

На правах рукописи



Шахова Ярослава Эдуардовна

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ЭВОЛЮЦИИ СТРУКТУРЫ
АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 10X18H8ДЗБР
В ПРОЦЕССЕ ХОЛОДНОЙ ПРОКАТКИ И ОТЖИГА

Специальность 01.04.07
Физика конденсированного состояния

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени кандидата
физико-математических наук

МОСКВА – 2013

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

Научный руководитель: кандидат физико–математических наук,
Беляков Андрей Николаевич

Официальные оппоненты:

Костина Мария Владимировна, доктор технических наук, доцент, Институт Металлургии и Материаловедения им. А.А. Байкова (ИМЕТ РАН).

Прокошкин Сергей Дмитриевич, доктор физико–математических наук, профессор, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС».

Ведущая организация: **Институт Физики Металлов УрО РАН.**

Защита состоится _____ 2013 г. в _____, на заседании диссертационного совета Д 212.132.08 при Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 1190049, г. Москва, Ленинский проспект д.4, ауд. _____

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС».

Автореферат разослан _____ 2013 г.

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



С.И. Мухин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы: В настоящее время значительный практический интерес представляет решение проблемы повышения прочностных характеристик аустенитных сталей, в частности повышение предела текучести. Для аустенитных сталей, относящихся к 300 серии, таких как, сталь AISI301 (15X18H8), AISI304 (08X18H8) и AISI316 (08X17H13M2), повышения прочностных характеристик достигают за счет формирования субмикрокристаллической (СМК) и/или нанокристаллической (НК) структуры в процессе термомеханической обработки, включающей интенсивную пластическую деформацию (ИПД) и последующий отжиг. Поскольку аустенит в данных сталях является метастабильной фазой при температурах близких к комнатной температуре, в процессе ИПД развивается сдвиговое фазовое $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение. Стали 300 серии отличаются быстрой кинетикой сдвигового фазового $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения, при достижении степени деформации $\varepsilon \sim 1$ в структуре формируется $\sim 90\%$ α' – мартенсита. Таким образом, в процессе ИПД формируется СМК и/или НК структура, состоящая из смеси α' – мартенсита и остаточного аустенита. Последующий отжиг сопровождается обратным фазовым $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращением, которое происходит или по сдвиговому или по диффузионному механизму. Механизмы обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения определяются химическим составом аустенитной стали. Контролируя условия термомеханической обработки, в аустенитной стали, может быть получена однородная СМК структура, которая обеспечит требуемые прочностные характеристики.

В течение последних 20 лет был разработан ряд новых сложнолегированных сталей аустенитного класса. Данные стали обладают повышенными прочностными характеристиками при комнатной температуре, по сравнению с другими сталями 300 серии, и они имеют более высокую коррозионную стойкость. Это позволяет рассматривать их как в качестве конструкционного материала при комнатной температуре, так и перспективного биоматериала.

Одной из таких сталей, является аустенитная сталь 10X18H8ДЗБР. Сталь 10X18H8ДЗБР была разработана, как жаропрочная сталь для работы при повышенных температурах (выше 600°C). Повышенное сопротивление ползучести достигается за счет выделения мелкодисперсных карбонитридов ниобия (Nb(C,N)) и частиц Cu, которые равномерно выделяются при температурах эксплуатации. Сталь 10X18H8ДЗБР более стабильна, по сравнению с другими сталями 300 серии, за счет дополнительного легирования N и Cu. Можно ожидать, что стабилизация аустенита за счет легирования N и Cu приведет к более медленной кинетике сдвигового фазового $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения в процессе холодной деформации. Поскольку критическая степень деформации для развития сдвигового фазового $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения будет «сдвинута» в сторону больших степеней деформации следует ожидать формирования более мелкодисперсной структуры после холодной деформационной обработки. Однако систематические исследования закономерностей эволюции структуры в стали 10X18H8ДЗБР в процессе ИПД и последующего отжига, включая влияние степени деформации на механизмы формирования структуры в процессе ИПД, кинетику сдвигового фазового $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения, влияние деформационного двойникования не проводились. Особенности химического состава данной стали, влияющие на механизмы обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения, также требуют уточнения. Детальный

анализ механизмов и закономерностей формирования структуры в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР позволит получить новые данные о физике процессов, лежащих в основе получения СМК и/или НК структуры с использованием прямого и обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения и приступить к разработке научных основ технологии получения аустенитных сталей с улучшенными механическими свойствами. Последнее позволит расширить практическую область применения аустенитной стали 10X18H8ДЗБР как конструкционного материала при комнатной температуре, так и в качестве биоматериала. Таким образом, изучение механизмов формирования структуры в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР в процессе ИПД и последующего отжига представляет собой актуальную задачу физики прочности и имеет особый практический интерес.

Цель работы заключалась в изучении закономерностей структурообразования в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР в процессе интенсивной пластической деформации и последующего отжига и получении информации о влиянии СМК и/или НК структуры на механические свойства и коррозионную стойкость данной стали.

Для достижения указанной цели решались следующие задачи:

1. Исследование эволюции структуры в стали 10X18H8ДЗБР в процессе интенсивной пластической деформации при комнатной температуре.
2. Изучение структурных изменений в сильнодеформированной стали 10X18H8ДЗБР в процессе отжига.
3. Анализ механизмов формирования СМК и/или НК структуры в процессе ИПД и отжига стали 10X18H8ДЗБР.
4. Анализ влияния СМК и/или НК структуры на свойства (механические свойства и стойкость к межкристаллитной коррозии).

Научная новизна:

Показано, что холодная прокатка аустенитной стали 10X18H8ДЗБР до степени деформации $\varepsilon \sim 4$ приводит к формированию НК аустенитно–мартенситной структуры со средним поперечным размером зерен 50 нм.

Основными механизмами ответственными за формирование структуры в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР при ИПД, являются процесс фрагментации в аустените и мартенситное превращение. Процесс фрагментации, т.е. появление большеугловых границ зерен деформационного происхождения общего типа, начинается на ранних стадиях деформации. Кроме того, при относительно небольших степенях деформации развивается деформационное двойникование, которое приводит к формированию развитой двойниковой структуры. Двойниковые границы способствует развитию сдвигового фазового $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения при степени деформации свыше 1. Объемная доля аустенита уменьшается до 30% с увеличением степени деформации до $\varepsilon \sim 4$.

Перестройка решетки аустенита в решетку α' – мартенсита в процессе ИПД происходит с отклонением на $4-5^\circ$ от известных ориентационных соотношений. В некоторых случаях выполняется соотношение Питча $(1\ 0\ 0)_\gamma \parallel (0\ -1\ 1)_\alpha$, $[0\ -1\ -1]_\gamma \parallel [1\ -1\ -1]_\alpha$ или соотношение Гренингера – Трояно $(1\ 1\ 1)_\gamma \parallel (0\ 1\ 1)_\alpha$, $[-12\ -5\ 17]_\gamma \parallel [-7\ 17\ -17]_\alpha$ с точностью $\sim 2^\circ$.

Микроструктура, сформировавшаяся в процессе интенсивной пластической деформации в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР, обладает высокой термической

стабильностью. Размер зерен/(суб)зерен после отжига при температуре 700°C сохраняется менее 200 нм.

Установлено, что обратное фазовое $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращение при отжиге происходит как по сдвиговому, так и по диффузионному механизму. Действие двух разных механизмов обратного фазового превращения приводит к формированию различных структурных составляющих. Действие сдвигового механизма приводит к формированию вытянутых аустенитных зерен на месте ламелей α' – мартенсита с повышенной плотностью дислокаций, тогда как диффузионный механизм способствует формированию равноосных зерен аустенита с низкой плотностью дислокаций.

Показано, что формирование структуры со средним размером зерен от 0,05 до 1 мкм приводит к упрочнению аустенитной стали 10X18H8ДЗБР в соответствии с законом Холла – Петча:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_0 + K_y D^{-0,5}, \text{ где } \sigma_0 = 205 \text{ МПа, } K_y = 395 \text{ МПа} \times \text{мкм}^{0,5}.$$

Аустенитная сталь 10X18H8ДЗБР сохраняет стойкость к межкристаллитной коррозии в процессе термомеханической обработки, за исключением температуры отжига 600°C, в результате выделения карбидов Cr_{23}C_6 .

Практическое значение. Установленные закономерности формирования структуры, а также связь структуры с механическими свойствами, аустенитной стали 10X18H8ДЗБР в процессе ИПД и последующего отжига, позволяют выдать рекомендации по разработке технологии получения массивных заготовок с СМК и/или НК структурой, обеспечивающей необходимый уровень прочности и стойкости к межкристаллитной коррозии.

На защиту выносятся

1. Закономерности структурных изменений в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР в процессе интенсивной пластической деформации и последующем отжиге.

2. Механизмы формирования структуры в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР в процессе интенсивной пластической деформации при комнатной температуре и последующем отжиге.

3. Влияние микроструктуры на механическое поведение и стойкость к межкристаллитной коррозии аустенитной стали 10X18H8ДЗБР.

Апробация результатов работы. Результаты работы были представлены на международной конференции Thermec'2011, (г. Квебек, Канада, 1 – 5 августа 2011 г.); на международной конференции с элементами научной школы для молодёжи «Наноматериалы и нанотехнологии в металлургии и материаловедении», (г. Белгород, Россия, 13 – 15 октября 2011 г.); на Седьмой международной конференции «Фазовые превращения и прочность кристаллов», (г. Черногловка, Россия, 29 октября – 2 ноября 2012).

