle$, $\{211\} \langle 011 \rangle$ и $\{111\} \langle 011 \rangle$.

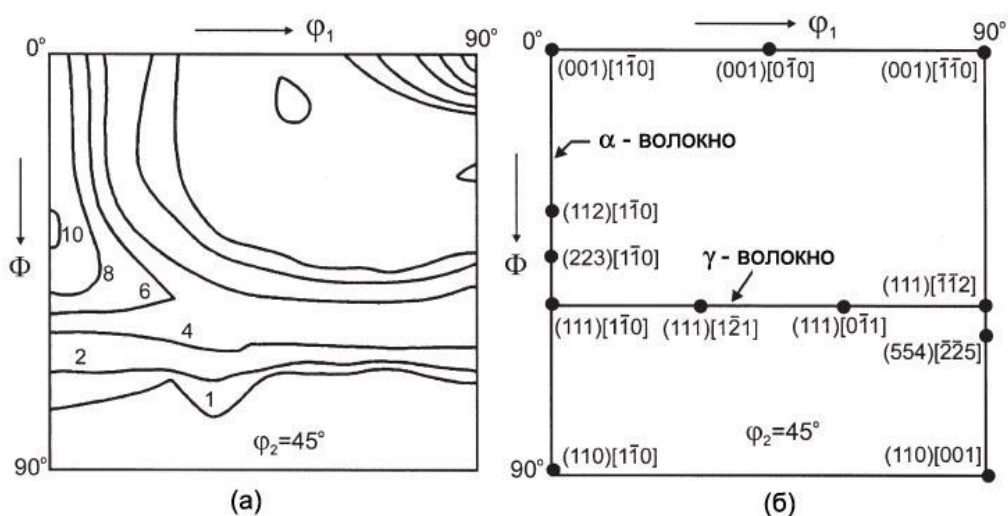


Рисунок 1.13. Сечение ФРО при $\varphi_2 = 45^\circ$ холоднокатаной IF – стали: экспериментальные данные (а), расположение важных текстурных компонент (б) [144]

Горизонтальная полоса начинается при $\Phi \sim 55^\circ$ и распространяется через все значения ϕ_1 . Это целое γ – волокно представлено направлением $\langle 111 \rangle$ параллельным направлению нормали к плоскости прокатки. Из рисунка 1.13 (б) видно, что γ – волокно содержит две пары эквивалентных ориентаций: $(111) [\bar{1}\bar{1}0]$, $(111) [1\bar{2}1]$, $(111) [0\bar{1}1]$ и $(111) [\bar{1}\bar{1}2]$. Таким образом, текстура катанных ОЦК металлов хорошо описывается α – волокном и γ – волокном [142, 144, 146, 148-150].

Как правило, в результате нагрева материала с текстурой деформации возникает текстура рекристаллизации, которая зависит от многих факторов. На характере текстуры рекристаллизации сказывается размер зерен, наличие вторых фаз и текстура до деформации, а также способ получения текстуры деформации и условия последующего нагрева. В материалах с текстурой деформации, состоящей из нескольких компонент, в ходе нагрева до повышенных температур возможно изменение рассеяния компонент или исчезновение какой-то компоненты с появлением новой. Более высокой температурой рекристаллизации обладают материалы с однокомпонентной текстурой деформации. Важной особенностью текстуры рекристаллизации является то, что в ходе длительных отжигов возможно изменение изначально возникшей текстуры рекристаллизации. Таким образом, на тип текстуры рекристаллизации влияет значительно большее число факторов, чем на тип текстуры деформации [142].

1.5 Постановка задач исследования

Из анализа литературных данных следует, что несмотря на многочисленные исследования метастабильных аустенитных коррозионностойких сталей, подвергнутых холодной/теплой деформации и последующему отжигу, механизмы формирования ультрамелкозернистой структуры и стабильность такой структуры при отжиге изучены недостаточно подробно. Формирование ультрамелкозернистой позволит получить уникальное сочетание высокой прочности и пластичности в аустенитных коррозионностойких сталях. Таким образом, необходимо детальное изучение закономерностей эволюции структуры в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе холодной и теплой прокатки, а также последующего отжига.

Кроме того, остается открытым вопрос о связи механизмов структурообразования с эволюцией текстуры. Предметом исследования при изучении такой взаимосвязи должна быть не макротекстура, а локальная микротекстура, возникающая в масштабах отдельного зерна или группы зерен. В литературе недостаточно данных по микротекстуре

аустенитных сталей после деформационной обработки и последующего отжига, в то время как изучению макротекстуры посвящено большое количество работ, основанных на рентгеновской дифрактометрии [151-155]. Просвечивающая электронная микроскопия обладает слишком высокой локальностью, в то время как с помощью растровой электронной микроскопии, оснащенной детектором автоматического анализа дифракции обратно-рассеянных электронов, можно получать и обрабатывать данные о макротекстуре с относительно больших участков [67].

В соответствии с вышеизложенным были поставлены следующие задачи:

- Установить влияние температуры и степени обжатия при прокатке на структурные и текстурные изменения в аустенитных коррозионностойких сталях.
- Установить влияние температуры отжига на механизмы формирования ультрамелкозернистой структуры в аустенитных коррозионностойких сталях, подвергнутым большим пластическим деформациям.
- Установить связь между механизмами структурных изменений и формированием текстуры в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе холодной и теплой прокатки и последующего отжига.
- Установить влияние холодной и теплой прокатки, а также последующего отжига на механические и коррозионные свойства аустенитных коррозионностойких сталей.

ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Материал исследования

В качестве материала исследования были выбраны две аустенитные коррозионностойкие стали 03X19H10 (AISI 304L) и 03X17H12M2 (AISI 316L), отличающиеся энергией дефекта упаковки. Химический состав обеих сталей представлен в таблице 2.1.

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

Марка	Элементы										
	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Nb	Co	P	S	Fe
03X19H10	0,05	0,4	1,7	8,8	18,2	-	0,04	0,2	0,05	0,04	ост.
03X17H12M2	0,04	0,4	1,7	10,7	17,3	2	0,05	0,2	0,04	0,05	ост.

Прутки квадратного сечения $30 \times 30 \text{ мм}^2$ были получены в результате проведения горячейковки при температуре 1100°C до истинной деформации $\epsilon \sim 0,5$ (формула (2.1)). После горячейковки был проведен высокотемпературный отжиг при температуре 1100°C в течение 30 минут с последующим охлаждением в воду. Полученные в результате горячейковки и высокотемпературного отжига стали рассматриваются в данной работе как исходные. В исходном состоянии размер зерен составил 35 мкм в стали 03X19H10 и 32 мкм в стали 03X17H12M2 (рис.2.1).

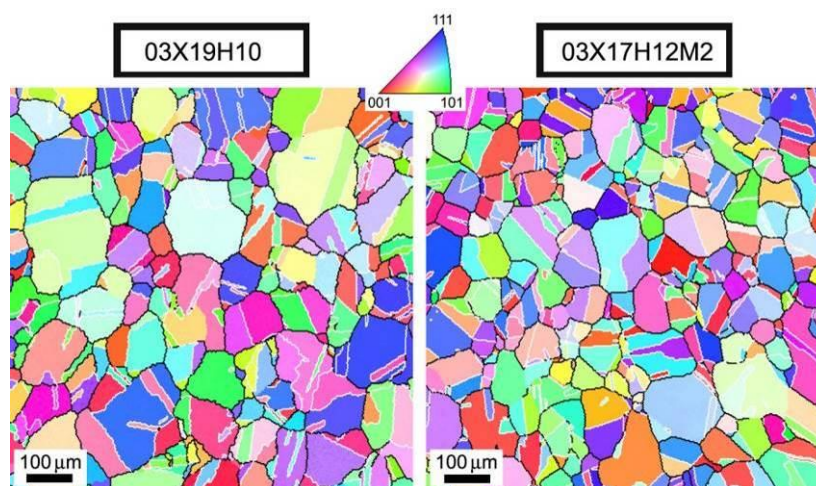


Рисунок 2.1. Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 03X19H10 и 03X17H12M2 в исходном состоянии. Черные и белые линии соответствуют большеугловым и двойниковым границам (специальным границам $\Sigma 3$), соответственно

2.2. Методики исследования

2.2.1 Методика механико-термической обработки

В качестве способа деформационной обработки была выбрана листовая прокатка. Схема проведения листовой прокатки представлена на рисунке 2.2. Листовую прокатку проводили при комнатной температуре (холодная прокатка) и температуре 300°C (теплая прокатка) на реверсивном двухвалковом прокатном стане фирмы HANKOK M-TECH INDUSTRIES CO LTD марки 2HI ROLLING MILL DRAWING с диаметром валков 350 мм.

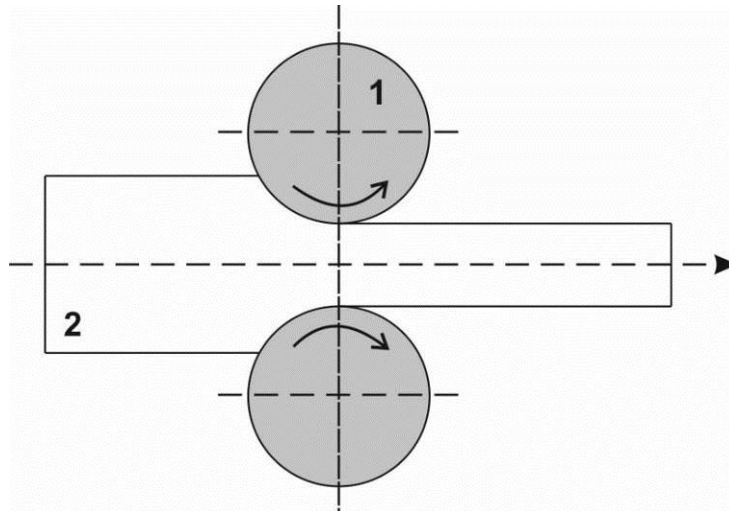


Рисунок 2.2. Схема листовой прокатки: 1 - валки, 2 – обрабатываемый лист

Стальные прутки с исходным сечением $30 \times 30 \text{ мм}^2$ и длиной 100 мм были прокатаны в лист до истинных деформаций $e = 0,5; 1; 2$ и 3. Величину истинной деформации оценивали по формуле:

$$e = \ln (h_0 / h_k), \quad (2.1)$$

где h_0 , h_k – начальная и конечная толщина стального листа. Таким образом, были получены листы толщиной 18; 11; 4 и 1,5 мм, что соответствует истинным деформациям 0,5; 1; 2 и 3. Скорость прокатки составила 5 м/мин, а относительное обжатие за один проход составило 10%.

Для проведения теплой прокатки образцы нагревали до температуры 300°C в муфельной печи фирмы Nabertherm и выдерживали в течение 30 минут (1 минута на 1 мм толщины заготовки), а затем пропускали между валками, нагретыми до 300°C. Отсчет времени выдержки начинали после того, как температура достигнет заданного значения. Перед каждым последующим проходом прокатки время выдержки в печи составляло 1 минуту на 1 мм толщины заготовки.

В качестве способа последующей термической обработки был выбран отжиг в интервале температур 600 - 800°C в течение 30 минут, 1 часа и 2 часов. Листы после холодной и теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ были подвергнуты отжигу при заданной температуре в муфельной печи Nabertherm LT5/12/B180 с последующим охлаждением в воду.

2.2.2 Методики определения фазового состава

Для оценки фазового состава, а именно определения доли γ - Fe и α - Fe в образцах сталей 03X19N10 и 03X17N12M2 после прокатки и отжига, проводили измерения с помощью ферритометра модели Fisher Feritscope FMP30. Измерение с помощью ферритометра основывается на магнитно-индукционном методе. Магнитное поле, которое генерируется индукционной катушкой, вступает во взаимодействие с магнитными компонентами исследуемого образца. Изменяющееся магнитное поле индуцирует во вторичной катушке ток и соответствующее напряжение, которое пропорционально содержанию α - Fe. Значения этого напряжения и оцениваются ферритометром. Таким образом, распознаются все магнитные компоненты в немагнитной структуре, то есть, в дополнение к ферритной фазе также обнаруживается полученный в результате фазовых превращений α - мартенсит. Результат измерения содержания α - Fe отображается в процентах на экране ферритометра.

В дополнение к магнитно-индукционному методу для анализа фазового состава проводили рентгеноструктурные исследования. Рентгеноструктурные исследования проводили на дифрактометре RigakuUltimaIV в медном (Cu) K_α излучении. Съемку на дифрактометре проводили при напряжении 40кВ, силе тока 40мА и скорости сканирования 2°/мин (шаг сканирования 0,02°). Съемку осуществляли в широком диапазоне углов $2\theta = 40^\circ - 125^\circ$. Анализ профилей проводили по международным таблицам АСТМ, в которых приведены значения индексов плоскостей (hkl), значения углов 2θ и межплоскостные расстояния [156].

Количественное соотношение фаз γ - Fe и α - Fe оценивали, используя корундовое число RIR (Reference Intensity Ratio) по методу Чанга.

$$RIR_n = \frac{I_{100\%}^n}{I_{100\%}^{Al_2O_3}}, \quad (2.2)$$

где RIR_n – корундовое число n – фазы, $I_{100\%}^n$ – интенсивность 100% линий n – фазы, $I_{100\%}^{Al_2O_3}$ – интенсивность 100% линии корунда (Al_2O_3).

Полагая, что все фазы в смеси идентифицированы и для них известны корундовые числа RIR, то

$$\sum X_k = 1, \quad (2.3)$$

где $k = 1 \dots n$, n – число компонентов смеси, а X_k – соответствующие весовые доли.

Тогда весовая доля X_α из n присутствующих фаз вычисляется по формуле:

$$X_\alpha = \frac{I_{i\alpha}}{(RIR_\alpha * I_{i\alpha}^{rel})} * [\sum_k \left(\frac{I_{jk}}{RIR_j * I_{jk}^{rel}} \right)]^{-1}, \quad (2.4)$$

где $I_{i\alpha}$ – измеренная интенсивность i – рефлекса; $I_{i\alpha}^{rel}$ – относительная интенсивность данного рефлекса в международных таблицах ASTM; RIR_α – корундовое число для определяемой фазы, I_{jk} , I_{jk}^{rel} , RIR_j , – соответствующие величины для всех компонентов смеси.

2.2.3 Методика исследования структуры и текстуры

Микроструктурные исследования проводили с помощью растровых электронных микроскопов Quanta Nova Nanosem 450 и Quanta 600 FEG 3D, оснащенных детектором для автоматического анализа дифракции обратно-рассеянных электронов – electron backscatter diffraction (EBSD – анализ). Для получения карт пространственного распределения кристаллографических ориентировок (EBSD карты) образец, наклоненный на угол 70° , помещается в растровый электронный микроскоп, и исследуемая поверхность подвергается автоматическому пошаговому сканированию «от точки к точке» (рис.2.3). 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. Данный процесс повторяется до тех пор, пока не будет отсканирована заданная площадь поверхности исследуемого образца [157]. Для обработки результатов EBSD сканирования использовали программное обеспечение TSL OIM Analysis, с помощью которого получали EBSD карты.

Образцы для EBSD анализа вырезали из поперечного сечения стального листа. Образцы механически шлифовали на приборе Laborol 5, используя наждачную бумагу. После этого образцы механически полировали, используя алмазные суспензии с различным размером дисперсных частиц от 6 до 3 мкм. Затем проводили электрохимическую полировку при напряжении 20 В в электролите следующего состава: 90% уксусной кислоты и 10% хлорной кислоты. EBSD сканирование проводили в направлении параллельном направлению прокатки.

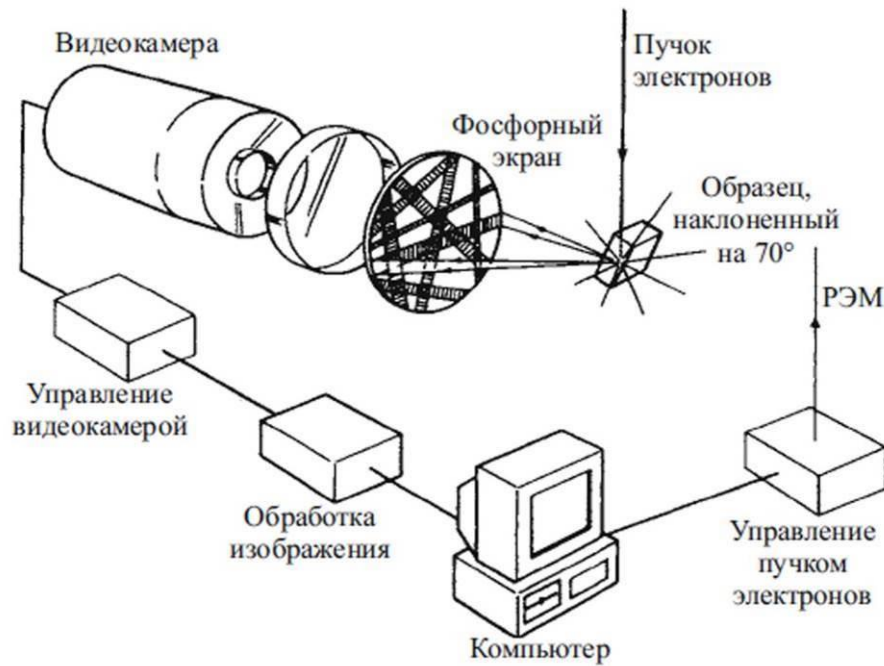


Рисунок 2.3. Схема автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов [157]

По EBSD картам с помощью программного обеспечения TSL OIM Analysis определяли средний размер зерен (D). Также с помощью программного обеспечения TSL OIM Analysis строили функции распределения ориентировок (ФРО) для оценки текстуры, формирующейся после прокатки и последующего отжига.

Тонкую структуру исследовали с помощью просвечивающего электронного микроскопа Jeol JEM-2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ.

Для просвечивающей электронной микроскопии в качестве образцов использовали тонкие фольги. Для изготовления фольг вырезали пластины толщиной 0,3 мм, их механически утоняли до толщины около 100 мкм с помощью наждачной бумаги, после чего из них вырезался диск диаметром 3 мм. Для окончательного утонения до ~ 100 нм проводили электролитическую полировку на установке Struers «Tenipol-5» в электролите состава: 90% уксусной кислоты и 10% хлорной кислоты при напряжении $U \approx 25$ В и температуре $t \approx 20 \pm 5$ °С.

С помощью просвечивающей электронной микроскопии оценивали плотность решеточных дислокаций, фазовый состав матрицы и кристаллографические ориентировки кристаллитов.

Плотность решеточных дислокаций определяли по точкам выхода дислокаций на поверхность фольги [158], используя формулу:

$$\rho = N / 2F, \quad (2.6)$$

где N – число выходов дислокаций на поверхность, площадь которой равна F .

Изучение тонкой структуры также проводили с помощью метода микродифракции. По дифракционным картинам, которые были получены с матрицы, определяли межплоскостное расстояние для двух пар симметричных рефлексов, расположенных вблизи центрального рефлекса по формуле:

$$d_i = R / r_i, \quad (2.7)$$

где $R=12,55$ при длине камеры микроскопа $L = 50$ см, r_i – расстояние от центрального рефлекса до ближайшего рефлекса.

С помощью базы данных Powder Diffraction Files подбирали возможный фазовый состав матрицы по межплоскостному расстоянию d_i .

Определив угол по дифракционной картине между двумя ближайшими рефлексами с межплоскостными расстояниями d_1 и d_2 , сравнивали его с углом, рассчитанным по формуле для фаз с кубической решеткой (таких как γ -Fe и α -Fe):

$$\cos \phi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{[(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)]^{1/2}}, \quad (2.8)$$

где h_i , k_i , l_i – индексы кристаллографических плоскостей, которые соответствуют определенным межплоскостным расстояниям d_i .

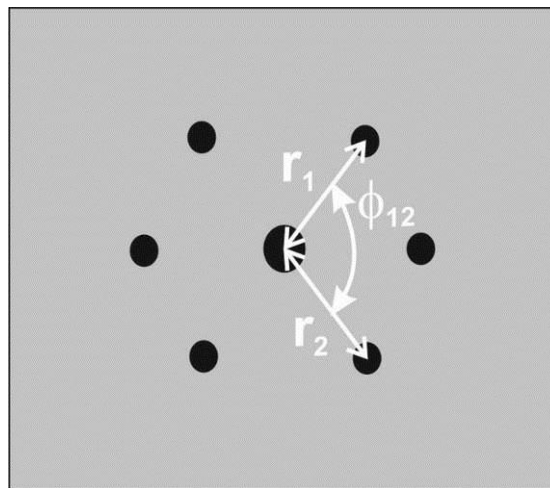


Рисунок 2.4. Схема индирования точечной электронограммы

Разориентировку между кристаллитами определяли с помощью линий Кикучи на изображениях микродифракции, которые были получены в сведенном электронном пучке [159, 160].

Для определения угла разориентировки между кристаллитами на полученном изображении микродифракции выбирали три пары линий Кикучи, которые образуют треугольник (рисунок 2.5).

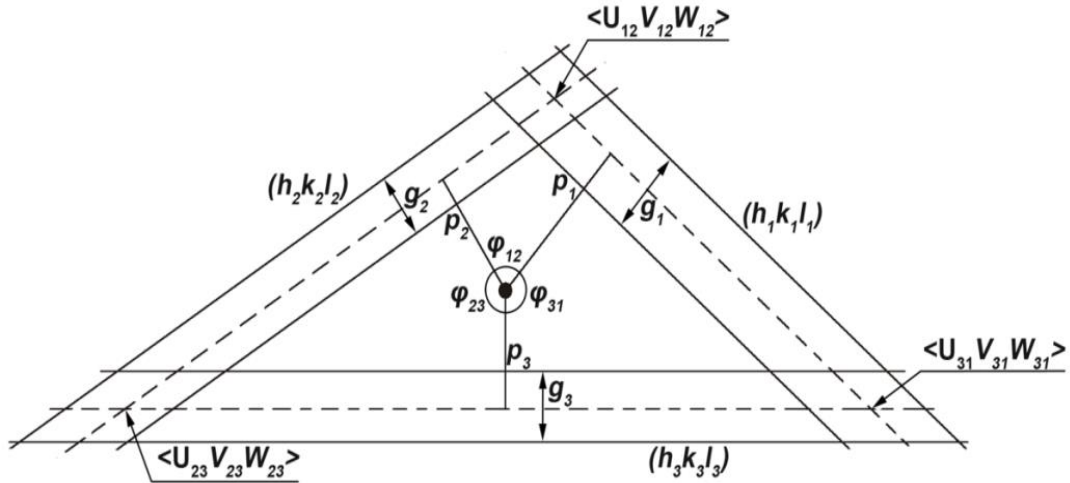


Рисунок 2.5. Схема индирования Кикучи – линий

Индирование линий Кикучи подобно индированию точечной дифракционной картины, отличие состоит в том, что расчет межплоскостных расстояний осуществляется по измерению расстояния между линиями Кикучи, а положение и знак индексов кристаллографических плоскостей hkl дополнительно уточняли по углам, измеренным экспериментально между выбранными линиями Кикучи. Затем рассчитывали три оси зоны, где ось зоны - это прямая линия вдоль которой пересекаются кристаллографические решетки двух плоскостей, т.е. $U_{1,2} = k_1l_2 - l_1k_2$; $V_{1,2} = l_1h_2 - h_1l_2$; $W_{1,2} = h_1k_2 - k_1h_2$. Так как, ось зоны – это вектор, то расчет должен производили с учетом заданного направления, например, навстречу падающему пучку электронов. Далее определяли угол между одной из осей зоны и плоскостью, кристаллографические индексы которой не использовались для расчета данной оси зоны, например:

$$\cos \alpha = \frac{(U_{1,2}h_3 + V_{1,2}k_3 + W_{1,2}l_3)}{(U_{1,2}^2 + V_{1,2}^2 + W_{1,2}^2)(h_3^2 + k_3^2 + l_3^2)} \quad (2.9)$$

Если рассчитанный угол меньше 90° , то индирование проведено корректно, если рассчитанный угол больше 90° знаки для всех кристаллографических плоскостей изменяли на противоположенные. Определив индексы трех кристаллографических плоскостей $(h_ik_il_i)$, рассчитывали направление оси зоны UVW , которая проходит через центральный максимум на полученном изображении микродифракции. Для этого измеряли расстояние (p_i) от центрального максимума до следа кристаллографической плоскости $(h_ik_il_i)$, а затем определяли угол между осью зоны и данной кристаллографической плоскостью:

$$\tan \alpha_i = \frac{L}{p_i} \quad (2.10)$$

Для определения точных значений оси зоны UVW решали систему трех уравнений скалярного произведения векторов [UVW] и $(h_i k_i l_i)$. Для кубических решеток данные уравнения имеют вид:

$$\cos \alpha_i = \frac{(h_i U + k_i V + l_i W)}{(h_i^2 + k_i^2 + l_i^2)(U^2 + V^2 + W^2)^{\frac{1}{2}}} \quad (2.11)$$

Для однозначного описания кристаллографической ориентации кристаллита определяли индексы еще одного кристаллографического направления. Для этого выбирали направление «к оператору», которое однозначно определяется краем фотографии изображения микродифракции. Угловую разориентировку между кристаллитами рассчитывали исходя из матрицы разориентировки:

$$R = A_1 A_2^{-1} \quad (2.12)$$

где A_1 и A_2 – ориентационные матрицы смежных кристаллитов. Угол разориентировки определяется следом матрицы R:

$$\theta = \arccos\left(\frac{\sum R_{ii} - 1}{2}\right) \quad (2.13)$$

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

2.2.4 Методика испытаний на статическое растяжение

Механические испытания на растяжение проводили при комнатной температуре в соответствии с ГОСТ 1497-84. Для проведения механических испытаний на растяжение использовали универсальную напольную электромеханическую испытательную машину Instron 5882 с автоматической регистрацией значений деформирующей нагрузки и удлинения образца. Запись данных осуществлялась на персональный компьютер с помощью специального программного обеспечения разработанного фирмой Instron.

Испытания проводили при скорости движения траверсы 2 мм/мин на плоских образцах с длиной рабочей части 16 мм и начальной площадью поперечного сечения рабочей части $F_0 = 1,5 \times 3 \text{ мм}^2$. Начальная расчетная длина составляла $l_0 = 5,65 \sqrt{F_0}$. Образцы вырезали вдоль оси прокатки на станке электроэрозионной резки Sodick AQ300L с толщиной режущей медной проволоки 0,2 мм.

Временное сопротивление или предел прочности (σ_B), Н/мм² (кгс/мм²), вычисляли по формуле:

$$\sigma_B = \frac{P_{max}}{F_0}, \quad (2.14)$$

где P_{max} - наибольшее усилие, предшествующее разрушению образца.

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

$$\sigma_{0,2} = \frac{P_{0,2}}{F_0}, \quad (2.15)$$

где $P_{0,2}$ - усилие, при котором пластическая (остаточная) деформация достигает 0,2%.

Относительное удлинение образца после разрыва (δ) в процентах вычисляли по формуле:

$$\delta = \frac{(l_k - l_0) \cdot 100\%}{l_0}, \quad (2.16)$$

где l_0 – начальная расчетная длина образца, а l_k – конечная расчетная длина образца после разрушения [161].

2.2.5 Методика измерения микротвердости по Виккерсу

Микротвердость по Виккерсу измеряли с помощью твердомера 402MVD Instron Wolpert Wilson Instruments согласно ГОСТ 2999 – 75. В качестве индентора использовали четырехгранную алмазную пирамиду с углом при вершине $\alpha = 136^\circ$ (рис.2.6). Измерение микротвердости проводили при использовании нагрузки 300 г. Время выдержки под нагрузкой составляло 10 секунд. Для каждого образца проводили не менее 10 измерений микротвердости.

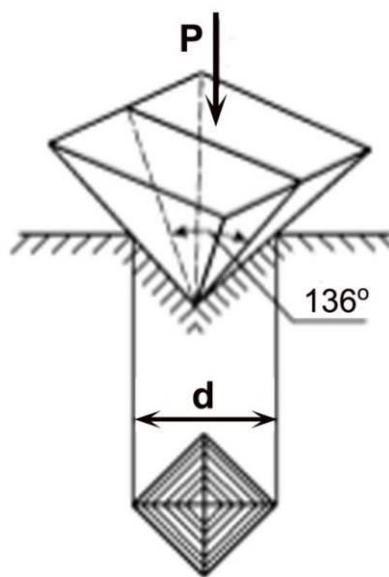


Рисунок 2.6. Схема измерения микротвердости по Виккерсу

Микротвердость по Виккерсу (HV) считали по формуле:

$$HV = \frac{2P \cdot \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} = 1,854 \cdot \frac{P}{d^2}, \quad (2.17)$$

где HV – твердость, кгс/мм² (Па); α – угол между противоположными гранями пирамиды; P – нагрузка, кгс (Н); d – среднее арифметическое длин обеих диагоналей отпечатка после снятия нагрузки, мм (м).

Отпечаток измеряют с точностью до 0,001 мм, для чего поверхность должна иметь шероховатость не выше 0,16 мкм, должна быть сухой и свободной от оксидной пленки и посторонних веществ; наклон поверхности к оси индентора не свыше 2° .

2.2.6 Методика испытаний по определению стойкости к межкристаллитной коррозии

Испытания по определению стойкости аустенитных сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 к межкристаллитной коррозии проводили в соответствии с ГОСТ 9.914 – 91 методом потенциодинамической реактивации. Метод заключается в потенциодинамической поляризации образца в заданном диапазоне потенциалов последовательно в анодном (пассивация) и катодном (реактивация) направлениях и сопоставлении анодного количества электричества (заряда), израсходованного в процессе реактивации и пассивации (рис.2.7).

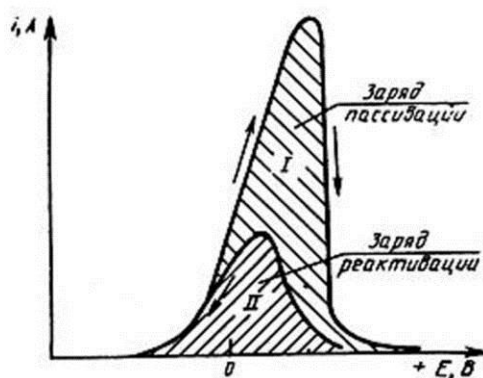


Рисунок 2.7. Типичные анодные потенциодинамические кривые пассивации (I) и реактивации (II), получаемые при испытании сталей методом потенциодинамической реактивации [162]

Раствор для испытания на межкристаллитную коррозию состоит из раствора серной кислоты концентрации 0,5 моль/дм³ и раствора роданида калия концентрации 0,01 моль/дм³. Предварительно готовят раствор роданида калия растворением в 100 см³ дистиллированной воды 9,8 г роданида калия. Раствор роданида калия хранят в темном помещении. Затем в мерной колбе вместимостью 1000 см³ в приблизительно 800 см³ дистиллированной воды растворяют 27 см³ серной кислоты, раствор охлаждают до комнатной температуры, добавляют 10 см³ раствора роданида калия и доводят дистиллированной водой до метки.

Поверхность испытуемого образца зачищают до равномерного металлического блеска, не допуская перегрева и нагартовки, обезжиривают ацетоном, промывают дистиллированной водой и сушат. Шероховатость поверхности перед испытанием должна

быть не более 1,6 мкм. Испытания на межкристаллитную коррозию проводят при температуре $30 \pm 1^\circ\text{C}$.

Стойкость к межкристаллитной коррозии оценивали по соотношению заряда реактивации к заряду пассивации или по соотношению максимальных плотностей тока катодной ($j_{\text{махреак}}$) ветви к максимальной плотности тока на анодной ($j_{\text{махпасс}}$) ветви анодно – катодной разветки, полученной методом потенциодинамической реактивации. При соотношении $j_{\text{махреак}} / j_{\text{махпасс}} < 0,11$ – образец считается стойким к межкристаллитной коррозии, при соотношении $j_{\text{махреак}} / j_{\text{махпасс}} \geq 0,11$ – образец считается склонным к межкристаллитной коррозии.

ГЛАВА 3 СТРУКТУРА АУСТЕНИТНЫХ КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ СТАЛЕЙ В ПРОЦЕССЕ ХОЛОДНОЙ / ТЕПЛОЙ ПРОКАТКИ И ПОСЛЕДУЮЩЕГО ОТЖИГА

В настоящей главе рассмотрены закономерности эволюции структуры в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19N10 и 03X17N12M2 в процессе холодной и теплой прокатки, а также последующего отжига. Изучено влияние степени и температуры деформации, а также последующего отжига на механизмы, ответственные за формирование ультрамелкозернистой структуры в исследуемых сталях.

3.1 Структурные изменения в процессе холодной и теплой прокатки аустенитных коррозионностойких сталей

Микроструктура аустенитных коррозионностойких сталей 03X19N10 и 03X17N12M2 после холодной прокатки до различных степеней деформаций показана на рис. 3.1 и рис. 3.2, соответственно. В процессе холодной прокатки до относительно небольших степеней деформации ($\epsilon = 0,5$) происходит вытягивание зерен вдоль направления прокатки, а внутри зерен аустенита появляются границы деформационного происхождения с малоугловой разориентировкой (угол разориентировки менее 15°). Появление субзеренных границ связано с различием действующих систем скольжения в различных участках исходных зерен. Также на ранних стадиях пластической деформации развивается деформационное двойникование, которое приводит к дополнительной фрагментации исходных аустенитных зерен двойниковыми границами (угол разориентировки около 60°). Холодная прокатка стали 03X19N10 до истинной деформации $\epsilon = 0,5$ сопровождается фазовым $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращением, которое приводит к формированию двухфазной структуры состоящей из аустенитных и мартенситных зерен, доля последних составила около 0.2 (рис.3.3). В свою очередь аустенитная коррозионностойкая сталь 03X17N12M2 характеризуется более медленной кинетикой фазового $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения, для развития которого необходимы более высокие степени пластической деформации.

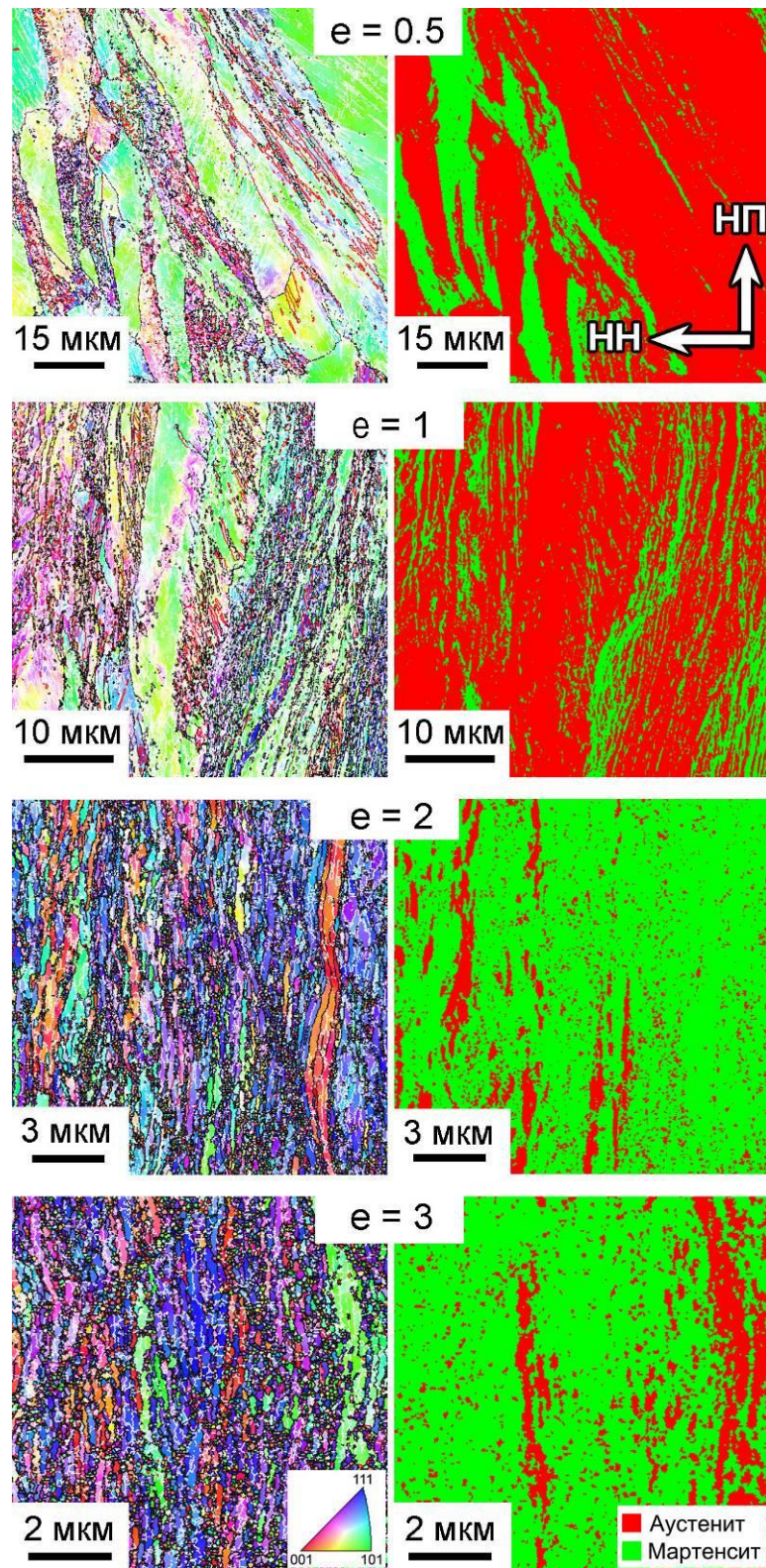


Рисунок 3.1. Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 03X19H10 после холодной прокатки до различных истинных деформаций (ϵ). Черные, белые и красные линии соответствуют большеугловым, малоугловым и двойниковым границам (специальным границам $\Sigma 3$), соответственно. Обратные полюсные фигуры показаны для направления нормали к плоскости прокатки (НН)

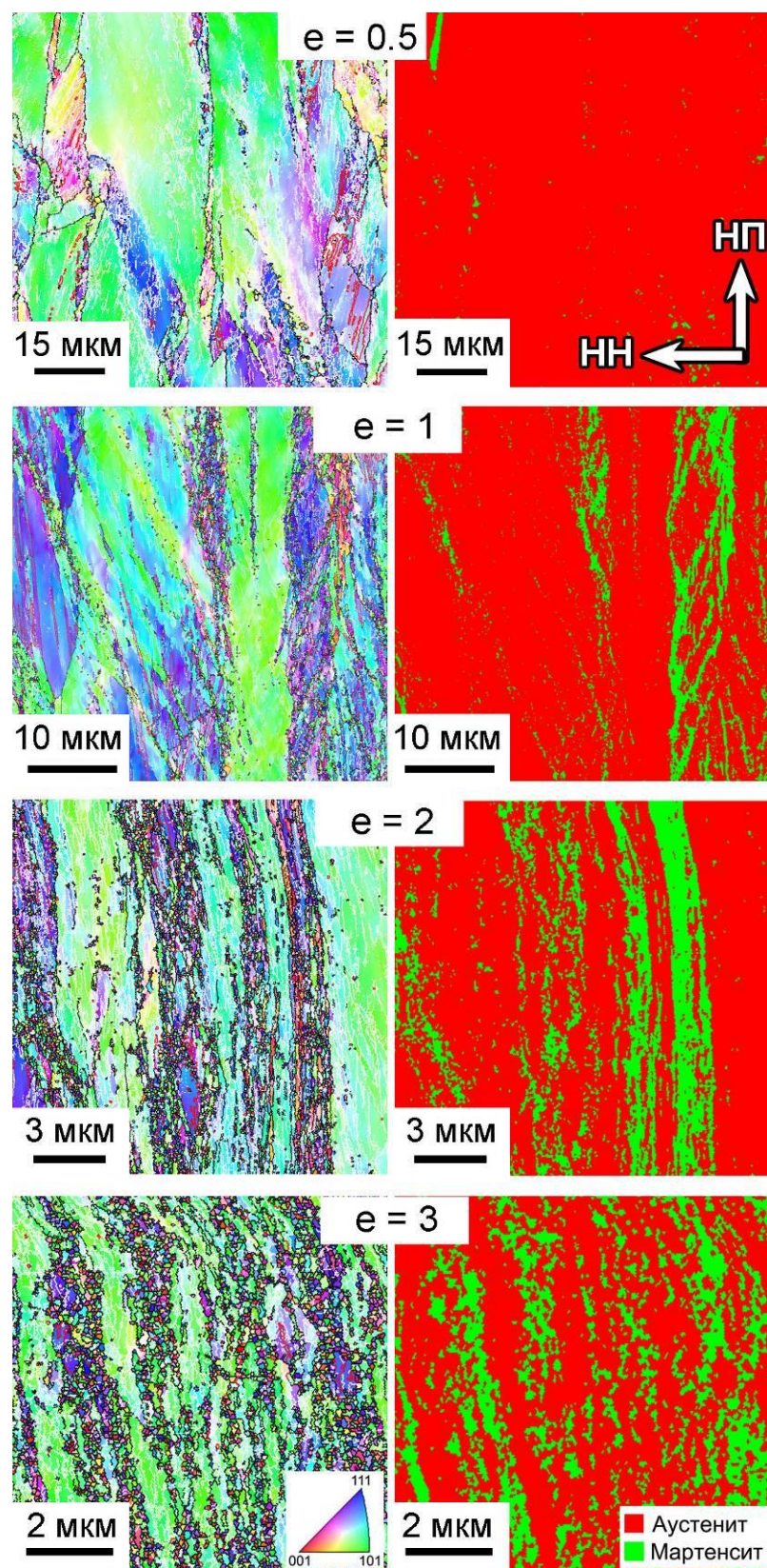


Рисунок 3.2. Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 03X17H12M2 после холодной прокатки до различных истинных деформаций (ϵ). Черные, белые и красные линии соответствуют большеугловым, малоугловым и двойниковым границам (специальным границам $\Sigma 3$), соответственно. Обратные полюсные фигуры показаны для направления нормали к плоскости прокатки (НН)

Дальнейшая деформация приводит к дополнительному вытягиванию исходных зерен вдоль направления прокатки и развитию микрополос сдвига. Пересечения микрополос сдвига являются предпочтительными местами зарождения мартенсита деформации, их появление способствует росту доли мартенсита при промежуточных степенях деформации ($\epsilon = 1$). Вытягивание зерен и развитие микрополос сдвига под углом 30° к направлению прокатки приводят к формированию волнистой микроструктуры при больших степенях деформации. Сильно деформированная микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 03X19H10 состоит из вытянутых волнистых зерен мартенсита, доля которого составила 0.8 после прокатки до $\epsilon = 3$, которые чередуются с цепочками мелких аустенитных зерен. Микроструктура аустенитной коррозионностойкой 03X17H12M2 после холодной прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ представлена вытянутыми зернами аустенита разделенными наноразмерными зернами мартенсита деформации, доля которого составила 0.25 (рис.3.3). Влияние степени деформации на долю мартенсита деформации можно описать с помощью сигмоидальной зависимости Олсона и Когена [163]:

$$F_M = 1 - \exp(-B(1 - \exp(-A \epsilon))^n) \quad (3.1)$$

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

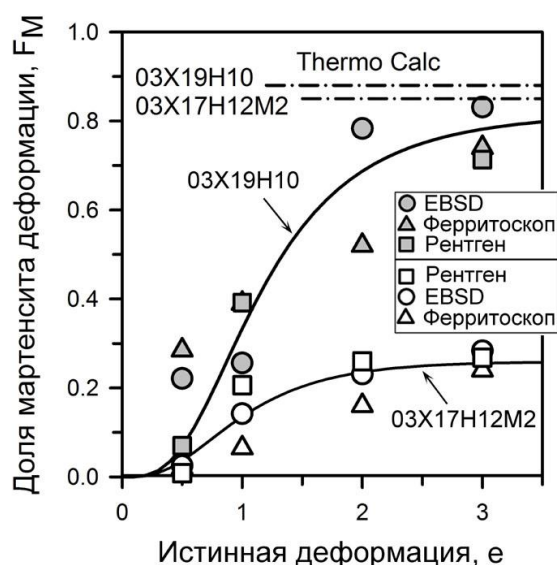


Рисунок 3.3. Влияние истинной деформации на долю мартенсита деформации (F_M) аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2

Тонкая структура, которая развивается в процессе холодной прокатки аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 до истинной деформации $\epsilon = 0,5$, показана на рис. 3.4. Рис. 3.4 наглядно показывает, что на ранних стадиях деформации формируется высокая плотность деформационных двойников с плоскостью двойникового $\{111\}$. Стоит отметить, что в каждом зерне действует только одна система двойникового. Деформационные двойники в структуре исследуемых сталей выглядят как тонкие пластины толщиной около 40 - 50 нм, которые разбивают исходные аустенитные зерна двойниковыми границами.

