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

На правах рукописи

Тихонова Марина Сергеевна

РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ В АУСТЕНИТНОЙ КОРРОЗИОННОСТОЙКОЙ СТАЛИ ПОСЛЕ БОЛЬШИХ ПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЙ

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 – 2015

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ 4
ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ 10
1.1 Методы пластической деформации 10
1.2 Динамическая рекристаллизация в ГЦК металлах 15
1.3 Механизмы структурообразования в металлах и сплавах в процессе ИПД при пониженных температурах 22
1.3.1 Фрагментация 22
1.3.2 Деформационное двойникование 24
1.4 Постдинамическая рекристаллизация в ГЦК металлах 26
1.6 Механические и коррозионные свойства ультрамелкозернистых ГЦК материалов 29
1.6.1 Механические свойства ультрамелкозернистых ГЦК материалов 29
1.6.2 Коррозионные свойства ультрамелкозернистых ГЦК материалов 33
1.7 Постановка задач исследования 33
ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ 35
2.1 Материал исследования 35
2.2 Методы эксперимента 36
2.2.1 Методика многократной ковки со сменой оси деформации 36
2.2.2 Методы исследования структуры 37
2.2.3 Механические испытания 41
2.2.4 Испытания по определению стойкости к межкристаллитной коррозии 41
ГЛАВА 3 ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ СТАЛИ 10Х18Н8Д3БР В ПРОЦЕССЕ МНОГОКРАТНОЙ КОВКИ ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ 1100-500°С 43
3.1 Деформационное поведение стали 10Х18Н8Д3БР при однократной и многократных ковках при температурах 1100-500°С 43
3.1.1 Деформационное поведение при горячей деформации 43
3.1.2 Деформационное поведение при теплой деформации 45
3.2 Эволюция микроструктуры в процессе деформации при 800°С 47
3.3 Эволюция микроструктуры в процессе деформации при 700°С 49
3.4 Эволюция микроструктуры в процессе деформации при 600°С 54
3.5 Эволюция микроструктуры в процессе деформации при 500°С 57
3.6 Механизмы формирования структуры в процессе многократной ковки при температурах 800-500°С 60
3.7 Выводы по главе 3 73

ГЛАВА 4 ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ СТАЛИ 10Х18Н8Д3БР В ПРОЦЕССЕ МНОГОКРАТНОЙ КОВКИ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ 75
4.1 Деформационное поведение стали 10Х18Н8Д3БР при многократной ковке при комнатной температуре 75
4.2 Эволюция микроструктуры в процессе многократной ковки при комнатной температуре 76
4.3 Выводы по главе 4 85
ГЛАВА 5 ЭВОЛЮЦИЯ ГРАНИЦ ЗЕРЕН В ПРОЦЕССЕ ОТЖИГОВ В СТАЛИ 10Х18Н8Д3БР ПОСЛЕ МНОГОКРАТНОЙ КОВКИ 87
5.1 Отжиг холоднодеформированной стали 10Х18Н8Д3БР 87
5.2 Отжиг стали 10Х18Н8Д3БР при температурах 800-1000°С после многократной ковки 90
5.3 Закономерности эволюции границ зерен в процессе постдинамической рекристаллизации стали 10Х18Н8Д3БР 96
5.4 Выводы по главе 5 100
ГЛАВА 6 СВОЙСТВА УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТАЛИ 10Х18Н8Д3БР 102
6.1 Механические свойства стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки и отжигов 102
6.2. Стойкость стали 10Х18Н8Д3БР к межкристаллитной коррозии 109
6.2.1 Коррозионная стойкость стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки 109
6.2.3 Коррозионная стойкость стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки с последующим отжигом 113
6.3 Выводы по главе 6 115
ОБЩИЕ ВЫВОДЫ 116
ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ 118
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ 122

ВВЕДЕНИЕ

Одной из основных задач физического материаловедения является получение субмикрокристаллической и нанокристаллической структур в металлических материалах, которая обеспечивает в них уникальное сочетание технологических и служебных свойств. Механические свойства зависят от таких структурных параметров, как размер зерен, плотность дислокаций, тип границ зерен. Наиболее простым и эффективным способом получения материалов с ультрамелкозернистой структурой является термомеханическая обработка, основанная на сочетании больших пластических деформаций и отжигов. Варьируя режимы термомеханической обработки, можно получать структуры с различными параметрами в результате развития тех или иных рекристаллизационных процессов, что позволяет за счет микроструктурного дизайна управлять свойствами материалов в широких пределах. Такой подход к управлению структурой и механическими свойствами особенно актуален для сталей и сплавов, которые не испытывают фазовых превращений при операциях термической обработки, и, соответственно, различные структурные состояния в них могут быть получены только за счет больших пластических деформаций и последующих отжигов. Один из таких материалов – аустенитная коррозионностойкая сталь 10Х18Н8Д3БР – является на сегодняшний день самой жаропрочной сталью типа 18-10 и используется в теплоэнергетике и химическом машиностроении. Применение в качестве метода больших пластических деформаций многократной ковки позволяет получать субмикрокристаллические структуры в большеразмерных заготовках как этой стали, так и других аустенитных сталей. Кроме того, в отличие от большинства других методов интенсивной пластической деформации применение многократной ковки позволяет получить данные о механическом поведении материала в процессе интенсивной пластической деформации, что дает возможность выполнить комплексный анализ закономерностей развития рекристаллизационных процессов при деформации и последующем отжиге.

В настоящее время влияние режимов термомеханической обработки на параметры субмикрокристаллической и нанокристаллической структур в нержавеющих сталях изучено относительно подробно. Однако природа рекристаллизационных процессов, которые ответственны за формирование такой структуры, на момент постановки данного исследования во многом оставалась неясной. Теоретические представления о механизмах формирования зерен размером менее 1 мкм как при деформации, так и при статическом отжиге, противоречивы. В рамках данной работы была предпринята попытка на основе

детальных исследований эволюции микроструктуры стали 10Х18Н8Д3БР при температурах горячей и теплой деформации, а также при последующих отжигах установить общие закономерности рекристаллизационных процессов, ответственных за формирование субмикрокристаллической структуры, а также оценить ее влияние на ключевые служебные свойства этого материала. Кроме того, получены данные о возможности использования мартенситного превращения при холодной деформации, а также последующего обратного превращения для получения сверхмелкозернистой структуры. Установленные закономерности рекристаллизационных процессов, а также образования мартенсита деформации в стали 10Х18Н8Д3БР справедливы не только для данного материала, но и для всех аустенитных сталей и сплавов с низкой энергией дефекта упаковки (ЭДУ). Это делает результаты данной работы актуальными для всех материалов данного класса, а также других металлов и сплавов с гранецентрированной кубической (ГЦК) решеткой и низкой ЭДУ, которые подвергаются большим пластическим деформациям и последующему отжигу. Полученные данные по влиянию структуры на механические свойства и сопротивление коррозии стали 10Х18Н8Д3БР позволяют оценить техническую целесообразность получения в ней субмикрокристаллической структуры, а разработанные и защищенные патентами способы термомеханической обработки позволяют получать эту структуру с гарантированным комплексом механических и коррозионных свойств наиболее экономически эффективным методом многократной ковки. Эти результаты обуславливают актуальность настоящей работы с точки зрения практического применения.

Структура, формирующаяся при пластической деформации этой стали, определяется температурно-скоростными условиями деформациями. При температурах горячей и теплой деформации в стали развивается динамическая рекристаллизации (ДР) по механизмам прерывистой (ПДР) и непрерывной (НДР), соответственно. Размер зерен, плотность дислокаций внутри них и характеристики ансамбля границ зерен деформационного происхождения определяются температурно-скоростными условиями деформации, обобщенным выражением которых выступают напряжения течения. Полученные в данной работе результаты по влиянию условий деформации на параметры деформированной структуры, а также установленная связь между механизмами ДР и характеристиками формирующейся структуры позволяют существенно расширить представления о закономерностях и механизмах ДР в материалах с ГЦК решеткой и низкой ЭДУ. Данные по влиянию статического отжига на деформированную структуру позволили лучше понять рекристаллизационные процессы, протекающие в сильнодеформированной структуре, которые существенно отличаются от аналогичных

процессов в материалах с обычной рекристаллизованной или слабодеформированной структурой. Предложена модель эволюции зернограничных ансамблей в процессе непрерывной постдинамической рекристаллизации. Полученная зависимость удельной доли специальных границ $\Sigma 3^n$ от изменения размера зерна хорошо согласуется с экспериментальными данными.

Пластическая деформация стали 10Х18Н8Д3БР при комнатной температуре приводит к образованию мартенсита деформации, которое существенно ускоряется благодаря механическому двойникованию, обусловленному низкой величиной ЭДУ. В работе эти процессы изучаются при многократной ковке, что позволяет выполнить сравнительный анализ субмикрокристаллических структур, формирующихся в результате развития рекристаллизационных процессов и процессов прямого и обратного фазового превращения. Таким образом, данная работа вносит существенный вклад в научные представления о закономерностях и механизмах формирования субмикрокристаллической и нанокристаллической структур в металлических материалах с ГЦК решеткой и низкой ЭДУ в процессе большой пластической деформации в широком температурном интервале, а также о влиянии ультрамелкозернистой структуры на механические свойства и сопротивление коррозии, что актуально для развития физического материаловедения и практического применения нержавеющих аустенитных сталей в высокопрочном структурном состоянии.

Цель работы:

Установление общих закономерностей и механизмов структурообразования в процессе деформации и последующего отжига аустенитной коррозионностойкой стали 10Х18Н8Д3БР в широком интервале температур и степеней деформации и влияния формирующейся структуры на ее механические свойства и сопротивление коррозии.

Научная новизна:

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

прерывистой рекристаллизации. Вклад механизма прерывистой динамической рекристаллизации увеличивается с увеличением температуры и степени деформации.

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

3 Установлено, что в процессе многократной ковки стали 10Х18Н8Д3БР при комнатной температуре формируется нанокристалическая двухфазная структура, состоящая из α′-фазы и аустенита. Средний размер зерен при этом составляет 30 нм. Формирование нанокристаллической структуры в аустените происходит в результате измельчения исходных зерен за счет образования деформационных полос сдвига и двойников деформации, в то время как развитие прямого $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения приводит к появлению нанозерен мартенсита.

4 Отжиг ультрамелкозернистых структур стали 10Х18Н8Д3БР, которые были сформированы за счет непрерывной динамической рекристаллизации в процессе многократной ковки при 500-800°С, характеризуется развитием непрерывной постдинамической рекристаллизации. Кинетика постдинамической рекристаллизации замедляется с увеличением температуры предшествующей пластической деформации.

5 Постдинамическая рекристаллизация сопровождается увеличением доли специальных границ, $\Sigma 3^n$, которая определяется относительным изменением размера зерна, то есть отношением размера зерна после его роста к размеру зерна перед началом процесса роста (D/D_0). Пятикратное увеличение размера зерна сопровождается ростом доли специальных границ $\Sigma 3^n$ до 50%. Дальнейший рост зерен в диапазоне $D/D_0 > 5$ сопровождается замедлением скорости увеличения доли специальных границ $\Sigma 3^n$.

Практическая значимость

Полученные закономерности структурообразования в широкой температурной области в зависимости от степеней деформации могут быть использованы для разработки режимов термомеханической обработки нержавеющих сталей аустенитного класса, обеспечивающих достижение высокого уровня прочностных свойств при сохранении коррозионной стойкости. Для стали 10Х18Н8Д3БР определены режимы ТМО, которые позволяют получать повышенную прочность при неизменной коррозионной стойкости в массивных полуфабрикатах методом многократной ковки. Предложены и запатентованы

два способа получения заготовок сталей аустенитного класса с повышенными прочностными свойствами (патенты № 2488637, № 2468093).

Положения, выносимые на защиту

1 Закономерности и механизмы структурных изменений в стали 10Х18Н8Д3БР в зависимости от температуры и степени деформации. Кинетика непрерывной динамической рекристаллизации. Зависимость размера динамически рекристаллизованного зерена от напряжения течения и от температурно-скоростных условий многократной ковки в диапазоне теплой и горячей деформации. Закономерности формирования нанокристаллической структуры в процессе холодной пластической деформации.

2 Закономерности структурных изменений при постдинамической рекристаллизации, включая зависимость доли специальных границ $\Sigma 3^n$ от размера рекристаллизованного зерна и влияние температуры предшествующей большой пластической деформации.

3 Механические свойства и коррозионная стойкость стали 10Х18Н8Д3БР с субмикрокристаллической структурой.

Вклад автора

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

Апробация работы

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

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

Публикации

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

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

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

Благодарность

Автор диссертации выражает глубокую благодарность руководителю лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов ФГАОУ ВПО НИУ «БелГУ» д.ф.-м.н. Кайбышеву Р.О. за практическое содействие в работе и помощь при написании диссертации; старшему научному сотруднику лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов ФГАОУ ВПО НИУ «БелГУ» к.ф.-м.н. Дудовой Н.Р. за помощь при написании диссертации; Дудову О.А. за создание программного обеспечения при подсчете разориентировок границ зерен методом Кикучи-линий, а также всем соавторам за обсуждение результатов и плодотворные дискуссии.

ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Методы пластической деформации

В течение последних десятилетий большое внимание уделяется получению уникальных механических свойств в металлических материалах сочетающих высокую прочность и пластичность. Такие сочетания зачастую можно достигнуть в материалах с субмикрокристаллической и нанокристаллической структурой. На сегодняшний день пластическая деформация является одним из основных процессов, используемых для измельчения микроструктуры металлических материалов. Известно, что наиболее эффективное измельчение зерен происходит при достижении больших пластических деформаций. Для тех случаев, при которых большие степени деформации достигаются в условиях больших приложенных давлений, используется также термин «интенсивная пластическая деформация» (ИПД) [1]. Разделить эти два понятия довольно трудно. Однако, согласно терминологии ИПД существуют довольно распространенные методы ИПД, такие как равноканальное угловое прессование, сдвиг под давлением [1]. Достижение больших степеней деформации с использованием более традиционных методов обработки металлов давлением (прокатка, осадка), по-видимому, следует называть большой пластической деформацией [2].Работы по исследованию влияния большой (интенсивной) пластической деформации на структуру и свойства, помимо научного, имеют и практический интерес, поскольку одним из результатов большой деформации (так же, как и ИПД) является значительное измельчение структуры металлов и сплавов. Таким образом, большая (интенсивная) пластическая деформация является методом, позволяющим получать состояния с комплексом необычных физических и механических свойств.

Методы интенсивной пластической деформации. Одним из широко известных методов ИПД, разработанным Сегалом В. В 80-ые годы [3, 4], является равноканальное угловое (РКУ) прессование. Метод представляет собой деформацию, при которой образец продавливают через два пересекающихся под углом канала равного поперечного сечения. При прохождении заготовкой плоскости пересечения каналов осуществляется деформация простым сдвигом. Поперечные размеры заготовки при деформации остаются неизменными, позволяя тем самым многократную обработку одного образца, что приводит к большим приложенным деформациям. Рассчитать степень деформации для одного цикла РКУ прессования можно по формуле [3]:

$$\Delta\varepsilon = \frac{2}{\sqrt{3}}\, ctg\, \varphi \qquad 1.1$$

где φ - половина угла пересечения каналов.

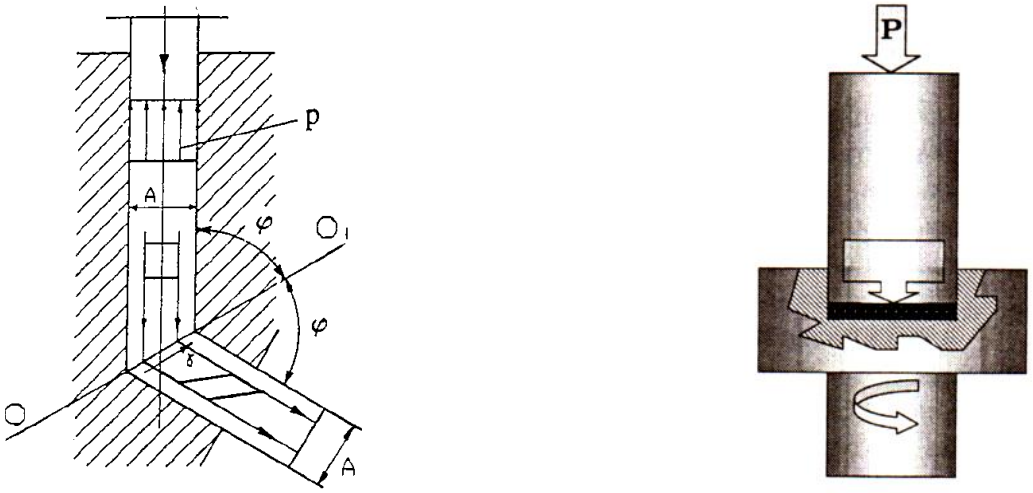


Рисунок 1.1 – Схема равноканального углового прессования

Общую степень деформации при прохождении заготовки несколько раз через канал можно оценить по формуле:

$$\varepsilon = N\Delta\varepsilon, \qquad 1.2$$

где N – количество проходов.

РКУ прессование позволяет подвергать материалы большим пластическим деформациям без изменения поперечного сечения заготовок, что создает возможность для их повторного деформирования. Однако, формирование мелкозернистых структур методами РКУ прессования зависит от многих факторов, таких как: число проходов, маршрут, температура деформации, угол пересечения каналов, радиус закругления в месте пересечения каналов, скорость прохода образца, материал образца, смазка, уменьшающая коэффициент трения между каналами и материалом.

Сдвиг под давлением на наковальнях Бриджмена (рис. 1.2) так же широко используется в качестве метода ИПД [5]. Этот метод еще называют кручение под гидростатическим давлением (КГД) [6, 7, 8, 9]. Образцы в форме дисков диаметром 10-20 мм и толщиной 0,3-1 мм деформируют кручением в условиях высокого приложенного гидростатического давления. Образец помещается внутрь полости, выполненной в нижнем бойке (рис. 1.2), и к нему прилагается гидростатическое давление величиной от 1 до 10 ГПа. Пластическая деформация кручением образца осуществляется за счет вращения одного из бойков. Поворот подвижной наковальни на определенный угол

позволяет достичь различной степени деформации. Использование гидростатического давления позволяет предотвратить разрушение образцов при деформации, при этом возможно достичь больших степеней деформации. Большие степени деформации образцов при данном методе ИПД достигаются путем сдвиговой деформации в результате изменения угла поворота нижнего бойка.

Для расчета степени деформации методом КГД используют формулы 1.3-1.6. В работе [10] истинная степень деформация при КГД оценивалась по формуле:

$$\varepsilon = ln\left(1 + \frac{\varphi^2 r^2}{h^2}\right)^{1/2}, \quad 1.3$$

где r и h –радиус и толщина образца соответственно, а φ- угол поворота при деформации, рад. Поскольку $\varphi \cdot r/h >> 1$ и $\varphi = 2\pi N$, где N - количество целых оборотов, то выражение (1.3) можно представить в виде:

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{\varphi \cdot r}{h}\right) = ln\left(\frac{2\pi N \cdot r}{h}\right), \quad 1.4$$

При расчете сдвиговой деформации γ для метода КГД используют другую формулу:

$$\gamma = 2\pi R\, N, \quad 1.5$$

где N – число оборотов, h – толщина образца, R - расстояние от центра образца.

Для возможности сравнения степени сдвиговой деформации при КГД со степенью деформации при использовании других методов ИПД используется эквивалентная деформация, которая согласно критерию Мизеса вычисляется по следующей формуле:

$$\varepsilon_{\text{экв}} = \frac{\gamma}{\sqrt{3}}. \quad 1.6$$

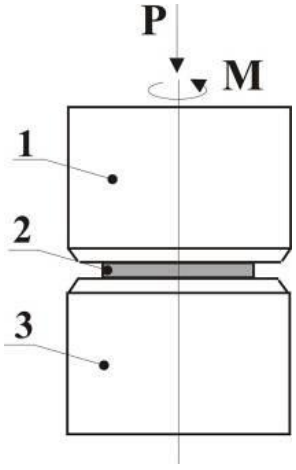


Рисунок 1.2 – Схема кручения под высоким давлением (1, 3 – наковальни, 2 – образец)

Недостатком метода кручения под высоким давлением является возможность обработки дисковых заготовок довольно малых размеров. Кроме того, как видно из формулы (1.3), деформация распределяется неравномерно по радиусу образца, что так же приводит к неоднородности структуры и свойств в диске [5]. Тем не менее, он получил широкое применение в лабораторных исследованиях для анализа микроструктурных изменений, протекающих во время деформации в металлах и сплавах, а также для исследований влияния полученных структурных состояний на физические и механические свойства материалов.

Методы больших пластических деформаций. Достаточно распространенным методом пластической деформации является метод всесторонней ковки. Такой метод позволяет получить массивные заготовки с ультрамелкозернистой структурой. Такой подход был впервые предложен Салищевым Г.А. [11,12]. Суть метода (рис. 1.3) заключалась в проведении многоэтапной деформации в изотермических условиях.

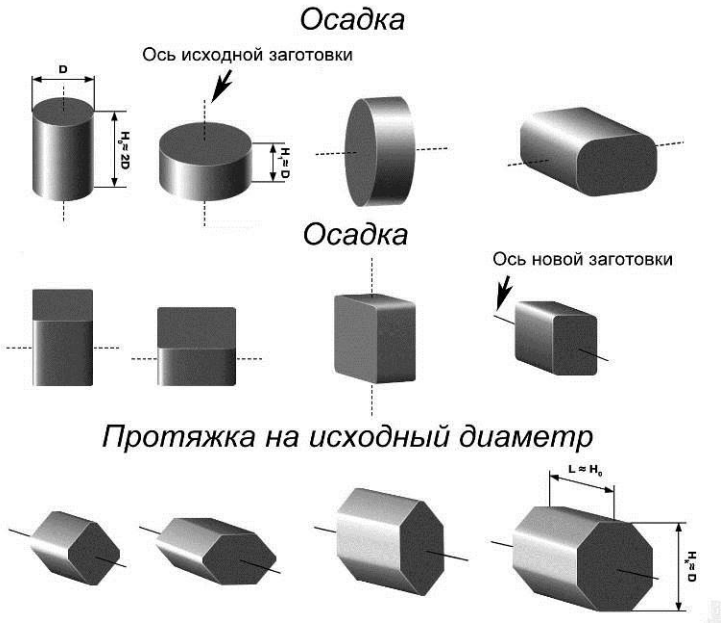


Рисунок 1.3 – Схема всесторонней ковки

Каждый этап обработки состоял из нескольких высотных осадок заготовки со степенью деформации 40–60% и последующей ее протяжки на исходный размер. Поворот заготовки после каждого цикла осадки осуществляется так, чтобы ось ее симметрии была повернута на 90° по отношению к оси предыдущего цикла. Температурно-скоростной интервал деформации выбирается таким образом, чтобы обеспечить на каждом этапе обработки, формирование однородной структуры за счет прохождения в материале фрагментации и динамической рекристаллизации [13, 14]. Важное преимущество метода состоит в возможности равномерно прорабатывать все стороны заготовки и отсутствии необходимости изготовления специального инструмента для деформирования. Недостатком метода является ограничение степени деформации, вносимой в материал за одну операцию осадки, связанное с необходимостью сохранения начальной формы объемной заготовки.

В отличие от всесторонней ковки существует более простой метод многократной осадки или по-другому его еще называют «abc» деформация [15, 16]. Данный метод

заключается в многократной осадке заготовки с поворотом заготовки на 90^{o} относительно оси приложения нагрузки (рис. 1.4). При этом размер образцов выбирается таким образом, чтобы соотношение размеров сторон образца составляло 1,5:1,22:1,0, что позволяет проводить деформацию осадкой с поворотом образца на 90^{o} без изменения геометрических размеров в процессе обработки.

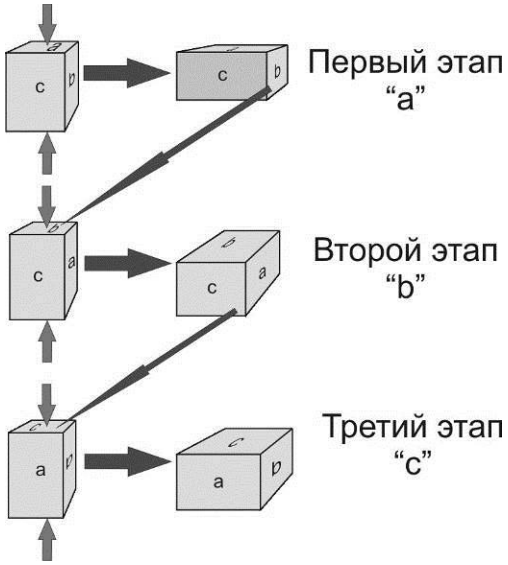


Рисунок 1.4 – Схема «abc» деформации

Достоинство этой схемы заключается, во-первых, в простоте реализации, поскольку используется стандартное оборудование, и, во-вторых, в удобстве с методической точки зрения, поскольку есть возможность отслеживать изменение механического поведения материала (регистрация процесса в координатах время-усилие), а деформация может быть прервана в любой момент для анализа микроструктуры.

Для производства листовых заготовок с ультрамелкозернистой структурой был разработан способ накапливаемого соединения прокаткой (accumulative roll bonding - ARB) [17,18,19]. При реализации данной схемы (рис. 1.5) два листа одинаковой толщины подвергают совместной прокатке.

Затем лист режется, складывается в пакет и вновь прокатывается. За счет многократного повторения этапа прокатки можно набрать очень большую степень деформации. Для получения сравнительно однородного строения сплавов с размером зерна 0,7-0,9 мкм обработку проводят 7-10 раз (e~5,6-8).

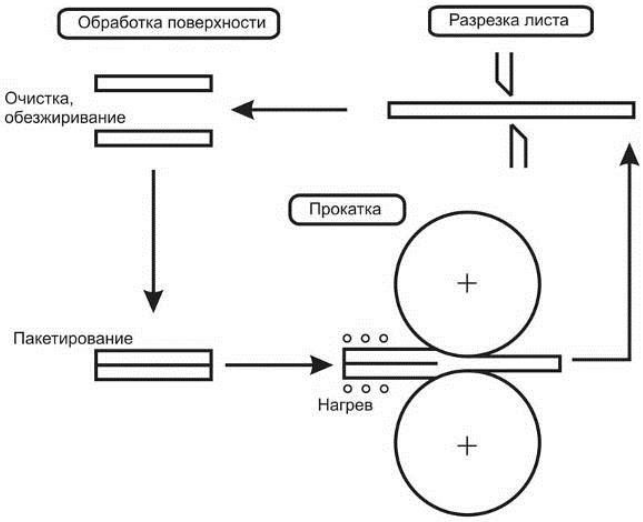


Рисунок 1.5 – Схема многократной прокатки

Основной недостаток данного метода заключается в его пригодности только для обработки высокопластичных материалов, которые не разрушаются при прокатке со степенью обжатия 50% за один проход заготовки через клеть прокатного стана.

Все перечисленные методы больших (интенсивных) пластических деформаций позволяют получать ультрамелкозернистую микроструктуру и наноструктуру в различных материалах и сплавах. Формирование ультрамелкозернистой структуры при ИПД является на сегодняшний день предметом активных исследований. В зависимости от параметров пластической деформации, таких как температура, схема, степень и скорость, процессы формирования микроструктуры могут во многом отличаться друг от друга.

1.2 Динамическая рекристаллизация в ГЦК металлах

Рекристаллизация – самый распространенный из процессов, формирующих структуру металлов и сплавов. Первые работы по рекристаллизации в металлах среди советских ученых были сделаны Бочваром А. А. [20], Савицким Е. М. [21], Гореликом С. С. [22] и другими авторами [23, 24, 25, 26, 27], законы рекристаллизации описывающие поведение материалов при этом процессе, были описаны Меллом (1948 г) [28], Берком и Тернболом (1951 г.) [29] и другими авторами. Если формирование или изменение зеренной структуры в процессе термической обработки называют статической рекристаллизацией, то формирование новых зерен в процессе пластической деформации определяют как динамическую рекристаллизацию (ДР) [26, 27, 28, 29, 30, 31, 33, 35].

Для начала ДР необходима критическая деформация ε_c. Она соответствует деформации < ε_{max}, но при расчетах чаще всего берут степень $\varepsilon_c=\varepsilon_{max.}$ Критическая степень деформации увеличивается с возрастанием скорости и понижением температуры деформации. Увеличение исходного размера зерна повышает ε_c. В общем случае кинетика ДР зависит от температурно-скоростных условий деформации и величины исходного зерна конкретного материала.

Размер динамически рекристаллизованного зерна определяется напряжением течения:

$$\sigma = kD_R^{-m} \ , \qquad (1.7)$$

где $m < 1$; k – константа. Роста рекристаллизованного зерна под действием напряжения при горячей деформации не происходит, и средний размер рекристаллизованного зерна на установившейся стадии остается постоянным.

На сегодняшний день феноменологически различают несколько механизмов динамической рекристаллизации. Наиболее изучен механизм зарождения динамически рекристаллизованных зерен, который схож со статиченской рекристаллизацией. Зарождение идет по границам исходных зерен, т. е. по механизму Бейли- Хирша [30].

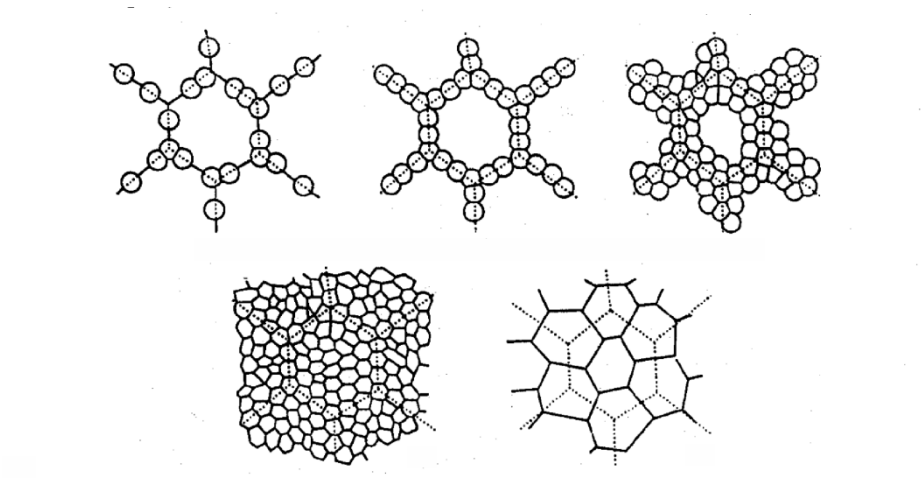


Рисунок 1.6 – Схема структурообразования в ходе динамической рекристаллизации [30]

Из-за градиента плотности дислокаций по обе стороны от границы зерен во время деформации возникают «выступы» или «языки», которые впоследствии становятся зародышами рекристаллизации (рис. 1.6). Также данный вид рекристаллизации трактуют в терминах прерывистая динамическая рекристаллизация (ПДР). Подробно механизм, который протекает при горячей деформации материалов с пониженной энергией дефектов

упаковки (ЭДУ), был изучен авторами [26, 31, 35, 36]. Механизм формирования новых зерен при прерывистой динамической рекристаллизации связан с локальной миграцией (или выпучиванием) отдельных участков границ исходных зерен по достижении некоторой критической степени деформации. Критическая степень деформации необходима, во-первых, для накопления достаточной энергии деформации, а также для формирования зародышей новых зерен. Зародыш рекристаллизации представляет собой субзерно, свободное от внутренних дефектов кристаллического строения. Такие зародыши рекристаллизованных зерен чаще всего наблюдали вблизи исходных границ зерен и в деформационных полосах (или полосах сдвига) [26, 32, 34, 35,]. Движущей силой процесса является накопленная в процессе деформации внутренняя энергия в виде повышенной плотности дефектов кристаллического строения, главным образом, дислокаций. Таким образом, новые зерна растут, поглощая при этом деформированную матрицу, до столкновения друг с другом или до тех пор, пока внутренняя энергия растущих зерен не увеличится [33, 34]. Увеличение энергии рекристаллизованных зерен связано с тем, что в процессе пластической обработки новые растущие зерна деформируются вместе со всей заготовкой или образцом, и плотность внутризеренных дислокаций в них увеличивается. Если деформация будет продолжена, уже в ранее рекристаллизованных и затем деформированных зернах сформируются новые зародыши рекристаллизации, способные к росту. Такой циклический характер процесса в некоторых случаях четко регистрируется на диаграмме деформации в виде периодического упрочнения и разупрочнения [25,26, 35].

Обычно считается, что прохождению ДР соответствует тип диаграммы горячей деформации, характеризующийся "пиком" напряжения течения с последующим переходом к установившейся стадии деформации [26, 35]. Кривые течения, получающиеся в условиях ПДР, демонстрируют характерный вид, показанный на рисунке 1.7 а. Форма кривых изменяется от множества пиков до одного пика при снижении температуры T или увеличении скорости деформации $\dot{\varepsilon}$. Для количественного анализа используют параметр Z – температурно-компенсированную скорость деформации:

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(Q/RT\right), \qquad (1.8)$$

где R - газовая постоянная (8.317 кДж/моль·К), Q - энергия активации деформации [25,26,34,36]. Как правило, она принимает значения немного выше, чем энергия самодиффузии [25]. В условиях ПДР вид кривых течения также сильно зависит от размера исходных зерен.

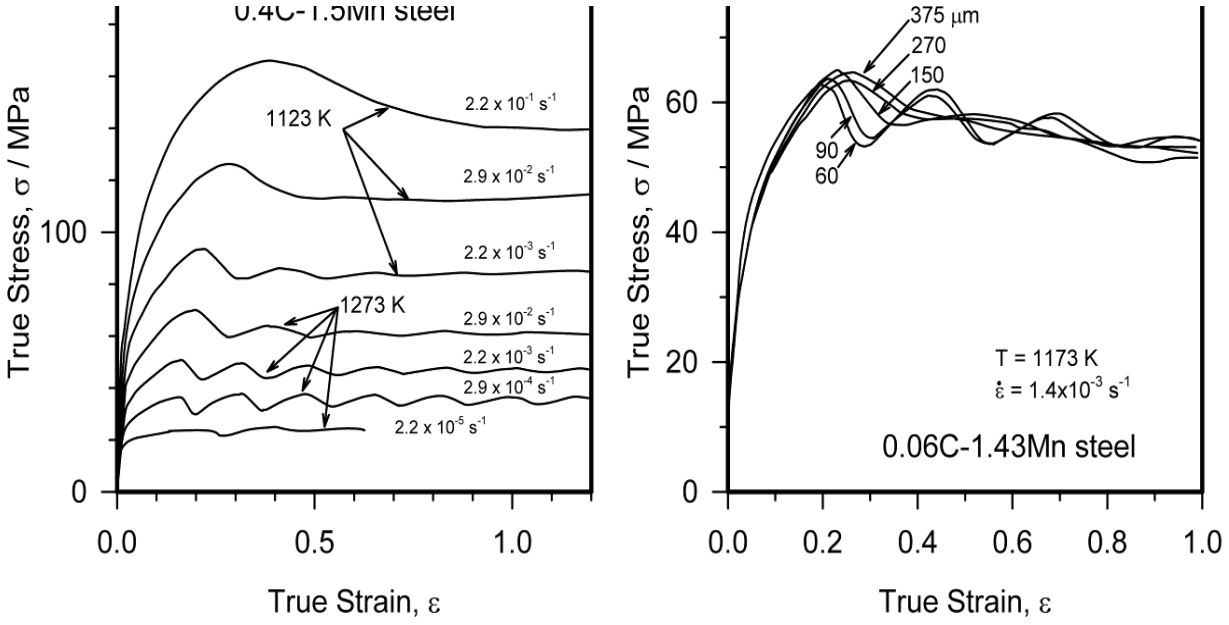


Рисунок 1.7 – Зависимости напряжения течения (true stress) от истинной степени деформации (true strain), характерные для прерывистой динамической рекристаллизации стали [37].

На рисунке 1.7 показана серия кривых течения аустенитной углеродистой стали после горячего прессования при температуре 1173 K [38]. Вид кривых течения изменяется от множества пиков до одного пика при увеличении размера исходных зерен D_o. Другими словами, множественные пики появляются, когда исходная микроструктура является мелкозернистой; в этом случае укрупнение зерен происходит до тех пор, пока не будет достигнут стабильный размер зерен D_s. И, наоборот, один пик течения связывают с измельчением зерен в материалах с исходной крупнозернистой структурой. Таким образом, наличие на кривых течения множества или одного пика определяется отношением D_o / D_s, т.е. начального размера зерен к конечному, и зависит не только от параметра Z (формула 1.8).

Типичные для ПДР кривые течения демонстрируют колебания напряжений при низких значениях Z или один пик напряжений с последующим деформационным разупрочнением при высоких значениях Z. При больших напряжениях стадия установившегося течения появилась в обоих случаях. В первоначальном описании ПДР много внимания уделялось такому поведению [25,35,36,38]. Лютон и Селларс [35] высказали мнение, что данный переход связан с различными зависимостями температурно-скоростных условий в зависимости от двух параметров ε_p и ε_x, где ε_p – степень деформации, соответствующая пиковому напряжению течения, а ε_x – степень

деформации, необходимая для завершения деформационного упрочнения, после достижения ε_p, то есть после завершения первого цикла ПДР. Критическое условие модели, основанной на критических степенях может быть выражена, как:

$$\varepsilon_p = \varepsilon_x \,. \tag{1.9}$$

При малых значениях Z, когда $\varepsilon_p > \varepsilon_x$, ДР циклическая; и наоборот, при высоких значениях Z, когда $\varepsilon_p < \varepsilon_x$, ДР протекает непрерывно по всему объему материала.

Недавно была предложена обоснованная модель, связывающая вид кривой течения с размером исходных зерен [38, 39]. Было показано, что множество пиков появляются, когда исходные зерна D_o мелкие и, наоборот, одиночный пик кривой связывают с деформацией материалов с крупными зернами. Кривые течения и для множественных пиков и для одиночного зависят не только от размера исходных зерен, но и определяются относительным размером зерна (D_o / D_s), где D_s – устойчивый динамический размер при большой степени деформации. Это приводит к "относительному размеру зерен", условием для перехода, к которому является [38]:

$$D_o = 2\, D_s \,. \tag{1.10}$$

Когда $D_o > 2\, D_s$, зерна мелкие и наблюдается один пик течения. И, наоборот, когда $D_o < 2D_s$, множественные пики течения сопровождаются укрупнением зерен. Так D_s зависит от Z, $D_o > 2\, D_s$ и один пик течения соответствует деформации при высоких значениях Z; и, наоборот, $D_o < 2\, D_s$ и циклическое течение соответствует низкому Z [25,36,39,40].

В материалах с низкой ЭДУ механизм формирования новых зерен является в настоящее время предметом интенсивных дискуссий [14, 41 ,42, 43, 44, 45, 46, 47]. В качестве одного из альтернативных способов структурообразования называют непрерывную динамическую рекристаллизацию (НДР) [43, 44, 46, 48, 49]. Также авторы описывают процесс роста субзерен за счет коалесценции с постепенным увеличением разориентировки субграниц как рекристаллизация «in situ» [27]. Этот процесс также характеризует термин «динамическая собирательная полигонизация» [50], которая в зависимости от условий деформации может перейти в непрерывную рекристаллизацию, а может остаться на стадии динамической полигонизации.

Таким образом, на начальных степенях деформации в результате динамического возврата внутри исходных зерен формируется устойчивая субструктура. С увеличением степени пластической деформации увеличивается плотность дислокаций в субграницах и, как следствие, растут кристаллографические разориентировки между субзернами, что в

некоторых случаях ведет к трансформации субграниц в обычные высокоугловые границы зерен. В результате формируется новая мелкозеренистая структура.

При этом механизм зарождения новых границ зерен деформационного происхождения можно трактовать в терминах стыковых дисклинаций [2, 51, 52]. Движение дислокаций через границы зерен приводит к накоплению дислокаций несоответствия на границах зерен. Распределение этих дислокаций несоответствия, как правило, отличается и зависит от кристаллографической ориентации каждого зерна по отношению к граничной плоскости.

Схематическое изображение на рисунке 1.8 представляет последовательность микроструктурных изменений, ведущих к формированию ультамелкозернистой структуры в процессе больших пластических деформаций [2, 53, 54]. Ультрамелкозернистая структура формируется в результате постепенной трансформации ячеистой субструктуры.

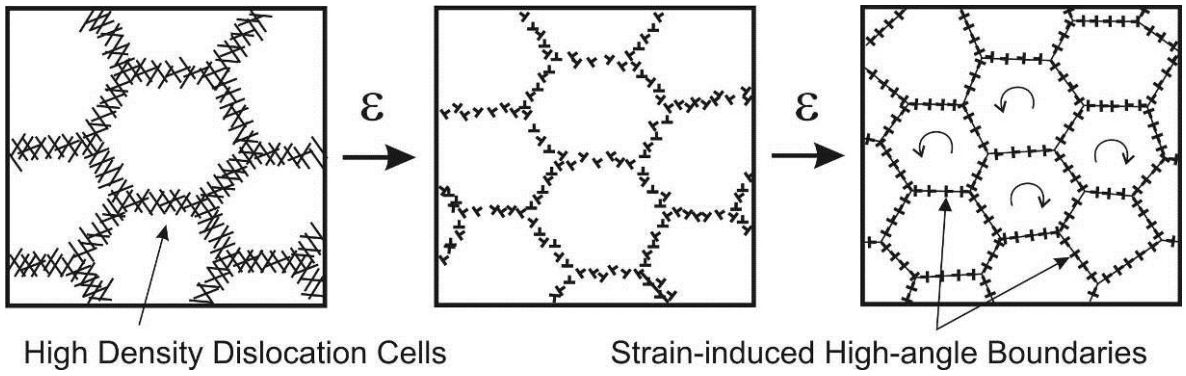


Рисунок 1.8 – Схематическое изображение модели формирования УМЗ из ячеистой структуры в условиях ИПД. Разориентировка субграниц увеличивается с увеличением степени деформации и приближается к разориентировке высокоугловых границ при больших степенях деформации [2, 53, 54] («high density dislocation cell» - высокая плотность дислокации ячеек; «strain-induced high-angle boundaries» - высокоугловые границы деформационного происхождения)

Как разновидность непрерывной динамической рекристаллизации можно выделить так называемую геометрическую динамическую рекристаллизацию, которая реализуется при определенных схемах деформации, таких как прокатка, т.е. когда поперечное сечение заготовки непрерывно уменьшается в процессе обработки [26, 55, 56]. Если при больших степенях деформации размер субзерен становится равным размеру исходного зерна, то формируется мелкозернистая структура, где размер зерна равен размеру бывшего субзерна. Схематично этот процесс представлен на рисунке 1.9.