Вклад автора. Соискатель лично проводил структурные исследования, включая просвечивающую электронную микроскопию и растровую электронную микроскопию, механические испытания образцов, а также принимал непосредственное участие в обсуждении полученных результатов.

Достоверность результатов исследования обусловлена использованием нескольких независимых методов исследования микроструктуры (просвечивающая электронная микроскопия, анализ картин дифракции обратно рассеянных электронов), для определения соотношения фаз в аустенитной стали

10X18H8ДЗБР применяли атомно – силовую микроскопию, основываясь на разнице в магнитных свойствах α' – мартенсита и аустенита, и рентгеноструктурный анализ.

Публикации. Основное содержание диссертации представлено в 6 печатных работах, из них 3 статьи в изданиях, включенных в Перечень ВАК.

Структура и объём работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов и списка литературы. Работа изложена на 137 страницах, содержит 49 рисунков, 7 таблиц. Список источников включает 163 наименования.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность выбранной диссертационной темы, сформулированы ее цель, научная новизна и практическая ценность, также приведены основные положения, выносимые на защиту.

ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

В обзоре литературы рассмотрены методы получения СМК и/или НК структуры в различных материалах, в частности в аустенитных сталях, а также закономерности структурных изменений в процессе интенсивной пластической деформации. Рассмотрены непрерывная динамическая рекристаллизация и фазовое превращение как механизмы формирования СМК и/или НК структуры в аустенитных сталях. Проведен анализ литературных данных по деформационному двойникованию в аустенитных сталях. Показано, что формирование деформационных двойников способствует протеканию сдвигового фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения.

На основании проведенного анализа литературы была определена цель и сформулированы задачи диссертационного исследования.

ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве материала исследования была выбрана сталь 10X18H8ДЗБР. Химический состав стали представлен в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Химический состав аустенитной стали 10X18H8ДЗБР

| Основа | | Содержание химических элементов вес. % | | | | | | | | | |
|--------|-----|--|-----|------|------|------|------|-----|------|-------|-------|
| Fe | C | N | Si | Mn | Cr | Ni | Cu | Nb | P | S | B |
| Ост. | 0,1 | 0,12 | 0,1 | 0,95 | 18,4 | 7,85 | 2,24 | 0,5 | 0,01 | 0,006 | 0,005 |

Сталь 10X18H8ДЗБР отливали на базе ОАО НПО “ЦНИИТМАШ”, прутки сечением 20×20 мм² нагревали под закалку до температуры 1050°С с временем выдержки в течение 30 минут и последующим охлаждением в воду. Затем проводили предварительную обработку, которая заключалась в горячей прокатке заготовок с исходным поперечным сечением 20×20 мм² при температуре 700°С до степени деформации $\varepsilon \sim 1,5$. Истинную степень деформации оценивали по формуле:

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{F_0}{F_k}\right) \quad (1)$$

где, F_o – начальная площадь поперечного сечения, F_k – конечная площадь поперечного сечения. После горячей прокатки заготовку диаметром 10 мм отжигали при температуре 1100°C в течение 10 минут с последующим охлаждением в воду. Структуру, сформировавшуюся в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР после горячей прокатки при температуре 700°C до степени деформации $\varepsilon \sim 1,5$ с последующим отжигом при температуре 1100°C в течение 10 минут приняли за исходную структуру.

Интенсивную пластическую деформацию проводили методом одноосной прокатки при комнатной температуре заготовок с исходным поперечным сечением $9,2 \times 9,2$ мм². Степень деформации оценивали по формуле (1). Для исследований были выбраны образцы, прокатанные до степеней деформации 0,4; 1,2; 2; 4. Часть образцов после холодной прокатки при комнатной температуре до степени деформации $\varepsilon \sim 4$ подвергли отжигу в интервале температур от 500°C до 900°C и временем выдержки от 30 минут до 2 часов.

Структурные исследования проводили при помощи растровой электронной микроскопии на микроскопе Quanta 600FEG, оснащённом приставкой для регистрации картин микродифракции обратно рассеянных электронов, и просвечивающей электронной микроскопии на микроскопе Jeol 2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ.

Структурные исследования проводили в продольном сечении катаных прутков. Полученные картины микродифракции обратно рассеянных электронов использовали для определения текстуры, фазового состава, ориентационного соотношения между аустенитом и α' – мартенситом, распределения границ зерен по углам разориентировки. Размер зерен/субзерен измеряли методом случайных секущих в направлении перпендикулярном направлению прокатки. Точное определение разориентировки между кристаллитами проводили при помощи Кикучи – линий. Плотность дислокаций оценивали по точкам выхода дислокаций на поверхность фольги. На каждую точку было выполнено как минимум 6 измерений на произвольно выбранных изображениях участков тонкой структуры.

Содержание фаз, аустенита и α' – мартенсита, определяли на атомном зондовом микроскопе NTEGRAAura и при помощи рентгено – структурного анализа, который проводили на дифрактометре RigakuUltimaIV, равновесное содержание фаз считали при помощи программного обеспечения ThermoCalc с использованием базы данных TCFe6.

Автор выражает благодарность центру коллективного пользования «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» ФГАОУ ВПО НИУ «БелГУ» за предоставленное оборудование для проведения структурных исследований и механических испытаний.

ГЛАВА 3 МЕХАНИЗМЫ ФОРМИРОВАНИЯ СМК И/ИЛИ НК СТРУКТУРЫ СТАЛИ В ПРОЦЕССЕ ИПД

В данной главе рассмотрены механизмы формирования структуры в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР в процессе одноосной прокатки при комнатной температуре.

Установлено, что в процессе интенсивной пластической деформации в аустенитной стали действуют два механизма, ответственных за формирование структуры, такие как, процесс фрагментации, и фазовое $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение.

Следует отметить, что существенное влияние на действие указанных выше механизмов оказывает степень деформации.

На ранних стадиях деформации $\varepsilon \sim 0,4$ исходные аустенитные зерна вытягиваются вдоль направления течения металла, внутри них появляются вытянутые субзерна, окруженные границами деформационного происхождения (рис. 1а). Средняя разориентировка границ деформационного происхождения растет с увеличением степени деформации. Значительная часть границ деформационного происхождения является результатом развития процессов деформационного двойникования на ранних стадиях деформации. Двойникование происходит в семействе плоскостей $\{111\}$, что является типичным для металлов с ГЦК решеткой. Увеличение степени деформации сопровождается ростом количества двойников, развитием множественного двойникования, которое приводит к формированию нанодвойниковой структуры. В некоторых случаях поперечный размер двойников составляет ~ 10 нм.

Близко расположенные двойники и границы деформационного происхождения образуют участки, по своей морфологии, напоминающие микрополосы сдвига, которые отличаются повышенной плотностью дислокаций (рис. 1б, 1в).