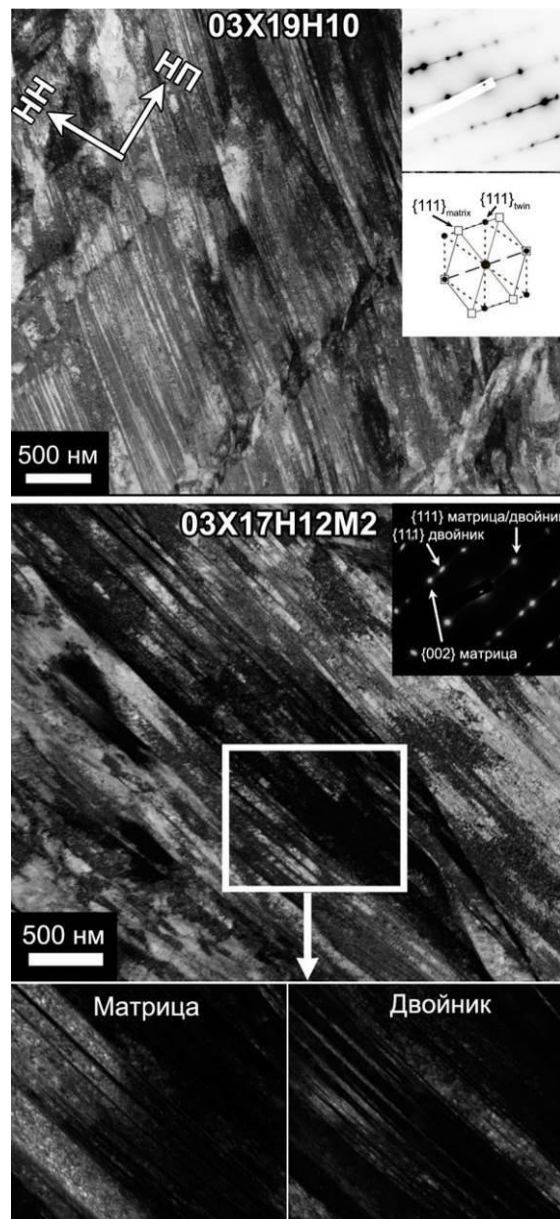


Рисунок 3.4. Тонкая структура аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной прокатки до истинной деформации $\epsilon = 0,5$

Формирование ультрамелкозернистой структуры в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 в процессе холодной прокатки до истинных деформаций $\epsilon=1$ и $\epsilon=3$, показано на рисунке 3.5.

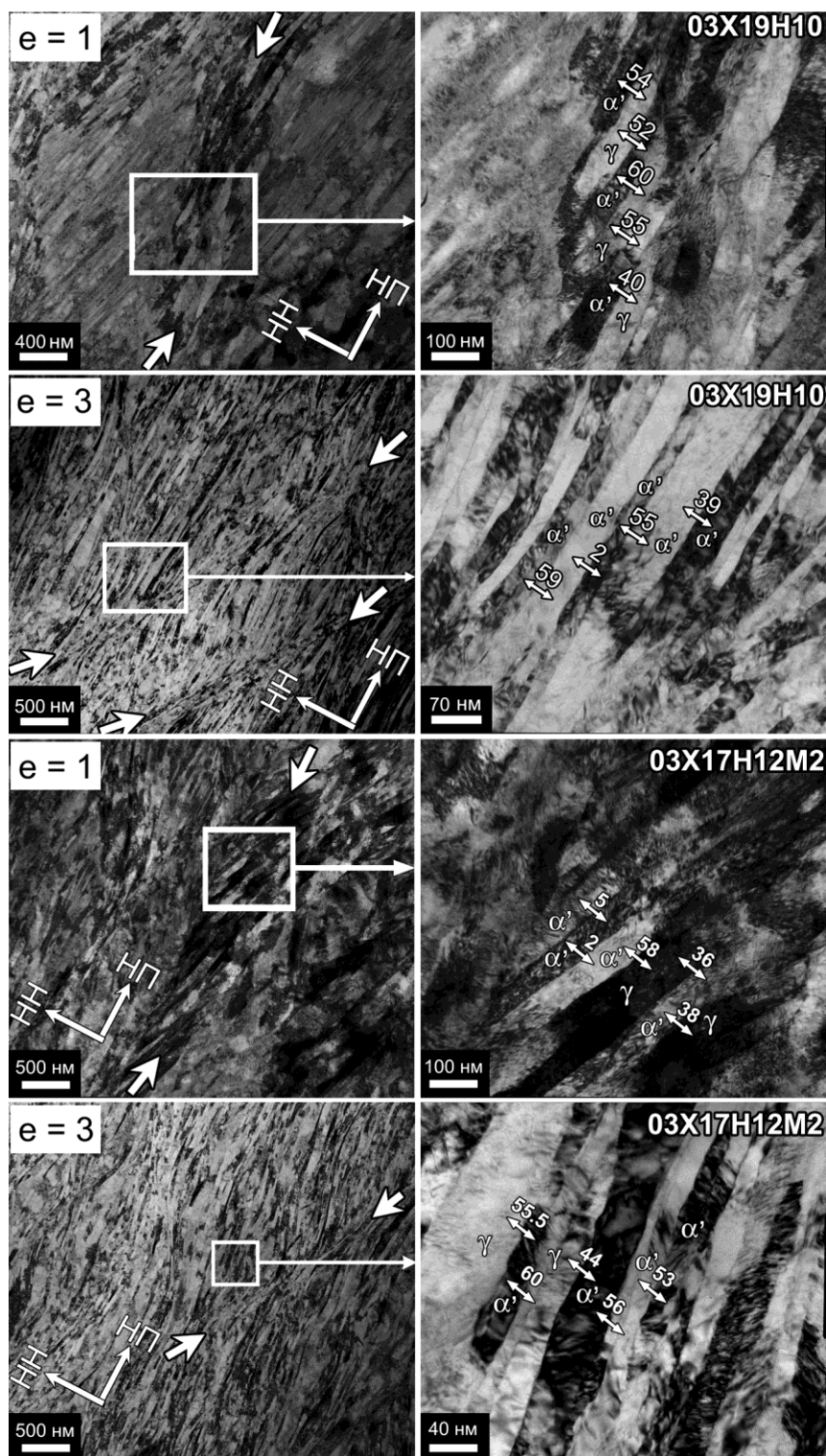


Рисунок 3.5. Тонкая структура аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной прокатки до истинных деформаций $\epsilon = 1$ и $\epsilon = 3$. Цифры указывают разориентировку границ в градусах

Микрополосы сдвига играют важную роль в формировании нанокристаллической структуры. Развитие микрополос сдвига на промежуточных степенях деформации способствует протеканию деформационного мартенситного превращения. В результате чего, микрополосы сдвига состоят из чередующихся нанокристаллитов аустенита и мартенсита деформации. Стоит отметить, что ориентационные соотношения между некоторыми кристаллитами мартенсита деформации и аустенита близки к ориентационным соотношениям Курдюмова-Закса и Нишиямы-Вассермана. Холодная прокатка до больших степеней деформации ($\epsilon = 3$) приводит к множественному пересечению микрополосами сдвига сильновытянутых вдоль направления прокатки нанокристаллитов аустенита и мартенсита деформации.

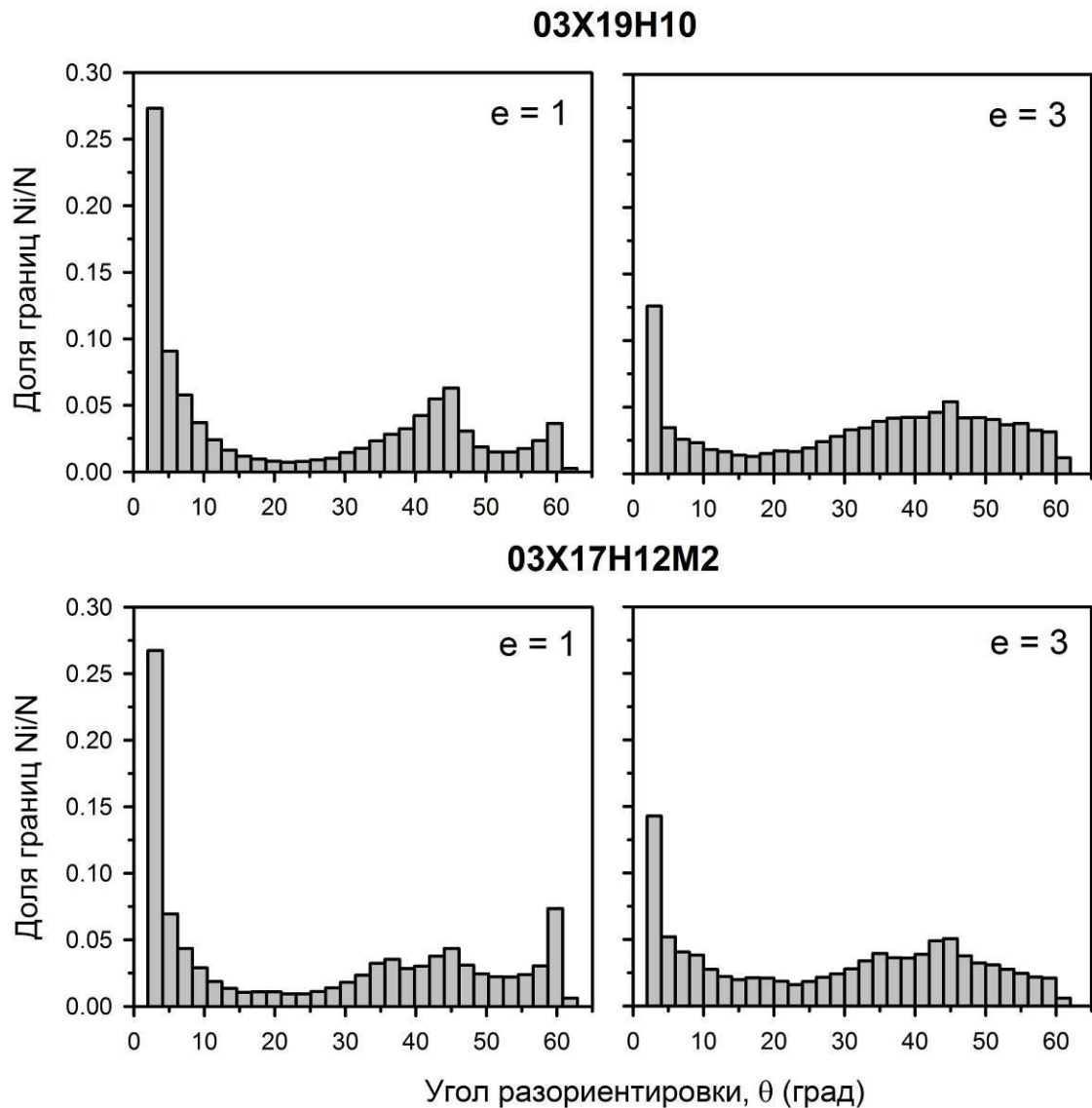


Рисунок 3.6. Распределение границ зерен по углам разориентировки аустенитных коррозионноустойчивых сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной прокатки до истинных деформаций $\epsilon = 1$ и $\epsilon = 3$

Механизмы эволюции микроструктуры в процессе холодной прокатки до различных степеней деформации, четко отражаются в распределении границ зерен по углам разориентировки (рис. 3.6). Распределение границ зерен по углам разориентировки в процессе холодной прокатки до $\epsilon=1$ характеризуется тремя отличительными пиками, которые соответствуют углам меньше 10° , углам около 45° и углам около 60° . Первый пик, связан с формированием малоугловых субграниц в процессе пластической деформации [164]. Второй пик, соответствующий границам с разориентировкой $\sim 45^\circ$ связан с протеканием мартенситного превращения по сдвиговому механизму, так как ориентационные соотношения между аустенитом и мартенситом в коррозионностойких сталях близки к соотношениям Курдюмова-Закса и Нишиямы-Вассермана, которые приводят к разориентировке между γ и α фазой на 42.9° и 46° , соответственно [94]. Третий пик характеризует развитие процессов деформационного двойникования (разориентировка границы двойника в аустените составляет 60° в направлении $\langle 111 \rangle$. Разориентировка деформационных субграниц постепенно увеличивается в процессе деформации [164]. Таким образом, доля малоугловых субграниц постепенно уменьшается с увеличением истинной степени деформации.

Деформационное двойникование, характерное для небольших степеней деформации, затухает при больших деформациях, о чем свидетельствует исчезновение пика с углом разориентировки $\sim 60^\circ$. С другой стороны, деформационное мартенситное превращение непрерывно развивается в процессе холодной прокатки до истинной степени деформации 3. Таким образом, границы зерен в данных сталях при больших степенях деформации имеют случайное распределение, на которое накладываются два пика, соответствующие малоугловым разориентировкам (деформационные субграницы) и разориентировке в 45° (результат мартенситного превращения).

Влияние истинной степени деформации (ϵ) на размер зерен и плотность дислокаций аустенитных коррозионностойких сталей 03X19N10 и 03X17N12M2 после холодной прокатки показано на рис. 3.7 и рис.3.8.

Холодная прокатка до $\epsilon=1$ приводит к быстрому уменьшению размера аустенитных зерен до 330 нм и 305 нм в стали 03X19N10 и 03X17N12M2, соответственно. При дальнейшем увеличении степени деформации скорость измельчения зерен замедляется. Средний размер зерен аустенита постепенно уменьшается примерно до 100 - 150 нм в обеих сталях с увеличением степени деформации до $\epsilon=3$. Размер зерен мартенсита деформации, характеризуется аналогичной зависимостью от степени деформации, хотя зерна мартенсита деформации мельче, чем зерна аустенита, особенно при относительно

небольших деформациях. После прокатки до $\varepsilon=3$ размер зерен мартенсита составил примерно 115 нм и 100 нм в сталях 03X19H10 и 03X17H12M2, соответственно. Стоит отметить, что размер зерен аустенита в основном больше в стали 03X17H12M2, в то время как размер зерен мартенсита больше в стали 03X19H10.

На ранних стадиях деформации внутризеренная плотность дислокаций резко увеличивается до значений $>10^{15} \text{ м}^{-2}$. Увеличение степени деформации сопровождается замедлением скорости роста плотности дислокаций. Стоит отметить, что при всех степенях холодной деформации плотность дислокаций в стали 03X17H12M2 больше чем в стали 03X19H10. После холодной прокатки до $\varepsilon=3$ плотность достигает значений $3,2 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ (аустенит) / $2,2 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ (мартенсит) в стали 03X19H10 и $5,4 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ (аустенит) / $4,8 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ (мартенсит) в стали 03X17H12M2.

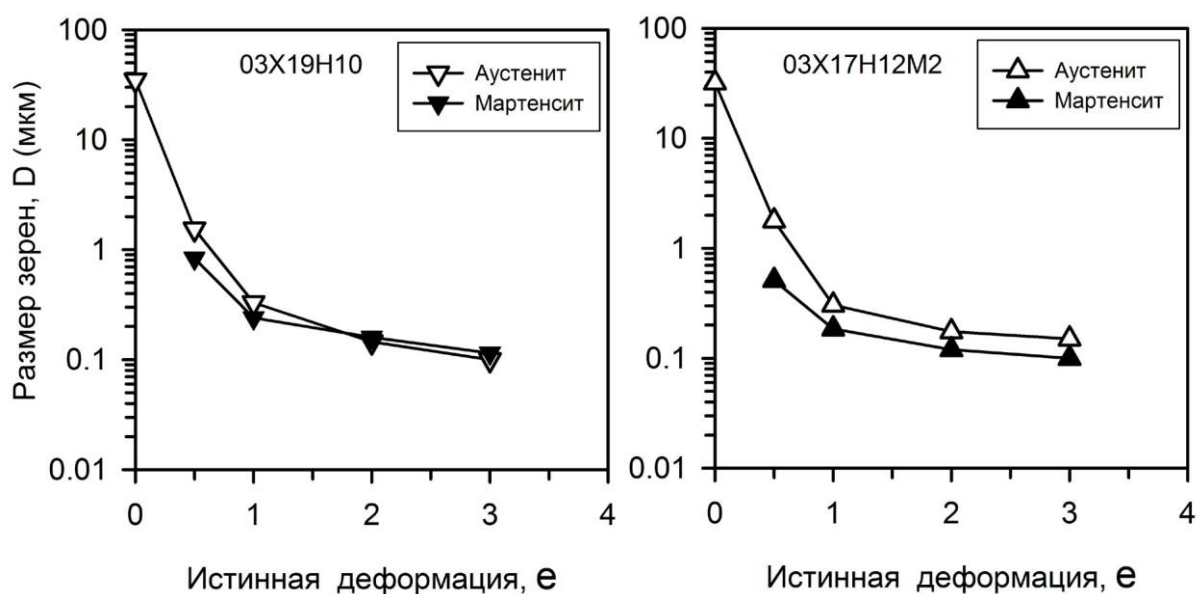


Рисунок 3.7. Влияние истинной деформации (ε) на размер зерен аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной прокатки

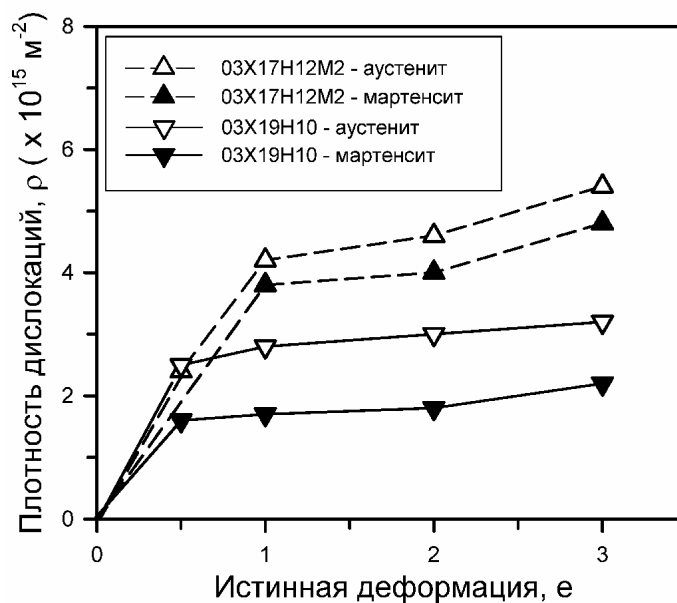


Рисунок 3.8. Влияние истинной деформации (ε) на плотность дислокаций аустенитных коррозионностойких сталей 03X19Н10 и 03X17Н12М2 после холодной прокатки

Таблица 3.1 – Структурные параметры аустенитных коррозионностойких сталей 03X19Н10 и 03X17Н12М2 после холодной прокатки до различных истинных деформаций

Сталь	03X19Н10				03X17Н12М2			
	Размер зерен, мкм		Плотность дислокаций, $\rho \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$		Размер зерен, мкм		Плотность дислокаций, $\rho \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$	
Истинная деформация, ε	γ	α	γ	α	γ	α	γ	α
0	35 ±3,96	-	0,002	-	32 ±3,62	-	0,002	-
0,5	1,54 ±0,17	0,84 ±0,09	2,5 ±0,3	1,6 ±0,25	1,78 ±0,20	0,51 ±0,06	2,4 ±0,3	-
1	0,33 ±0,04	0,24 ±0,03	2,8 ±0,4	1,7 ±0,5	0,305 ±0,03	0,185 ±0,02	4,2 ±0,5	3,8 ±0,4
2	0,145 ±0,02	0,16 ±0,02	3,0 ±0,4	1,8 ±0,3	0,175 ±0,02	0,12 ±0,01	4,6 ±0,4	4,0 ±0,3
3	0,1 ±0,01	0,115 ±0,01	3,2 ±0,5	2,2 ±0,6	0,15 ±0,02	0,1 ±0,01	5,4 ±0,3	4,8 ±0,6

Структурные изменения в процессе тепловой прокатки аустенитных коррозионностойких сталей 03X19Н10 и 03X17Н12М2 показаны на рис.3.9 и рис.3.10, соответственно. Аналогично холодной прокатке, теплая деформация до относительно небольших степеней деформации ($\epsilon = 0,5$) приводит к вытягиванию исходных аустенитных зерен вдоль направления прокатки и появлению больших градиентов деформации внутри зерен. Также на начальных стадиях тепловой деформации развиваются субграницы деформационного происхождения.

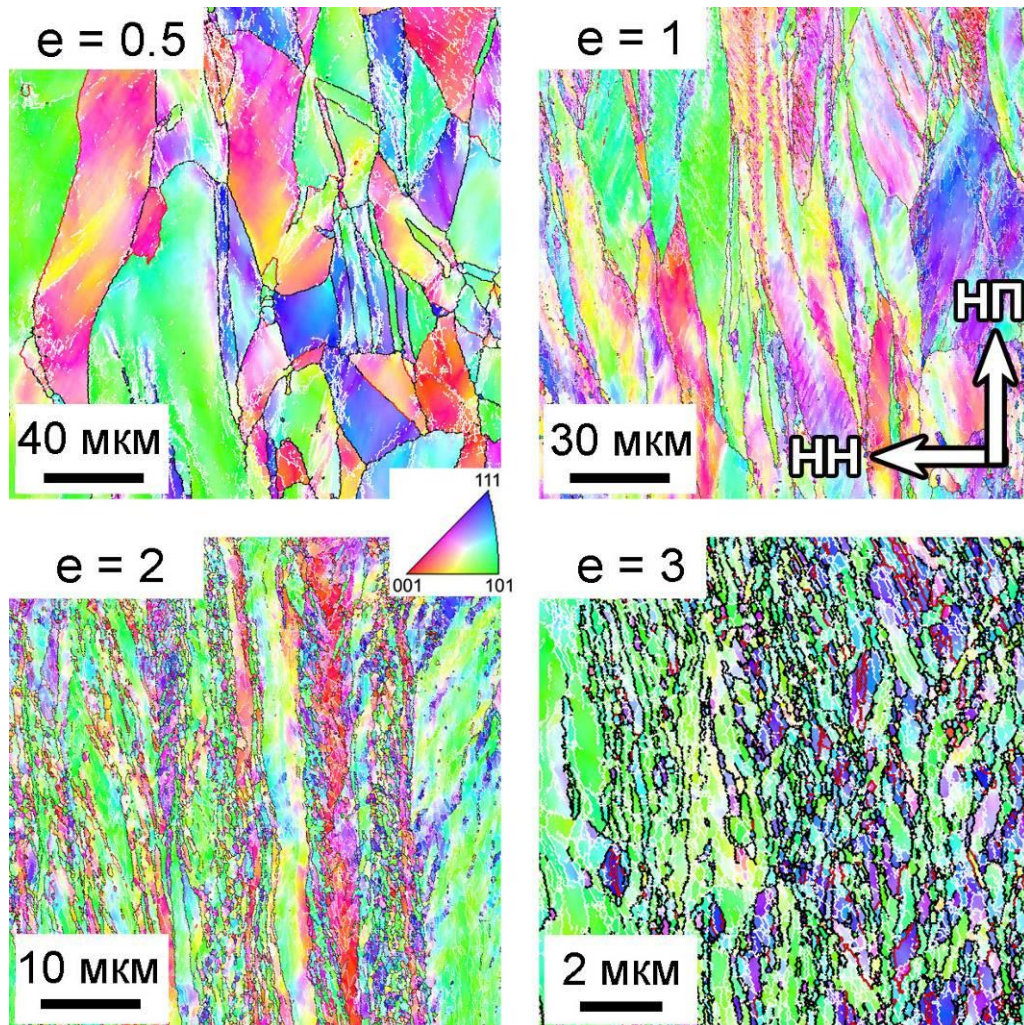


Рисунок 3.9. Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 03X19H10 после тепловой прокатки до различных истинных деформаций (ϵ). Черные, белые и красные линии соответствуют большеугловым, малоугловым и двойниковым границам (специальным границам $\Sigma 3$), соответственно. Обратные полюсные фигуры показаны для направления нормали к плоскости прокатки (HH)

Увеличение общей степени тепловой деформации до $\epsilon = 1$ приводит к развитию деформационного двойникования. В отличие от холодной прокатки, развитие микрополос сдвига под углом 30° к направлению прокатки наблюдаются после тепловой прокатки до истинных деформаций $\epsilon > 1$. Формирование двойников деформации и микрополос сдвига способствуют развитию большеугловых границ деформационного происхождения, что приводит к быстрому измельчению зерен. Плотность микрополос сдвига увеличивается при дальнейшей тепловой деформации до $\epsilon = 3$, в результате чего формируется волнистая микроструктура, состоящая из сильно вытянутых и измельченных зерен аустенита.

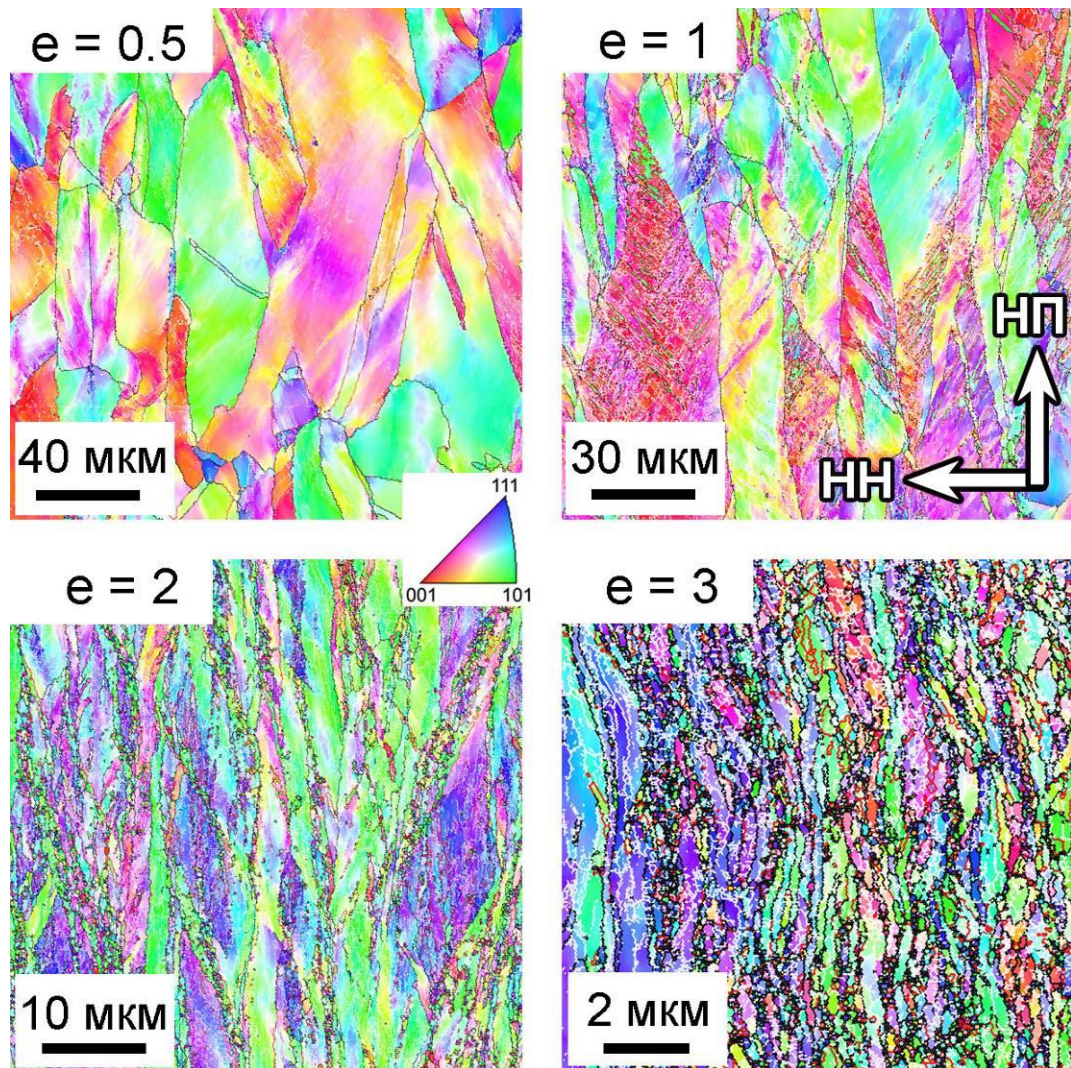


Рисунок 3.10. Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 03X17H12M2 после теплой прокатки до различных истинных деформаций (ϵ). Черные, белые и красные линии соответствуют большеугловым, малоугловым и двойниковым границам (специальным границам $\Sigma 3$), соответственно. Обратные полюсные фигуры показаны для направления нормали к плоскости прокатки (НН)

Тонкая структура, которая формируется в процессе теплой прокатки аустенитной коррозионностойкой стали 03X17H12M2 до истинных деформаций $\epsilon = 1 - 2$ показана на рис. 3.11. Относительно небольшие степени теплой деформации ($\epsilon = 1$) приводят к формированию тонких деформационных двойников, толщина которых составляет около 50 нм, как и после холодной прокатки. Первые микрополосы сдвига, которые редко встречаются после теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon = 1$, выглядят как узкие слои, состоящие из близко расположенных рыхлых малоугловых субграниц. Пересечение такой микрополосой сдвига двойниковой подструктуры, приводит к тому, что в некоторых кристаллитах полосы сдвига встречаются небольшие области с мелкими

двойниками. Дальнейшая теплая прокатка до $\epsilon = 2$ приводит к увеличению числа микрополос сдвига. Разориентировка рыхлых субграниц, составляющих микрополосы сдвига немного увеличилась после теплой прокатки до $\epsilon = 2$, хотя большинство из них остались лежать в диапазоне малоугловых границ.

Деформационные высокоугловые границы развиваются в микрополосах сдвига в процессе теплой прокатки до больших степеней деформации (рис.3.12). Увеличение разориентировки границ сопровождается переходом от рыхлой до более острой морфологии границ, что приводит к развитию аустенитной нанокристаллической структуры.

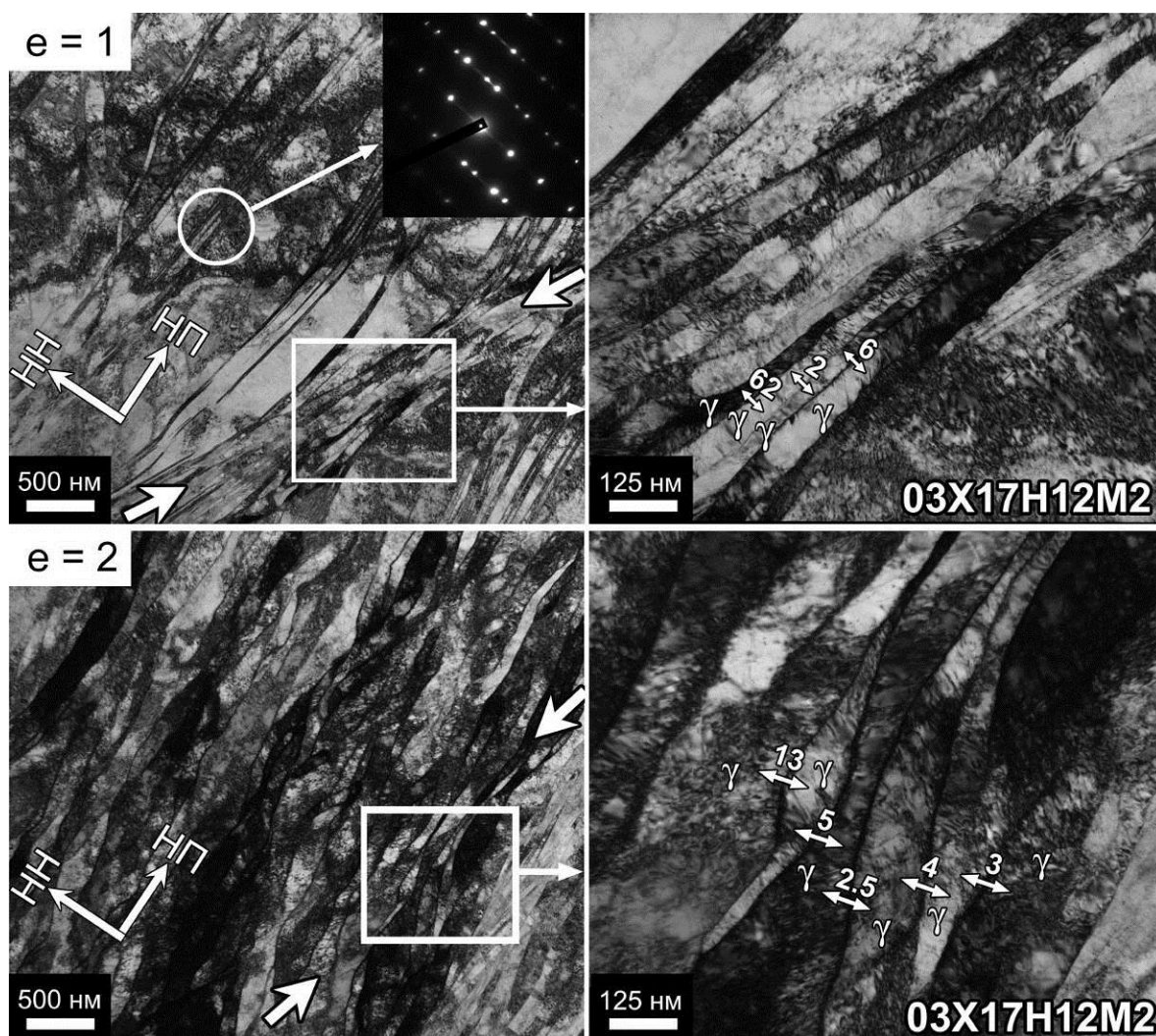


Рисунок 3.11. Тонкая структура аустенитной коррозионностойкой стали 03X17H12M2 после теплой прокатки до истинных деформаций $\epsilon = 1$ и $\epsilon = 2$. Цифры указывают разориентировку границ в градусах

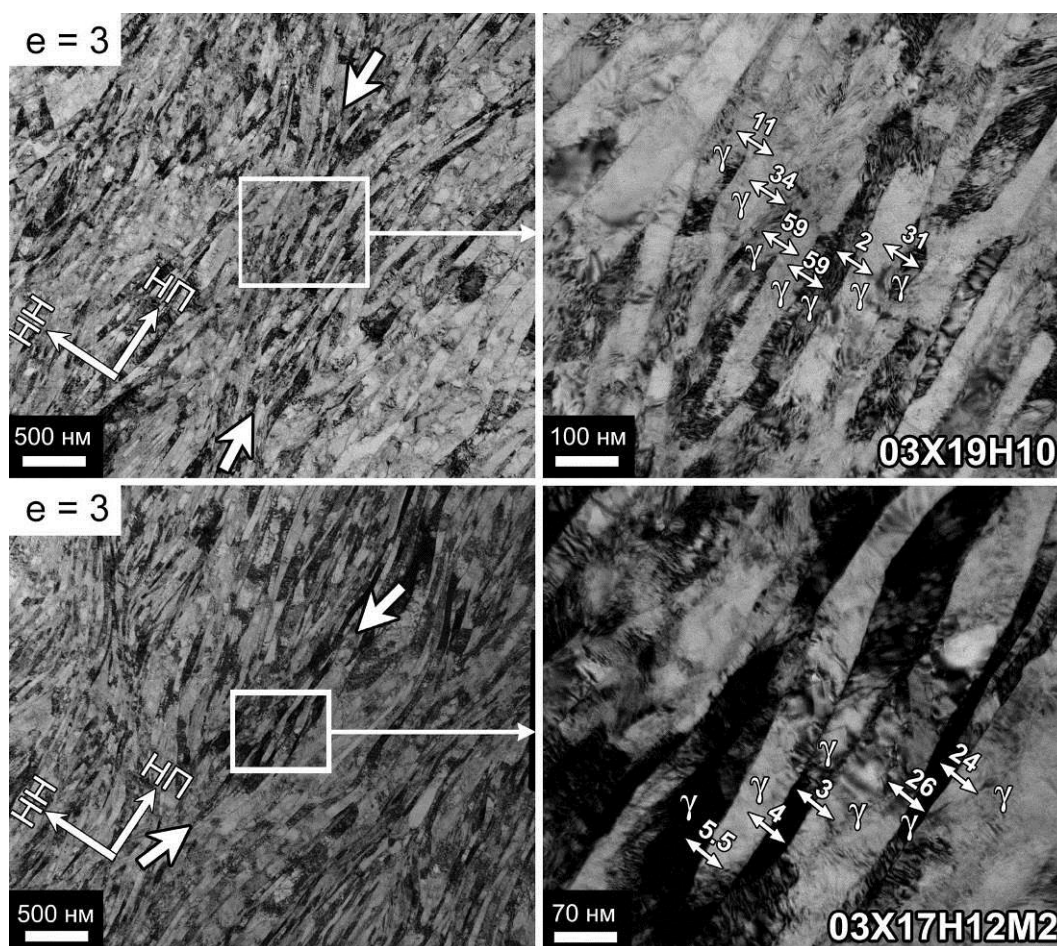


Рисунок 3.12. Тонкая структура аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после теплой прокатки до истинной деформаций $\epsilon = 3$. Цифры указывают разориентировку границ в градусах

Распределение границ зерен по углам разориентировок границ зерен после теплой прокатки аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 показан на рис. 3.13. Для небольших степеней теплой деформации ($\epsilon = 1$) можно выделить два характерных пика, первый из которых соответствует малоугловым границам (угол разориентировки менее 15°), а второй связан с протеканием деформационного двойникования и соответствует области большеугловых границ с разориентировкой около 60° . Доля малоугловых границ после теплой прокатки до $\epsilon = 1$ составила 0.8 и 0.74 для сталей 03X19H10 и 03X17H12M2, соответственно. По мере увеличения степени деформации до $\epsilon = 3$ величина пика малоугловых разориентировок уменьшается, доля большеугловых границ возрастает до 0.6 в стали 03X19H10 и до 0.67 в стали 03X17H12M2. Увеличение доли большеугловых границ в процессе теплой прокатки до истинных деформаций $\epsilon > 1$ связано с активным формированием микрополос сдвига. Стоит отметить, что пик, соответствующий разориентировке около 60° , сохраняется после теплой прокатки до $\epsilon = 3$.

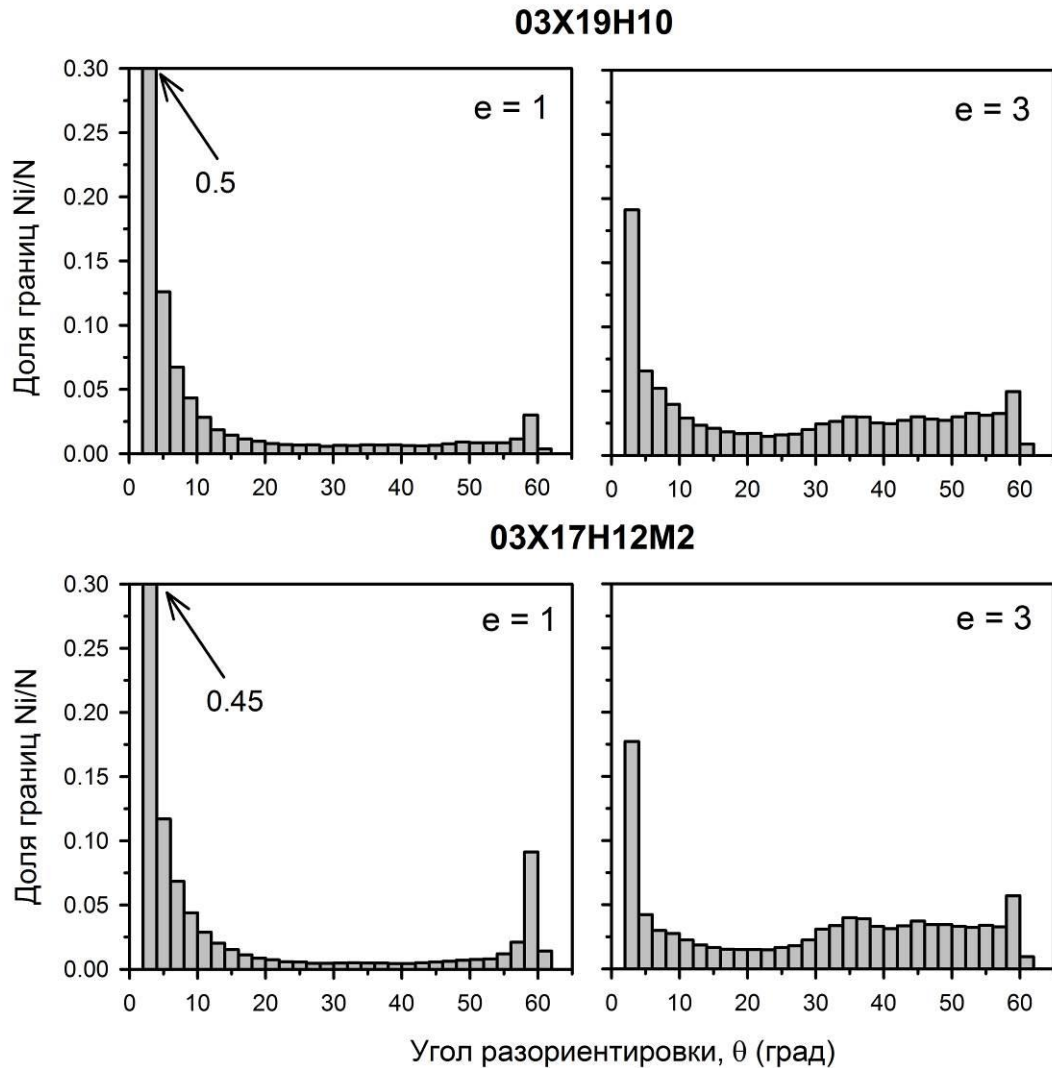


Рисунок 3.13. Распределение границ зерен по углам разориентировки аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после тепловой прокатки до истинных деформаций $e = 1$ и $e = 3$

Влияние истинной деформации (e) на размер зерен и плотность дислокаций аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после тепловой прокатки показано на рис. 3.14. Размер зерен постепенно снижается от 12,3 мкм до 260 нм в стали 03X19H10 и от 10,4 мкм до 160 нм в стали 03X17H12M2 в процессе тепловой прокатки от $e = 0,5$ до $e = 3$. В отличие от холодной прокатки, теплая прокатка приводит к постепенному увеличению плотности дислокаций во всем интервале степеней деформации. Внутризеренная плотность дислокаций в процессе тепловой прокатки до финальной степени деформации $e = 3$ составила $2,7 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ и $3,3 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ в стали 03X19H10 и 03X17H12M2, соответственно.