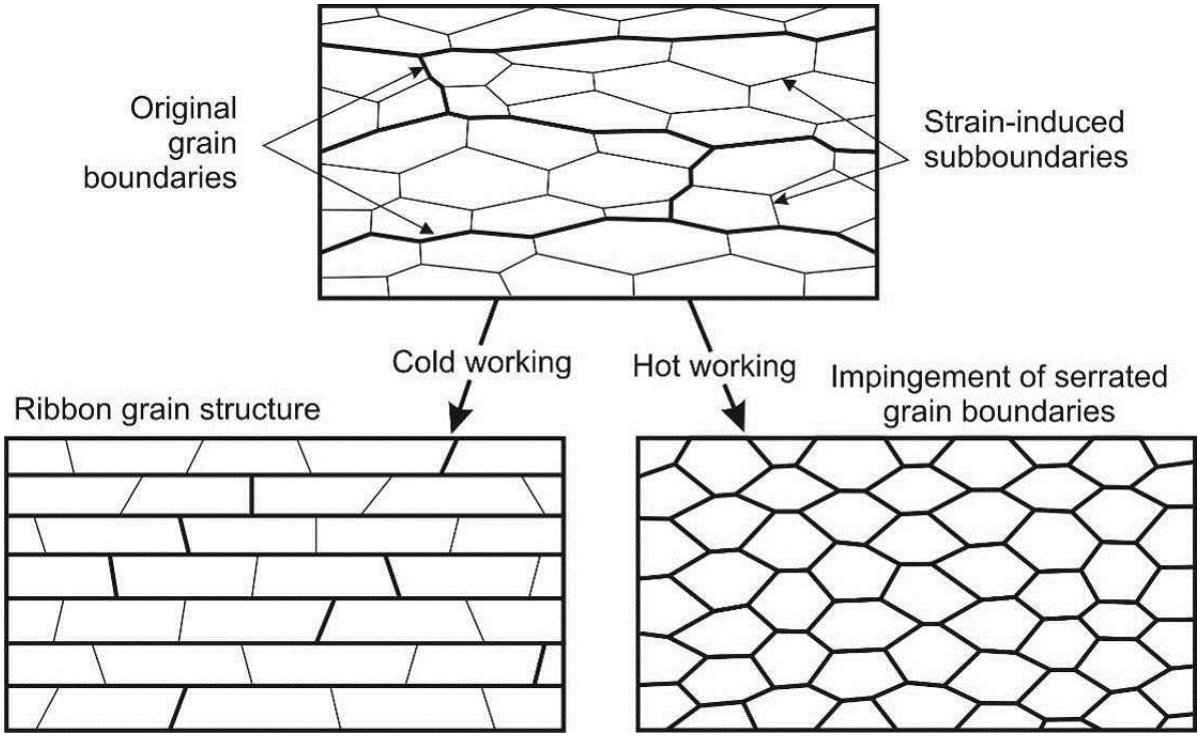


Рисунок 1.9 – Схематическое изображение развития УМЗ структуры во время одноосной деформации в процессе большой пластической деформации [41,57] («original grain boundaries» - исходные границы зерна; «strain-induced subboundaries» - субграницы деформационного происхождения; «ribbon grain structure» - ленточная структура; «cold working»- холодная деформация; «hot working» -горячая деформация; «impingement of serrated grain boundaries» - столкновение зубчатых границ)

Критическая степень деформации для динамической геометрической рекристаллизации соответствует [26]:

$$\varepsilon_c = \ln(K_1\, D_0\, /d_{\text{сз}})\,, \qquad 1.11$$

где D_0 – исходный размер зерна; $d_{\text{сз}}$ – размер субзерна; K_1 – константа.

Формирование зеренной структуры при непрерывной динамической рекристаллизации непосредственно связано с постепенной трансформацией субструктуры. Деформационное поведение в этом случае подобно тому, которое наблюдается при динамическом возврате. На ранней стадии обработки напряжения течения увеличиваются с увеличением степени деформации. Однако скорость деформационного упрочнения при этом уменьшается. При достижении определенной степени деформации, (которая в общем случае зависит от материала и условий обработки), величина деформационного упрочнения может уменьшиться практически до

нуля, что приведет к установившейся стадии пластического течения. Т.е. дальнейшая деформация будет проходить при постоянных напряжениях течения. Следует отметить, что по сравнению с прерывистой динамической рекристаллизацией, формирование полностью рекристаллизованной структуры в процессе непрерывной динамической рекристаллизации требует значительно больших степеней деформации. Подобно прерывистой динамической рекристаллизации, средний размер зерен после непрерывной динамической рекристаллизации может быть выражен в виде степенной функции температурно-скоростных условий деформации [58]. Зависимость среднего размера зерен от температурно-скоростных условий деформации должна приводить к значительному измельчению микроструктуры при пониженных температурах. При этом снижение температуры деформации значительно сдвигает критическую степень деформации, необходимую для начала развития динамической рекристаллизации, в сторону больших степеней деформации.

1.3 Механизмы структурообразования в металлах и сплавах в процессе ИПД при пониженных температурах

1.3.1 Фрагментация

Фрагментация – это происходящий при пластической деформации процесс разделения деформируемых кристаллов на разориентированные микрообъемы [59]. В работах Рыбина В.В. и соавторов [2, 60, 61] фрагментация впервые была рассмотрена как процесс, определяющий формирование структуры материала при больших пластических деформациях. Была продемонстрирована роль границ зерен в зарождении пластических ротаций, а также показано, что фрагменты возникают на фоне слаборазориентированной ячеистой структуры. Особенности процесса фрагментации, главным образом, связанные с образованием полосовых структур и стадийности структурообразования в сплавах ГЦК-решеткой, были изучены в работах [62, 63]. В своих работах Хансен [64, 65] исследовал фрагментацию в алюминии, никеле и меди, где были детально изучены морфология и кристаллогеометрия внутризеренной структуры.

Для описания деформационного поведения крупнозернистых материалов при относительно низких температурах на мезоуровне пользуются представлениями о так называемых ротационных модах деформации [59]. При очень больших степенях деформации плотность дислокаций увеличивается настолько, что силы взаимодействия между дислокациями превышают силу внешнего приложенного напряжения,

действующую на отдельную дислокацию. Вследствие этого начинают действовать ансамбли сильно взаимодействующих дислокаций, для которых становятся существенными коллективные эффекты. Образуется новый класс дефектов ротационного типа – дисклинации. Коллективные моды эволюции дислокационного ансамбля вызывают в кристаллах не только трансляционные сдвиги, но и пластические развороты [2].

В результате зарождения и движения по кристаллу частичных дисклинаций, на ранних стадиях пластического течения происходит образование фрагментированной структуры. Чем больше степень деформации, тем мельче должны становиться фрагменты, тем больше они при этом должны вытягиваться вдоль осей макродеформации, тем сильнее они должны разворачиваться один относительно другого. Процесс фрагментации ГЦК. металлов идет на фоне стабилизировавшейся ячеистой структуры, которая характеризуется разориентировками порядка 0,1° - 0,2°.

С увеличением степени деформации на фоне участков однородно фрагментированного кристалла появляются мощные, протяженные, прямолинейные или плавно изогнутые границы [2]. Отличительной чертой таких очень тонких и совершенных границ ("ножевых границ") является то, что они создают большие – порядка нескольких десятков градусов – разориентировки прилегающих областей. Протяженность "ножевых границ" весьма значительна. Они с высокой степенью точности распространяются вдоль направлений главных осей деформации. В работах Кульман-Вилсдорф и Хансена границы такого типа, т. е. границы фрагментов, были названы геометрически необходимыми границами, поскольку составляющие их дислокации определяются разницей в пластической дисторсии соседних областей и являются в этом смысле геометрически необходимыми дислокациями [64, 65].

Результатом локальных мод деформации являются "полосы сдвига" [66, 67], которые способствуют образованию зеренной структуры. Формированию полос сдвига предшествует развитие деформационных микрополос [68, 69], которые возникают на фоне равноосной ячеистой структуры. Они идентичны замкнутым, а иногда оборванным дислокационным границам. Считается, что каждая микрополоса связана с большим сдвигом [70]. С увеличением степени деформации возрастает плотность микрополос внутри исходных зерен и разориентировка участков тонкой структуры. Поскольку все больший объем материала заполняется “выработавшимися” микрополосами, то при увеличении е формируются полосы сдвига. Полосы сдвига зарождаются внутри четко выраженных к этому времени мезополос и под углом 35° пересекают их, уходя в область равноосной ячеистой структуры. Они состоят из множества сильно, но неупорядоченно разориентированных фрагментов.

Так же как микрополоса, полоса сдвига после своего образования перестает принимать активное участие в продолжающейся пластической деформации образца. Последующее течение образца связано с зарождением все новых и новых полос сдвига. Постепенно они превращают его структуру в сильно фрагментированную.

В работах [71] на примере ряда ГЦК. металлов и сплавов показано, что на начальной стадии деформации формируется низкоэнергетическая дислокационная структура. По мнению авторов [71] формирование микрополос приводит к разделению исходных зерен на отдельные участки, в которых действуют различные системы скольжения.

1.3.2 Деформационное двойникование

В сплавах с низкой энергией дефекта упаковки [2] сильное расщепление дислокаций затрудняет, а иногда просто запрещает выход их из плоскостей скольжения. По этой причине в материалах с низкой ЭДУ ячеистые структуры не возникают вплоть до значительных степеней деформации, пластическое течение развивается путем строго трансляционного, плоскостного скольжения полных и частичных дислокаций. Например, в латуни после достижения e = 0,3 основной модой пластичности становится механическое двойникование по одной или нескольким системам типа {111} <112> [2]. В материале на фоне высокой плотности полных и частичных дислокаций появляются пакеты тонких, двойниково сопряженных пластинок. Течение образца идет благодаря образованию все новых и новых порций микродвойников.

Механизмы деформационного двойникования были достаточно широко исследованы, для ГЦК материалов были предложены несколько механизмов формирования деформационных двойников [72, 73, 74]. Особенностям механизмов деформационного двойникования Christian J. W. посвятил большую работу [75]. При достижении больших пластических деформаций ГЦК материалов деформационное двойникование сопровождается множественным или вторичным двойникованием [76]. Установлено, что толщина двойника деформационного происхождения зависит от дефекта упаковки материала [77]. В материалах с очень низкой ЭДУ толщину двойника деформации можно получить менее 3 нм [78]. При этом, на сегодняшний день при действии механизма деформационного двойникования не было получено размеров зерен мене 10 нм, что указывает на более высокую сложность процессов измельчения зерна в материалах с низкой ЭДУ, чем описано в работе [76]. Также известно, что процесс деформационного двойникования зависит от исходного размера зерен в материалах. В

работах [79, 80] показано, что уменьшение исходного размера подавляет деформационное двойникование.

1.3.3 Фазовое превращение

В настоящее время фазовое превращение γ→α′ является одним из механизмов, способствующих формированию ультрамелкозернистой структуры в аустенитных сталях в процессе пластических деформаций [81, 82, 83, 84, 85].

При температурах, близких к комнатным, в аустенитных сталях в процессе пластической деформации при достижении критической степени деформации развивается фазовое превращение по сдвиговому механизму [86, 87]. Впервые схема перестройки ГЦК решетки аустенита в ОЦК решетку α′ – мартенсита была предложена Бейном [88]. Схема Бейна предполагает перестройку ГЦК решетки аустенита в ОЦК решетку мартенсита с минимальным передвижением атомов и с минимальной деформацией матрицы (аустенита). Критической температурой для начала фазового превращения в аустенитных нержавеющих сталях при приложенных внешних воздействиях является температура M_D – температура, ниже которой происходит формирование мартенсита деформации. Ниже данной температуры M_D происходит фазовое превращение по сдвиговому механизму [89], при котором происходит кооперированное перемещение атомов на расстояния меньше межатомных и происходит обмен атомов местами. Таким образом, происходит перестройка ГЦК решетки в кристаллическую решетку мартенсита, которая является более стабильной фазой. В аустенитных нержавеющих сталях в процессе пластической деформации могут формироваться два типа мартенсита деформации: ε – мартенсит с гексагональной плотноупакованной решеткой (ГПУ) [90] и α′ – мартенсит с объёмно – центрированной (ОЦК) решеткой [91]. Авторы работы [92] отмечают, что для начала формирования α' – мартенсита необходимо достижение критической степени деформации, тогда как для начала формирования ε – мартенсита не требуется критическая степень деформации.

В работах [93, 94] авторы предложили различные последовательности формирования мартенсита деформации в аустенитных нержавеющих сталях в процессе пластической деформации: - γ (ГЦК)→ε (ГПУ); - γ (ГЦК)→α′ (ОЦК); - γ (ГЦК)→ ε (ГПУ)→ α′ (ОЦК); - γ (ГЦК)→деформационное двойникование→α′ (ОЦК).

Преимущественными местами для появления зерен α' – мартенсита являются точки пересечения полос сдвига [95] и деформационных двойников, сформировавшийся ранее ε – мартенсит, граница между матрицей и деформационным двойником [81,96].

Формирование кристаллов α' – мартенсита на границе деформационного двойника и матрицы выгодно с кристаллографической точки зрения [81]. С ростом степени деформации количество деформационных двойников в структуре стали увеличивается, в результате чего возрастает число мест для преимущественного зарождения кристаллов α' – мартенсита. Таким образом, чем больше мест для зарождения α' – мартенсита будет сформировано на ранних стадиях обработки, тем более мелкозернистую структуру можно получить, поскольку сразу сформируется значительное количество кристаллов α' – мартенсита [97].

Большое влияние на протекание сдвигового фазового превращения в процессе пластической деформации оказывают такие факторы, как химический состав; температура и скорость пластической деформации; размер исходного аустенитного зерна, а так же схема пластической деформации [98, 99].

1.4 Постдинамическая рекристаллизация в ГЦК металлах

Материалы, подвергнутые пластической деформации, характеризуются высокими внутренними напряжениями [5, 41]. Отжиг при низкой или средней температуре уменьшает или полностью снимает эти напряжения [5]. Одновременно отжиг может привести к образованию рекристаллизованной структуры.

Известно, что рекристаллизационные процессы, происходящие при отжиге после большой (интенсивной) пластической деформации, отличаются от обычной статической рекристаллизации [26]. Это различие связано с очень высокой запасенной энергией в материалах после пластической деформации из-за большой площади поверхности границ зерен, и / или с очень высокой плотностью дислокаций решетки [26, 100].

Большое количество работ показывают [25, 26, 29, 101], что отжиг металлов был изучен с целью контролирования получаемой микроструктуры и текстуры. Так как микроструктуры, полученные при прерывистой и непрерывной динамической рекристаллизации, обычно нестабильны при повышенных температурах, то необходимо понимание процессов, протекающих при отжигах.

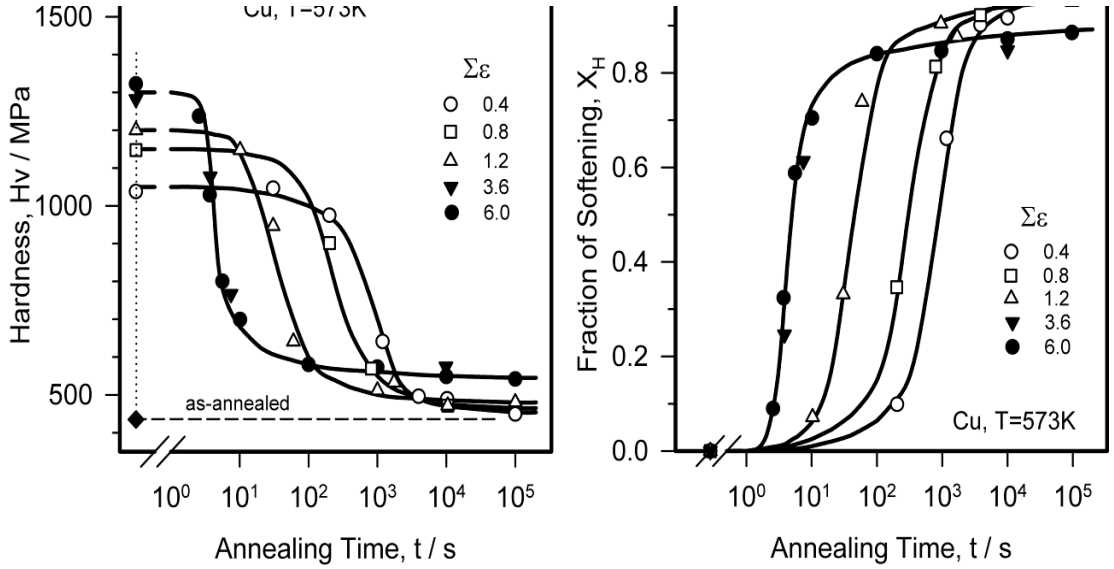


Рисунок 1.10 – Влияние времени отжига на прочность (по Виккерсу) и долю разупрочнения меди, деформированной многократной ковкой до суммарной истинной степени деформации Σε от 0.4 до 6.0 при температуре 300 K [102] («hardness» - твердость; «annealing time» - время отжига; «fraction softening» - доля разупрочнения)

На рисунке 1.10 [102] представлена серия значений твердости при комнатной температуре в зависимости от времени отжига (H_v - t) для меди. Исследуемые образцы меди были деформированы методом многократной ковки при температуре 300 K при различных суммарных степенях истинной деформации Σε. Очевидно, что кривые твердость – время (H_v - t) существенно зависят от степени предварительной деформации. При истинной деформации около 2 микротвердость (Hv) сначала снижается медленно, затем более интенсивно до тех пор, пока не приблизится к значению полностью отожженного состояния. В данном интервале деформации в процессе отжига протекает обычная статическая рекристаллизация, т.е. зарождаются новые зерна, границы которых затем мигрируют. Эти кривые обычно имеют сигмоидальную форму, причем с увеличением степени деформации время уменьшается. При больших пластических деформациях, таких как Σε = 3.6 и 6.0, достигается стадия установившегося течения. В этом случае происходит резкое падение микротвердости в пределах 2 - 4 секунд, затем твердость снижается постепенно. Важно отметить, что после больших степеней предварительной деформации H_v не падает до значений полностью отожженного состояния в течение длительного времени. Это показывает, что ультрамелкозернистые структуры, сформированные при больших степенях деформации, являются стабильными даже при длительном отжиге.

В работе [103] рассмотрен отжиг нержавеющей ультрамелкозернистой стали 304, подвергнутой многократной ковке до Σε = 6,4 при 873 К и последующему отжигу при 973 К. На рисунке 1.11 представлено влияние времени отжига на микротвердость, размер зерна D и внутренние напряжения, нормированные на модуль сдвига, τ/G. Процесс отжига можно разделить на три последовательные стадии, как показано пунктирными линиями на рисунке 1.11. Эти диапазоны аналогичны описанным выше для ультрамелкозернистой меди.

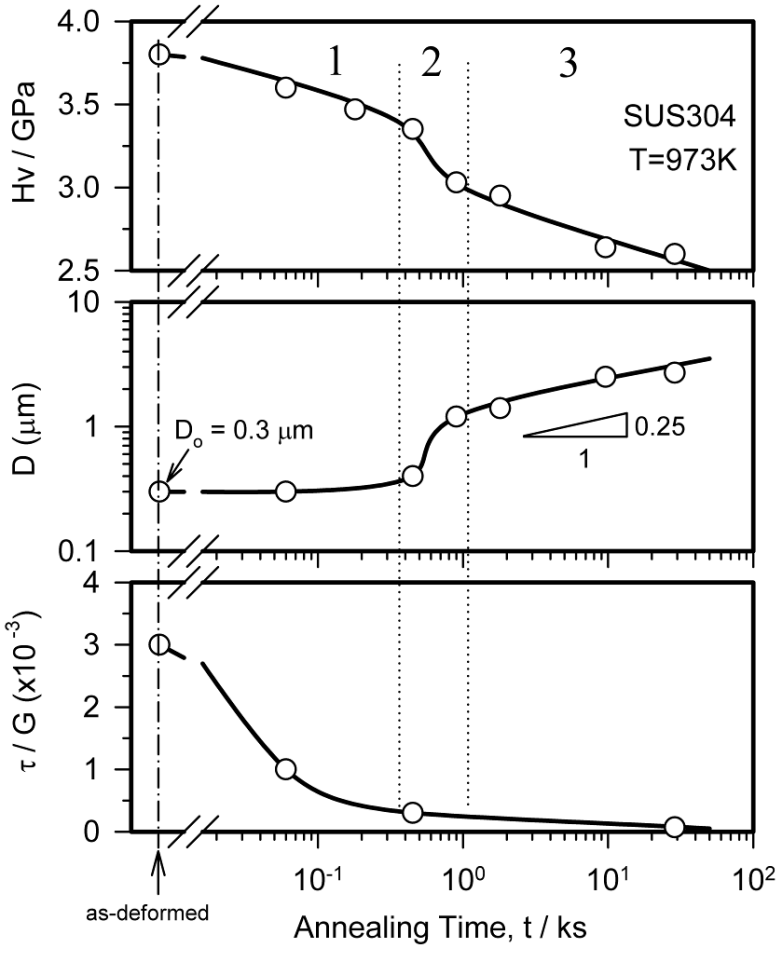


Рисунок 1.11 – Зависимость твердости (HV), размера зерен (D) и напряжения течения. нормализованного на модуль сдвига (τ/G). от времени отжига (annealing time) при температуре 973К аустенитной нержавеющей стали 304 после многократной ковки до Σε = 6.4 при 873 К [201, 103]

В работах [1, 103, 104] отмечено, что высокие внутренние напряжения генерируются вблизи границ зерен в процессе деформации и что они будут сняты в процессе статического возврата на ранних стадиях отжига. Такой возврат переводит

границы зерен из неравновесных в равновесные [1, 105, 106]. Резкое укрупнение зерен происходит на второй стадии отжига, что обусловлено энергией границ зерен, а также снижением плотности дислокаций [106].

Авторами показано [107], что поведение ультрамелкозернистых материалов при отжиге, таких как медь, нержавеющая сталь 304, магниевый сплав AZ31, никелевые и алюминиевые сплавы очень схоже. Можно сделать вывод, что отжиг, как правило, сопровождается укрупнением зерен на всех 3 этапах отжига. Непрерывная постдинамическая рекристаллизация протекает однородно и является аналогичной непрерывной динамической рекристаллизации при деформации.

1.6 Механические и коррозионные свойства ультрамелкозернистых ГЦК материалов

1.6.1 Механические свойства ультрамелкозернистых ГЦК материалов

Известно, что измельчение зерна методами большой (интенсивной) пластической деформацией в металлах и сплавах приводит к высоким прочностным свойствам при удовлетворительной пластичности. Авторами [1, 108, 109] показано, что материалы с нанокристаллической и субмикрокристаллической структурами характеризуются особыми физико-механическими свойствами.

Формирование нанокристаллической и субмикрокристаллических структур легко достигается методами интенсивной пластической деформации при комнатных температурах, однако, поскольку аустенитные стали являются метастабильными, то зачастую деформация протекает с фазовым превращением. В работах [108, 110] показано, что РКУ прессование и сочетание РКУ прессования с отжигами аустенитной нержавеющей стали приводят к существенному упрочнению и некоторому снижению пластичности. Изменение механических свойств, размера зерна и содержание мартенсита деформации при РКУ в сочетании с различными отжигами стали 12Х18Н10Т представлены в таблице 1.1.

В отличие от РКУ-прессования, при прокатке стали 12Х18Н10Т, с увеличением холодной пластической деформации от 0 до 92% (до $\varepsilon = 2{,}3$), происходит формирование неоднородной разнозернистой микроструктуры, что, в свою очередь, не способствует высоким характеристикам пластичности. При этом происходит характерный рост предела текучести с 210 до 1385 МПа и чрезвычайное снижение относительного удлинения с 70 % до 1.6 %.

Таблица 1.1 Механические свойства стали 12Х18Н10Т при различных ТМО в зависимости от размера зерна

Обработка	Твердость, HRC	$\sigma_в$	$\sigma_{0,2}$	δ	Ψ	α′, об. %	Размер зерна, нм
		МПа		%			
РКУ	46	1550	1340	27,5	41	45	70-120
РКУ + 550°С, 1ч	46	1530	1285	37,5	47,5	22	150-250
РКУ + 850°С, 1ч	15	722	428	99	59	0	1000-6000

В работе Шаховой Я.Э. [111] показано, что сортовая прокатка при комнатной температуре стали 10Х18Н8Д3БР до истинной степени деформации ε~4 приводит к повышению предела текучести до $\sigma_{0,2}$=2050 МПа, микроструктура состоит из смеси аустенита и мартенсита деформации со средним размером зерна 50 нм. Однако, проведение последеформационного отжига в аустенитной нержавеющей стали 10Х18Н8Д3БР приводит к постепенному снижению значения предела текучести до 1000 МПа при температуре отжига 700°С, при таком отжиге происходит полностью обратное фазовое превращение, и микроструктура состоит из аустенитных зерен размером 140 нм.

В работах Добаткина С.В. и Рыбальченко О.В. [112] определены особенности структурно-фазовых превращений в ходе равноканального углового прессования (РКУП) при комнатной температуре в аустенитной стали 08Х18Н10Т. Выявлено частичное мартенситное превращение (45%), формирование субмикрокристаллической ориентированной структуры с расстоянием между границами 100-250 нм и большим количеством двойников. Полученная структура определила сильное деформационное упрочнение: предел текучести = 1315 МПа при удлинении 11%. РКУП стали 08Х18Н10Т при температуре деформации 400°С приводит к формированию субмикрокристаллической структуры в полностью аустенитной матрице с размером структурных элементов 200-300 нм и пределом текучести 860 МПа при удлинении 27 %.

Для трудно деформируемого материала, каким являются аустенитные коррозионностойкие стали, деформационная обработка часто проводится при повышенной температуре. Таким образом, температура обработки становится важным параметром, который может влиять на микроструктуру и связанные с ней механические свойства этих материалов. В работе [113] аустенитная коррозионностойкая сталь 304L была деформирована методом РКУП в интервале температур 500-900°С. Авторами [111] была показана зависимость предела текучести (0,2 % условный предел текучести),

предела прочности при растяжении и значения удлинения от температуры деформации методом РКУП стали 304L.

Прокатка стали типа 304 [114] до истинной степени деформации ~ 2 при температурах 1000°C до 500°C приводит к значительному приросту предела прочности от 480 МПа до 1030 МПа при уменьшении температуры деформации. Комплекс механических свойств и параметры микроструктуры в зависимости от температуры деформации представлены в таблице 1.2

Таблица 1.2 Механические свойства и микроструктурные параметры аустенитной нержавеющей стали типа 304 в зависимости от температуры прокатки [114].

Температура, °C	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Размер зерна, нм	Размер субзерна, нм	Плотность дислокаций, $\times 10^{14}$, $м^{-2}$
Initial	330 ± 20	670 ± 10	10 000	-	-
500	1030 ± 75	1130 ± 25	420 ± 60	115 ± 10	20.2 ± 5.7
600	1000 ± 25	1070 ± 15	390 ± 55	120 ± 10	19.6 ± 2.3
700	955 ± 20	1055 ± 10	470 ± 65	150 ± 10	14.5 ± 4.1
800	860 ± 40	970 ± 10	430 ± 60	165 ± 25	12.6 ± 3.1
900	780 ± 30	920 ± 10	850 ± 120	170 ± 10	11.4 ± 2.0
1000	480 ± 80	795 ± 50	950 ± 130	195 ± 30	6.6 ± 1.5

Влияние типа структуры на механические свойства приведено в таблице 1.3 [115]. Формирование субмикрокристаллической структуры приводит к резкому приросту прочностных и снижению пластических характеристик сталей. Эффект субструктурного упрочнения после горячей деформации не превышает 30%[116].

В случае же формирования субмикрокристаллических фрагментов в мелкозернистых зернах ферритной стали [117] и при использовании деформационного обратного превращения $\gamma \rightarrow \alpha' \rightarrow \gamma$ в аустенитных сталях [115] прирост прочности существенно выше (до 3 раз). Прочность аустенитной стали 12Х18Н10Т со структурой, сформированной при динамической рекристаллизации, значительно уступает прочности после отжига из СМК-состояния при практически одинаковом размере зерен. По-видимому, различный уровень прочности стали при одинаковом размере кристаллитов

обусловлен различными механизмами упрочнения или их комбинацией, а также существенно зависит от предшествующей обработки [117].

Таблица 1.3 Механические свойства нержавеющих сталей [115].

Обработка	$D_з$	d_c	Состояние (тип структуры)	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_в$	$\sigma_в/\rho$, км	δ	$\delta_р$	ψ
	мкм			МПа			%		
Сталь 13Х25Т (ферритная)									
Состояние поставки + отжиг при 900 °С	20	-	МК зеренная (исходная)	310	560	7100	21	15	65
ИПД при 600 °С	5	0,2	МК фрагментированная	950	1010	12900	7	-	-
ИПД + отжиг при 600 °С	0,2	0,1	СМК зеренная	690	815	10500	20	11	48
Сталь 12Х18Н10Т (аустенитная)									
Состояние поставки + отжиг при 1100 °С	70	-	МК зеренная (исходная)	280	535	6600	85	78	55
Деформация при 900 °С	4	0,3	МК зеренная	320	650	8300	49	-	69
Деформация при 1000 °С	24	0,6	МК субзеренная	440	675	8300	60	-	
ИПД + отжиг при 900 °С	3	-	СМК → МК зеренная	480	790	9700	37	-	70
ИПД + отжиг при 800 °С	1,2	-	СМК → МК зеренная	820	980	12500	28	-	65
Деформация при -196 °С + отжиг при 650 °С	0,2	0,1	СМК зеренная ($\gamma \rightarrow \alpha' \rightarrow \gamma$-превращение)	1380	1650	21000	9	3,5	49
Сталь 10Х17НМ2 (аустенитная)									
Состояние поставки + отжиг при 1100 °С	50	-	МК зеренная (исходная)	345	700	9000	44	39	70
ИПД + отжиг при 600 °С	0,2	0,1	СМК зеренная	890	1095	14000	27	26	21
ИПД + прокатка при 600 °С	0,2	0,1	СМК фрагментированная	945	1190	15200	18,5	18	16
Деформация при -196 °С + отжиг при 650 °С	0,2	0,1	СМК зеренная ($\gamma \rightarrow \alpha' \rightarrow \gamma$-превращение)	1900	2000	25600	5,0	-	34
Сталь 12Х21Н5Т (аустенитно – ферритная)									
Деформация при 900 °С	10	-	МК зеренная (исходная)	520	745	9500	24	-	55
Деформация при -196 °С + отжиг при 650 °С	0,2	0,1	СМК зеренная ($\gamma \rightarrow \alpha' \rightarrow \gamma$-превращение)	1065	1095	14000	18		57

1.6.2 Коррозионные свойства ультрамелкозернистых ГЦК материалов

Межкристаллитная коррозия – один из наиболее опасных видов коррозионного разрушения хромоникелевых аустенитных сталей. При межкристаллитной коррозии стали нарушается связь между зернами металла. При этом сталь полностью теряет механическую прочность и разрушается даже при незначительных нагрузках. Обнаружить межкристаллитную коррозию трудно.

В основном, явление межкристаллитной коррозии связано с понижением коррозионной стойкости границ зерен. В хромоникелевых аустенитных сталях хром, придающий этим сталям антикоррозионные свойства, растворен в аустените. Под воздействием температур в диапазоне 400-800°С происходит выделение хрома из твердого раствора по границам зерен. Содержание хрома в твердом растворе понижается до 12% и менее, т.е. ниже того предела, которым обеспечивается коррозионная стойкость.

Традиционно считается, что чем крупнее зерна, тем выше сопротивление межкристаллитной коррозии сталей. Следовательно, измельчение зерен должно приводить к снижению коррозионных характеристик. Тем не менее, сопротивление общей коррозии у сталей с субмикрокристаллической структурой на порядок выше, чем у сталей с мелкозернистой структурой, а межкристаллитная коррозия вообще не выявлена. Возможно, проведение интенсивной пластической деформации повышает скорость диффузии атомов Cr за счет увеличения плотности дислокаций, поскольку скорость диффузии вдоль дислокаций выше, чем в аустенитной матрице [118]. Такое необычное коррозионное поведение сталей с субмикрокристаллической структурой, по-видимому, обусловлено отсутствием в границах зерен карбидов $Cr_{23}C_6$, снижающих сопротивление межкристаллитной коррозии [115]. Известно, что диффузия атомов Cr на границы и последующее формирование карбидов $Cr_{23}C_6$ на границе зерен, которые являются преимущественным местом зарождения карбидов хрома, приводит к локальной неоднородности в химическом составе, в результате чего сталь становится склонной к межкристаллитной коррозии [119, 120, 121, 122].

1.7 Постановка задач исследования

Анализ литературных данных показывает, что, несмотря на большой объем исследований, посвященных вопросам механизмов пластической деформации ГЦК материалов, остается малоизученной кинетика формирования микроструктуры в процессе большой пластической деформации. Исследованию механизмов структурообразования и

кинетики формирования ультрамелкозернистой структуры при температурах 0,5 $T_{пл}$ и ниже, а, именно, закономерностям формирования субмикрокристаллических структур после больших пластических деформаций в данной температурной области посвящено небольшое количество работ. Имеющиеся литературные данные не позволяют построить целостную картину действующих механизмов деформации в аустенитных нержавеющих сталях в зависимости от температуры и степени деформации, а также установить их влияние на формирование мелкозернистой структуры. Механизмы и кинетика структурообразования в процессе пластической деформации при невысоких температурах в настоящее время являются предметом интенсивных дискуссий.

Исследование кинетики формирования микроструктуры в широком температурном интервале в аустенитной нержавеющей стали 10Х18Н8Д3БР в процессе большой пластической деформации представляет практический интерес. Управление параметрами микроструктуры и понимание процессов формирования различных типов структур позволит разработать научные основы технологии для обработки аустенитной нержавеющей стали 10Х18Н8Д3БР с необходимым уровнем механических свойств.

В соответствии с вышеизложенным сформулированы следующие задачи:

1. Установить закономерности эволюции структуры стали 10Х18Н8Д3БР в процессе пластической деформации методом многократной ковки при 500-1100°С. Предложить механизмы динамической рекристаллизации, описывающие измельчение структуры в этой температурной области.
2. Установить особенности эволюции структуры стали 10Х18Н8Д3БР в процессе пластической деформации многократной ковкой при комнатной температуре.
3. Выявить закономерности эволюции структуры сильнодеформированной аустенитной коррозионностойкой стали при статических отжигах и предложить механизм рекристаллизационного поведения сильнодеформированных материалов.
4. Оценить влияние субмикрокристаллической структуры, полученной при пластической деформации и последующих отжигах, на механические свойства и сопротивление коррозии стали 10Х18Н8Д3БР.

ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Материал исследования

Для проведения основных исследований была выбрана коррозионностойкая сталь аустенитного класса 10Х18Н8Д3БР (американская маркировка Super304H). Состояние поставки стали 10Х18Н8Д3БР – горячая ковка при температуре 1160°С до истинной степени деформации 3.

Таблица 2.1 – Химический состав стали 10Х18Н8Д3БР

Содержание элементов, % вес.									
Fe	C	Cr	Ni	Cu	Nb	Mn	N	B	Si
основа	0,08	18	8	3	0,5	0,95	0,12	0,005	0,1

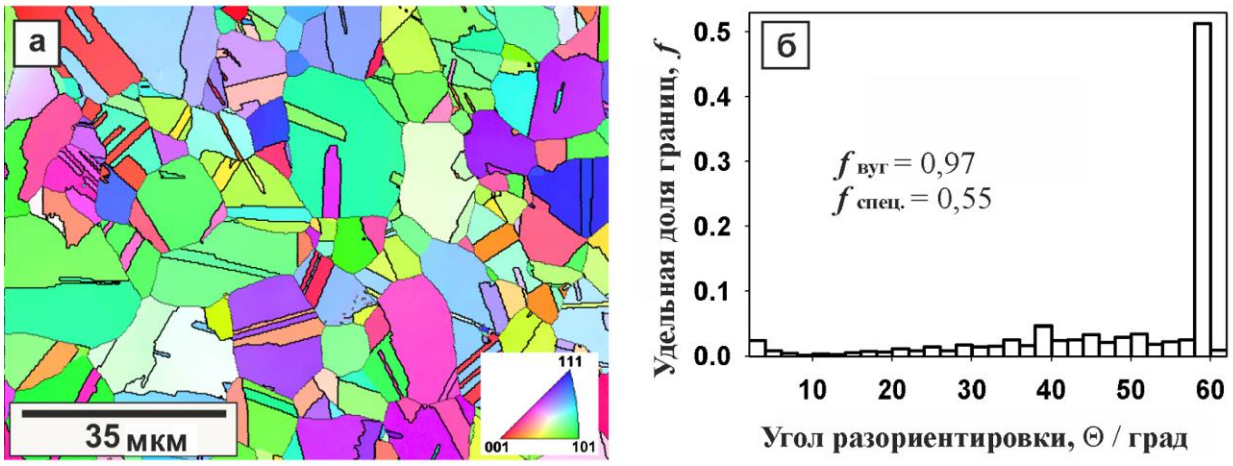


Рисунок 2.1 – Микроструктура сплава 10Х18Н8Д3БР в исходном крупнозернистом состоянии а) картина дифракции обратно-рассеянных электронов, черным цветом обозначены границы с углом разориентировки более 15 градусов, белом цветом границы от 2 до 15 градусов, б) распределение границ зерен по углам разориентировки

Данный материал перед исследованиями был подвергнут закалке: выдержан при температуре 1100°С в течение 30 минут с последующим охлаждением в воде. Средний размер зерен составляет 10 мкм, доля большеугловых границ в такой структуре составляет 0,97, из них доля специальных границ или границ двойникового типа Σ3 равна 0,55 (рис. 2.1.). Химический состав стали представлен в таблице 2.1.

2.2 Методы эксперимента

2.2.1 Методика многократной ковки со сменой оси деформации

Пластическую обработку стали 10Х18Н8Д3БР методом многократной ковки (или многократной осадки) со сменой оси деформации проводили на универсальной испытательной машине Instron 5882 усилием 30 тонн при комнатной температуре и температурах 500°С, 600°С, 700°С, 800°С. С целью регистрации диаграммы деформации в процессе многократной ковки (МК) использовали призматические образцы размером 15×12,2×10 мм^3. Такое соотношение размеров, т.е. 1,5:1,22:1,0, позволяет проводить многократную ковку осадкой с поворотом образца на 90 градусов в каждом проходе с истинной степенью деформации за один проход 0,4 без изменения геометрических размеров в процессе обработки (рис. 2.2). Суммарная истинная деформация составляла 4. Скорость деформации составляла 10^{-3} с$^{-1}$. Для исследования последовательности структурных изменений в процессе всесторонней ковки несколько призматических образцов деформировали до истинных степеней деформации 0,4; 1,2; 2,0; 4,0.

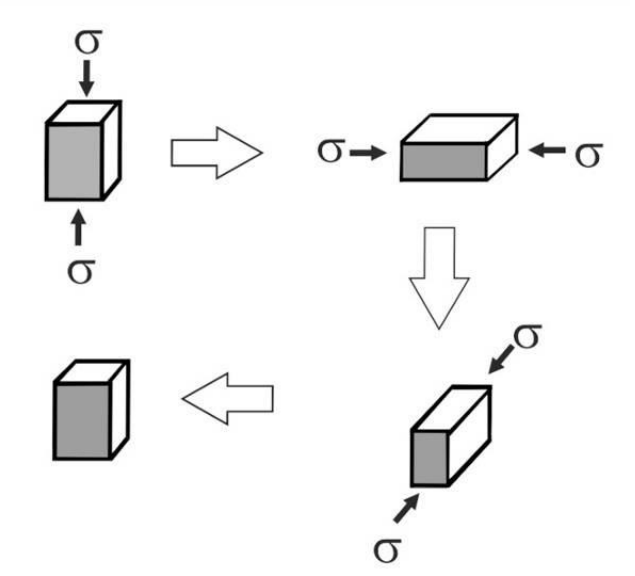


Рисунок 2.2 – Схема всесторонней изотермической ковки

Для получения крупногабаритных образцов использовали такие же схему пластической деформации и соотношение размеров образца с использованием

гидравлического пресса DEVR4000 усилием 400 тонн с изотермическими штамповыми блоками, работоспособными до температуры 950°С.

2.2.2 Методы исследования структуры

Электронно-микроскопические исследования. Для выявления тонкой структуры сплава готовили фольги из массивных образцов. Заготовкой для получения фольг служила пластина толщиной 0,3-0,5 мм, вырезанная на электроискровом станке. После механической шлифовки пластины до толщины 0,1-0,2 мм вырезался диск диаметром 3 мм, и на нем проводилось окончательное утонение методом струйной полировки на установке "Tenupol-3" в электролите состава: 90% уксусной кислоты и 10% хлорной кислоты. Процесс утонения производили в режиме: t=20°С±5°С, U≈60±5 В при стабилизации тока по напряжению до образования отверстия. Готовые фольги промывали в дистиллированной воде и тщательно просушивали.

Тонкую структуру фольг изучали с помощью просвечивающих электронных микроскопов JEM-2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ со встроенным гониометром, позволяющим наклонять образец в колонне.

Высокая локальность, как особенность электронно-микроскопических исследований, обусловила размер выборки. Для обеспечения достоверности результатов на каждое состояние было приготовлено и изучено по 3-4 фольги с различных участков образцов. В качестве иллюстраций в работе приведены наиболее типичные микроструктуры. Количественный анализ параметров структуры проводили методом секущих по темнопольным снимкам на пяти полях зрения. В каждом случае измеряли не менее 150 зерен, при этом погрешность измерений не превышала 15% при доверительной вероятности 0,5.

Средний размер зерна D определяли по формуле:

$$D = \sum d_i/n, \qquad (2.1)$$

где d_i - размер i-го зерна, n - число измеренных зерен.

Плотность решеточных дислокаций оценивали по формуле:

$$\rho = \frac{N}{2F}, \qquad (2.2)$$

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

Анализ разориентировок (суб)зеренных границ проводился посредством метода анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (electron back scattered diffraction (EBSD)), полученных на сканирующем электронном микроскопе Quanta-600, с

помощью программы TSL OIM Analysis 5. Границы с углом разориентировки менее 2° в исследованиях не учитывались.

Определение разориентировок (суб)зеренных границ проводили также по Кикучи-линиям [123, 124]. Точность определения разориентировки составляла ±0,25°. Разориентировка границ (суб)зерен определялась методом Кикучи-линий [125]. Количество границ, анализируемых для каждого из деформированных состояний, составляло не менее 80. Точную ориентировку кристалла по линиям Кикучи проводили по стандартной методике [125] следующим образом. На электронограмме выбирали три пары линий Кикучи таким образом, чтобы линии пересечения соответствующих плоскостей с экраном образовывали треугольник (рис. 2.3). Индексирование линий Кикучи проводили аналогично индексированию точечной дифракционной картины, только расчет межплоскостных расстояний выполняли по измерению расстояния между линиями Кикучи, а положение и знак индексов (hkl) уточняли по углам между соответствующими линиями Кикучи. Далее рассчитывали три оси зоны, т.е. линии пересечения выбранных для анализа плоскостей, т.е. $u_{1,2}= k_1l_2-l_1k_2$; $v_{1,2}=l_1h_2-h_1l_2$; $w_{1,2}=h_1k_2-k_1h_2$. Поскольку ось зоны – это вектор, то расчет проводили с учетом заданного направления, например, навстречу падающему пучку электронов для всех трех осей зон.

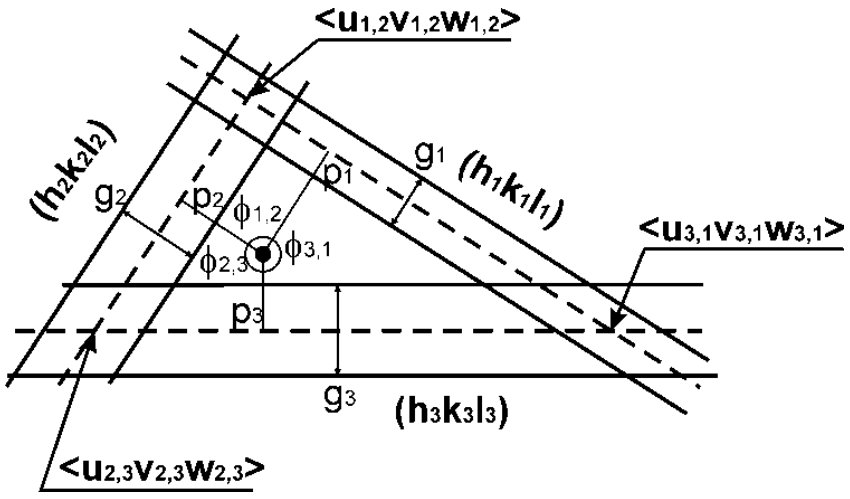


Рисунок 2.3 – Схема индицирования линий Кикучи

Определяли угол между одной из осей зоны и плоскостью, индексы которой не использовали для расчета этой оси зоны. Например:

$$\cos\alpha = \frac{u_{1.2}h_3 + v_{1.2}k_3 + w_{1.2}l_3}{(u_{1.2}^2 + v_{1.2}^2 + w_{1.2}^2)(h_3^2 + k_3^2 + l_3^2)}. \qquad (2.3)$$

Величина рассчитанного угла меньше 90^o свидетельствует о корректно выполненном индицировании. Если угол больше 90^o – знаки в индексах всех плоскостей меняли на противоположные. Зная точные индексы трех плоскостей ($h_ik_il_i$), можно точно рассчитать направление оси зоны UVW, проходящей через центральный максимум на дифракционной картине. Измерив расстояние (p_i) от центрального максимума до линии пересечения плоскости ($h_ik_il_i$) с плоскостью экрана (фотопластинки), определяли угол между осью зоны и данной плоскостью: $tg\ \alpha_i = L/p_i$. Точные значения UVW рассчитывали, решив систему трех уравнений скалярного произведения векторов [UVW] и ($h_ik_il_i$).