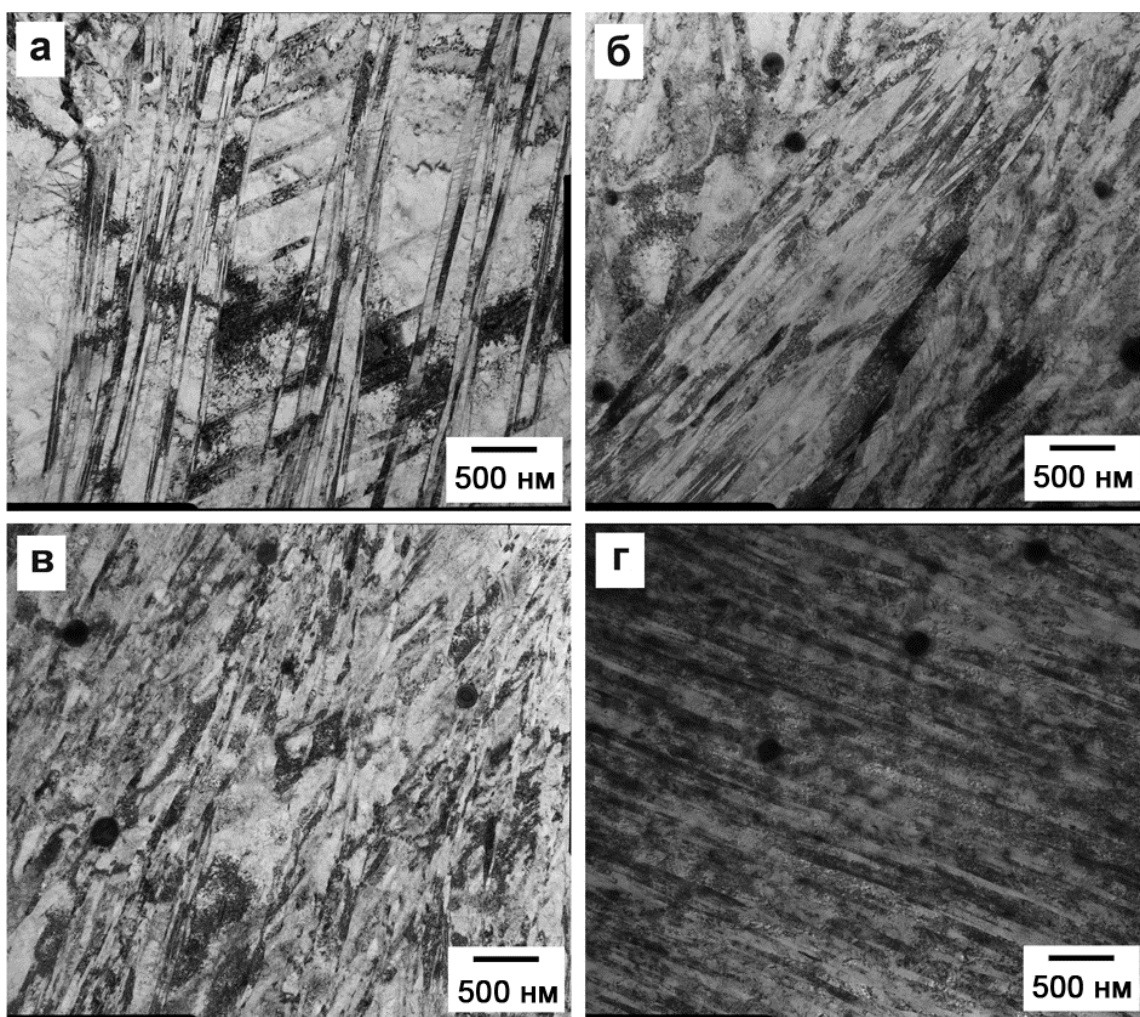


Рисунок 1 – Микроструктура аустенитной стали 10X18H8ДЗБР после холодной прокатки до степеней деформации $\varepsilon \sim 0,4$ (а), $\varepsilon \sim 1$ (б), $\varepsilon \sim 2$ (в), $\varepsilon \sim 4$ (г)

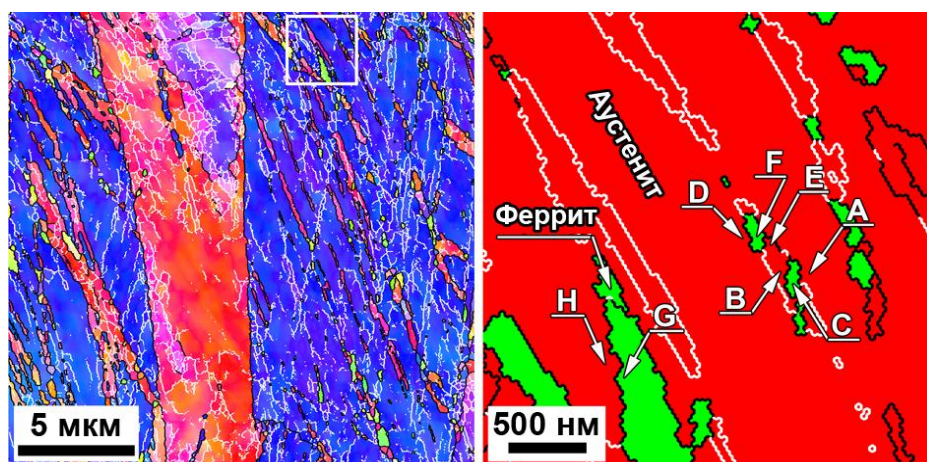


Рисунок 2 – Микроструктура аустенитной стали 10X18H8ДЗБР после холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 1,2$.

Увеличенное изображение показывает формирование зародышей α' – мартенсита. Белыми и черными линиями показаны CSL $\Sigma 3$ и большеугловые границы, соответственно

Увеличение степени деформации свыше 1 инициирует фазовое $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение, так как, аустенит в исследуемой стали метастабилен при комнатной температуре. Показано, что зерна α' – мартенсита в первую очередь появляются на двойниках деформации, вблизи их границ (рис. 2).

В интервале степеней деформации 1,2–2 фазовое превращение оказывает основное влияние на формирование структуры в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР. Одновременно с фазовым превращением в стали продолжает развиваться множественное двойникование, которое способствует зарождению α' – мартенсита в γ – фазе.

Фазовое превращение приводит к быстрому снижению количества аустенита в интервале степеней деформации 1,2–2 до 60%. Затем кинетика фазового превращения замедляется, и при достижении степени деформации $\varepsilon \sim 4$ доля аустенита уменьшается до порядка 30% (рис. 4). Фазовое $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение связано с перестройкой ГЦК решетки аустенита в ОЦК решетку α' – мартенсита.

Известно несколько ориентационных соотношений для перестройки решеток ГЦК \rightarrow ОЦК: соотношение Курдюмова – Закса (К–З), $(1\ 1\ 1)_\gamma \parallel (0\ 1\ 1)_\alpha$, $[-1\ 0\ 1]_\gamma \parallel [-1\ -1\ 1]_\alpha$; соотношение Нишиямы – Вассермана (Н–В), $(1\ 1\ 1)_\gamma \parallel (0\ 1\ 1)_\alpha$, $[1\ 1\ -2]_\gamma \parallel [0\ -1\ 1]_\alpha$; соотношение Питча (П), $(1\ 0\ 0)_\gamma \parallel (0\ -1\ 1)_\alpha$, $[0\ -1\ -1]_\gamma \parallel [1\ -1\ -1]_\alpha$; соотношение Гренингера – Трояно (Г–Т), $(1\ 1\ 1)_\gamma \parallel (0\ 1\ 1)_\alpha$, $[-12\ -5\ 17]_\gamma \parallel [-7\ 17\ -17]_\alpha$; и обратное соотношение Гренингера – Трояно (Г–Т'), $(0\ 1\ 1)_\gamma \parallel (1\ 1\ 1)_\alpha$, $[7\ -17\ 17]_\gamma \parallel [-5\ -12\ 17]_\alpha$.

Анализ ориентационных соотношений проводили по следующей методике. На полученном изображении картин микродифракции обратно рассеянных электронов вблизи межфазной границы выбрали две точки, одну внутри зародыша α' – мартенсита, вторую точку выбрали в аустенитной матрице. Для выбранных точек из программного обеспечения TSL OIM Analysis выписали индексы плоскости (hkl), плоскость лежит в плоскости прокатки, и направления $\langle UVW \rangle$, направление параллельно направлению прокатки. Угол и ось разориентировки между двумя выбранными точками определяли при помощи поворотной матрицы,

$\hat{R}_{\text{эксп}}$:

$$\hat{R}_{\text{эксп}} = \hat{A} * \hat{B}^{-1} \quad (2)$$

где \hat{A} и \hat{B} – ориентационные матрицы двух выбранных точек. В кубической сингонии существует 24 эквивалентных поворота, которые можно описать при помощи матрицы эквивалентных поворотов, \hat{R} :

$$\hat{R} = \hat{B} * \hat{A}^{-1} \quad (3)$$

Угол разориентировки $\theta_{\text{эксп}}$ для кристаллогеометрической системы определяется следом матрицы $\hat{R}_{\text{эксп}}$,

$$\theta_{\text{эксп}} = \arccos\left(\frac{\sum R_{ii} - 1}{2}\right) \quad (4)$$

Ось поворота для кубических кристаллов лежит в направлении $\langle UVW \rangle_{\text{эксп}}$,

$$\langle UVW \rangle_{\text{эксп}} = [R_{32} - R_{23}, R_{13} - R_{31}, R_{21} - R_{12}] \quad (5)$$

Для всех ориентационных соотношений известны плоскости $(h_i \ k_i \ l_i)$ и направления $\langle U_i \ V_i \ W_i \rangle$ параллельные между собой в γ и α' фазе, проведя анализ известных ориентационных соотношений получили:

поворотные матрицы, $\hat{R}_{i \text{ теор}}$,

$$\hat{R}_{i \text{ теор}} = \hat{A}_i * \hat{B}_i^{-1} \quad (6)$$

где, \hat{A}_i и \hat{B}_i – ориентационные матрицы для i – ориентационного соотношения. Угол разориентировки и ось поворота можно рассчитать по формулам (4), (5).

Таким образом, после определения угла и оси разориентировки для двух выбранных точек на картине микродифракции обратно рассеянных электронов и для ориентационных соотношений, проводили сравнение для экспериментальных и теоретических углов и осей разориентировок. При сравнении выбирали теоретический угол разориентировки максимально близкий к экспериментальному углу разориентировки.

Полагая, что экспериментально наблюдаемая ориентировка зародыша α' – мартенсита может быть получена, как,

$$\hat{A}_{\text{М эксп}} = \hat{R}_{\text{эксп}} * \hat{A}_A \quad (7),$$

а рассчитанная ориентировка зародыша α' – мартенсита по одному из известных ориентационных соотношений,

$$\hat{A}_{\text{М теор}} = \hat{R}_{\text{теор}} * \hat{A}_A \quad (8)$$

Отклонение экспериментальной ориентации зародыша α' – мартенсита от рассчитанной ориентации зародыша α' – мартенсита по одному из известных ориентационных соотношений будет,

$$\hat{R}_{\text{откл}} = \hat{A}_{\text{М эксп}} * \hat{A}_{\text{М теор}}^{-1} \quad (9)$$

Угол отклонения экспериментальной ориентации зародыша α' – мартенсита от рассчитанной ориентации зародыша α' – мартенсита по одному из известных ориентационных соотношений будет определяться следом матрицы $\hat{R}_{\text{откл}}$,

$$\theta_{\text{откл}} = \arccos\left(\frac{\sum R_{ii} - 1}{2}\right) \quad (10)$$

Установлено, что перестройка решетки аустенита в решетку α' – мартенсита в стали 10X18H8ДЗБР в процессе холодной прокатки происходит с отклонением на $4\text{--}5^\circ$ от известных ориентационных соотношений (табл. 3.1). Следует отметить, что ориентация зародыша α' – мартенсита, отмеченного буквой F на рисунке 2, удовлетворяет ориентационному соотношению Гренингера – Трояно (с точностью $1,9^\circ$) и/или соотношению Питча (угол отклонения $2,5^\circ$).