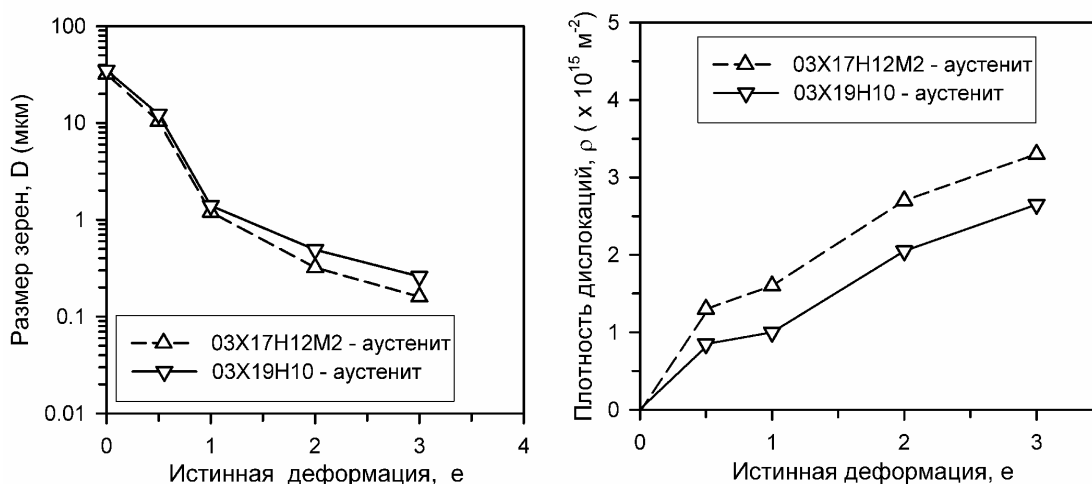


Рисунок 3.14. Влияние истинной деформации (ϵ) на размер зерен и плотность дислокаций аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после тепловой прокатки

Таблица 3.2 – Структурные параметры аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после тепловой прокатки до различных степеней деформации

Сталь	03X19H10		03X17H12M2	
Истинная деформация, ϵ	Размер зерен, мкм	Плотность дислокаций, $\rho \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$	Размер зерен, мкм	Плотность дислокаций, $\rho \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$
0	35 $\pm 3,96$	0,002	32 $\pm 3,62$	0,002
0,5	12,3 $\pm 1,39$	0,9 $\pm 0,2$	10,4 $\pm 1,18$	1,3 $\pm 0,4$
1	1,4 $\pm 0,16$	1,0 $\pm 0,3$	1,2 $\pm 0,14$	1,6 $\pm 0,5$
2	0,49 $\pm 0,06$	2,1 $\pm 0,35$	0,32 $\pm 0,04$	2,7 $\pm 0,3$
3	0,26 $\pm 0,03$	2,7 $\pm 0,5$	0,16 $\pm 0,02$	3,3 $\pm 0,4$

3.2 Кинетика измельчения зерен в процессе холодной и тепловой прокатки аустенитных коррозионностойких сталей

В исходном состоянии распределение зерен по размерам описывается кривой нормального распределения (рис. 3.15). Так как ультрамелкозернистая структура формируются непрерывно в процессе деформации, следовательно, в сильно деформированном состоянии распределение зерен по размерам также можно аппроксимировать нормальным распределением, как это показано на рисунке 3.16. Из рисунка 3.15 видно, что кривая нормального распределения ограничивает размер зерен в

интервале от 0,05 до 0,5 мкм после холодной прокатки до $\epsilon = 3$ и в интервале от 0,05 до 1 мкм после теплой прокатки до $\epsilon = 3$.

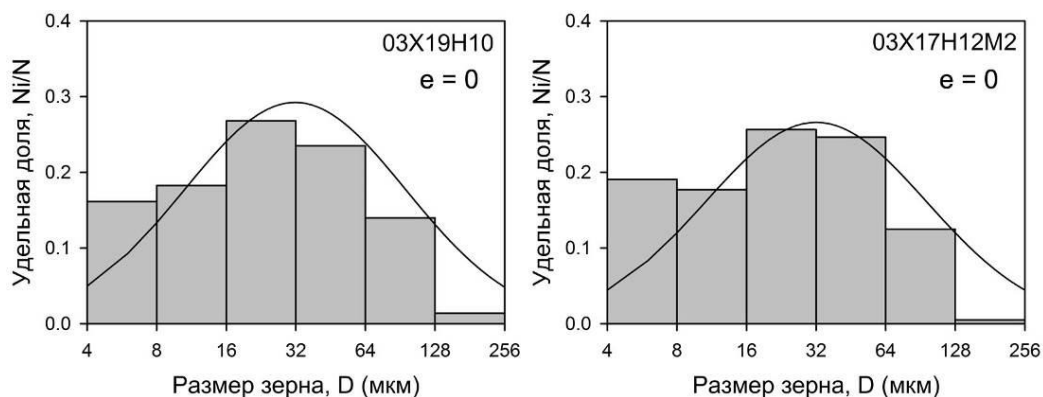


Рисунок 3.15. Распределение зерен по размерам в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 в исходном состоянии

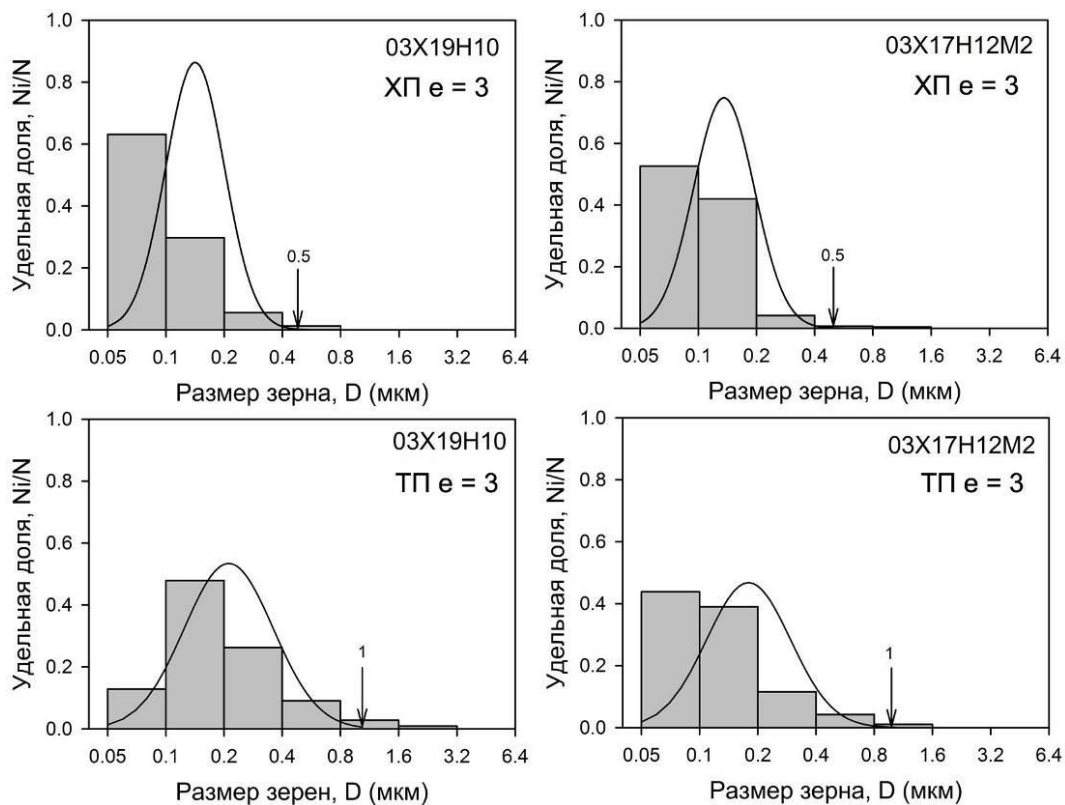


Рисунок 3.16. Распределение зерен по размерам в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной (ХП) и теплой (ТП) прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$

Таким образом, в случае холодной прокатки за ультрамелкие зерна мы принимаем зерна с размером менее 0,5 мкм, а в случае теплой прокатки с размером менее 1 мкм.

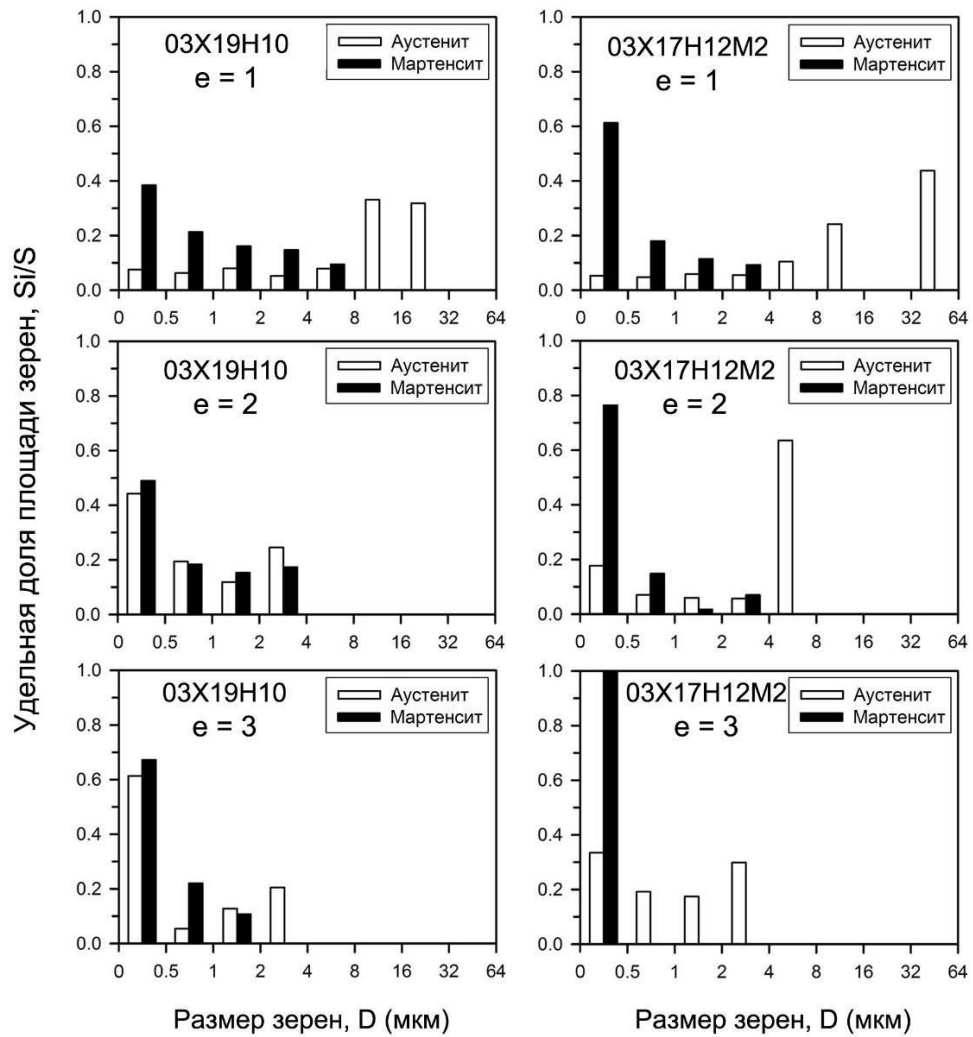


Рисунок 3.17. Показана зависимость удельной доли площади зерен от их размера в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной прокатки до различных истинных деформаций

Измельчение зерен в исследуемых сталях в процессе холодной прокатки отображено на рисунке 3.17, на котором показана зависимость удельной доли площади зерен от их размера. После холодной прокатки до истинной деформации $e = 1$ зависимость на рисунке 3.17 характеризуется двумя отличительными пиками в области небольших размеров зерен (ниже 0,5 мкм) и в области больших размеров зерен (выше 8 мкм). Первый пик состоит в основном из ультрадисперсных мартенситных зерен, а последний состоит из зерен аустенита. Это отличие связано с различной кинетикой измельчения зерна в аустените и мартенсите. Мартенсит деформации чаще всего появляется в виде кристаллитов, которые уже имеют ультрамелкозернистый размер [165]. В свою очередь, для того чтобы получить большую долю ультрамелких зерен в аустените, необходимы большие степени пластической деформации [166]. Доля ультрамелких зерен с размером

менее 0,5 мкм постепенно увеличивается с увеличением степени деформации при холодной прокатке, тогда как крупные зерна исчезают. Стоит отметить, что в стали 03X17H12M2 мартенсит деформации демонстрирует более быструю кинетику измельчения зерен, чем в стали 03X19H10.

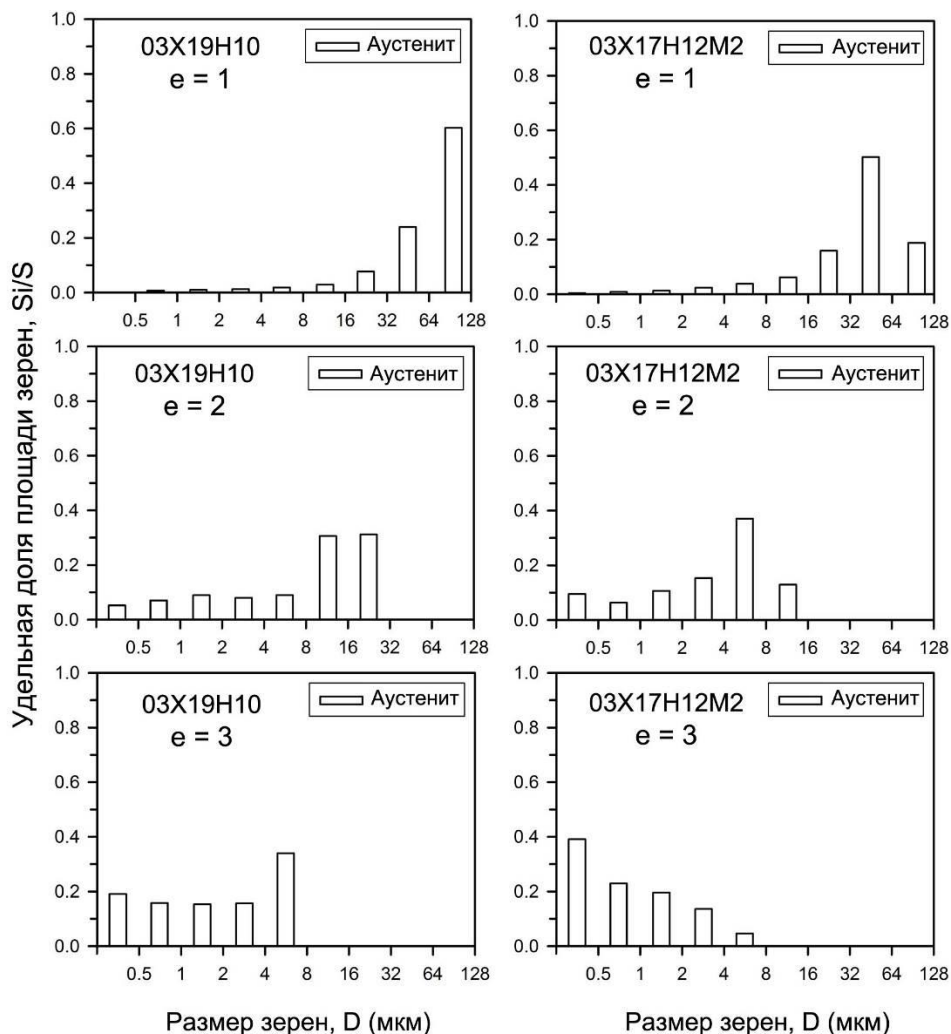


Рисунок 3.18. Показана зависимость удельной доли площади зерен от их размера в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 после тепловой прокатки до различных истинных деформаций

Измельчение зерен в исследуемых сталях в процессе тепловой прокатки отображено на рисунке 3.18, на котором также показана зависимость удельной доли площади зерен от их размера. Так как в процессе тепловой прокатки мартенситное превращение не протекает, зависимость на рисунке 3.18 характеризуется только одним отличительным пиком в области больших размеров зерен аустенита (выше 8 мкм). Увеличение степени деформации при тепловой прокатке приводит к постепенному увеличению доли ультрамелких зерен с размером менее 1 мкм.

В недавних исследованиях [167, 168] было показано, что кинетика измельчения зерен в процессе холодной / теплой прокатки, аналогична кинетике динамической рекристаллизации в условиях горячей деформации, и подчиняется модифицированному уравнению Джонсона - Мела - Аврами — Колмогорова (Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov, JMAK), а именно:

$$F_{\text{УМЗ}} = 1 - \exp(-ke^n), \quad (3.2)$$

где $F_{\text{УМЗ}}$ - доля ультрамелких зерен; e – степень деформации; k и n - постоянные, которые зависят от материала и условий деформационной обработки.

Принимая удельные доли площадей зерен с размером менее 0,5 мкм в случае холодной прокатки и менее 1 мкм в случае теплой прокатки за долю ультрамелких зерен ($F_{\text{УМЗ}}$), кинетику измельчения зерен в исследуемых сталях можно описать с помощью уравнения (3.2), определив коэффициенты k и n , как показано на рисунке 3.19.

Из рисунка 3.19 видно, что в случае холодной прокатки для аустенита коэффициент n равен 2. Такое же значение для коэффициента n было получено в медных сплавах после равноканального углового прессования и сдвига под давлением до больших степеней холодной деформации [169]. С увеличением температуры деформации коэффициент n увеличивается. Для теплой прокатки коэффициент $n = 3.5$ и $n = 4.1$ для стали 03X19N10 и 03X17N12M2, соответственно. Увеличение значения коэффициента n при увеличении температуры деформации было показано в работе [170]. Для классического представления динамической рекристаллизации аустенита в процессе горячей прокатки сталей $n = 3$ [171].

Предполагая, что новые ультрамелкие зерна с размером – $D_{\text{УМЗ}}$ формируются в микроструктуре с исходным размером зерна - D_0 , средний размер зерен - D , полученный в процессе прокатки, можно описать с помощью уравнения [172]:

$$D = ((1 - F_{\text{УМЗ}}) D_0^{-2} + F_{\text{УМЗ}} D_{\text{УМЗ}}^{-2})^{-0.5}. \quad (3.3)$$

Подставив долю ультрамелких зерен ($F_{\text{УМЗ}}$) из уравнения (3.2) в уравнение (3.3), средний размер зерна можно представить следующим образом:

$$D = D_{\text{УМЗ}} (1 + ((D_{\text{УМЗ}}/D_0)^2 - 1) \exp(-ke^n))^{-0.5}. \quad (3.4)$$

На рисунке 3.20 показана эволюция среднего размера ультрамелких зерен ($D_{\text{УМЗ}}$) в исследуемых сталях в процессе холодной и теплой прокатки. Из рисунка 3.20 видно, что средний размер ультрамелких зерен, формирующийся в процессе холодной прокатки, то есть тех, которые имеют размер менее 0,5 мкм, с увеличением степени деформации стремится к 100 нм. В свою очередь средний размер ультрадисперсных зерен, формирующийся в процессе теплой прокатки, то есть тех, которые имеют размер менее 1 мкм, с увеличением степени деформации стремится к 150 нм (рис. 3.20).

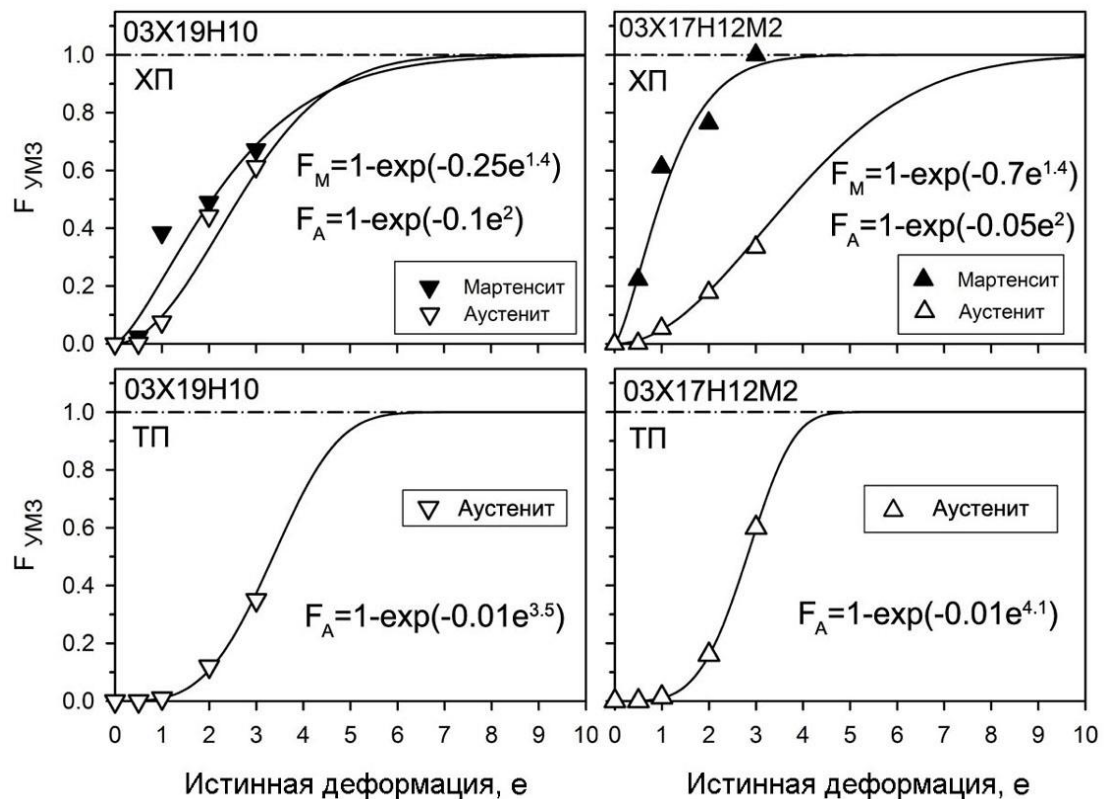


Рисунок 3.19. Зависимость доли ультрамелких зерен ($F_{\text{УМЗ}}$) от истинной деформации (e) в процессе холодной (ХП) и теплой (ТП) прокатки аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2

Таким образом, приняв $D_{\text{УМЗ}} = 100$ нм в случае холодной прокатки и $D_{\text{УМЗ}} = 150$ нм в случае теплой прокатки, а также пренебрегая величиной $(D_{\text{УМЗ}} / D_0)^2$ как пренебрежимо малым значением, изменение среднего размера зерна было рассчитано по формуле (3.4). Изменение среднего размера зерна показано пунктирными линиями на рисунке 3.21 вместе с экспериментальными значениями размеров зерен аустенита и мартенсита в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной и теплой прокатки до различных степеней деформации.

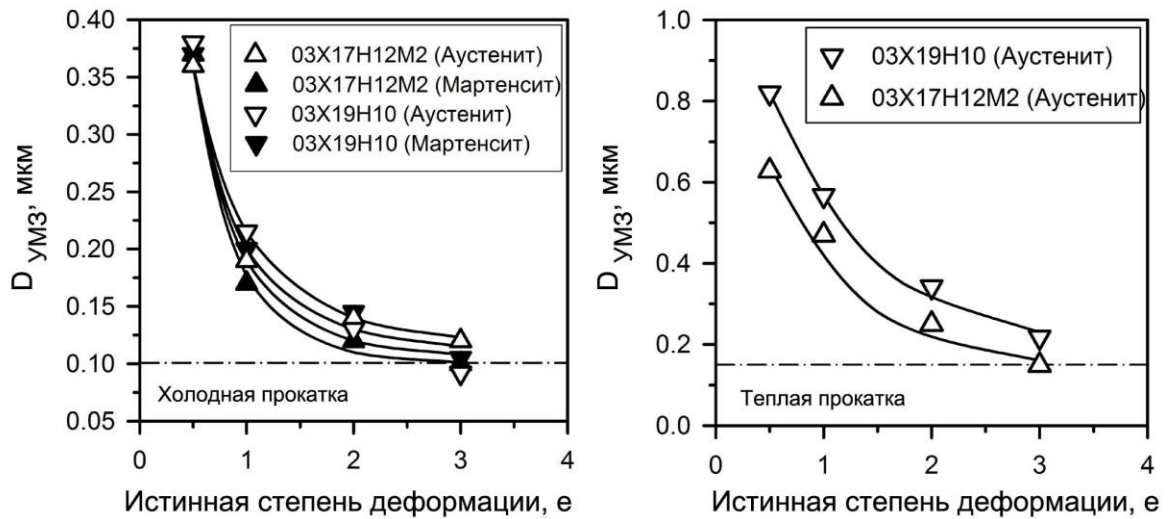


Рисунок 3.20. Влияние истинной деформации при холодной и теплой прокатке на средний размер ультрамелких зерен (D_{UM3}) в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2

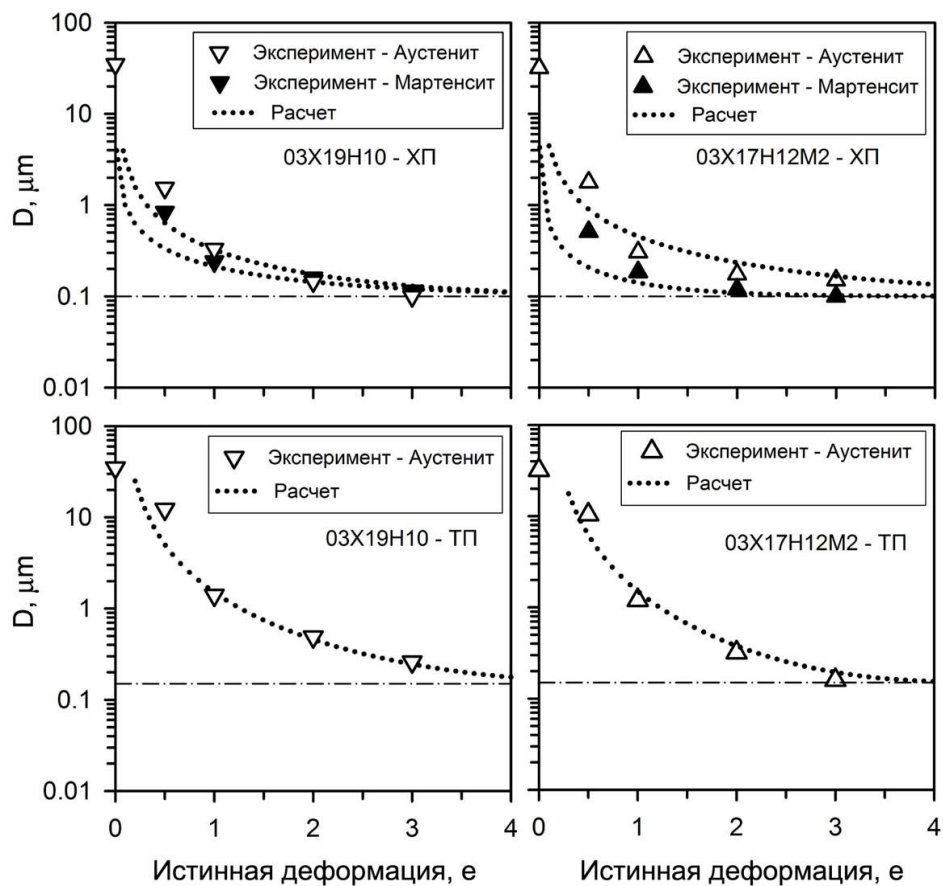


Рисунок 3.21. Влияние истинной деформации на средний размер зерен в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2, подвергнутых холодной (ХП) и теплой (ТП) прокатке [173]

Небольшое расхождение между рассчитанными и измеренными значениями размеров зерен при относительно небольших деформациях холодной прокатки обусловлено разделением исходных зерен двойниковыми и межфазными границами в процессе мартенситного превращения, что не учитывается формулой (3.4). С другой стороны, размеры зерен, рассчитанные по уравнению (3.4), хорошо соответствуют экспериментальным значениям при больших степенях деформации. Таким образом, аппроксимация, описанная с помощью уравнений (3.2 - 3.4), может быть использована для прогнозирования измельчения зерен в различных металлических материалах, подвергнутых большим степеням холодной / теплой деформации.

3.3 Структурные изменения в процессе отжига холоднокатаных и теплокатаных аустенитных коррозионностойких сталей

Микроструктура, сформировавшаяся после холодной прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур 600 – 800 °С в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19N10 и 03X17N12M2, показана на рис.3.22 и рис.3.23, соответственно.

Фазовое $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение, которое протекает в данных аустенитных коррозионностойких сталях в процессе холодной деформации, является обратимым процессом, поэтому последующий отжиг при температуре 600°С приводит к обратному фазовому $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращению. Стоит отметить, что мартенсит деформации не полностью преобразуется в аустенит при температуре отжига 600°С, поэтому микроструктура остается двухфазной как в стали 03X19N10 (65% - аустенит и 35% - мартенсит деформации), так и в стали 03X17N12M2 (85% - аустенит и 15% - мартенсит деформации).

Отжиг при температуре 600°С не приводит к существенным изменениям морфологии зерен в стали 03X17N12M2, в то время как в стали 03X19N10 частичное обратное фазовое $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращение и рекристаллизация по непрерывному механизму (непрерывная рекристаллизация) приводят к развитию ультрамелкозернистой структуры в холоднокатаном образце после тридцатиминутного отжига. Стоит отметить, что наличие зерен мартенсита деформации стабилизирует двухфазную (аустенит-мартенситную) структуру против значительного укрупнения (огрубления) зерен в процессе отжига при температуре 600°С.

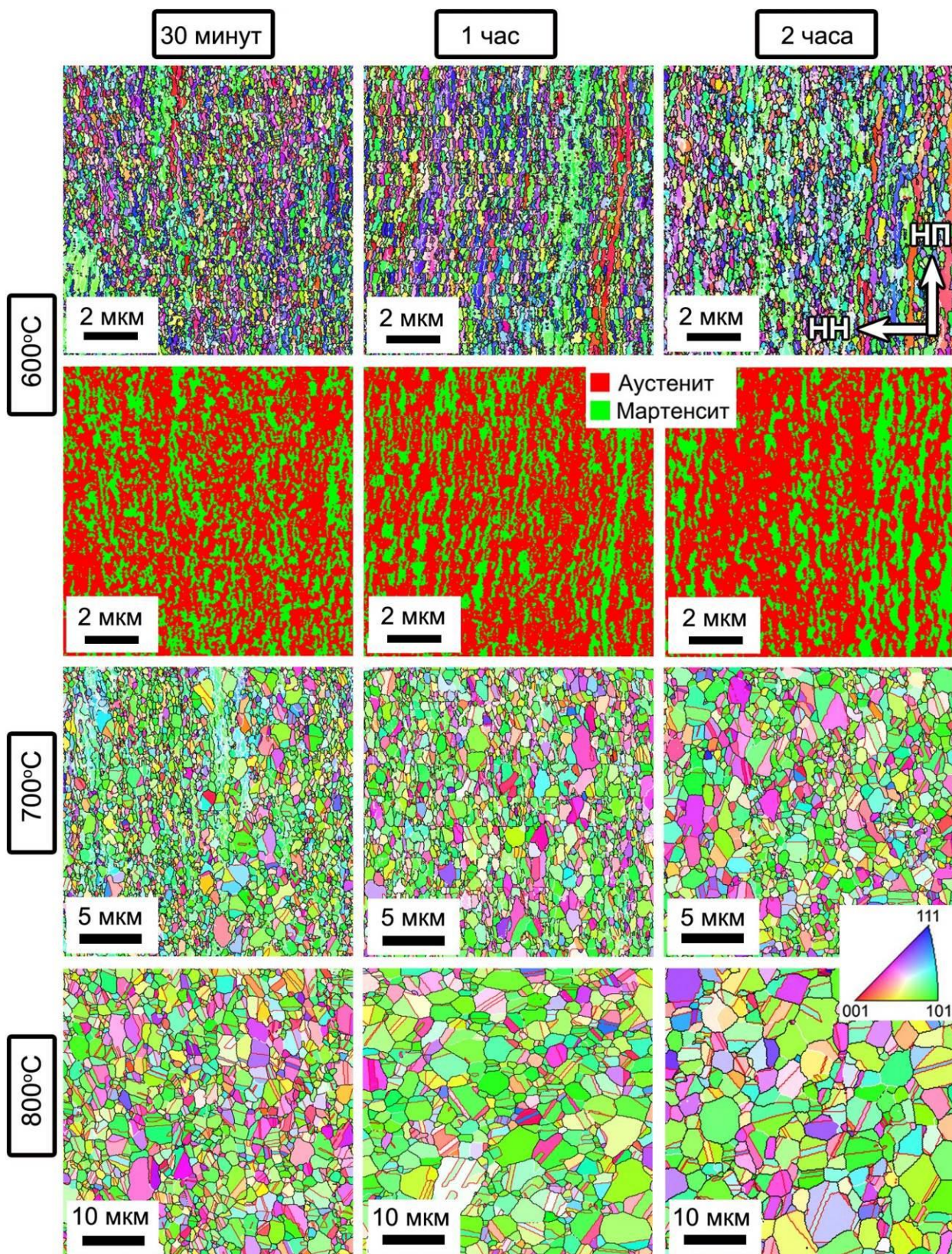


Рисунок 3.22. Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 03X19H10 после холодной прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур 600 - 800°C. Черные, белые и красные линии соответствуют большеугловым, малоугловым и двойниковым границам (специальным границам $\Sigma 3$), соответственно.

Обратные полюсные фигуры показаны для направления нормали (НН)

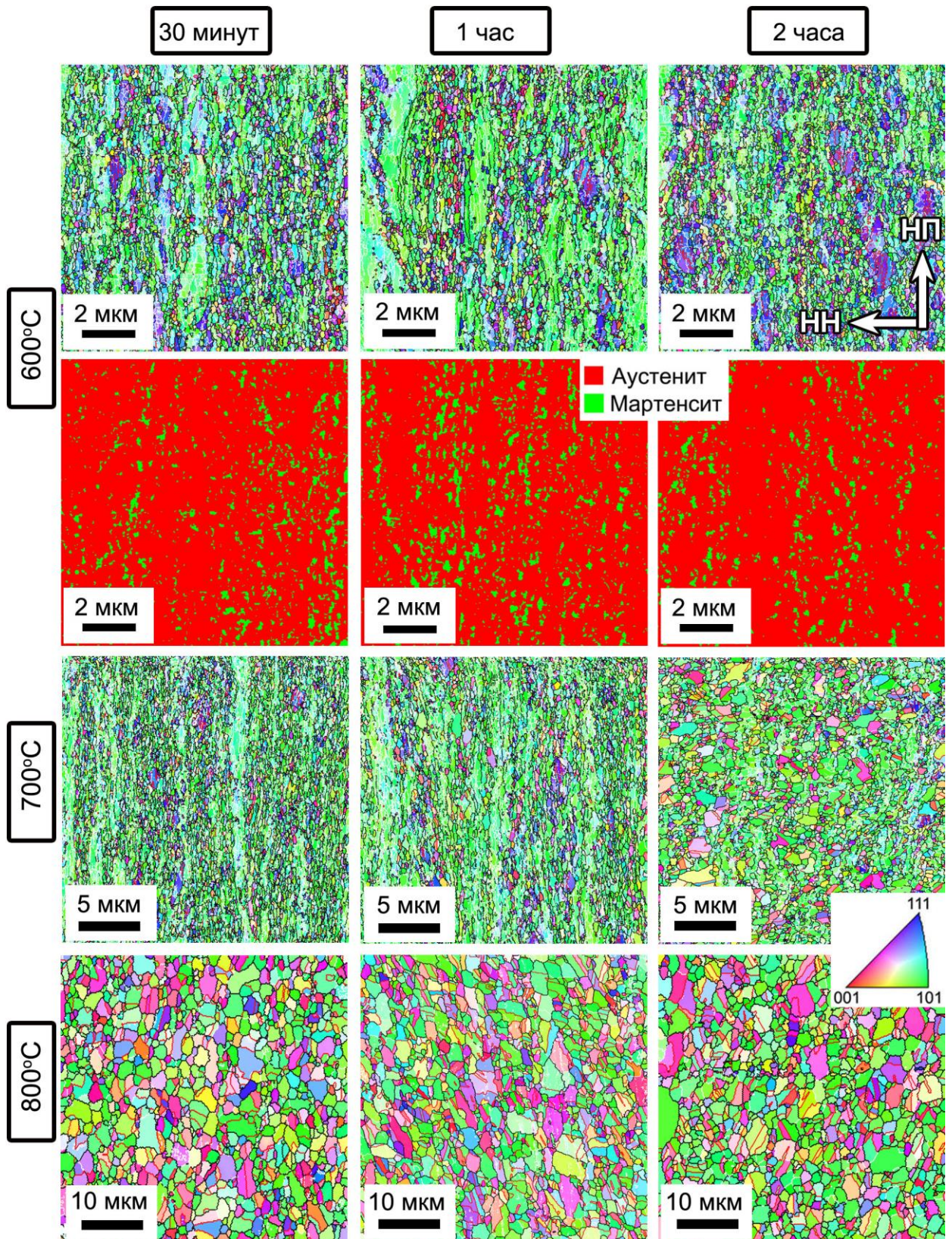


Рисунок 3.23. Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 03X17H12M2 после холодной прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур 600 - 800°C. Черные, белые и красные линии соответствуют большеугловым, малоугловым и двойниковым границам (специальным границам $\Sigma 3$), соответственно. Обратные полюсные фигуры показаны для направления нормали (НН)

С другой стороны, нагрев до 700°C холоднокатаных образцов приводит к полному превращению мартенсита деформации в аустенит, в результате чего более активно протекает непрерывная рекристаллизация. Равноосные рекристаллизованные зерна формируются в виде цепочек из ультрамелких зерен на границах сильно вытянутых вдоль направления прокатки зерен, а также в микрополосах сдвига. В результате отжига при температуре 700°C в течение 2 часов микроструктура стали 03X19H10 представлена равноосными рекристаллизованными зернами, в то время как в микроструктуре стали 03X17H12M2 сохраняются отдельные удлиненные в направлении прокатки зерна. При дальнейшем повышении температуры отжига до 800°C развивается собирательная рекристаллизация или нормальный рост зерен в обеих сталях.

Некоторые детали формирования ультрамелкозернистой структуры в аустенитной коррозионностойкой стали 03X19H10 после холодной прокатки до истинной степени деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур $600 - 700^{\circ}\text{C}$ в течение 30 минут показаны на рис.3.24.

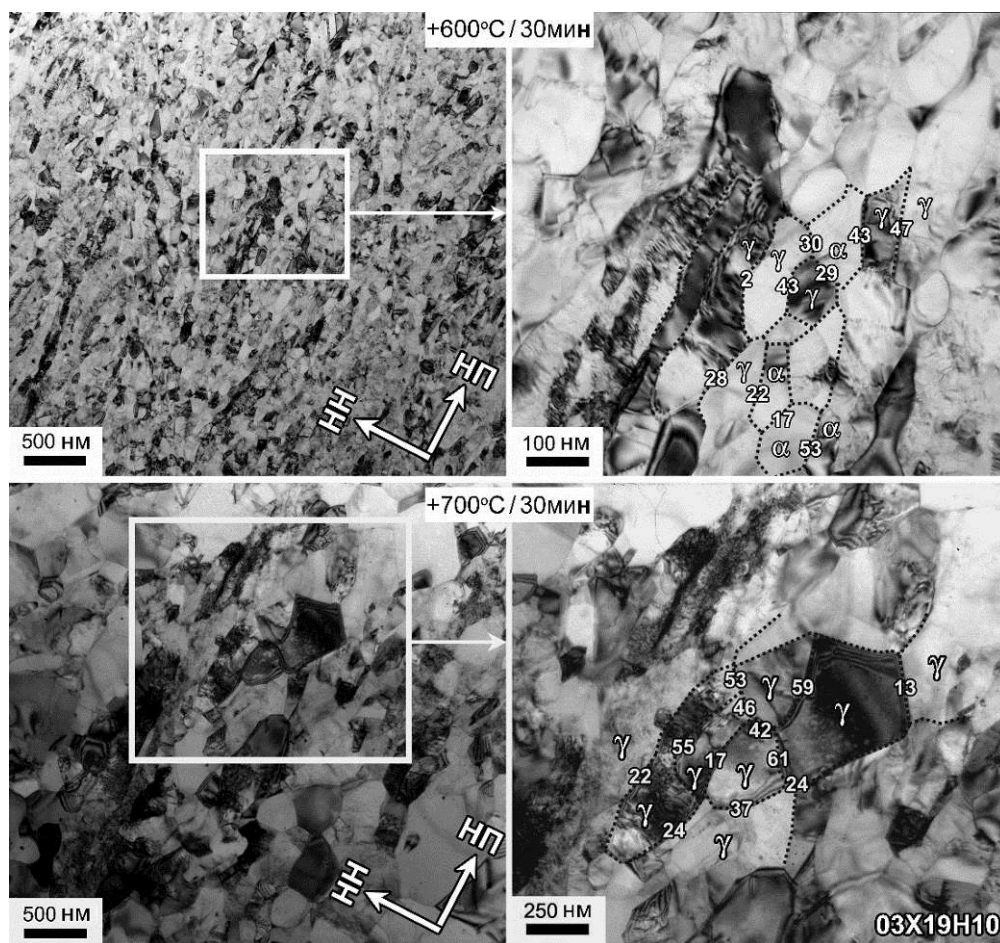


Рисунок 3.24. Тонкая структура аустенитной коррозионностойкой стали 03X19H10 после холодной прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур $600 - 700^{\circ}\text{C}$. Цифры указывают разориентировку границ в градусах

Обратное фазовое $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращение происходит однородно, в результате чего аустенитные и нетрансформированные зерна мартенсита деформации равномерно распределены по всей микроструктуре после отжига при температуре 600°C. Сетка межфазных границ, границ зерен и субзерен образует однородную ультрамелкозернистую структуру, состоящую из ультратонких аустенитных и мартенситных кристаллитов, которые имеют сходную морфологию. Эти ультратонкие аустенитные и мартенситные кристаллиты содержат внутризеренные дислокации, следовательно, характеризуются высокими внутренними напряжениями, что также подтверждается наличием упругих изгибных контуров на увеличенном участке ПЭМ – изображения [174]. Полная трансформации из мартенсита в аустенит и рекристаллизация при температуре 700°C приводит к формированию равноосных мелких зерен, которые полностью ограничены большеугловыми границами. Следует также отметить, что некоторые отожденные зерна характеризуются высокой плотностью дислокаций. Эта особенность отличает настоящую микроструктуру от микроструктуры, полученной в результате первичной рекристаллизации по прерывистому механизму (прерывистая рекристаллизация) [144].

Тонкая структура аустенитной коррозионностойкой стали 03X17H12M2 после холодной прокатки до истинной степени деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур 600 - 700°C в течение 30 минут показана на рис. 3.25. В отличие от стали 03X19H10, отжиг при температуре 600°C стали 03X17H12M2 не приводит к существенным изменениям морфологии кристаллитов по сравнению с деформированным состоянием. В двухфазной $\alpha' + \gamma$ структуре стали 03X17H12M2 после отжига при 600°C также встречаются микрополосы сдвига, характерные для деформированного состояния. Несмотря на полное протекание обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения при температуре отжига 700°C, рекристаллизация в стали 03X17H12M2 протекает медленнее, чем в стали 03X19H10, поэтому структура представлена отдельными рекристаллизованными зернами среди большого количества зерен / субзерен с пластинчатой морфологией как после прокатки. Сохранение пластинчатой морфологии зерен / субзерен подтверждает протекание обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения по сдвиговому механизму.