Для кубических кристаллов уравнения имеют вид:

$$\cos\alpha_i = \frac{h_iU + k_iV + l_iW}{\sqrt{(h_i^2 + k_i^2 + l_i^2)(U^2 + V^2 + W^2)}}. \qquad (2.4)$$

Для однозначного описания кристаллографической ориентации кристаллита необходимо определить индексы еще одного направления (плоскости). Таким направлением может быть направление указки микроскопа или направление «к оператору», которое точно определяется краем цифрового фотографического изображения микродифракции. Индексы такого направления легко рассчитать по любым трем известным направлениям и измеренным на картине микродифракции углам между известными и искомым направлениями описанным выше способом. Угловую разориентировку рассчитывали из матрицы разориентировки, $R = A_1A_2^{-1}$, где A_1 и A_2 - ориентационные матрицы смежных зерен или субзерен. Угол разориентировки определяется следом матрицы R: $\theta = \arccos((\Sigma R_{ii} - 1)/2)$. Направление разориентировки для кубической решетки: $[R_{32} - R_{23}, R_{13} - R_{31}, R_{21} - R_{12}]$.

Рентгеноструктурный анализ. Для анализа фазового состава образцов стали 10Х18Н8Д3БР при многократной ковке при комнатной температуре до истинных степеней деформации 0,4; 0,8; 1,2; 2; 4 использовали рентгеноструктурные исследования. В качестве эталона использовали крупнозернистый образец стали 10Х18Н8Д3БР после закалки. Образцы перед исследованием механически шлифовали на приборе Labopol 5, используя наждачную бумагу, постепенно переходя от более крупной к более мелкой по зернистости наждачной бумаги. После изменения зернистости наждачной бумаги образец поворачивали на 90° по отношению к предыдущему направлению шлифования. Далее образцы полировали на суконных кругах, используя алмазные пасты с различным размером дисперсных частиц от 6 до 3 мкм. После чего образец подвергали электрохимической полировке. Электрохимическую полировку проводили при температуре 20°С при напряжении 20 В в течение 15 с. Состав электролита: 90% уксусной

кислоты и 10% хлорной кислоты. Рентгеноструктурный анализ проводили на дифрактометре Rigaku Ultima IV в медном (Cu)K_α излучении. Режим съемки: напряжение 40 кВ, сила тока 40 мА, скорость сканирования 2°/мин с шагом сканирования 0,02°, съемка осуществлялась в широком диапазоне 2θ = (40 – 125)°.

Анализ профилей проводили по международным таблицам ASTM, в которых приведены значения (hkl), значения углов 2θ и межплоскостные расстояния [30].

Количественное соотношение фаз (α′ - мартенсита и аустенита) в исследуемой стали оценивали, используя корундовое число RIR (Reference Intensity Ratio) по методу Чанга.

$$RIR_n = \frac{I^n_{100\%}}{I^{Al2O3}_{100\%}}, \quad (2.5)$$

где RIR_n – корундовое число n – фазы, $I^n_{100\%}$– интенсивность 100% линий n – фазы, $I^{Al2O3}_{100\%}$ – интенсивность 100% линии корунда (Al_2O_3) в смеси содержащей по 50 вес. % компонентов.

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

$$\sum Xk = 1, \quad (2.6)$$

где k = 1…n,n – число компонентов смеси, а Xk – соответствующие весовые доли.

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

$$X\alpha = \frac{I_{ia}}{(RIR\alpha * I^{rel}_{ia})} * \left[\sum_k \left(\frac{I_{jk}}{RIR_j * I^{rel}_{jk}}\right)\right]^{-1}, \quad (2.7)$$

где I_{ia} - измеренная интенсивность i - рефлекса, I^{rel}_{ia} – относительная интенсивность данного рефлекса в международных таблицах ASTM, RIRα - корундовое число для определяемой фазы, $I_{jk}I^{rel}_{jk}RIR_j$ - соответствующие величины для всех (включая α) компонентов смеси.

Атомно-силовая микроскопия. Для определения количества содержания α′-мартенсита деформации проводили исследования на зондовом микроскопе NTEGRAAura. Данное исследование проводили при помощи магнитно – силового метода. Перед исследованием образцы, кованные при комнатной температуре до различных степеней деформации, полировали так же, как для рентгеноструктурного анализа.

Исследование магнитных образцов проводилось с помощью специальных зондов с магнитным покрытием. Для получения магнитных изображений применялась двухполосная методика [126].

2.2.3 Механические испытания

Испытания на растяжение. Механические испытания проводили при комнатной температуре и повышенных температурах в интервале 400-700°С на универсальной испытательной машине Instron 5882 следующих образцов:

- подвергнутых многократной ковке при температурах 500 - 800°С до истинной степени деформации 4;
- подвергнутых многократной ковке при температурах 500 и 800°С до истинной степени деформации 4 и последующему отжигу при температуре 800°С С в течение 30 минут;
- подвергнутых многократной ковке при комнатной температуре до истинной степени деформации 4;
- подвергнутых многократной ковке при комнатной температуре до истинной степени деформации 4 и последующему отжигу в интервале температур 500-700°С в течение 30 минут;

Испытания проводили в соответствии с ГОСТ 1497- 84, ГОСТ 9651-84 на плоских образцах. Размер образцов – длина рабочей части 12 мм, сечение 3х1,5 мм^2. После проведения испытаний количественные характеристики полученных свойств, таких как: временное сопротивление разрушению ($\sigma_в$), предел текучести ($\sigma_{0,2}$) и относительное удлинение оценивали по методике в соответствии с ГОСТ 1497-84. Для получения достоверных результатов испытывалось не менее трех образцов на точку.

2.2.4 Испытания по определению стойкости к межкристаллитной коррозии

Стойкость стали 10Х18Н8Д3БР к межкристаллитной коррозии (МКК) проводили в соответствии с ГОСТ 9.914 – 91 методом потенциодинамической реактивации в растворе испытания №1 (0,5 моль/дм^3 серной кислоты + раствор 0,01 моль/ дм^3 роданида калия) при температуре 30±1°С.

Стойкость стали 10Х18Н8Д3БР к МКК оценивали по соотношению заряда реактивации к заряду пассивации или по соотношению максимальной плотности тока на катодной ($j_{maxреак}$) ветви к максимальной плотности тока на анодной ($j_{maxпасс}$) ветви анодно – катодной развертки, полученной методом потенциодинамической реактивации. При соотношении $j_{maxреак}/ j_{maxпасс} < 0,11$ – сталь считается стойкой к межкристаллитной коррозии, в случае превышения значения 0,11 – сталь считают склонной к межкристаллитной коррозии.

Образцы стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки до истинной степени деформации 4 перед испытаниями по определению стойкости к межкристаллитной коррозии подвергались механической шлифовке.

ГЛАВА 3 ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ СТАЛИ 10Х18Н8Д3БР В ПРОЦЕССЕ МНОГОКРАТНОЙ КОВКИ ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ 1100-500°С

В настоящей главе представлены исследования механизмов формирования структур в аустенитной стали 10Х18Н8Д3БР в процессе большой пластической деформации методами однократной и многократной ковки в диапазоне температур 1100-500°С. Изучено влияние температуры и степени деформации на механизмы динамической рекристаллизации.

3.1 Деформационное поведение стали 10Х18Н8Д3БР при однократной и многократных ковках при температурах 1100-500°С

3.1.1 Деформационное поведение при горячей деформации

Обычно считается, что прохождению динамической рекристаллизации соответствует тип диаграммы горячей деформации с «пиком» напряжения течения при переходе к установившейся стали деформации [30, 41]. На рисунке 3.1 представлены кривые деформации при однократной осадке стали 10Х18Н8Д3БР.

Представленные кривые деформации имеют пик, причем, необходимо отметить, что величина деформации, необходимая для начала динамической рекристаллизации и соответствующая пиковому значению напряжения течения, с уменьшением температур деформации сдвигается в сторону большего значения. После такой величины пиковой деформации начинается динамическая рекристаллизация, при этом кривая деформации характеризуется падением напряжения течения. Представленные кривые деформации не имеют явной стадии разупрочнения, это, возможно, объясняется тем, что при деформации происходит контактное трение образцов с поверхностями бойков.

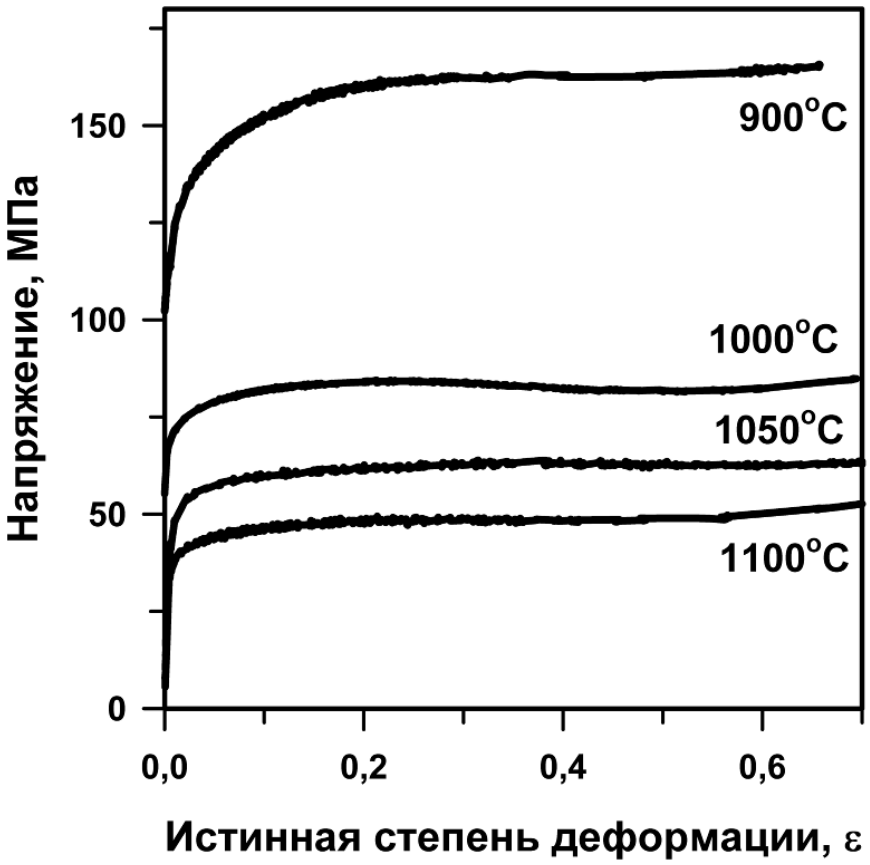


Рисунок 3.1 – Зависимость напряжения течения от истинной степени деформации стали 10Х18Н8Д3БР при однократной осадке при температурах 500-800°С

Такое деформационное поведение исследуемой стали происходит при протекании динамической рекристаллизации. При этом механизм зарождения динамически рекристаллизованных зерен похож на механизм статической рекристаллизации, т. е механизм Бейли-Хирша [30]. Многие авторы [26,41] также обсуждают данное явление как прерывистую динамическую рекристаллизацию.

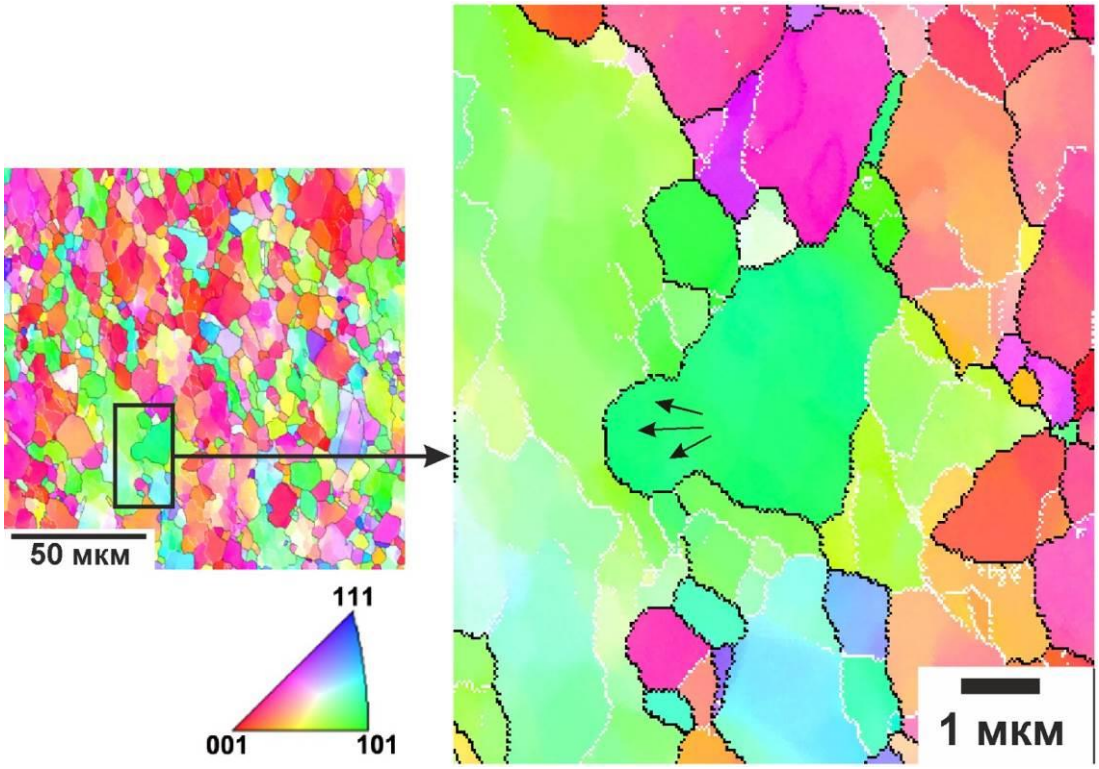


Рисунок 3.2 – Микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР после однократной осадки до истинной степени деформации 0,7 при температуре 1000°С

На рис. 3.2 представлена микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР после однократной осадки до истинной степени деформации 0,7 при температуре 1000°С. Видно, что некоторые границы зерен мигрируют, и возникают «выступы» или «языки», которые в дальнейшем и становятся зародышами рекристаллизации.

3.1.2 Деформационное поведение при теплой деформации

Общий вид суммарной кривой течения строится из серии истинных кривых деформация-напряжения в течение десяти последовательных проходов осадки (рис. 3.3).

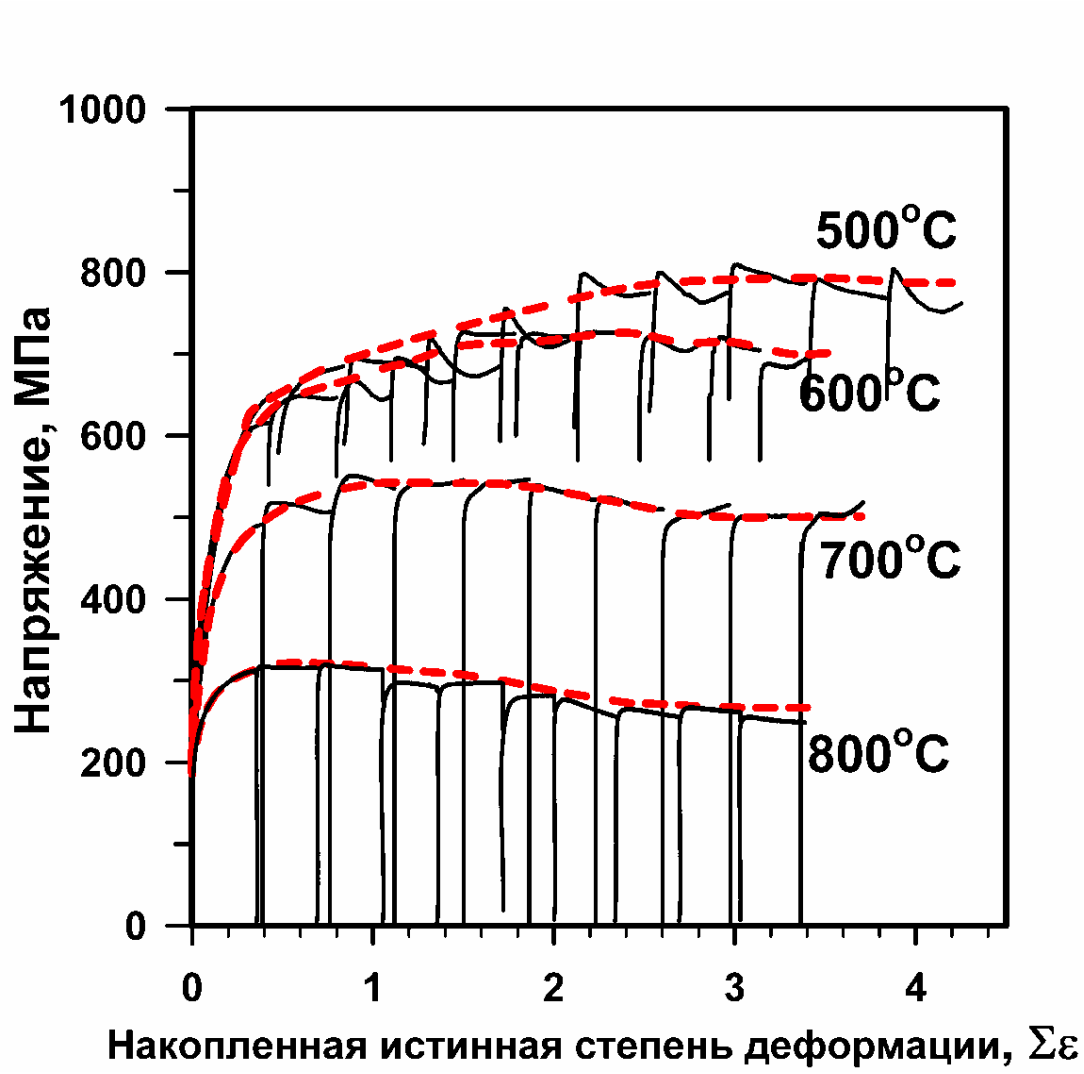


Рисунок 3.3 – Зависимость напряжения течения от накопленной истинной степени деформации стали 10Х18Н8Д3БР при многократной ковке при температурах 500-800°С

При всех температурах первая осадка сопровождается значительным упрочнением. При дальнейшей многократной ковке наблюдается разупрочнение на кривых отдельных осадок. Особенно заметно это демонстрируют образцы при ковке при температуре 500°С, для которых, начиная с третьей осадки, деформация сопровождается значительным разупрочнением. Такое разупрочнение может быть связано с локализацией деформации, в результате которой формируются полосы деформации и сдвига при низких температурах [127]. Следует отметить, что предел текучести при последующей осадке сопоставим с напряжениями течения предшествующих проходов осадки, что предполагает, что процессы статической рекристаллизации не развиваются в исследуемых состояниях [128]. Таким образом, структурные изменения полностью связаны с динамической рекристаллизацией и должны зависеть от накопления деформации.

Вид общих суммарных кривых течения, нанесенных на серию многократных осадок (пунктирные линии на рис. 3.3), зависит от температуры обработки. При температуре 800°C тип суммарной кривой имеет вид, как при динамической рекристаллизации [129, 130]. Напряжение течения достигает своего пика уже при истинной степени деформации 0,5. Дальнейшая деформация сопровождается постепенным снижением напряжения течения, устойчивое напряжение течения наблюдается при истинной деформации 2,5. При 700°C напряжение течения увеличивается до максимума при деформации $\varepsilon \sim 1$, а затем постепенно снижается до определенного уровня. Напряжение течения после $\varepsilon \sim 3$ сохраняется на постоянном уровне. При 600°C суммарная кривая течения показывает устойчивое напряжение течения при $\varepsilon \geq 2$, несмотря на то, что напряжение течения стремится слегка уменьшиться с увеличением деформации после достижения максимального значения напряжения. Однако такое разупрочнение значительно меньше, чем наблюдаемое при 700°C. При 500°C после значительного упрочнения на ранней стадии деформации, напряжение течения постепенно увеличивается в течение дальнейшей многократной ковки, насыщение напряжения в таком случае достигается при общей степени деформации $\varepsilon \sim 3,5$.

Разница в поведении напряжение-деформация предполагает, что эволюция микроструктуры при различных температурах происходит по различным механизмам.

3.2 Эволюция микроструктуры в процессе деформации при 800°C

Структурные изменения в процессе многократной ковки при 800°C представлены на рис. 3.4 и 3.5, которые демонстрируют эволюцию микроструктуры после второго $\varepsilon \sim 0,8$ и десятого проходов $\varepsilon \sim 4$, соответственно. Как отмечалось ранее, при истинной степени деформации $\varepsilon \sim 0,8$ деформационное поведение характеризуется максимумом на суммарной кривой напряжение-деформация. Данный пик указывает на начало прерывистой динамической рекристаллизации, при этом (рис. 3.4) границы исходных зерен извилистые и наблюдается их локальное выпучивание или выгибание. Образование таких «языков» или выпуклости приводит к развитию зародышей рекристаллизации, которые способны расти в процессе дальнейшей деформации.

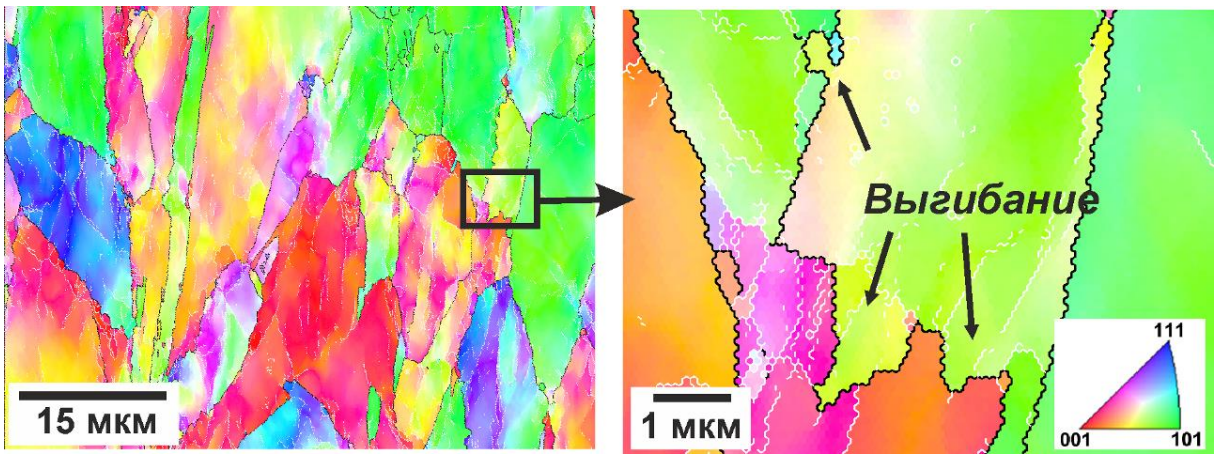


Рисунок 3.4 – Микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки до истинной степени деформации 0,8 при температуре 800°С. Белыми и черными линиями обозначены малоугловые и большеугловые границы, соответственно

При этом рост образовавшихся зародышей рекристаллизации сопровождается появлением двойников отжига, как указано толстыми черными линиями на рис. 3.5.

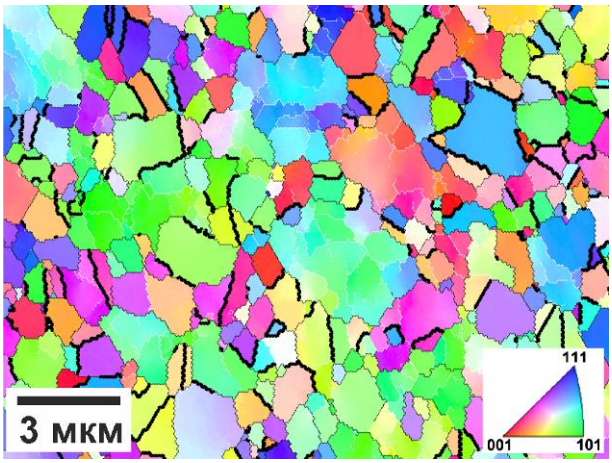


Рисунок 3.5 – Микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки до истинной степени деформации 4 при температуре 800°С. Тонкими белыми и черными линиями обозначены малоугловые и большеугловые границы, соответственно. Толстыми черными линиями выделены специальные границы Σ3

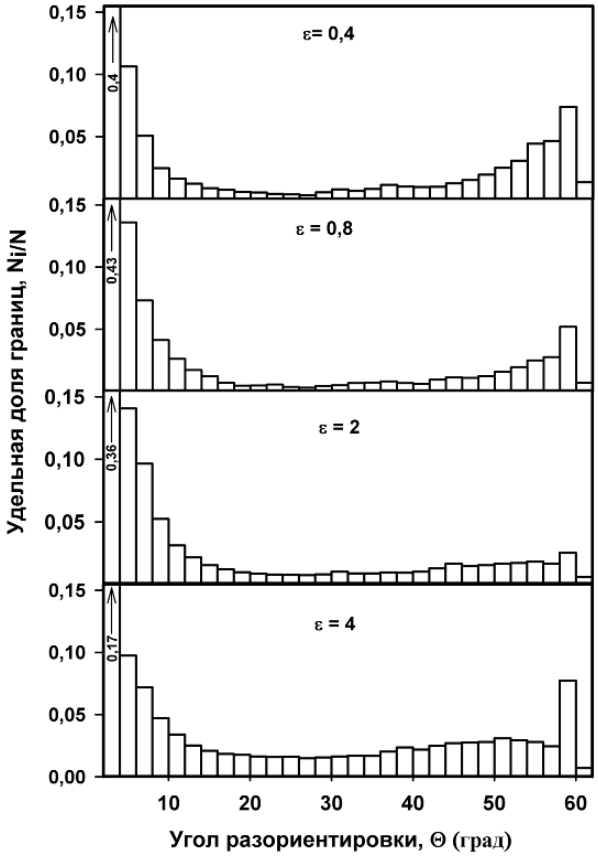


Рисунок 3.6 – Распределение улов разориентировок границ зерен в стали 10Х18Н8Д3БР в процессе многократной ковки при температуре 800°С

Повторное формирование ряда рекристаллизованных зерен в процессе многократной ковки приводит к развитию единой ультрамелкозернистой микроструктуры с размером зерна 0,72 мкм после десятой ковки, где ε ~ 4, при 800°С.

Распределение границ зерен по углам разориентировок границ зерен (рис. 3.6) при всех степенях деформации характеризуется бимодальным распределением. Первый пик соответствует малоугловым границам (угол разориентировки менее 15°). На начальной стадии деформации ε ~ 0,4–0,8 доля таких границ достигает 0,62. По мере увеличения степени деформации величина пика малоугловых разориентировок уменьшается, доля большеугловых границ возрастает от 0,38 до 0,55. Увеличение доли большеугловых границ связано с измельчением зеренной структуры за счет действия динамической рекристаллизации. Второй пик соответствует области большеугловых границ с разориентировкой 50-60°. Этот пик характерен для специальных границ Σ3 (двойниковых границ). Наличие данного пика является результатом миграции границ зерен при росте зародышей рекристаллизации, что и несет за собой формирование двойников отжига [131] в процессе действия прерывистой динамической рекристаллизации.

3.3 Эволюция микроструктуры в процессе деформации при 700°С

Исследование эволюции микроструктуры при многократной ковке при температуре 700°С показало, что формирование мелкозернистой структуры протекает по другому механизму динамической рекристаллизации. В процессе многократной ковки на начальных степенях деформации динамический возврат способствует развитию

пространственной сетки дислокационных субграниц. Изменение систем скольжения в исходных зернах приводит к развитию геометрически необходимых границ, которые образуются при повороте соседних областей решетки [132, 133, 134]. Исследование тонкой структуры и расчет разориентировок стали 10Х18Н8Д3БР при многократной ковке до истинной степени деформации 0,4 показало образование границ зерен с низкой разоринтировкой до 6° вдоль исходных границ зерен (рис. 3.7). Такие субграницы являются геометрически необходимыми границами.

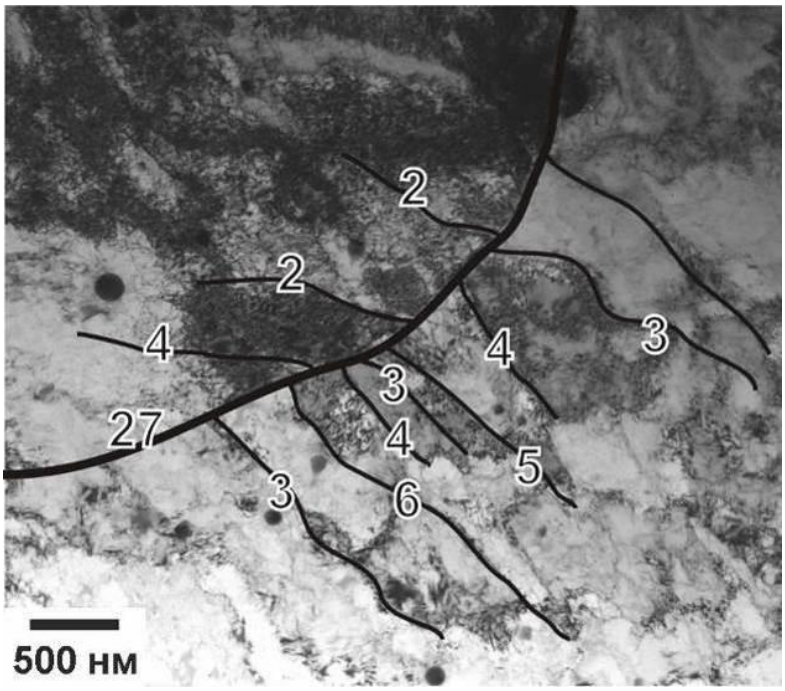


Рисунок 3.7 – Микроструктура в стали 10Х18Н8Д3БР в процессе многократной ковки при температуре 700°С до степени деформации 0,4. Цифры указывают разориентировку границ в градусах

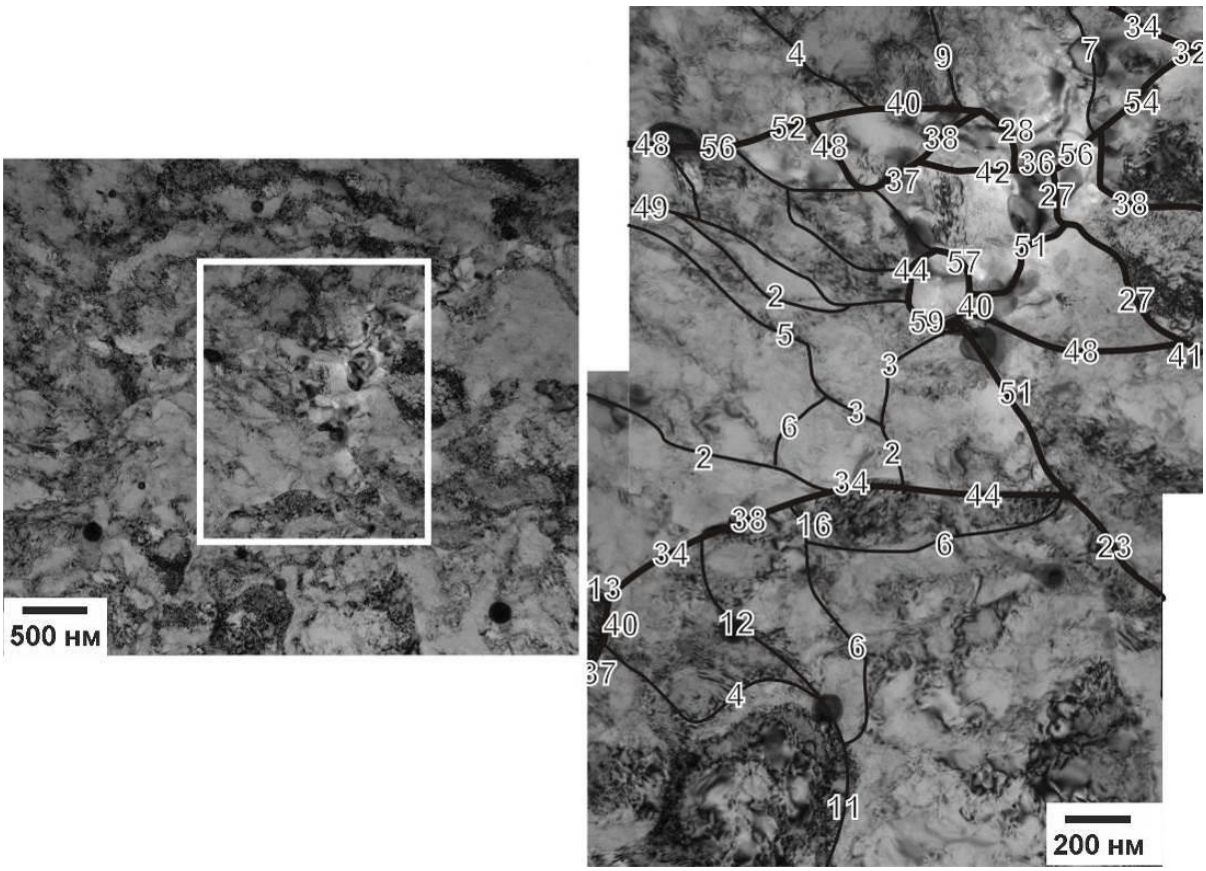


Рисунок 3.8 – Микроструктура в стали 10Х18Н8Д3БР в процессе многократной ковки при температуре 700°С до степени деформации 0,8. Цифры указывают разориентировку границ в градусах

При дальнейшей деформации в ε ~ 0,8, новые рекристаллизованные зерна появляются, в основном, в тройных стыках границ исходных зерен (рис. 3.8), где различия в системах скольжения привело к быстрой эволюции геометрически необходимых границ [14, 135]. Внутри исходных зерен развита пространственная сетка субграниц.

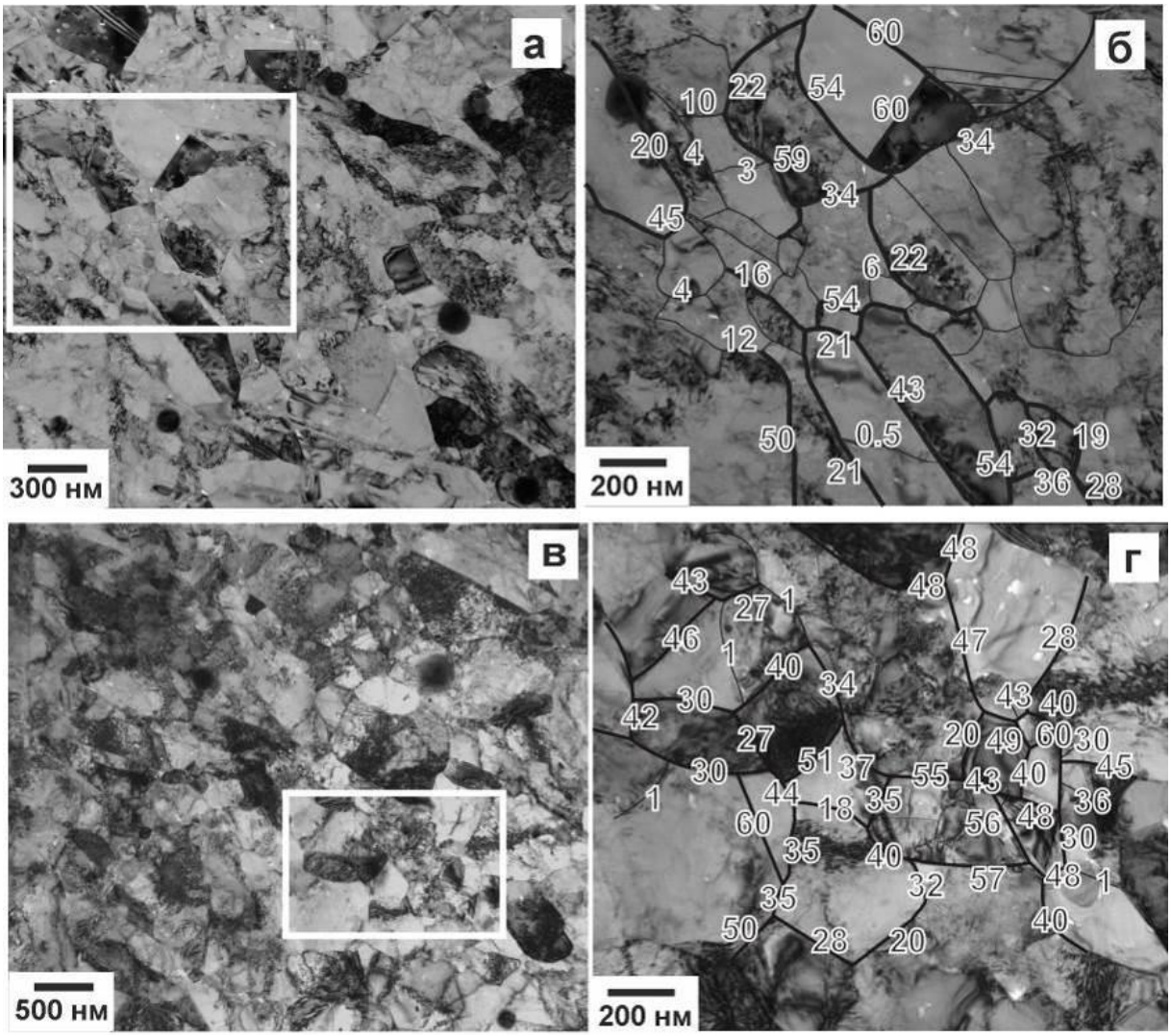


Рисунок 3.9 – Микроструктура в стали 10Х18Н8Д3БР в процессе многократной ковки при температуре 700°С до степеней деформации: (а) и (б) 2; (в) и (г) 4. Цифры указывают разориентировку границ в градусах

Дальнейшее увеличение степени деформации приводит к формированию динамически рекристаллизованных зерен, большинство которых сформировались в результате постепенной эволюции геометрически необходимых границ, при этом в процессе многократной ковки их разориентировка постепенно увеличивалась (рис. 3.9). Такой механизм формирования новых зерен в процессе пластической деформации можно рассматривать как непрерывную динамическую рекристаллизацию (НДР) [26, 41]. Однако, при достижении истинной степени деформации 2 в структуре, помимо границ деформационного происхождения с низким и высоким углом разориентировки, можно выделить границы двойников отжига с углом разориентировки 60° <1 1 1> (рис. 3.9 б). Причем зерна, содержащие двойники отжига, одновременно содержат очень высокую

плотность дислокаций, что исключает их образование в результате метадинамической рекристаллизации. Наличие в микроструктуре двойниковых границ, образованных вследствие миграции границ зерен, дает возможность рассматривать механизм формирования новых зерен как прерывистую динамическую рекристаллизацию (ПДР).

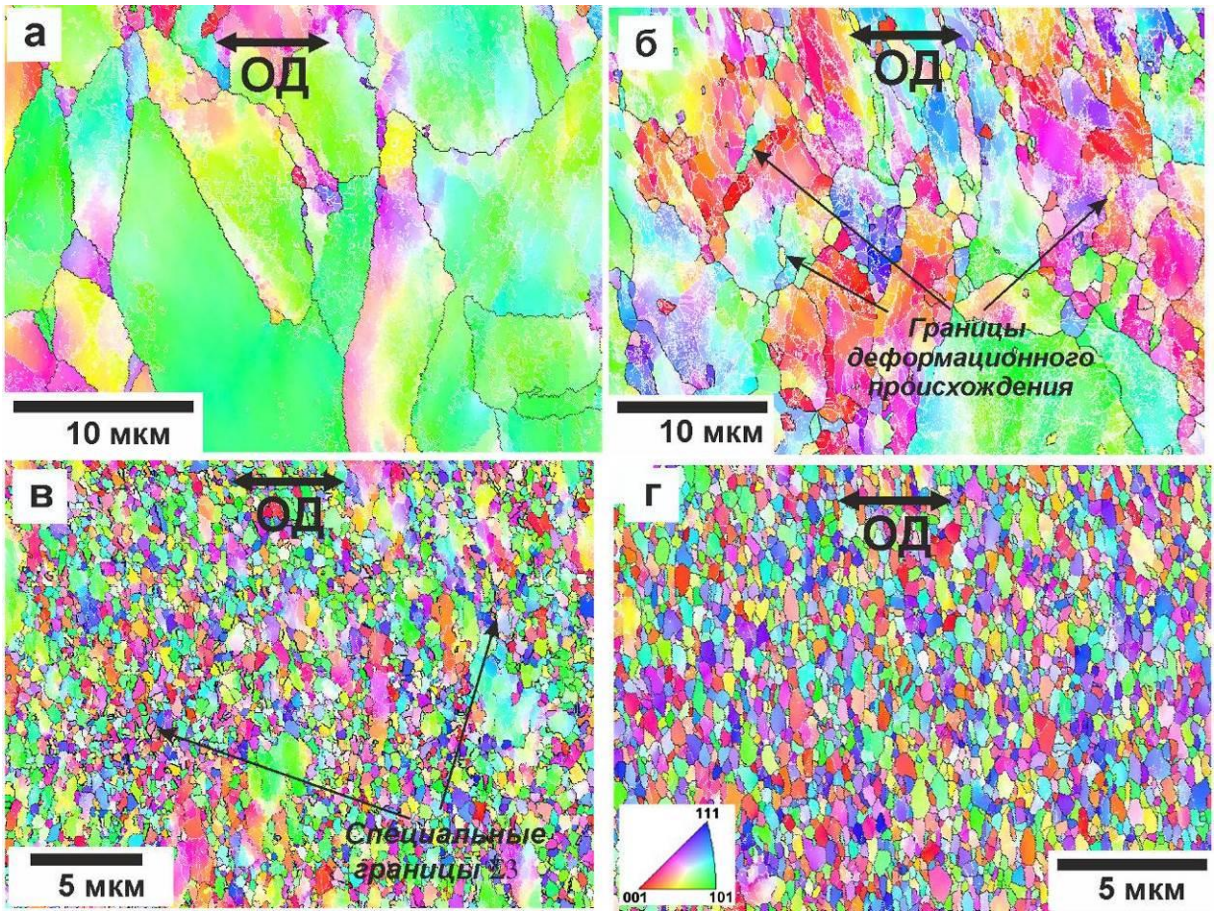


Рисунок 3.10 – Микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при температуре 700°С до истинных степеней деформации (а) ε = 0,4; (б) ε = 0,8; (в) ε = 2; (г) ε=4. Тонкими белыми и черными линиями обозначены малоугловые и большеугловые границы, соответственно. Стрелкой указана ось деформации (ОД)

Исследование эволюции микроструктуры методом EBSD анализа показало, что на начальных степенях деформации исходные зерна вытягиваются по направлению течения материала, и выпучивание исходных границ зерен не наблюдается, внутри зерен формируется сетка малоугловых границ (рис. 3.10 а).

Увеличение степени деформации приводит к росту разориентировки геометрически необходимых границ, таким образом, внутри исходных зерен формируются границы с углом разориентировки выше 15° (рис. 3.10 б). Увеличение плотности геометрически необходимых границ в процессе многократной ковки способствует формированию новых динамически рекристаллизованных зерен (рис. 3.9 б и г).

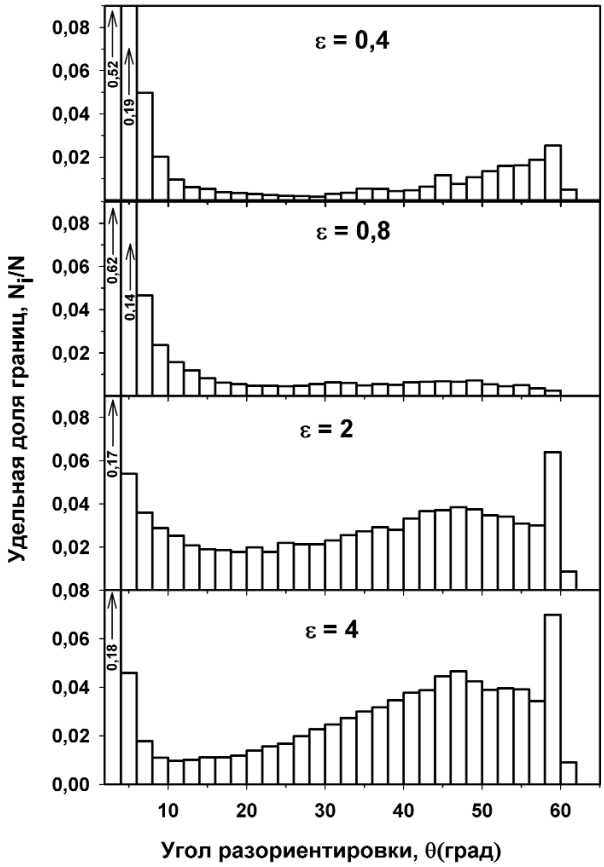


Рисунок 3.11 – Распределение улов разориентировок границ зерен в стали 10Х18Н8Д3БР в процессе многократной ковки при температуре 700°С

Преобладание механизма НДР и начало механизма ПДР, при наличии миграции исходных и деформационных границ, наглядно можно продемонстрировать на распределении углов разориентировок границ зерен в процессе многократной ковки (рис. 3.11). Во-первых, пик от разориентировок границ зерен с низкой разориентировкой (МУГ) присутствует при всех рассмотренных степенях деформации. Доля этих МУГ уменьшается от 0,62 до 0,18 при увеличении деформации от 0,8 до 4. Наличие этого пика свидетельствует о непрерывном формировании МУГ при всех значениях напряжения. Во-вторых, острый пик, соответствующий двойниковым границам, ~ 60°, появляется после ε ~ 2. Следует отметить, что доля этих границ (~ 0,07) остается неизменной при дальнейшем деформировании. В отличие от ПРД во время горячей деформации, которая характеризовалась линейным ростом доли двойниковых границ [131].