На рисунке 3а видно, что аустенит на ранних стадиях деформации характеризуется бимодальным распределением границ с двумя пиками: первый пик, соответствующий границам с углом разориентировки менее 15° , характеризующий появление границ деформационного происхождения и второй пик, соответствующий границам с углом разориентировки 60° , появление которых обусловлено протеканием деформационного двойникования. Тогда как α' – мартенсит демонстрирует острый пик, соответствующий границам с углом разориентировки $40\text{--}50^\circ$ (рис. 3б), таким образом, появление данного пика подтверждает протекание фазового $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения в соответствии с ориентационными соотношениями. Холодная прокатка аустенитной стали 10X18H8ДЗБР до степени деформации $\varepsilon \sim 4$ приводит к исчезновению пика границ, появившихся в результате деформационного двойникования в аустените, и к более равномерному распределению границ в α' – мартенсите, что, вероятнее всего, связано с замедлением кинетики фазового $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения (рис. 3в, 3г).

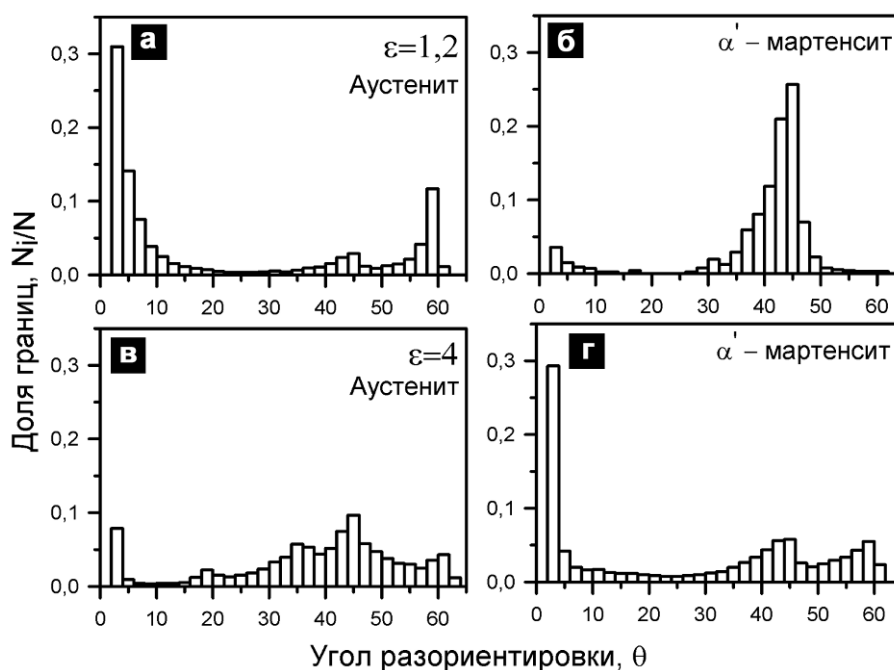


Рисунок 3 – Распределение разориентировок для (суб)границ аустенита и α' – мартенсита в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР после холодной прокатки до степеней деформации $\varepsilon \sim 1,2$ (а, б) и $\varepsilon \sim 4$ (в, г)

В процессе холодной прокатки в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР формируется двухфазная НК структура, состоящая из ламелей аустенита и α' – мартенсита, значительно вытянутых в направлении приложенной деформации со средним поперечным размером структурных элементов 50 нм (рис. 1г).

Двухфазная структура, сформировавшаяся в процессе холодной прокатки, характеризуется случайной разориентировкой между границами. Присутствуют

как малоугловые границы, характерные для дислокационных стенок, так и большеугловые границы, характерные для границ общего типа. Следует отметить, что при малых степенях деформации исследуемая сталь демонстрирует высокую скорость уменьшения размера структурных элементов (зерен/(суб)зерен), что связано с развитием деформационного двойникования. При дальнейшем увеличении степени деформации кинетика измельчения структуры замедляется и в интервале степеней деформации $\varepsilon \sim 1,2-4$ размер структурных элементов практически не изменяется (рис. 4).

Таблица 3.1 – Ориентационное соотношение между аустенитом и α' – мартенситом в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР, после холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 1,2$

| | Угол поворота и ось, $\theta < UVW >$ | Отклонение от заданных соотношений | | | | |
|------|--|------------------------------------|--------------|-------------|-------------------|--------------------|
| | | $\Delta K-Z$ | $\Delta H-B$ | $\Delta П$ | $\Delta \Gamma-T$ | $\Delta \Gamma-T'$ |
| К-З | $42,9^\circ < 0,178; -0,178; 0,968 >$ | 0° | $5,3^\circ$ | $5,3^\circ$ | $2,4^\circ$ | $2,4^\circ$ |
| Н-В | $46,0^\circ < 0,201; -0,083; 0,976 >$ | $5,3^\circ$ | 0° | $7,4^\circ$ | $2,9^\circ$ | $5,8^\circ$ |
| П | $46,0^\circ < -0,201; -0,083; 0,976 >$ | $5,3^\circ$ | $7,4^\circ$ | 0° | $5,8^\circ$ | $2,9^\circ$ |
| Г-Т | $44,2^\circ < 0,189; -0,133; 0,973 >$ | $2,4^\circ$ | $2,9^\circ$ | $5,8^\circ$ | 0° | $3,4^\circ$ |
| Г-Т' | $44,2^\circ < -0,189; -0,133; 0,973 >$ | $2,4^\circ$ | $5,8^\circ$ | $2,9^\circ$ | $3,4^\circ$ | 0° |
| А, С | $46,0^\circ < -0,154; -0,273; 0,950 >$ | $5,4^\circ$ | $4,7^\circ$ | $8,8^\circ$ | $4,3^\circ$ | $6,7^\circ$ |
| В, С | $44,7^\circ < 0,109; 0,991; -0,073 >$ | $5,8^\circ$ | $5,9^\circ$ | $4,4^\circ$ | $5,2^\circ$ | $4,5^\circ$ |
| Д, F | $45,2^\circ < 0,054; 0,158; -0,986 >$ | $5,7^\circ$ | $6,4^\circ$ | $2,5^\circ$ | $5,4^\circ$ | $3,7^\circ$ |
| Е, F | $45,1^\circ < 0,963; -0,153; -0,221 >$ | $3,1^\circ$ | $3,4^\circ$ | $6,5^\circ$ | $1,9^\circ$ | $4,2^\circ$ |
| Н, G | $39,9^\circ < 0,142; -0,133; -0,981 >$ | $3,8^\circ$ | $7,2^\circ$ | $6,9^\circ$ | $4,9^\circ$ | $4,8^\circ$ |

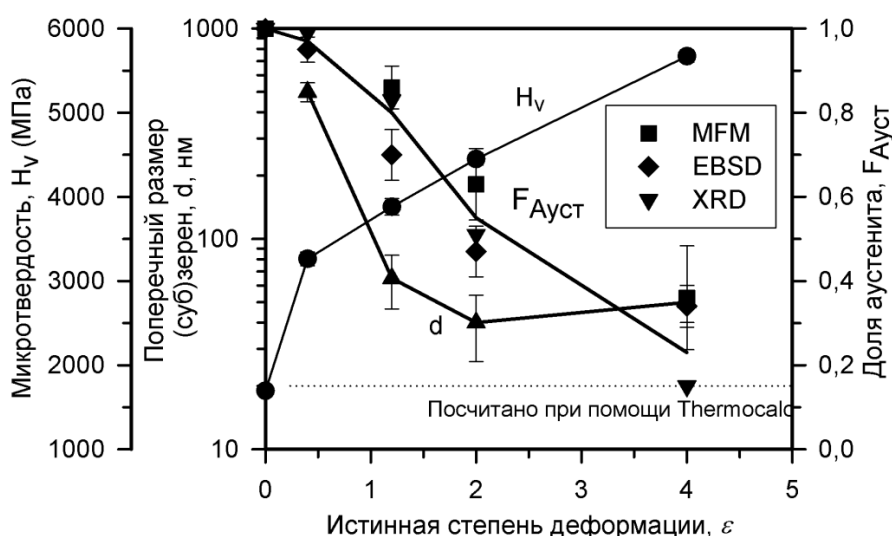


Рисунок 4 – Зависимость микротвердости, поперечного размера (суб)зерен и доли аустенита в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР от степени деформации в процессе холодной прокатки

Проведение холодной прокатки до незначительных степеней деформации, $\varepsilon \sim 0,4$, приводит к резкому упрочнению, микротвердость возрастает до 3000 МПа. С дальнейшим увеличением степени деформации коэффициент упрочнения

уменьшается до ~ 700 МПа на единицу деформации и сохраняется постоянным в интервале степеней деформации $\varepsilon \sim 1-4$, микротвердость в указанном интервале возрастает практически линейно, что, вероятнее всего, связано с недостаточным протеканием динамического возврата, который не обеспечивает полной релаксации накопленной при деформации энергии (рис.4). Установлено, что зависимость микротвердости от степени деформации является не типичной для металлов с ГЦК решеткой, полученная зависимость указывает на непрерывное структурное упрочнение, происходящее в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР в процессе холодной прокатки до значительной степени деформации, $\varepsilon \sim 4$.