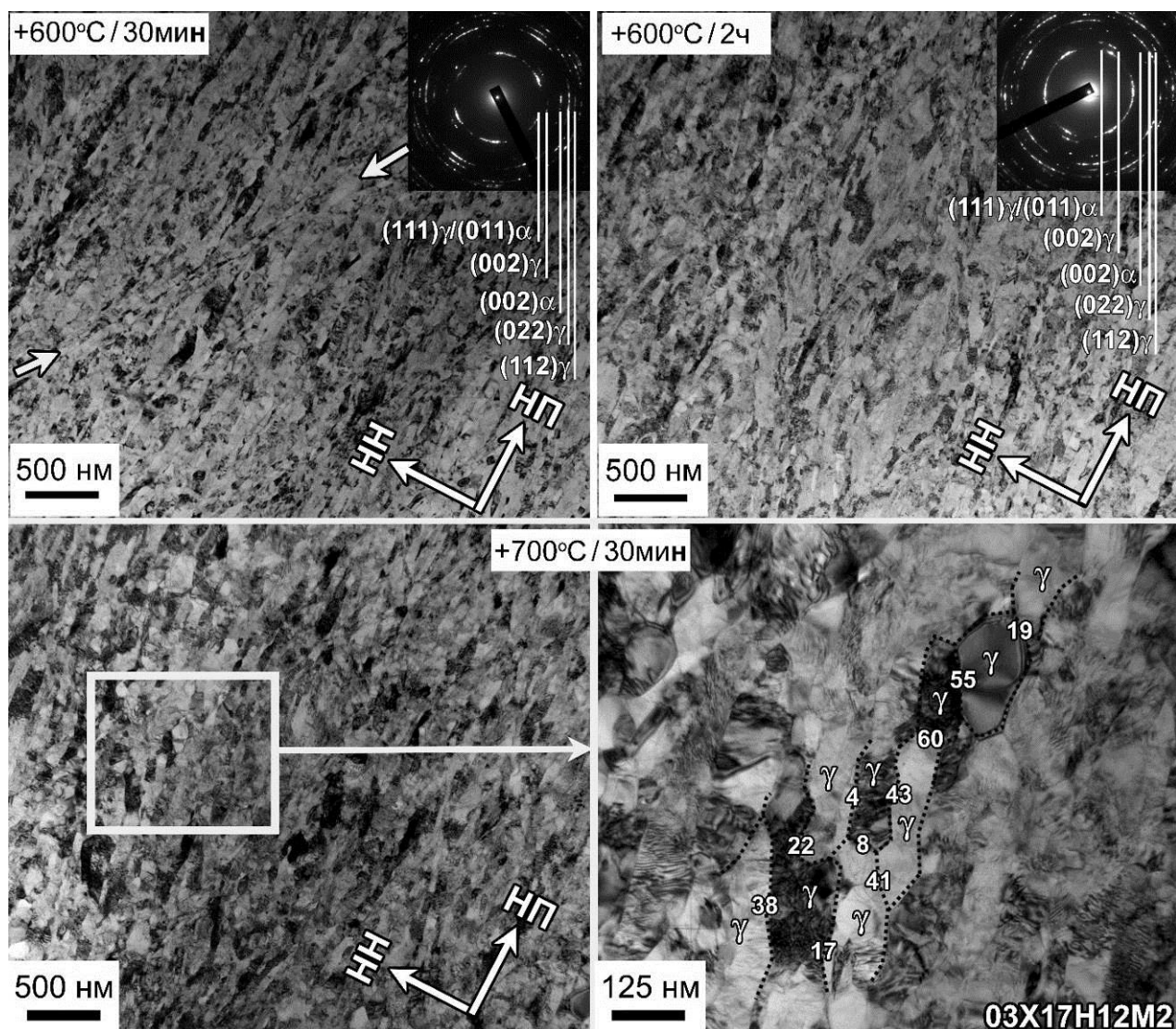


Рисунок 3.25. Тонкая структура аустенитной коррозионностойкой стали 03X17H12M2 после холодной прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур 600 - 700°C. Цифры указывают разориентировку границ в градусах

Влияние температуры и времени отжига на размер зерен аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ представлено на рис. 3.26. Символы черного цвета на рис 3.26. соответствуют размерам зерен, которые оценивались как расстояние между большеугловыми границами без учета границ двойников отжига (т. е. специальных границ с обратной плотностью совпадающих узлов - $\Sigma 3$), а символы белого цвета соответствуют расстоянию между всеми большеугловыми границами, включая границы двойников отжига.

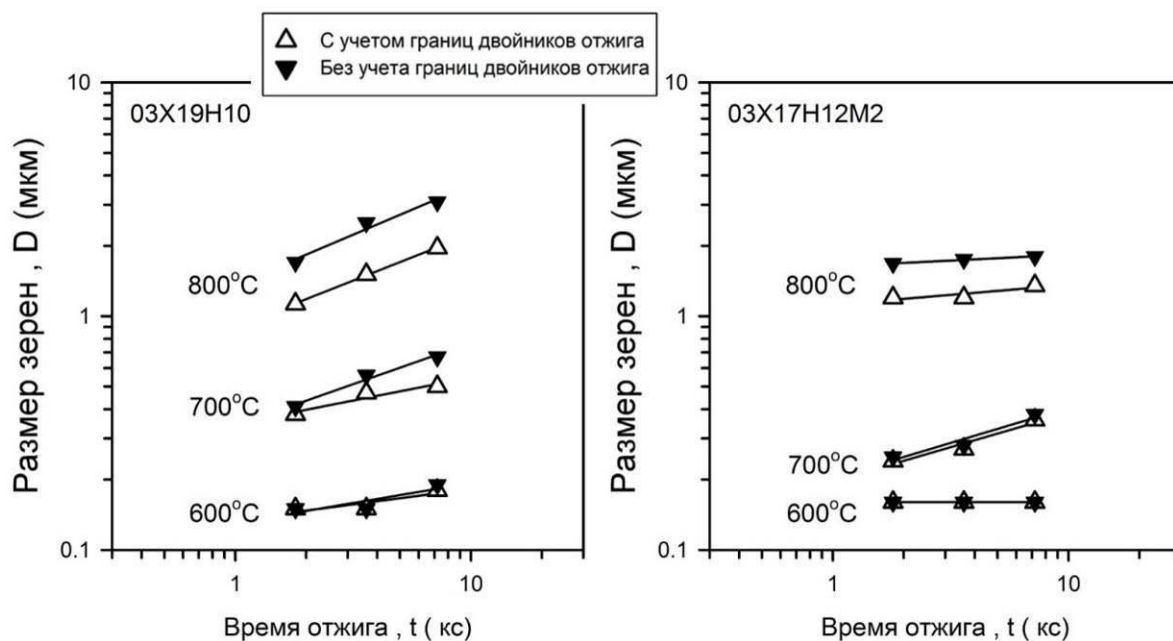


Рисунок 3.26. Влияние температуры и времени отжига на размер зерен аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной прокатки

Укрупнение зерен характеризуется довольно медленной кинетикой в процессе отжига при температуре 600°C. Доля двойниковых границ в этих образцах после отжига пренебрежимо мала. Таким образом, в результате отжига при 600°C был получен одинаковый размер зерен независимо от типа посчитанных границ. Кроме того низкая доля границ двойников отжига указывает на протекание обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения по сдвиговому механизму. В противоположность этому, обратное фазовое $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращение и рекристаллизация, которые протекают на ранних стадиях отжига при температурах 700°C и 800°C, приводят к быстрому увеличению размера зерна (чем выше температура, тем больше размер зерен). Затем зерна постепенно растут с увеличением времени отжига и демонстрируют схожую кинетику укрупнения как при температуре 700°C, так и при температуре 800°C.

Наконец, следует отметить, что доля двойников отжига возрастает с увеличением размера зерна во время отжига. Разница между размером зерен, посчитанным с учетом границ двойников отжига, и размером зерен, посчитанным без учета границ двойников отжига (т.е. отклонение между черными и белыми символами на рис.3.26), возрастает с ростом зерен (табл.3.3). Это предполагает, что двойники отжига появляются во время миграции границ в результате роста зерна [175, 176]. Стоит отметить, что размер зерен в стали 03X17H12M2 существенно не изменяется от длительности отжига при температуре 800°C. Кроме того сталь 03X17H12M2 характеризуется более медленной кинетикой роста зерен в интервале температур 700-800°C.

Отжиг исследуемых холоднокатаных сталей сопровождается непрерывной рекристаллизацией, что отражается в кинетике роста зерен. А именно, размер зерен быстро увеличивается на ранней стадии отжига, а затем плавно растет с увеличением времени отжига (рис.3.26), что является существенным признаком непрерывной рекристаллизации.

Таблица 3.3 – Размер зерен аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной прокатки и последующего отжига

Обработка	Размер зерен с учетом границ двойников отжига, D мкм	Размер зерен без учета границ двойников отжига, D мкм	Доля границ двойников отжига
03X19H10			
Исходное состояние	35 ±3,96	72 ±8,13	0,52
ХП + 600°C / 30 мин	0,15 ±0,02	0,15 ±0,02	0,04
ХП + 600°C / 1 час	0,15 ±0,02	0,15 ±0,02	0,04
ХП + 600°C / 2 часа	0,18 ±0,02	0,19 ±0,02	0,07
ХП + 700°C / 30 мин	0,38 ±0,04	0,41 ±0,05	0,12
ХП + 700°C / 1 час	0,47 ±0,05	0,56 ±0,06	0,16
ХП + 700°C / 2 часа	0,52 ±0,06	0,67 ±0,08	0,28
ХП + 800°C / 30 мин	1,13 ±0,13	1,70 ±0,19	0,38
ХП + 800°C / 1 час	1,51 ±0,17	2,51 ±0,28	0,38
ХП + 800°C / 2 часа	1,96 ±0,22	3,08 ±0,35	0,38
03X17H12M2			
Исходное состояние	32 ±3,62	69 ±7,80	0,5
ХП + 600°C / 30 мин	0,16 ±0,02	0,16 ±0,02	0,03
ХП + 600°C / 1 час	0,16 ±0,02	0,16 ±0,02	0,04
ХП + 600°C / 2 часа	0,16 ±0,02	0,16 ±0,02	0,05
ХП + 700°C / 30 мин	0,24 ±0,03	0,25 ±0,03	0,05
ХП + 700°C / 1 час	0,27 ±0,03	0,28 ±0,03	0,05
ХП + 700°C / 2 часа	0,36 ±0,04	0,38 ±0,04	0,09
ХП + 800°C / 30 мин	1,20 ±0,14	1,68 ±0,19	0,26
ХП + 800°C / 1 час	1,20 ±0,14	1,75 ±0,20	0,31
ХП + 800°C / 2 часа	1,35 ±0,15	1,80 ±0,20	0,31

Влияние температуры и времени отжига на плотность дислокаций аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной прокатки до истинной степени деформации $\epsilon = 3$ представлено в таблице 3.4. Отжиг при температуре 600°C приводит к небольшому падению внутризеренной плотности дислокаций до значений $1,4 - 1,7 (\times 10^{15} \text{ м}^{-2})$ и $3,0 - 3,4 (\times 10^{15} \text{ м}^{-2})$ в стали 03X19H10 и 03X17H12M2,

соответственно. Дальнейшее повышение температуры отжига до 700°C приводит к резкому падению плотности дислокаций до $0,3 - 0,7 (\times 10^{15} \text{ м}^{-2})$ в стали 03X19N10, в то время как в стали 03X17N12M2 плотность дислокаций остается выше $2,2 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$. Отжиг при температуре 800°C приводит дальнейшему падению плотности дислокаций до значений $\sim 10^{13} \text{ м}^{-2}$ в обеих сталях.

Таблица 3.4 – Плотность дислокаций аустенитных коррозионностойких сталей 03X19N10 и 03X17N12M2 после холодной прокатки и последующего отжига

Сталь	03X19N10		03X17N12M2	
Обработка	Плотность дислокаций, $\rho \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$		Плотность дислокаций, $\rho \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$	
ХП+600°C/ 30мин	1,7	$\pm 0,3$	3,4	$\pm 0,5$
ХП+700°C/ 30мин	0,7	$\pm 0,05$	2,6	$\pm 0,4$
ХП+800°C/ 30мин	0,016	$\pm 0,002$	0,032	$\pm 0,004$
ХП+600°C/ 2часа	1,4	$\pm 0,3$	3,0	$\pm 0,5$
ХП+700°C/ 2часа	0,3	$\pm 0,04$	2,2	$\pm 0,4$
ХП+800°C/ 2часа	0,013	$\pm 0,003$	0,031	$\pm 0,004$

Микроструктура, сформировавшаяся после теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур 600 – 800°C в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19N10 и 03X17N12M2, показана на рис.3.27 и рис.3.28, соответственно. Волнистая морфология теплокатаной структуры существенно не изменяется в процессе отжига при температуре 600°C в обеих сталях. Формированию волнистой микроструктуры в процессе теплой прокатки способствуют микрополосы сдвига, которые сохраняются в структуре после отжига при 600°C, как это видно на ПЭМ-изображениях (рис.3.29). Стоит отметить, что по сравнению с холоднокатаным состоянием теплокатанная сталь 03X19N10 характеризуется более высокой стабильностью против рекристаллизации в процессе отжига при 600°C.

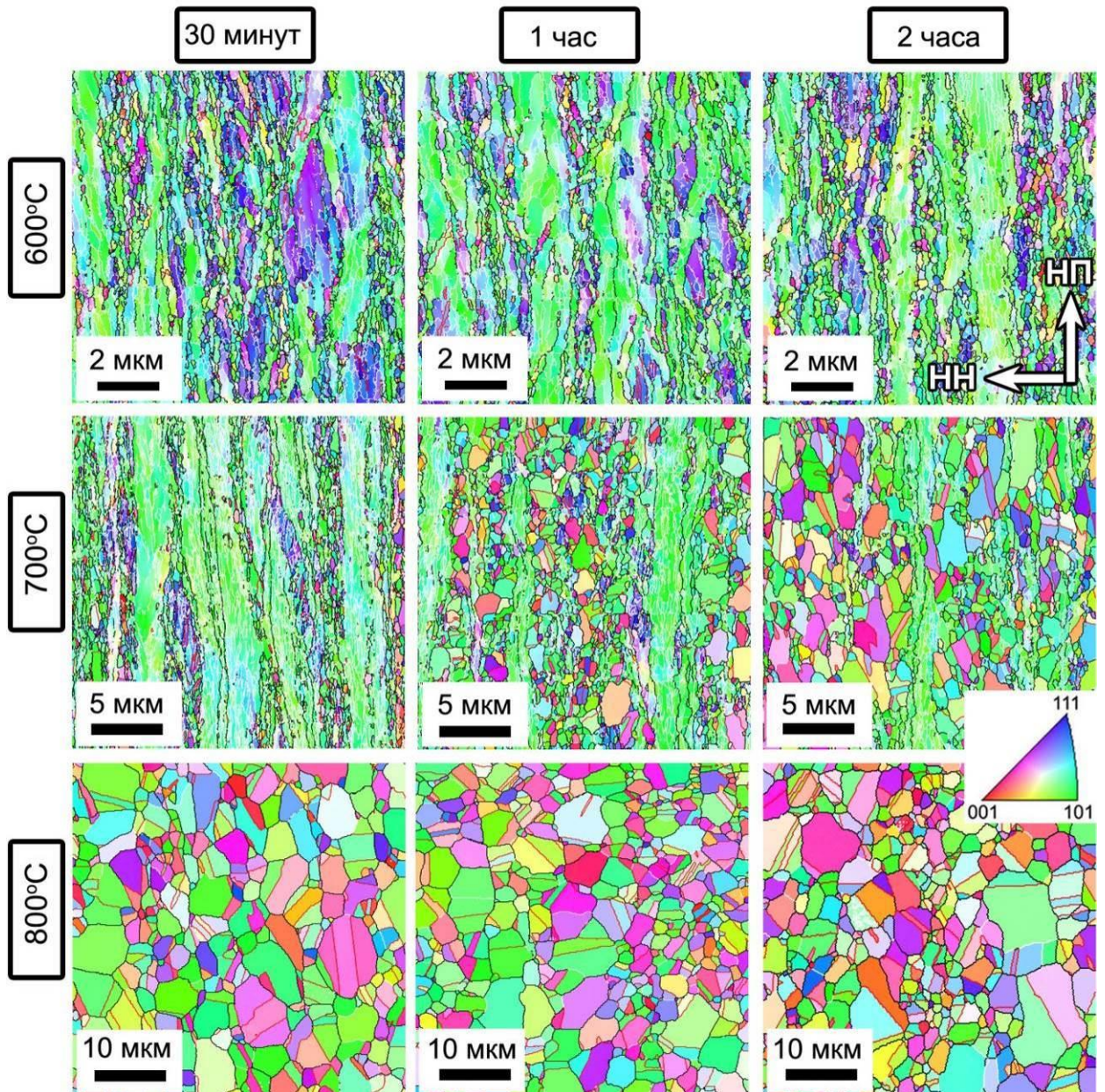


Рисунок 3.27. Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 03X19N10 после тепловой прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур 600 - 800°C. Черные, белые и красные линии соответствуют большеугловым, малоугловым и двойниковым границам (специальным границам $\Sigma 3$), соответственно.

Обратные полюсные фигуры показаны для направления нормали (НН)

Как видно из рисунка 3.27 непрерывная рекристаллизация легко развивается в теплокатанных образцах стали 03X19N10 в процессе отжига в интервале температур 700-800°C. Отжиг при 700°C в течение 30 минут соответствует ранней стадии рекристаллизации, когда только появляются цепочки равноосных зерен. С увеличением длительности отжига при 700°C происходит дальнейшее протекание процессов рекристаллизации и, как следствие, росту доли равноосных рекристаллизованных зерен. В

свою очередь отжиг при 700°C теплокатанной стали 03X17H12M2 приводит только к ранней стадии рекристаллизации без существенного увеличения доли и размера рекристаллизованных зерен во всем временном интервале. Увеличение температуры отжига до 800°C значительно ускоряет кинетику рекристаллизации в обоих сталях. После 30-минутного отжига при 800°C структурные изменения характеризуются нормальным ростом зерен.

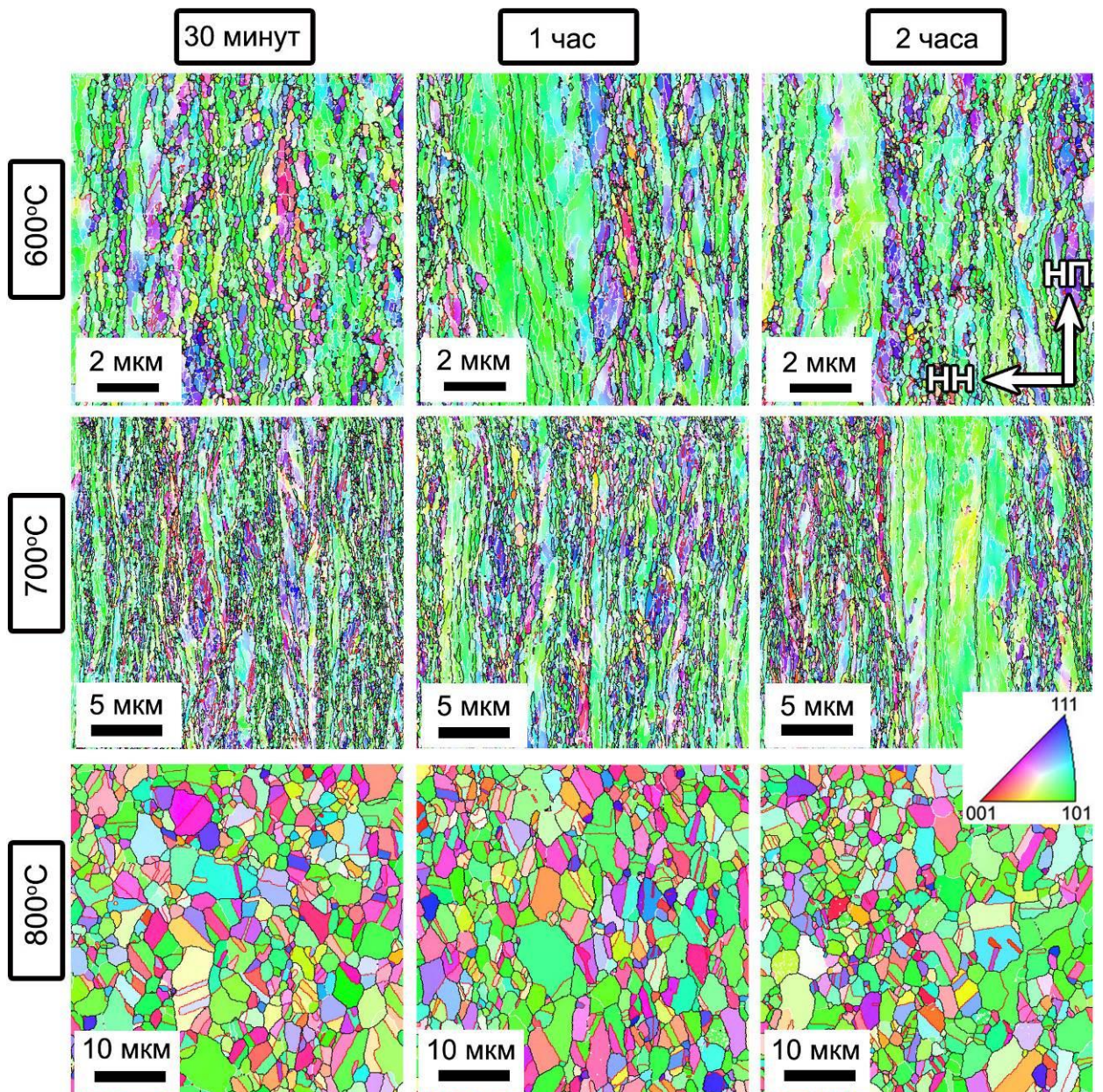


Рисунок 3.28. Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 03X17H12M2 после холодной прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур 600 - 800°C. Черные, белые и красные линии соответствуют большеугловым, малоугловым и двойниковым границам (специальным границам $\Sigma 3$), соответственно. Обратные полюсные фигуры показаны для направления нормали (НН)

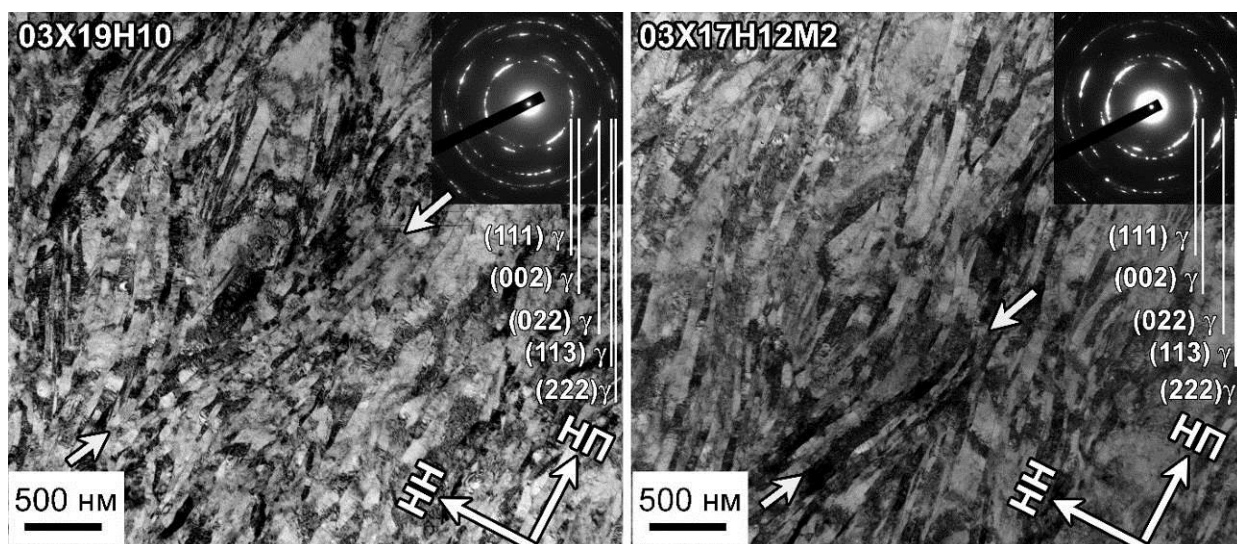


Рисунок 3.29. Тонкая структура аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига при температуре 600°C в течение 30 минут

Некоторые детали формирования ультрамелкозернистой структуры в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 после теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига при температуре 700°C в течение 30 минут показаны на рис.3.30.

Отжиг при температуре 700°C в течение 30 минут приводит к различным микроструктурам в теплокатанных сталях 03X19H10 и 03X17H12M2. Так как сталь 03X19H10 характеризуется более быстрой кинетикой рекристаллизации, поэтому тонкая структура данной стали представлена чередующимися участками из равноосных рекристаллизованных зерен, которые полностью ограничены большеугловыми границами, и участками из нерекристаллизованных зерен / субзерен, вытянутых вдоль направления прокатки. Размер рекристаллизованных зерен оставался в нанометровом диапазоне, а внутри некоторых рекристаллизованных зерен наблюдалась высокая плотность дислокаций, что свидетельствует о протекании непрерывной рекристаллизации. В свою очередь сталь 03X17H12M2 характеризуется более медленной кинетикой рекристаллизации, поэтому тонкая структура данной стали представлена в основном нерекристаллизованными зернами / субзернами пластинчатой морфологии, среди которых встречаются отдельные рекристаллизованные зерна.

Влияние температуры и времени отжига на размер зерен аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ представлено на рис. 3.31.

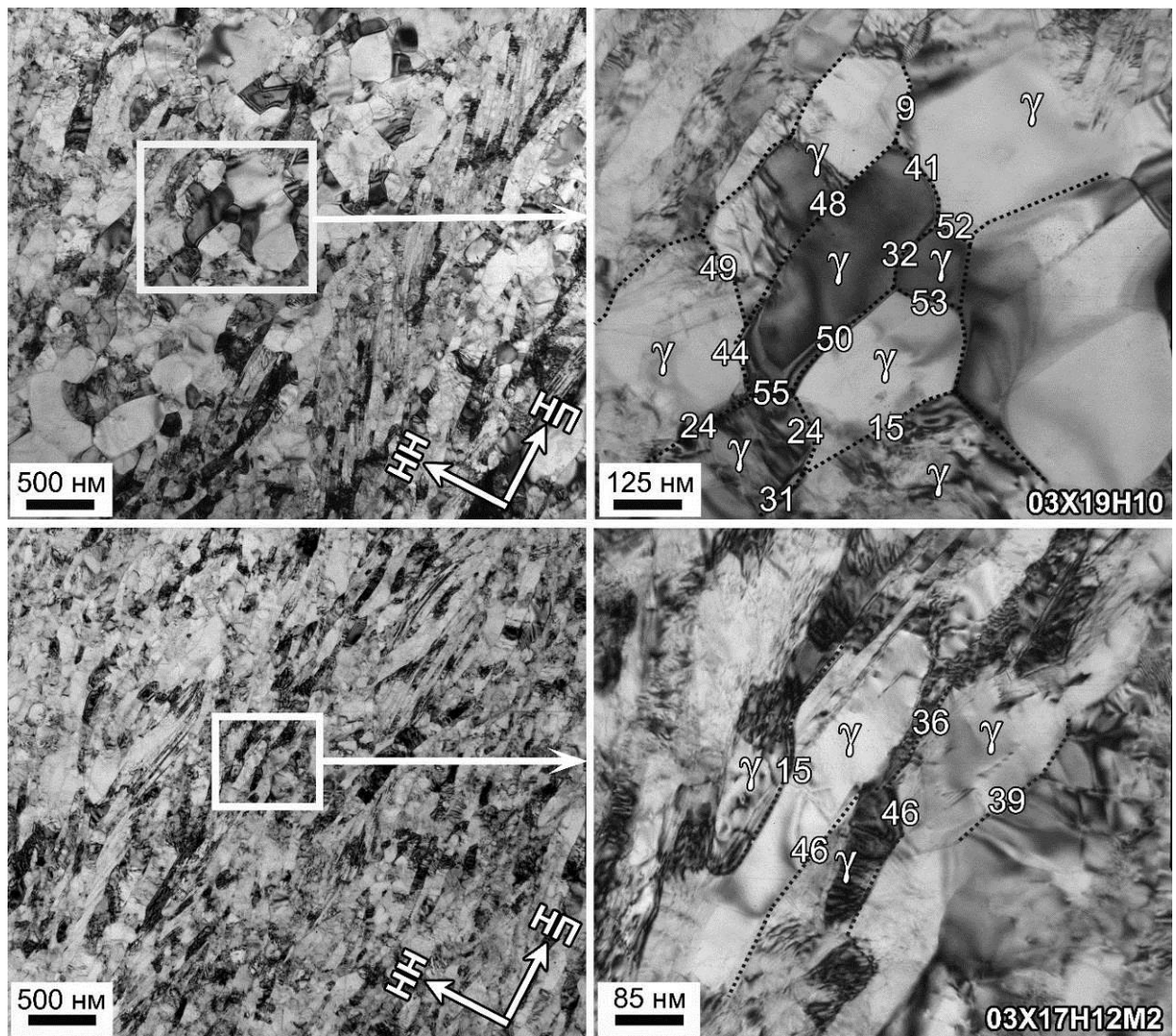


Рисунок 3.30. Тонкая структура аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига при температуре 700°C в течение 30 минут. Цифры указывают разориентировку границ в градусах

Символы черного цвета на рисунке 3.31. соответствуют размерам зерен, которые оценивались как расстояние между большеугловыми границами без учета границ двойников отжига, а символы белого цвета соответствуют расстоянию между всеми большеугловыми границами, включая границы двойников отжига.

В обеих сталях в процессе отжига при температуре 600°C наблюдается медленная кинетика роста зерен, поэтому доля двойниковых границ в этих образцах пренебрежимо мала (табл.3.5). Также стоит отметить, что размер зерен после отжига при 600°C в обеих сталях существенно не отличается во всем временном интервале. Повышение

температуры отжига до 700°C приводит к увеличению кинетики роста зерен в связи с развитием процессов рекристаллизации. Так как сталь 03X19H10 характеризуется более быстрой кинетикой рекристаллизации, чем сталь 03X17H12M2, соответственно отжиг при 700°C приводит к более крупному размеру зерен в стали 03X19H10. В свою очередь в стали 03X17H12M2 размер зерен после отжига при 700°C остался близким к размеру зерен, полученному в результате отжига при 600°C .

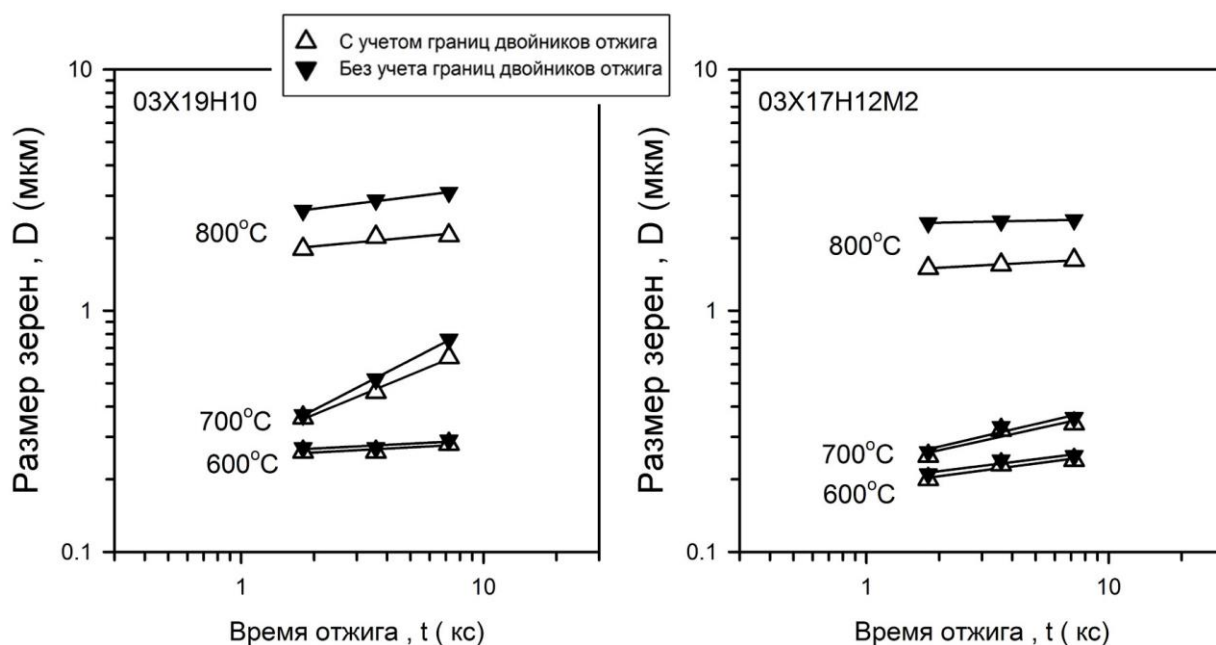


Рисунок 3.31. Влияние температуры / времени отжига на размер зерен аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после теплой прокатки

В обеих сталях значительное укрупнение зерен происходит в результате нормального роста в процессе отжига при температуре 800°C . Стоит отметить, что укрупнение зерен характеризуется схожей кинетикой как при температуре 700°C , так и при температуре 800°C . При повышении температуры отжига ускоряется миграция границ в результате роста зерен, что приводит к появлению двойников отжига. Также об этом свидетельствует увеличение разницы между размером зерен, посчитанным с учетом границ двойников отжига, и размером зерен, посчитанным без учета границ двойников отжига, (т.е. отклонение между черными и белыми символами на рис.3.31) при повышении температуры отжига.

Основная закономерность укрупнения зерен в теплокатанных образцах в процессе отжига заключается в том, что размер зерен быстро увеличивается на ранней стадии отжига, а затем плавно растет с увеличением времени отжига (рис.3.31), что подтверждает протекание непрерывной рекристаллизации.

Таблица 3.5 – Размер зерен аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после теплой прокатки и последующего отжига

Обработка	Размер зерен с учетом границ двойников отжига, D мкм	Размер зерен без учета границ двойников отжига, D мкм	Доля границ двойников отжига
03X19H10			
Исходное состояние	35 ±3,96	72 ±8,13	0,52
ТП + 600°C / 30 мин	0,26 ±0,03	0,27 ±0,03	0,05
ТП + 600°C / 1 час	0,26 ±0,03	0,27 ±0,03	0,05
ТП + 600°C / 2 часа	0,28 ±0,03	0,29 ±0,03	0,05
ТП + 700°C / 30 мин	0,36 ±0,04	0,37 ±0,04	0,06
ТП + 700°C / 1 час	0,46 ±0,05	0,52 ±0,06	0,1
ТП + 700°C / 2 часа	0,64 ±0,07	0,76 ±0,09	0,16
ТП + 800°C / 30 мин	1,80 ±0,20	2,60 ±0,29	0,36
ТП + 800°C / 1 час	2,02 ±0,23	2,87 ±0,32	0,36
ТП + 800°C / 2 часа	2,05 ±0,23	3,09 ±0,35	0,36
03X17H12M2			
Исходное состояние	32 ±3,62	69 ±7,80	0,5
ТП + 600°C / 30 мин	0,20 ±0,02	0,21 ±0,02	0,05
ТП + 600°C / 1 час	0,23 ±0,03	0,24 ±0,03	0,05
ТП + 600°C / 2 часа	0,24 ±0,03	0,25 ±0,03	0,05
ТП + 700°C / 30 мин	0,25 ±0,03	0,26 ±0,03	0,07
ТП + 700°C / 1 час	0,32 ±0,04	0,33 ±0,04	0,07
ТП + 700°C / 2 часа	0,34 ±0,04	0,36 ±0,04	0,07
ТП + 800°C / 30 мин	1,50 ±0,17	2,31 ±0,26	0,36
ТП + 800°C / 1 час	1,55 ±0,18	2,35 ±0,27	0,36
ТП + 800°C / 2 часа	1,62 ±0,18	2,38 ±0,27	0,36

Влияние температуры и времени отжига на плотность дислокаций аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ представлено в таблице 3.6. Отжиг при температуре 600°C в течение 30 минут / 2 часов приводит к небольшому падению внутризеренной плотности дислокаций до значений $1,6 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ / $1,4 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ в стали 03X19H10 и до значений $3,2 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ / $2,2 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ в стали 03X17H12M2, соответственно. Дальнейшее повышение температуры отжига до 700°C приводит к резкому падению плотности дислокаций до значений порядка 10^{14} м^{-2} в стали 03X19H10, в то время как в стали 03X17H12M2 плотность дислокаций остается выше 10^{15} м^{-2} . Отжиг при температуре 800°C приводит к дальнейшему падению плотности дислокаций до значений порядка 10^{13} м^{-2} в обеих сталях.

Таблица 3.6 – Плотность дислокаций аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после теплой прокатки и последующего отжига

Сталь	03X19H10		03X17H12M2	
Обработка	Плотность дислокаций, $\rho \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$		Плотность дислокаций, $\rho \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$	
ТП+600°C / 30мин	1,6	$\pm 0,3$	3,2	$\pm 0,5$
ТП+700°C / 30мин	0,7	$\pm 0,1$	1,2	$\pm 0,3$
ТП+800°C / 30мин	0,013	$\pm 0,005$	0,020	$\pm 0,003$
ТП+600°C / 2часа	1,4	$\pm 0,3$	2,2	$\pm 0,4$
ТП+700°C / 2часа	0,1	$\pm 0,06$	1,1	$\pm 0,3$
ТП+800°C / 2часа	0,006	$\pm 0,002$	0,020	$\pm 0,003$

3.4 Условия формирования ультрамелкозернистой структуры в аустенитных коррозионностойких сталях

Особенности формирования ультрамелкозернистой структуры в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе холодной и теплой деформации схематично представлены на рисунке 3.32. Из рисунка 3.32 видно, что условия формирования ультрамелкозернистой структуры в области холодной и теплой деформации имеют некоторые отличия. В области холодной деформации, для формирования ультрамелкозернистой структуры необходимы более низкие степени пластической деформации. Так, например, в результате холодной прокатки до истинной деформации $\epsilon \approx 0,5$ в структуре исследуемых сталей появляются границы деформационного происхождения, которые в первую очередь связаны с деформационным двойникованием. Кроме деформационного двойникования вклад в формирование ультрамелкозернистой структуры при степени холодной деформации $\epsilon \approx 0,5$ вносит фазовое $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение за счет формирования межфазных границ. Увеличение степени холодной деформации сопровождается развитием деформационных полос сдвига, что приводит к увеличению доли ультрамелкозернистых зерен. При больших степенях холодной деформации в аустенитных коррозионностойких сталях формируется ультрамелкозернистая двухфазная γ / α' – структура.

Для формирования ультрамелкозернистой структуры в области теплой деформации недостаточно истинной деформации $\epsilon \approx 0,5$. Так в результате теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon \approx 0,5$ в структуре исследуемых сталей происходит вытягивание исходные зерен вдоль направления прокатки и увеличение плотности дислокаций.

Появление ультрамелких зерен в области теплой деформации происходит после увеличения степени деформации до $\epsilon = 1$ в результате деформационного двойникования и формирования полос сдвига. Стоит отметить, что в области теплой деформации фазовое $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение не протекает, поэтому при больших степенях теплой деформации в аустенитных коррозионностойких сталях формируется ультрамелкозернистая однофазная γ – структура.

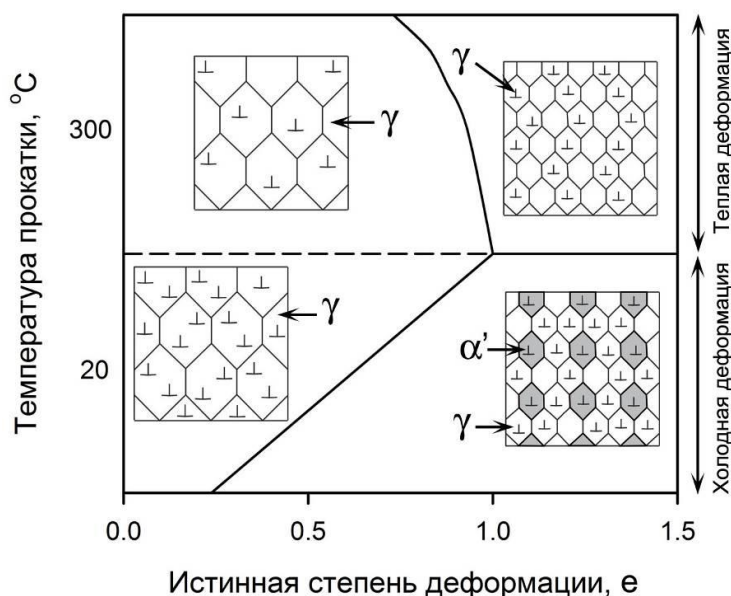


Рисунок 3.32. Особенности формирования ультрамелкозернистой структуры в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе холодной и теплой деформации

Особенности формирования ультрамелкозернистой структуры в холоднодеформированных и теплодеформированных аустенитных коррозионностойких сталях в процессе отжига схематично представлены на рисунке 3.33. Из рисунка 3.33 видно, что условия формирования ультрамелкозернистой структуры в холоднодеформированных и теплодеформированных исследуемых сталях не отличаются. При температуре отжига ниже 600°C происходит только возврат в результате чего ультрамелкозернистая структура сохраняется как в холоднодеформированных, так и в теплодеформированных образцах сталей. Единственное отличие в формировании ультрамелкозернистой структуры связано с протеканием обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения в холоднодеформированных сталях в процессе отжига в интервале температур $600 - 700^{\circ}\text{C}$. Увеличение температуры отжига до 700°C сопровождается развитием непрерывной рекристаллизации с последующим нормальным ростом зерен. Стоит отметить, что при температуре отжига 700°C кинетика роста зерен не высокая, поэтому структура остается ультрамелкозернистой. Только при увеличении температуры

отжига до 800°C кинетика роста зерен ускоряется, что приводит к формированию равноосной рекристаллизованной структуры с размером зерен более 1 мкм.

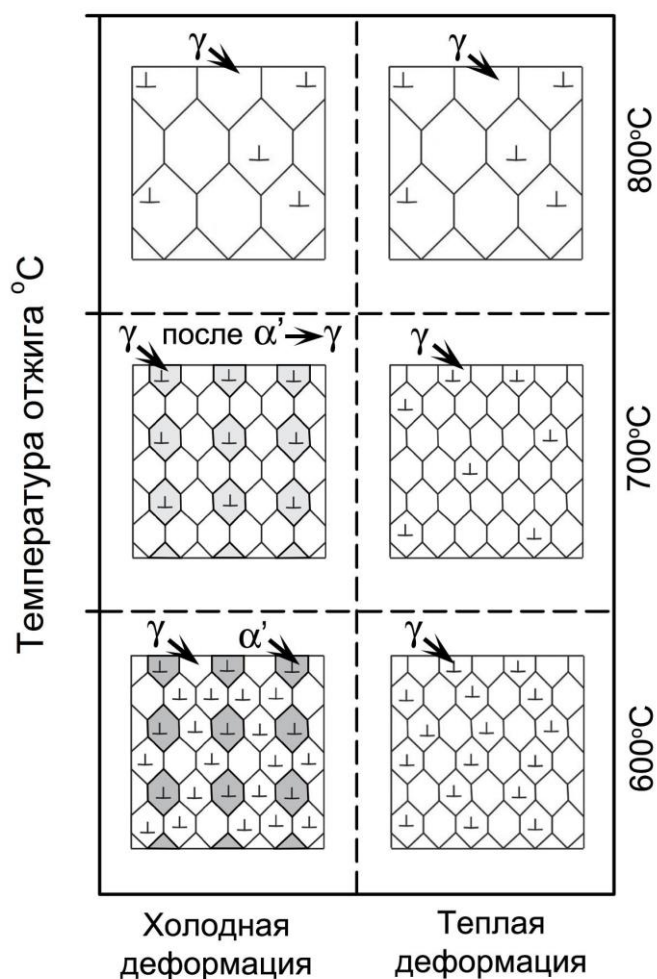


Рисунок 3.33. Особенности формирования ультрамелкозернистой структуры в холоднодеформированных и теплодеформированных аустенитных коррозионноустойчивых сталях в процессе отжига

3.5 Выводы по главе 3

1. Структурные изменения в аустенитных коррозионноустойчивых сталях 03X19N10 и 03X17N12M2 в процессе холодной прокатки связаны с развитием деформационного двойникования и деформационного мартенситного превращения при небольших степенях деформации ($\epsilon=0,5$), что способствует быстрой фрагментации структуры и формированию ультрамелких зерен. На промежуточных степенях деформации ($\epsilon = 1$) дополнительная фрагментация структуры связана с формированием полос сдвига, которые являются предпочтительными местами зарождения мартенсита деформации. Доля мартенсита деформации составила 0,8 и 0,25 в сталях 03X19N10 и 03X17N12M2, соответственно, после

холодной прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$. После холодной прокатки до $\epsilon = 3$ формируется ультрамелкозернистая структура с высокой плотностью дислокаций ($\rho > 10^{15} \text{ м}^{-2}$), состоящая из аустенитных (γ) и мартенситных (α') зерен со средним размером зерен $100\gamma / 115\alpha'$ нм и $150\gamma / 100\alpha'$ нм в сталях 03X19H10 и 03X17H12M2, соответственно.