3.4 Эволюция микроструктуры в процессе деформации при 600°С

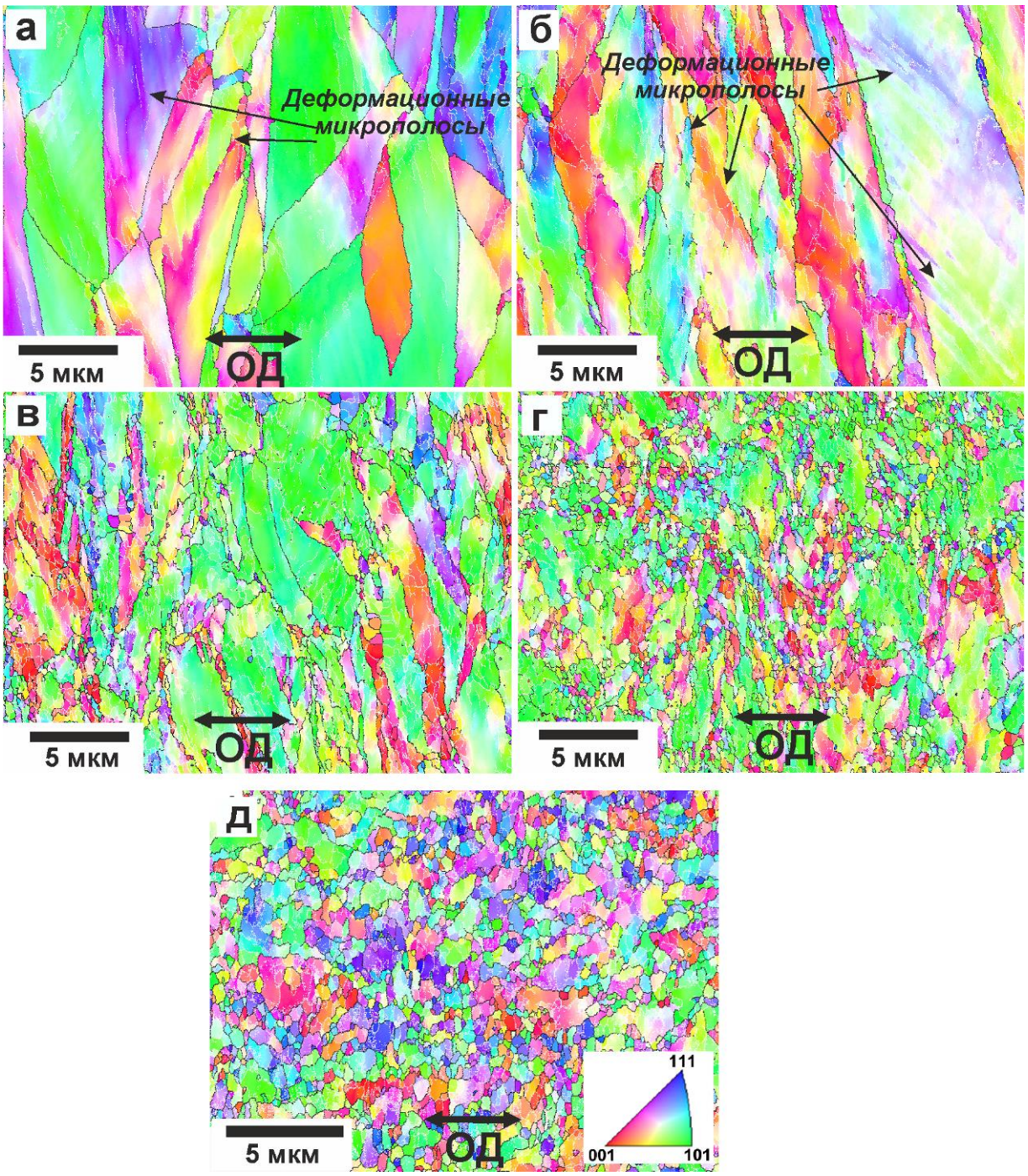


Рисунок 3.12 – Микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при температуре 600°С до истинных степеней деформации (а) ε = 0,4; (б) ε = 0,8; (в) ε = 1,2; (г) ε =2; (д) ε =4. Тонкими белыми и черными линиями обозначены малоугловые и большеугловые границы, соответственно. Стрелкой указана ось деформации (ОД)

Деформация при температуре 600°С на небольшие степени деформации (рис. 3.12 а) приводит к зубчатости исходных границ зерен и образованию микрополос деформации внутри исходных зерен, разделенных геометрически необходимыми границами, которые

имееют низкую разориентировку (МУГ). При ε ~ 0,8 разориентировка деформационных микрополос увеличивается до значений, характерных для большеугловых границ зерен (рис. 3.12 б). Новые динамически рекристаллизованные зерна начинают появляться, в основном, на тройных стыках, а также на деформационных микрополосах и, особенно, в местах пересечения деформационных микрополос, где развита высокая плотность геометрически необходимых границ зерен. Изменения в направлении оси деформации при многократной ковке приводит к изменению систем скольжения между последующими проходами и способствует развитию скрещенных микрополос деформации [14]. Таким образом, число динамически рекристаллизованных зерен быстро возрастает с увеличением степени деформации (см рис. 3.12 в и г).

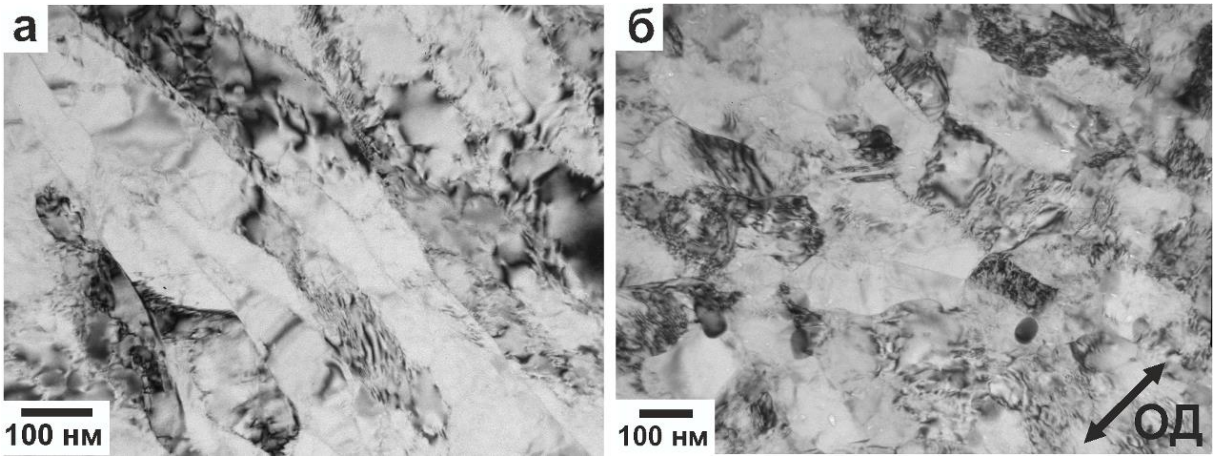


Рисунок 3.13 – Микроструктура в стали 10Х18Н8Д3БР в процессе многократной ковки при температуре 600°С до степеней деформации (а) и 2; (б) 4

Формированию новых динамически рекристаллизованных зерен также способствует деление микрополос поперечными субграницами, разориентировка которых увеличивается в процессе деформации. Динамически рекристаллизованные зерна изначально имеют удлиненную форму, с тенденцией к эволюции по деформации микрополос. При последующей деформации динамически рекристаллизованные зерна, как правило, приобретают более равноосную форму благодаря их делению поперечными границами. В результате в интервале деформаций от 2 до 4, микроструктура постепенно переходит к равноосной форме зерен (рис. 3.13 а и б).

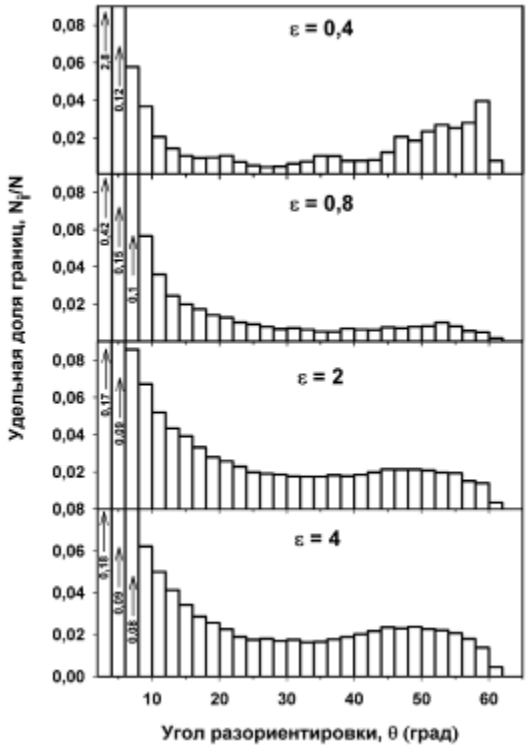


Рисунок 3.14 – Распределение улов разориентировок границ зерен в стали 10Х18Н8Д3БР в процессе многократной ковки при температуре 600°С

Исследование распределения углов разориентировок границ зерен показало, что доля БУГ имеет тенденцию к увеличению с увеличением деформации (рис. 3.14). При всех достаточно больших степенях деформации на распределении не наблюдается пика, соответствующего двойниковым границам. Доля МУГ уменьшается от 0,42 при ε ~ 0,8 до 0,17 при ε ~ 2, а затем остается неизменной при дальнейшем увеличении степени деформации.

Увеличение доли БУГ происходит в процессе многократной ковки при температуре 600°С за счет постепенного набора разориентировки границ зерен деформационного происхождения при содействии эволюции продольными границами в микрополосах. Пик, соответствующий МУГ, можно отнести к непрерывному образованию поперечных субграниц, которые делят деформационные микрополосы. Также следует отметить, что доля двойниковых границ пренебрежимо мала. Таким образом, микроструктура при данной температуре деформации развивается по механизму НДР.

3.5 Эволюция микроструктуры в процессе деформации при 500°С

Деформация при температуре 500°С до ε ~ 0,4 приводит к развитию деформационных микрополос , разделенных МУГ внутри исходных зерен. Эти изменения очень похожи на структурные изменения, наблюдаемые при многократной ковке при температуре 600°С (рис. 3.15 а). Деформационные микрополосы и тройные стыки являются местами для быстрого развития геометрически необходимых границ зерен с большеугловой разориентировкой. Увеличение степени деформации до ε ~ 0,8 приводит к образованию цепочек новых динамически рекристаллизованных зерен на месте микрополос деформации и вблизи исходных границ (рис. 3.15 б 3.16 б).

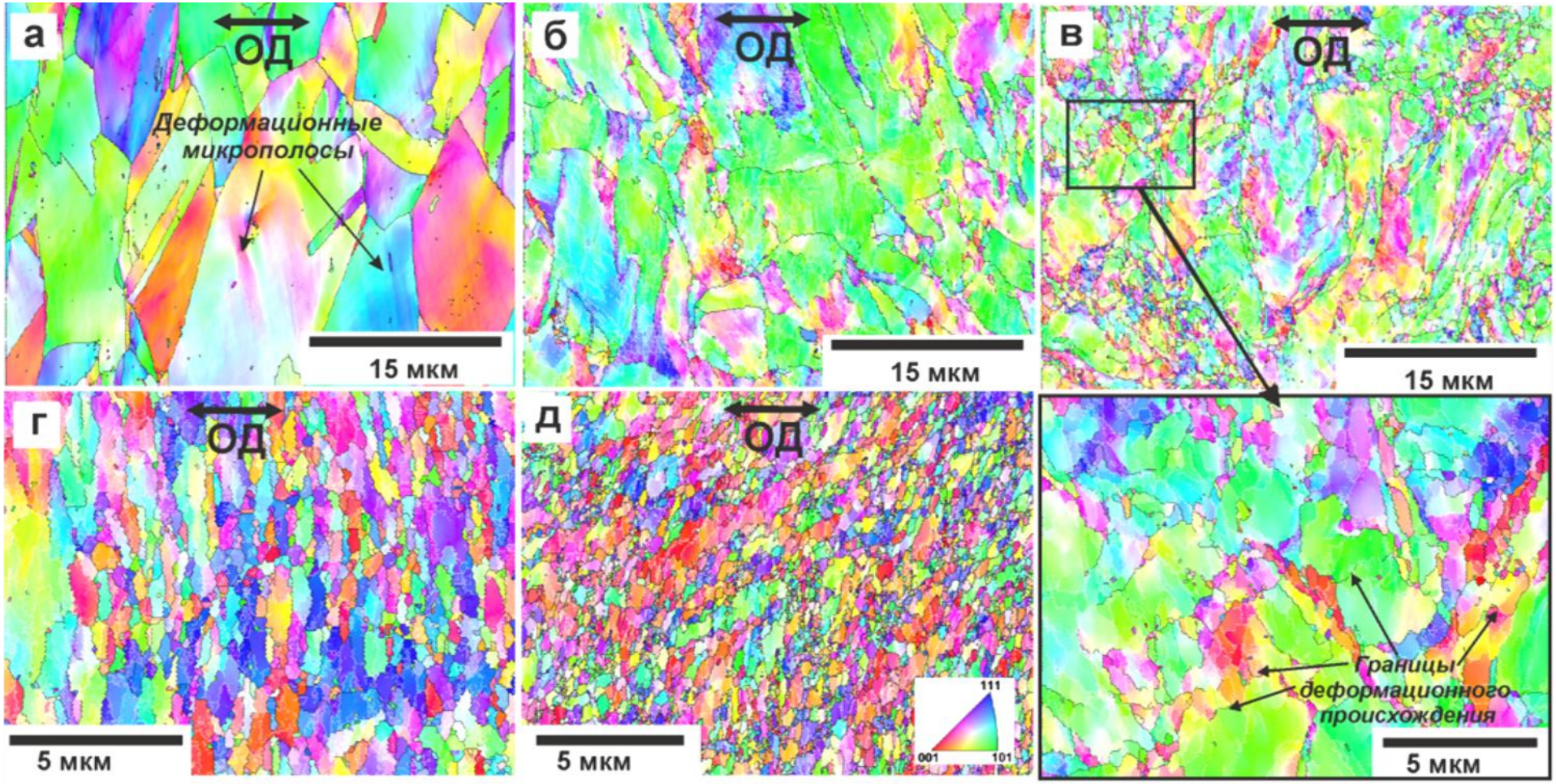


Рисунок 3.15 – Микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при температуре 500°С до истинных степеней деформации (а) ε = 0,4; (б) ε = 0,8; (в) ε = 1,2; (г) ε =2; (д) ε =4. Тонкими белыми и черными линиями обозначены малоугловые и большеугловые границы, соответственно. Стрелкой указана ось деформации (ОД)

Дальнейшая деформация сопровождается увеличением разориентировок границ деформационного происхождения. При достижении истинной степени деформации ε ~ 4 формируется равноосная микроструктура (рис. 3.16 б).

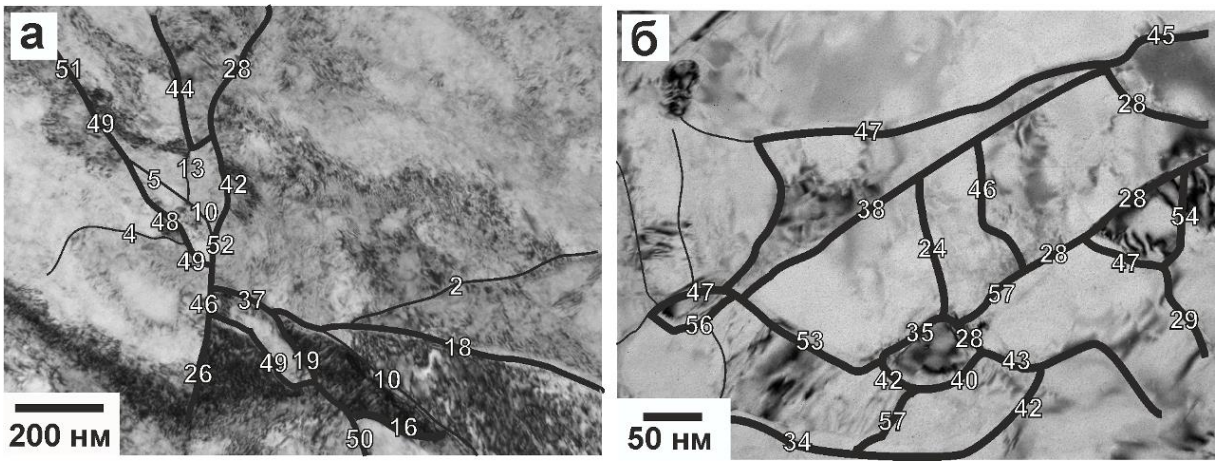


Рисунок 3.16 – Микроструктура в стали 10Х18Н8Д3БР в процессе многократной ковки при температуре 500°С до степеней деформации (а) 0,8; (б) 4. Цифры указывают разориентировку границ в градусах

Исследование распределения углов границ зерен показали, что с увеличением степени деформации происходит постепенное увеличение доли БУГ (рис. 3.17). Распределения углов границ зерен схожи с распределениями, полученными при многократной ковке при температуре 600°С (рис. 3.14). Многократная ковка сопровождается непрерывным образованием границ деформационного происхождения, преимущественно, большеугловой разориентировки. Такие изменения распределений углов разориентировок границ зерен являются типичными при действии механизма НДР. С увеличением степени деформации большой пик в области МУГ постепенно уменьшается, в то время как доля БУГ возрастает. Миграция границ деформационного происхождения на большие расстояния не наблюдается при температуре 500°С; новые динамически рекристаллизованные зерна формируются по механизму непрерывной динамической рекристаллизации вплоть до истинной степени деформации ε ~ 4 в процессе многократной ковки.

3.6 Механизмы формирования структуры в процессе многократной ковки при температурах 800-500°С

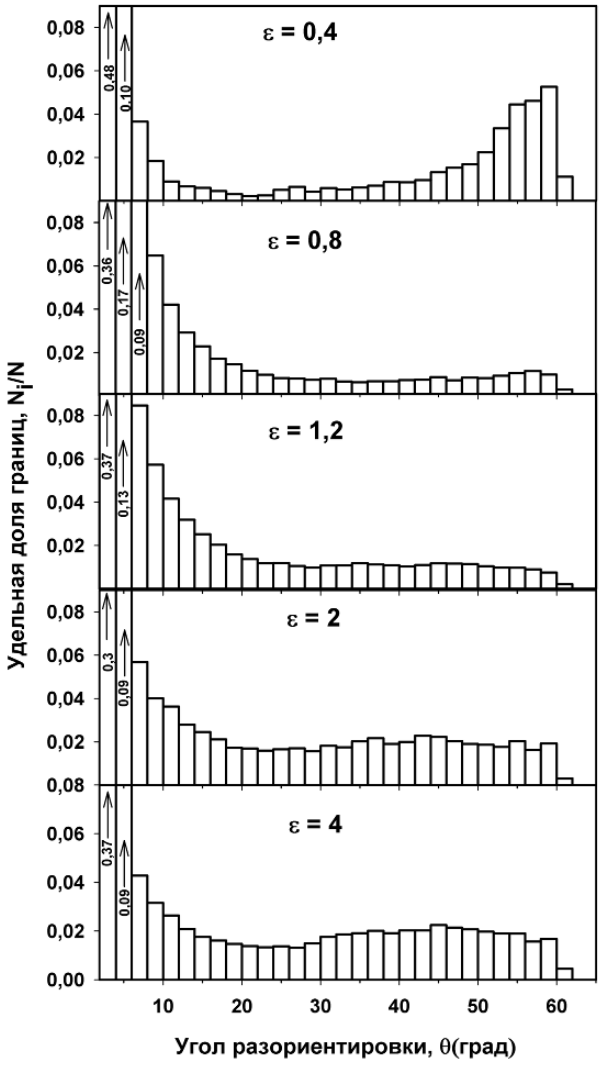


Рисунок 3.17 – Распределение углов разориентировок границ зерен в стали 10Х18Н8Д3БР в процессе многократной ковки при температуре 500°С

Количественный анализ параметров микроструктуры показывает (рис. 3.18), что на начальных степенях деформации во всем температурном интервале при $\varepsilon < 1.2$ происходит значительное уменьшение размера зерна, в то время как последующая деформация приводит к небольшим изменениям среднего размера зерна. Средний размер зерна приближается к своему минимальному значению после $\varepsilon \sim 2$ на 700°С. Именно до $\varepsilon \sim 1,2$ при 500°С и 600°С происходит значительное упрочнение (рис. 3.3). Различия в плотности дислокаций в процессе многократной ковки коррелируют с напряжением течения (рис. 3.3 и 3.18). Плотность дислокаций резко возрастает после первого прохода ковки. В дальнейшем, в интервале деформаций от 0,4 до 1,2, происходит постепенный рост плотности дислокаций. После достижения своего пикового значения при $\varepsilon \sim 2$ изменения в плотности дислокаций не существенны. Следует, однако, отметить, что многократная ковка при 600°С и 700°С при $\varepsilon > 2$ сопровождается небольшим уменьшением плотности дислокаций, в то время как плотность дислокаций непрерывно увеличивается во время ковки при 500°С.

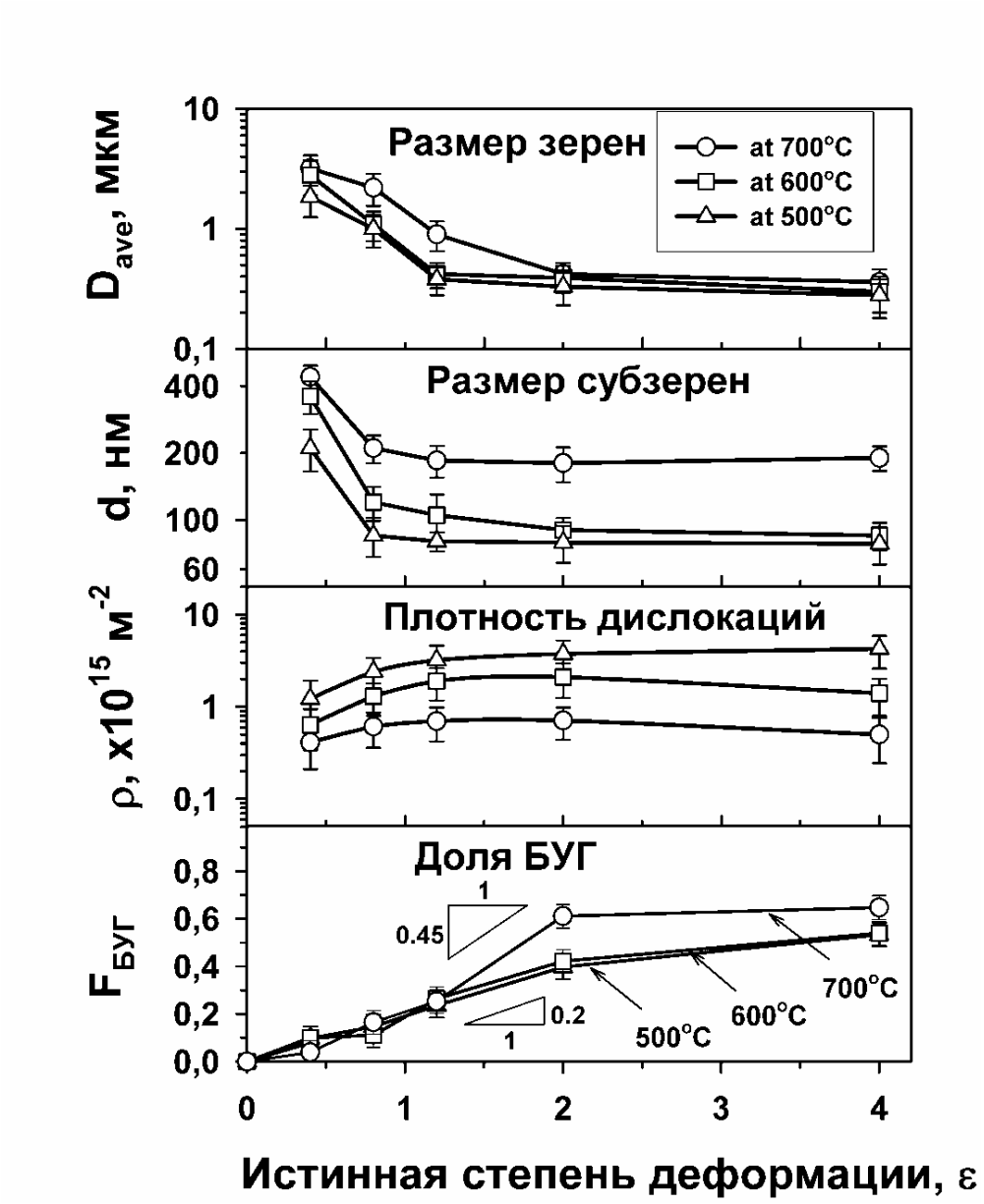


Рисунок 3.18 – Влияние температуры и степени деформации на средний размер зерен/субзерен, плотность дислокаций и долю большеугловых границ в стали 10Х18Н8Д3БР в процессе многократной ковки

Кинетика непрерывной динамической рекристаллизации может быть описана через изменение доли большеугловых границ. Значения доли БУГ были рассчитаны путем удаления доли исходных БУГ (которые оценивали в исходном материале, см. глава 2, рис. 2.1) из экспериментальных значений, полученных для образцов, обработанных до различных степеней деформации. Таким образом, на рисунке 3.18 представлена доля БУГ деформационного происхождения, сформировавшихся в процессе многократной ковки.

Полученные кривые зависимости доли БУГ от степени деформации можно разделить на несколько участков. Первый в интервале $0 < \varepsilon < 1{,}2$, где доля БУГ во всем представленном диапазоне температур может описываться линейной зависимостью от степени деформации с наклоном 0,2.

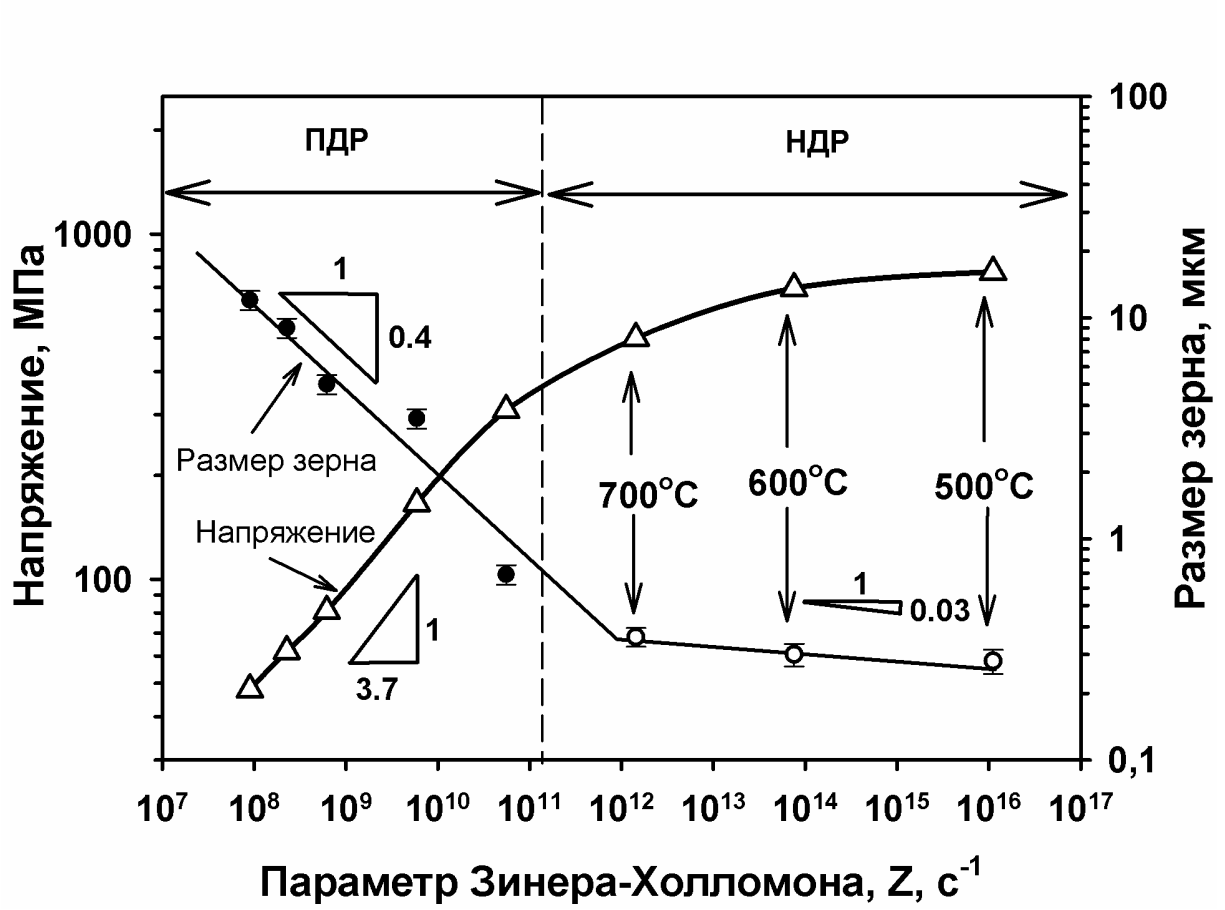


Рисунок 3.19 –Зависимость напряжения и размера зерна стали 10Х18Н8Д3БР от температурно-скоростных условий деформации (параметра Зинера – Холломона) в процессе многократной ковки

Второй интервал, где эффект влияния температуры деформации на долю БУГ, сформировавшихся в процессе многократной ковки, значительно выражен, наблюдается в интервале деформаций от 1,2 до 2. Доля БУГ увеличивается с той же скоростью $tg(\alpha) = 0{,}2$ при многократной ковке при температурах 500°С и 600°С, а при 700°С значение $tg(\alpha) = 0{,}45$. При дальнейшей многократной ковке скорость роста доли БУГ уменьшается, так в интервале $2 < \varepsilon < 4$ $tg(\alpha) \sim 0{,}65$ при 700°С и $tg(\alpha) \sim 0{,}55$ на 600°С и 500°С. Необходимо отметить, что зависимости доли БУГ, сформировавшихся в процессе многократной ковки,

от степени деформации схожи при температурах деформации 600°С и 500°С, где основным механизмом формирования новых зерен является НДР.

Напряжение течения и динамический размер зерен сильно зависят от условий обработки. Как правило, напряжение течения металлических материалов может быть описано как зависимость от температурно-скоростных параметров (параметр Зинера-Холломона) [26, 136].

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

где $\dot{\varepsilon}$ – скорость деформации, R – универсальная постоянная газовая (8,314 Дж/ (моль·К), Т – температура деформации, Q – энергия активации деформации. При расчетах в данной работе использовали энергию активации самодиффузии Q = 280 (кДж моль$^{-1}$) [137, 138]. На рисунке 3.19 представлена зависимость динамически рекристаллизованного зерна и напряжения от параметра Зинера-Холломона. В диапазоне горячей деформации (рис. 3.19), при $Z < 5\times10^{11}$ с$^{-1}$, где преобладает механизм ПДР, зависимость размера динамически рекристаллизованных зерен (D) выражается степенным законом $D \sim Z^{-0,4}$с$^{-1}$. При $Z > 5\times10^{11}$ с$^{-1}$, что соответствует теплой деформации (рис. 3.19), основным механизмом, отвечающим за формирование микроструктуры, является НДР, вышеуказанная зависимость имеет вид $D \sim Z^{-0,12}$ с$^{-1}$. То есть, как и в других материалах, изменение механизма динамической рекристаллизации приводит к смене зависимости размера рекристаллизованных зерен от температурно-скоростных условий деформации (параметра Зинера-Холломона). ПДР, которая развивается в диапазоне горячей деформации, характеризуется достаточно сильной температурной и/или скоростной зависимостью от размера зерна и напряжения. При НДР в диапазоне теплой деформации, размер зерна и напряжение слабо зависят от параметра Зинера-Холломона. Таким образом, линейный рост доли границ зерен деформационного происхождения (рис. 3.18) с последующим его насыщением является типичным для НДР [14, 139]. Тем не менее, резкое увеличение кинетики динамической рекристаллизации в диапазоне $1,2 < \varepsilon < 2$ при 700°С показывает (рис. 3.18), что в данной области формирование новых зерен несколько отличается от НДР.

Влияние температуры и степени деформации на действующие механизмы динамической рекристаллизации в стали 10Х18Н8Д3БР в процессе горячей и теплой деформации представлено на рисунке 3.20. В области высоких температур структура формируется по механизму ПДР, который начинает действовать после пиковой степени деформации, $\varepsilon > \varepsilon_п$. Миграция большеугловых границ зерен при ПДР приводит к резкому уменьшению плотности дислокаций, что обуславливает наличие пика на кривой

напряжение течения – степень деформации. Величина пиковой степени деформации с уменьшением температуры деформации возрастает.

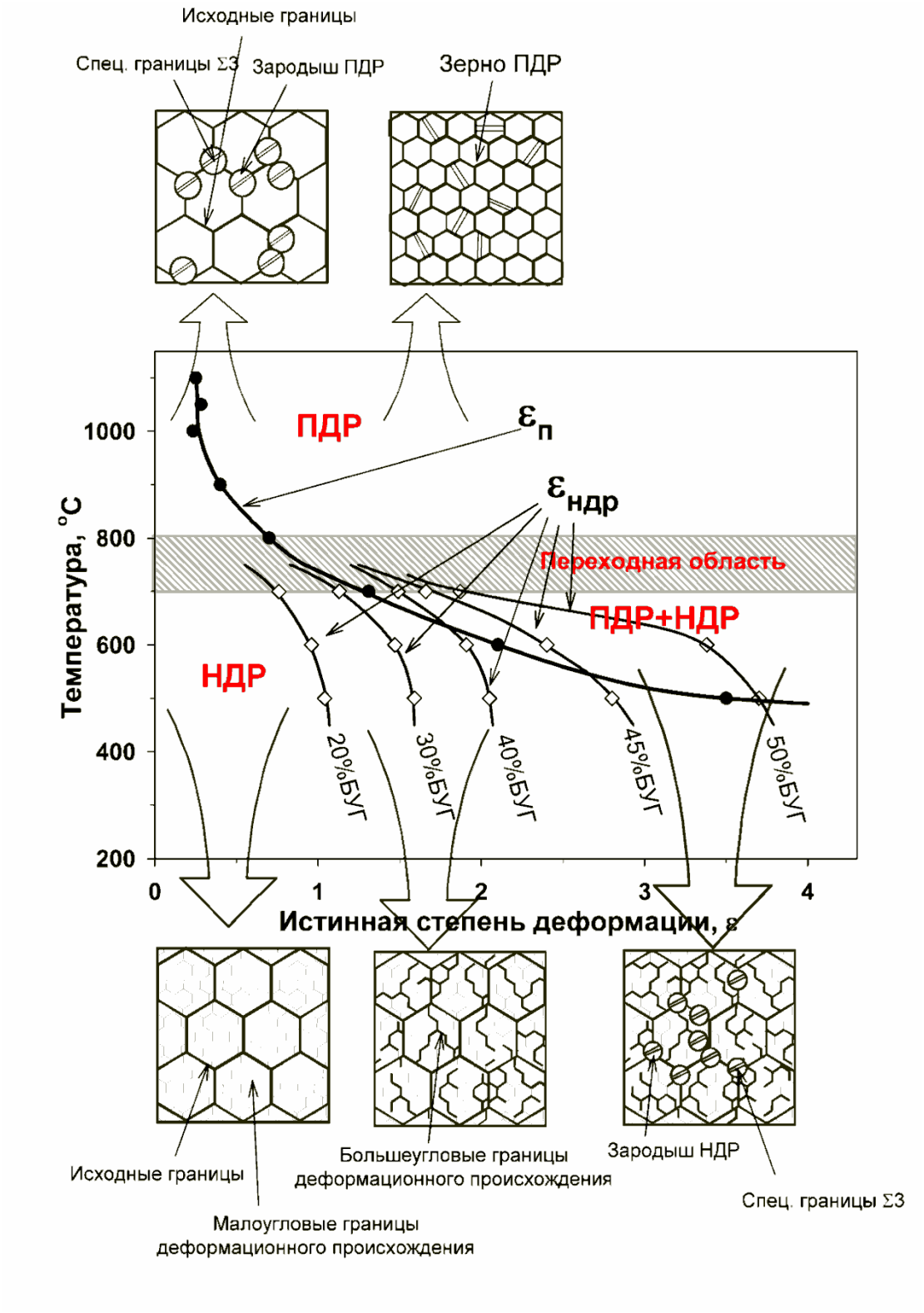


Рисунок 3.20 – Механизмы динамической рекристаллизации в стали 10Х18Н8Д3БР в процессе горячей и теплой деформации

На рисунке 3.20 построена кривая $\varepsilon_п$ (соответствующая пиковой степени деформации) зависимости от температуры и степени деформации. Данную кривую $\varepsilon_п$, можно использовать для отслеживания развития ПДР в процессе горячей деформации [32, 140]. Однако, механизм НДР заключается в постепенном увеличении угла разориентировок границ субзерен, при котором происходит постепенное увеличение доли БУГ. Данный процесс, в отличие от механизма ПДР, не сопровождается появлением стадии разупрочнения на кривых деформации.

Кинетику НДР можно оценивать через изменение доли БУГ, сформировавшихся в процессе деформации. Для этого были рассчитаны величины степеней деформации ($\varepsilon_{НДР}$ на рис. 3.20), необходимых для формирования определенной доли БУГ (ХХ%БУГ рис. 3.20). Кривые зависимости определенных долей БУГ от температуры и степени деформации демонстрируют, что в области повышенных температур (0.5 - 0.6 $T_{пл)}$ имеет место сильная температурная зависимость скорости НДР, тогда как при более низких температурах кинетика НДР слабо зависит от температуры деформации.

Схематично механизмы динамической рекристаллизации можно представить следующим образом (рис. 3.23).

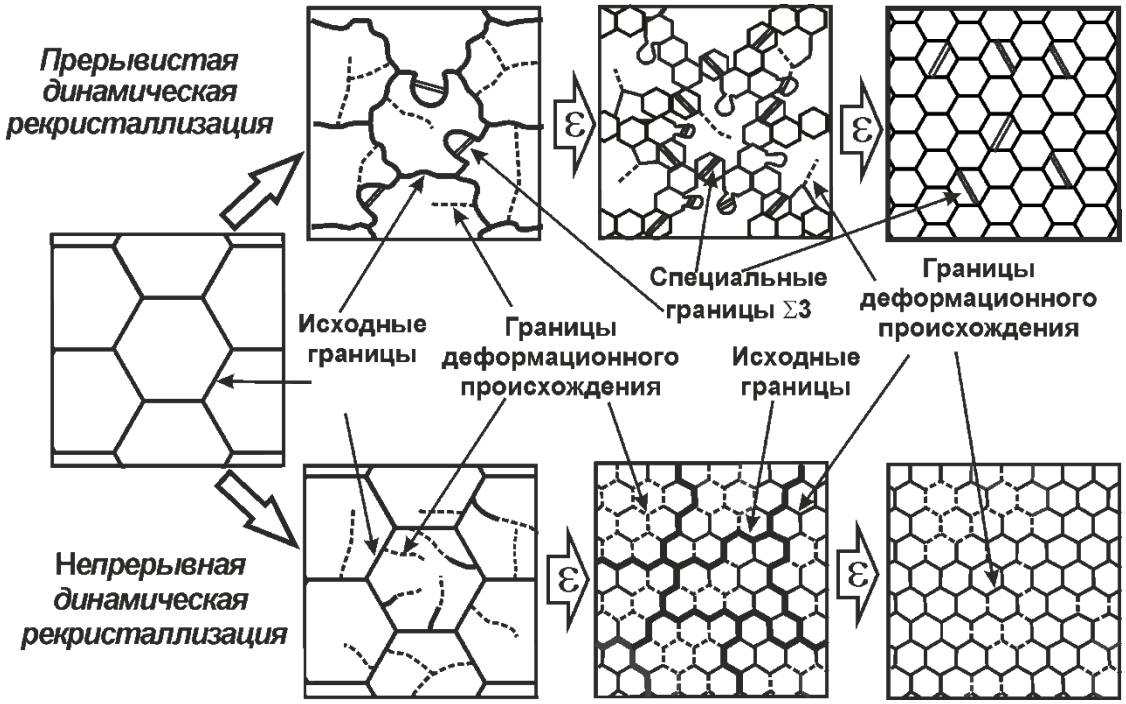


Рисунок 3.21 – Схематическое изображение структурных изменений в стали 10Х18Н8Д3БР при прерывистой и непрерывной динамической рекристаллизации в процессе большой пластической деформации

Механизм прерывистой динамической рекристаллизации, протекающей в процессе пластической деформации в различных материалах отличается тем, что при достижении пиковой степени деформации $\varepsilon_п$, при которой в микроструктуре достигается максимальная плотность дислокаций, происходит зарождение новых зерен путем миграции (локального выпучивания) границ зерен на большие расстояния. На диаграммах деформации при этом наблюдается стадия разупрочнения. Таким образом, формируется зародыш рекристаллизации, способный к дальнейшему росту. Этот процесс является циклическим. В результате действия механизма ПДР формируется мелкозернистая микроструктура.

При действии механизма НДР новые зерна формируются в результате постепенной трансформации субграниц в границы с большим углом разориентировки. Из рисунка 3.21 видно, что рекристаллизованная микроструктура состоит из структурных элементов как правило равноосной формы, окруженных границами деформационного происхождения с мало- и большеугловой разориентировкой. Также данный механизм можно описать так: с уменьшением температуры деформации перестройка дислокаций становится затруднительной [138, 141]. В результате на ранних стадиях деформации формируется высокая плотность деформационных микрополос, окруженных геометрически необходимыми границами с низко- и высокоугловыми разориентировками. Низкая скорость диффузии подавляет миграцию большеугловых границ. Таким образом, развитие НДР связано с эволюцией геометрически необходимых границ, которые развиваются в направлении, поперечном деформационным микрополосам, а также вблизи исходных границ зерен и их тройных стыков.

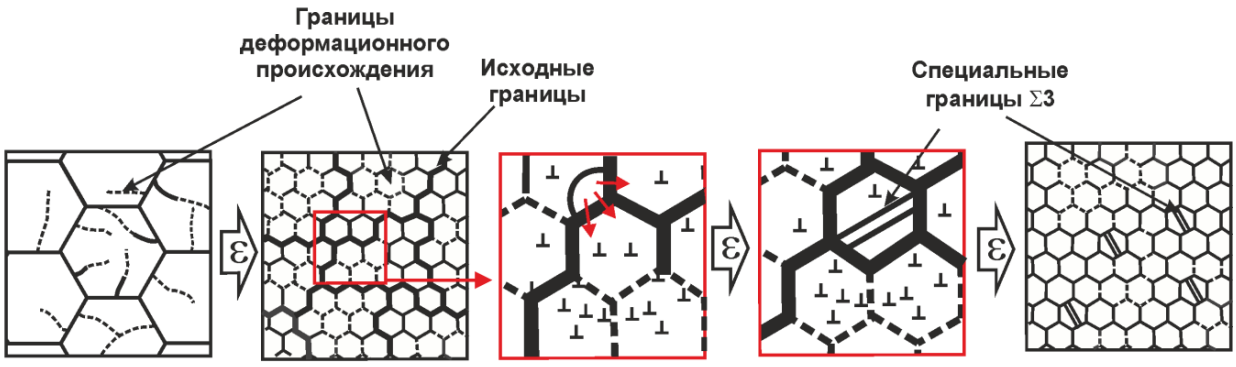


Рисунок 3.22 – Схематическое изображение структурных изменений в стали 10Х18Н8Д3БР при одновременном действии механизмов прерывистой и непрерывной динамической рекристаллизации в процессе большой пластической деформации

Однако, развитие НДР не исключает локальную миграцию исходных границ и границ деформационного происхождения с большеугловой разориентировкой, в том случае, когда запасенная энергия деформации становится достаточно большой.