ГЛАВА 4 СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ СТАЛИ С НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРОЙ, ПОЛУЧЕННОЙ ИПД, В ПРОЦЕССЕ ОТЖИГА

В данной главе рассмотрены структурные изменения, происходящие в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР после ИПД в процессе последующего отжига в интервале температур $400^{\circ}\text{C}-900^{\circ}\text{C}$.

Отжиг аустенитной стали 10X18H8ДЗБР после холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 4$ при температуре менее 600°C не приводит к значительным изменениям в структуре. Сохраняется структура ламельного типа с повышенной плотностью дислокаций, сформировавшаяся в процессе холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 4$ (рис. 5а).

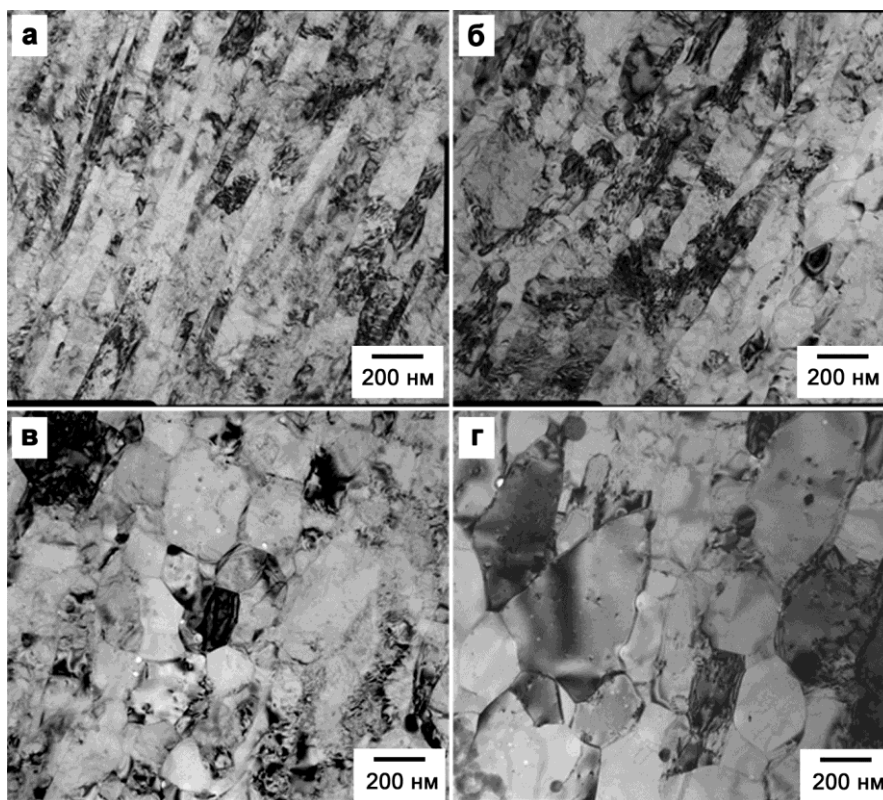


Рисунок 5 – Микроструктура аустенитной стали 10X18H8ДЗБР после холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 4$ и последующего отжига при температурах 500°C (а), 600°C (б), 700°C (в), 800°C (г) в течение 30 минут

Повышение температуры отжига до 600°C инициирует обратное фазовое $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращение в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР, доля аустенита возрастает

до 60% и продолжает расти с увеличением температуры отжига (рис. 8). Отметим, что структуру, формирующуюся в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР после холодной прокатки в процессе последующего отжига при температуре 600°C можно разделить на два типа (рис. 5б):

Тип 1 – сформировавшиеся новые зерна аустенита с повышенной плотностью дислокаций. Формирование первого типа структурных элементов связано с протеканием обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения по сдвиговому механизму, которое сопровождается формированием новых зерен аустенита на месте ламелей α' – мартенсита. Новые зерна аустенита отличаются повышенной плотностью дислокаций и морфологически их сложно отличить от присутствующего в структуре α' – мартенсита.

Тип 2 – зародившиеся новые равноосные зерна аустенита с низкой плотностью дислокаций. Формирование второго типа структурных элементов проходит по диффузионному механизму обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения, новые зерна аустенита зарождаются вблизи границ и демонстрируют пониженную плотность дислокаций. Формирование равноосных зерен по диффузионному механизму разбивает структуру ламельного типа, сформировавшуюся после холодной прокатки, делая ее более равноосной.

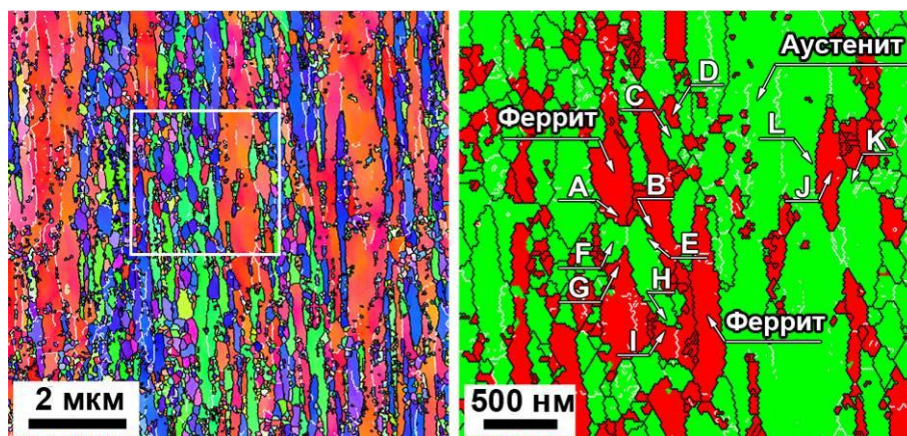


Рисунок 6 – Микроструктура аустенитной стали 10X18H8ДЗБР после холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 4$ и последующего отжига при температуре 600°C в течение 30 минут. Белыми и черными линиями указаны мало – и большеугловые границы, соответственно

Для определения механизмов обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения проводили анализ ориентационных соотношений по методике, описанной в третьей главе. Установлено, что для зерен аустенита, отмеченных буквами С и К (рис. 6), выполняются ориентационные соотношения: Гренингера – Трояно $(1\ 1\ 1)_\gamma \parallel (0\ 1\ 1)_\alpha$, $[-12\ -5\ 17]_\gamma \parallel [-7\ 17\ -17]_\alpha$ (угол отклонения 3,6°) и Нишиямы – Вассермана $(1\ 1\ 1)_\gamma \parallel (0\ 1\ 1)_\alpha$, $[1\ 0\ -2]_\gamma \parallel [0\ -1\ 1]_\alpha$ (угол отклонения равен 2,1°) (табл. 4.1). В то же время в структуре присутствуют зерна, для которых отклонение от ориентационных соотношений составляет более 5°, т.е. ориентационные соотношения не выполняются. Значительно вытянутые зерна, присутствующие в структуре, сформировались по сдвиговому механизму, тогда как, зерна, формирующиеся по диффузионному механизму, отличаются более равноосной формой. Таким образом, два механизма обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$

превращения, сдвиговой и диффузионный, действуют в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР одновременно.

Таблица 4.1 – Ориентационное соотношение между аустенитом и α' – мартенситом в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР, после холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 4$ с последующим отжигом при температуре 600°C в течение 30 минут

| Угол поворота и ось, $\theta < UVW >$ | | Отклонение от заданных соотношений | | | | |
|---------------------------------------|---|------------------------------------|--------------|--------------|-------------------|--------------------|
| | | $\Delta K-3$ | $\Delta H-B$ | $\Delta \Pi$ | $\Delta \Gamma-T$ | $\Delta \Gamma-T'$ |
| F, A | $38,2^\circ < 0,874; -0,004; -0,486 >$ | $15,2^\circ$ | $15,0^\circ$ | $15,1^\circ$ | $14,9^\circ$ | $15,0^\circ$ |
| F, G | $35,2^\circ < 0,702; -0,107; -0,704 >$ | $23,8^\circ$ | $25,1^\circ$ | $25,0^\circ$ | $24,3^\circ$ | $24,2^\circ$ |
| E, B | $36,7^\circ < 0,135; -0,449; 0,883 >$ | $12,5^\circ$ | $16,3^\circ$ | $13,8^\circ$ | $14,9^\circ$ | $12,8^\circ$ |
| C, D | $44,1^\circ < 0,989; -0,12; 0,088 >$ | $4,8^\circ$ | $4,1^\circ$ | $5,5^\circ$ | $3,6^\circ$ | $4,4^\circ$ |
| H, I | $39,3^\circ < -0,127; 0,954; -0,271 >$ | $5,6^\circ$ | $10,8^\circ$ | $7,5^\circ$ | $7,9^\circ$ | $6,0^\circ$ |
| K, J | $45,5^\circ < -0,053; -0,235; 0,971 >$ | $4,7^\circ$ | $2,1^\circ$ | $6,2^\circ$ | $2,6^\circ$ | $4,8^\circ$ |
| J, L | $41,1^\circ < -0,005; -0,968; -0,250 >$ | $7,9^\circ$ | $6,3^\circ$ | $6,5^\circ$ | $6,7^\circ$ | $7,0^\circ$ |

Из анализа литературы следует, что минимальная движущая сила, необходимая для развития обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения по сдвиговому механизму составляет $-500 \text{ Дж} \cdot \text{моль}^{-1}$. На рисунке 7 приведена зависимость движущей силы ($\Delta G^{\alpha' \rightarrow \gamma}$) от температуры (Т) для исследуемой стали, для сравнения также приведены данные для других аустенитных сталей 300 серии. Расчет значений движущей силы проводили с использованием программного обеспечения ThermoCalc. Для исследуемой стали расчет значений движущей силы дополнительно проводили по формуле, предложенной Такаки:

$$\Delta G^{\alpha' \rightarrow \gamma} = 10^{-2} \Delta G_{Fe}^{\alpha' \rightarrow \gamma} (100 - Cr - Ni) - 97,5Cr + 2,02Cr^2 - 108,8Ni + 0,52Ni^2 - 0,05CrNi + 10^{-3}T(73,3Cr - 0,67Cr^2 + 50,2Ni - 0,84Ni^2 - 1,51CrNi) \quad (11)$$

где, $\Delta G_{Fe}^{\alpha' \rightarrow \gamma}$ – разница в свободной энергии α' и γ в чистом железе, Т – выбранная температура в Кельвинах, Cr и Ni – количество легирующих элементов в массовых долях %.