2. Структурные изменения в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 в процессе теплой прокатки также связаны с развитием деформационного двойникования и полос сдвига, формирование которых происходит при более высоких степенях деформации $\epsilon > 0,5$. При небольших степенях теплой деформации ($\epsilon = 0,5$) происходит вытягивание исходных аустенитных зерен вдоль направления прокатки и увеличение плотности дислокаций до значений выше 10^{15} м^{-2} . В процессе теплой прокатки при 300°C деформационное мартенситное $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение не происходит даже после больших степеней деформации ($\epsilon = 3$). После теплой прокатки до $\epsilon = 3$ формируется ультрамелкозернистая структура со средним размером зерен аустенита 260 нм и 160 нм в сталях 03X19H10 и 03X17H12M2, соответственно.

3. Доля ультрамелких зерен (с размером менее 0,5 мкм в случае холодной прокатки и менее 1 мкм в случае теплой прокатки) может быть выражена с помощью модифицированного уравнения Джонсона - Мела – Аврами — Колмогорова:

$$F_{\text{УМЗ}} = 1 - \exp(-k\epsilon^n),$$

где $F_{\text{УМЗ}}$ - доля ультрамелких зерен; ϵ – степень деформации; k и n - постоянные, которые зависят от материала и условий деформационной обработки. Зависимость среднего размера зерен (D) от степени деформации можно представить как:

$$D = D_{\text{УМЗ}} (1 - \exp(-k\epsilon^n))^{-0.5},$$

где $D_{\text{УМЗ}}$ - средний размер ультрамелких зерен.

4. Отжиг холоднокатаных сталей в интервале $600 - 700^\circ\text{C}$ характеризуются развитием обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения, которое протекает одновременно с возвратом и непрерывной рекристаллизацией. В процессе отжига при температурах $600 - 700^\circ\text{C}$ в сталях после теплой прокатки также протекает возврат и непрерывная рекристаллизация. Ультрамелкозернистая структура с размером зерен менее 1 мкм сохраняется после отжига при 700°C в исследуемых сталях, подвергнутых как холодной, так и теплой прокатке. Увеличение температуры отжига до 800°C приводит к развитию собирательной рекристаллизации в холоднокатаных и теплокатаных сталях.

ГЛАВА 4 ФОРМИРОВАНИЕ ТЕКСТУРЫ В АУСТЕНИТНЫХ КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ СТАЛЯХ В ПРОЦЕССЕ ХОЛОДНОЙ/ТЕПЛОЙ ПРОКАТКИ И ПОСЛЕДУЮЩЕГО ОТЖИГА

В настоящей главе рассмотрены закономерности эволюции текстуры в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 в процессе холодной и теплой прокатки, а также последующего отжига. Изучена связь между механизмами структурных изменений с формированием текстуры в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе холодной и теплой прокатки, а также последующего отжига.

4.1 Формирование текстуры в процессе холодной и теплой прокатки аустенитных коррозионностойких сталей

Как было показано ранее в процессе холодной прокатки в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 протекает мартенситное превращение, поэтому исследование текстуры проводили для двух фаз - аустенита и мартенсита. На рисунке 4.1 приведено схематическое представление ФРО основных текстурных компонент для аустенита и мартенсита, а их Эйлеровские координаты приведены в таблице 4.1.

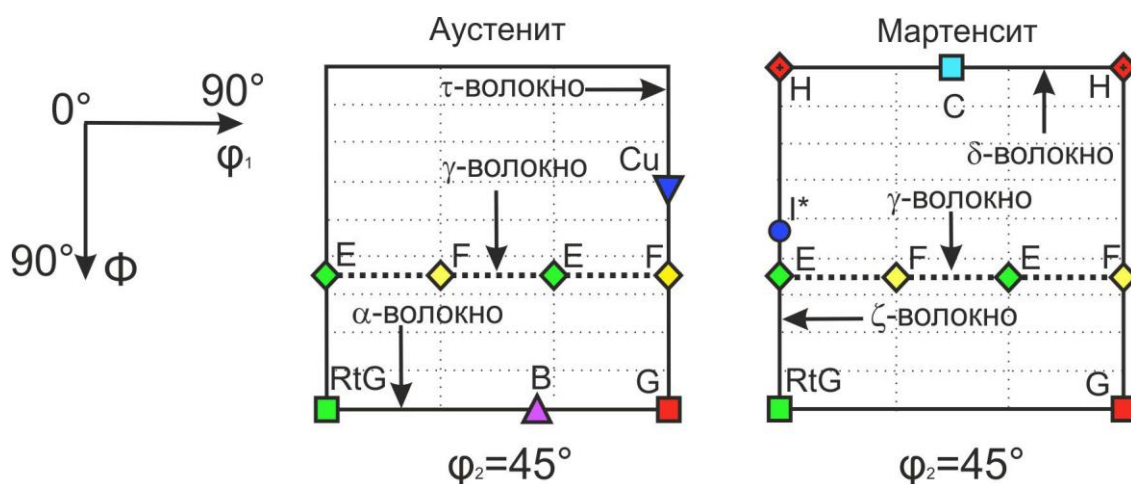


Рисунок 4.1. Схематическое представление ФРО (сечение при $\varphi_2 = 45^\circ$) основных текстурных компонент для аустенита и мартенсита

Таблица 4.1 – Текстуры компоненты и текстурные волокна типичные для аустенита и мартенсита

Компонента, символ	{hkl} <uvw>	Углы Эйлера		
		φ_1	Φ	φ_2
Куб / Cube (C)	{001} <100>	45	0	45
Повернутый Куб / Rotated cube (H)	{001} <110>	0/90	0	45
E	{111} <110>	0/60	55	45
F	{111} <112>	30/90	55	45
I*	{223} <110>	0	43	45
Госс / Goss (G)	{110} <001>	90	90	45
Повернутый Госс / Rotated Goss (RtG)	{110} <110>	0	90	45
Латунь / Brass (B)	{110} <112>	55	90	45
A	{110} <111>	35	90	45
Медь / Copper (Cu)	{112} <111>	90	35	45
S	{123} <634>	59	37	63
γ -волокно	<111> // НН (направление нормали к плоскости прокатки)			
α -волокно	<110> // НН			
ζ -волокно	<110> // НП (направление прокатки)			
τ -волокно	<110> // ПН (поперечное направление)			
δ -волокно	<001> // НН			

ФРО аустенитных коррозионностойких сталей 03X19Н10 и 03X17Н12М2 после холодной прокатки до различных степеней деформации приведены на рисунке 4.2. После холодной прокатки текстура аустенита обеих сталей характеризуется формированием повышенной плотности ориентаций вдоль α – волокна и γ – волокна. Стоит отметить, что γ – волокно более интенсивно в стали 03X17Н12М2, в то время как α – волокно значительней выражено в стали 03X19Н10. α – волокно характеризуется двумя отличительными максимумами интенсивностей вблизи текстурной компоненты - Латунь ({110} <112>) и текстурной компоненты - Госс ({110} <001>), которые появляются в обеих сталях при относительно небольших деформациях и усиливаются с увеличением степени деформации. γ – волокно с максимумами интенсивностей, которые соответствуют текстурной компоненте E ({111} <110>) и F ({111} <112>), быстро развивается на промежуточных степенях деформации от $\epsilon = 1$ до $\epsilon = 2$, а с увеличением степени деформации ослабляется.

После холодной прокатки текстура мартенсита обеих сталей характеризуется развитием δ – волокна и γ – волокна. δ – волокна с максимумами интенсивностей вблизи

текстурной компоненты - Повернутый Куб ($\{001\} \langle 110 \rangle$) усиливается на промежуточной степени деформации $e = 2$. Интенсивность γ – волокна постепенно увеличивается в процессе холодной прокатки, что приводит к выравниванию плотности ориентаций вдоль всего волокна после большой степени деформации $e = 3$. Стоит отметить, что как δ – волокно, так и γ – волокно более интенсивны в стали 03X19H10. Мартенсит деформации характеризуется развитием сильной текстурной компоненты - I^* ($\{223\} \langle 110 \rangle$), которая также более выражена в стали 03X19H10. Разница в интенсивности текстуры мартенсита может быть связана с разницей в объемной доле мартенсита деформации в этих сталях.

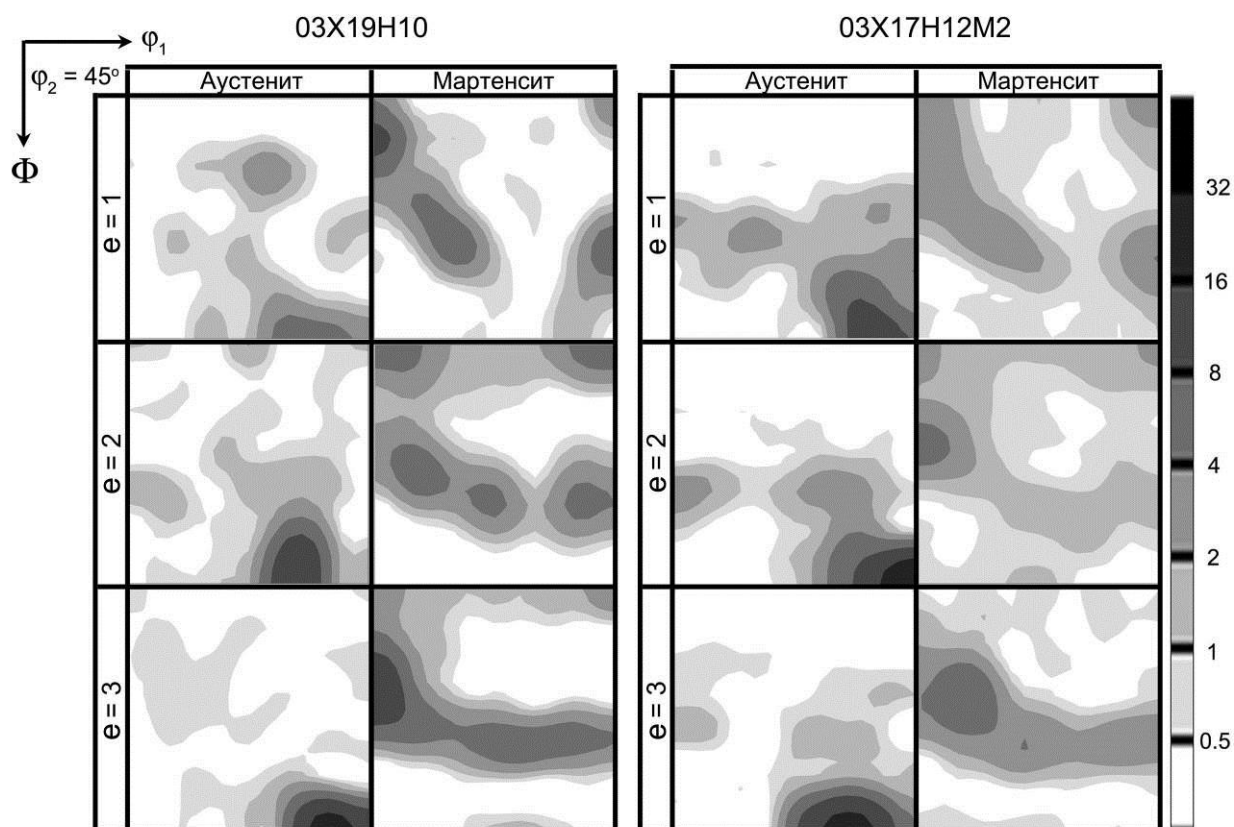


Рисунок 4.2. ФРО аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной прокатки до различных истинных деформаций (e) [173]

Влияние холодной прокатки на долю основных текстурных компонент в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 показано на рисунке 4.3. Холодная прокатка стали 03X17H12M2 приводит к развитию в аустените текстурных компонент Е, F, Госс, Латунь и S ($\{123\} \langle 634 \rangle$), объемная доля которых практически одинакова при малых или умеренных степенях деформации (от $e = 1$ до $e = 2$). Увеличение степени деформации до $e = 3$ сопровождается резким увеличением текстурной компоненты - Латунь, тогда как доля текстурных компонент, принадлежащих γ – волокну

(т. е. E и F компоненты), уменьшается. В свою очередь, в стали 03X19H10 объемная доля текстурной компоненты Латунь превосходит долю других текстурных компонент, во всем интервале степеней деформации (от $\epsilon = 1$ до $\epsilon = 3$). Это отличие может быть связано с разницей в энергии дефекта упаковки. Как правило, уменьшение энергии дефекта упаковки способствует развитию текстуры латуни в ГЦК - металлах / сплавах в процессе холодной прокатки [177, 178]. Мартенсит деформации в обеих сталях демонстрирует схожее распределение доли текстурных компонент, из которых явно преобладают текстурная компонента F и I*.

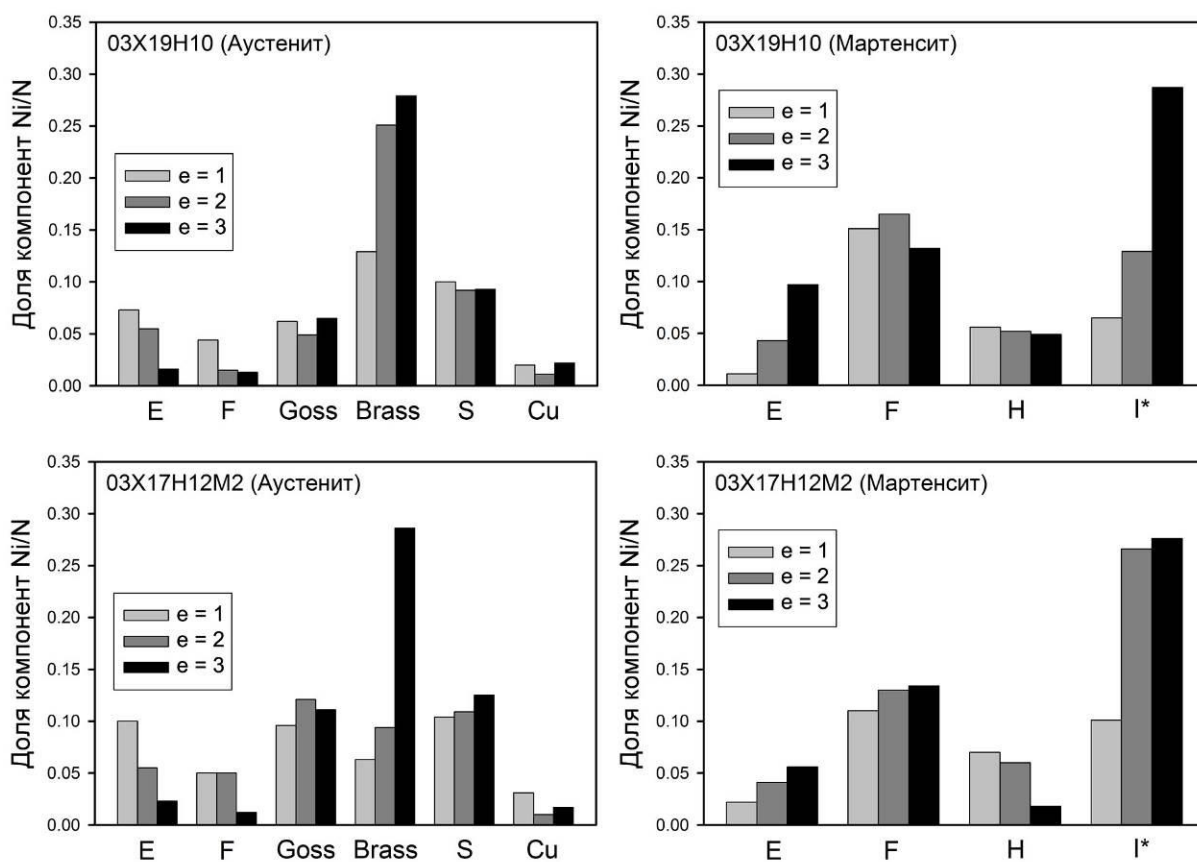


Рисунок 4.3. Влияние степени холодной прокатки на долю основных текстурных компонент в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2

Текстуры, которые развиваются в сталях при прокатке, тесно связаны с микроструктурными изменениями. Как правило, текстуры прокатки в ГЦК-металлах / сплавах состоят из ориентированной непрерывной «трубки текстур» вдоль β – волокна, которая распространяется под углом 60° от текстурной компоненты - Медь ($\{112\} \langle 111 \rangle$) через текстурную компоненту - S ($\{123\} \langle 634 \rangle$) к текстурной компоненте - Латунь ($\{110\} \langle 112 \rangle$). За β – волокном следует α – волокно, которое состоит из всех ориентаций, лежащих между текстурной компонентой - Госс ($\{110\} \langle 001 \rangle$) и текстурной компонентой

- Латунь ($\{110\} \langle 112 \rangle$) [147]. Плотность ориентаций вдоль β – волокна зависит от одновременных операций дислокационного скольжения, деформационного двойникования и формирования полос сдвига. Эти вклады, в свою очередь, зависят от энергии дефекта упаковки. Уменьшение энергии дефекта упаковки способствует развитию деформационного двойникования с последующим формированием полос сдвига, и как следствие, приводит к уменьшению интенсивности текстурной компоненты – Медь и увеличению объемной доли текстурной компоненты - Латунь [147, 175, 179].

Текстура аустенита деформации в настоящих сталях характеризуется быстрым развитием довольно сильных текстурных компонент Латунь и S, что характерно для катанных ГЦК материалов с низкой или средней энергией дефекта упаковки, восприимчивых к деформационному двойникованию и формированию полос сдвига [177, 180, 181]. Кроме того, текстурные компоненты E и F развиваются на промежуточных степенях деформации $\epsilon \approx 1$, когда идет активное формирование полос сдвига.

Пример различных текстурных компонент в аустените после холодной прокатки показан на рисунке 4.4. Основными текстурными компонентами являются Госс, Латунь и S, а их объемная доля зависит от энергии дефекта упаковки в исследуемых сталях. Текстурная компонента Госс развивается в относительно больших остатках исходных зерен вытянутых вдоль направления прокатки (красные участки на рис. 4.4), что может быть связано с их стабильной ориентацией в процессе прокатки. С другой стороны, текстурные компоненты Латунь и S развиваются в зернах с высокой плотностью микрополос сдвига, где довольно большие участки зерен с ориентацией текстурных компонент Латунь и S (пурпурные и голубые участки на рис. 4.4) чередуются с ультратонкими зернами / субзернами, которые принадлежат текстурным компонентам E и F (зеленые и желтые участки на рис. 4.4). Формирование микрополос сдвига в аустените с низкой энергией дефекта упаковки в процессе холодной прокатки обычно сопровождается активным развитием текстурных компонент E и F [182]. В исследуемых сталях кажущееся уменьшение объемной доли текстурных компонент E и F в процессе холодной прокатки от промежуточных до больших степеней деформаций может быть связано с протеканием мартенситного превращения. Мартенситное превращение легко развивается в микрополосах сдвига, а, следовательно, приводит к уменьшению в аустените ориентаций, связанных с микрополосами сдвига.

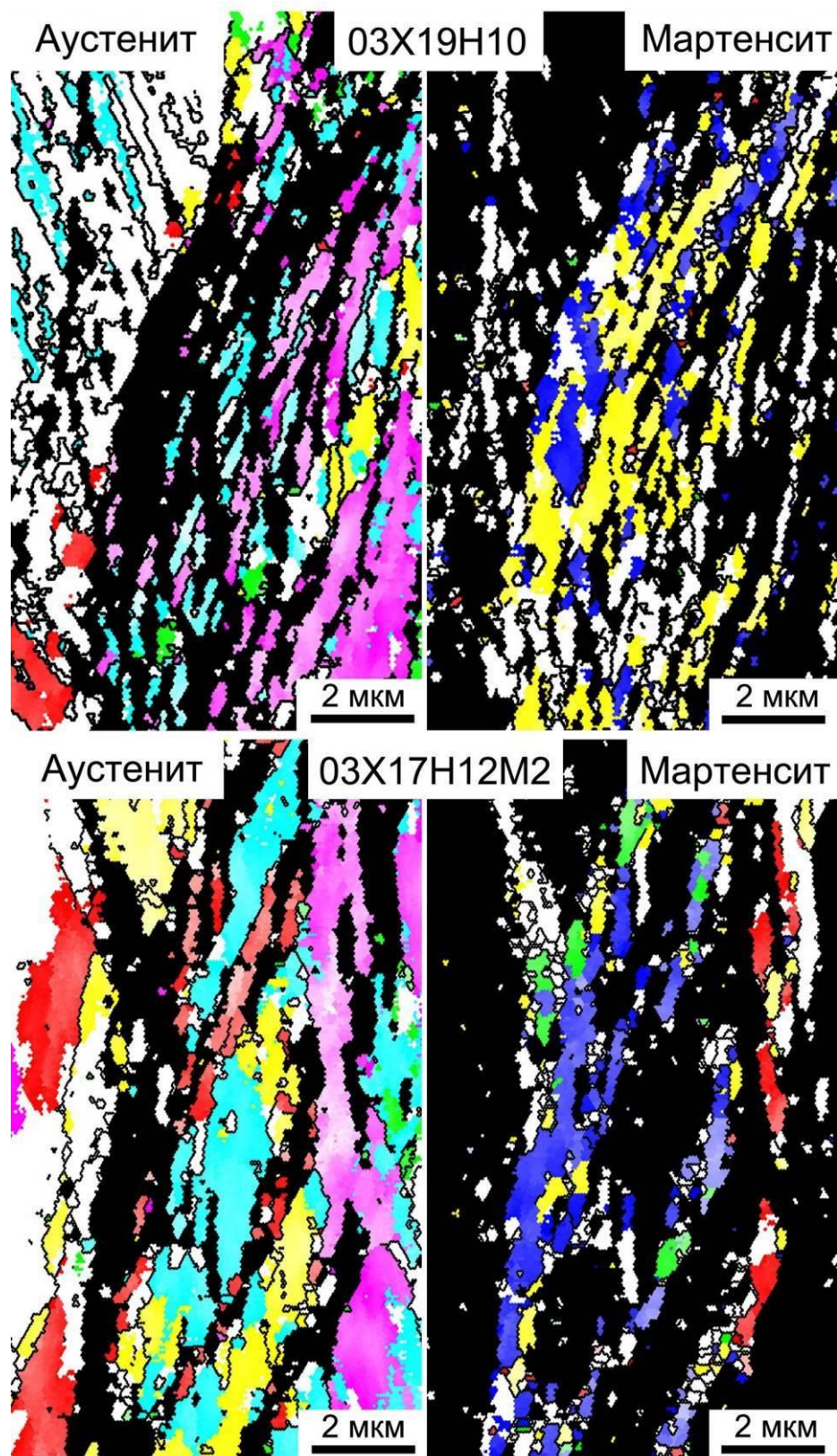


Рисунок 4.4. Распределение текстурных компонент в структуре аустенитных коррозионноустойчивых сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной прокатки до истинной деформации $\epsilon = 1$. В аустените представлены компоненты - Латунь (пурпурный), Госс (красный), Е (зеленый), F (желтый), S (голубой); в мартенсите представлены компоненты - Е (зеленый), F (желтый), H (красный), I* (синий)

Текстура мартенсита деформации характеризуется развитием интенсивного γ – волокна с сильными текстурными компонентами E и F с последующим усилением в процессе прокатки текстурной компоненты - I^* (рис. 4.2 и рис. 4.3). Подобные текстуры часто наблюдаются в ОЦК металлах после больших степеней холодной прокатки [144, 146, 148]. Развитие сильной текстурной компоненты - I^* обычно связано с основной системой скольжения типа $\{110\} \langle 111 \rangle$ [148]. Следует отметить, что текстура мартенсита деформации в исследуемых сталях почти одинакова. Микрополосы сдвига служат предпочтительными местами зарождения мартенсита деформации. На рисунке 4.4 хорошо видно, что большая часть мартенсита деформации в микрополосах сдвига имеет ориентацию текстурной компоненты - F или текстурной компоненты - I^* .

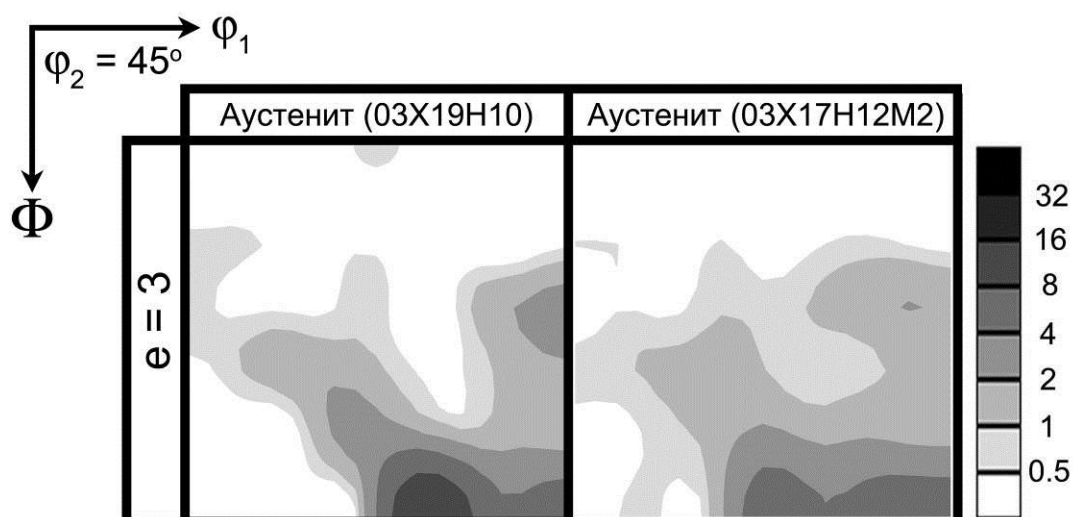


Рисунок 4.5. ФРО аустенитных коррозионностойких сталей 03X19N10 и 03X17N12M2 после теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$

ФРО аустенитных коррозионностойких сталей 03X19N10 и 03X17N12M2 после теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ приведены на рисунке 4.5. Влияние теплой прокатки на долю основных текстурных компонент в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19N10 и 03X17N12M2 показано на рисунке 4.6. Теплая прокатка до больших степеней деформации ($\epsilon = 3$) также приводит к формированию текстуры, свойственной ГЦК материалам с низкой и средней энергией дефекта упаковки (рис.4.5). Текстура после теплой прокатки в основном характеризуется двумя текстурными компонентами: Латунь ($\{110\} \langle 112 \rangle$) и S ($\{123\} \langle 634 \rangle$), объемная доля которых практически одинакова (рис. 4.6). Помимо текстурных компонент Латунь и S,

текстура после теплой прокатки включает относительно сильную текстурную компоненту – Госс ($\{110\} \langle 100 \rangle$). Таким образом, два отличительных максимума интенсивности вблизи текстурных компонент: Латунь и Госс образуют повышенную плотность ориентаций вдоль α – волокна, как и после холодной прокатки. Стоит отметить, что после больших степеней тепловой деформации в текстуре прокатки сохраняется γ – волокно, которое затухает при больших степенях холодной деформации. Как было отмечено ранее, γ – волокно, включающее текстурные компоненты E и F, связано с формированием микрополос сдвига в аустените с низкой энергией дефекта упаковки в процессе деформации. Так как в процессе тепловой прокатки не происходит зарождения мартенсита деформации в полосах сдвига, текстурные компоненты E и F сохраняются в текстуре даже после больших степеней деформации.

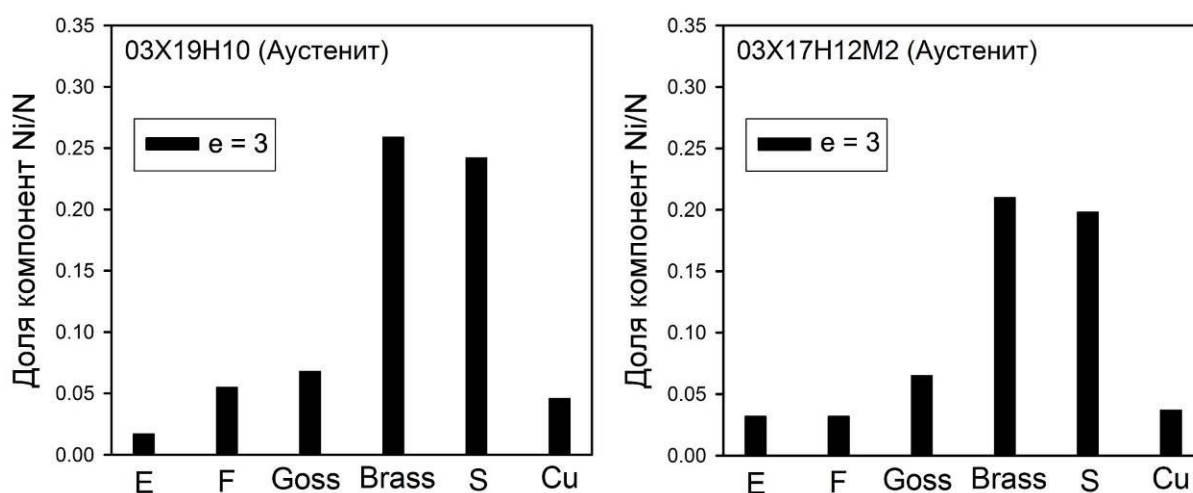


Рисунок 4.6. Влияние тепловой прокатки до истинной деформации $e = 3$ на долю основных текстурных компонент в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2

Пример различных текстурных компонент в структуре аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после тепловой прокатки до истинной деформации $e = 3$ показан на рисунке 4.7. Основная часть структуры, которая представлена волнистыми зернами, вытянутыми вдоль направления прокатки, имеет ориентацию текстурных компонент Латунь, S и Госс. В микрополосах сдвига зерна имеют не только ориентацию текстурных компонент Латунь и S, как после холодной прокатки, но и ориентацию текстурной компоненты Госс. Стоит отметить, что некоторые зерна с ориентацией S имеют плавный переход в ориентацию текстурных компонент E и F.

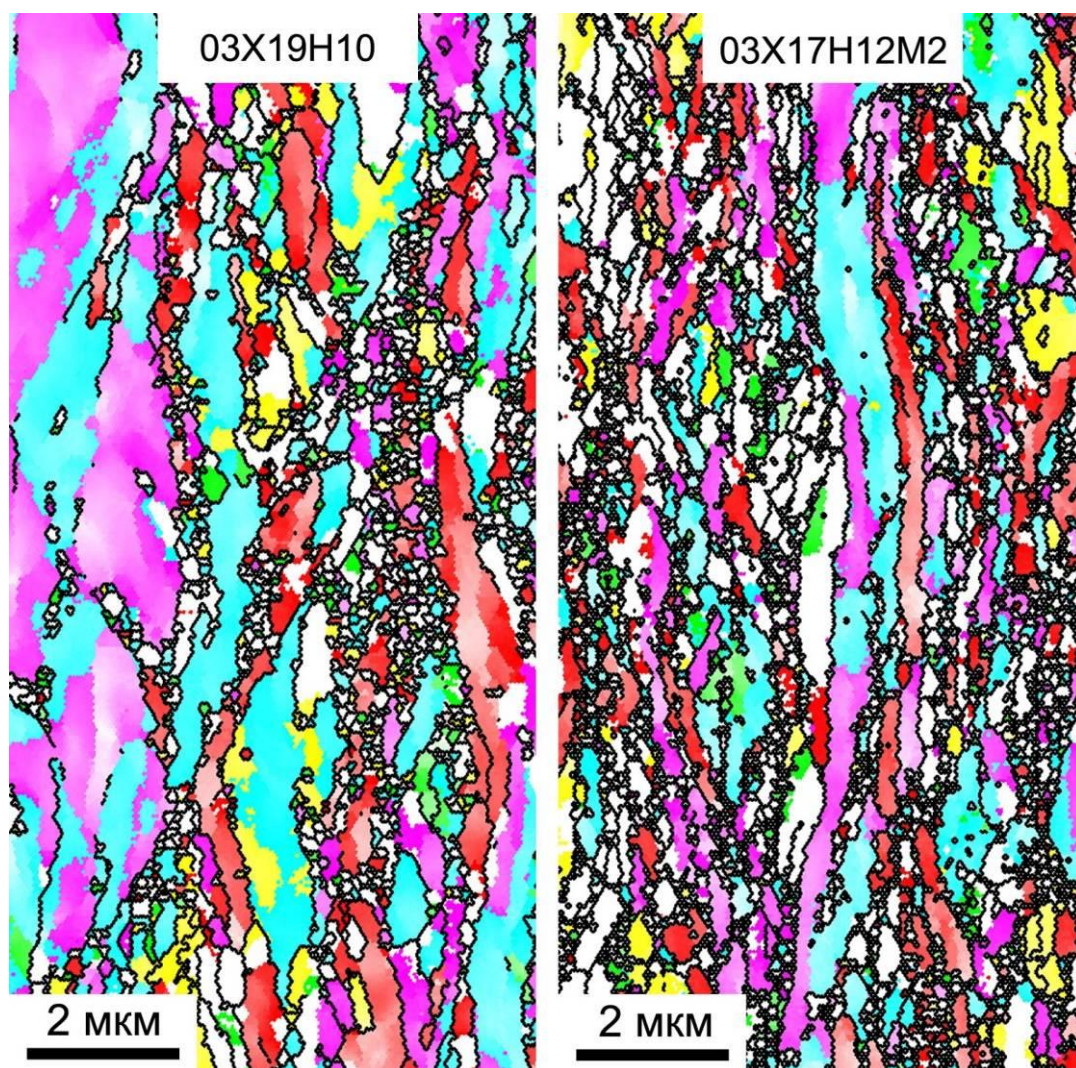


Рисунок 4.7. Распределение текстурных компонент в структуре аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 после теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$. Представлены компоненты - Латунь (пурпурный), Госс (красный), E (зеленый), F (желтый), S (голубой)

4.2 Формирование текстуры в процессе отжига деформированных аустенитных коррозионностойких сталей

На рисунке 4.8 показаны ФРО аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной прокатки до $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур 600 - 800°C. Текстуру, формирующуюся в холоднокатаных образцах в процессе отжига при 600°C, можно разделить на текстуру аустенита и текстуру мартенсита. Текстура мартенсита не сильно изменилась в процессе отжига при 600°C, и в целом выглядит как текстура мартенсита после холодной прокатки (см. рис. 4.2 и 4.8). С

другой стороны, в процессе отжига при 600°C происходит ослабление и размытие сильной текстурной компоненты - Латунь, которая наблюдается в текстуре аустенита после холодной прокатки, что приводит к увеличению доли компонент Госс, Медь и S (см. рис. 4.9). Повышение температуры отжига до 700°C приводит к полному фазовому $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращению, однако это не сопровождается какими-либо резкими изменениями в окончательной текстуре аустенита после отжига при 700-800°C. На рисунках 4.8 и 4.9 хорошо видно, что несмотря на уменьшение доли текстурной компоненты – Латунь в процессе повышения температуры отжига от 700°C до 800°C, отожженная при 800°C текстура аустенита включает довольно сильные текстурные компоненты Госс, Медь и S в дополнение к сохранившейся текстурной компоненте – Латунь [174].

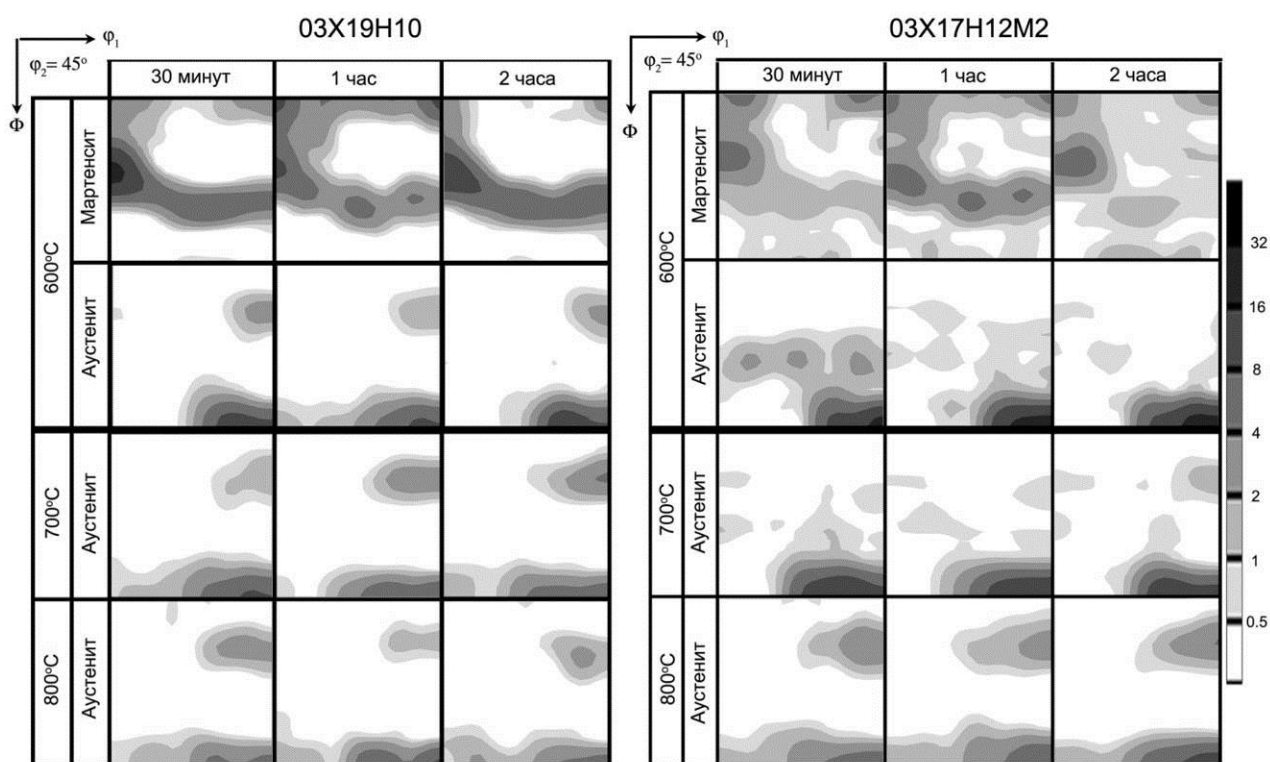


Рисунок 4.8. ФРО аустенитных коррозионностойких сталей 03X19N10 и 03X17N12M2 после холодной прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур 600-800°C

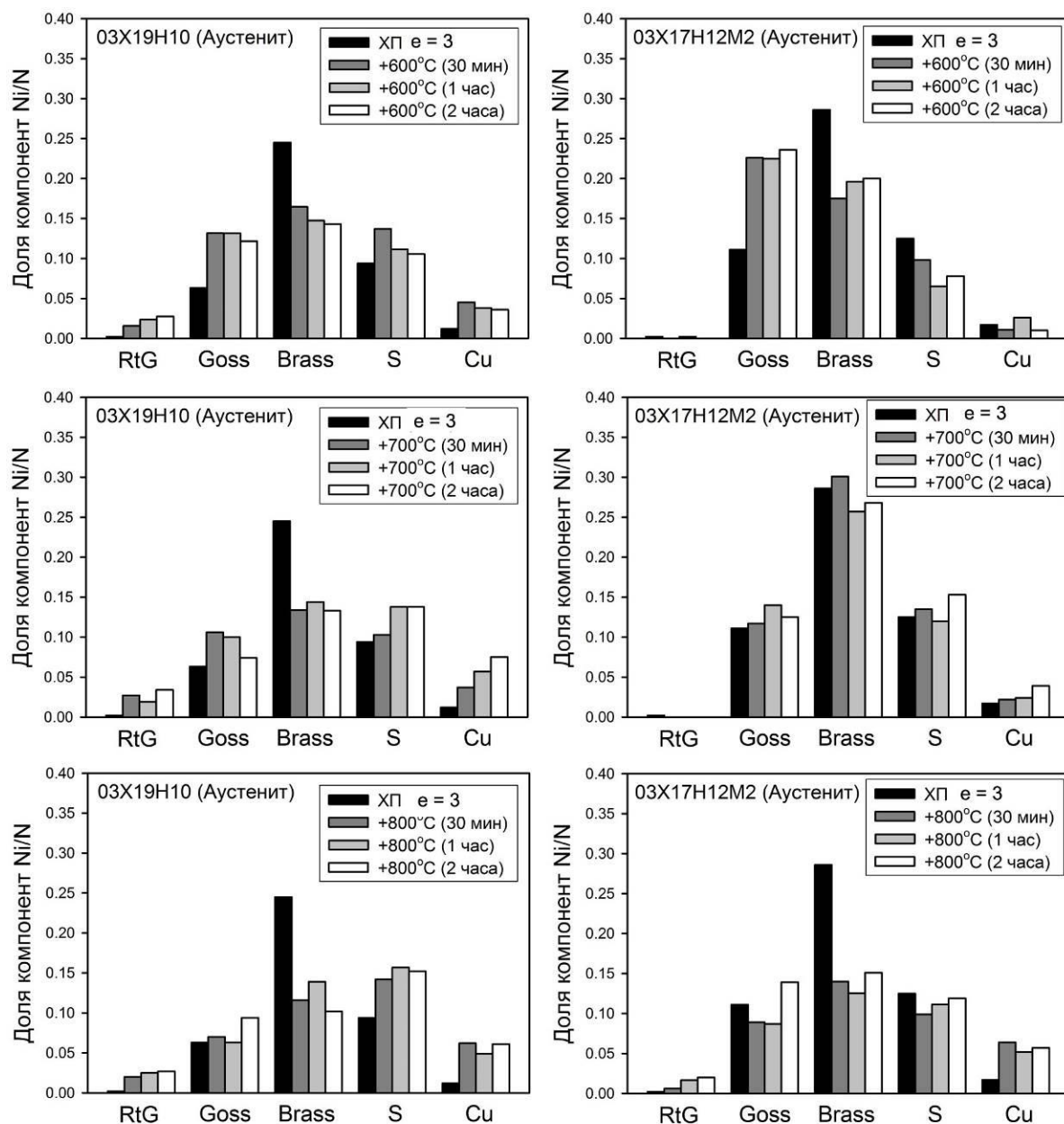


Рисунок 4.9. Влияние температуры отжига на долю основных текстурных компонент в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$

Текстуры отжига, сформированные в теплокатанных образцах, показаны на рисунке 4.10, а доли основных текстурных компонент показаны на рисунке 4.11. Как правило, текстуры деформации имеют тенденцию к ослаблению (размытию) во время отжига, ослабление текстур деформации ускоряется с повышением температуры отжига (см. рис. 4.10 и 4.11). Стоит отметить, что самое быстрое ослабление наблюдалось для наиболее сильных текстурных компонент деформации, таких как Латунь и S компоненты. Уменьшение доли довольно сильных текстурных компонент Латунь и S, которые присущи теплокатанным образцам, приводит к очевидному увеличению доли других текстурных

компонент, таких как Госс и Медь (см. рис. 4.11). Таким образом, эволюция текстуры в процессе отжига характеризуется выравниванием долей различных текстурных компонент.