Данное поведение характерно при действии механизма ПДР. Так, на рисунке 3.20 обозначена «переходная» область, где при достижении большой степени деформации одновременно действуют два механизма динамической рекристаллизации. Многократная ковка при температуре 700°С сопровождается разупрочнением на кривой напряжение-истинная степень деформации (рис. 3.3). Наличие двойников отжига в микроструктуре 3.9 подтверждает, что формирование новой структуры в данной области идет при одновременном действии двух механизмов, НДР и ПДР. Такое содействие двух механизмов формирования микроструктуры приводит к ускорению кинетики динамической рекристаллизации (рис. 3.18 и 3.20). Схематично формирование новых зерен в процессе многократной ковки в диапазоне переходной области, в которой действуют два механизма динамической рекристаллизации, можно представить следующим образом (рис. 3.22).

Известно, что напряжения течения металлических материалов (σ) уменьшаются с увеличением температуры и уменьшением скорости деформации и могут быть выражены в виде степенной функции температурно-скомпенсированной скорости деформации Z (формула 3.1). Поскольку размер зерен аналогичным образом зависит от условий деформации, следующее соотношение справедливо для разнообразных металлов и сплавов:

$$\sigma = C \cdot D^{-N}, \qquad (3.2)$$

где C и N - экспериментальные константы. Последняя лежит в пределах 0.7 – 0.8 для большинства однофазных материалов [26, 34, 38, 142, 143].

Рассмотрим зависимость динамически рекристаллизованного размера зерна от напряжения течения исследованных образцов. При аппроксимации точек во всем температурном интервале (рис. 3.23 а) видно, что точки в области низких напряжений течения лежат значительно ниже аппроксимирующей прямой в логарифмических координатах, что указывает на неадекватность такого подхода. Рассмотрим отдельно область горячей деформации, для которой степенная зависимость размера зерна от напряжений течения является установленным фактом для разнообразных металлических материалов. Установлено, что область горячей деформации определяется параметром Зинера – Холломона (температурноскомпенсированная скорость деформации), при значениях $Z > 10^{12}$ [137]. Для данной исследуемой стали и условиям ее обработки горячая

деформация соответствует температурам выше $0{,}6T_{пл}$. Соответственно, область ниже $0{,}6T_{пл}$ можно определить как теплую деформацию. Таким образом, в случае разделения полученных точек на два интервала, соответствующим температурным областям горячей и теплой деформации, аппроксимация данных возможна с большей точностью (рис. 3.23 б и в), коэффициент корреляции равен 0,98-0,99.

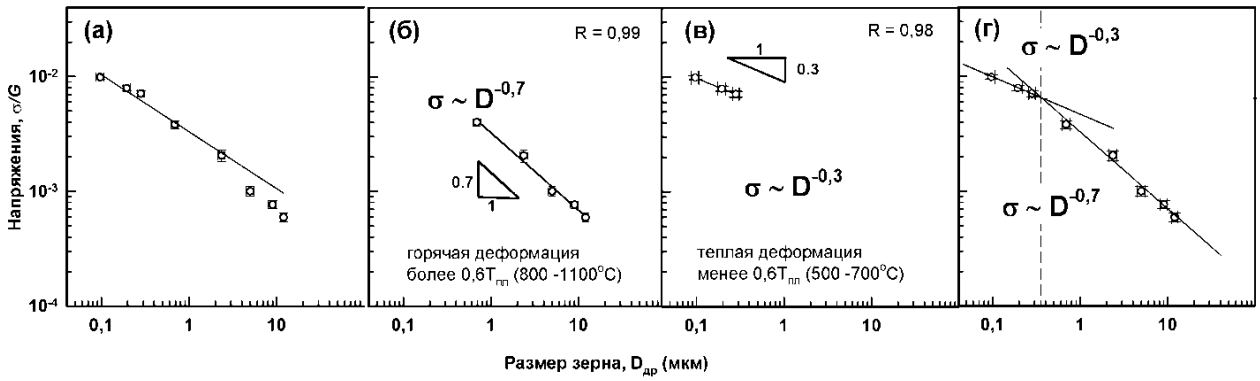


Рисунок 3.23 – Апроксимация зависимости соотношения между напряжением течения, нормированным на модуль сдвига (σ/G), и динамически рекристаллизованным размером зерна ($D_{ДР}$), где Rкоэффициент корреляции.

При таком разделении точек, показатель степени при размере зерен зависит от условий деформации. Так в диапазоне горячей деформации данный показатель равен -0,7, что совпадает с большинством однофазных материалов [26, 34, 38, 144, 145]. В диапазоне теплой деформации показатель степени равен -0,3. Установленное изменение показателя степени связано с изменением механизмов динамической рекристаллизации. Полученная зависимость имеет две области (рис. 3.23 г). Первая, при которой показатель степени равен -0,7, соответствует ПДР в процессе горячей деформации. Вторая область с показателем степени -0,3 соответствует теплой деформации, сопровождаемой НДР. При формировании новых зерен по механизму НДР зависимость имеет вид $\sigma \sim D^{-0,3}$, а при действии механизма ПДР $\sigma \sim D^{-0,7}$.

В области горячей деформации при напряжениях течения ниже 250 МПа размер рекристаллизованных зерен может быть выражен степенной функцией напряжений течения, как было показано в многочисленных работах по динамической рекристаллизации. В исследованном случае многократной теплой деформации, когда напряжения течения выше 400 МПа, размер динамически рекристаллизованных зерен также описывается степенной функцией напряжений течения. Однако показатель степени при размере зерен примерно в два раза ниже, чем при горячей пластической обработке.

Следует отметить, что изменение зависимости динамически рекристаллизованных зерен от напряжений течения четко коррелирует с изменением температурно-скоростной зависимости напряжений течения (рис. 3.19). Напряжения течения характеризуются сильной температурно-скоростной зависимостью при горячей деформации при температурах выше 0,6Тпл. Напряжения течения в этом случае не превышают 250 МПа. Однако, в интервале теплой деформации, когда напряжения течения превышают 400 МПа, наблюдается изменение определяющего соотношения между напряжением и температурно-скоростными условиями деформации.

В отличие от статической рекристаллизации динамически рекристаллизованные зерна деформируются в процессе обработки. Повышение плотности дислокаций в динамически рекристаллизованных зернах приводит к понижению движущей силы миграции их границ и является одной из причин прекращения роста формирующихся в процессе деформации новых зерен. Движущая сила роста динамически рекристаллизованных зерен упадет до нуля в том случае, когда плотность дислокаций в рекристаллизованном зерне достигнет уровня деформированной субструктуры в зернах смежных с рекристаллизованым. Скорость роста зерен (V) пропорциональна произведению подвижности границы (M) и движущей силы (P) [26]:

$$V = M \cdot P\,, \tag{3.3}$$

Подвижность определяется свойствами материала и температурой, т.е. $M = M_0 \exp(-Q/RT)$, где M_0 – константа материала, Q - энергия активации самодиффузии, R – универсальная газовая постоянная и T – температура. Движущую силу можно оценить по наибольшему значению плотности дислокаций (ρ_M), которое может быть достигнуто при определенных условиях обработки:

$$P = \rho_M \cdot G \cdot b^2, \tag{3.4}$$

где G и b модуль сдвига и вектор Бюргерса дислокаций. Таким образом, для скорости движения границы получаем:

$$V = M \cdot \rho_M \cdot G \cdot b^2, \tag{3.5}$$

Для сравнительно небольших степеней пластической деформации плотность дислокаций прямо пропорциональна степени деформации и обратно пропорциональна длине свободного пробега дислокаций (L).

$$\rho = \frac{\varepsilon}{b \cdot L}, \tag{3.6}$$

Дифференцируя (6) получим выражение для изменения плотности дислокаций в процессе деформации:

$$\frac{d\rho}{dt} = \dot{\varepsilon} \cdot (b \cdot L)^{-1}, \tag{3.7}$$

Плотность дислокаций позади движущейся границы растущего рекристаллизованного зерна увеличивается с увеличением расстояния от границы (x). Выражение для изменения плотности дислокаций в динамически рекристаллизованном зерне можно получить из уравнений (3.5) и (3.7):

$$\frac{d\rho}{dx} = \dot{\varepsilon} \cdot (M \cdot L \cdot G \cdot b^3 \cdot \rho_M)^{-1}, \quad (3.8)$$

Откуда

$$\rho = x \cdot \dot{\varepsilon} \cdot (M \cdot L \cdot G \cdot b^3 \cdot \rho_M)^{-1}, \quad (3.9)$$

На некотором расстоянии от границы динамически рекристаллизованного зерна плотность дислокаций достигнет значения ρ_M, которое определяется напряжениями течения или температурно-скоростными условиями обработки. Это расстояние будет соответствовать размеру рекристаллизованного зерна (D). Таким образом,

$$D = \frac{M \cdot L \cdot G \cdot b^3 \cdot \rho_M^2}{\dot{\varepsilon}}, \quad (3.10)$$

При горячей деформации скорость деформации может быть выражена степенной функцией напряжений течения (σ):

$$\dot{\varepsilon} = \sigma^n \exp \cdot \left(\frac{-Q}{RT}\right), \quad (3.11)$$

На установившейся стадии горячей деформации длину свободного пробега дислокаций можно оценить по размеру ячеек или субзерен, который, как и плотность свободных дислокаций, определяется напряжениями течения [146]:

$$\sigma = \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho}, \quad \sigma = \frac{k \cdot G \cdot b}{L}, \quad (3.12)$$

где α –коэффициент, учитывающий тип дислокации, k- const.

Таким образом, размер динамически рекристаллизованных зерен можно представить следующей функцией напряжений течения:

$$D = M_o \cdot k \cdot G^{-2} \cdot \varepsilon_o^{-1} \cdot \alpha^{-4} \cdot \sigma^{(3-n)}, \quad (3.13)$$

Показатель степени при напряжении течения в степенном законе деформации при высоких температурах, соответствующих интервалу развития прерывистой динамической рекристаллизации, для многих металлов и сплавов составляет 4…5. Таким образом, размер динамически рекристаллизованных зерен может быть выражен степенной

функцией напряжений течения с показателем степени при размере зерен около -0,67. С другой стороны, при понижении температуры деформации показатель степени при напряжении течения в степенном законе увеличивается. Во многих работах отмечалось увеличение показателя степени при напряжении до 7, что связано с изменением контролирующих механизмов деформации при изменении температуры [138, 147]. В этом случае показатель степени при размере динамически рекристаллизованных зерен будет -0,25. Представленный анализ зависимости размера рекристаллизованных зерен от напряжений течения предсказывает уменьшение показателя степени при размере зерен при уменьшении температуры деформации, что хорошо подтверждается экспериментальными данными.

На рисунке 3.24 представлена зависимость между нормированными на температурную зависимость модуля сдвига напряжениями течения и размером рекристаллизованных зерен. Модуль сдвига в зависимости от температуры деформации определяется по формуле:

$$G = G_o \left[\left(\frac{T-300}{T_{\text{ПЛ}}}\right) d_\mu\right], \qquad 3.14$$

где модуль сдвига при комнатной температуре G_o составляет 8100×10^4 МПа [138], d_μ - температурная зависимость модуля для стали 304 составляет -0,85 [138] , Т- температура деформации, $T_{ПЛ}$- температура плавления 1750 К [148].

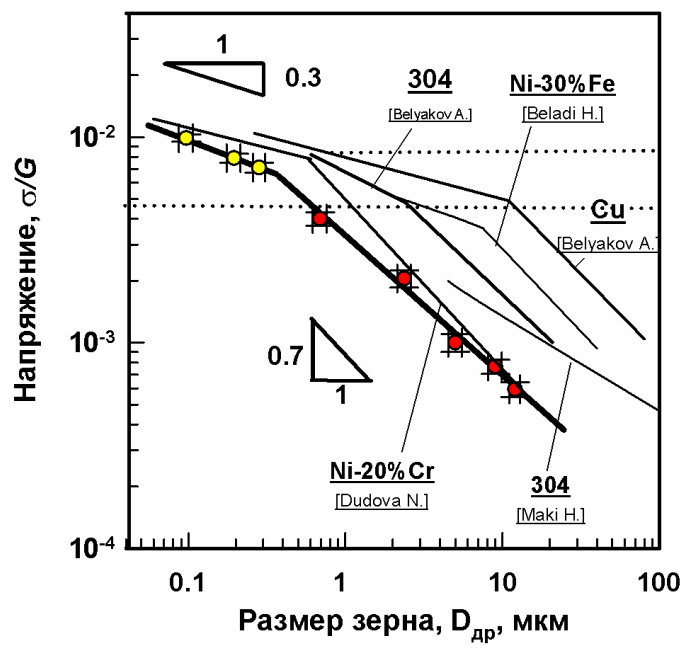


Рисунок 3.24 – Соотношение между напряжением течения, нормированным на модуль сдвига (σ/G), и динамически рекристаллизованным размером зерна (DДР). Для сравнения представлены данные для меди (Cu - Belyakov A. [14]); стали 304 (304 - Maki T. [137]; 304 –Belyakov A. [149]); Ni - 30%Fe Beladi H. [135]; Ni-20% Cr - Dudova N. – [150]

Подобно данным из литературы для различных материалов с ГЦК решеткой [14, 135, 137, 149, 141, 150], данные, полученные для исследуемой аустенитной стали 10Х18Н8Д3БР, имеют такую же тенденцию изменения наклона кривой. Таким образом, изменение степенной зависимости размера зерен от напряжений течения имеет место в различных ГЦК материалах при изменении механизмов динамической рекристаллизации. Следует отметить, что при одних и тех же уровнях напряжений течения размер динамически рекристаллизованного зерна уменьшается, как с увеличением содержания легирующих элементов в твердом растворе, так и при введении дисперсных частиц в аустенитную матрицу (сталь 10Х18Н8Д3БР содержит карбиды ниобия, в отличие от AISI304). Наибольший эффект на размер рекристаллизованных зерен для ГЦК материалов оказывает легирование твердого раствора элементами замещения, которые имеют высокое сродство к углероду и, следовательно, эффективно понижают коэффициент диффузии. Это вытекает из сравнительного анализа рекристаллизационного поведения чистой меди и сплава Ni-30%Fe с поведением аустенитных сталей и нихрома (рис. 3.24).

С точки зрения практического применения одним из наиболее важных аспектов динамической рекристаллизации является ее скорость. Однородная

ультрамелкозернистая структура формируется при многократной ковке при температуре 700°С до истинной степени деформации ε ~ 4. Такая обработка является оптимальной для получения ультрамелкозернистой микроструктуры в исследуемой стали. Поскольку при данной температуре формирование новых зерен происходит за счет одновременного действия двух механизмов, ПДР и НДР, то происходит как миграция границ [151], так и эволюция пространственной сетки геометрически необходимых границ зерен [150, 152], соответственно. Оба процесса происходят при 700°С с достаточно высокой скоростью, обеспечивая относительно высокую кинетику динамической рекристаллизации. Таким образом, данная температура представляется оптимальной для получения ультрамелкозернистой структуры в коррозионностойкой стали 10Х18Н8Д3БР.

3.7 Выводы по главе 3

1 Изучено деформационное поведение стали 10Х18Н8Д3БР в широком температурном интервале 500-1100°С. Полученные кривые напряжение-деформация можно разделить на два типа, первый тип кривых имеет стадию разупрочнения, а затем установившуюся стадию. Второй тип кривых без стадии разупрочнения. Разница в механическом поведении связана с изменением вкладов механизмов прерывистой динамической рекристаллизации и непрерывной динамической рекристаллизации в формирование новых зерен.

2 Получены зависимости механизмов динамической рекристаллизации от температуры и степени деформации. Установлено, что в области повышенных температур (0.5 - 0.6 $T_{пл)}$ имеет место сильная температурная зависимость скорости НДР, тогда как при более низких температурах кинетика непрерывной динамической рекристаллизации слабо зависит от температуры деформации.

3 Установлено, что в интервале температур 500-700°С непрерывная динамическая рекристаллизация является главным механизмом, ответственным за измельчение зерна стали 10Х18Н8Д3БР, хотя прерывистая динамическая рекристаллизация также вносит вклад в формирование новых зерен. Начало действия прерывистой динамической рекристаллизации с уменьшением температуры деформации смещается в область больших степеней деформации.

4 Установлено, что зависимость размера динамически рекристаллизованных зерен (D) от параметра Зинера – Холломона (Z) выражается степенным законом. Переход из области горячей деформации в область теплой деформации сопровождается

изменением показателя степени в 3 раза. Так при $Z < 5\times10^{11}$ c^{-1} эта функциональная зависимость имеет вид $D \sim Z^{-0,4}c^{-1}$. В данной температурно-скоростной области превалирует прерывистая динамическая рекристаллизация. В температурно-скоростной области $Z > 5\times10^{11}c^{-1}$, зависимость имеет вид $D \sim Z^{-0,12}c^{-1}$, при этом субмикрокристаллическая структура формируется в результате непрерывной динамической рекристаллизации.

ГЛАВА 4 ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ СТАЛИ 10Х18Н8Д3БР В ПРОЦЕССЕ МНОГОКРАТНОЙ КОВКИ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ

В настоящей главе рассмотрена кинетика формирования наноструктурного состояния в аустенитной стали 10Х18Н8Д3БР в процессе большой пластической деформации методом многократной ковки при комнатной температуре. Изучено влияние степени деформации на механизмы, ответственные за формирование наноструктуры в данной стали.

4.1 Деформационное поведение стали 10Х18Н8Д3БР при многократной ковке при комнатной температуре

На рисунке 4.1 представлена серия истинных кривых деформация-напряжение ,построенных по результатам десяти последовательных проходов ковки.

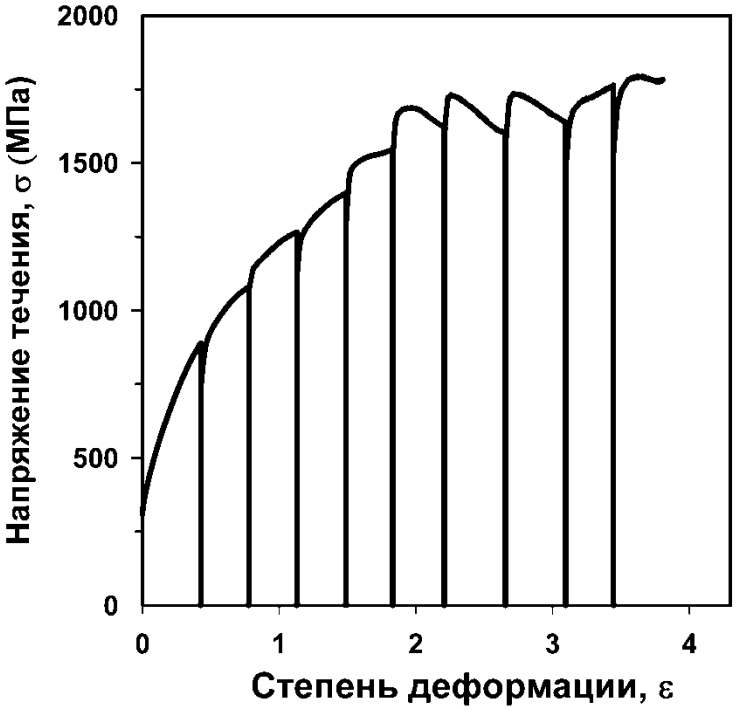


Рисунок 4.1 – Зависимость напряжения течения от истинной степени деформации стали 10Х18Н8Д3БР при многократной ковке при комнатной температуре

Многократная ковка стали сопровождается значительным деформационным упрочнением. Наиболее выраженно упрочнение происходит во время двух первых проходов ковки до степени деформации 0.8.

При дальнейшей деформации скорость деформационного упрочнения уменьшается. Напряжение течения приближается к своему насыщению на уровне около 1,6 ГПа при истинной степени деформации 2, набранной после пяти проходов ковки. Резкий скачок напряжения течения $\Delta\sigma$ ~ 1300 МПа в процессе многократной ковки в интервале степеней деформации от нуля до 2 связан с активными микроструктурными изменениями, такими как формирование границ деформационного происхождения, рост плотности дислокаций и уменьшение размера зерна. Детально эволюцию микроструктуры и кинетику формирования зерен в процессе многократной ковки при комнатной температуре рассмотрим далее.

4.2 Эволюция микроструктуры в процессе многократной ковки при комнатной температуре

Чтобы проследить кинетику формирование микроструктуры в процессе многократной ковки при комнатной температуры и определить механизмы, ответствующие за эти изменения, было проведено исследование эволюции микроструктуры в стали 10Х18Н8Д3БР. Многократная ковка при комнатной температуре до степени деформации 0,4 приводит к формированию деформационных полос в направлении течения материала внутри исходного зерна (рис. 4.2 а).

При этом исходные зерна сплющиваются в направлении течения материала. Смена оси деформации при многократной ковке при дальнейшей деформации приводит к формированию полос деформации во всех направлениях, исходные зерна имеют равноосную форму. С увеличением истинной степени деформации до 1,2 структура состоит из смеси деформационных полос, исходные зерна в данной структуре невозможно оценить. Дальнейшее исследование микроструктуры методами оптической металлографии не представляется возможным. Для детальной оценки кинетики формирования структуры в исследуемой стали в дальнейшем использовали более высокоразрешающие методы исследования структуры.

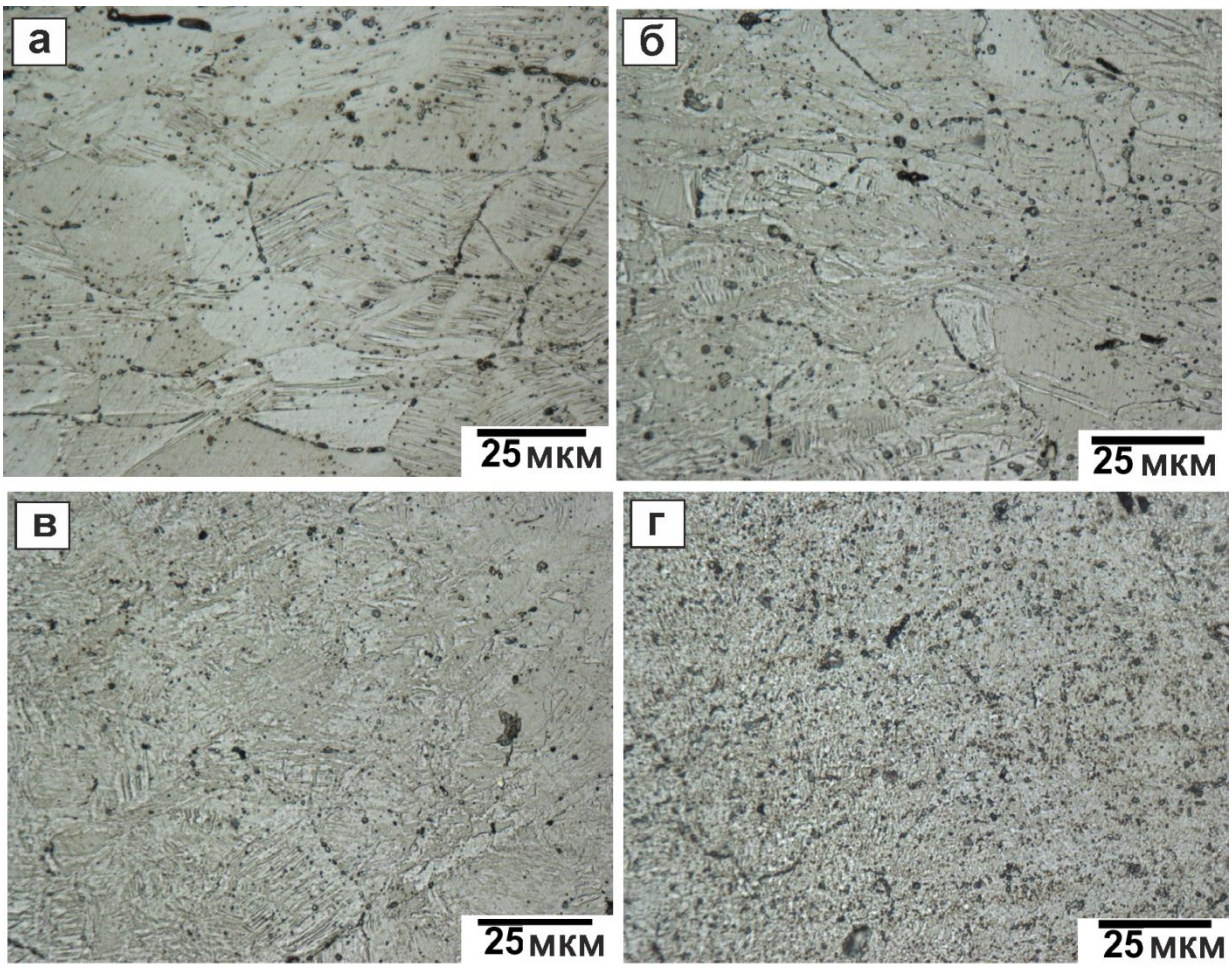


Рисунок 4.2 – Микроструктура в стали 10Х18Н8Д3БР в процессе многократной ковки при комнатной температуре до степени деформации а) 0,4; б) 0,8; г) 1,2; д) 2. Ось последней деформации на каждой картинке – вертикальна

На рисунке 4.3 приведена микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки до истинной степеней деформации 0,4 при комнатной температуре, полученная методом анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (метод EBSD). Видно, что при начальной деформации происходит формирование механических двойников или специальных границ $\Sigma 3^n$ внутри вытянутых вдоль направления течения исходных границ. Это хорошо видно из представленных на рисунке 4.3 графиков изменения угла разориентировки по линиям 1 и 2 наличие пиков с углом разориентировки 60°, что соответствует специальным границам Σ3.

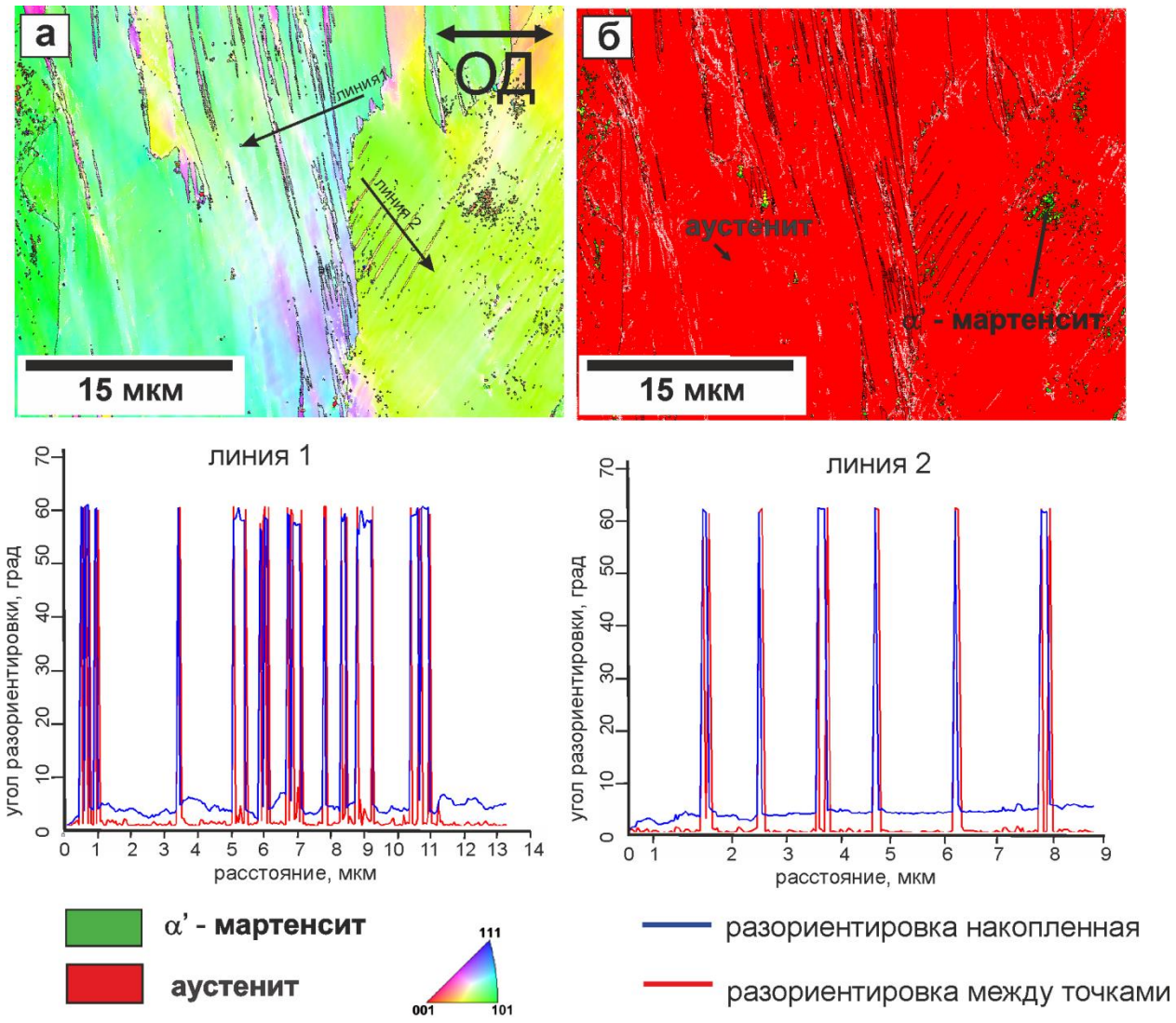


Рисунок 4.3 – Микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки до истинной степеней деформации 0,4 при комнатной температуре. Изменение кристаллографической разориентировки от точки к точке и накопленная разориентирвка по линиям 1 и 2. Белыми и черными линиями обозначены малоугловые и большеугловые границы, соответственно

Смена оси деформации на втором проходе многократной ковки приводит к активации нескольких систем скольжения, в результате чего развивается множественное двойникование. Таким образом, при маленьких степенях деформации микроструктура состоит из исходных зерен, пересечённых деформационными полосами, внутри которых сетка пересекающихся двойников деформационного происхождения формирует фрагменты, окруженные большеугловыми границами. Типичная тонкая микроструктура после многократной ковки стали 10Х18Н8Д3БР до степени деформации 0,8 показана на

рисунке 4.4. При данной степени деформации развивается активная фрагментация с образованием полос деформации, внутри которых расположены двойники деформации.

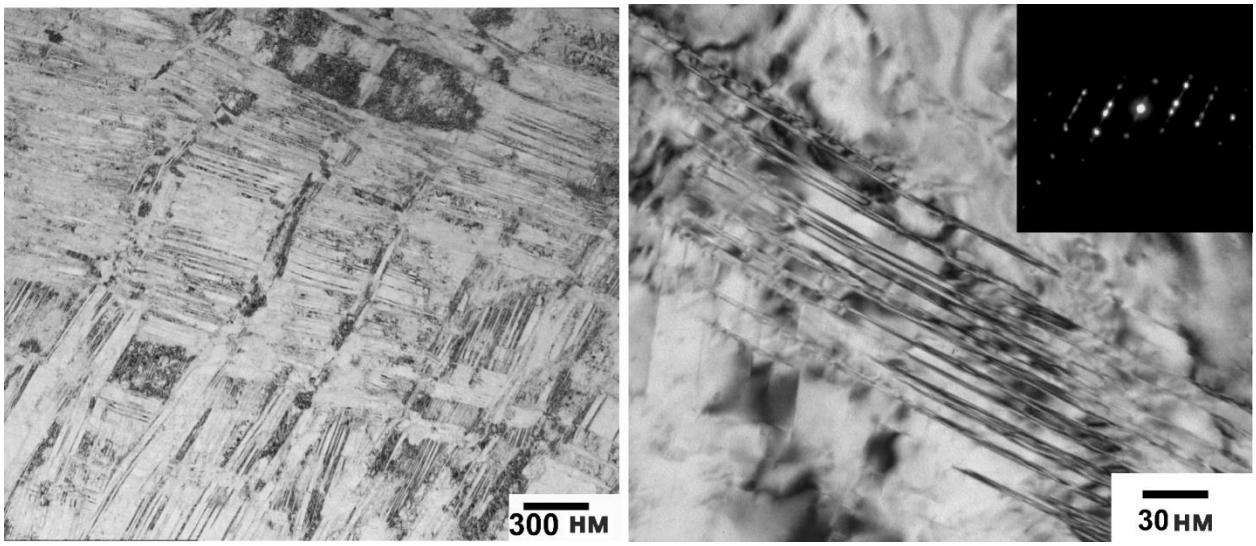


Рисунок 4.4 – Тонкая структура в стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при комнатной температуре до степени деформации 0,8

Для материалов с низкой энергией дефектов упаковки (ЭДУ) свойственен данный механизм деформации [2]. Сталь 10Х18Н8Д3БР является типичным представителем материалов с низкой энергией дефекта упаковки и величина ЭДУ составляет около 20 кДж*м^2 [153]. Двойники деформации в данной стали выглядят как тонкие иглы рис. 4.4 б), толщина которых имеет наноуровень (менее 5 нм).

Известно [108], что при достижении критической степени деформации в процессе большой пластической деформации в материалах с низкой ЭДУ развивается сдвиговое $\gamma \rightarrow \alpha'$ фазовое превращение в интервалах температур холодной деформации. Такой механизм деформации рассматривается как один из механизмов структурообразования нанокристаллических и субмикрокристаллических структур в процессе большой пластической деформации в материалах с низкой ЭДУ [93, 94]. В стали 10Х18Н8Д3БР после степени деформации 0,8 происходит формирование незначительной доли α'-мартенсита рис. 4.5).

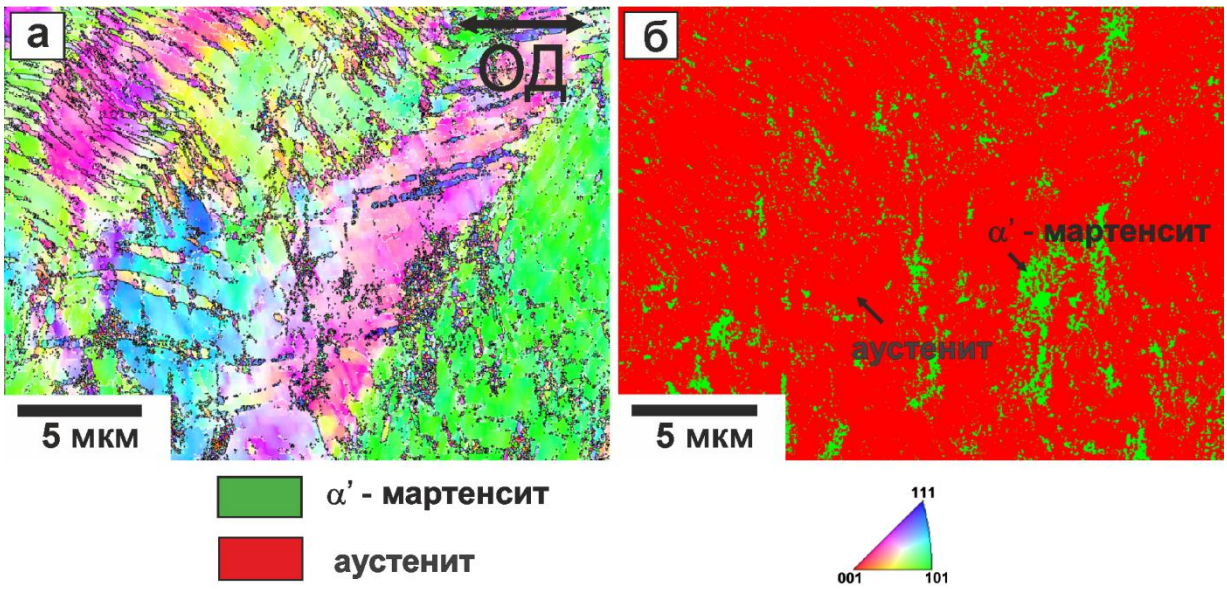


Рисунок 4.5 – Микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР при многократной ковки до истинной степени деформации 0,8 при комнатной температуре. (на рисунке 4.6 границы двойников выделены жирными линиями)

Множественное деформационное двойникование продолжается плоть до истинной степени деформации 1.2, на рисунке 4.6 границы двойников выделены белями линиями, а так же сканирование ориентации по линии 3 иллюстрирует наличие специальных границ Σ3. Формирование сильнодеформированной микроструктуры, состоящей из полос деформационного происхождения и механических двойников, способствует протеканию сдвигового фазового превращения γ→α′. Формирование зародышей α′ - мартенсита в структуре происходит преимущественно в деформационных полосах [95]. Сканирование ориентации на рисунке 4.6 по линиям 1 и 2 демонстрируют наличие деформационных полос. Показано, что формирование α′ - мартенсита происходит, в основном, в деформационных полосах.

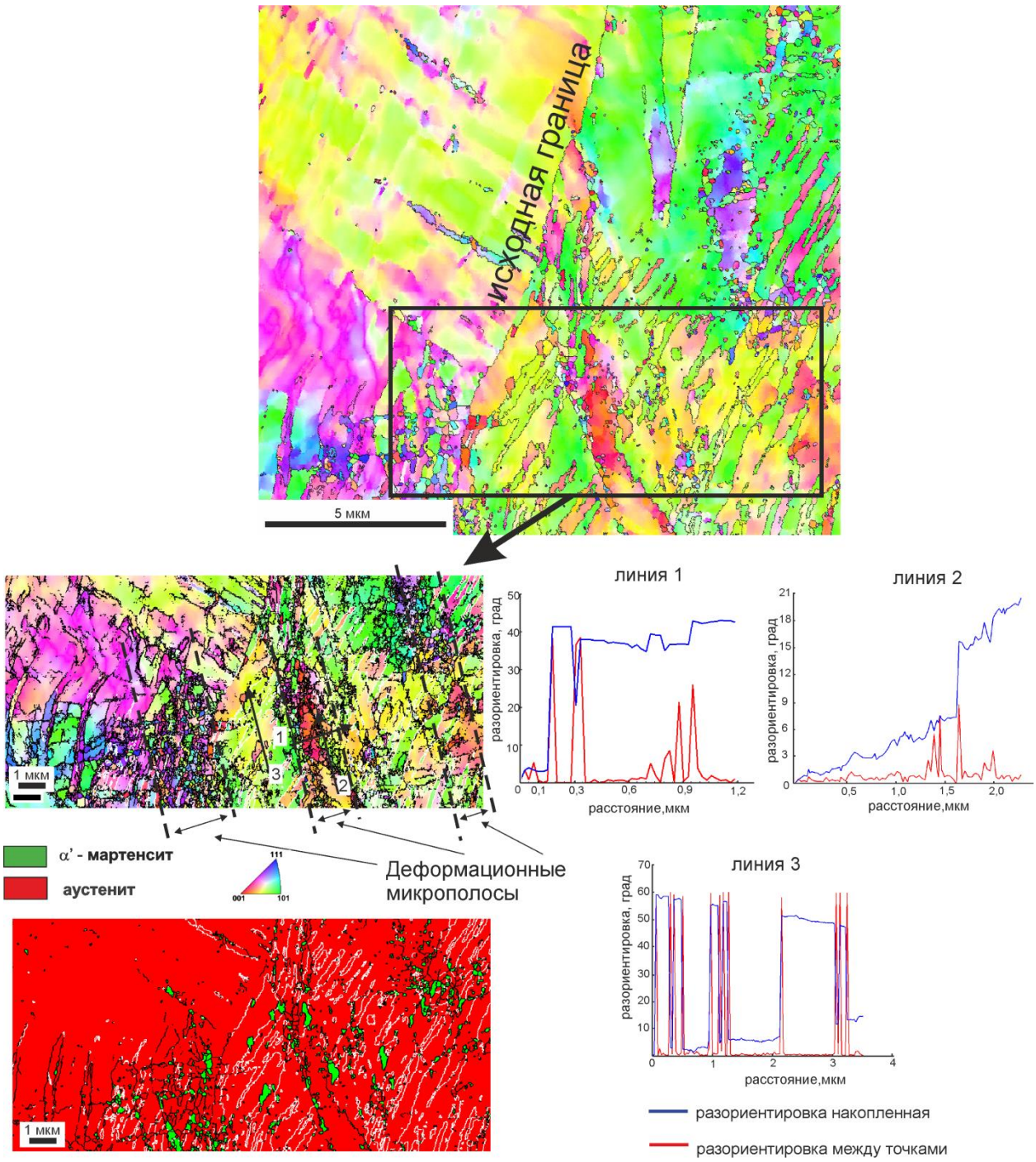


Рисунок 4.6 – Микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковкеи до истинной степени деформации 1,2 при комнатной температуре. На большом снимке и на фрагменте с распределением фазового состава черными линиями выделены большеугловые границы, белыми линиями – специальные границы Σ3. На фрагменте с указанием полос деформации и линий сканирования ориентировки черным цветом указаны границы более с углом более 2°, белыми линиями – специальные границы Σ3

Активное фазовое превращение в стали 10Х18Н8Д3БР происходит после набора критической степени деформации ε ~ 1.2. Увеличение степени деформации приводит к увеличению объемной доли α′- мартенсита в процессе фазового превращения γ→α′.

Микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки до истинной степени 2 состоит из мелких равноосных зерен α′- мартенсита и деформационных полос, внутри которых развито множественное деформационное двойникование (рис. 4.7).

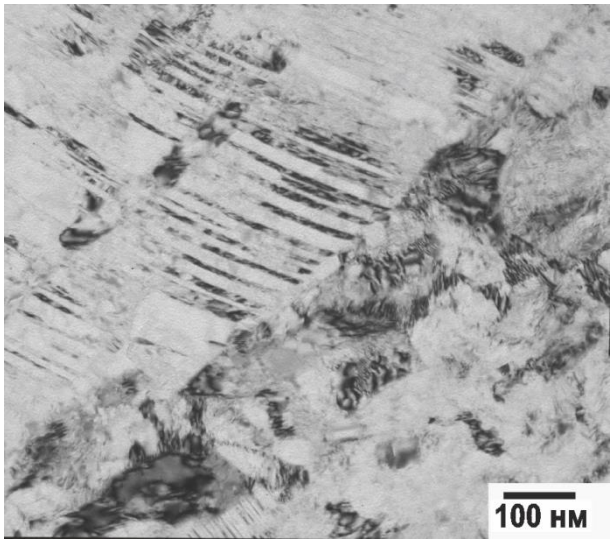


Рисунок 4.7 – Тонкая структура в стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при комнатной температуре до истинной степени деформации 2

Увеличение степени деформации до 4 приводит к формированию равноосной микроструктуры, состоящей из смеси аустенита и α′ - мартенсита (рис. 4.8). Электронограмма, полученная с области диаметром 600 нм из центра кадра (рис. 4.8), демонстрирует рефлексы, соответствующие фазам аустенита и α′- мартенсита.