Из рисунка видно, что зависимость движущей силы от температуры отжига для исследуемой стали, полученная с использованием формулы, предложенной Такаки, хорошо совпадает с зависимостями для аустенитных сталей AISI301 (15X18H8) и AISI304 (08X18H8), полученными с использованием программного обеспечения ThermoCalc, с близкими значениями соотношения Ni/Cr. Поскольку необходимое значение движущей силы ($-500 \text{ Дж} \cdot \text{моль}^{-1}$) для данных сталей не достигается во всем интервале температур, развитие обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения по сдвиговому механизму невозможно. В тоже время, зависимость движущей силы от температуры для исследуемой стали, полученная с использованием программного обеспечения ThermoCalc, демонстрирует достижение необходимого значения движущей силы при температуре отжига около 600°C. Расчетные данные хорошо согласуются с экспериментальными, т.е. обратное фазовое $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращение по сдвиговому механизму протекает при

температуре 600°C. Различие в полученных зависимостях движущей силы от температуры для исследуемой стали может быть связано со сложным химическим составом стали, поскольку, формула, предложенная Такаки, учитывает только основные легирующие элементы (Ni и Cr).

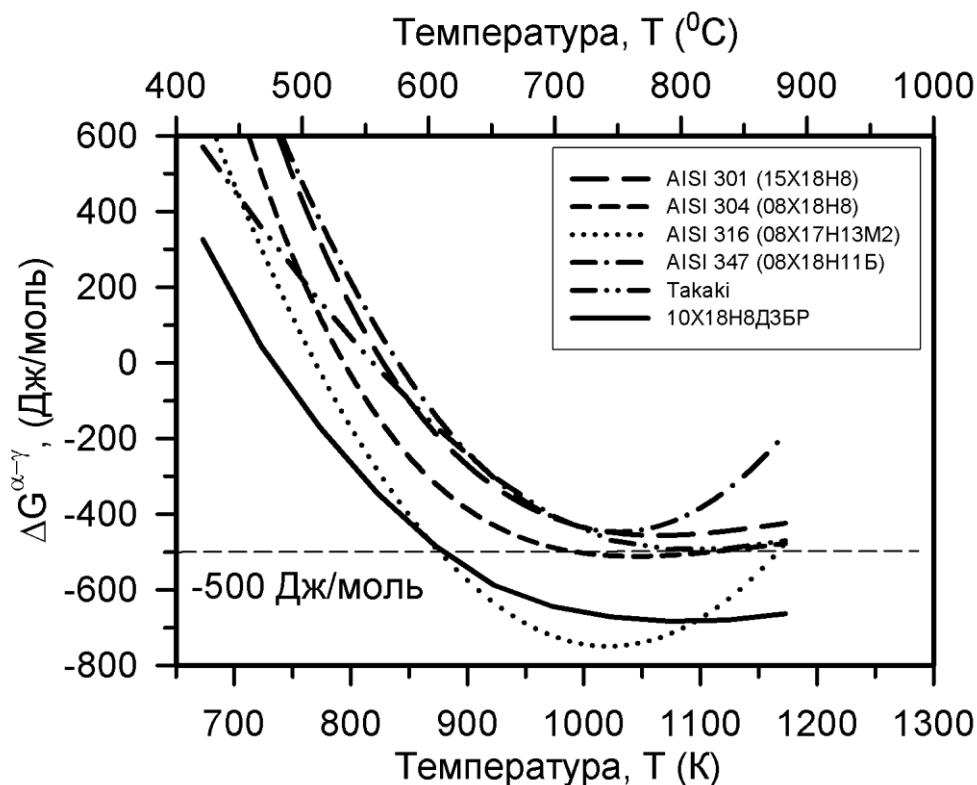


Рисунок 7 – Зависимость движущей силы ($\Delta G^{\alpha' \rightarrow \gamma}$) от температуры отжига (T) для аустенитных сталей

В интервале температур 600–700°C вслед за обратным фазовым $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращением развивается непрерывная рекристаллизация, которая способствует формированию равноосной СМК структуры (рис. 5в). Протеканию непрерывной рекристаллизации содействуют процессы однородного возврата и обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения по сдвиговому механизму, развивающиеся при низкотемпературном отжиге, которые формируют значительное количество центров рекристаллизации.

В процессе отжига при температуре выше 700°C в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР развивается прерывистая рекристаллизация (рис. 5г), этому способствуют новые зерна аустенита с пониженной плотностью дислокаций, сформировавшиеся по диффузионному механизму обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения.

Структура, сформировавшаяся в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР в процессе ИПД при комнатной температуре является термически стабильной и сохраняет размер структурных элементов (зерен/субзерен) в интервале температур 600–700°C (рис. 8). Значительный рост размера структурных элементов происходит при температуре отжига аустенитной стали 10X18H8ДЗБР выше 800°C, что связано с протеканием процессов рекристаллизации.

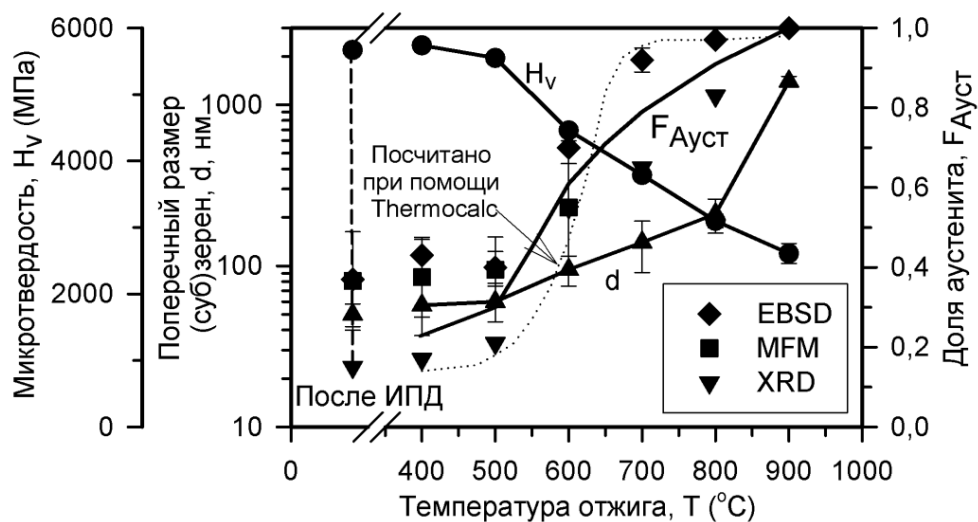


Рисунок 8 – Зависимость микротвердости, поперечного размера (суб)зерен и доли аустенита от температуры отжига в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР после холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 4$

Полученная зависимость микротвердости от температуры отжига после холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 4$ для аустенитной стали 10X18H8ДЗБР полностью коррелирует со структурными изменениями, происходящими в процессе отжига. Микротвердость постепенно уменьшается с увеличением температуры отжига аустенитной стали 10X18H8ДЗБР. Следует отметить, что полностью рекристаллизованная структура при температуре отжига 900°C демонстрирует микротвердость, равную 2610 МПа, что выше практически на 1000 МПа, чем в исходном состоянии до интенсивной пластической деформации.

ГЛАВА 5 СВОЙСТВА АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 10X18H8ДЗБР

В данной главе рассмотрено влияние СМК и/или НК структуры на свойства, такие как прочностные характеристики и коррозионная стойкость аустенитной стали 10X18H8ДЗБР, в процессе холодной прокатки и последующего отжига.

В исходном состоянии, после горячей прокатки и последующего отжига, аустенитная сталь 10X18H8ДЗБР демонстрирует относительно низкое значение предела текучести $\sigma_{0,2} = 295$ МПа, тогда как относительное удлинение составляет порядка 60%. Проведение холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 0,4$ приводит к резкому росту значения предела текучести до 1010 МПа. Значительный рост предела текучести аустенитной стали 10X18H8ДЗБР четко коррелирует с уменьшением размера зерен/(суб)зерен на ранних стадиях деформации (рис. 4). Одновременно с резким ростом предела текучести, значение относительного удлинения падает до $\sim 12\%$ после холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 0,4$. Предел текучести аустенитной стали 10X18H8ДЗБР непрерывно возрастает с увеличением степени деформации и достигает максимального значения $\sigma_{0,2} = 2050$ МПа при степени деформации $\varepsilon \sim 4$. В тоже время относительное удлинение исследуемой стали демонстрирует обратную зависимость. С увеличением степени деформации значение относительного удлинения постепенно уменьшается до $\sim 4,5\%$ при $\varepsilon \sim 4$.