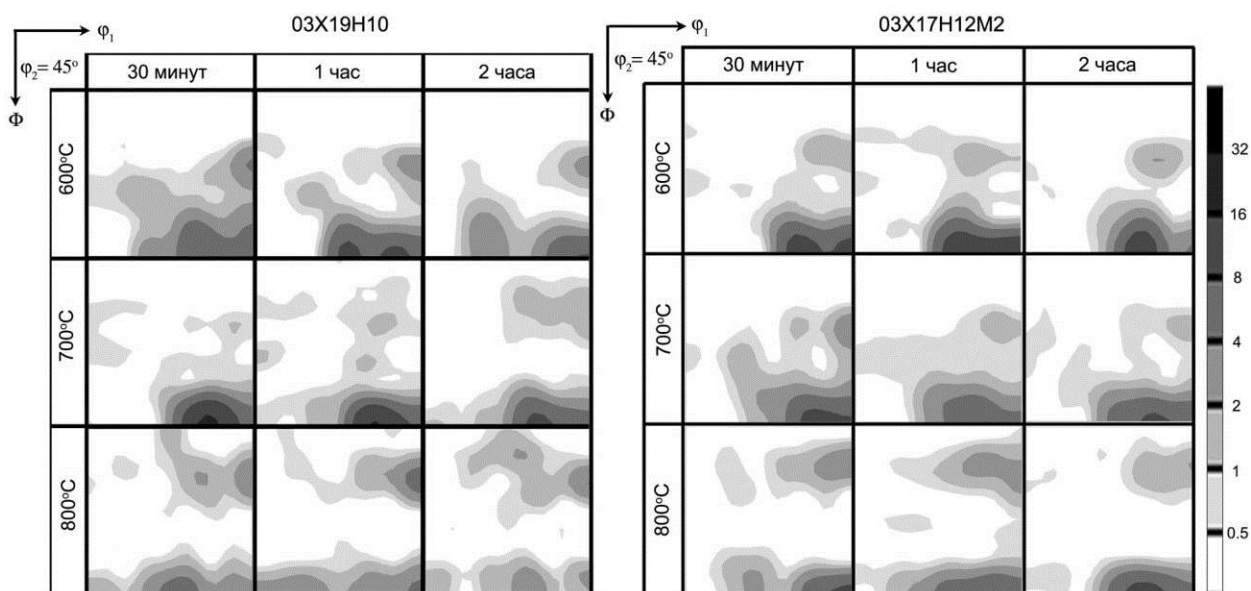


Рисунок 4.10. ФРО аустенитных коррозионностойких сталей 03X19N10 и 03X17N12M2 после теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур 600-800°C

Несмотря на фазовые превращения в процессе холодной прокатки и отжига, текстуры отжига холоднокатаных и теплокатаных образцов схожи между собой. В работе [183] было показано, что развитие непрерывной рекристаллизации в сильно деформированных сталях не сопровождается значительным изменением текстуры деформации. Это связано с тем, что зерна, формирующиеся в результате непрерывной рекристаллизации, по существу являются зернами, которые появились в процессе предыдущей деформации и выросли в процессе последующего отжига, а нормальный рост зерен не должен приводить к изменению текстуры. Настоящие результаты показывают, что эволюция микроструктуры в процессе отжига деформированных сталей 03X19N10 и 03X17N12M2 сопровождается размытием текстуры деформации, при этом появления сильных новых текстурных компонент не наблюдается (см. рис. 4.10). Такое поведение обусловлено во первых развитием непрерывной рекристаллизации, когда растут кристаллиты, сформированные при предшествующей деформации без зарождения новых ориентировок, во вторых протеканием обратного мартенситного превращения по

сдвиговому механизму в соответствии с ориентационными соотношениями Курдюмова-Закса и Нишиямы-Вассермана.

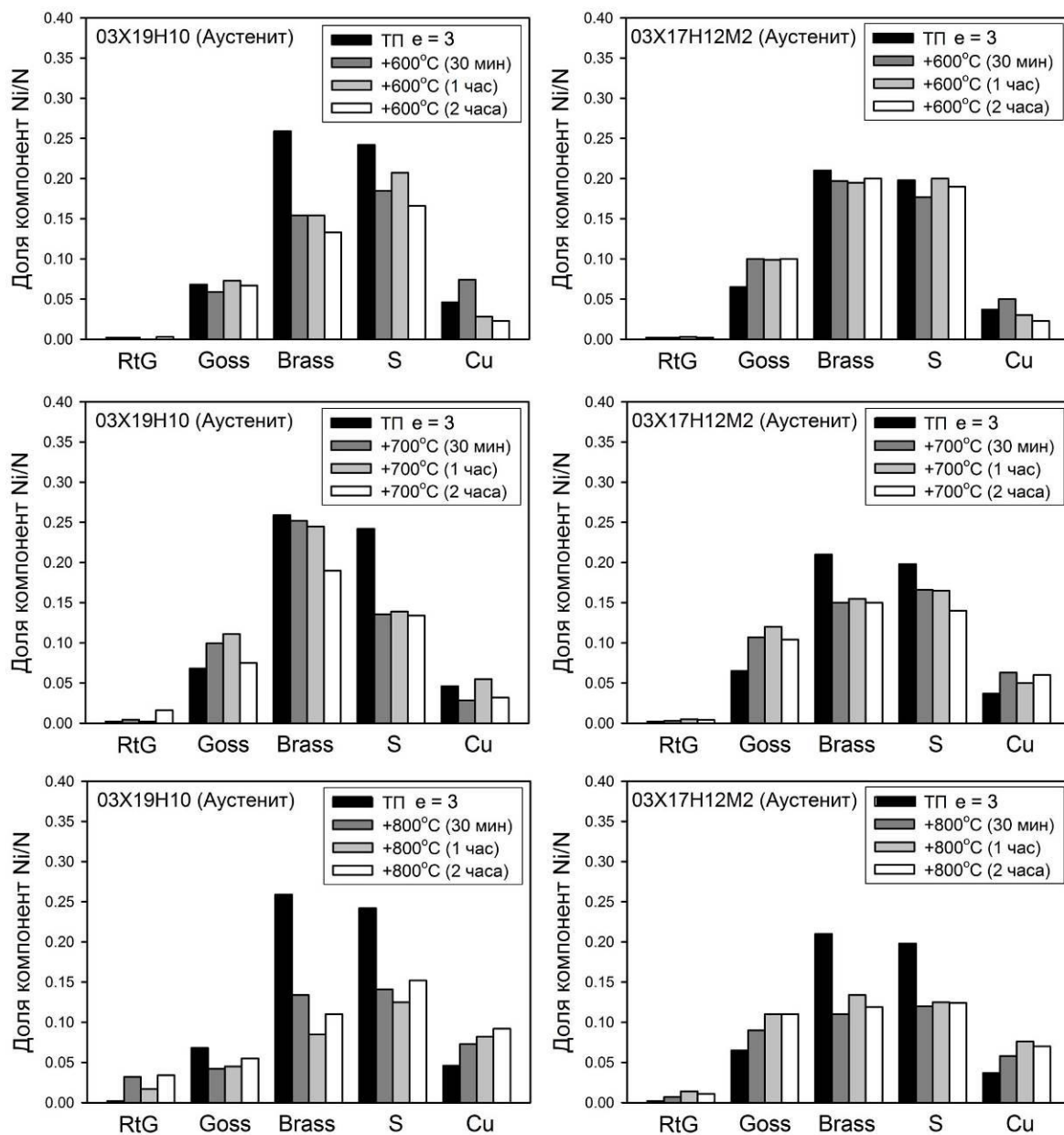


Рисунок 4.11. Влияние температуры отжига на долю основных текстурных компонент в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 после тепловой прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$

1.3 Влияние $\gamma \rightarrow \alpha'$ и $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения на формирование текстуры в аустенитных коррозионностойких сталях

Рассмотрим влияние мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения на текстуру деформации. Мартенсит деформации, формирующийся в результате сдвигового механизма в процессе

холодной прокатки, должен унаследовать ориентацию деформированного аустенита в соответствии с ориентационными соотношениями Курдюмова-Закса и Нишиямы-Вассермана [120, 121]. Аустенит в холоднокатаных образцах характеризуется сильными компонентами Латунь, Госс и S (рис. 4.3). На рисунке 4.12 показаны возможные ориентации мартенсита, полученные в результате трансформации аустенита с ориентировкой $\{110\}\langle 112 \rangle$ (компонента - Латунь), $\{110\}\langle 001 \rangle$ (компонента - Госс) и $\{123\}\langle 634 \rangle$ (компонента - S) по ориентационным соотношениям Курдюмова - Закса и Нишиямы - Вассермана. Из рисунка 4.12 хорошо видно, что мартенсит, трансформированный из аустенита имеет ориентировку близкую к компонентам, расположенным вдоль γ -волокна. В результате трансформации аустенита с ориентировкой Латунь по ориентационному соотношению Курдюмова - Закса и Нишиямы - Вассермана, в γ -волокно попадают 11 из 24 возможных ориентаций и 6 из 12 возможных ориентаций, соответственно. В результате трансформации аустенита с ориентировкой Госс по ориентационному соотношению Курдюмова - Закса и Нишиямы - Вассермана, в γ -волокно попадают 9 из 24 возможных ориентаций и 4 из 12 возможных ориентаций, соответственно. Стоит отметить, что ориентация мартенсита, которая была получена в результате трансформации аустенита с ориентировкой $\{110\}\langle 112 \rangle$ (компонента - Латунь), сосредоточена вблизи F - компоненты. Поэтому мартенсит деформации исследуемых сталей характеризуется большой долей F - компоненты при относительно небольших степенях деформациях (когда происходит зарождение мартенсита), а при больших степенях деформации наблюдается постепенное увеличение I^* - компоненты (рис. 4.3).

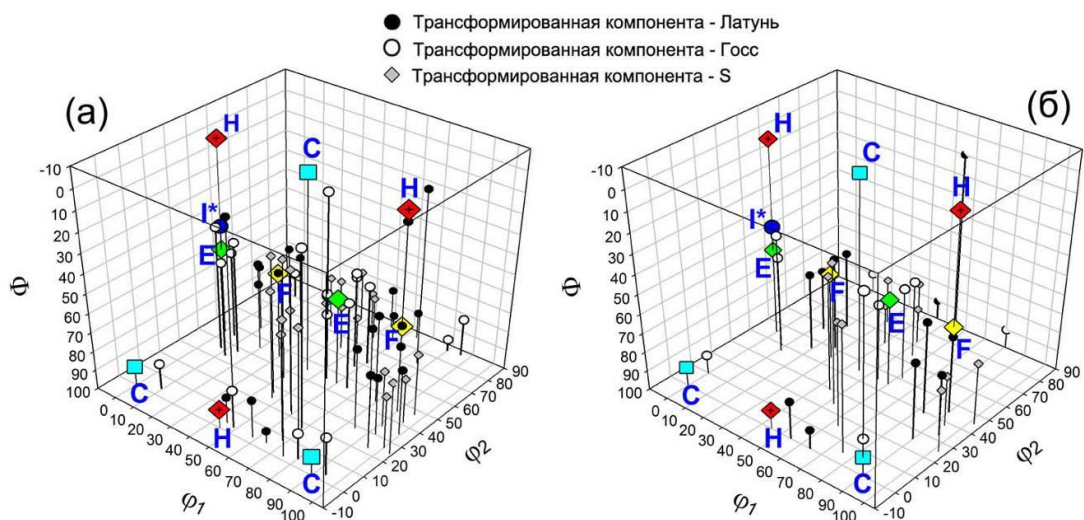


Рисунок 4.12. Ориентация мартенсита, полученная в результате трансформации аустенита с ориентировкой Латунь $\{110\}\langle 112 \rangle$, Госс $\{110\}\langle 001 \rangle$ и S $\{123\}\langle 634 \rangle$ по ориентационным соотношениям Курдюмова - Закса (а) и Нишиямы - Вассермана (б) [173]

Рассмотрим влияние обратного $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения на текстуру отжига. Так как в процессе отжига исследуемых сталей обратное $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращение происходит по сдвиговому механизму, то такое фазовое превращение также осуществляется в соответствии с ориентационными соотношениями Курдюмова-Закса и Нишиямы-Вассермана. Мартенсит деформации в холоднокатанных образцах характеризуются сильной текстурной компонентой I^* (см. рис. 4.3). На рисунке 4.13 показана ориентация аустенита, полученная в результате трансформации мартенсита с ориентировкой $\{223\} \langle 110 \rangle$ (I^* - компонента) по ориентационным соотношениям Курдюмова - Закса и Нишиямы - Вассермана. Из рисунка 4.13 хорошо видно, что аустенит, трансформированный из мартенсита деформации с ориентировкой $\{223\} \langle 110 \rangle$, может получить ориентировку близкую к компонентам Госс, Медь или S. Из 24 возможных ориентаций аустенита 7 будут иметь ориентировку близкую к компоненте Госс, 2 к компоненте S и 1 к компоненте Медь, в результате трансформации мартенсита с ориентировкой компоненты I^* ($\{223\} \langle 110 \rangle$) по ориентационному соотношению Курдюмова - Закса. Из 12 возможных ориентаций аустенита 3 будут иметь ориентировку близкую к компоненте Госс, 1 к компоненте S и 1 к компоненте Медь, в результате трансформации мартенсита с ориентировкой компоненты I^* ($\{223\} \langle 110 \rangle$) по ориентационному соотношению Нишиямы – Вассермана.

Текстурные компоненты S и Госс наблюдались в холоднокатаном аустените, в то время как доля текстурной компоненты Медь была незначительной и не вносила вклад в текстуру деформации. Таким образом, разница между холоднокатаной текстурой и текстурой отжига заключается в развитии текстурной компоненты Медь, которая действительно наблюдается в текстуре отожженных сталей 03X19N10 и 03X17N12M2.

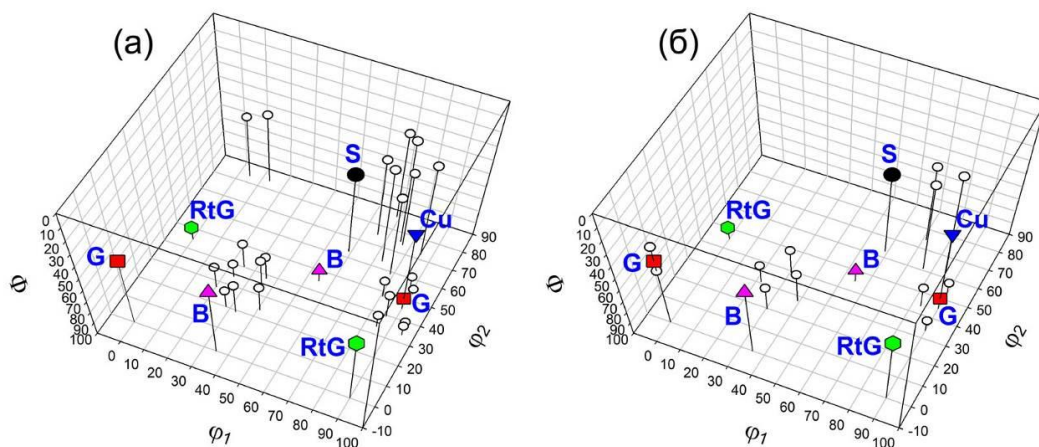


Рисунок 4.13. Ориентация аустенита, полученная в результате трансформации мартенсита с ориентировкой $I^* \{223\} \langle 110 \rangle$ по ориентационным соотношениям Курдюмова - Закса (а) и Нишиямы - Вассермана (б) [174]

1.4 Выводы по главе 4

1. Текстура аустенита после холодной прокатки в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19N10 и 03X17N12M2 характеризуется быстрым развитием довольно сильных текстурных компонент Латунь ($\{110\} \langle 112 \rangle$) и S ($\{123\} \langle 634 \rangle$), что характерно для катанных ГЦК материалов с низкой или средней энергией дефекта упаковки, в которых развивается деформационное двойникование и полосы сдвига. Кроме того, текстурные компоненты E ($\{111\} \langle 110 \rangle$) и F ($\{111\} \langle 110 \rangle$) развиваются на промежуточных степенях деформации $\epsilon \approx 1$, когда идет активное формирование полос сдвига. С увеличением степени холодной деформации до $\epsilon = 3$ происходит резкое увеличение доли текстурной компоненты – Латунь, особенно в образцах стали 03X19N10. Текстура аустенита после теплой прокатки до $\epsilon = 3$ в основном характеризуется двумя текстурными компонентами Латунь и S, объемная доля которых практически одинакова.

2. Текстура мартенсита деформации после холодной прокатки в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19N10 и 03X17N12M2 характеризуется развитием интенсивного γ – волокна ($\langle 111 \rangle \parallel \text{HH}$) с сильными текстурными компонентами E и F с последующим усилением в процессе прокатки текстурной компоненты - I*. Развитие сильной текстурной компоненты - I* связано с основной системой скольжения типа $\{110\} \langle 111 \rangle$. Текстуры мартенсита деформации в исследуемых сталях практически одинаковы и отличаются только интенсивностью.

3. Текстуры деформации ослабляются в процессе отжига, хотя основные текстурные компоненты качественно не изменяются независимо от фазового превращения. Текстура мартенсита деформации не изменяется в процессе отжига и характеризуется сильной текстурной компонентой I*, а также γ - волокном. Доля сильной текстурной компоненты Латунь уменьшается в процессе отжига, тогда как доля других текстурных компонент, таких как Госс, Медь и S увеличивается. Такие текстурные изменения обусловлены сдвиговым механизмом обратного фазового превращения и развитием непрерывной рекристаллизации.

4. Экспериментальный расчет по влиянию мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha'$ и $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения, который протекает по сдвиговому механизму в соответствии с ориентационными соотношениями Курдюмова - Закса и Нишиямы – Вассермана показал, что мартенсит, трансформированный из аустенита с ориентировкой $\{110\} \langle 112 \rangle$ (компонента - Латунь), $\{110\} \langle 001 \rangle$ (компонента – Госс) и $\{123\} \langle 634 \rangle$ (компонента – S)

будет иметь ориентировку близкую к компонентам, расположенным вдоль γ - волокна. Аустенит, трансформированный из мартенсита деформации с ориентировкой $\{223\} \langle 110 \rangle$ (компонента - I^*), может получить ориентировку близкую к компонентам Госс, Медь или S.

ГЛАВА 5 МЕХАНИЧЕСКИЕ И КОРРОЗИОННЫЕ СВОЙСТВА АУСТЕНИТНЫХ КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ СТАЛЕЙ ПОСЛЕ ХОЛОДНОЙ/ТЕПЛОЙ ПРОКАТКИ И ПОСЛЕДУЮЩЕГО ОТЖИГА

В данной главе рассмотрено влияние холодной и теплой прокатки, а также последующего отжига на микротвердость, механическое поведение и стойкость к межкристаллитной коррозии аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2.

5.1 Упрочнение и разупрочнение аустенитных коррозионностойких сталей после холодной/теплой прокатки и последующего отжига

Влияние степени деформации на микротвердость по Виккерсу аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2, подвергнутых холодной и теплой прокатке, показано на рисунке 5.1. Из рисунка 5.1. видно, что холодная прокатка приводит к более сильному деформационному упрочнению сталей. Однако можно отметить общую тенденцию деформационного упрочнения для холодной и теплой прокатки, а именно микротвердость резко возрастает на ранних стадиях деформации с последующим снижением скорости деформационного упрочнения. Общий вид кривых зависимости микротвердости от степени деформации указывает на непрерывное структурное упрочнение, которое протекает в обеих сталях на всех стадиях холодной и теплой деформации.

На начальной стадии теплой прокатки (истинная степень деформации 0.5) наблюдается существенное увеличение твердости обеих сталей до ~ 3000 МПа, при последующем увеличении степени деформации микротвердость сталей возрастает практически линейно до ~ 4200 МПа при истинной степени деформации 3. Таким образом, теплая прокатка приводит к одинаковому деформационному упрочнению в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2.

В свою очередь, холодная прокатка приводит к более сильному деформационному упрочнению стали 03X19H10 в отличие от стали 03X17H12M2. Так после холодной прокатки до $\epsilon=0,5$ микротвердость резко возрастает до 3600 МПа и 4000 МПа в стали 03X17H12M2 и 03X19H10, соответственно. Затем скорость деформационного упрочнения замедляется, что приводит к постепенному повышению микротвердости до 5000 МПа и

5200 МПа в стали 03X17H12M2 и 03X19H10, соответственно, после холодной прокатки до $\epsilon=3$.

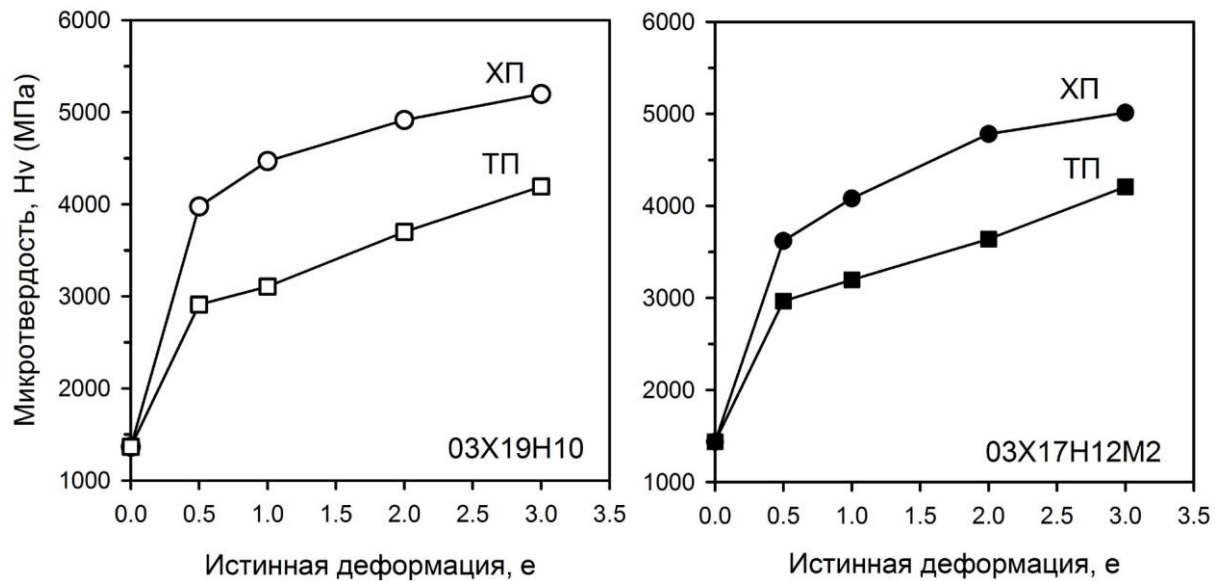


Рисунок 5.1. Влияние истинной деформации при холодной (ХП) и теплой (ТП) прокатке на микротвердость по Виккерсу аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2

Влияние температуры и времени отжига на микротвердость по Виккерсу аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной и теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon=3$ показано на рисунке 5.2. Из рисунка 5.2. видно, что значительное разупрочнение происходит при 30-минутном отжиге, а степень разупрочнения зависит от температуры отжига. Отжиг при температуре 600°C не приводит к значительному разупрочнению обеих сталей, микротвердость уменьшается примерно на 5-10% с последующим медленным разупрочнением при дальнейшем отжиге. Такое небольшое снижение микротвердости связано с протеканием процессов возврата при температуре 600°C. Увеличение температуры отжига до 700°C (30 минут) значительно снижает микротвердость стали 03X19H10 на 20% и 30% по сравнению со значением микротвердости после теплой и холодной прокатки, соответственно (рис.5.2). Резкое снижение микротвердости в стали 03X19H10 в процессе отжига при 700°C связано с протеканием процессов рекристаллизации. В свою очередь отжиг холоднокатаной стали 03X17H12M2 при температуре 700°C в течение 30 минут приводит к падению твердости на 17%, а теплокатаной стали 03X17H12M2 только на 10%. Таким образом, в отличие от стали 03X19H10 сталь 03X17H12M2 характеризуется более слабым разупрочнением в процессе отжига при 700°C, что связано с медленным протеканием рекристаллизации при

данной температуре. Отжиг при температуре 800°C приводит к максимальному снижению микротвердости на 40-50% в обеих сталях, которое связано с ускорением кинетики рекристаллизации и формированием полностью рекристаллизованной структуры. Стоит отметить, что при температуре 800°C среднее значение микротвердости составило 2250 ± 100 МПа для двух сталей независимо от времени отжига и температуры прокатки перед отжигом.

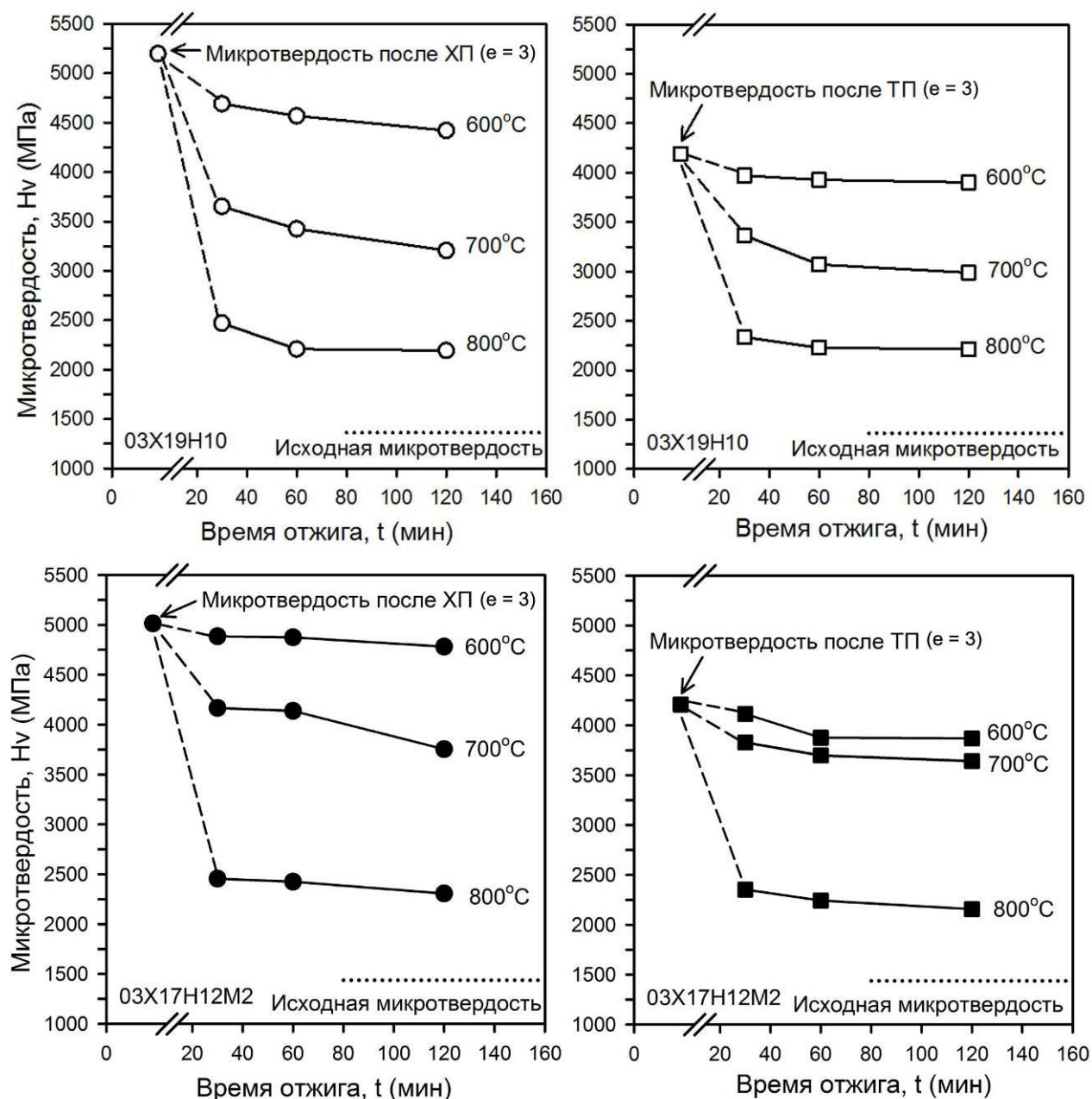


Рисунок 5.2. Влияние температуры и времени отжига на микротвердость по Виккерсу аустенитных коррозионностойких сталей 03X19N10 и 03X17N12M2 после холодной (ХП) и теплой (ТП) прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$

5.2 Влияние холодной и теплой прокатки на механические свойства при растяжении аустенитных коррозионностойких сталей

На рисунке 5.3. приведены кривые растяжения аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 в исходном состоянии ($\epsilon = 0$), а также после холодной и теплой прокатки до различных степеней деформации. Испытания на растяжение показали, что, как и большинство аустенитных сталей после стандартной обработки на твердый раствор, исследуемые стали в исходном состоянии характеризуются низким пределом текучести. Предел текучести составил 220 МПа и 235 МПа в исходном состоянии стали 03X19H10 и 03X17H12M2, соответственно. В то же время исследуемые стали в исходном состоянии стали демонстрируют высокую пластичность, так относительное удлинение составило 98% и 86% в стали 03X19H10 и 03X17H12M2, соответственно.

Проведение холодной прокатки до истинной деформации $\epsilon = 0,5$ приводит к повышению предела текучести в обеих сталях в 4 раза, при этом относительное удлинение уменьшилось в 10 раз в стали 03X19H10 и в 5 раз в стали 03X17H12M2 (см. табл.5.1). Такое резкое увеличение прочности на ранних стадиях деформации связано с быстрым измельчением структуры. Холодная прокатка до промежуточных степеней деформации приводит к дальнейшей фрагментации зерен и как следствие повышению предела текучести до значений близких к 1150 МПа ($\epsilon = 1$) и 1500 МПа ($\epsilon = 2$) в обеих сталях. Дальнейшая холодная деформация до $\epsilon = 3$ приводит к $\sigma_{0,2} = 1680$ МПа в стали 03X17H12M2 и к $\sigma_{0,2} = 1595$ МПа в стали 03X19H10. В исследуемых сталях после холодной прокатки до $\epsilon = 3$ локализация деформации происходит практически сразу после начала растяжения, поэтому относительное удлинение составило 3-5%. Стоит отметить, что сталь 03X17H12M2 после холодной прокатки до всех рассматриваемых степеней деформации имеет более высокие прочностные и пластические свойства, чем сталь 03X19H10. Более высокая прочность и пластичность связана с тем, что сталь 03X17H12M2 склонна к более интенсивному деформационному упрочнению благодаря более высокой объемной доли аустенита.

Проведение теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon = 0,5$ также приводит к повышению предела текучести в обеих сталях почти в 3 раза (см. табл.5.1). Дальнейшая теплая прокатка до $\epsilon = 1$ приводит к увеличению предела текучести до 765 МПа и 790 МПа в стали 03X19H10 и 03X17H12M2, соответственно. Несмотря на то, что исследуемые стали после теплой прокатки до $\epsilon = 0,5$ и $\epsilon = 1$ имеют близкие значения предела текучести, относительное удлинение при этом в 1,5 раза больше в стали 03X19H10. Такая разница в удлинении связана с активным протеканием мартенситного превращения в процессе

механических испытаний стали 03X19H10, так называемый TRIP – эффект (transformation induced plasticity - пластичность, наведенная превращением). Теплая прокатка до более высоких степеней деформации ($e = 2$ и $e = 3$) приводит к выравниванию значений относительного удлинения, в то время как разница в значениях предела текучести увеличивается, в результате чего после теплой прокатки до $e = 3$ предел текучести составил 1005 МПа и 1080 МПа в стали 03X19H10 и 03X17H12M2, соответственно. Таким образом, сталь 03X17H12M2 после теплой прокатки также как и после холодной прокатки имеет более высокие прочностные свойства, чем сталь 03X19H10. Более высокая прочность в стали 03X17H12M2 после теплой прокатки связана с формированием структуры с более мелким размером зерен и более высокой плотностью дислокаций.

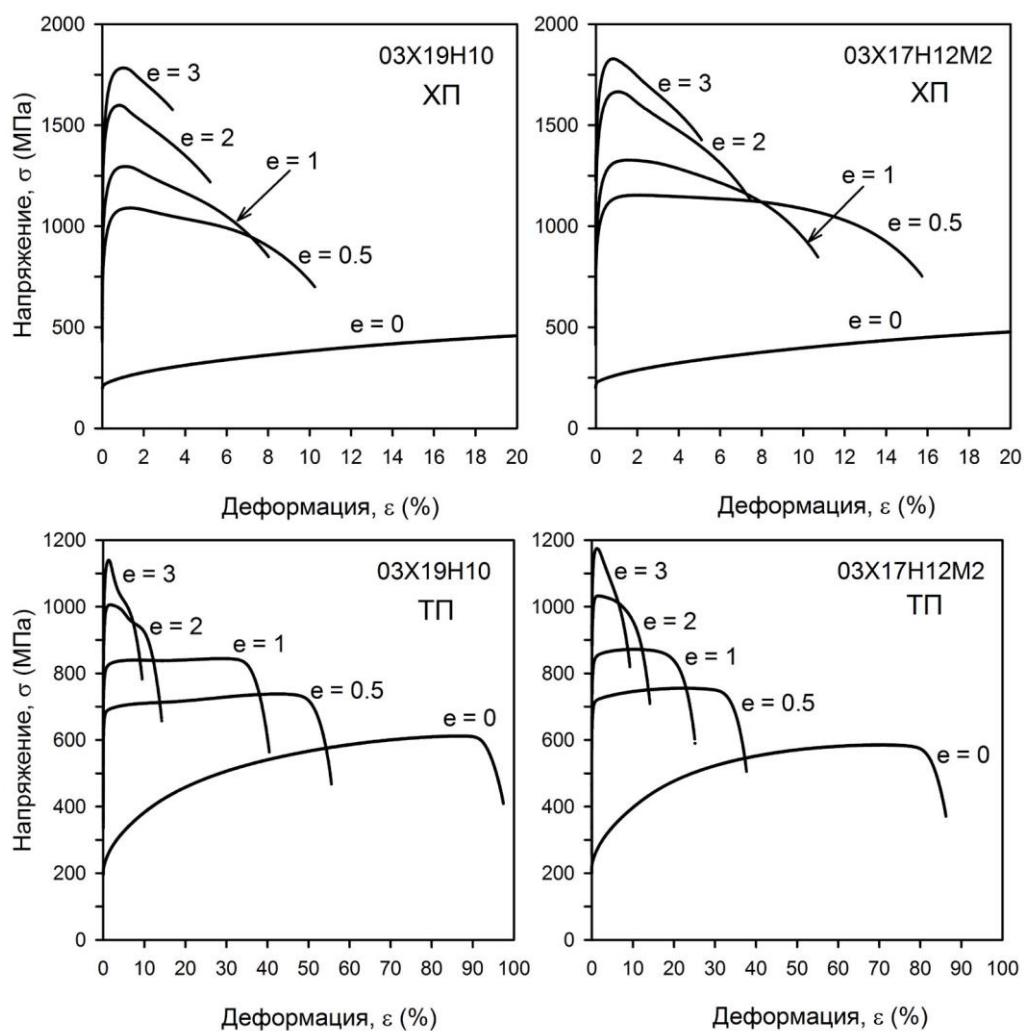


Рисунок. 5.3. Кривые растяжения аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной (ХП) и теплой (ТП) прокатки до различных степеней деформации (e)

Таблица 5.1 – Механические свойства аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 в исходном состоянии, а также после холодной (ХП) и теплой (ТП) прокатки

Истинная деформация	Сталь	Предел текучести $\sigma_{0.2}$, МПа	Предел прочности σ_b , МПа	Удлинение δ , %
0	03X19H10	220 ± 20	600 ± 20	97,5 ± 3
	03X17H12M2	235 ± 20	585 ± 20	86,2 ± 3
ХП				
0,5	03X19H10	950 ± 20	1090 ± 20	10,2 ± 2
1	03X19H10	1160 ± 15	1295 ± 15	8,0 ± 2
2	03X19H10	1485 ± 10	1600 ± 10	5,2 ± 1
3	03X19H10	1595 ± 10	1785 ± 10	3,5 ± 1
0,5	03X17H12M2	1010 ± 20	1150 ± 20	15,7 ± 2
1	03X17H12M2	1150 ± 15	1330 ± 15	10,7 ± 2
2	03X17H12M2	1500 ± 10	1665 ± 10	7,5 ± 2
3	03X17H12M2	1680 ± 10	1830 ± 10	5,1 ± 1
ТП				
0,5	03X19H10	650 ± 20	740 ± 20	55,5 ± 2
1	03X19H10	765 ± 15	845 ± 15	40,5 ± 2
2	03X19H10	910 ± 10	1005 ± 10	14,0 ± 2
3	03X19H10	1005 ± 10	1140 ± 10	9,5 ± 2
0,5	03X17H12M2	670 ± 20	755 ± 20	37,7 ± 2
1	03X17H12M2	790 ± 15	870 ± 15	25,2 ± 2
2	03X17H12M2	950 ± 10	1030 ± 10	14,2 ± 2
3	03X17H12M2	1080 ± 10	1175 ± 10	9,2 ± 2

Упрочнение в процессе холодной или теплой деформации обычно связано с измельчением зерен (D) в соответствии с соотношением Холла-Петча. Предел текучести исследуемых сталей после холодной прокатки до различных степеней деформации был выражен через уравнение Холла-Петча, с учетом объемных долей мартенсита (F_M) и аустенита ($F_A=1-F_M$):

$$\sigma_{0.2} = F_A (\sigma_{0A} + k_A D_A^{-0.5}) + F_M (\sigma_{0M} + k_M D_M^{-0.5}), \quad (4.1)$$

где σ_{0A} и σ_{0M} – предел текучести монокристалла аустенита и мартенсита, k_M и k_A – коэффициент зернограницного упрочнения в аустените и мартенсите. Зависимость между пределом текучести и размером зерен аустенита и мартенсита в исследуемых сталях подвергнутых холодной прокатке показана на рисунке 5.4, где размер зерен аустенита и мартенсита рассчитан по формуле 3.4, $\sigma_{0A} = 180$ МПа и $\sigma_{0M} = 120$ МПа в соответствии с [184]. Экспериментальные точки на рисунке 5.4 могут быть аппроксимированы

уравнением плоскости, в котором $k_A = 635 \text{ МПа} \times \text{мкм}^{0,5}$ и $k_M = 470 \text{ МПа} \times \text{мкм}^{0,5}$. В этом случае вклад от дислокационного упрочнения предполагается линейно связанным с зернограницным упрочнением. Хорошее совпадение экспериментальных и рассчитанных значений предела текучести на рисунке 5.4 подтверждает сделанное допущение. Таким образом, полученные высокие значения для коэффициентов зернограницного упрочнения в уравнении 4.1 связаны с тем, что в них был включен вклад от дислокационного упрочнения.

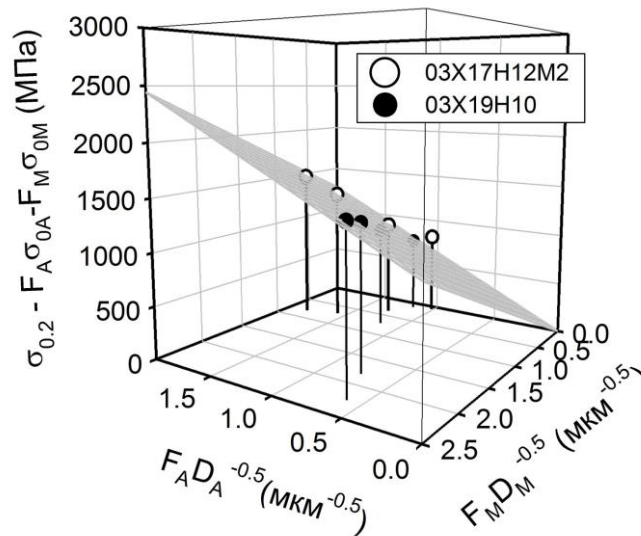


Рисунок. 5.4. Зависимость между пределом текучести и размером зерен аустенита / мартенсита в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2, подвергнутых холодной прокатке

На рисунке 5.5. показан график зависимости предела текучести сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после теплой прокатки от размера зерен. Видно, что предел текучести не может быть корректно рассчитан по размеру зерен. На рисунке 5.6 показан график зависимости скорости измельчения зерен от степени деформации. Из рисунка 5.6 видно, что в случае холодной прокатки измельчение зерен происходит монотонно во всем диапазоне степеней деформации. Таким образом, упрочнение можно выразить через средний размер зерен (D), с учетом объемных долей мартенсита (F_M) и аустенита ($F_A = 1 - F_M$). В случае теплой прокатки скорость измельчения зерен увеличивается с увеличением степени деформации до $\epsilon = 1,0$, а затем уменьшается при $\epsilon > 1,0$. Т.е. при истинной степени деформации $\epsilon = 0,5$ изменения среднего размера зерен может быть недостаточно для расчета упрочнения. В этом случае для оценки предела текучести сталей после теплой прокатки до различных степеней деформации необходимо отдельно учитывать вклад от дислокационного упрочнения:

$$\sigma_{0.2} = \sigma_{0A} + k_A D_A^{-0.5} + \alpha G b \rho_A^{0.5}, \quad (4.2)$$

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

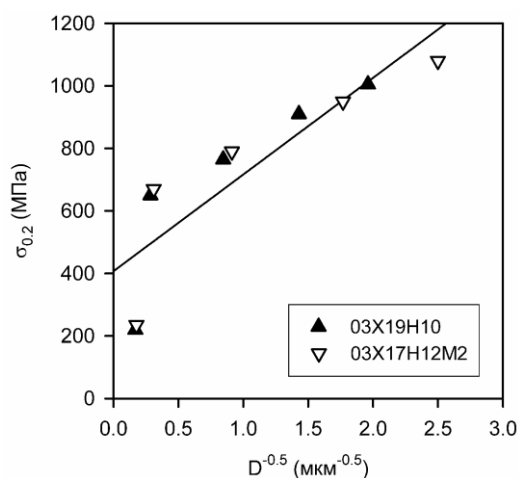


Рисунок 5.5. Зависимость между пределом текучести и размером зерен аустенита в сталях 03Х19Н10 и 03Х17Н12М2, подвергнутых тепловой прокатке

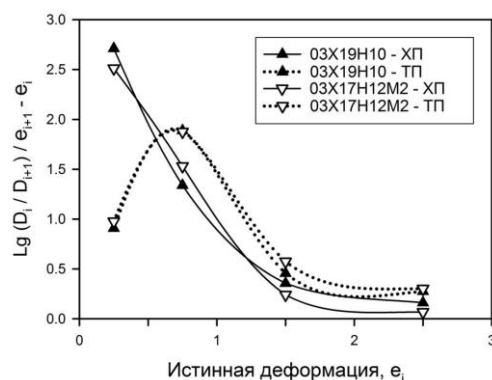


Рисунок. 5.6. График зависимости скорости измельчения зерен от истинной деформации при холодной (ХП) и тепловой (ТП) прокатке

Зависимость между пределом текучести, размером зерен и плотностью дислокаций в исследуемых сталях подвергнутых тепловой прокатке показана на рисунке 5.7, где размер зерен аустенита рассчитан по формуле 3.4, $\sigma_{0A} = 180$ МПа, $G = 81$ ГПа, $b = 0,25$ нм, а плотность дислокаций в аустените аппроксимирована с помощью уравнения:

$$\rho = \rho_0 + \beta (1 - \exp(-ne)), \quad (4.3)$$

где ρ_0 – плотность дислокаций в исходном состоянии; β , n – коэффициенты [185]. Так как плотность дислокаций в исходном состоянии отличается на несколько порядков от

плотности дислокаций в деформированном состоянии, ее можно принять как пренебрежимо малое значение. Таким образом, плотность дислокаций, как и размер зерен, была выражена через степень деформации как показано на рисунке 5.8. Экспериментальные точки на рисунке 5.7 могут быть аппроксимированы уравнением плоскости, в котором $k_A = 5 \text{ МПа} \times \text{мкм}^{0,5}$, а коэффициент $\alpha = 0,77$. Стоит отметить, что полученное низкое значение для коэффициента зернограницного упрочнения в уравнении 4.2 указывает, что вклад от дислокационного упрочнения в общую прочность превалирует над зернограницным упрочнением.