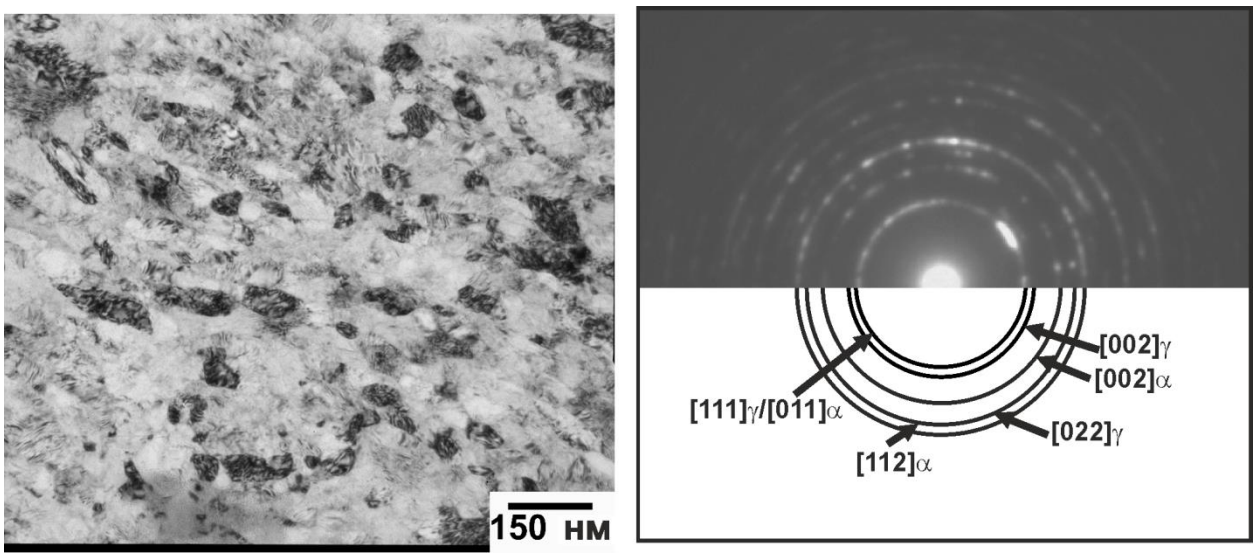


Рисунок 4.8 – Тонкая структура стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при комнатной температуре до степени деформации 4. Электронограмма с области диаметром 600 нм из центра кадра

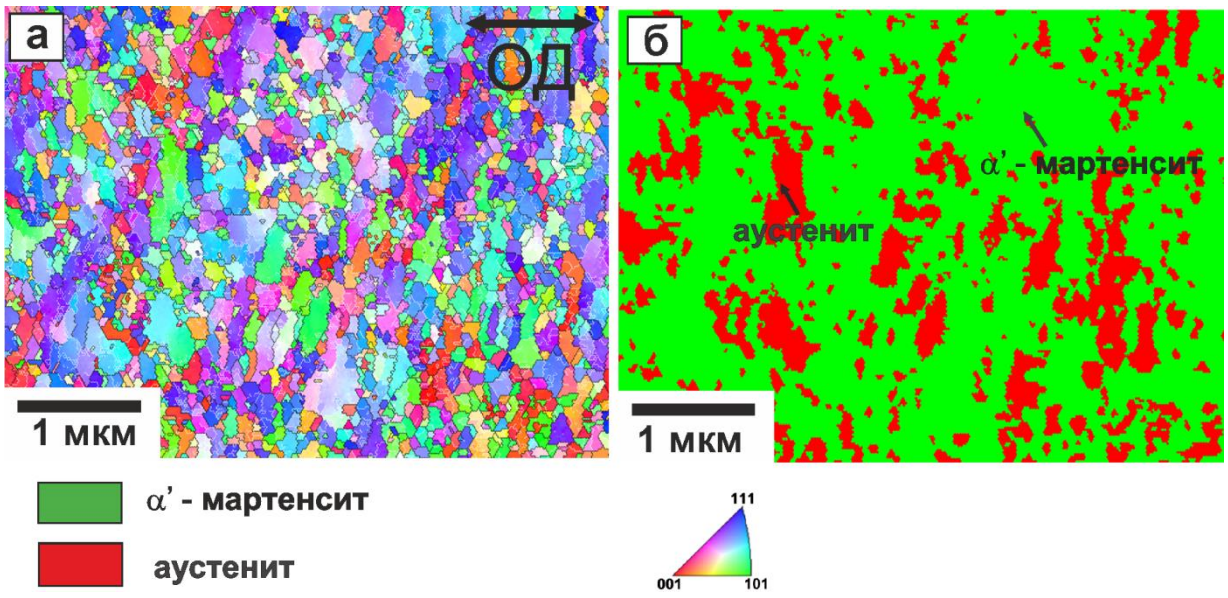


Рисунок 4.9 – Микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки до истинной степени деформации 4 при комнатной температуре

На рисунке 4.9 представлена микроструктура стали после многократной ковки до истинной степени деформации 4 при комнатной температуре, видно, что сформировавшиеся мелкие зерна аустенитно-мартенситной смеси имеют равноосную форму.

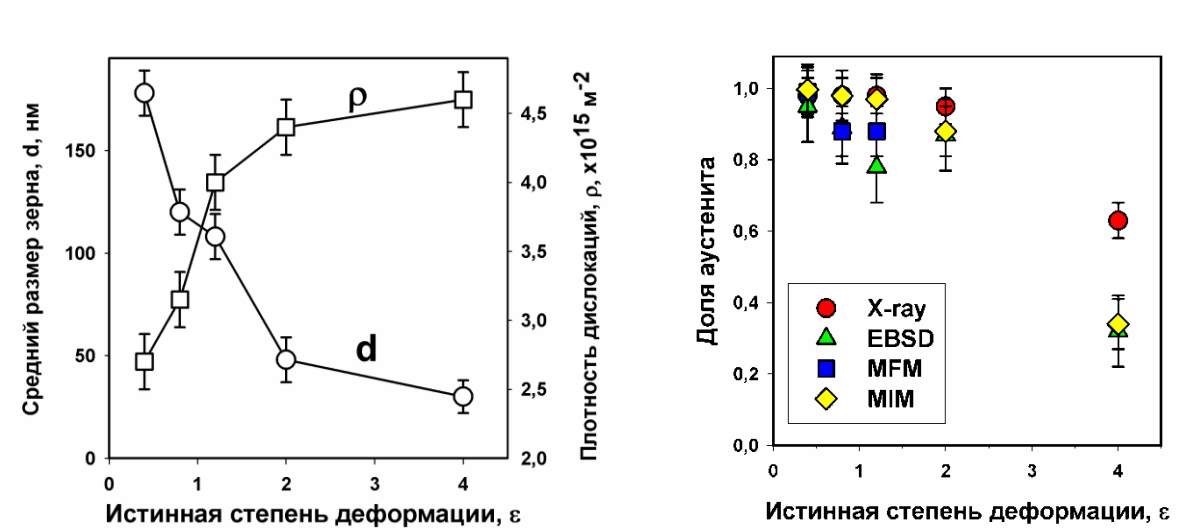


Рисунок 4.10 – Зависимости а) плотности дислокаций и среднего размера (суб)зерен, б) объемной доли мартенсита от степени деформации. Доля аустенита посчитана различными методами «X-ray» – рентгеноструктурный анализ, « EBSD» - метод анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов , «MFM» - атомно силовая микроскопия, «MIM» - магнитоиндукционный метод

Необходимо заметить, что смешанная структура, состоящая из зерен деформированного аустенита и α′- мартенсита, однородная.

Количественный анализ эволюции микроструктуры в процессе многократной ковки представлен на рисунке 4.10. Кинетика измельчения зерен высокая при начальных степенях деформации, где происходит формирование деформационных полос и множественное двойникование. Средний размер зерен при этом уменьшается и при истинной степени деформации 2 составляет 50 нм, плотность дислокаций также при данной степени деформации достигает своего насыщения и составляет 4,3 $\times 10^{15}$ м$^{-2}$. При увеличении степени деформации скорость образования новых нанозерен падает. При ε~4 структура состоит из нанозерен аустенита и мартенсита, средний размер которых равен 30 нм, причем доля мартенсита составляет 60%.

Таким образом, формирование наноструктурного состояния в процессе многократной ковки при комнатной температуре в стали стали 10Х18Н8Д3БР происходит за счет действия двух механизмов.

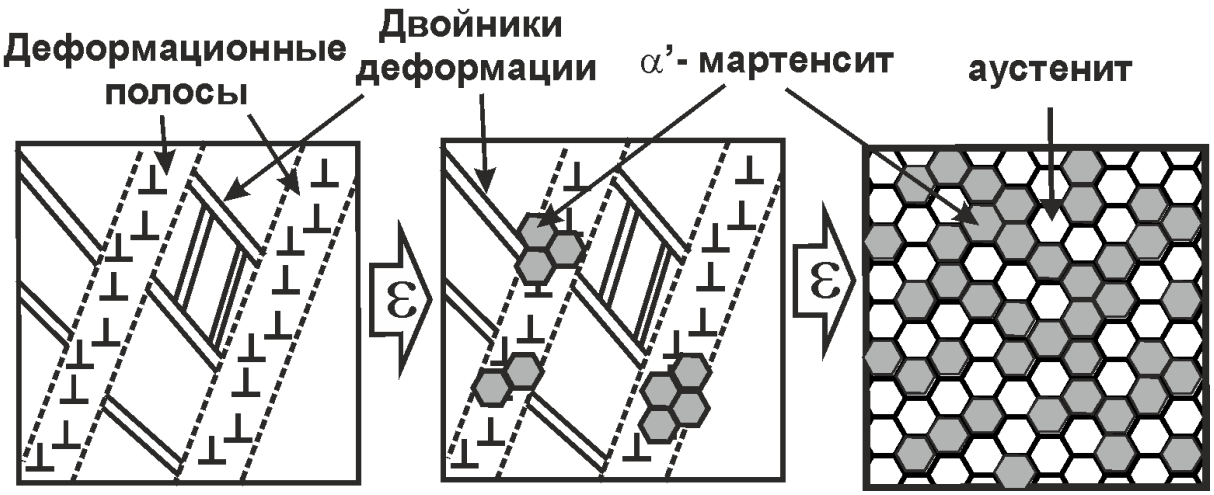


Рисунок 4.11 – Схематическое изображение структурных изменений в стали 10Х18Н8Д3БР в процессе большой пластической деформации при комнатной температуре

Первый механизм связан с фрагментацией исходных зерен за счет образования деформационных полос сдвига и двойников деформационного происхождения, а второй механизм связан с развитием фазового превращения $\gamma \rightarrow \alpha'$ по сдвиговому механизму образования мартенсита деформации. Схематично изображение структурных изменений в стали 10Х18Н8Д3БР в процессе большой пластической деформации при комнатной температуре представлено на рисунке 4.11. Следует отметить, что кинетика формирования новых зерен в стали 10Х18Н8Д3БР при многократной ковке значительно выше при $\varepsilon < 2$, когда они образуются в результате фрагментации исходных зерен деформационными полосами с последующим их разделением двойниками.

4.3 Выводы по главе 4

1 Показано, что многократная ковка стали 10Х18Н8Д3БР при комнатной температуре до $\varepsilon \sim 4$ приводит к формированию смешанной структуры, состоящей из нанозерен аустенита и кристаллитов α'– мартенсита деформации. Средний размер структурных элементов составляет ~30 нм.

2 Установлено, что наноструктура формируется за счет действия двух механизмов. Первый механизм связан с фрагментацией исходных зерен за счет образования деформационных полос сдвига и двойников деформационного

происхождения, а второй механизм связан с развитием фазового превращения $\gamma \rightarrow \alpha'$ по сдвиговому механизму образования мартенсита деформации.

3 Кинетика формирования новых зерен в стали 10Х18Н8Д3БР при многократной ковке значительно выше при $\varepsilon < 2$, чем при более высоких степенях деформации. Т.е. при увеличении степени деформации скорость образования новых нанозерен падает.

ГЛАВА 5 ЭВОЛЮЦИЯ ГРАНИЦ ЗЕРЕН В ПРОЦЕССЕ ОТЖИГОВ В СТАЛИ 10Х18Н8Д3БР ПОСЛЕ МНОГОКРАТНОЙ КОВКИ

В главе показаны микроструктурные характеристики постдинамической рекристаллизации в ультрамелкозернистой аустенитной нержавеющей стали 10Х18Н8Д3БР, обработанной многократной ковкой до истинной степени деформации 4 при комнатной температуре и температурах 500-800°С, в процессе последующих отжигов. Выявлено влияние температуры предварительной ИПД на закономерности структурных изменений, протекающих при отжигах.

5.1 Отжиг холоднодеформированной стали 10Х18Н8Д3БР

В процессе ИПД при комнатной температуре в стали 10Х18Н8Д3БР протекает фазовое превращение $\gamma \rightarrow \alpha'$. Так, в стали 10Х18Н8Д3БР при многократной ковке до истинной степени деформации 4 при комнатной температуре была сформирована микроструктура, состоящая из наноразмерных зерен α' - мартенсита.

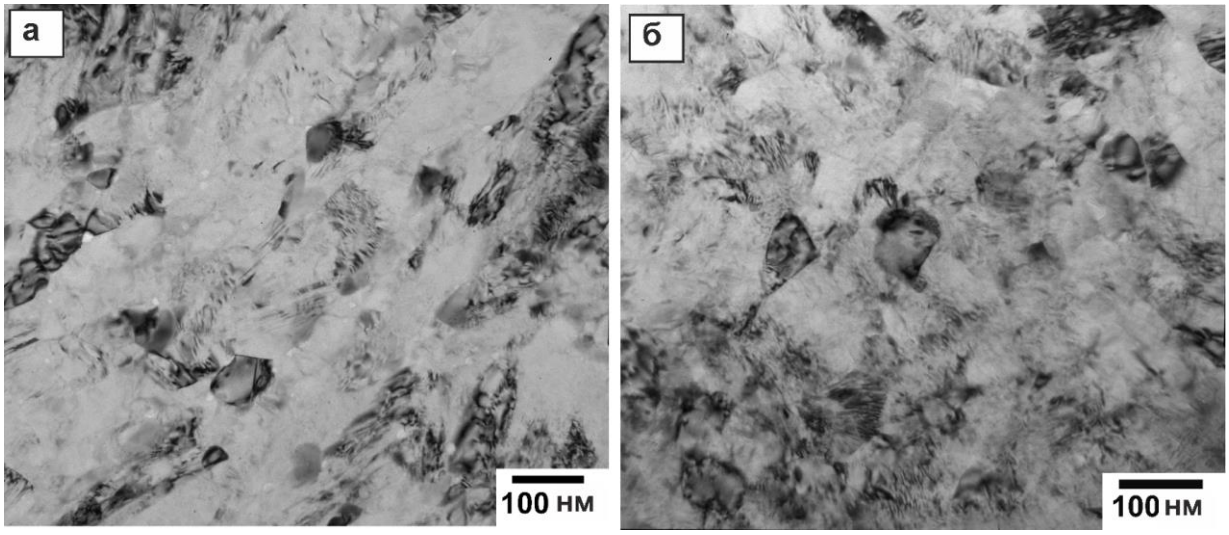


Рисунок 5.1 – Микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при комнатной температуре до истинной степени деформации 4 и последующих отжигов при температурах а) 500°С , б) 600°С

В таких метастабильных аустенитных сталях этот процесс является обратимым [97, 154, 155, 156]. При отжиге сильнодеформированной стали 10Х18Н8Д3БР при температуре 600°С протекает обратное фазовое превращение α′→γ.

Отжиг при температурах 500°С - 600°С стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при комнатной температуре не привел к значительным изменениям в микроструктуре (рис. 5.1 а, б). Средний размер зерна и плотность дислокаций остаются практически неизменными (рис. 5.3). Однако, при данной температуре отжига происходит обратное фазовое превращение α′→γ.

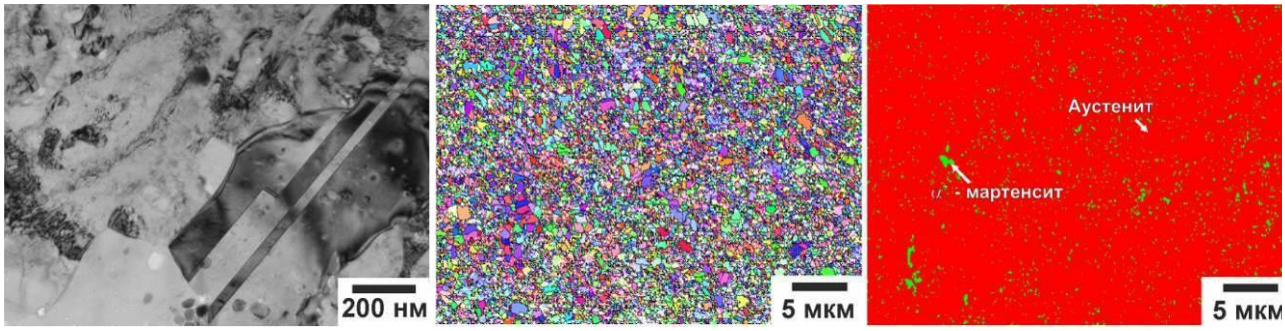


Рисунок 5.2 – Микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при комнатной температуре до истинной степени деформации 4 и последующего отжига при температуре 700°С

Повышение температуры отжига до 700°С приводит к развитию рекристаллизационных процессов, схожих со вторичной рекристаллизацией. При этом формируется неоднородная микростуктура, состоящая из крупных рекристаллизованных зерен и нанокристаллической аустенитной матрицы (рис. 5.2). Именно наличие матрицы, зерна которой содержат очень высокую плотность дислокаций, отличает этот процесс от классической вторичной рекристаллизации и позволяет его интерпретировать в терминах «прерывистого» роста зерен (discontinuous grain growth) [157]. При этом обратное фазовое превращение при данной температуре практически завершено, однако в структуре еще присутствует небольшая доля (около 20%) α′ -мартенсита, который равномерно распределен по объему образца.

Количественные данные на графике зависимости плотности дислокаций и размера зерен от температуры отжига наглядно демонстрируют это (рис. 5.3). При отжиге при температуре ниже 600°С значительных изменений в микроструктуре не происходит.

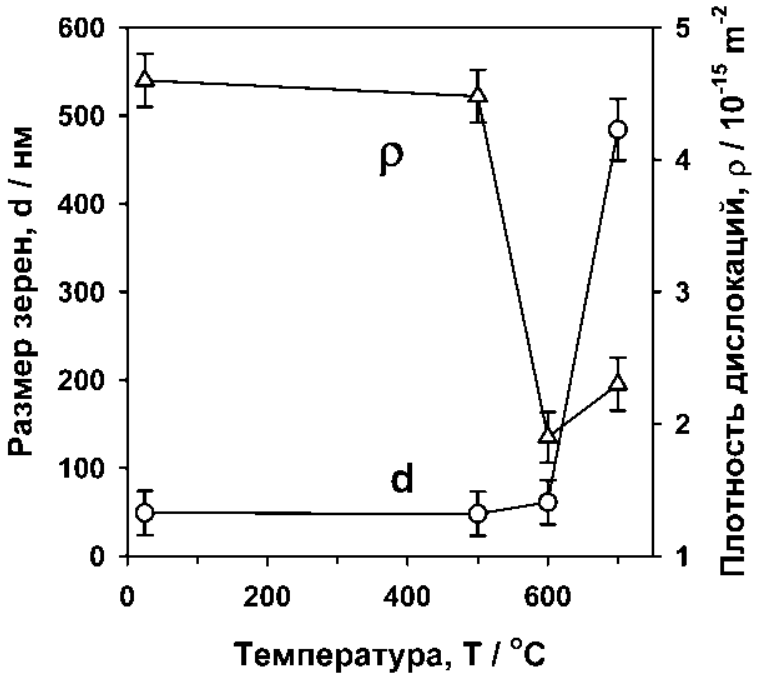


Рисунок 5.3 – Зависимость размера зерен и плотности дислокаций от температуры отжига стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки до истинной степени деформации 4 при комнатной температуре

Средний размер зерна и плотность дислокаций остаются практически неизменными. Увеличение температуры отжига приводит к трехкратному уменьшению плотности дислокаций. При этом размер зерна почти не увеличивается. Отжиг при 700°С формирует микроструктуру со средним размером зерна около 500 нм.

Схематически структурные изменения, происходящие при отжиге холоднодеформированной стали 10Х18Н8Д3БР, можно представить следующим образом рисунок 5.4. При температурах отжига 500-700°С [86] возможно обратное фазовое превращение по двум механизмам: сдвиговому и диффузионному. В данном случае обратное фазовое превращение протекает по двум механизмам одновременно, в результате чего микроструктура структура состоит из зерен аустенита. При обратном фазовом превращении по сдвиговому механизму наследуется дислокационная структура, формируются зерна аустенита с высокой плотностью дислокаций, причем размер зерен сопоставим с размером зерен α′ -мартенсита.

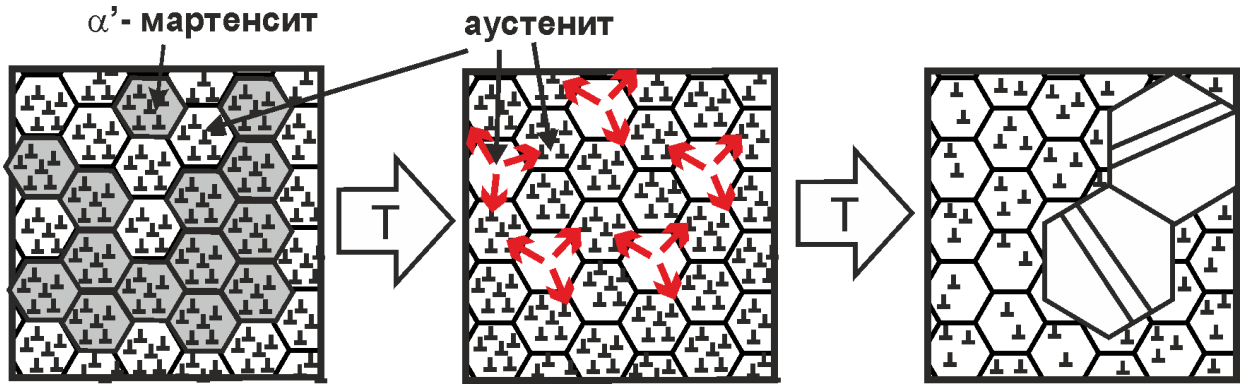


Рисунок 5.4 – Схематическое изображение структурных изменений холоднодеформированной стали 10Х18Н8Д3БР после отжигах при температуре 500 - 700°С

При действии диффузионного механизма обратного фазового превращения формируются зерна аустенита с пониженной плотностью дислокаций [85, 86, 87], наблюдается снижение средней плотности дислокаций при отжиге при температуре 600°С (рис 5.3). В результате чего такие зерна, свободные от дислокаций, способны к дальнейшему росту при отжиге.

5.2 Отжиг стали 10Х18Н8Д3БР при температурах 800-1000°С после многократной ковки

Процессы, протекающие при отжиге субмикрокристаллической стали 10Х18Н8Д3БР, полученной многократной ковкой в диапазоне теплой деформации, были интерпретированны как непрерывная статическая рекристаллизация или постдинамическая непрерывная рекристаллизация [103, 158]. Типичные микроструктуры стали 10Х18Н8Д3БР после ИПД и отжигов представлены на рисунке 5.5. Результаты показывают, что отжиг при 800°С не приводит к значительному росту зерен. Средний размер зерна образцов стали 10Х18Н8Д3БР остается на микронном уровне во всех образцах независимо от температуры предыдущей ИПД, и структуры могут быть классифицированы как мелкозернистые даже после отжига при такой высокой температуре, как 1000°С. Следует также отметить на рисунке 5.4, что образцы стали, подвергнутой ИПД при температуре 800°С, характеризуются более мелким размером зерен, чем отожжённые образцы, ранее подвергнутые ИПД при температуре 500°С. Таким образом, повышение температуры предшествующей ИПД замедляет кинетику

постдинамической рекристаллизации. Укрупнение зерен во время постдинамической рекристаллизации сопровождается формированием многочисленных специальных границ $\Sigma 3^n$.

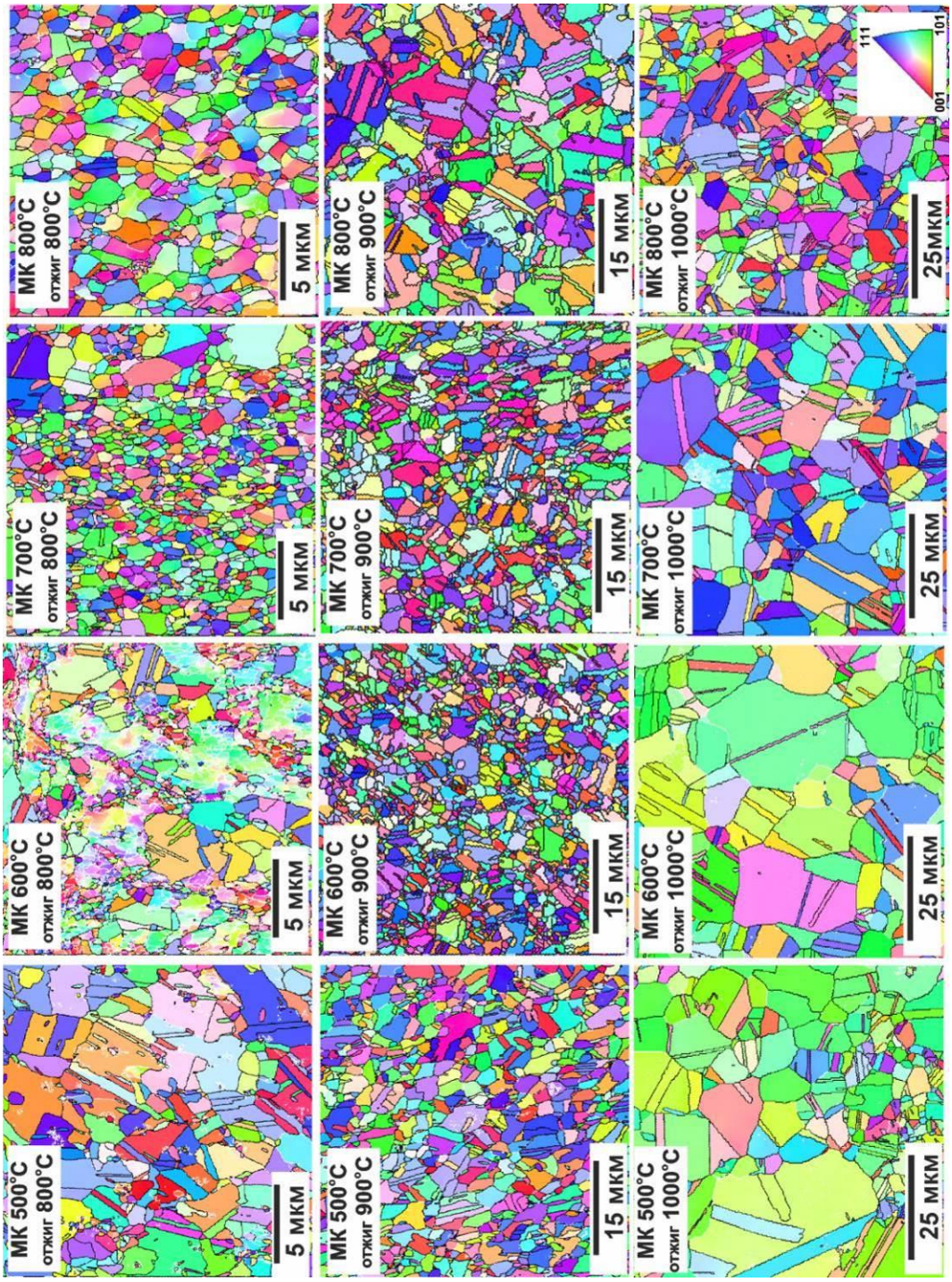


Рисунок 5.5 – Микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при температурах 500 - 800°С до истинной степени деформации 4 и последующих отжигов при температурах 800-1000°С. Тонкими белыми и черными линиями обозначены малоугловые и большеугловые границы, соответственно

Развитие постдинамической рекристаллизации при отжиге в образцах, подвергнутых ИПД, сопровождается характерным изменением распределения углов разориентировки границ зерен (рис. 5.6).

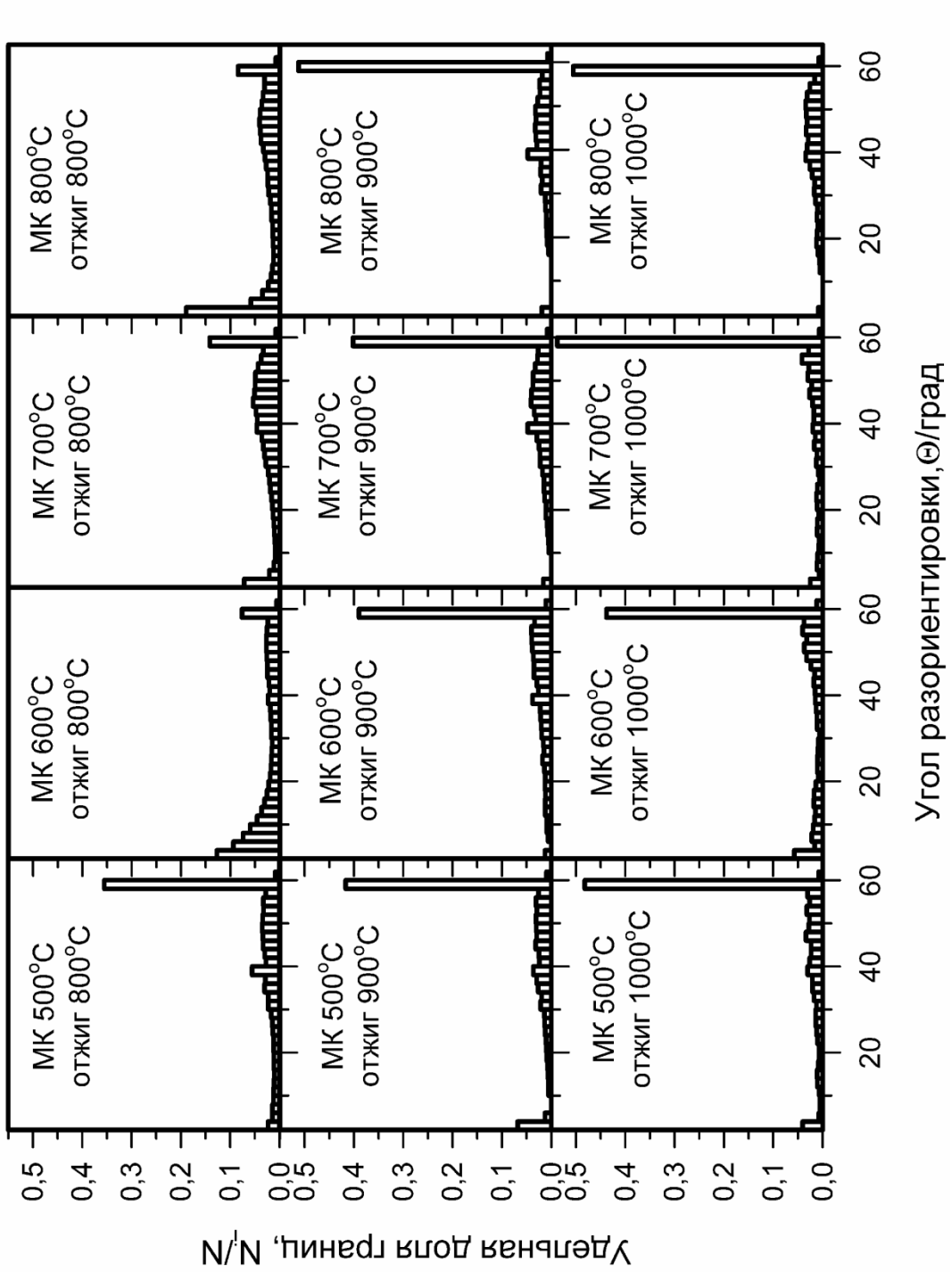


Рисунок 5.6 – Распределение углов разориентировок границ зерен в стали 10Х18Н8ДЗБР после многократной ковки при температурах 500 -800°С до истинной степени деформации 4 и последующих отжигов при температурах 800-1000°С

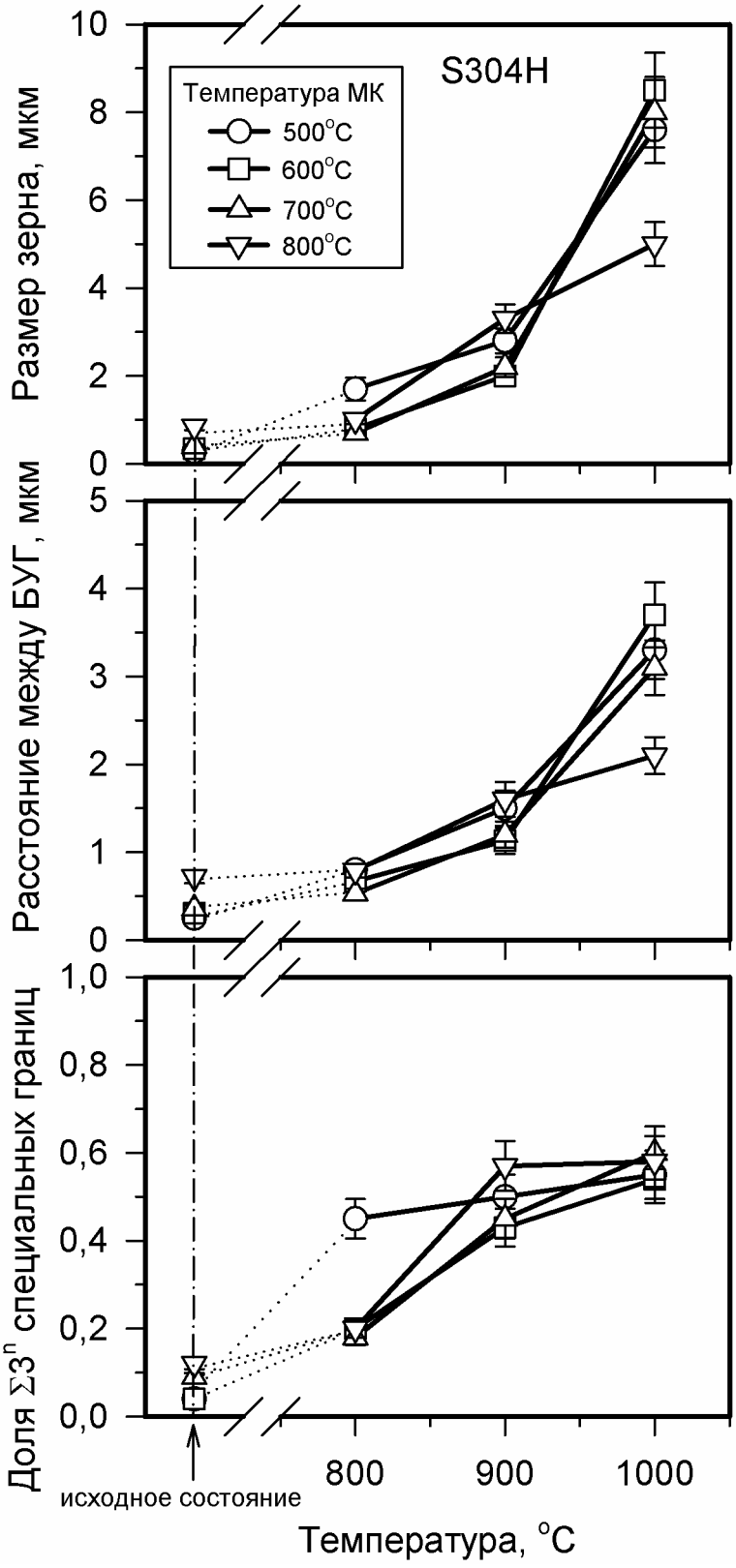


Рисунок 5.7 – Количественные характеристики микроструктурных параметров стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при температурах 500 -800°С до истинной степени деформации 4 и последующих отжигов при температурах 800-1000°С

Качественно изменения в распределении углов разориентировок границ зерен после отжига связано с уменьшением пиков при малых углах ниже 10° и появлением или ростом острых пиков с углом разориентировки 60°. Однако, количественные изменения в распределениях углов разориентировки границ зерен зависят как от температуры предшествующей ИПД, так и от температуры отжига. После отжига при 800°С пик в области малоугловых границ полностью исчезает для образца после ИПД при 500°С, в то время как доля разориентировок с углом 60° увеличивается до 0,4. С другой стороны, на распределении углов разориентировок границ зерен для образцов, подвергнутых ИПД при 600-800°С и последующему отжигу при 800°С, имеются пики в области малоугловых границ, а доля границ зерен с разориентировкой 60° составляет около 0,1.

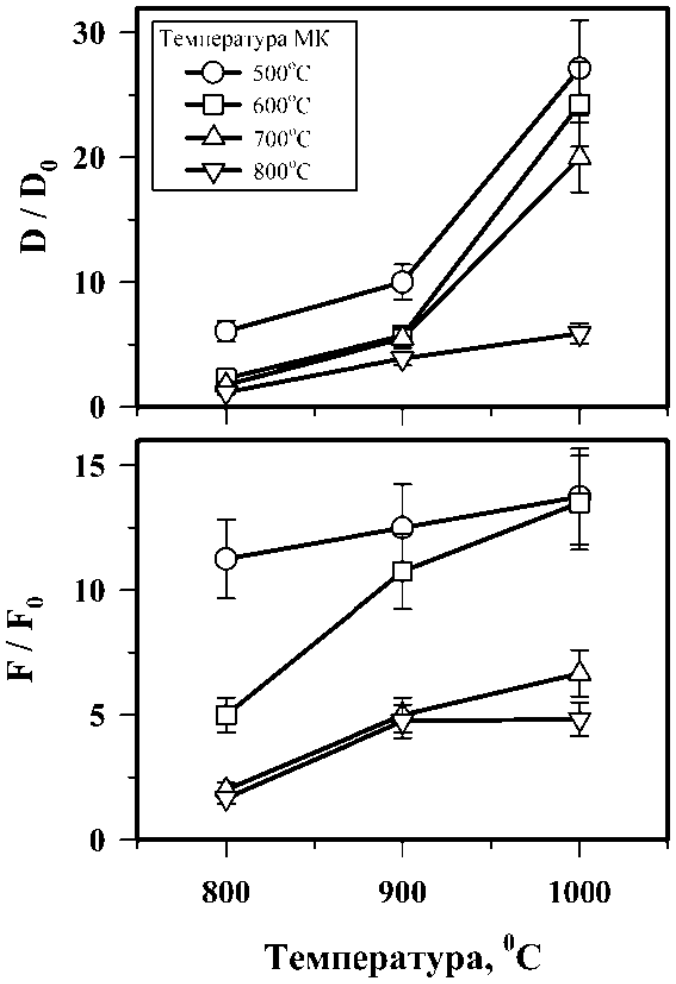


Рисунок 5.8 – Зависимость изменения размера зерна (D/D_0) и доли специальных границ $\Sigma 3^n$ (F/F_0) от температуры отжига в стали 10Х18Н8Д3БР, подвергнутой многократной ковке (МК) и отжигам при различных температурах

Независимо от температуры предшествующей ИПД, пики, соответствующие малоугловым границам, отсутствовали после отжигов при температурах до 900-1000°С. Соответственно, все образцы, отожженные при повышенных температурах, характеризовались наличием острых пиков с углом разориентировки границ зерен 60°.

На рисунке 5.7 представлены количественные данные по изменению размера зерна (с учетом специальных границ $\Sigma3^n$), расстояния между большеугловыми границами (исключая специальные границы $\Sigma3^n$) и доли специальных границ $\Sigma3^n$. Средний размер зерна в отожженных образцах стали 10Х18Н8Д3БР возрастает с увеличением температуры отжига. Равноосная микроструктура с размером зерен 0.7-1.7 мкм была получена после отжига при температуре 800°С. Наибольший размер зерен 1,7 мкм в образце, подвергнутом ИПД при температуре 500°С, формируется при отжиге при 800°С. После отжига при 900°С средний размер зерен увеличивается до 2-3.3 мкм. После отжига при 800°С доля специальных границ $\Sigma3^n$ увеличилась до 0,45 в образце, подвергнутом ранее ИПД при 500°С Напротив, в образцах после ИПД при более высоких температурах, т.е. 600-800°С, доля специальных границ $\Sigma3^n$ составляла около 0,2. Доля специальных границ $\Sigma3^n$ увеличивается с увеличением температуры отжига и, как правило, достигает уровня насыщения при значениях около 0,6 во всех образцах независимо от температуры предыдущей ИПД. Таким образом, все образцы, отожжённые при температурах 900-1000°С, имеют почти одинаковую долю специальных границ $\Sigma3^n$.

Влияние температуры предварительной ИПД и температуры отжига на эволюцию микроструктуры можно более четко представить как изменение размера зерна (D/D_0,где D_0 – это исходный размер зерна, а именно после ИПД) и доли специальных границ $\Sigma3^n$ (F) по отношению к исходным значениям, т.е. тем, которые были получены после ИПД, D/D_0 и F/F_0, соответственно (рис. 5.8). Отжиг при 800°С характеризуется медленной кинетикой рекристаллизации в образцах после ИПД при температурах 600-800°С. Быстрый рост зернен наблюдается для образца после ИПД при 500°С, в котором средний размер зерна увеличился в семь раз после отжига. Другие образцы продемонстрировали незначительный рост зерна при отжиге при 800°С. Повышение температуры отжига до 900-1000°С привело к значительному росту размера зерна во всех образцах. Интересно, что образцы после ИПД при температурах 500-700°С показали довольно быстрый рост зерен, в то время как образец после ИПД при 800°С имел медленную кинетику роста зерен даже при отжиге при 1000°С. Таким образом, кинетика постдинамической рекристаллизации в процессе отжига ультромелкозернистых материалов, полученных ИПД, замедлилась с увеличением предшествующей температуры ИПД.

Относительные изменения специальных границ $\Sigma 3^n$ (F/F_0 на рис. 5.8) четко коррелируют с относительными изменениями размеров зерен. А именно, значительное увеличение доли специальных границ $\Sigma 3^n$ после отжига наблюдалось в образце, подвергнутом ИПД при 500°С, в то время как в образце, предварительно обработанном ИПД при 800°С, наблюдался незначительный прирост доли специальных границ $\Sigma 3^n$ независимо от температуры отжига. Соответственно, образцы, которые были подвергнуты ИПД при 600-700°С, демонстрируют промежуточное поведение. Ограниченный рост зерна при 800°С в этих образцах сопровождается незначительным изменением доли специальных границ $\Sigma 3^n$, в то время как быстрый рост зерна с увеличением температуры отжига до 900-1000°С приводит к значительному увеличению соотношения F/F_0, особенно для образца, подвергнутого ИПД при относительно низкой температуре, т.е. 600°С (рис. 5.8).

5.3 Закономерности эволюции границ зерен в процессе постдинамической рекристаллизации стали 10Х18Н8Д3БР

Явление рекристаллизации обычно происходит в закаленных металлах и сплавах при отжиге и считается статической рекристаллизацией, при которой протекает возврат, приводящий к развитию отдельных зародышей рекристаллизации, и последующий рост новых зерен [26, 159]. В случае ультрамелкозернистых материалов, получаемых ИПД, ультрамелкие зерна формируются за счет пластической деформации и могут служить зародышами рекристаллизации при последующем отжиге [103, 158]. Таким образом, развитие статической рекристаллизации в сильно деформированных материалах связано с быстрым возвратом и последующим постепенным ростом ультрамелких зерен. Такое явление часто рассматривают как непрерывную статическую рекристаллизацию или непрерывную постдинамическую рекристаллизацию [41]. Появление специальных границ $\Sigma 3^n$ в нержавеющей стали при отжиге тесно связано с миграцией границ зерен, которая сопровождается образованием двойников [160]. Доля двойниковых границ, следовательно, должна возрастать с увеличением размера рекристаллизованных зерен. Полученные результаты показывают, что увеличение доли двойниковых границ во время непрерывной постдинамической рекристаллизации зависит от изменения размера зерен при отжиге (рис. 5.7). Рассмотрим взаимосвязь между ростом зерен и долей специальных границ. Существует общее мнение, что двойники отжига формируются за счет роста зерен в процессе миграции границ зерен [161]. Таким образом, вероятность появления

двойников зависит от скорости миграции границ зерен [162], что, в свою очередь, прямо пропорционально движущей силе [26]. Как правило, движущая сила (P) для роста зерен связана с площадью поверхности границ и, следовательно, обратно пропорциональна размеру зерна (D) [26]:

$$P \sim \frac{1}{D}, \tag{5.1}$$

Движущая сила, как говорилось ранее, пропорциональна скорости миграции границ, соответственно, можно сказать, что количество двойниковых границ пропорционально движущей силе, таким образом:

$$N \sim \frac{1}{D}, \tag{5.2}$$

На самом деле, образцы, подвергнутые ковке при более низкой температуре, т. е., образцы с наименьшим размером зерен, проявляют более быструю кинетику роста зерен при последующем отжиге и имеют наибольшую долю большеугловых границ рис. 5.7).