Последующий отжиг сильнодеформированной аустенитной стали 10X18H8ДЗБР при температуре 500°C приводит к снижению предела текучести до 1700 МПа, тогда как относительное удлинение сохраняется на уровне образцов после холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 4$ порядка 4%. Дальнейшее повышение температуры отжига до 600°C способствует уменьшению предела текучести аустенитной стали 10X18H8ДЗБР до 1355 МПа. При данной температуре отжига развивается обратное $\alpha' \rightarrow \gamma$ фазовое превращение, в результате которого новые равноосные аустенитные зерна начинают замещать структуру ламельного типа, сформировавшуюся в процессе холодной прокатки. Как следствие, значение относительного удлинения увеличивается до 6%. Отжиг при температуре 700°C снижает предел текучести до 1090 МПа, что в два раза ниже, чем значение предела текучести аустенитной стали 10X18H8ДЗБР после ИПД до степени деформации $\varepsilon \sim 4$. Вследствие развития процессов рекристаллизации при температуре отжига 800°C в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР формируется равноосная структура, что приводит к росту значения относительного удлинения до 30%. Одновременно с ростом характеристик пластичности значение предела текучести падает до 695 МПа. Отметим, что исследуемая сталь после отжига при температуре 800°C демонстрирует значение предела текучести в два раза выше $\sigma_{0,2} = 695$ МПа, чем в исходном состоянии, после горячей прокатки и последующего отжига, $\sigma_{0,2} = 295$ МПа. Таким образом, варьируя степень деформации и температуру отжига, можно изменять предел текучести стали 10X18H10ДЗБР от 295 до 2050 МПа.

В таблице 5.1 приведены механические свойства аустенитной стали 10X18H8ДЗБР после испытаний на растяжение при комнатной температуре. Из таблицы видно, что основное влияние на механические свойства исследуемой стали после холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 4$ оказывает температура отжига, поскольку происходит переход от процессов возврата при низкотемпературном отжиге к развитию обратного $\alpha' \rightarrow \gamma$ фазового превращения в интервале температур отжига 600–700°, а затем, при температуре отжига 800°C, к протеканию процессов рекристаллизации в структуре аустенитной стали 10X18H8ДЗБР. Тогда как время выдержки практически не влияет на механические свойства исследуемой стали.

На рисунке 9 приведена зависимость предела текучести от размера зерна аустенитной стали 10X18H8ДЗБР, для сравнения также приведены данные из литературы для различных сталей аустенитного класса. Из рисунка видно, что формирование СМК и/или НК структуры в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР в процессе холодной прокатки и последующего отжига приводит к упрочнению в соответствии с законом Холла – Петча: $\sigma_{0,2} = \sigma_0 + K_y D^{-0,5}$, где $\sigma_0 = 205$ МПа, $K_y = 395 \text{ МПа} \times \text{мкм}^{0,5}$.

В исходном состоянии аустенитная сталь 10X18H8ДЗБР является стойкой к межкристаллитной коррозии, поскольку на анодно – катодной развертке заряд реактивации, характеризующий развитие процессов межкристаллитной коррозии, равен 0 (рис. 10). В тоже время поверхность образцов подвержена воздействию общей коррозии, в частности питтинговой коррозии, тогда как границы зерен демонстрируют стойкость к межкристаллитной коррозии. Проведение холодной прокатки приводит к появлению пика реактивации (рис. 10). Соответственно,

значение соотношения пика реактивации к пику пассивации увеличивается от 0, в исходном состоянии, до 0,029 после холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 0,4$ (табл. 5.2), т.е. аустенитная сталь 10X18H8ДЗБР сохраняет стойкость к межкристаллитной коррозии, поскольку соотношения пика реактивации к пику пассивации менее 0,11. При значении указанного соотношения более 0,11 сталь считается склонной к межкристаллитной коррозии.

Таблица 5.1 – Механические свойства в аустенитной стали 10X18H8ДЗБР после испытаний на растяжение при комнатной температуре

| Состояние | $d_{\text{попереч}}, \text{мкм}$ | Hv, МПа | $\sigma_{0,2}$, МПа | σ_B , МПа | δ , % |
|------------------------|----------------------------------|----------|----------------------|------------------|--------------|
| Исходное состояние | 10 | 1695±40 | 295 | 660 | 60,9 |
| $\varepsilon \sim 0,4$ | 0,5±0,051 | 3260±80 | 1010 | 1070 | 11,6 |
| $\varepsilon \sim 1,2$ | 0,065±0,018 | 3880±100 | 1380 | 1465 | 7,5 |
| $\varepsilon \sim 2$ | 0,04±0,013 | 4450±70 | 1465 | 1585 | 5,5 |
| $\varepsilon \sim 4$ | 0,05±0,006 | 5700±70 | 2050 | 2065 | 4,6 |
| 500 °С, 30 минут | 0,06±0,007 | 5500±30 | 2090 | 2180 | 1,4 |
| 500 °С, 2 часа | 0,06±0,007 | 5710±40 | 1690 | 1825 | 2,7 |
| 500 °С, 8 часа | 0,07±0,008 | 5400±30 | 1740 | 1920 | 1,2 |
| 600 °С, 30 минут | 0,09±0,010 | 4500±70 | 1400 | 1475 | 3,7 |
| 600 °С, 2 часа | 0,09±0,010 | 4970±80 | 1355 | 1520 | 6,6 |
| 600 °С, 8 часа | 0,10±0,012 | 4010±80 | 1335 | 1550 | 8,3 |
| 700 °С, 30 минут | 0,14±0,015 | 3800±40 | 1150 | 1225 | 3,8 |
| 700 °С, 2 часа | 0,17±0,020 | 3680±50 | 1090 | 1160 | 19,6 |
| 800 °С, 30 минут | 0,45±0,055 | 3100±90 | 695 | 940 | 30,2 |

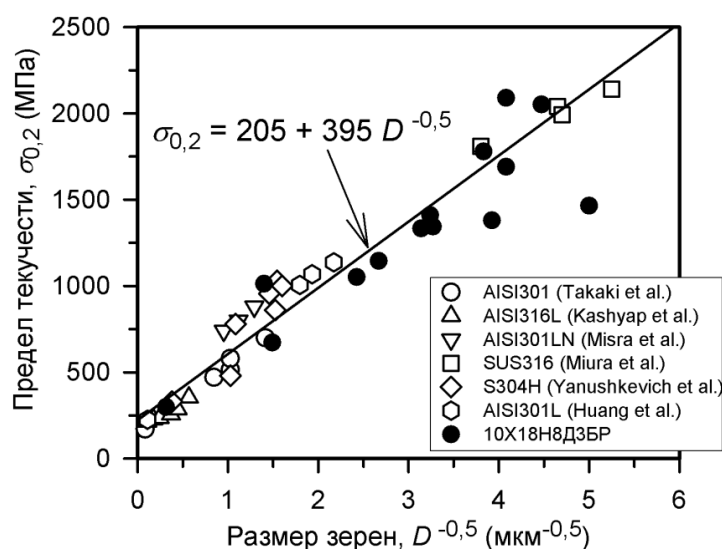


Рисунок 9 – Зависимость предела текучести от размера зерен для аустенитной стали 10X18H8ДЗБР

С увеличением степени деформации в процессе холодной прокатки значение соотношения пика реактивации к пику пассивации постепенно возрастает и достигает значения 0,073 при степени деформации $\varepsilon \sim 4$. Таким образом, исследуемая сталь сохраняет стойкость к межкристаллитной коррозии во всем интервале исследуемых степеней деформации, поскольку значение соотношения пика реактивации к пику пассивации остается менее 0,11.

Постепенное увеличение значения указанного соотношения, вероятнее всего, связано с уменьшением размера структурных элементов, т.е. с увеличением плотности границ, в процессе холодной прокатки.

Последеформационный отжиг (после холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 4$) при температурах 400°C и 500°C не приводит к значительным изменениям, соотношения пика реактивации к пику пассивации составляют 0,050 и 0,059, соответственно. Отметим, что значение плотности тока реактивации уменьшается в два раза по сравнению с указанной характеристикой после холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 4$, и составляет 1,3 мА/см².