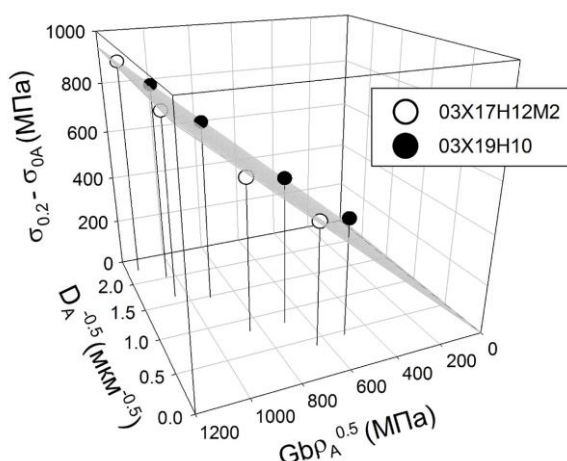


Рисунок. 5.7. Зависимость между пределом текучести, размером зерен и плотностью дислокаций в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 подвергнутых тепловой прокатке

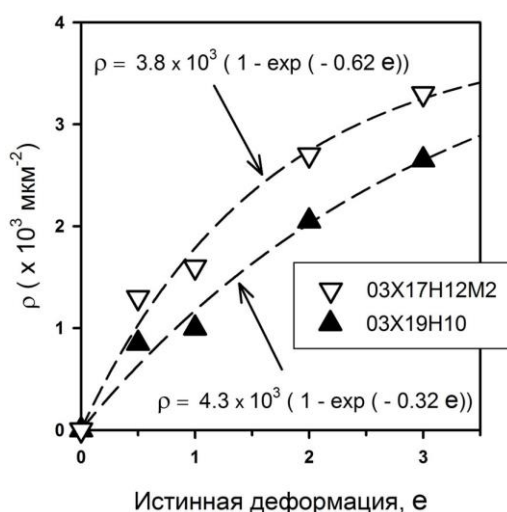


Рисунок. 5.8. Зависимость плотности дислокаций (ρ) от истинной деформации (ϵ) в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 подвергнутых тепловой прокатке

5.3 Влияние отжига на механические свойства при растяжении аустенитных коррозионностойких сталей подвергнутых холодной и теплой прокатке

На рисунке 5.9 приведены кривые растяжения аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной и теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур 600 - 800°C.

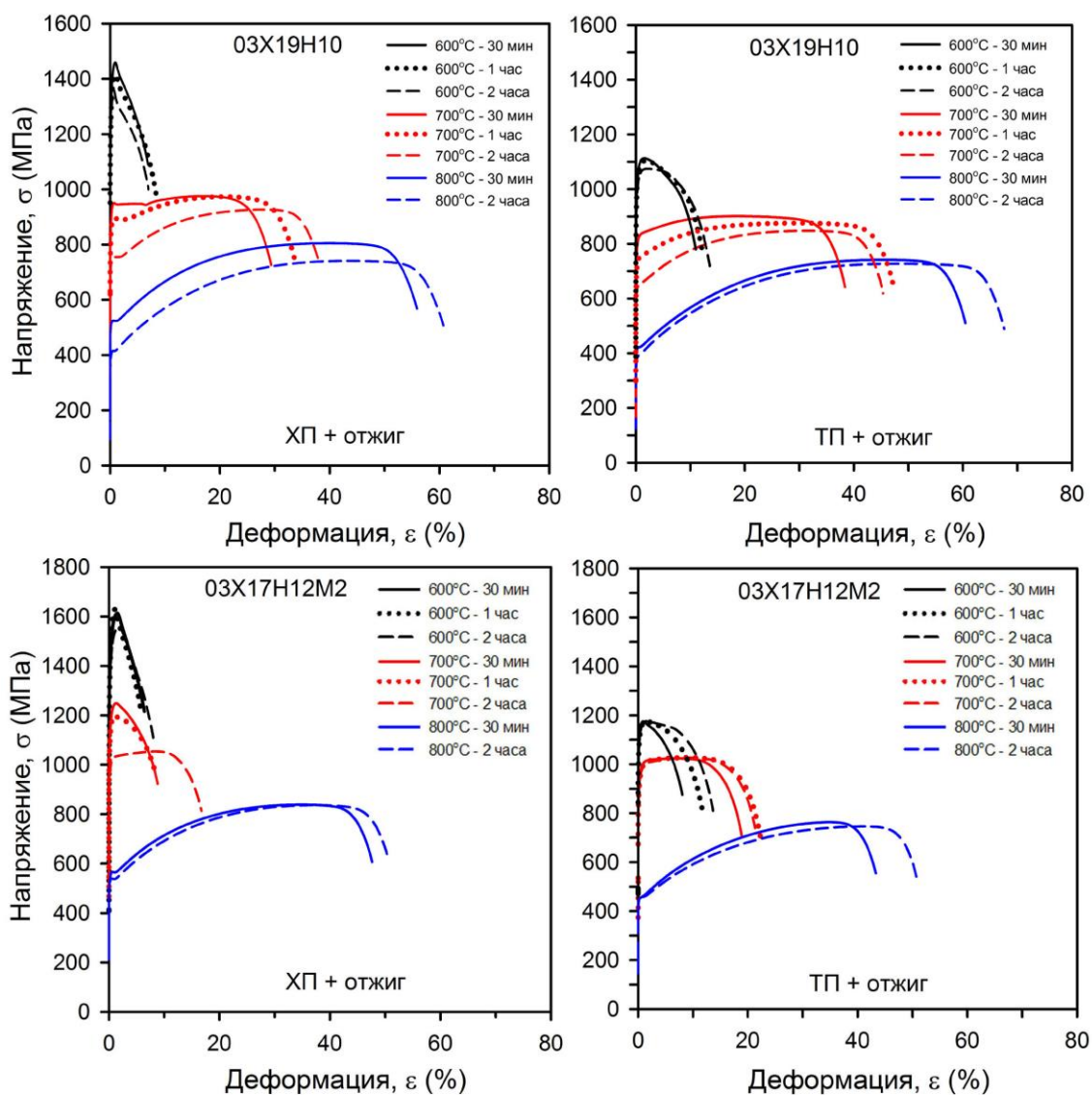


Рис. 5.9. Кривые растяжения аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной (ХП) и теплой (ТП) прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур 600 - 800°C

Таблица 5.2 – Механические свойства аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной (ХП) и теплой (ТП) прокатки до истинной деформации $\epsilon=3$ и последующего отжига в интервале температур 600 - 800°C

Обработка	Сталь	Предел текучести $\sigma_{0.2}$, МПа	Предел прочности σ_b , МПа	Удлинение δ , %
ХП + отжиг				
600С / 30 мин	03X19H10	1310 ±10	1460 ±10	6,9 ±2
600С / 1 час	03X19H10	1280 ±10	1415 ±10	8,4 ±2
600С / 2 часа	03X19H10	1240 ±10	1360 ±10	7,0 ±2
700С / 30 мин	03X19H10	890 ±15	975 ±15	29,3 ±2
700С / 1 час	03X19H10	850 ±15	970 ±15	33,7 ±2
700С / 2 часа	03X19H10	730 ±15	925 ±15	38,1 ±2
800С / 30мин	03X19H10	510 ±20	805 ±20	55,9 ±2
800С / 2 часа	03X19H10	400 ±20	740 ±20	60,8 ±2
600С / 30 мин	03X17H12M2	1385 ±10	1630 ±10	5,8 ±2
600С / 1 час	03X17H12M2	1385 ±10	1610 ±10	6,4 ±2
600С / 2 часа	03X17H12M2	1330 ±10	1550 ±10	8,0 ±2
700С / 30 мин	03X17H12M2	1120 ±15	1250 ±10	8,8 ±2
700С / 1 час	03X17H12M2	1100 ±15	1200 ±15	8,6 ±2
700С / 2 часа	03X17H12M2	960 ±15	1055 ±15	16,8 ±2
800С / 30мин	03X17H12M2	540 ±20	840 ±20	47,7 ±2
800С / 2 часа	03X17H12M2	530 ±20	835 ±20	50,5 ±2
ТП + отжиг				
600С / 30 мин	03X19H10	1000 ±10	1110 ±10	11,0 ±2
600С / 1 час	03X19H10	990 ±10	1100 ±10	12,4 ±2
600С / 2 часа	03X19H10	970 ±10	1075 ±10	13,6 ±2
700С / 30 мин	03X19H10	780 ±15	900 ±15	38,4 ±2
700С / 1 час	03X19H10	710 ±15	875 ±15	47,3 ±2
700С / 2 часа	03X19H10	630 ±15	850 ±15	45,4 ±2
800С / 30мин	03X19H10	410 ±20	740 ±20	60,5 ±2
800С / 2 часа	03X19H10	380 ±20	730 ±20	67,6 ±2
600С / 30 мин	03X17H12M2	1080 ±10	1175 ±10	8,0 ±2
600С / 1 час	03X17H12M2	1080 ±10	1175 ±10	11,8 ±2
600С / 2 часа	03X17H12M2	1075 ±10	1175 ±10	13,7 ±2
700С / 30 мин	03X17H12M2	910 ±15	1025 ±15	18,9 ±2
700С / 1 час	03X17H12M2	910 ±15	1025 ±15	22,3 ±2
700С / 2 часа	03X17H12M2	900 ±15	1025 ±15	21,4 ±2
800С / 30мин	03X17H12M2	450 ±20	760 ±20	43,3 ±2
800С / 2 часа	03X17H12M2	450 ±20	745 ±20	51,0 ±2

Из рисунка 5.9 видно, что как холоднокатаные, так и теплокатаные образцы после отжига демонстрируют похожее поведение при растяжении. А именно, предел текучести,

предел прочности, и относительное удлинение существенно зависят от температуры отжига (в исследуемом температурном интервале 600 - 800°C), тогда как время отжига в интервале от 30 минут до 2 часов значительно слабее влияет на механические свойства.

Отжиг при относительно низкой температуре 600°C не приводит к существенным изменениям микроструктуры деформированных образцов, при этой температуре в основном происходят процессы статического возврата. Таким образом, кривые растяжения образцов, отожженных при температуре 600°C, подобны кривым растяжения после прокатки, т.е. характеризуется резким увеличением напряжения течения при небольшой деформации с последующим коротким равномерным удлинением. Стоит отметить, что отжиг при 600°C приводит к уменьшению предела текучести на 20% в холоднокатаных образцах обеих сталей, в то время как в теплокатаных образцах значение предела текучести не изменилось (см. табл.5.2).

Отжиг при температуре 700°C приводит к активному развитию рекристаллизационных процессов и как следствие росту зерен. Рост зерен в холоднокатаных образцах после 30 минутного отжига при 700°C сопровождается уменьшением предела текучести на 45% в стали 03X19H10 и 35% в стали 03X17H12M2 по сравнению с пределом текучести деформированных образцов (см. табл.5.2). Стоит отметить, что в стали 03X19H10 как предел текучести, так и удлинение сильно зависят от продолжительности отжига при 700°C. В свою очередь в стали 03X17H12M2 данная зависимость менее выраженная, только отжиг в течение 2 часов холоднокатаного образца стали 03X17H12M2 приводит к резкому изменению прочностных и пластических свойств. Однако сохранение ультрамелкозернистой структуры после отжига при 700°C позволяет получить в сталях сочетание высокой прочности и пластичности. В результате чего образец стали 03X17H12M2 после отжига при 700°C в течение 2 часов характеризуется высоким пределом текучести $\sigma_{0,2} \approx 960$ МПа и удовлетворительной пластичностью $\delta \approx 17\%$. Стоит отметить замечательные свойства образца стали 03X17H12M2 после теплой прокатки и отжига при 700°C в течение 1 часа, который также демонстрирует высокие прочностные ($\sigma_{0,2} \approx 910$ МПа, $\sigma_b \approx 1025$ МПа) и пластические характеристики ($\delta \approx 22\%$). В образце стали 03X19H10 после холодной прокатки и отжига при 700°C в течение 30 минут предел текучести достигает значений около 890 МПа при относительном удлинении $\delta \approx 29\%$.

При увеличении температуры отжига до 800°C исследуемые стали характеризуются кривыми растяжения, которые типичны для аустенитных сталей с рекристаллизованной структурой. Однако, по сравнению с исходным состоянием предел текучести в 2 раза выше, а относительное удлинение составило более 40% в сталях

03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной и теплой прокатки с последующим отжигом при 800°C.

Так как в процессе отжига при высокой температуре (800°C) активное протекание рекристаллизации приводит к формированию зерен практически свободных от дислокаций, была построена зависимость предела текучести отожженных сталей от размера зерен исследуемых сталей (рис.5.10). Предел текучести исследуемых сталей подвергнутых холодной/теплой прокатке и последующему отжигу подчиняется соотношению Холла – Петча, которое можно представить в следующем виде:

$$\sigma_{0.2} = 150 + 460 D^{-0.5}. \quad (4.4)$$

Полученное довольно высокое значение коэффициента $k = 460 \text{ МПа} \times \text{мкм}^{0.5}$ свидетельствует о том, что отожженные при более низких температурах ($\geq 700^\circ\text{C}$) образцы исследуемых сталей характеризуются сохранением высокой плотности дислокаций, которая вносит дополнительный вклад в упрочнению.

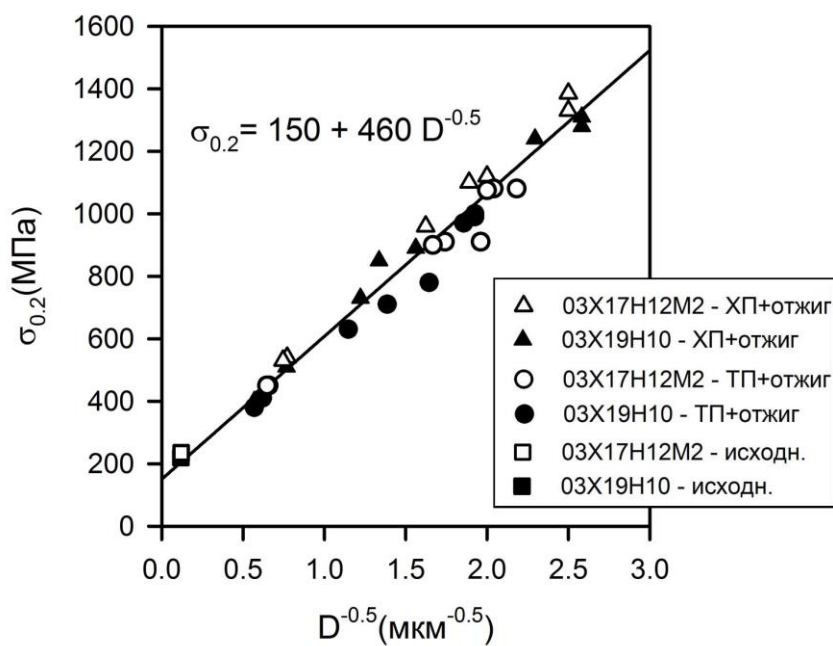


Рис. 5.10. Зависимость предела текучести ($\sigma_{0.2}$) от размера зерна (D) аустенитных коррозионностойких сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной (ХП) и теплой (ТП) прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур 600 - 800°C

5.4 Влияние холодной/теплой прокатки и последующего отжига на коррозионные свойства аустенитных коррозионностойких сталей

На рисунке 5.11 приведены кривые пассивации и реактивации, полученные методом потенциодинамической реактивации аустенитной коррозионностойкой стали 03X19H10, подвергнутой холодной и теплой прокатки до степени деформации $\epsilon = 3$ и последующему отжигу в интервале температур 600 - 800°C в течение 30 минут.

Не смотря на то, что холодная и теплая прокатка до степени деформации $\epsilon = 3$ приводят к формированию высокой плотности границ зерен на анодно – катодной развертке отсутствует явный пик заряда реактивации (рис. 5.11), который характеризует развитие процессов межкристаллитной коррозии. Соотношение максимальной плотности тока реактивации ($j_{\text{махреак}}$) к максимальной плотности тока пассивации ($j_{\text{махпасс}}$) составило менее 0,11 (табл. 5.3) для катаных образцов стали 03X19H10, что свидетельствует об их стойкости к межкристаллитной коррозии.

Последующий отжиг при температуре 600°C холоднокатаного образца стали 03X19H10 приводит к появлению пика реактивации на анодно – катодной развертке в результате чего соотношение $j_{\text{махреак}} / j_{\text{махпасс}}$ составило более 0,11, таким образом данный образец не является стойким к межкристаллитной коррозии. В свою очередь, отжиг при температуре 600°C теплокатаного образца стали 03X19H10 не привел к появлению пика реактивации и, как следствие, потере стойкости к межкристаллитной коррозии (табл. 5.3). Потеря стойкости к межкристаллитной коррозии холоднокатаного образца очевидно связана с увеличением скорости диффузии атомов Cr при температуре 600°C и выделением частиц Cr_{23}C_6 , что приводит к обеднению границ зерен Cr [4].

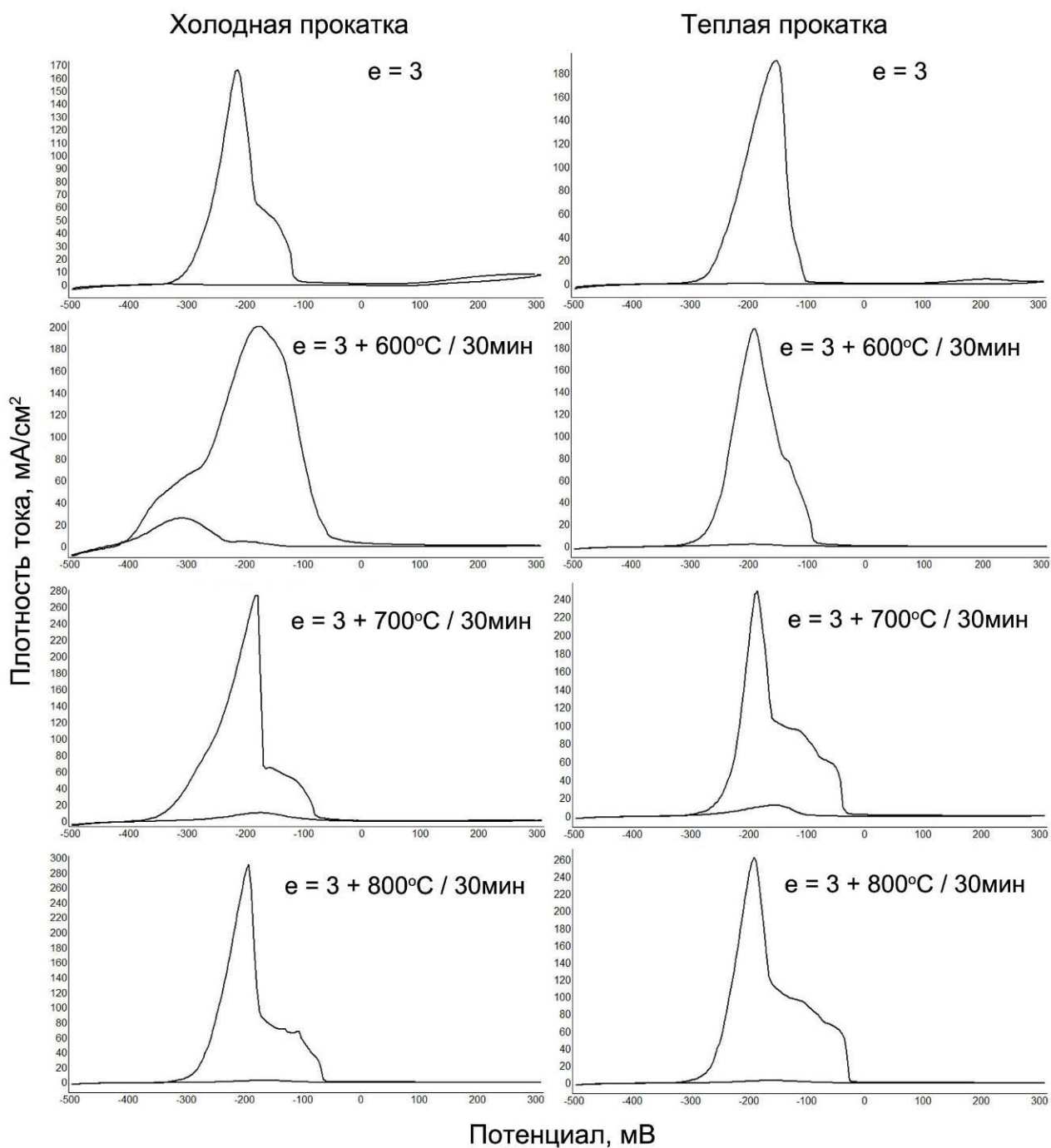


Рисунок 5.11. Потенциодинамические кривые пассивации и реактивации, полученные на образцах стали 03X19N10 после холодной и теплой прокатки до истинной деформации $e=3$ и последующего отжига в интервале температур 600-800°C в течение 30 минут

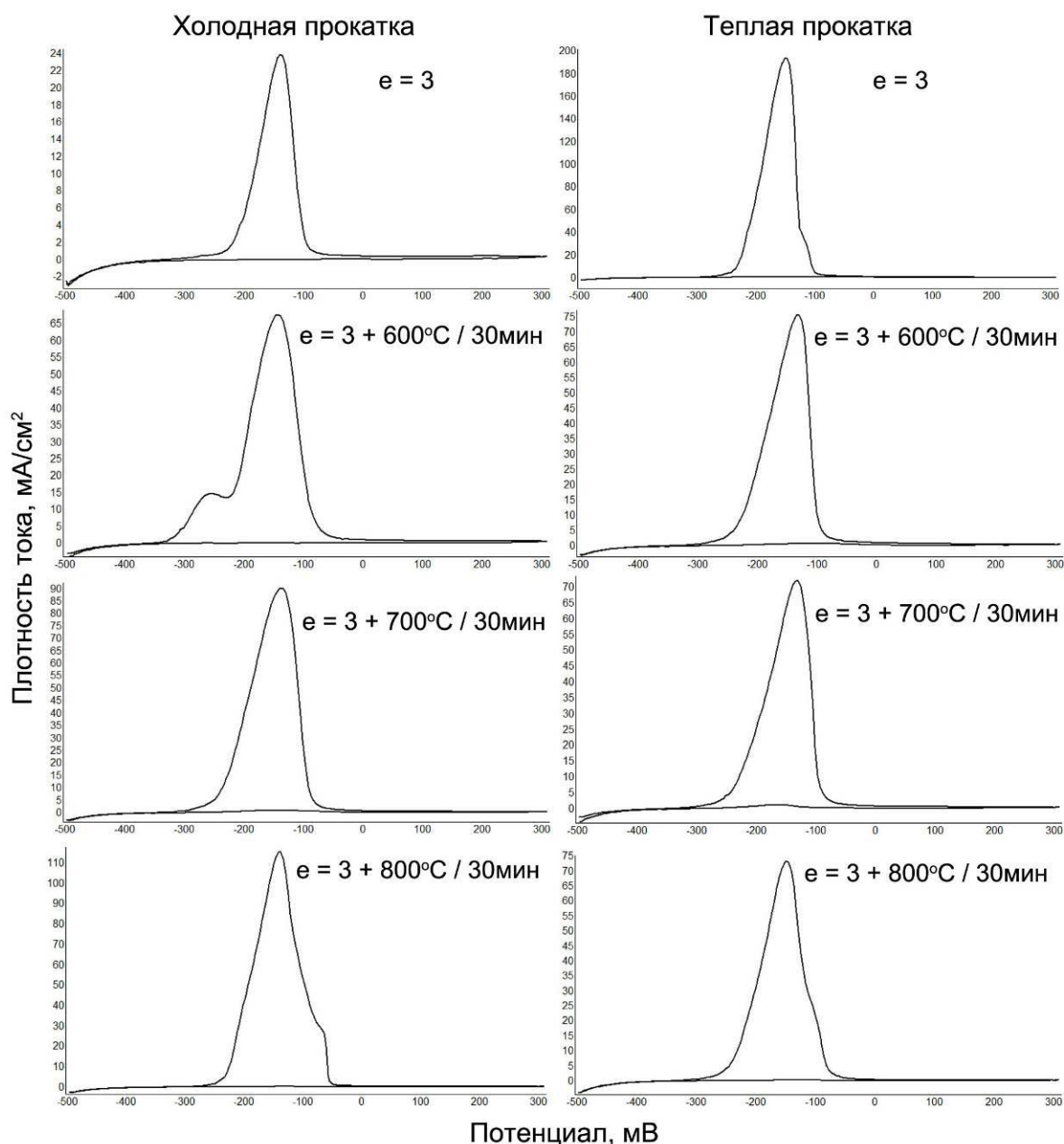


Рисунок 5.12. Потенциодинамические кривые пассивации и реактивации, полученные на образцах стали 03X17N12M2 после холодной и теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon=3$ и последующего отжига в интервале температур 600-800°C в течение 30 минут

Повышение температуры отжига до 700°C характеризуется появлением небольшого пика реактивации на анодно – катодной развертке, однако соотношение $j_{\text{махреак}} / j_{\text{махпасс}}$ не превысило заданного значения 0,11 (табл. 5.3) как для теплокатаного, так и для холоднокатаного образца стали 03X19N10. Восстановление стойкости к межкристаллитной коррозии холоднокатаного образца в процессе отжига при температуре 700°C связано с выравниванием неоднородности в химическом составе в результате роста скорости диффузии атомов Cr в обедненные участки вблизи границ зерен.

Таблица 5.3 – Максимальная плотность тока пассивации ($j_{\max \text{ пасс}}$) и реактивации ($j_{\max \text{ реак}}$), а также значение стойкости к межкристаллитной коррозии ($j_{\max \text{ реак}}/j_{\max \text{ пасс}}$), полученные в результате потенциодинамической реактивации аустенитных сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 после холодной/теплой прокатки до истинной деформации $\epsilon = 3$ и последующего отжига в интервале температур 600-800°C в течение 30 минут

Образец	$j_{\max \text{ реак}}, \text{ мА/см}^2$	$j_{\max \text{ пасс}}, \text{ мА/см}^2$	$j_{\max \text{ реак}}/j_{\max \text{ пасс}}$
03X19H10			
Холодная прокатка (ХП) $\epsilon = 3$	9,5	166	0,05
Теплая прокатка (ТП) $\epsilon = 3$	4,13	188	0,02
ХП $\epsilon = 3 + 600^\circ\text{C} / 30 \text{ мин}$	29,8	205	0,15
ХП $\epsilon = 3 + 700^\circ\text{C} / 30 \text{ мин}$	12,8	273	0,05
ХП $\epsilon = 3 + 800^\circ\text{C} / 30 \text{ мин}$	3,79	292	0,01
ТП $\epsilon = 3 + 600^\circ\text{C} / 30 \text{ мин}$	2,95	198	0,01
ТП $\epsilon = 3 + 700^\circ\text{C} / 30 \text{ мин}$	13,1	250	0,05
ТП $\epsilon = 3 + 800^\circ\text{C} / 30 \text{ мин}$	3,81	264	0,01
03X17H12M2			
Холодная прокатка (ХП) $\epsilon = 3$	0,818	24,4	0,03
Теплая прокатка (ТП) $\epsilon = 3$	2,08	194	0,01
ХП $\epsilon = 3 + 600^\circ\text{C} / 30 \text{ мин}$	3,47	67,9	0,05
ХП $\epsilon = 3 + 700^\circ\text{C} / 30 \text{ мин}$	2,97	89,8	0,03
ХП $\epsilon = 3 + 800^\circ\text{C} / 30 \text{ мин}$	2,35	115	0,02
ТП $\epsilon = 3 + 600^\circ\text{C} / 30 \text{ мин}$	2,79	75,2	0,04
ТП $\epsilon = 3 + 700^\circ\text{C} / 30 \text{ мин}$	3,81	71,6	0,05
ТП $\epsilon = 3 + 800^\circ\text{C} / 30 \text{ мин}$	2,96	73,2	0,04

Отжиг при температуре 800°C полностью приводит к восстановлению стойкости к межкристаллитной коррозии о чем свидетельствует отсутствие пика реактивации на анодно – катодной развертке и самое низкое соотношение $j_{\max \text{ реак}} / j_{\max \text{ пасс}}$ (табл. 5.3).

На рисунке 5.12 приведены кривые пассивации и реактивации, полученные методом потенциодинамической реактивации аустенитной коррозионностойкой стали 03X17H12M2, подвергнутой холодной и теплой прокатки до степени деформации $\epsilon = 3$ и последующему отжигу в интервале температур 600-800°C в течение 30 минут. В отличие от образцов стали 03X19H10, все образцы стали 03X17H12M2 продемонстрировали стойкость к межкристаллитной коррозии, соотношение максимальной плотности тока реактивации к максимальной плотности тока пассивации составило не более 0,11, а на кривых анодно – катодной развертки отсутствовал явный пик реактивации.

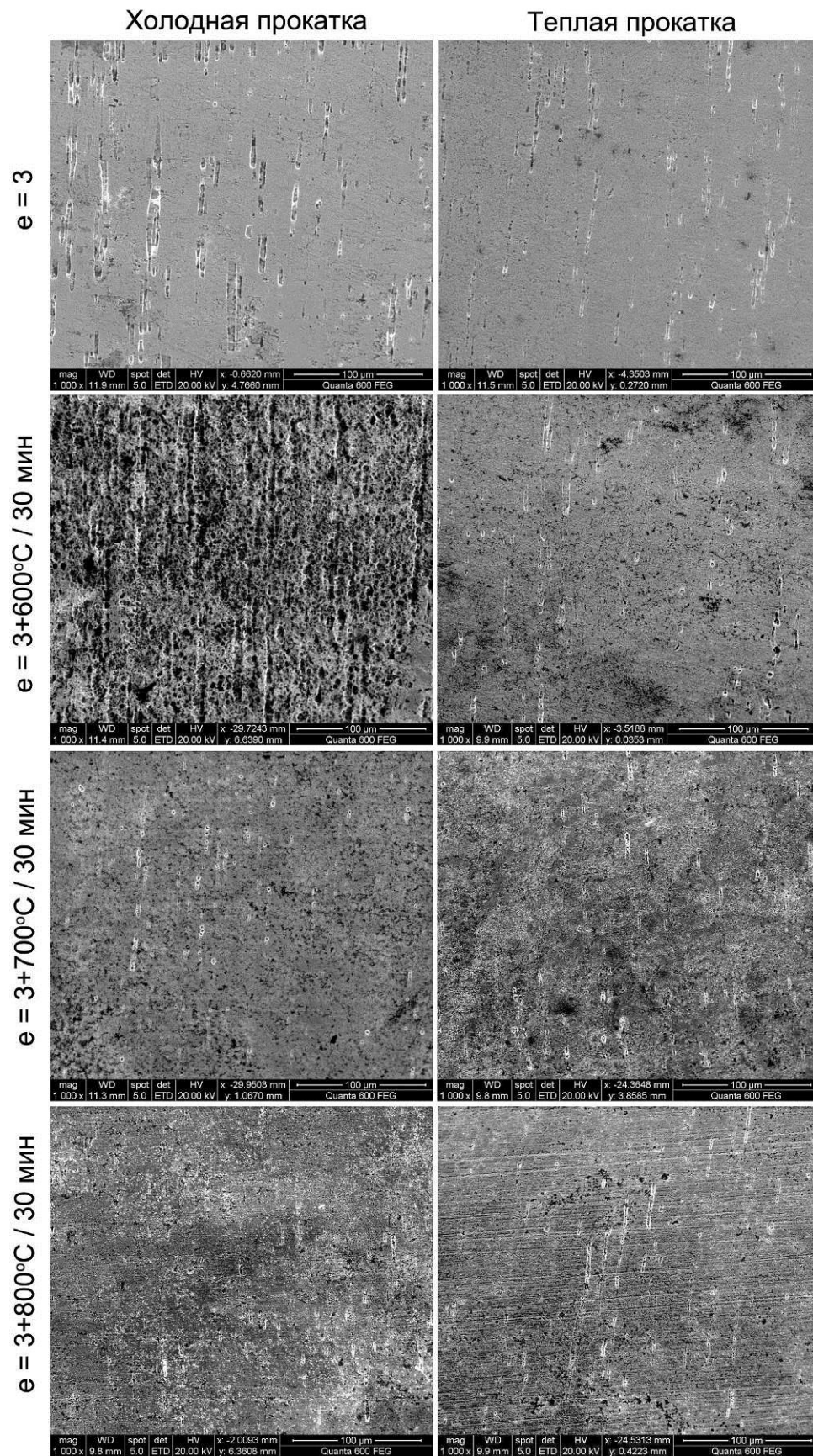


Рисунок 5.13. Поверхность образцов стали 03X19N10 после испытаний на стойкость к межкристаллитной коррозии

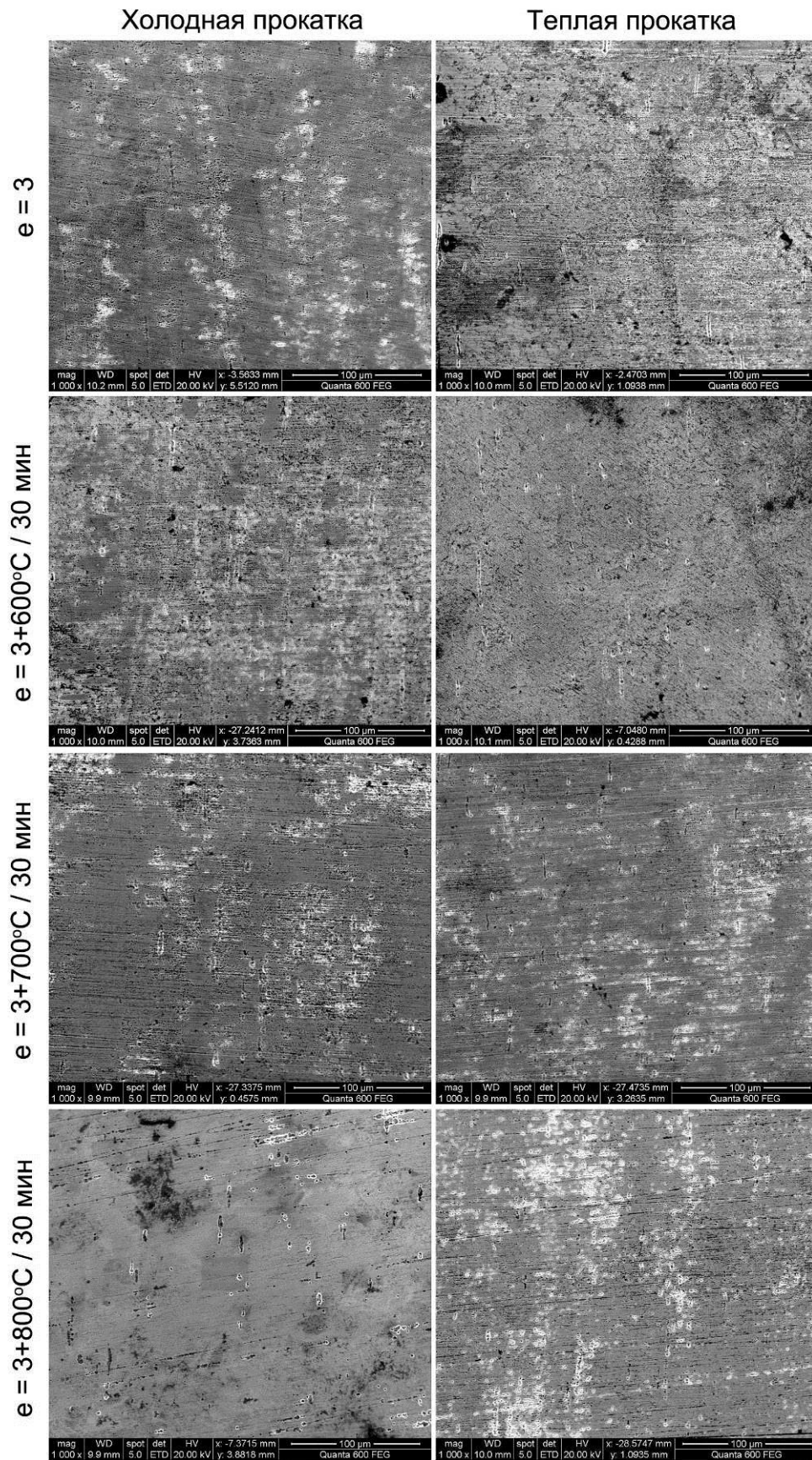


Рисунок 5.14. Поверхность образцов стали 03X17N12M2 после испытаний на стойкость к межкристаллитной коррозии

Поверхность образцов стали 03X19H10 и 03X17H12M2 после испытаний на стойкость к межкристаллитной коррозии показана на рисунках 5.13 – 5.14. На рисунке 5.13 хорошо видно, что образец стали 03X19H10 после холодной прокатки и отжига при температуре 600°C был подвергнут межкристаллитной коррозии о чем свидетельствует рыхлая поверхность из-за образования большого количества пустот по границам. Поверхность остальных образцов представленных на рисунке 5.13 и 5.14 более гладкая с небольшими локальными углублениями, которые связаны с незначительной питтинговой коррозией.

5.5 Выводы по главе 5

1. Холодная прокатка до истинной деформации $\epsilon = 3$ приводит к увеличению предела текучести по сравнению с исходным состоянием от 220 МПа до 1600 МПа в стали 03X19H10 и от 235 МПа до 1680 МПа в стали 03X17H12M2, при этом относительное удлинение составило 3 - 5%. Теплая прокатка позволяет получить относительное удлинение около 9% и предел текучести порядка 1000 МПа / 1080 МПа в стали 03X19H10 / 03X17H12M2 после истинной деформации $\epsilon = 3$.

Предел текучести исследуемых сталей после холодной прокатки был выражен через уравнение Холла-Петча:

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

где $\sigma_{0A} = 180$ МПа, $\sigma_{0M} = 120$ МПа, $k_A = 635$ МПа $\times$ мкм^{0,5}, $k_M = 470$ МПа $\times$ мкм^{0,5}, $F_A = 1 - F_M$ – доля аустенита ($F_M = 1 - \exp(-B(1 - \exp(-A \epsilon))^n)$), D_A и D_M – средний размер зерен аустенита и мартенсита ($D = D_{YM3} (1 - \exp(-k\epsilon^n))^{-0.5}$).

Предел текучести исследуемых сталей после теплой прокатки подчиняется модифицированному уравнению Холла-Петча, которое учитывает вклад в упрочнение от увеличения плотности дислокаций:

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

где ρ_A – плотность дислокаций в аустените ($\rho = \beta (1 - \exp(-\epsilon))$); $k_A = 25$ МПа $\times$ мкм^{0,5}; $\alpha = 0,72$; G – модуль сдвига; b – вектор Бюргерса.

2. Проведение последеформационного отжига приводит к постепенному увеличению относительного удлинения и снижению значения предела текучести в аустенитных коррозионностойких сталях 03X19H10 и 03X17H12M2 подвергнутых холодной и теплой прокатке. Таким образом, получены данные по влиянию различных

режимов механико-термической обработки на механические свойства сталей 03X19H10 и 03X17H12M2, которые приводят к хорошей комбинации прочности ($\sigma_{0,2} > 850$ МПа) и пластичности ($\delta > 15\%$).

3. За исключением образца стали 03X19H10 после холодной прокатки до $\epsilon = 3$ и последующего отжига при температуре 600°C (30 минут), все полученные ультрамелкозернистые образцы сталей 03X19H10 и 03X17H12M2 являются стойкими к межкристаллитной коррозии.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. Зарождение мартенсита деформации при холодной прокатке происходит на пересечениях деформационных двойников и микрополос сдвига. Зависимость объемной доли мартенсита деформации описывается сигмоидальными функцией Олсона-Когена. Ускоренный рост объемной доли мартенсита деформации заканчивается при истинных деформациях $\epsilon = 0,75-1$ в обоих сталях 03X19N10 и 03X17N12M2. Однако в первом случае доля мартенсита деформации приближается к насыщению при $\epsilon = 3$ и составляет 80%, а во втором – при $\epsilon = 2$ и составляет 25%.

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

3. Текстура аустенита после прокатки характеризуется сильными компонентами Латунь ($\{110\} \langle 112 \rangle$), S ($\{123\} \langle 634 \rangle$) и Госс ($\{110\} \langle 001 \rangle$). После холодной прокатки до $\epsilon = 3$ компоненты Латунь и S связаны с формированием полос сдвига, их удельные доли составляют около 30% и 10%, соответственно. Компонента Госс ($\{110\} \langle 001 \rangle$) наблюдается в областях свободных от полос сдвига, ее удельная доля составляет около 5% и 10% в сталях 03X19N10 и 03X17N12M2, соответственно. Повышение температуры прокатки приводит к усилению S компоненты; удельные доли компонент Латунь и S составляют по 25% после $\epsilon = 3$. Текстура мартенсита деформации в обоих сталях после $\epsilon = 3$ включает γ -волокно ($\langle 111 \rangle \parallel \text{HN}$) с сильной компонентой F ($\{111\} \langle 112 \rangle$, удельная доля около 15%), формированию которой способствует трансформация аустенита с ориентацией Латунь в соответствии с ориентационным соотношением Курдюмова-Закса или Нишиямы-Вассерманна, и компоненту I^* ($\{223\} \langle 110 \rangle$, удельная доля более 25%). Доля компоненты I^* в сталях 03X19N10 и 03X17N12M2 увеличивается до своего максимума в интервале $\epsilon = 2 - 3$ и $\epsilon = 1 - 2$, соответственно, что связано с более высокой стабильностью аустенита в последнем случае.

4. Текстуры деформации ослабляются в процессе отжига, хотя основные текстурные компоненты качественно не изменяются независимо от фазового превращения. Такие текстурные изменения обусловлены сдвиговым механизмом обратного фазового превращения по ориентационным соотношениям Курдюмова-Закса

или Нишиямы-Вассерманна, в соответствии с которыми аустенит, трансформированный из мартенсита с ориентацией I^* ($\{223\}\langle 110\rangle$), будет иметь ориентировку близкую к Госс ($\{110\}\langle 001\rangle$), и развитием непрерывной рекристаллизации, при которой рост зерен не сопровождается зарождением новых кристаллитов.