Количество границ двойников одного растущего зерна можно оценить суммированием первоначального числа границ двойников (N_0), т. е. двойники внутри зерна до роста, и число границ двойников (N), которые развились во время роста зерен.

$$N = N_0 + N_{(D-D0)}, \tag{5.3}$$

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

$$N = \int_{D_0}^{D} K \frac{1}{D}, =>$$

$$N = K \ln \frac{D}{D_0}, \tag{5.4}$$

где K варьируется от 0...1 и зависит от энергии дефекта упаковки (ЭДУ) сплава. В металлах и сплавах с высокой ЭДУ как алюминий, значение К равно нулю, что означает, что в таких материалах не формируются двойниковые границы.

Доля двойниковых границ в отожжённом состоянии может быть оценена как:

$$F = \frac{N_0 + K \ln \frac{D}{D_0}}{N_0 + K \ln \frac{D}{D_0} + 1} \tag{5.5}$$

Принимая N_0 как $(F_0^{-1} - 1)^{-1}$, где F_0 – это доля двойниковых границ в исходной микроструктуре (т.е. до роста зерен), изменение доли двойниковых границ при отжиге можно оценить по формуле:

$$\frac{F}{F_0} = \frac{K\ (F_0^{-1} - 1) \ln \frac{D}{D_0} + 1}{K\ (1 - F_0) \ln \frac{D}{D_0} + 1} \tag{5.6}$$

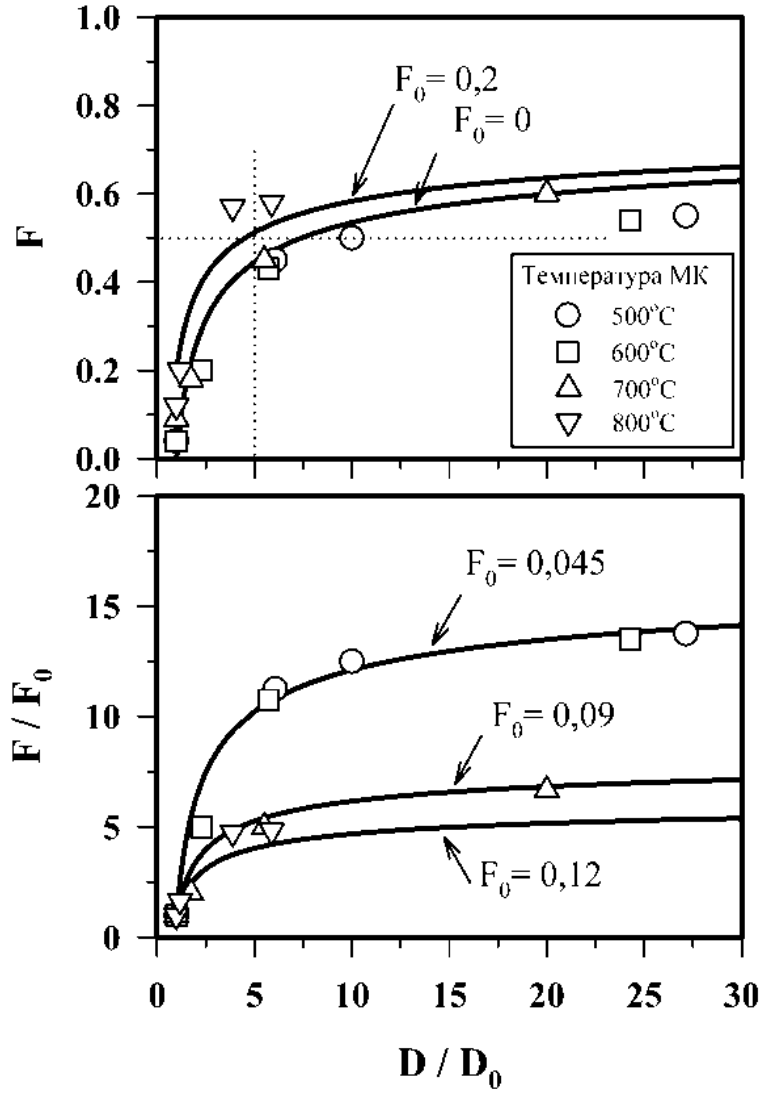


Рисунок 5.9 – Зависимость изменения доли специальных границ $\Sigma 3^n$ (F и F/F_0) от изменения размера зерна (D/D_0) в стали 10Х18Н8Д3БР, подвергнутой многократной ковке (МК) и отжигам при различных температурах

Подобный подход в своей работе показал Панде и др. [162], оценивая плотность специальных границ как $\rho = N / D$, получил $\rho = (K/D)\ln(D/D_0)$, что хорошо согласовалось с экспериментальными данными по изменению плотности специальных границ в процессе роста зерен [162, 163, 164].

На рисунке 5.9 показаны доля двойниковых границ (F) и изменение доли двойниковых границ (F/F_0), рассчитанные по формулам (5.5) и (5.6), соответственно, в зависимости от изменения размера зерна (D/D_0) для различных значений F_0. Для данной стали при расчете значение коэффициента было принят К=0,5. Экспериментальные значения F и F/F_0 также представлены на рис. 5.9. Хорошо видно на рис. 5.9, что

рассчитанные значения F и F/F_0 имеют хорошее совпадение с экспериментальными значениями. Видно, что доля двойниковых границ резко возрастает до ~ 0,5 в диапазоне D/D_0 от 1 до 5. Данный интервал можно считать одним из первых этапов постдинамической непрерывной рекристаллизации. Затем темпы роста доли двойниковых границ существенно замедляются в диапазоне $D/D_0 > 5$. То есть, доля двойниковых границ имеет тенденцию к насыщению при значении доли 0,5-0,6 в начале непрерывной рекристаллизации и меняется несущественно в течение дальнейшего роста рекристаллизованных зерен. Таким образом, отношение $D/D_0 \approx 5$ можно считать критическим условием, при котором доля двойниковых границ приближается к своему насыщению во время постдинамической непрерывной рекристаллизации. Стоит отметить, что доля двойниковых границ при отжиге не зависит от начального состояния, т. е. F_0. С другой стороны, отношение F/F_0 во время роста зерен существенно зависит от F_0. Экспериментальные значения F_0 из 0,04, 0,09 и 0,12, которые были получены в образцах, подвергнутых многократной ковке при температурах 500 600, 700 и 800°C, соответственно, были использованы для расчёта и построения зависимостей F/F_0 от D/D_0 на рисунке 5.9. Зависимость (6) идеально согласуется с экспериментальными данными, что является доказательством развития зернограничных ансамблей в процессе непрерывной постдинамической рекристаллизации. Выявленная связь между долей двойниковых границ и изменением размера зерна при отжиге позволяет предложить перспективный подход для получения ультрамелкозернистых металлических материалов с большой долей специальных границ, т.е. зернограничную инженерию микроструктур. Такое структурное состояние может быть достигнуто большой пластической деформацией с последующим отжигом при относительно низких температурах. УМЗ структура, полученная непрерывной динамической рекристаллизацией в процессе ИПД, остается стабильной при прерывистой статической рекристаллизации и приводит к формированию крупных рекристаллизованных зерен [41]. В противоположность этому, развитие непрерывной постдинамической рекристаллизации в УМЗ структурах, полученных ИПД, характеризуется относительно медленным ростом зерна при последующем отжиге.

Изложенный подход может быть расширен, чтобы предсказать долю двойниковых границ в других ГЦК металлах и сплавах с низкой ЭДУ, подвергнутых различным термомеханическим обработкам. Например, развитие первичной рекристаллизации часто используется, чтобы получить большую долю двойниковых (специальных) границ [129, 165]. Наиболее впечатляющие результаты были получены после отжига образцов, подвергнутых деформации до небольших степеней, однако при этом был получен

большой размер рекристаллизованных зерен [129, 166]. То есть, чем больше размер рекристаллизованных зерен, тем больше доля двойниковых границ. С другой стороны, доля двойниковых границ, составляющая около 0,5, может быть легко достигнута с помощью обычной первичной рекристаллизации, однако при этом размер рекристаллизованных зерен составит 10-20 мкм, в то время как дальнейшее многократное увеличение размера зерен обеспечивает незначительное увеличение доли специальных границ в 0,6-0,7 [166]. Таким образом, предложенный подход может быть использован для того, чтобы иметь возможность предсказать долю специальных границ в материалах после различных термомеханических обработок, в том числе холодной обработки с последующим отжигом, принимая соответствующие значения K и D_0 в уравнении (5).

5.4 Выводы по главе 5

1 Микроструктура стали 10Х18Н8Д3БР, полученная ИПД при комнатной температуре, достаточно стабильна в течение последующих отжигов вплоть до температуры 600°С. Нагрев до 700°С приводит к формированию микроструктуры со средним размером зерна 500 нм после 30 мин отжига.

2 В интервале температур 500 - 600°С при отжиге стали 10Х18Н8Д3БР, полученной ИПД при комнатной температуре, происходит обратное фазовое превращение $\alpha' \rightarrow \gamma$, после чего повышение температуры отжига до 700°С сопровождается развитием прерывистой статической рекристаллизации.

3 Отжиг ультрамелкозернистых структур стали 10Х18Н8Д3БР, которые были сформированы в процессе большой теплой деформации, характеризуется развитием постдинамической непрерывной рекристаллизации с участием быстрого возврата и постепенного роста зерен. Кинетика постдинамической непрерывной рекристаллизации, протекающей в процессе отжига в ультрамелкозернистых структурах стали 10Х18Н8Д3БР замедляется с увеличением температуры предыдущей деформации.

4 Рост зерен стали 10Х18Н8Д3БР во время постдинамической рекристаллизации сопровождается увеличением доли специальных границ $\Sigma 3^n$, которая была определена по относительному изменению размера зерна, то есть отношению размера отожженного зерна к размеру зерна после предшествующей теплой деформации (D/D_0). Пятикратное увеличение размера зерна во время постдинамической непрерывной рекристаллизации сопровождается ростом доли специальных границ $\Sigma 3^n$ до 0,5. Затем в диапазоне $D/D_0 > 5$ скорость увеличения доли специальных границ $\Sigma 3^n$ замедляется.

5 Многократная ковка стали 10Х18Н8Д3БР в диапазоне теплой деформации с последующим отжигом является перспективным методом получения объемных ультрамелкозернистых полуфабрикатов с большой долей специальных границ $\Sigma 3^n$.

ГЛАВА 6 СВОЙСТВА УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТАЛИ 10Х18Н8Д3БР

В данной главе рассмотрены механические свойства при различных температурах испытания образцов стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при комнатной температуре и при температурах 500 – 800°С, с до истинной степени деформации ε = 4 и последующих отжигах в широком температурном интервале в течение 30 минут, а также оценено сопротивление межкристаллитной коррозии.

6.1 Механические свойства стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки и отжигов

Как показали механические испытания на растяжение, полученные многократной ковкой в процессе больших пластической деформации, субмикрокристаллическая и нанокристаллическая структуры стали 10Х18Н8Д3БР обладают высоким комплексом механических свойств. В отличие от исходного состояния, при котором сталь демонстрирует низкие прочностные свойства, предел текучести таких сталей обычно составляет менее 300 МПа при достаточно высоких характеристиках пластичности 60-70% [167, 168].

На рисунке 6.1 представлены диаграммы растяжения образцов стали 10Х18Н8Д3БР при различных температурах испытания после многократной ковки при 500 - 800°С, до ε = 4. Видно, что формирование субмикрокристаллической структуры со средним размером зерен 0,25-0,72 мкм в интервале температур 800-500°С приводит к росту предела текучести в 2 - 3,5 раза по сравнению с исходным состоянием при испытаниях на растяжения при комнатной температуре. Снижение температуры многократной ковки заметно увеличивает предел текучести. В то же время относительное удлинение до разрушения демонстрирует обратную зависимость.

С повышением температуры испытания на растяжение в интервале температур 400 - 600°С происходит падение предела прочности. Однако, в диапазоне температур 400-600°С во всех исследуемых образцах наблюдается падение характеристик пластичности совместно с падением прочностных характеристик. При температурах испытания более 600°С снижение характеристик прочности во всех испытанных образцах сопровождается увеличением пластичности.

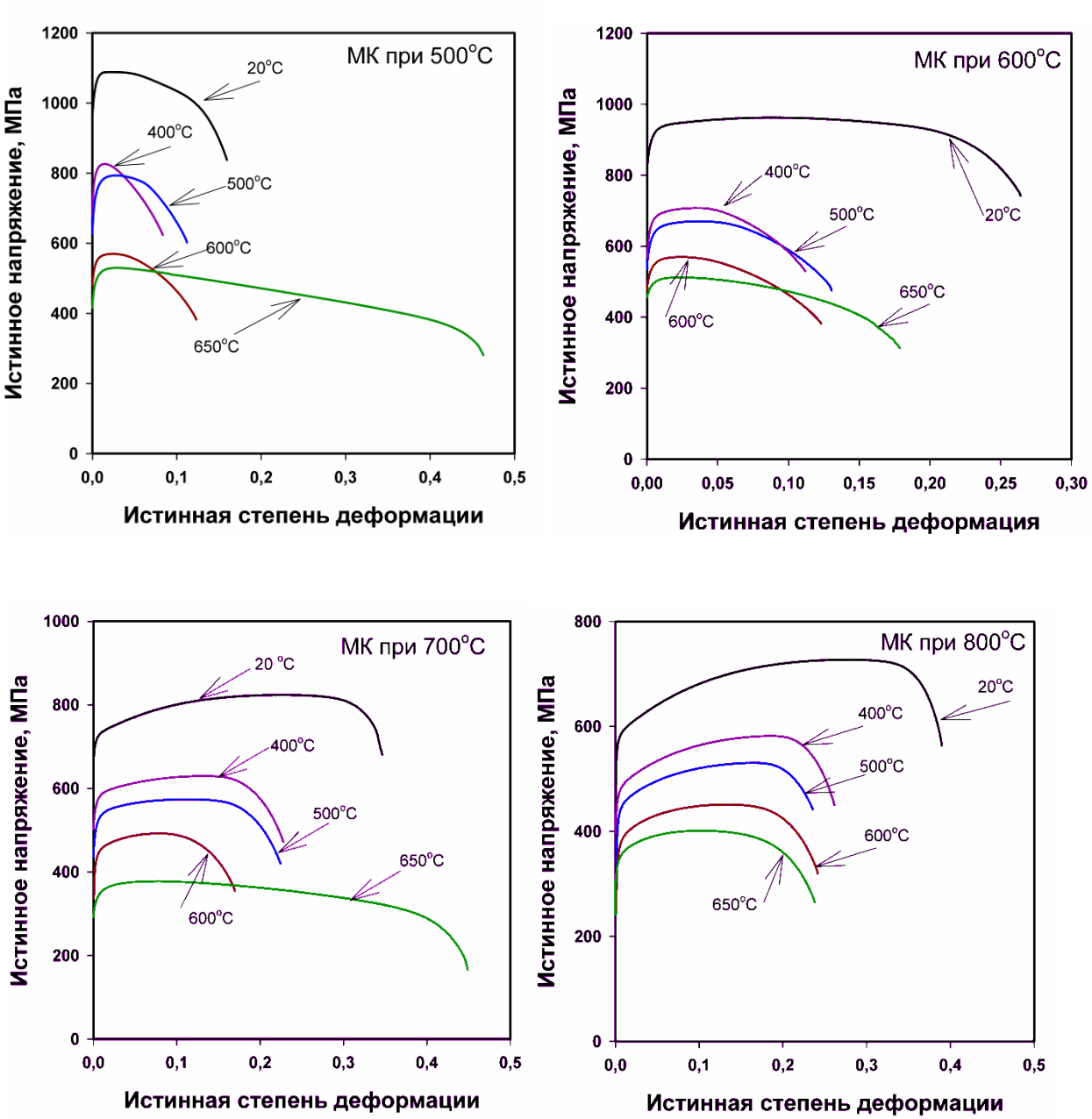


Рисунок 6.1 – Кривые растяжения стали 10Х18Н8Д3БР при различных температурах испытания после многократной ковки при 500 - 800°С, до ε = 4

Кратковременный отжиг в течение 30 минут при температуре 800°С образцов, деформированных при температуре 500°С, приводит к небольшим падениям предела прочности, изменение составляет менее 150 МПа, однако, характеристики пластичности при этом возрастают почти в 2 раза.

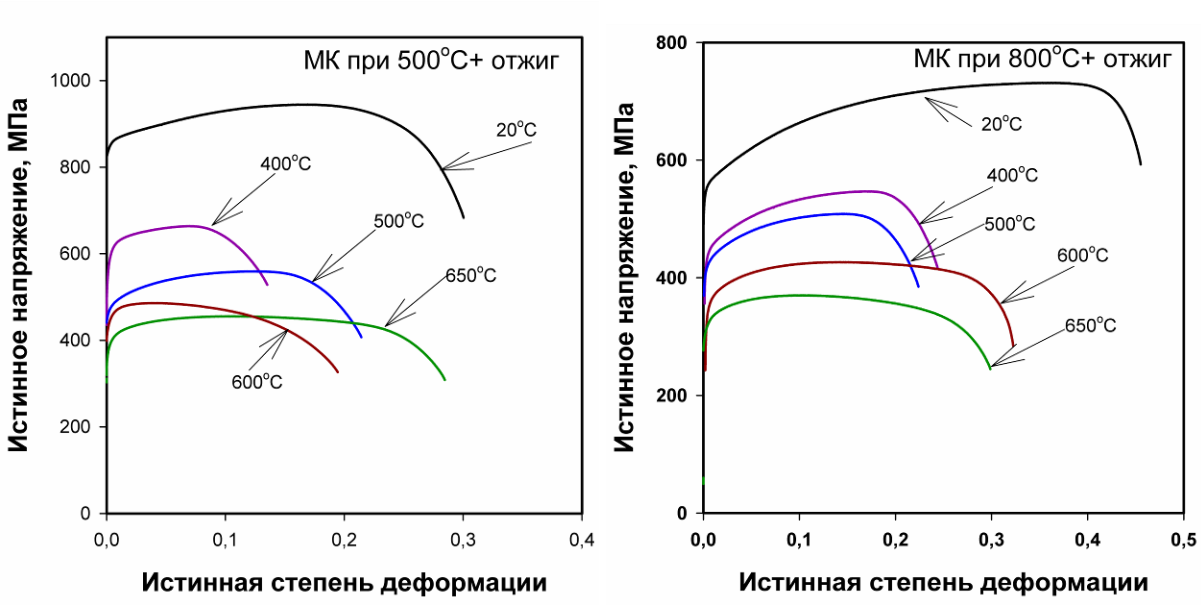


Рисунок 6.2 – Кривые растяжения стали 10Х18Н8Д3БР при различных температурах испытания после многократной ковки при 500 - 800°С, до ε = 4 и отжиге при 800°С в течение 30 минут

Значения временного сопротивления ($\sigma_в$), предела текучести ($\sigma_{0,2}$), удлинения до разрушения (δ) для всех образцов стали 10Х18Н8Д3БР, подвергнутых многократной ковке в диапазоне температур 500- 800°С до истинной степени деформации ε = 4, а также образцов стали 10Х18Н8Д3БР, деформированных многократной ковкой при температурах 500 и 800°С до истинной степени деформации ε = 4 и подвергнутых отжигу при температуре 800° С в течение 30 минут, представлены в таблице 6.1 .

Падение характеристик пластичности при температурах испытаний 400-600°С связано с сегрегациями атомов Cr, которые, в свою очередь, сильно охрупчивает границы зерен. Фактография изломов стали 10Х18Н8Д3БР после испытания на растяжении при температурах 500 и 650°С после многократной ковки при 600°С до ε = 4 и отжиге при 800°С в течение 30 минут представлена на рисунке 6.3, где доля пластичного разрушения является доминирующей [169].

Таблица 6.1 Механические свойства аустенитной стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при 500 - 800°С, до ε = 4, а также последующего отжига при 800°С в течение 30 минут

Т ковки, °С	Т испытания, °С	$\sigma_в$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ, %
МК при 500	20	1090	970	13,3
	400	830	750	6,4
	500	790	650	8,9
	600	610	550	16,4
	650	530	445	42,7
МК при 500+отжиг 800	20	940	790	25,7
	400	660	580	10,6
	500	560	455	17,7
	600	455	380	23,8
	650	485	425	15,9
МК при 600	20	960	850	22,0
	400	680	540	9,0
	500	670	600	9,7
	600	570	520	9,5
	650	520	465	14,3
МК при 700	20	820	680	31,1
	400	630	540	17,5
	500	570	475	18,3
	600	480	410	13,2
	650	380	305	39,6
МК при 800	20	730	550	36,1
	400	580	425	21,6
	500	530	430	20,6
	600	450	360	18,7
	650	400	330	19,3
МК при 800+отжиг 800	20	730	530	43,0
	400	550	430	20,5
	500	510	410	19,1
	600	425	345	27,4
	650	375	300	26,6

Поверхность излома характеризуется ямками отрыва различного размера. Большие ямки зарождались на относительно крупных частицах, а на дне мелких ямок отрыва частиц не наблюдалось.

Сканирование микроструктуры стали 10Х18Н8Д3Б после МК при температуре 600°С до истинной степени деформации 4 и испытаниях при температуре 500°С демонстрирует неравномерное распределение атомов Cr вдоль границы зерна (рис. 6.4). Атомы Cr, выделенные по границам зерен, приводят к выделению частиц $Cr_{23}C_6$ на этих границах. Эти частицы видимому, инициируют межкристаллитные трещины, что приводит к снижению характеристик пластичности в интервале температур 400-600°С. Увеличение температуры приводит к большей скорости диффузии атомов хрома, при этом участков границ зерен, обеденных атомами хрома, не было обнаружено. Излом после испытаний на растяжение при температуре 650°С состоит из почти однородных по размеру ямок отрыва (рис. 6.3 б).

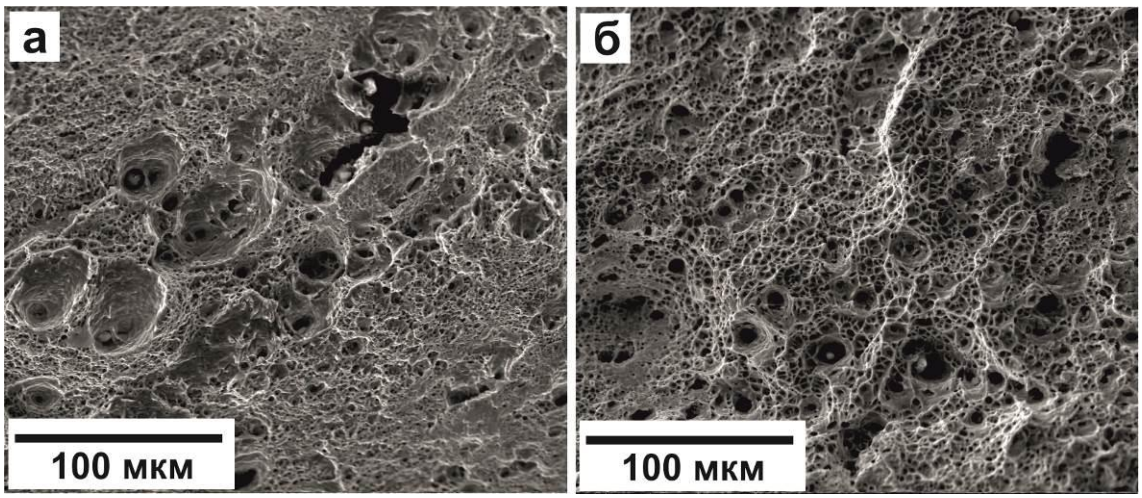


Рисунок 6.3 – Фрактография излома стали 10Х18Н8Д3БР после испытаний на растяжение образцов после многократной ковки при 600°С до ε = 4 и отжига при 800°С в течение 30 минут, а – испытания при температуре 500°С, б - испытания при температуре 650°С

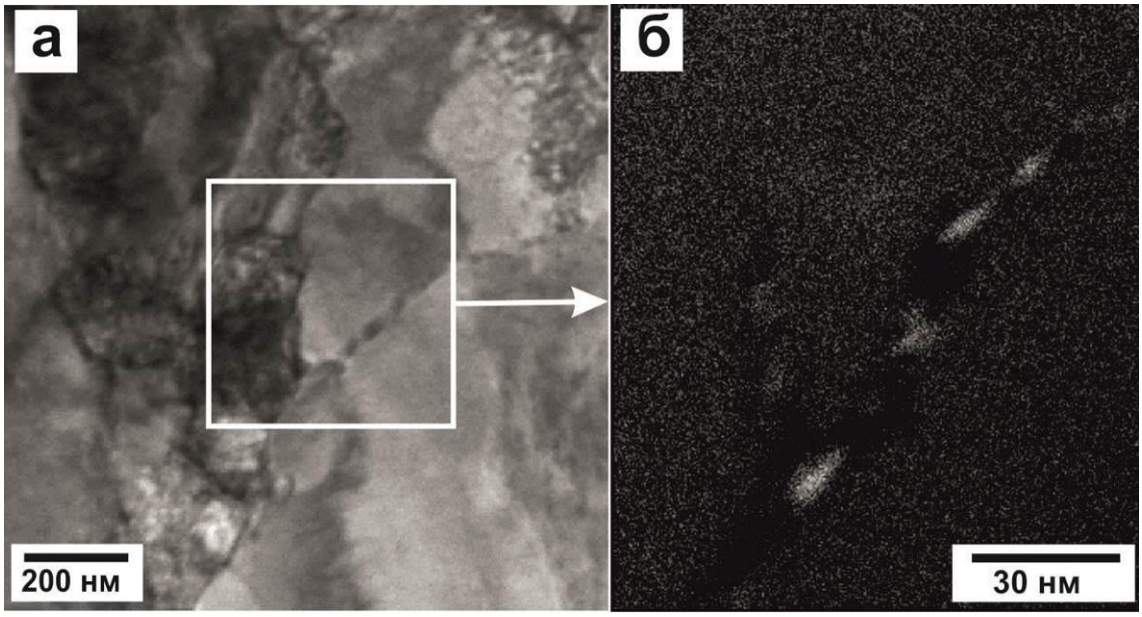


Рисунок 6.4 – Микроструктура стали 10Х18Н8Д3Б после МК при температуре 600°С до истинной степени деформации 4 и испытаниях при температуре 500°С – а и б - распределение хрома

Инженерные кривые деформации, полученные в ходе механических испытаний на растяжение при комнатной температуре холоднодеформированных образцов стали 10Х18Н8Д3Б, а также холоднодеформированных стали 10Х18Н8Д3Б с последующими отжигами при температурах 500-700°С, представлены на рисунке 6.5.

Образцы стали 10Х18Н8Д3Б, подвергнутые многократной ковки при комнатной температуре до истинной степени деформации 4, демонстрируют высокую прочность свыше 1500 МПа. Кратковременный отжиг таких образцов при температурах 500-600°С не сопровождается значительным разупрочнением, уровень удлинения до разрушения остается такой же. Такое поведение тесно связано с влиянием отжигов на микроструктурные параметры. Поскольку микроструктурные параметры при отжиге в диапазоне температур 500-600°С значительно не меняются (размер зерен до отжига составлял 30 нм, а после 50-60 нм), то деформационное поведение, соответственно, остается идентичным. С другой стороны, отжиг холоднодеформированных образцов стали 10Х18Н8Д3Б при температуре 700°С сопровождается укрупнением зерен.

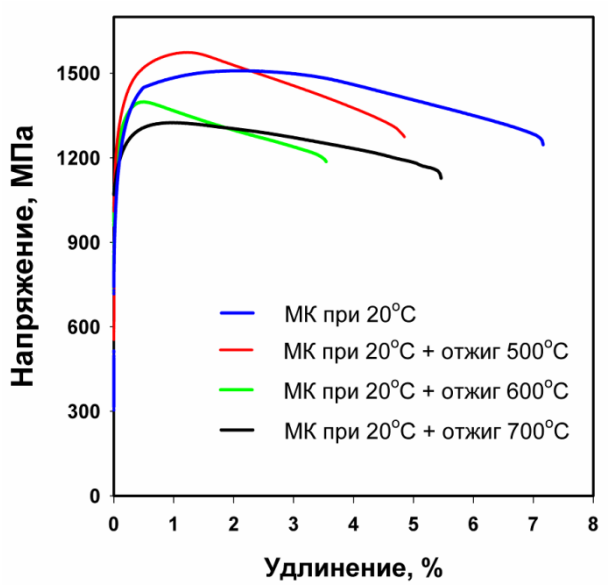


Рисунок 6.5 – Инженерные кривые растяжения стали 10Х18Н8Д3БР при комнатной температуре испытания после многократной ковки при комнатной температуре до ε = 4 и последующих отжигах при 500- 700 ° в течение 30 минут

Повышение температуры отжига до 700°С приводит к развитию рекристаллизационных процессов, формируется неоднородная микроструктура, состоящая из крупных рекристаллизованных зерен и нанокристаллической аустенитной матрицы с высокой плотностью дислокаций. При этом прочность снижается до 1320 МПа. Именно наличие большой доли нанокристаллической структуры, которая содержит очень высокую плотность дислокаций, способствует сохранению прочностных характеристик на высоком уровне.

Таблица 6.2 Механические свойства аустенитной стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при комнатной температуре до ε = 4, а также последующих отжигов при 500- 700°С в течение 30 минут

Состояние	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_в$, МПа	δ, %
Исходное состояние	280	610	65
Многократная ковка 20°С ε~4	1430	1540	7,2
Многократная ковка 20°С ε~4 + отжиг 500°С	1420	1410	4,8
Многократная ковка 20°С ε~4 + отжиг 600°С	1410	1530	3,6
Многократная ковка 20°С ε~4 + отжиг 700°С	1190	1320	5,6

6.2. Стойкость стали 10Х18Н8Д3БР к межкристаллитной коррозии

6.2.1 Коррозионная стойкость стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки

Кривые анодно-катодной развертки, полученные методом потенциодинамической реактивации, представлены на рисунке 6.6 для исследуемой стали, подвергнутой деформации и последующим отжигам.

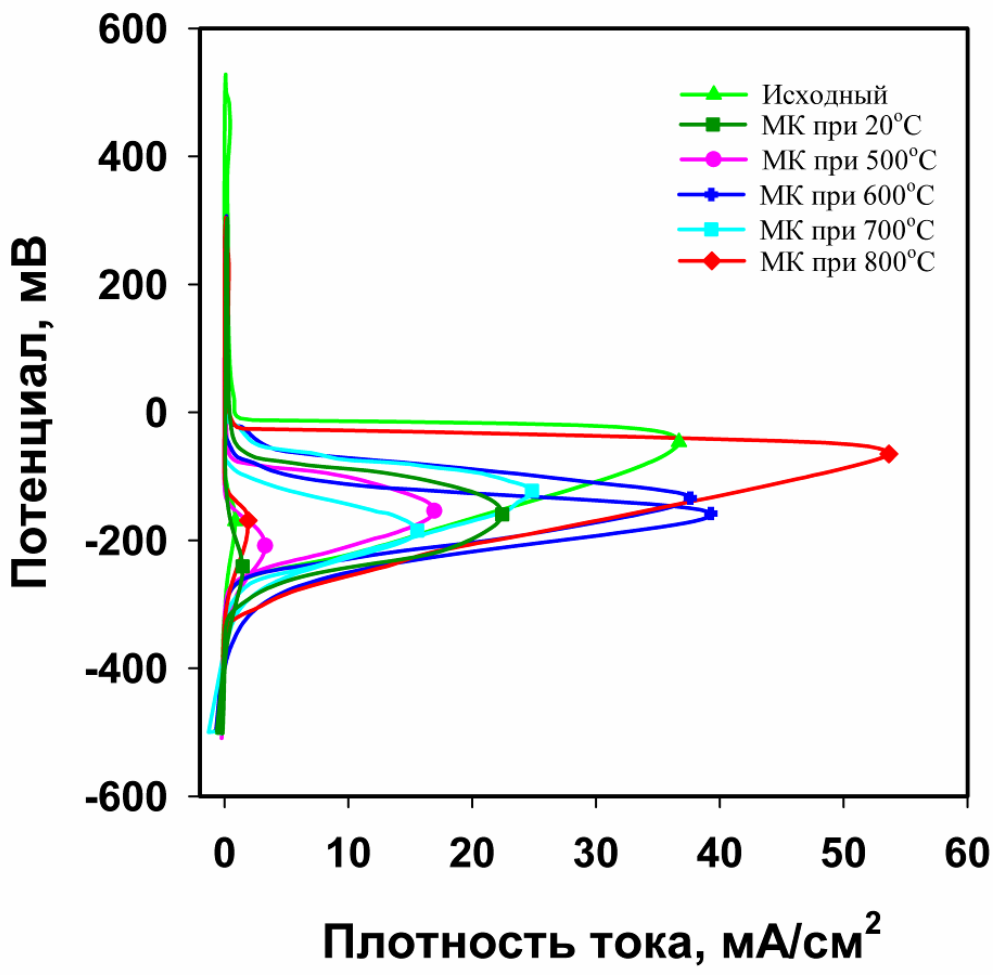


Рисунок 6.6 – Кривые анодно- катодной развертки, полученные методом потенциодинамической реактивации для стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при 20 - 800°С, ε = 4

В исходном состоянии сталь демонстрирует стойкость к межкристаллитной коррозии (МКК), поскольку на анодно – катодной развертке, катодная кривая (заряд реактивации), характеризующая развитие процессов межкристаллитной коррозии, равна 0,

т.е. соотношение заряда реактивации к заряду пассивации стремится к 0. Образцы деформированные при температурах 500 и 700°С, имеют пик заряда реактивации. Максимальное значение пика реактивации 39,276 мА/см^2 (таблица 6.3) демонстрирует образец, деформированный при температуре 600°С. При этом коэффициент реактивации (таблица 6.3) выше требуемого предела (0,11). Также необходимо отметить пик коррозионной активности при температуре ИПД 600^{o}С, где коэффициент реактивации почти в 9 раз больше требуемого значения.

Таблица 6.3 Значения максимальной плотности тока реактивации ($j_{maxреак}$) и пассивации ($j_{maxпасс}$) и значение стойкости к межкристаллитной коррозии ($j_{maxреак}/j_{maxпасс}$), полученные методом потенциодинамической реактивации для аустенитной нержавеющей стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки (МК) до истинной степени деформации 4 при различных температурах.

Состояние	$I_{maxраек}/I_{maxпасс}$	$I_{maxпасс}$	$I_{maxраек}$
исходный	0,023	36,699	0,857
МК при 20 °С	0,065	22,429	1,454
МК при 500 °С	0,194	16,936	3,283
МК при 600 °С	1,044	37,616	39,276
МК при 700 °С	0,627	24,829	15,556
МК при 800 °С	0,036	53,656	1,917

Хорошо видно (рис. 6.7 в, г, д), что поверхности образцов, деформированных при температурах 500-700^{o}С, испещрены пустотами по границам зерен. Таким образом, образцы деформированные в диапазоне температур 500 - 700°С, теряют стойкость к межкристаллитной коррозии. Особенно сильно развитие процессов МКК видно на образце деформированном при температуре 600^{o}С (рис. 6.7 г). Поскольку при температурах ИПД 20^{o}С и 800^{o}С коэффициент реактивации не превышает значения 0,11 (таблица 6.3), это свидетельствует о стойкости стали против МКК. Об этом же свидетельствуют поверхности данных образцов стали после испытаний на сопротивление МКК, представленные на рис. 6.7.

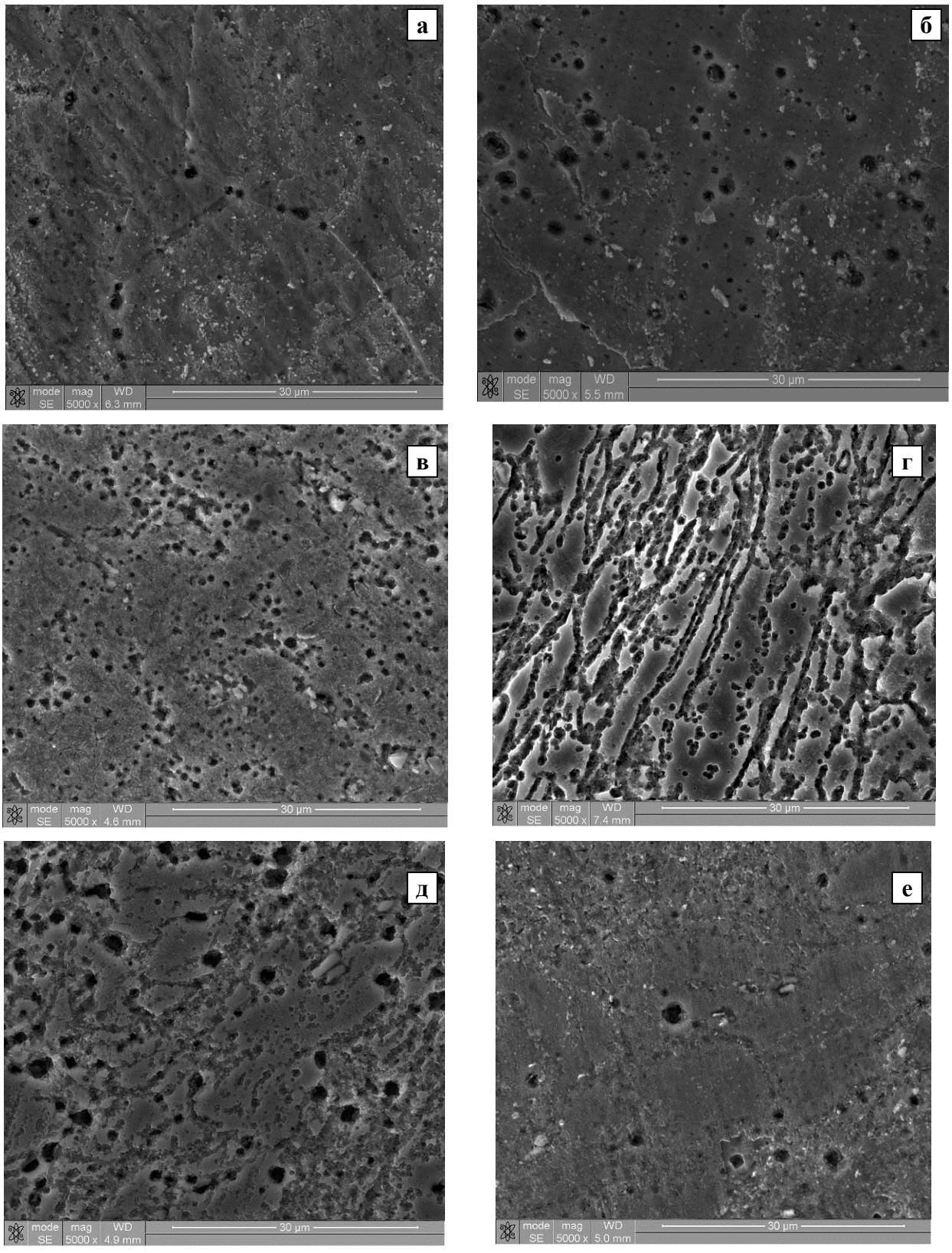


Рисунок 6.7 – Поверхность образцов стали 10Х18Н8Д3БР, а) исходное состояние, б) после МК 20°С до ε = 4, в) после МК 500°С до ε = 4, г) после МК 600°С до ε = 4, д) после МК 700°С до ε = 4, е) после МК 800°С до ε = 4

Коррозионное поведение аустенитной нержавеющей стали 10Х18Н8Д3БР не коррелирует со структурными параметрами исследуемых состояний материала (рис. 6.8.) Влияние размера структурных элементов на коррозионные свойства незначительны. Уменьшение размера зерна не приводит к потере сопротивления МКК, а основным фактором, отвечающим за стойкость МКК, является Cr, который при воздействии температуры в диапазоне 500-700°С выделяется в виде частиц.

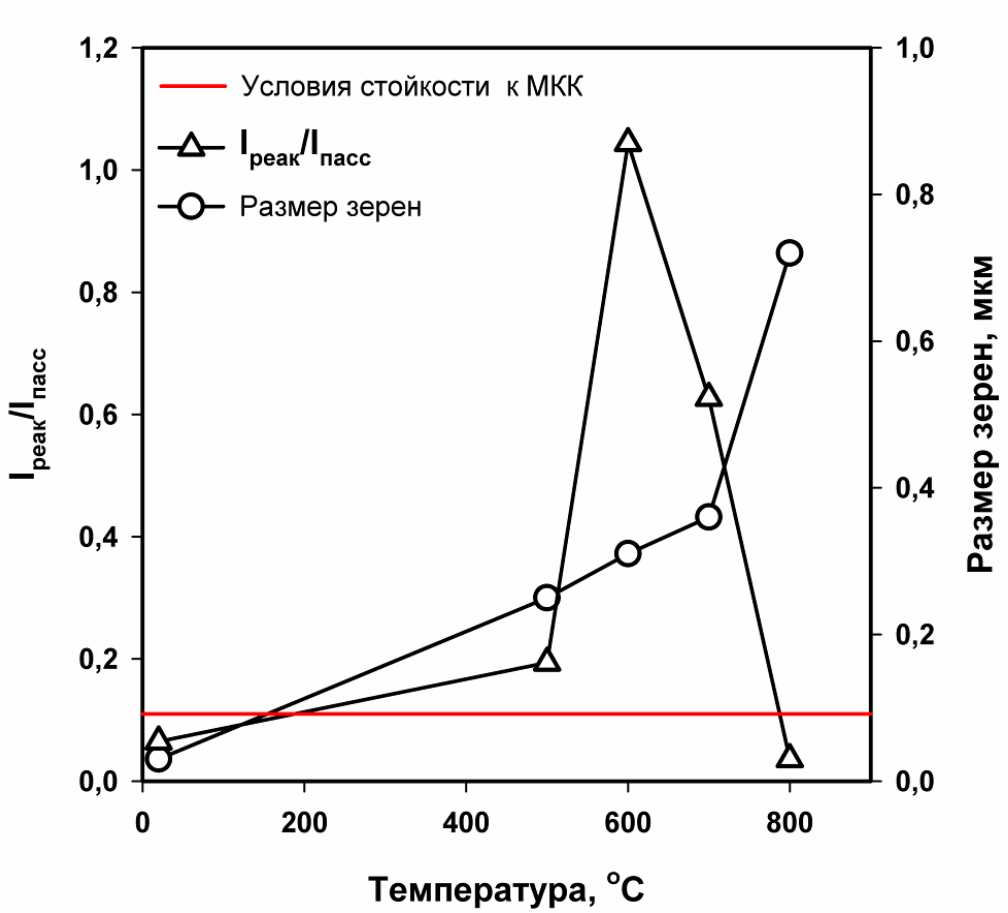


Рисунок 6.8 – Зависимость размера зерна и значения стойкости к МКК ($I_{реак}/I_{пасс}$) в стали 10Х18Н8Д3БР после МК при различных температурах до ε = 4 от температуры МК

Известно, что для стали 10Х18Н8Д3БР нагрев в диапазоне температур 450-700^{o}С приводит к выделению частиц $Cr_{23}C_6$. Расчет объемной доли карбида хрома для стали S304H в программе Thermo-Calc представлен в таб. 6.4. Пик выделения карбида хрома соответствует температуре 600^{o}С Соответственно, именно обеднение границ зерен хромом приводит к низкому сопротивлению МКК при данных температурах.

Таблица 6.4 Расчет объемной доли частиц $Cr_{23}C_6$ при различных температурах в стали 10Х18Н8Д3БР в программе Thermo-Calc

Температура , ^oC	20	500	600	700	800
Объемная доля $Cr_{23}C_6$	0	0,0198	0,02	0,0198	0,018

6.2.3 Коррозионная стойкость стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки с последующим отжигом

Кратковременный отжиг при температуре 800°С образцов, деформированных при температуре 500 и 800°С, меняет коррозионное поведение стали 10Х18Н8Д3БР. Для образца деформированного при температуре 500°С, такой отжиг дает полное восстановление свойств сопротивления МКК. Вероятно, восстановление стойкости к межкристаллитной коррозии связано с ростом скорости диффузии атомов Cr в обедненные участки вблизи границ зерен, в результате чего однородность химического состава стали восстанавливается, несмотря на выделение частиц $Cr_{23}C_6$. По данным расчета в программе Thermo-Calc доля частиц $Cr_{23}C_6$ при температуре 800°С составляет 0,018 (таблица 6.4). Таким образом, образцы, деформированные при данной температуре и отожженные, имеют достаточно хорошее сопротивление МКК.