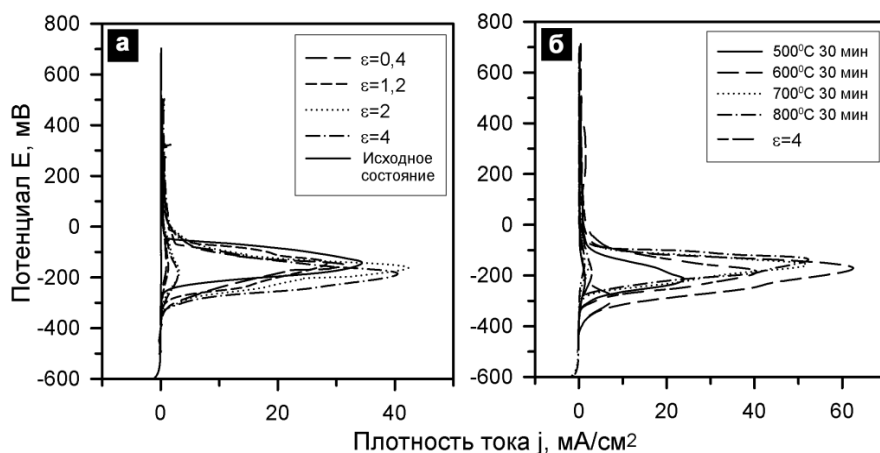


Рисунок 10 – Кривые анодно – катодной развертки полученные методом потенциодинамической реактивации: после холодной прокатки до указанных степеней деформации (а) и после холодной прокатки до степени деформации $\varepsilon \sim 4$ с последующим отжигом при указанных температурах в течение 30 минут (б) для аустенитной стали 10X18H8ДЗБР

Увеличение температуры отжига до 600°C приводит к значительному росту пика реактивации, плотность тока реактивации равна 7,3 мА/см², в результате чего значение соотношения пика реактивации к пику пассивации увеличивается до 0,114, т.е. аустенитная сталь 10X18H8ДЗБР становится склонной к межкристаллитной коррозии. Склонность аустенитных сталей к межкристаллитной коррозии связана с выделением карбидов Cr_{23}C_6 по границам зерен, что приводит к появлению областей вблизи границ зерен обедненных Cr, т.е. к локальной неоднородности в химическом составе.

Сохранение стойкости к межкристаллитной коррозии при температуре отжига менее 600°C, вероятнее всего, связано с недостаточной скоростью диффузии атомов Cr, т.е. Cr остается в твердом растворе, в результате чего, не происходит выделение карбидов Cr_{23}C_6 в достаточном количестве для уменьшения стойкости к межкристаллитной коррозии. Повышение температуры отжига приводит к росту скорости диффузии атомов Cr, т.е. возможность выделения частиц Cr_{23}C_6 возрастает. Таким образом, границы зерен становятся восприимчивыми к межкристаллитной коррозии.

Дальнейшее повышение температуры отжига до 700°C и 800°C приводит к восстановлению стойкости к межкристаллитной коррозии. Значения соотношения пика реактивации к пику пассивации уменьшаются и составляют 0,042 и 0,024 при температуре отжига 700°C и 800°C, соответственно. Восстановление стойкости

аустенитной стали 10X18H8ДЗБР к межкристаллитной коррозии связано с увеличением скорости диффузии атомов Cr, поскольку при выделении карбидов $Cr_{23}C_6$ происходит формирование областей вблизи границ зерен, обедненных Cr, т.е. атомы Cr будут стремиться диффундировать в области, обедненные Cr. В результате чего восстанавливается однородность в химическом составе, и границы зерен становятся не восприимчивыми к межкристаллитной коррозии.

Таблица 5.2 – Значения стандартного потенциала ($E_{ст}$), потенциала коррозии ($E_{корр}$), максимальной плотности тока реактивации ($j_{max\text{реак}}$) и пассивации ($j_{max\text{пасс}}$) и значение стойкости к межкристаллитной коррозии ($j_{max\text{реак}}/j_{max\text{пасс}}$) полученные методом потенциодинамической реактивации для аустенитной стали 10X18H8ДЗБР

| Состояние | $E_{ст}$, мВ | $E_{корр}$, мВ | $j_{max\text{реак}}$, мА/см ² | $j_{max\text{пасс}}$, мА/см ² | $j_{max\text{реак}}/j_{max\text{пасс}}$ |
|------------------------|---------------|-----------------|---|---|---|
| Исходное состояние | -385 | -327 | 0,0 | 33,1 | 0,000 |
| $\varepsilon \sim 0,4$ | -369 | -346 | 0,9 | 30,9 | 0,029 |
| $\varepsilon \sim 1,2$ | -375 | -353 | 1,2 | 27,9 | 0,043 |
| $\varepsilon \sim 2$ | -373 | -350 | 3,1 | 41,7 | 0,074 |
| $\varepsilon \sim 4$ | -384 | -348 | 2,9 | 39,6 | 0,073 |
| 400°C 30 мин | -386 | -351 | 1,3 | 25,5 | 0,050 |
| 500°C 30 мин | -388 | -352 | 1,3 | 23,3 | 0,059 |
| 600°C 30 мин | -422 | -390 | 7,3 | 62,1 | 0,114 |
| 700°C 30 мин | -389 | -300 | 2,2 | 51,5 | 0,042 |
| 800°C 30 мин | -392 | -290 | 1,2 | 51,7 | 0,024 |

Отметим, что аустенитная сталь 10X18H8ДЗБР легирована Nb, т.е., относится к стабилизированным аустенитным сталям 347 серии. Известно, что Nb является более сильным карбидообразующим элементом, чем Cr, т.е. в первую очередь происходит выделение карбидов NbC, и только затем карбидов $Cr_{23}C_6$, что также способствует сохранению стойкости к межкристаллитной коррозии.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Показано, что в процессе холодной прокатки стабилизированной ниобием аустенитной стали до степени деформации $\varepsilon \sim 4$ формируется двухфазная НК структура ламельного типа, состоящая из α' – мартенсита и остаточного аустенита со средним поперечным размером зерен/(суб)зерен 50 нм.

2. Определены два интервала холодной прокатки, различающихся характером эволюции структуры. При $\varepsilon \leq 1$ в стали типа 10X18H8ДЗБР развивается деформационное двойникование, при $\varepsilon > 1$ происходит сдвиговое $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение. Зарождение α' – мартенсита происходит, главным образом, на границах двойников деформации. Перестройка решетки аустенита в решетку α' – мартенсита происходит с углом отклонения 4–5° от известных ориентационных соотношений.

3. Установлены механизмы обратного фазового $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения и рекристаллизации. Температура начала обратного превращения по сдвиговому механизму контролируется соотношением Ni/Cr. При $T_{отж} > 600^\circ\text{C}$ происходит обратное фазовое $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращение, вслед за которым развивается рекристаллизация. Обратное фазовое $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращение развивается одновременно по сдвиговому и диффузионному механизму. В интервале 600–

700°C в аустените развивается непрерывная рекристаллизация. При $T_{отж} > 700^\circ\text{C}$ – прерывистая рекристаллизация. Структура, сформировавшаяся в стали в процессе холодной прокатки характеризуется высокой термической стабильностью, размер зерен/(суб)зерен сохраняется менее 200 нм после отжига при температуре 700°C.

4. Установлено, что формирование СМК и/или НК структуры в процессе холодной прокатки и последующего отжига приводит к упрочнению в соответствии с законом Холла – Петча: $\sigma_{0,2} = \sigma_0 + K_y D^{-0,5}$, где $\sigma_0 = 205$ МПа, $K_y = 395$ МПа \times мкм^{0,5}.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ ПРЕДСТАВЛЕНО В СЛЕДУЮЩИХ РАБОТАХ:

1. Shakhova, I. Submicrocrystalline Structures and Tensile Behaviour of Stainless Steels Subjected to Large Strain Deformation and Subsequent Annealing / I. Shakhova, A. Belyakov, R. Kaibyshev, Y. Kimura, K. Tsuzaki // Advanced Materials Research. – 2012. – Vol. 409, – P. 607-612;

2. Shakhova, I. Effect of Large Strain Cold Rolling and Subsequent Annealing on Microstructure and Mechanical Properties of an Austenitic Stainless Steel / I. Shakhova, V. Dudko, A. Belyakov, K. Tsuzaki, R. Kaibyshev // Materials Science and Engineering A. – 2012. – v. A545. – P. 176-186.

3. Shakhova, I. Submicrocrystalline Structures and Tensile Behaviour of Stainless Steels Subjected to Large Strain Deformation and Subsequent Annealing / I. Shakhova, A. Belyakov, R. Kaibyshev, Y. Kimura, K. Tsuzaki // Abstracts of International conference on processing and manufacturing of advanced materials Thermec'2011, 1 – 5 august 2011. / Quebec, Canada. – P. 481.

4. Шахова, Я.Э. Механические свойства нержавеющей сталей с субмикроструктурной структурой подвергнутой интенсивной пластической деформации и последующему отжигу / А.Н. Беляков, Р.О. Кайбышев, Ю. Кимура, К. Цузаки, Я.Э. Шахова // Материалы Международной конференции с элементами научной школы для молодежи «Наноматериалы и нанотехнологии в металлургии и материаловедении», 13 – 15 октября 2011 / Белгород. – С. 116.

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

6. Шахова, Я.Э. Механические свойства аустенитной нержавеющей стали 10X18H8ДЗБР после холодной прокатки / Я.Э. Шахова, Ж.Ч. Янушкевич, А.Н. Беляков, Р.О. Кайбышев // Материалы Седьмой Международной Конференции «Фазовые превращения и прочность кристаллов», 29 октября – 2 ноября 2012 / Черноголовка. – С. 159.

Оригинал-макет *Ю.А. Лазебная*

Подписано в печать 12.04.2013. Гарнитура Times New Roman
Формат 60×84/16. Усл. п. л. 1,0. Тираж 100 экз. Заказ 152.

Оригинал-макет подготовлен и тиражирован
в ИД «Белгород» НИУ «БелГУ»

308015, г. Белгород, ул. Победы, д. 85