5. Холодная прокатка до истинной деформации $\epsilon = 3$ приводит к увеличению предела текучести до 1600 МПа в стали 03X19N10 и 1680 МПа в стали 03X17N12M2. Теплая прокатка позволяет получить предел текучести порядка 1000 МПа и 1080 МПа в сталях 03X19N10 и 03X17N12M2, соответственно, после $\epsilon = 3$. Предел текучести сталей может быть выражен модифицированным уравнением Холла-Петча, учитывающим изменение удельной доли аустенита в процессе холодной прокатке, и дислокационное упрочнение аустенита при теплой прокатке.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

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

1. **Odnobokova M.** Grain refinement and strengthening of austenitic stainless steels during large strain cold rolling / M. Odnobokova, A. Belyakov, R. Kaibyshev. // Philosophical Magazine. – 2019. – V. 99 – P. 531 – 556.
2. **Odnobokova M.** Annealing behavior of a 304L stainless steel processed by large strain cold and warm rolling / M. Odnobokova, A. Belyakov, N. Enikeev, D.A. Molodov, R. Kaibyshev // Materials Science and Engineering A. – 2017. – V.689 – P. 370 – 383.
3. **Однобокова М.В.** Влияние холодной прокатки и последующего отжига на микроструктуру и микротекстуру аустенитных коррозионностойких сталей / М.В. Однобокова, А.Н. Беляков // Деформация и разрушение материалов. – 2018. – № 9. – С. 23–32.
4. **Odnobokova M.** Effect of Severe Cold or Warm Deformation on Microstructure Evolution and Tensile Behavior of a 316L Stainless Steel / M. Odnobokova, A. Belyakov, R. Kaibyshev // Advanced Engineering Materials. – 2015. – V. 17 – P.1812-1820
5. **Odnobokova M.** Development of nanocrystalline 304L stainless steel by large strain cold working / M. Odnobokova, A. Belyakov, R. Kaibyshev. // Metals. – 2015. – V. 5 – P. 656-668.
6. **Odnobokova M.** Development of $\Sigma 3n$ CSL boundaries in austenitic stainless steels subjected to large strain deformation and annealing / M. Odnobokova, M. Tikhonova, A. Belyakov, R. Kaibyshev // Journal of Materials Science. – 2017. – V. 52 – P. 4210 - 4223.
7. **Belyakov A.** Development of Ultrafine Grained Austenitic Stainless Steels by Large Strain Deformation and Annealing / A. Belyakov, A. Kipelova, **M. Odnobokova**, I. Shakhova, R. Kaibyshev // Materials Science Forum. – 2014. – V. 783-786 – P. 651-656.
8. Belyakov A. Nanocrystalline structures and tensile properties of stainless steels processed by severe plastic deformation / A. Belyakov, **M. Odnobokova**, A. Kipelova, K. Tsuzaki, R. Kaibyshev // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2014. – V. 63 – 012156.
9. **Odnobokova M.** Formation of ultrafine-grained structures in 304L and 316L stainless steels by recrystallization and reverse phase transformation / M. Odnobokova, A. Belyakov, A. Kipelova, R. Kaibyshev // Materials Science Forum. – 2016. – V. 838-839 – P.410-415.

10. Belyakov A. Regularities of microstructure evolution and strengthening mechanisms of austenitic stainless steels subjected to large strain cold working / A. Belyakov, **M. Odnobokova**, I. Shakhova, R. Kaibyshev // Materials Science Forum. – 2017. – V. 879 – P. 224 - 229.
11. **Odnobokova M.** Deformation microstructures and mechanical properties of an austenitic stainless steel subjected to warm rolling / M. Odnobokova, A. Belyakov, R. Kaibyshev // Materials Science Forum. – 2017. – V. 879 – P. 1414 - 1419.
12. **Odnobokova M.** Effect of large strain warm rolling and subsequent annealing on microstructure and mechanical properties of austenitic stainless steels / M. Odnobokova, Z. Yanushkevich, A. Belyakov, R. Kaibyshev // AIP Conference Proceedings. – 2017. – V. 1909 – № 020155.

Патент:

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

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Martienssen W. Springer Handbook of Condensed Matter and Materials Data / Martienssen W., Warlimont H. – Springer Berlin Heidelberg, 2005 – 1120 p.
2. Lo K.H. Recent developments in stainless steels / Lo K.H., Shek C.H., Lai J. // Materials Science and Engineering: R: Reports. – 2009. – V. 65. – № 4. – P.39–104.
3. Eskandari M. Formation of nanocrystalline structure in 301 stainless steel produced by martensite treatment / Eskandari M. A., Kermanpur A., Najafizadeh A. // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2009. – V. 40. – №. 9 – P. 2241–2249.
4. Гольдштейн М.И. Специальные стали. Учебник для вузов / Гольдштейн М.И., Грачев С.В., Векслер Ю.Г. – М.: Металлургия, 1985. – 408 с.
5. Горынин И.В. Коррозионно-стойкие высокопрочные азотистые стали / Горынин И.В., Малышевский В.А., Калинин Г.Ю., Мушникова С.Ю., Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В. // Вопросы материаловедения. – 2009. – № 3. – С.7–16.
6. Арзамасов Б.Н. Материаловедение. Учебник для высших технических учебных заведений / Арзамасов Б.Н., Сидорин И., Косолапов Г., Макарова В., Мухин Г., Рыжов Н., Силаева В., Ульянова Н. – М.: Машиностроение, 1986. – 384 с.
7. Осиев А.Г. Сравнительная характеристика покрытых стентов, использованных при эндоваскулярном лечении больных ишемической болезнью сердца / Осиев А.Г., Мироненко С.П., Ёлкина Д.С. // Патология кровообращения и кардиохирургия. – 2013. – № 1. – С.91–95.
8. Лахтин Ю.М. Материаловедение: учебник для машиностроительных вузов / Лахтин Ю. М., Леонтьева В. П. – М.: Машиностроение, 1980. – 493 с.
9. Братковский Е.В. Специальные стали: учебное пособие / Братковский Е.В., Заводяный А.В., Шаповалов А.Н., Шевченко Е.А. – Новотроицк: НФ НИТУ «МИСиС», 2013 – 87 с.
10. Химушин Ф.Ф. Нержавеющие стали / Химушин Ф.Ф. – М.: Металлургия, 1976. – 798 с.
11. Кинцель А.Б. Высокохромистые, нержавеющие и жароупорные стали / Кинцель А.Б, Руссел Ф. – М: Metallurgizdat, 1945. – 470 с.
12. Химушин Ф.Ф. Нержавеющие, кислотоупорные и жароупорные стали / Химушин Ф.Ф. – М: Metallurgizdat, 1945. – 479 с.
13. Коломбье Л. Нержавеющие и жаропрочные стали / Коломбье Л., Гохман И. – М.: Metallurgizdat, 1958. – 480 с.

14. Капуткина Л.М. Структура и свойства нержавеющей стали, легированной азотом и медью / Капуткина Л.М., Прокошкина В.Г., Свяжин А.Г., Романович Д.А., Кремянский Д.В., Медведев М.Г., Никифорова С.В. // *Металловедение и термическая обработка* – 2009. – №6. – С. 23 - 29.
15. Schaeffler A.L. Constitution diagram for stainless-steel weld metal / Schaeffler A.L. // *Metal progress*. – 1974. – V. 106. – № 1. – P.227–227.
16. Sasikala G. Kinetics of transformation of delta ferrite during creep in a type 316 (N) stainless steel weld metal / Sasikala G., Ray S., Mannan S. // *Materials Science and Engineering: A*. – 2003. – V. 359. – № 1. – P.86–90.
17. Barcik J. Mechanism of σ -phase precipitation in Cr–Ni austenitic steels / Barcik J. // *Materials Science and Technology*. – 1988. – V. 4. – № 1. – P.5–15.
18. Schwind M. σ -phase precipitation in stabilized austenitic stainless steels / Schwind M., Källqvist J., Nilsson J.-O., Ågren J., Andrén H.-O. // *Acta Materialia*. – 2000. – V. 48. – № 10. – P.2473–2481.
19. Sourmail T. Modelling simultaneous precipitation reactions in austenitic stainless steels / Sourmail T., Bhadeshia H. // *Calphad*. – 2003. – V. 27. – № 2. – P.169–175.
20. Sato Y.S. Preferential precipitation site of sigma phase in duplex stainless steel weld metal / Sato Y.S., Kokawa H. // *Scripta Materialia*. – 1999. – V. 40. – № 6. – P.659–663.
21. Guan K. Effect of aging at 700 C on precipitation and toughness of AISI 321 and AISI 347 austenitic stainless steel welds / Guan K., Xu X., Xu H., Wang Z. // *Nuclear Engineering and Design*. – 2005. – V. 235. – № 23. – P.2485–2494.
22. Liu F. The effect of post weld heat treatment on the creep-fatigue behavior of gas tungsten arc welded 308L stainless steel / Liu F., Hwang Y., Nam S. // *Materials Science and Engineering: A*. – 2006. – V. 427. – № 1. – P.35–41.
23. Chen T. Effects of solution treatment and continuous cooling on σ -phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel / Chen T., Yang J. // *Materials Science and Engineering: A*. – 2001. – V. 311. – № 1. – P.28–41.
24. Redjaimia A. Decomposition of Delta Ferrite in an Fe–22 Cr–5 Ni–3 Mo–0.03 C Duplex Stainless Steel. A Morphological and Structural Study / Redjaimia A., Metauer G., Gantois M. // *Duplex Stainless Steels'91*. – 1991. – V. 1. – P.119–126.
25. Lai J. Precipitate phases in type 316 austenitic stainless steel resulting from long-term high temperature service / Lai J., Chastell D., Flewitt P. // *Materials Science and Engineering*. – 1981. – V. 49. – № 1. – P.19–29.
26. Wasnik D. Precipitation stages in a 316L austenitic stainless steel / Wasnik D., Dey G., Kain V., Samajdar I. // *Scripta Materialia*. – 2003. – V. 49. – № 2. – P.135–141.

27. Guarnieri G.J. The Effect of Sigma Phase on the Short-Time High Temperature Properties of 25 Chromium-20 Nickel Stainless Steel / Guarnieri G.J., Miller J., Vawter F.J. // Trans. ASM. – 1950. – V. 42. – P.981.
28. Lai J. Microstructural changes and variations in creep ductility of 3 casts of type 316 stainless steel / Lai J., Wickens A. // Acta Metallurgica. – 1979. – V. 27. – № 2. – P.217–230.
29. Lai J. Effect of intergranular particle size and spacing on creep ductility of type 316 stainless steel / Lai J., Wickens A. // Scripta Metallurgica. – 1979. – V. 13. – № 12. – P.1197–1198.
30. McMahon C. On the mechanisms of creep damage in type 316 stainless steel / McMahon C. // Scripta Metallurgica. – 1985. – V. 19. – № 6. – P.733–737.
31. Kimura K. Degradation of a SUS304 due to high temperature creep deformation / Kimura K., Matsup T., Kikuchi M. // Tetsu-to-Hagane. – 1986. – V. 72. – № 13. – P.1420.
32. Li D. Effect of σ -Phase on the creep properties of Cr25Ni20 stainless steel / Li D., Gao Y., Tan J., Wang F., Zhang J. // Scripta metallurgica. – 1989. – V. 23. – № 8. – P.1319–1321.
33. Shek C. Creep properties of aged duplex stainless steels containing σ phase / Shek C., Li D., Wong K., Lai J. // Materials Science and Engineering: A. – 1999. – V. 266. – № 1. – P.30–36.
34. Shek C. Hot tensile properties of 25Cr-8Ni duplex stainless steel containing cellular ($\sigma + \gamma$) structure after various thermal treatments / Shek C., Wong K., Lai J., Li D. // Materials Science and Engineering: A. – 1997. – V. 231. – № 1. – P.42–47.
35. Maehara Y. Superplastic deformation mechanism of δ/γ duplex stainless steels / Maehara Y. // Tetsu-to-Hagané. – 1987. – V. 73. – № 14. – P.1722–1729.
36. Cabrera J. Hot deformation of duplex stainless steels / Cabrera J., Mateo A., Llanes L., Prado J., Anglada M. // Journal of Materials Processing Technology. – 2003. – V. 143. – P.321–325.
37. Han Y.S. Microstructural changes during superplastic deformation of Fe-24Cr-7Ni-3Mo-0.14 N duplex stainless steel / Han Y.S., Hong S.H. // Materials Science and Engineering: A. – 1999. – V. 266. – № 1. – P.276–284.
38. Han Y.S. The effects of thermo-mechanical treatments on superplasticity of Fe-24Cr-7Ni-3Mo-0.14 N duplex stainless steel / Han Y.S., Hong S.H. // Scripta materialia. – 1997. – V. 36. – № 5. – P.557–563.
39. Sagradi M. The effect of the microstructure on the superplasticity of a duplex stainless steel / Sagradi M., Pulino-Sagradi D., Medrano R. // Acta materialia. – 1998. – V. 46. – № 11. – P.3857–3862.

40. Lu X.-C. Effects of σ phase in stainless steels on corrosive wear behavior in sulfuric acid / Lu X.-C., Li S., Jiang X. // *Wear*. – 2001. – V. 251. – № 1. – P.1234–1238.
41. Сагарадзе В. В. Упрочнение и свойства аустенитных сталей / Сагарадзе В.В., Уваров А.И. – М.: РИО УрО РАН, 2013. – 720 с.
42. Сагарадзе В.В. Упрочнение аустенитных сталей / Сагарадзе В.В., Уваров А.И. – М.: Наука, 1989. – 270 с.
43. Козлов Э.В. Основы пластической деформации наноструктурных материалов / Козлов Э.В., Глезер А.М., Конева Н.А., Попова Н.А., Курзина И.А. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2016. – 304с.
44. Валиев Р.З. Объемные наноструктурные материалы: получение, структура и свойства / Валиев Р.З., Александров И.В. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. – 398 с.
45. Estrin Y. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: a wealth of challenging science / Estrin Y., Vinogradov A. // *Acta materialia*. – 2013. – V. 61. – № 3. – P.782–817.
46. Zhilyaev A.P. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications / Zhilyaev A.P., Langdon T.G. // *Progress in materials science*. – 2008. – V. 53. – P. 893-979.
47. Кузнецов Р. Пластическая деформация твердых тел под давлением / Кузнецов Р., Быков В., Чернышев В., Пилюгин В., Ефремов Н., Пошеев В. – Свердловск: Препринт 4/85, ИФМ УНЦ РАН, 1985. – 32 с.
48. Бриджмен П. В. Исследование больших пластических деформаций и разрыва. Влияние высокого гидростатического давления на механические свойства материалов / Бриджмен П. В. – М.: Иностранная литература, 1955. – 444 с.
49. Segal V. Materials processing by simple shear / Segal V. // *Materials Science and Engineering: A*. – 1995. – V. 197. – № 2. – P.157–164.
50. Сегал В.М. Пластическая обработка металлов простым сдвигом / Сегал В.М., Резников В.И., Дробышевский Ф.Е., Копылов В.И. // *Металлы*. – 1981. – № 1. – С.115–123.
51. Салищев Г.А. Механические свойства титанового сплава ВТ6 с микрокристаллической и субмикрокристаллической структурами / Салищев Г.А., Галеев Р.М., Жеребцов С.В., Смыслов А.М., Сафин Э.В., Мышляев М.М. // *Металлы*. – 1999. – № 6. – С.84–87.
52. Салищев Г.А. Формирование субмикрокристаллической структуры в титане и титановых сплавах и их механические свойства / Салищев Г.А., Галеев Р.М., Малышева С.В., Жеребцов С.В., Миронов С.Ю., Валиахметов О.Р., Иванисенко Э.В. // *Металловедение и термическая обработка металлов*. – 2006. – № 2. – С.19–26.

53. Жеребцов С.В. Формирование субмикрокристаллической структуры в титановых сплавах интенсивной пластической деформацией / Жеребцов С.В., Галеев Р.М., Валиахметов О.Р., Малышева С.П., Салищев Г.А., Мышляев М.М. // Кузнечно-штамповочное производство. – 1999. – № 7. – С.17–22.

54. Шахова Я.Э. Влияние холодной прокатки на структуру и механические свойства аустенитной коррозионно-стойкой стали 10X18H8ДЗБР / Шахова Я.Э., Янушкевич Ж.Ч., Беляков А.Н. // Металлы. – 2012. – № 5. – С.38–45.

55. Косицына И.И. Фазовые превращения и механические свойства нержавеющей стали в наноструктурном состоянии / Косицына И., Сагарадзе В.В. // Известия Российской академии наук. Серия физическая. – 2007. – Т. 71. – № 2. – С.293–296.

56. Литовченко И.Ю. Эволюция структурно-фазовых состояний при больших пластических деформациях аустенитной стали 17Cr 14Ni 2Mo / Литовченко И.Ю., Тюменцев А.Н., Шевченко Н.В., Корзников А.В. // Физика металлов и металловедение. – 2011. – Т. 112. – № 4. – С.436–448.

57. Yanushkevich Z. Deformation microstructures and tensile properties of an austenitic stainless steel subjected to multiple warm rolling / Yanushkevich Z., Lugovskaya A., Belyakov A., Kaibyshev R. // Materials Science and Engineering: A. – 2016. – V. 667. – С.279–285.

58. Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов / Рыбин В.В. – М.: Металлургия, 1986. – 224 с.

59. 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. – № 6. – С. 1241–1246.

60. Рубцов А.С. Структурные особенности пластической деформации на стадии локализации течения / Рубцов А.С., Рыбин В.В. // Физика металлов и металловедение. – 1977. – Т. 44. – № 3. – С.611–622.

61. Нестерова Е.В. Механическое двойникование и фрагментация технически чистого титана на стадии развитой пластической деформации / Нестерова Е.В., Рыбин В.В. // Физика металлов и металловедение. – 1985. – Т. 59. – № 22. – С.395–406.

62. Вергазов А.Н. Большеугловые границы деформационного происхождения / Вергазов А.Н., Рыбин В.В., Золоторевский Н.Ю., Рубцов А.С. // Поверхность. – 1985. – №2. – С. 5–31.

63. 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. – № 3. – С.620–624.

64. Вергазов А.Н. Особенности фрагментированных структур в сплавах молибдена, различающихся механическими свойствами / Вергазов А.Н., Лихачев В.А., Рыбин В.В., Соломко Ю.В. // Физика металлов и металловедение. – 1977. – Т. 43. – № 1. – С. 70–75.

65. Вергазов А.Н. Характерные элементы дислокационной структуры в деформированном поликристаллическом молибдене / Вергазов А.Н., Лихачев В.А., Рыбин В.В. // Физика металлов и металловедение. – 1976. – Т. 42. – № 1. – С. 146-154.

66. Вергазов А.Н. Кристаллографические особенности субзеренной структуры и их связь с текстурой деформации / Вергазов А.Н., Рыбин В.В., Титовец Ю.Ф. // Физика металлов и металловедение. – 1983. – Т. 55. – С. 559–570.

67. Золоторевский Н.Ю. Фрагментация и текстурообразование при деформации металлических материалов / Золоторевский Н.Ю., Рыбин В.В. – Санкт-Петербург: Издательство Политехнического университета, 2014.– 207 с.

68. 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. // Физика металлов и металловедение. – 1985. – Т. 60. – № 1. – С.171–179.

69. Конева Н.А., Тришкина Л.И., Данелия Г.В и др. Эволюция ячеистой дислокационной структуры в медно-алюминиевых и медно-марганцевых сплавах // Физика металлов и металловедение. 1988. – т. 66. – с. 808-813.

70. Конева Н.А. Физическая природа стадийности пластической деформации / Конева Н.А., Козлов Э.В. // Известия Вузов, Физика. 1990. - №2. – С. 89–106.

71. Конева Н.А. Классификация дислокационных субструктур / Конева Н.А., Козлов Э.В., Тришкина Л.И. // Металлофизика. – 1991. – Т. 13. – № 10. – С.49-58.

72. Конева Н.А. Современная картина стадий пластической деформации / Конева Н.А., Козлов Э.В. // Известия вузов. Физика. – 2004. – № 8. – С.90–98.

73. Liu Q. Effect of grain orientation on deformation structure in cold-rolled polycrystalline aluminium / Liu Q., Jensen D.J., Hansen N. // Acta materialia. – 1998. – V. 46. – № 16. – P.5819–5838.

74. Godfrey A. Slip pattern, microstructure and local crystallography in an aluminium single crystal of copper orientation $\{112\} \langle 111 \rangle$ / Godfrey A., Jensen D.J., Hansen N. // Acta materialia. – 1998. – V. 46. – № 3. – P.835–848.

75. Godfrey A. Slip pattern, microstructure and local crystallography in an aluminium single crystal of brass orientation $\{110\} \langle 112 \rangle$ / Godfrey A., Jensen D.J., Hansen N. // Acta materialia. – 1998. – V. 46. – № 3. – P.823–833.

76. Jackson P. Low-energy dislocation cell structures produced by cross-slip / Jackson P., Kuhlmann-Wilsdorf D. // *Scripta Metallurgica*. – 1982. – V. 16. – № 1. – P.105–107.
77. Jackson P. Cross-slip and the stresses of prismatic dislocations / Jackson P., De Lange O., Young C. // *Acta Metallurgica*. – 1982. – V. 30. – № 2. – P.483–490.
78. Bracke L. Microstructure and texture evolution during cold rolling and annealing of a high Mn TWIP steel / Bracke L., Verbeke K., Kestens L., Penning J. // *Acta Materialia*. – 2009. – V. 57. – № 5. – P.1512–1524.
79. Misra R. Martensite shear phase reversion-induced nanogained/ultrafine-grained Fe–16Cr–10Ni alloy: The effect of interstitial alloying elements and degree of austenite stability on phase reversion / Misra R., Zhang Z., Venkatasurya P., Somani M., Karjalainen L. // *Materials Science and Engineering: A*. – 2010. – V. 527. – № 29. – P.7779–7792.
80. Золоторевский В.С. Механические свойства металлов: учебник для вузов. 2-е изд. / Золоторевский В. С., Новиков И. И. – М.: Металлургия, 1983. – 352 с.
81. Новиков И.И. Кристаллография и дефекты кристаллической решетки: учебник для вузов / Новиков И. И., Розин К. М. – М. Металлургия, 1990. – 336 с.
82. Zhilyaev A. Microhardness and microstructural evolution in pure nickel during high-pressure torsion / Zhilyaev A., Lee S., Nurislamova G., Valiev R., Langdon T. // *Scripta materialia*. – 2001. – V. 44. – № 12. – P.2753–2758.
83. Qu S. Twin boundaries: Strong or weak? / Qu S., Zhang P., Wu S., Zang Q., Zhang Z. // *Scripta Materialia*. – 2008. – V. 59. – № 10. – P.1131–1134.
84. Mishra S. Deformation twinning in AISI 316L austenitic stainless steel: role of strain and strain path / Mishra S., Narasimhan K., Samajdar I. // *Materials Science and Technology*. – 2007. – V. 23. – № 9. – P.1118–1126.
85. 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. – V. 58. – № 3. – P.895–903.
86. Lee T.-H. Deformation twinning in high-nitrogen austenitic stainless steel / Lee T.-H., Oh C.-S., Kim S.-J., Takaki S. // *Acta materialia*. – 2007. – V. 55. – № 11. – P.3649–3662.
87. Venables J. The martensite transformation in stainless steel / Venables J. // *Philosophical Magazine*. – 1962. – V. 7. – № 73. – P.35–44.
88. Mahajan S. The interaction of twins with existing substructure and twins in cobalt-iron alloys / Mahajan S., Chin G. // *Acta Metallurgica*. – 1974. – V. 22. – № 9. – P.1113–1119.
89. Fujita H. A formation mechanism of mechanical twins in FCC Metals / Fujita H., Mori T. // *Scripta metallurgica*. – 1975. – V. 9. – № 6. – P.631–636.

90. Morikawa T. Micro shear bands in cold-rolled austenitic stainless steel / Morikawa T., Senba D., Higashida K., Onodera R. // *Materials Transactions, JIM*. – 1999. – V. 40. – № 9. – P.891–894.
91. Morikawa T. Deformation microstructure and texture in a cold-rolled austenitic steel with low stacking-fault energy / Morikawa T., Higashida K. // *Materials transactions*. – 2010. – V. 51. – № 4. – P.620–624.
92. Новиков И.И. Теория термической обработки металлов: учебник для вузов. 2-е изд. / Новиков И.И. – М.: Металлургия, 1974. – 480 с.
93. Гуляев А.П. Металловедение. Учебник для вузов. 6-е изд. / Гуляев А.П. – М.: Металлургия, 1986. – 544 с.
94. 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. – V. 545. – P.176–186.
95. Dobatkin S.V. Formation of fully austenitic ultrafine-grained high strength state in metastable Cr–Ni–Ti stainless steel by severe plastic deformation / Dobatkin S.V., Rybalchenko O.V., Enikeev N.A., Tokar A.A., Abramova M.M. // *Materials Letters*. – 2016. – V. 166. – P.276–279.
96. Dobatkin S.V. Structure formation, phase transformations and properties in Cr–Ni austenitic steel after equal-channel angular pressing and heating / Dobatkin S.V., Rybal'chenko O.V., Raab G.I. // *Materials Science and Engineering: A*. – 2007. – V. 463. – № 1–2. – P.41–45.
97. Kruml T. Microstructure in 316LN stainless steel fatigued at low temperature / Kruml T., Polák J., Degallaix S. // *Materials Science and Engineering: A*. – 2000. – V. 293. – № 1. – P.275–280.
98. Huang C. Investigation on the nucleation mechanism of deformation-induced martensite in an austenitic stainless steel under severe plastic deformation / Huang C., Yang G., Gao Y., Wu S., Li S. // *Journal of materials research*. – 2007. – V. 22. – № 3. – P.724–729.
99. Spencer K. Strengthening via the formation of strain-induced martensite in stainless steels / Spencer K., Embury J., Conlon K., Veron M., Brechet Y. // *Materials Science and Engineering: A*. – 2004. – V. 387. – P.873–881.
100. Lee W.-S. The morphologies and characteristics of impact-induced martensite in 304L stainless steel / Lee W.-S., Lin C.-F. // *Scripta materialia*. – 2000. – V. 43. – № 8. – P.777–782.

101. 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. – V. 486. – № 1. – P.283–286.
102. Spencer K. The strain induced martensite transformation in austenitic stainless steels: Part 1–Influence of temperature and strain history / Spencer K., Veron M., Yu-Zhang K., Embury J. // *Materials Science and Technology*. – 2009. – V. 25. – № 1. – P.7–17.
103. Fukuda T. Effect of high magnetic field and uniaxial stress at cryogenic temperatures on phase stability of some austenitic stainless steels / Fukuda T., Kakeshita T., Kindo K. // *Materials Science and Engineering: A*. – 2006. – V. 438. – P.212–217.
104. Gey N. Electron backscattered diffraction study of ϵ/α' martensitic variants induced by plastic deformation in 304 stainless steel / Gey N., Petit B., Humbert M. // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2005. – V. 36. – № 12. – P.3291–3299.
105. Humbert M. Analysis of the γ - ϵ - α' variant selection induced by 10% plastic deformation in 304 stainless steel at -60°C / Humbert M., Petit B., Bolle B., Gey N. // *Materials Science and Engineering: A*. – 2007. – V. 454. – P.508–517.
106. Lee T.-H. Effects of nitrogen on deformation-induced martensitic transformation in metastable austenitic Fe–18Cr–10Mn–N steels / Lee T.-H., Oh C.-S., Kim S.-J. // *Scripta Materialia*. – 2008. – V. 58. – № 2. – P.110–113.
107. Kireeva I. The orientation dependence of γ - α' martensitic transformation in austenitic stainless steel single crystals with low stacking fault energy / Kireeva I., Chumlyakov Y.I. // *Materials Science and Engineering: A*. – 2008. – V. 481. – P.737–741.
108. Hedström P. Stepwise transformation behavior of the strain-induced martensitic transformation in a metastable stainless steel / Hedström P., Lienert U., Almer J., Odén M. // *Scripta materialia*. – 2007. – V. 56. – № 3. – P.213–216.
109. Raman S.G.S. Tensile deformation-induced martensitic transformation in AISI 304LN austenitic stainless steel / Raman S.G.S., Padmanabhan K. // *Journal of Materials Science Letters*. – 1994. – V. 13. – № 5. – P.389–392.
110. Shrinivas V. Deformation-induced martensitic characteristics in 304 and 316 stainless steels during room-temperature rolling / Shrinivas V., Varma S., Murr L. // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 1995. – V. 26. – № 3. – P.661–671.
111. Talonen J. Effect of strain rate on the strain-induced $\gamma \rightarrow \alpha'$ -martensite transformation and mechanical properties of austenitic stainless steels / Talonen J., Hänninen H., Nenonen P., Pape G. // *Metallurgical and materials transactions A*. – 2005. – V. 36. – № 2. – P.421–432.

112. Tomita Y. Constitutive modeling of TRIP steel and its application to the improvement of mechanical properties / Tomita Y., Iwamoto T. // *International Journal of Mechanical Sciences*. – 1995. – V. 37. – № 12. – P.1295–1305.

113. 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. – V. 519. – № 1. – P.46–50.

114. Tsuji N. Enhanced structural refinement by combining phase transformation and plastic deformation in steels / Tsuji N., Maki T. // *Scripta Materialia*. – 2009. – V. 60. – № 12. – P.1044–1049.

115. Beese A.M. Effect of stress triaxiality and Lode angle on the kinetics of strain-induced austenite-to-martensite transformation / Beese A.M., Mohr D. // *Acta Materialia*. – 2011. – V. 59. – № 7. – P.2589–2600.

116. Varma S. Effect of grain size on deformation-induced martensite formation in 304 and 316 stainless steels during room temperature tensile testing / Varma S., Kalyanam J., Murk L., Srinivas V. // *Journal of materials science letters*. – 1994. – V. 13. – № 2. – P.107–111.

117. Iwamoto T. Investigation on deformation mode dependence of strain-induced martensitic transformation in TRIP steels and modelling of transformation kinetics / Iwamoto T., Tsuta T., Tomita Y. // *International Journal of Mechanical Sciences*. – 1998. – V. 40. – № 2–3. – P.173–182.

118. Talonen J. Formation of shear bands and strain-induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels / Talonen J., Hänninen H. // *Acta Materialia*. – 2007. – V. 55. – № 18. – P.6108–6118.

119. Porter D.A. Phase Transformations in Metals and Alloys / Porter D.A., Easterling K. E. – Boston: Springer-Science Business Media, B.Y., 1992. – 441 p.

120. Kitahara H. Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel / Kitahara H., Ueji R., Tsuji N., Minamino Y. // *Acta Materialia*. – 2006. – V. 54. – № 5. – P.1279–1288.

121. Kitahara H. Crystallographic analysis of plate martensite in Fe–28.5 at.% Ni by FE-SEM/EBSD / Kitahara H., Ueji R., Ueda M., Tsuji N., Minamino Y. // *Materials Characterization*. – 2005. – V. 54. – № 4–5. – P.378–386.

122. He Y. Representation of misorientations in Rodrigues–Frank space: application to the Bain, Kurdjumov–Sachs, Nishiyama–Wassermann and Pitsch orientation relationships in the Gibeon meteorite / He Y., Godet S., Jonas J.J. // *Acta Materialia*. – 2005. – V. 53. – № 4. – P.1179–1190.

123. Shibata A. Microstructure and Crystallographic Features of Martensite Transformed from Ultrafine-Grained Austenite in Fe–24Ni–0.3 C Alloy / Shibata A., Jafarian H., Tsuji N. // *Materials transactions*. – 2012. – V. 53. – № 1. – P.81–86.

124. Landheer H. The role of α/γ orientation relationships during ferrite nucleation in an Fe – Cr – Ni alloy / Landheer H., Offerman S.E., Petrov R.H., Kestens L.A.I. // *Materials Science Forum*. – 2007. – V. 558 – 559. – P. 1413 – 1418.

125. He Y. Observations of the Gibeon meteorite and the inverse Greninger–Troiano orientation relationship / He Y., Godet S., Jonas J.J. // *Journal of applied crystallography*. – 2006. – V. 39. – № 1. – P.72–81.

126. Tomimura K. Reversion mechanism from deformation induced martensite to austenite in metastable austenitic stainless steels / Tomimura K., Takaki S., Tokunaga Y. // *ISIJ international*. – 1991. – V. 31. – № 12. – P.1431–1437.

127. Takaki S. Effect of pre-cold-working on diffusional reversion of deformation induced martensite in metastable austenitic stainless steel / Takaki S., Tomimura K., Ueda S. // *ISIJ international*. – 1994. – V. 34. – № 6. – P.522–527.

128. Tomimura K. Optimal chemical composition in Fe-Cr-Ni alloys for ultra grain refining by reversion from deformation induced martensite / Tomimura K., Takaki S., Tanimoto S., Tokunaga Y. // *ISIJ International*. – 1991. – V. 31. – № 7. – P.721–727.

129. Misra R.D.K. Microstructure and Deformation Behavior of Phase-Reversion-Induced Nanograined/Ultrafine-Grained Austenitic Stainless Steel / Misra R.D.K., Nayak S., Mali S.A., Shah J.S., Somani M.C., Karjalainen L.P. // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2009. – V. 40. – № 10. – P.2498–2509.

130. Misra R.D.K. The effect of nitrogen on the formation of phase reversion-induced nanograined/ultrafine-grained structure and mechanical behavior of a Cr–Ni–N steel / Misra R.D.K., Zhang Z., Venkatasurya P.K.C., Somani M.C., Karjalainen L.P. // *Materials Science and Engineering: A*. – 2011. – V. 528. – № 3. – P.1889–1896.

131. Forouzan F. Production of nano/submicron grained AISI 304L stainless steel through the martensite reversion process / Forouzan F., Najafizadeh A., Kermanpur A., Hedayati A., Surkialiabad R. // *Materials Science and Engineering: A*. – 2010. – V. 527. – № 27–28. – P.7334–7339.

132. Wu H. Reverse-transformation austenite structure control with micro/nanometer size / Wu H., Niu G., Wu F., Tang D. // *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*. – 2017. – V. 24. – № 5. – P.530–537.

133. Хесснер Ф. Рекристаллизация металлических материалов / Хесснер Ф. – М.: *Металлургия*, 1982. – 352с.

134. Beck P.A. The formation of recrystallization nuclei / Beck P.A. // Journal of Applied Physics. – 1949. – V. 20. – № 6. – P.633–634.
135. Cahn R. A new theory of recrystallization nuclei / Cahn R. // Proceedings of the Physical Society. Section A. – 1950. – V. 63. – № 4. – P.323.
136. Cottrell A.H. Theory of dislocations / Cottrell A.H. // Progress in Metal Physics. – 1953. – V. 4. – P. 205 – 264.
137. Fujita H. Direct observation subgrain-growth of cold-worked aluminium by means of electron microscopy / Fujita H. // Journal of the Physical Society of Japan. – 1961. – V. 16. – № 3. – P.397–406.
138. Li J.C. Possibility of subgrain rotation during recrystallization / Li J.C. // Journal of Applied Physics. – 1962. – V. 33. – № 10. – P.2958–2965.
139. Beck P.A. Strain induced grain boundary migration in high purity aluminum / Beck P.A., Sperry P.R. // Journal of applied physics. – 1950. – V. 21. – № 2. – P.150–152.
140. Bailey J. The recrystallization process in some polycrystalline metals / Bailey J. E. Hirsch P.B. // The Royal Society. – 1962. – V. 267. – P. 11–30.
141. Bailey J. Electron microscope observations on the annealing processes occurring in cold-worked silver / Bailey J. // Philosophical Magazine. – 1960. – V. 5. – № 56. – P.833–842.
142. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов / Горелик С. С., Добаткин С. В., Капусткина Л. М. – М.: МИСиС, 2005. – 432 с.
143. Бородкина М.М. Рентгенографический анализ текстуры металлов и сплавов / Бородкина М.М., Спектор. Э. Н. – М.: Металлургия, 1981. – 272 с.
144. Humphreys F.J. Recrystallization and related annealing phenomena / Humphreys F.J., Hatherly M. – Elsevier, 2004. – 574 p.
145. Штремель М. Прочность сплавов. Часть II. Деформация: учебник для вузов / Штремель М. – М.: МИСИС, 1997. – 527 с.
146. Wenk H. Texture and anisotropy / Wenk H., Van Houtte P. // Reports on Progress in Physics. – 2004. – V. 67. – № 8. – P.1367 – 1428.
147. Hirsch J. Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline fcc metals: I. Description of rolling texture development in homogeneous CuZn alloys / Hirsch J., Lücke K. // Acta Metallurgica. – 1988. – V. 36. – № 11. – P. 2863–2882.
148. Ray R. Cold rolling and annealing textures in low carbon and extra low carbon steels / Ray R., Jonas J.J., Hook R. // International materials reviews. – 1994. – V. 39. – № 4. – P.129–172.
149. Jonas J.J. Transformation textures associated with steel processing / Jonas J.J. // Microstructure and Texture in Steels. – 2009. – P.3–17.

150. Hirsch J. Correlation of deformation texture and microstructure / Hirsch J. // *Materials Science and Technology*. – 1990. – V. 6. – № 11. – P.1048–1057.
151. Chowdhury S.G. Cold rolling behaviour and textural evolution in AISI 316L austenitic stainless steel / Chowdhury S.G., Das S., De P.K. // *Acta Materialia*. – 2005. – V. 53. – № 14. – P.3951–3959.
152. Kurc-Lisiecka A. Texture and structure evolution during cold rolling of austenitic stainless steel / Kurc-Lisiecka A., Ozgowicz W., Ratuszek W., Chruściel K. // *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*. – 2012. – V. 52. – № 1. – P.22–30.
153. Raabe D. Texture and microstructure evolution during cold rolling of a strip cast and of a hot rolled austenitic stainless steel / Raabe D. // *Acta Materialia*. – 1997. – V. 45. – № 3. – P.1137–1151.
154. Kumar B.R. Influence of strain-induced phase transformation on the surface crystallographic texture in cold-rolled-and-aged austenitic stainless steel / Kumar B.R., Mahato B., Bandyopadhyay N.R., Bhattacharya D.K. // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2005. – V. 36. – № 11. – P.3165–3174.
155. Chowdhury S.G. Twinning-induced sluggish evolution of texture during recrystallization in AISI 316L stainless steel after cold rolling / Chowdhury S.G., Das S., Ravikumar B., De P.K. // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2006. – V. 37 – № 8 – P.2349–2359.
156. Горелик С.С. Рентгеноструктурный и электронно-оптический анализ / Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. – М.: МИСИС, 1994. – 328 с.
157. Даниленко В.Н. Применение EBSD анализа в физическом материаловедении (обзор) / Даниленко В.Н., Миронов С.Ю., Беляков А.Н., Жилиев А.Н. // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. – 2012. – Т. 78. – № 2. – С.28–46.
158. Томас Г. Просвечивающая электронная микроскопия материалов / Томас Г., Гориндж М. Дж. – М.: Наука, 1983. – 317 с.
159. Валиев Р.З. Кристаллогеометрический анализ межкристаллитных границ в практике электронной микроскопии / Валиев Р. З., Вергазов А. Н., Герцман В. Ю. – М.: Наука, 1991. – 231 с.
160. Gareth T. Transmission electron microscopy of materials / Gareth T., Goringe M.J. – NY.: Techbooks, 1979. – 388 p.
161. ГОСТ 1497-84 Металлы. Методы испытаний на растяжение. – М.: Стандартинформ, 2005. – 22 с.

162. ГОСТ 9.914-91 Стали и сплавы коррозионно-стойкие. Методы испытания на стойкость против межкристаллитной коррозии. – М.: Комитет стандартизации и метрологии СССР, 1991. – 16 с.
163. Olson G. Kinetics of nucleation strain-induced martensitic / Olson G., Cohen M. // Metallurgical Transactions A. – 1975. – V. 6. – № 3 – P.791 – 795.
164. 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. – V. 60. – P.130–207.
165. Misra R. Deformation processes during tensile straining of ultrafine/nanograined structures formed by reversion in metastable austenitic steels / Misra R., Kumar B.R., Somani M., Karjalainen P. // Scripta Materialia – 2008. – V. 59 – № 1 – P.79–82.
166. 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. – V. 17 – № 12 – P.1812–1820.
167. Jonas J.J. The Avrami kinetics of dynamic recrystallization / Jonas J.J., Queleennec X., Jiang L., Martin É. // Acta materialia – 2009. – V. 57 – № 9 – P.2748–2756.
168. Belyakov A. On Kinetics of Grain Refinement and Strengthening by Dynamic Recrystallization / Belyakov A., Tikhonova M., Dolzhenko P., Sakai T., Kaibyshev R. // Advanced Engineering Materials – 2018.
169. Shakhova I. Kinetics of submicrocrystalline structure formation in a Cu-Cr-Zr alloy during large plastic deformation / Shakhova I., Belyakov A., Kaibyshev R. // Materials Science Forum. – 2017. – V. 879 – P. 1749 – 1754.
170. Belyakov A. Kinetics of grain refinement in metallic materials during large strain deformation / Belyakov A., Zharebtsov S., Tikhonova M., Salishchev G. // Materials Physics and Mechanics – 2015. – V. 24 – P. 224 – 231.
171. Jonas J.J. The Avrami kinetics of dynamic recrystallization / Jonas J.J., Queleennec X., Jiang L., Martin E. // Acta Materialia. – 2009. – V. 57 – P. 2748 – 2756.
172. Morozova A. Grain refinement and strengthening of a Cu–0.1 Cr–0.06 Zr alloy subjected to equal channel angular pressing / Morozova A., Kaibyshev R. // Philosophical Magazine – 2017. – V. 97 – № 24 – P.2053–2076.
173. Odnobokova M. Grain refinement and strengthening of austenitic stainless steels during large strain cold rolling / M. Odnobokova, A. Belyakov, R. Kaibyshev. // Philosophical Magazine. – 2019. – V. 99 – P. 531 – 556.

174. Odnobokova M. Annealing behavior of a 304L stainless steel processed by large strain cold and warm rolling / M. Odnobokova, A. Belyakov, N. Enikeev, D.A. Molodov, R. Kaibyshev // *Materials Science and Engineering A*. – 2017. – V.689 – P. 370 – 383.

175. Shimada M. Optimization of grain boundary character distribution for intergranular corrosion resistant 304 stainless steel by twin-induced grain boundary engineering / Shimada M., Kokawa H., Wang Z., Sato Y., Karibe I. // *Acta Materialia*. – 2002. – V. 50. – № 9. – P.2331–2341.

176. Mahajan S. Critique of mechanisms of formation of deformation, annealing and growth twins: face-centered cubic metals and alloys / Mahajan S. // *Scripta Materialia*. – 2013. – V. 68. – № 2. – P.95–99.

177. Ray R. Rolling textures of pure nickel, nickel-iron and nickel-cobalt alloys / Ray R. // *Acta metallurgica et Materialia* – 1995. – V. 43 – № 10 – P.3861–3872.

178. Madhavan R. Micro-mechanical aspects of texture evolution in nickel and nickel-cobalt alloys: role of stacking fault energy / Madhavan R., Ray R., Suwas S. // *Philosophical Magazine* – 2016. – V. 96 – № 30 – P.3177–3199.

179. Kumar A. Texture development during cold rolling of Fe–Cr–Ni alloy-experiments and simulations / Kumar A., Khatirkar R.K., Chalapathi D., Bibhanshu N., Suwas S. // *Philosophical Magazine* – 2017. – V. 97 – № 23 – P.1939–1962.

180. 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. – V. 35 – № 11 – P.2000–2008.

181. Lü Y. Correlation between microstructure and texture development in a cold-rolled TWIP steel / Lü Y., Molodov D.A., Gottstein G. // *ISIJ international* – 2011. – V. 51 – № 5 – P.812–817.

182. Z Yanushkevich Z. Structural/textural changes and strengthening of an advanced high-Mn steel subjected to cold rolling / Yanushkevich Z., Belyakov A., Haase C., Molodov D., Kaibyshev R. // *Materials Science and Engineering: A* – 2016. – V. 651 – P.763–773.

183. Tsuzaki K. Texture invariant annealing in severely deformed steel / Tsuzaki K., Belyakov A., Yin F. // *Materials Science Forum*. – 2007. – V. 558 – 559. – № 9. – P. P. 101–106.

184. Odnobokova M. Development of nanocrystalline 304L stainless steel by large strain cold working / Odnobokova M., Belyakov A., Kaibyshev R. // *Metals* – 2015. – V. 5 – № 2 – P.656–668.

185. Kusakin P. Modeling the effect of deformation on strength of a Fe-23Mn-0.3 C-1.5 Al TWIP steel / Kusakin P., Belyakov A., Kaibyshev R. // IOP Materials Science and Engineering – 2014. – № 012059.