Таблица 6.5 Значения максимальной плотности тока реактивации ($j_{maxреак}$) и пассивации ($j_{maxпасс}$) и значение стойкости к межкристаллитной коррозии ($j_{maxреак}/j_{maxпасс}$), полученные методом потенциодинамической реактивации для аустенитной нержавеющей стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки (МК) до истинной степени деформации 4 при различных температурах и кратковременном отжиге при температуре 800°С.

Состояние	$I_{maxраек}/I_{maxпасс}$	$I_{maxпасс}$	$I_{maxраек}$
МК при 500 °С	0,194	16,936	3,283
МК при 500 °С+отжиг	0,003	24,8	0,066
МК при 800 °С	0,036	53,656	1,917
МК при 800 °С+отжиг	0,002	23,531	0,047

Незначительный отжиг образцов, деформированных при температуре 500°С, приводит к полному исчезновению пика реактивании на кривых анодно- катодной

развертки (рис. 6.9) и соотношение заряда реактивации к заряду пассивации стремится к 0 (таблица 6.5) .

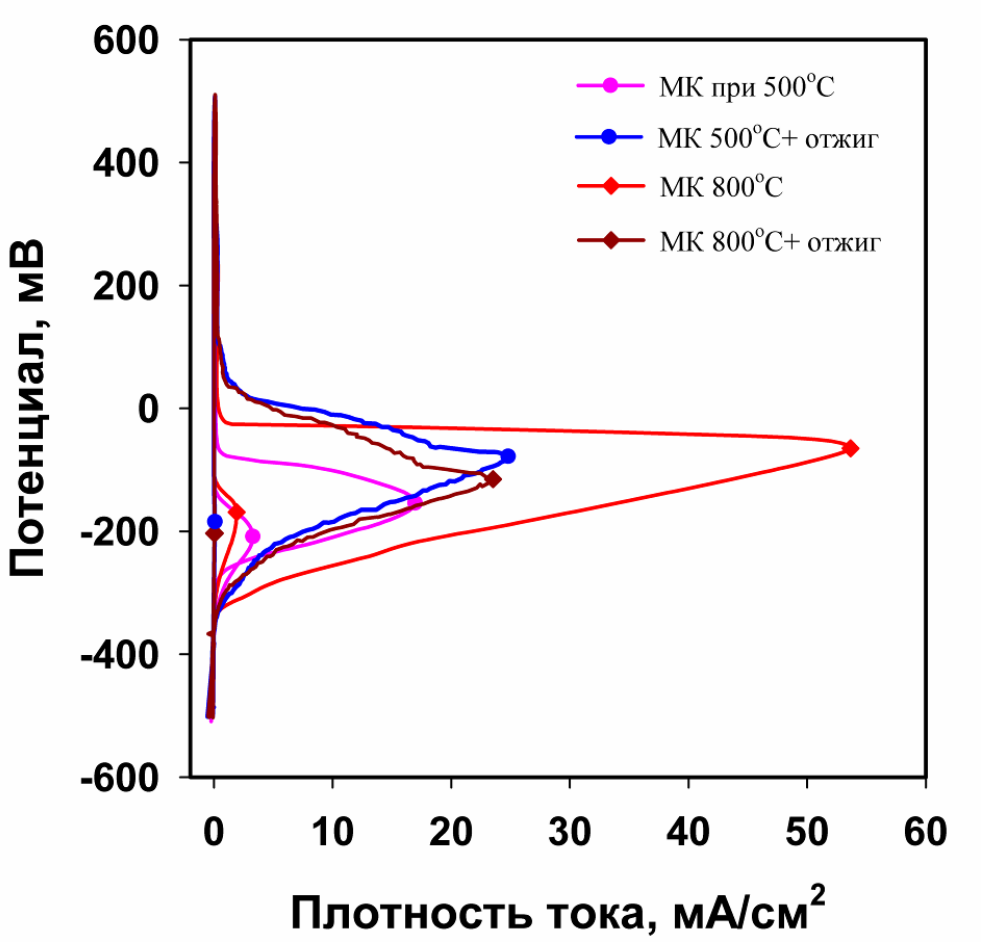
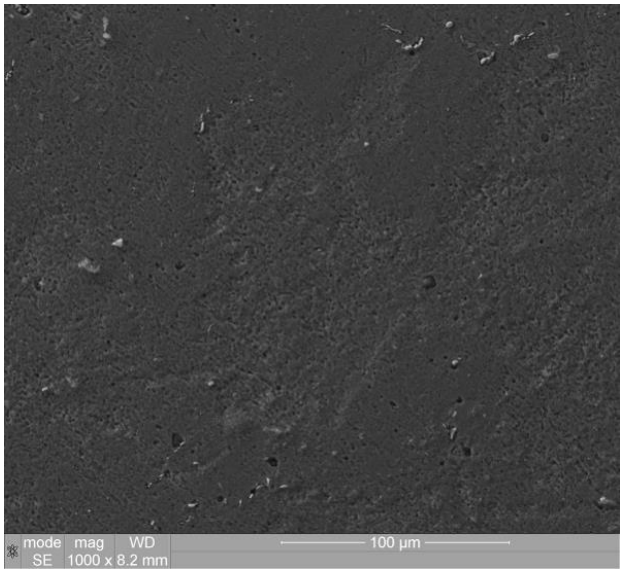
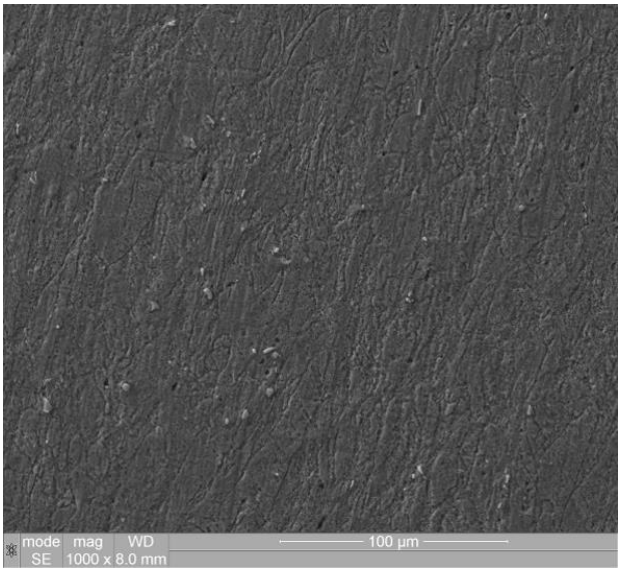


Рисунок 6.9 – Кривые анодно- катодной развертки, полученные методом потенциодинамической реактивации для стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при 500 и 800°С, ε = 4, и последующего отжиге при 800°С в течение 30 минут

Не смотря на то, что у образцов после деформирования при температуре 800°С соотношение заряда реактивации к заряду пассивации остается ниже 0,11 и составляет 0,036, что соответствует требованиям сопротивления МКК, кратковременная выдержка при данной температуре позволяет получить еще лучшее сопротивление к МКК. Значение пика реактивации на кривых анодно-катодной разверстки после отжига на порядок ниже, чем у образцов, подвергнутых только деформации при температуре 800°С (таблица 6.5). Поверхности образцов стали 10Х18Н8Д3БР после МК 500°С до ε = 4 и отжига в течение 30 минут и после МК 800°С до ε = 4 и отжига в течение 30 минут практически не подвержены воздействию МКК (рис. 6.10).



МК 500 + отжиг 800 в течение 30 минут



МК 800 + отжиг 800 в течение 30 минут

Рисунок 6.10 – Поверхность образцов стали 10Х18Н8Д3БР после МК 500°С до ε = 4 и отжигу в течение 30 минут и после МК 800°С до ε = 4 и отжигу в течение 30 минут

6.3 Выводы по главе 6

1 Показано, что формирование субмикрокристаллической структуры в стали 10Х18Н8Д3БР многократной ковкой при температурах 500-800°С и с последующими отжигами позволяет повысить прочностные свойства в 2,5-3,5.

2 Падение характеристик пластичности в диапазоне температур испытаний 400 -600°С в стали 10Х18Н8Д3БР после многократной ковки при температурах 500-800°С связано с выделениями сегрегаций атомов Cr по границам зерен.

3 Формирование наностурктурного состояния в стали 10Х18Н8Д3Б при многократной ковке при комнатной температуре до истинной степени деформации 4 приводит к значительному упрочнению, при этом предел прочности достигает 1540 МПа.

4 Формирование субмикрокристаллической и нанокристаллической структуры само по себе не оказывает существенного влияния на коррозионную стойкость. Падение стойкости к межкристаллитной коррозии связано с обеднением границ зерен хромом при выделении карбидов $Cr_{23}C_6$ по границам зерен.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1 Установлено, что в интервале температур 500-700°С непрерывная динамическая рекристаллизация является главным механизмом, ответственным за измельчение зерна стали 10Х18Н8Д3БР, хотя прерывистая динамическая рекристаллизация также вносит вклад в формирование новых зерен. Начало действия прерывистой динамической рекристаллизации с уменьшением температуры деформации смещается в область больших степеней деформации.

2 Установлено, что зависимость размера динамически рекристаллизованных зерен (D) от параметра Зинера – Холломона (Z) выражается степенным законом. Переход из области горячей деформации в область теплой деформации сопровождается изменением механизмов динамической рекристаллизации, что приводит к трёхкратному уменьшению показателю степени. Так при $Z < 5\times10^{11}$ $с^{-1}$ превалирует прерывистая динамическая рекристаллизация, а в температурно-скоростной области $Z > 5\times10^{11}$ $с^{-1}$ субмикрокристаллическая структура формируется в результате непрерывной динамической рекристаллизации.

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

4 Показано, что отжиг стали 10Х18Н8Д3БР с ультрамелкозернистой структурой, которая сформировалась в результате непрерывной динамической рекристаллизации в процессе пластической деформации, характеризуется развитием непрерывной постдинамической рекристаллизации. Кинетика непрерывной постдинамической рекристаллизации в ультрамелкозернистой матрице замедляется с увеличением температуры предыдущей деформации. Рост зерен сопровождается увеличением доли специальных границ $\Sigma3^n$, которую можно определить по относительному изменению размера зерна.

5 Показано, что формирование субмикрокристаллической и нанокристаллической структур в стали 10Х18Н8Д3БР многократной ковкой и

последующими отжигами позволяет повысить прочностные свойства в 2,5-3,5 и ~ 5 раз. Формирование субмикрокристаллической и нанокристаллической структур само по себе не оказывает существенного влияния на коррозионную стойкость. Падение стойкости к межкристаллитной коррозии связано с обеднением границ зерен хромом при выделении карбидов $Cr_{23}C_6$ по границам зерен.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

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

1 **Tikhonova, M.** Σ3 CSL Boundary Distributions in an Austenitic Stainless Steel Subjected to Multidirectional Forging Followed by Annealing / Marina Tikhonova, Yuliya Kuzminova, Xiaoying Fang, Weiguo Wang, Rustam Kaibyshev and Andrey Belyakov // Philosophical Magazine. – 2014. – Vol. 94 (no.36), - P. 4181–4196.

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

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

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

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

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

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

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

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

10 Беляков, А. Н. Анализ искажений кристаллической решетки сильнодеформированных металлических материалов с помощью просвечивающей

электронной микроскопии / Беляков А.Н., **Тихонова М.С.,** Кайбышев Р.О. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2012 – т.78, - стр.55-58.

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

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

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

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

Патенты:

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

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

Другие публикации:

1 Тихонова, М. Формирование мелкозернистой структуры в жаропрочной аустенитной стали в процессе пластической деформации / М.С. Тихонова, А.Н. Беляков, Р.О. Кайбышев // Проведение научных исследований в области индустрии наносистем и материалов: Материалы Всероссийской конференции с элементами научной школы для молодежи, 16-20 ноября 2009. – Белгород. – С. 83.

2 Tikhonova, M. Formation of Fine-Grained Structure in S304-type Austenitic Stainess Steel during Hot-to-Warm Working / M. Tikhonova, V. Dudko, A. Belyakov, R.

Kaibyshev // The 4th International Conference on Recrystallization and Grain Growth: Conference Handbook, 4-9 July 2010. – Sheffield, UK – p. 31.

3 Тихонова, М.С. Эволюция микроструктуры аустенитной стали в процессе пластической деформации при температуре 700°С / М.С. Тихонова, А.Н. Беляков // Фазовые превращения и прочность кристаллов: Сборник тезисов, 16-19 ноября 2010. – Черноголовка – с. 205.

4 Тихонова, М.С. Механизм наноструктуризации аустенитной стали типа 304 после ИПД / М.С. Тихонова, Ю.О. Кузьминова, А.Н. Беляков // IV Всероссийская конференция по наноматериалам: Сборник материалов, 01-04 марта 2011. – Москва. – с. 440.

5 Tikhonova, M. Nanocrystalline S304H austenitic steiness steel subjected to multiple forging / M. Tikhonova, Y. Kuzminiva, A. Belyakov, R. Kaibyshev // The third Internatiomal Symposium Bulk Nanostructured Materials: Book of Abstracts, 23-29 august 2011. – Ufa. – c. 234.

6 Кузьминова, Ю.О. Влияние отжигов на микроструктуру и механические свойства аустенитной стали SUPER304H после ИПД при комнатной температуре / Ю.О. Кузьминова, М.С. Тихонова, А.Н. Беляков // Наноматериалы и нанотехнологии в металлургии и металловедении: Материалы международной конференции с элементами научной школы для молодежи, 13-15 октября 2011. – Белгород. – с. 84.

7 Тихонова, М.С. Влияние интенсивной пластической деформации на механические свойства аустенитной нержавеющей стали / М.С. Тихонова, А.Н. Беляков // Материалы VII Международной конференции «Фазовые превращения и прочность кристаллов»: Сборник тезизов, 29 октября - 2 ноября 2012. – Черноголовка. – с. 157.

8 Bondareva, E. Static recrystallization of a warm worked austenitic stainless steel / Bondareva E. Tikhonova M., Belyakov A. // «Innovations in Mineral Ressource Value Chains– Geology, Mining, Processing, Economics, Safety, and Environmental Management»: Scientific Reports on Resource Issues, 11-13 june 2014. – Freiburg, Germany. – p. 304-310.

9 Sorokopudova, J. Submicrocrystalline structure and inter-granular corrosion of austenitic stainless steel subjected to multidirectional forging and annealing / Sorokopudova J., Tikhonova M., Belyakov A. // «Innovations in Mineral Ressource Value Chains– Geology, Mining, Processing, Economics, Safety, and Environmental Management»»: Scientific Reports on Resource Issues, 11-13 june 2014. – Freiburg, Germany. – p. 328-334.

10 Бондарева, Е. Н. Статическая рекристаллизация в аустенитной нержавеющей стали, подвергнутой теплой деформации / Бондарева Е.Н., Тихонова М.С.,

Беляков А.Н // Научные чтения им. И.А. Одинга: Сборник материалов 4-5 сентября 2014. – Москва. – с. 85.

11 Сорокопудова, Ю. В., Субмикрокристаллическая структура и коррозионные свойства аустенитной наржавеющей стали, подвергнутой многократной ковке и отжигу / Сорокопудова Ю.В., Тихонова М.С., Беляков А.Н. // Научные чтения им. И.А. Одинга: Сборник материалов, 4-5 сентября 2014. – Москва. – с. 277.

12 Tikhonova, M. Tensile behavior of an austenitic stainless steel subjected to multidirectional forging / Marina Tikhonova, J Sorokopudova, E Bondareva, Andrey Belyakov, Rustam Kaibyshev // The 6th International Conference NanoSPD6: Book of Abstracts, 30 June - 04 July 2014. – Metz, France.– p. 389.

13 Tikhonova, M. Static grain growth in an austenitic stainless steel subjected to intense plastic straining / Tikhonova, M., Belyakov, A., Kaibyshev, R. // 8th Internation Conference THERMEC'-2013: Book of Abstracts, 02-06 December 2013. – Las Vegas, France. – p. 610.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1 Валиев, Р.З. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства / Р.З. Валиев, И.В. Александров // М.: ИКЦ «Академкнига», – 2007. – 398 с.

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

3 Пластическая обработка металлов простым сдвигом/ В.М. Сегал [и др.] // Изв. СССР, Металлы. – 1981. – № 1. – с. 115-123.

4 Segal, V. M. Materials processing by simple shear / V. M. Segal // Mater. Sci. Eng., – 1995. – vol. A 197. – p. 157-164.

5 Zhilyaev, A.P. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and aplications /A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon // Progr. Mater. Sci., – 2008. – Vol. 53. – p. 893-979.

6 Ultrafine-grained materials prepared by severe plastic deformation / ed. By R.Z. Valiev // Annales de Chimie. Science des Materiaux. – 1996. – vol.21. – № 6-7. – p. 369 -520.

7 Furukawa, M. The use of severe plastic deformation for microstructural control / Furukawa M., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G. // Mater. Sci. Eng. A., – 2002. – vol. 324. - p.82–90.

8 Xu, C. The evolution of homogeneity in an aluminum alloy processed by high pressure torsion / C. Xu, Z. Horita, T.G. Langdon.// Acta Mater., – 2008. – vol. 56. – p. 5168-5176.

9 Langdon, T. G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: achieving exceptional properties through grain refinement / Terence G. Langdon// Acta Materialia., – 2013. – vol. 61 (19). – p.7035-7059.

10 Кузнецов, Р.И. Пластическая деформация твердых тел под давлением / Р.И.Кузнецов, В.И.Быков, В.П.Чернышев, В.П. Пилюгин, Н. А. Ефремов, А.В. Пашеев // Препринт 4/85, ИФМ УРО АН СССР. Свердловск. СССР. – 1985. – 32 с.

11 Салищев, Г. А. Формирование субмикрокристаллической структуры в титане при пластической деформации и ее влияние на механические свойства / Г. А. Салищев, О. Р. Валиахметов, Р. М. Галлеев // Металлы, – 1996. – № 4. – с. 86-91.

12 Салищев, Г. А. Механические свойства титанового сплава ВТ6 с микрокристаллической и субмикрокристаллической структурами / Г. А. Салищев, Р. М. Галеев, С. В. Жеребцов // Металлы, – 1999. - № 6. – с.84-87.

13 Humphreys, F.J. Developing Stable Fine-Grain Microstructures by Large Strain Deformation / F.J. Humphreys, P.B. Prangnell, J.R. Bowen, A. Gholinia, C. Harris // Phil. Trans. R. Soc. Lond. A, – 1999. – vol. 357. – p. 1663-1681.

14 Belyakov, A. Strain induced grain evolution in polycrystalline coper during warm deformation / A. Belyakov, W. Gao, H. Miura, T. Sakai // Metall. Mater. Trans., – 1998. – vol. 29A. – p. 2957-2965.

15 Salishchev, G.A. Structure and Density of Submicrocrystalline Titanium Produced by Severe Plastic Deformation / G.A. Salishchev, R.M. Galeev, S.P. Malysheva, M.M. Myshlyaev // Nanostructured Mater., – 1999. – vol. 11. – p. 407-414.

16 Salishchev, G.A. Development of submicrocrystalline titanium alloys using “abc” isothermal forging / Salishchev G.A., Zherebtsov S.V. // Mater. Sci. Forum., – 2004. –vols. 447-448. – p.459-464.

17 Saito, Y. Novel ultra-high straining process for bulk materials - development of the accumulative roll-bonding (ARB) process / Y. Saito // Acta Mater., - 1999. - Vol.47. - P.579-583.

18 Terada, D. Microstructure and mechanical properties of commercial purity titanium severely deformed by ARB process/ D. Terada, S. Inoue, N. Tsuji // J. Mater. Sci. – 2007. – vol.42. – p.1673-1681.

19 Tsuji, N. Ultra-fine grained bulk steel produced by accumulative roll-bonding (ARB) process/ N. Tsuji // Scripta Mater., – 1999. – vol.40. – №7. – p.795-800.

20 Бочвар, А.А. Рекристаллизация твердых растворов. (Рекристаллизация сплавов олова с сурьмой, висмутом, свинцом, медью и алюминием) / Бочвар А. А., Меркурьев Н.Е.// Цветные металлы, – 1930. – №4. – с. 495-499.

21 Савицкий, Е.М. Влияние температуры на механические свойства металлов и сплавов / Савицкий Е.М. // Изд. АН СССР – 1957. – 324 с.

22 Горелик, С. С. Рекристаллизация металлов и сплавов / Горелик С. С. // М.: Металлургия, 1978. – 568 с.

23 Счастливцев В.М. О причинах образования крупного ободка в прессованных прутках алюминиевых сплавов. / Счастливцев В.М., Садовский В.Д.// ФММ, – 1969. –том 28. – вып. 5. – с. 945-948.

24 Бахтеева Н.Д. Динамическая рекристаллизация при высокотемпературном растяжении монокристаллов сплава ХН77ТЮР/ Бахтеева Н.Д. , Левит В.И. // ФММ, – 1982. – том 54. – вып. 4. – с. 149-158.

25 McQueen, H. J. Recovery and Recrystallization during High Temperature Deformation / H. J. McQueen, J. J. Jonas // Treatise on Materials Science and Technology. – New York : Academic Press, – 1975. – vol. 6. – p. 394-493.

26 Humphreys, F. J. Recrystallization and Related Annealing Phenomena / F. J. Humphreys, M. Hatherly // Oxford, –1996. – 497 p.

27 Recrystallization of metallic materials. / Edited by Haessner F. // Stuttgart: Dr. Riederer Verlag GmbH – 1978. – p.293

28 Mehl R.F. ASM Metals Handbook. / Mehl R.F// ASM. Metals Park. – Ohio – 1948. – p. 259.

29 Burke, J.E. Recrystallization and grain growth,/ .E. Burke and D. Turnbull // Progress in Metal Physics – London: Pergamon Press – 1952. – p. 220-292.

30 Горелик, С. С. Рекристаллизация металлов и сплавов / М. Л. Бернштейн, С. В. Добаткин, Л. М. Капуткина // М.: МИСИС, – 2005. – 432с.

31 Hardwick, D. Structural Changes during The Deformation of Coper, Aluminium and Nickel at High Temperatures and High Strain Rates / D. Hardwick, W.J. Tegart // J. Inst. Metal., – 1961. – Vol. 90. – P. 17-23.

32 Sitdikov, O. Dynamic Recrystallization in Pure Magnesium / O. Sitdikov, R. Kaibyshev // Mater. Trans., – 2001. – vol. 42. – p. 1928-1937.

33 Sellars, C.M. Recrystallization of Metals during Hot Deformation / C.M. Sellars // Phil. Trans. R. Soc. Lond. A. – 1978. – vol. 288. – p. 147-158.

34 Sakai, T. Dynamic Recrystallization Microstructures under Hot Working Conditions / T. Sakai // J. Mater. Process. Technol., – 1995. – vol. 53. – p. 349-361

35 Luton, M. I., Dynamic Recrystallization in Nickel and Nickel Iron Alloys During High Temperature Deformation / M. I. Luton, C. M. Sellars // Acta Met., – 1969. – vol. 17. – № 8. – з. 1633-1642.

36 Jonas, J. J. Strength and structure under hot-working conditions / Jonas J.J., Sellars C.M., Tegart W.J. McG. // Metallurgical Reviews, – 1969. – vol. 14. – p.1-24.

37 Glover, G. Recovery and recrystallization during high temperature deformation of α-iron / G. Glover and C.M. Sellars // Metall Trans, – 1973. – vol. 4. – p. 765-775.

38 Sakai, T. Dynamic recrystallization – mechanical and microstructural considerations / Sakai T., Jonas J.J. // Acta Metall., – 1984. – vol. 32. – p.189-209.

39 Sakai T. Dynamic recrystallization microstructures under hot working conditions / Sakai T. // J Mater Process Technol., – 1995. – vol. 53. – p.349-361.

40 Ohashi, M. Effect of initial grain size on the dynamic recrystallization of nickel / Ohashi M., Endo T., Sakai T. // J Japan Inst Metals., – 1990. – vol. 54. – p. 435-441.

41 Sakai, T. Dynamic and Post-Dynamic Recrystallization under Hot, Cold and Severe Plastic Deformation Conditions / Sakai T., Belyakov A., Kaibyshev R., Miura H.,. Jonas J.J. // Progress in Materials Science, – 2014. – vol. 60 (1). – p. 130-207.

42 Miura, H. Nucleation of dynamic recrystallization at triple junctions in polycrystalline copper / Miura H., Sakai T., Andiarwanto S., Jonas J.J. // Philos Mag., – 2005. – vol. 85. – p. 2653-2669.

43 Belyakov A, Miura H, Sakai T. Dynamic recrystallization under warm deformation of a 304 type austenitic stainless steel / Belyakov A, Miura H, Sakai T. // Mater Sci Eng A, Belyakov A, Miura H, Sakai T. – 1998. – vol. A 255 – p. 139-147.

44 Yanushkevich, Z. Microstructural evolution of a 304-type austenitic stainless steel during rolling at temperatures of 773-1273 K / Z. Yanushkevich, A. Belyakov, R. Kaibyshev // Acta Materialia, – 2015. – vol. 82 – p. 244-254.

45 Frommert, M Mechanical behavior and microstructure evolution during steady-state dynamic recrystallization in the austenitic 800H / M. Frommert, G. Gottstein // Mater Sci Eng. A, – 2009. – vol. A506. – p.101-10.

46 Беляков, А.Н. Динамическая рекристаллизация аустенитной нержавеющей стали в области высоких температур деформации / А.Н. Беляков, Р.О. Кайбышев // ФММ, – 1994. – т. 78. – с. 121-129.

47 Tsuji, N. Dynamic Recrystallization of Ferrite in Interstitial Free Steel / N. Tsuji, Y. Matsubara, Y. Saito // Scripta Mater., – 1997. – vol. 37. – p. 477-484.

48 Gourdet, S. A Model of Continuous Dynamic Recrystallization / S. Gourdet, F. Montheillet // Acta Mater., – 2003. – Vol. 51. – P. 2685-2699.

49 Yang, X. Continuous Dynamic Recrystallization in A Superplastic 7075 Aluminum Alloy / X. Yang, H. Miura, T. Sakai // Mater. Trans., – 2002. – vol. 43. – p. 2400-2407.

50 Добаткин, С.В. Карты структурных состояний для оптимизации режимов горячей деформации сталей / Добаткин С.В., Капуткина Л.М. // ФММ., – 2001. – т. 91. – № 1. – с.79-89.

51 Romanov A. E., Vladimirov V. I. Disclinations in crystalline solids / In: Nabarro FRN editor. Dislocations in solids // Elsevier, – 1992. – vol. 9. – p. 191-402.

52 Rybin, V.V. Junction disclinations in plastically deformed crystals / Rybin V.V., Zisman A.A., Zolotorevsky N.Y. // Acta Mater., – 1993. – vol. 41, – p. 2211-2217.

53 Valiev, R. Z. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation / Valiev R. Z., Islamgaliev R. K., Alexandrov I. V. // Prog Mater Sci., – 2000. – vol. 45 – p. 103-89.

54 Valiev, R. Z. Structure and deformation behavior of Armco iron subjected to severe plastic deformation / Valiev R. Z., Ivanisenko Yu. V., Rauch E. F., Baudelet B. // Acta Mater., – 1996. – vol. 44 – p.4705-4712.

55 Беляков, А.Н. Структурные изменения в ферритной нержавеющей стали во время горячей деформации / А.Н. Беляков, Р.О. Кайбышев // ФММ, – 1994. – т. 78. – с. 130-140.

56 Kassner, M.E. New Developments in Geometric Dynamic Recrystallization / M.E. Kassner, S.R. Barrabes // Mater. Sci. Eng., – 2005. – vol. A 410-411. – p. 152-155.

57 Humphreys FJ, Prangnell PB, Bowen JR, Gholinia A, Harris C. Developing stable fine-grained microstructures by large strain deformation / Humphreys FJ, Prangnell PB, Bowen JR, Gholinia A, Harris C. // Phil Trans R Soc Lond A, – 1999. – vol. 357. – p. 1663-1681.

58 Narayana Murty, S. V. S. Microstructural Evolution during Simple Heavy Warm Compression of A Low Carbon Steel: Development of A Processing Map / S. V. S. Narayana Murty, S. Torizuka, K. Nagai // Mater. Sci. Eng., – 2005. – vol. A 410-411. – p. 319-323.

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

60 Нестерова, Е.В. Механическое двойникование и фрагментация тихнически чистого титана на стадии развитой пластической деформации. / Нестерова Е.В., Рыбин В.В. // ФММ, – 1985. –том 59. – вып. 2. – с. 395-406.

61 Вергазов, А.Н. Исследование фрагментированной структуры, образующейся в молибдене при активной пластической деформации/ Вергазов А.Н. , Лихочев В.А., Рыбин В.В. // ФММ, –1976. – том 42. – вып. 7. – с. 1241-1246.

62 Конева, Н.А., Лычагин Д.В., Жуковский С.П. и др. Эволюция дислокационной структуры и стадии пластического течения поликристаллического железо-никелевого сплава / Конева Н.А., Лычагин Д.В., Жуковский С.П. // ФММ., – 1985. – т. 60. – №1. – с.171-179.

63 Конева, Н.А. Природа субструктурного упрочнения / Конева Н.А., Козлов Э.В. // Изв. вузов. Физика., – 1982. – №8. – с.3-14.

64 Bay, B. Evolution of FCC deformation structured in polislip. / Bay B., Hansen N.,Hugnes D.A., Kuhlmann-Wilsdorf D. // Acta Mater., – 1992. – vol. 40 – p. 205-219.

65 Bay B. Deformation structure in lightly rolled pure aluminium./ Bay B., Kuhlmann-Wilsdorf D.//Mater. Sci. Eng. A., – 1989. – vol. 113. – p. 385-397.

66 Corbel A. Strain Hardening of Coper Single Crystals at High Strains and Dynamical Recovery Processes / A. Corbel, M. Szczerba // Acta Metall. – 1982. – vol. 30. – P. 1961-1968.

67 Vasudevan, M. Flow Localization Behavior of AISI 304L Austenitic Stainless Steel in Warm and Hot Working Regions / M. Vasudevan, S. Venugopal, S. Venkadesan [et. al.] // Mater. Sci. Tech., – 1993. – vol. 9. – P. 246-252.

68 Thuillier, S. Development of Nicrobands in Mild Steel during Cross Loading / S. Thuillier, E. F. Rauch // Acta Metall., – 1994. – vol. 42. – № 6. – p. 1973-1983.

69 Wang, R. Microstructural Evolution of Pure Iron during Hot Rolling / R. Wang, T. C. Lei // Mater. Sci. Tech., – 1993. – vol. 9. – p. 698-703.

70 Huges, D. A. Microstructural Evolutin in Nickel during Rolling and Torsion / D. A. Huges, N. Hansen. // Mater. Sci. Tech., – 1991. – vol. 7. – p. 544-553.

71 Bay, B. Evolution of F.C.C. Deformation Structures in Polyslip / B. Bay, N. Hansen, D. A. Huges // Acta Met., – 1992. – vol. 40. – № 2. – p. 205-219.

72 Mahajan, S. Formation of Deformation Twins in f.c.c. Crystals / S.Mahajan, G.Y.Chin // Acta Metall., 1973 – vol.21 (10). – p. 1353–1363.

73 Niewczas, M. Twinning Nucleation in Cu-8 at.% Al Single Crystals /Niewczas, M., Saada, G. // Philos. Mag. A, – 2002. – vol.82. – p.167-191.

74 Cohen, B. A Dislocation Model for Twinning in f.c.c. Metals / B. Cohen, J.Weertman. // Acta Metall., – 1963. – vol.11 (8) – p. 996-998.

75 Christian, J.W. Deformation twinning / J.W. Christian, S. Mahajan. // Prog.Mater. Sci., – vol.39. – 1995. – p. 1–157.

76 Wang, Y.B. The role of stacking faults and twin boundaries in grain refinement of Cu–Zn alloy processed by high-pressure torsion / Y.B. Wang, X.Z. Liao, Y.H. Zhao, E.J. Lavernia, S.P. Ringer, Z. Horita, T.G. Langdon, Y.T. Zhu. // Mater Sci Eng: A. 527.-2010. - P.4959-4966.

77 Zhang, Y. Effect of stacking-fault energy on deformation twin thickness in Cu–Al alloys / Zhang Y, Tao NR, Lu K.// Scr Mater., -vol. 60. - 2009. - p. 211-213.

78 Cao, Y. De-twinning via secondary twinning in face-centered cubic alloys / Cao Y., Wang Y.B., Chen Z.B., Liao X.Z., Kawasaki M., Ringer S.P., Langdon T.G. and Zhu Y.T. // Materials Science and Engineering A, – 2013. – 578. – p. 110-114.

79 Karaman, I. Modeling the deformation behavior of hadfield steel single and polycrystals due to twinning and slip / I. Karaman, H. Sehitoglu, A.J. Beaudoin, Y.I. Chumlyakov, H.J. Maier, C.N. Tome // Acta Mater. – 2000. – vol. 48. – p. 2031 – 2047.

80 Wang, Z.W. Influence of stacking fault energy on deformation mechanism and dislocation storage capacity in ultrafine – grained materials / Z.W. Wang, Y.B. Wang, X.Z. Liao, Y.H. Zhao, E.J. Lavernia, Y.T. Zhu, Z. Horita, T.G. Langdon // Scripta Mater. – 2009. – vol. 60. – p. 52 – 55.

81 Nakada, N. Deformation – induced martensitic transformation behavior in cold – rolled and cold – drawn type 316 stainless steel / N. Nakada, H. Ito, Y. Matsuoka, T. Tsuchiyama, S. Takaki // Acta Mater., – 2010. – vol. 58. – p. 895 – 903.

82 Tsuji, N. Enhanced structural refinement by combining phase transformation and plastic deformation in steels / N. Tsuji, T. Maki // Scripta Mater., – 2009. – vol. 60. – p. 1044 – 1049.

83 Forouzan, F. Production of nano/submicron grained AISI 304L stainless steel through the martensite reversion process / F. Forouzan, A. Najafizadeh, A. Kermanpur, A. Hedayati, R. Surkialiabad // Maret. Sci. Eng. A. – 2010. – vol. A527. – p. 7334 – 7339.

84 Сагарадзе, В.В. Упрочнение аустенитных сталей / Сагарадзе В.В., Уваров А.И. // М: Наука, – 1989 – 270 с.

85 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. // Mat. Sci. Eng. A., – 2007. – vol. 463. – p. 41–45.

86 Tomimura, K. Reversion mechanism from deformation induced martensite to austenite in metastable austenitic stainless steel / K. Tomimura, S. Takaki, Y. Tokunaga // ISIJ International. – 1991. – vol. 31. – p. 1431 – 1437.

87 Misra, R.D.K. Martensite shear phase reversion – induced nanograined/ultrafine – grained Fe – 16Cr – 10Ni alloy: The effect of interstitial alloying elements and degree of austenite stability on phase reversion / Misra R. D. K. // Mater. Sci. Eng., – 2010. – vol. A527. – p. 7779 – 7792.

88 Гуляев, А.П. Металловедение. Учебник для втузов. 6-е изд., перераб. и доп. // М.: Металлургия, – 1986. – 544 с.

89 Porter, D.A. Phase transformation in metals and alloys (second edition) / D.A. Porter // K.E. Easterling–London: Chapman and Hall. – 1992. – 441 p.

90 Olson, G.B. A general mechanism of martensitic nucleation: Part I. General concepts and the FCC→HCP transformation / G.B. Olson, M. Cohen // Metal. Transact. – 1976. – vol. 7A. – p. 1897 – 1904.

91 Olson, G.B. A general mechanism of martensitic nucleation: Part II. FCC→BCC and other martensitic transformation / G.B. Olson, M. Cohen // Metal. Transact., – 1976. – vol. 7A. – p. 1905 – 1914.

92 Lee, T.–H. Effects of nitrogen on deformation – induced martensitic transformation in metastable austenitic Fe – 18Cr – 10Mn – N steels / T.–H. Lee, C.–S. Oh, S.–J. Kim // Scipta Mater., – 2008. – vol. 58. – p. 110 – 113.

93 Choi, J.–Y. Strain induced martensite formation and its effect on strain hardening behavior in the cold drawn 304 austenitic stainless steel / J.–Y. Choi, W. Jin // Scripta Mater., – 1997. – vol. 36. – p. 99 – 104.

94 Lee, W.S. The morphologies and characteristic of impact – induced martensite in 304L stainless steel / W.S. Lee, C.F. Lin // Scripta Mater., – 2000. – vol. 43. – p. 777 – 782.

95 Olson, G.B. Kinetics of strain-induced martensitic transformation. / G.B. Olson, M. Cohen, //Metall. Trans. A, –1975. – vol. 6A. – p. 791–795.

96 Das, A. Morphologies and characteristics of deformation induced martensite during low cycle fatigue behaviour of austenitic stainless steel / A. Das, S. Sivaprasad, P.C. Chakraborti, S. Tarafder, // Mater. Sci. Eng. A, – 2011 – vol. 528, – p. 7909–7914.

97 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. – vol. A545. – P. 176-186.

98 Stringfellow, R.G. A constitutive model for transformation plasticity accompanying strain – induced martensitic transformation in metastable austenitic steels / R.G. Stringfellow, D.M. Parks, G.B. Olson // Acta Metall. Mater. – 1992. – vol. 40. – p. 1703 – 1716.

99 Olson, G.B. A mechanism for the strain – induced nucleation of martensitic transformations / G.B. Olson, M. Cohen // Journal of the Less-Common Met. – 1972. – vol. 28. – p. 107 – 118.

100 Ferry, M., Hamilton, N.E. and Humphreys, F.J. (2005). Continuous and discontinuous grain coarsening in a fine grained particle-containing A1-Sc alloy, Acta Materialia, vol. 53, p. 1097-1109.

101 Doherty, R.D. Current issues in recrystallization: a review, / Doherty R.D., Hughes D.A., Humphreys F.J., Jonas J.J., Juul Jensen D., Kassner M.E., King W.E., McNelley T.R., McQueen H.J., Rollett A.D // Mater Sci Eng., – 1997. – vol. 238. – p. 219–74.

102 Takayama A, Yang X, Miura H, Sakai T. Continuous static recrystallization of ultrafine grained copper processed by multi-directional forging. Mater Sci Eng A 2008;478:221-8.

103 Belyakov, A. Continuous recrystallization in austenitic stainless steel after large strain deformation, / Belyakov A, Sakai T, Miura H, Kaibyshev R, Tsuzaki K. // Acta Mater, – 2002. – vol. 50. – p. 1547–57.

104 Belyakov, A. Strain–induced submicrocrystalline grains developed in austenitic stainless steel under severe warm deformation, / Belyakov A., Sakai T., Miura H., Kaibyshev R. // Phil Mag Lett., – 2000. – vol.80. – p. 711–18.

105 Gertsman, VOL.Y. On the structure and strength of ultrafine–grained coper produced by severe plastic deformation, / Gertsman V. Y., Birringer R., Valiev R.Z., Gleiter H. // Scripta Mater, – 1994. – vol. 30. – p. 229–34.

106 Humphreys, F.J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth of cellular microstuctures–1. The basic model, //Acta Mater, – 1997. – vol. 45. – p. 4231–40.

107 Jazaeri H. The transition from discontinuous to continuous recrystallization in some aluminum alloys II – annealing behavior, / Jazaeri H., Humphreys F.J. // Acta Mater, –2004. – vol. 52. – p. 3251–62.

108 Сагарадзе В.В. Упрочнение и свойства аустенитных сталей. / Сагарадзе В.В., Уваров А.И.//Екатеринбург: РИО УрО РАН –2013– 720 с.

109 Gleiter H. Nanostructured materials: state of the art and prespectives, / Gleiter H. // Nanostructured materials, – 1995. – vol. 6. – № 14. – p. 3–14.

110 Косицына, И.И. Фазовые превращения и механические свойства нержавеющей стали в наноструктурном состоянии / И.И. Косицына, В.В. Сагарадзе // Известия РАН. Серия Физическая, – 2007. – n.71. – №2. – с. 293–296.

111 Шахова, Я.Э. Влияние холодной прокатки на структуру и механические свойства аустенитной коррозионностойкой стали 10Х18Н8Д3БР / Я.Э. Шахова, Ж.Ч. Янушкевич, А.Н. Беляков // Металлы, – 2012. – №5. – с. 38–45.

112 Добаткин, С.В. Формирование субмикрокристаллической структуры в аустенитной стали 08Х18Н10Т при РКУ прессовании и нагреве /Добаткин С.В., Рыбальченко О.В., Рааб Г.И. // Металлы, – 2006. –№ 1. – С.48–54.

113 Huang, X. Influence of processing temperature on the microstructures and tensile properties of 304L stainless steel by ECAPC, / X. Huang, G. Yangb, Y.L. Gao, S.D. Wu , Z.F. Zhang // Materials Science and Engineering, – 2008. – vol.485. – p.643–650.

114 Yanushkevich, Z. Structural strengthening of an austenitic stainless steel subjected to warm–to–hot working. Materials Characterization, / Z. Yanushkevich, A. Mogucheva, M. Tikhonova, A. Belyakov and R. Kaibyshev // Materials characterization, – 2011. – vol. 62. – p. 432–437.

115 Салищев Г.А. Структура и механические свойства нержавеющих сталей подвергнутых интенсивной пластической деформации. / Салищев Г.А., Зарипова Р.Г., Закирова А.А. // МиТОМ, – 2006 – № 2 – с. 27–32.

116 Диаграммы горячей деформации, структура и свойства сталей, / Под. Ред. Бернштейна М.Л. // Москва: Металлургия, – 1989 –544 с.

117 Салищев, Г.А. Влияние СМК–структуры на механическое поведение ферритной стали 15Х25Т / Салищев Г.А., Фархутдинов К.Г., Афанасьев В.Д.// Металлы, – 1993 – №2 – с.116 – 122.

118 Kain, V. Effect of cold work on low – temperature sensitization behaviour of austenitic stainless steels, / V. Kain, K. Chandra, K.N. Adhe, P.K. De // Journal of Nuclear Materials, – 2004. – vol. 334. – p. 115 – 132.

119 Roncery, L.M. Nucleation and precipitation of M23C6 and M2N in an Fe – Mn – Cr – C – N austenitic matrix and their relationship with the sensitization phenomenon, / L.M. Roncery, S. Weber, W. Theisen // Acta Mater., – 2011. – vol. 59. – p. 6275 – 6286.

120 Singh, R. Influence of cold rolling on sensitization and intergranular corrosion cracking of AISI 304 aged at 500°C / R. Singh // Journal of materials processing technology, – 2008. – vol. 206. – p. 286 – 293.

121 Kina, A. Y. Microstructure and intergranular corrosion resistance evaluation of AISI 304 steel for high temperature service, / A. Yae Kina, V. M. Souza, S.S.M. Tavares, J.M. Pardal, J.A. Souza. // Materials Characterization, – 2008. – vol. 59. – p. 651–655.

122 Roncerya, L.M. Nucleation and precipitation kinetics of M23C6 and M2N in an Fe–Mn–Cr–C–N austenitic matrix and their relationship with the sensitization phenomenon, / L. M. Roncerya, S. Webera, W. Theisena. // Acta Materialia, – 2011. – vol. 59. – p. 6275–6286.

123 Томас, Г. Просвечивающая электронная микроскопия материалов. (пер. на рус. яз.) / Г. Томас, М. Дж. Гориндж // М. : Наука, 1983. – 317 с.

124 Валиев, Р. З. Кристаллогеометрический анализ межкристаллитных границ в практике электронной микроскопии / Р. З. Валиев, А. Н. Вергазов, В. Ю. Герцман // М: Наука, – 1991. – 231 с.

125 Thomas, G. Transmission Electron Microscopy of Materials, / G.Thomas, M.J. Goringe // Wiley, New York, NY – 1979. – p. 112–124.

126 Миронов, В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии: учеб. Пособие для ВУЗов / В.Л. Миронов // – РАН Институт физики микроструктур, Нижний Новгород, – 2004. – 114 с.

127 Korbel, A. Mechanisms of plastic flow and strain hardening of Cu–Al single crystals at large deformations, // A. Korbel, J. Rys, M. Szczerba,// Acta Metall. – 1998. – vol. 33. – p. 2215–2219.

128 . Dehghan–Manshadi, A. Recrystallization in AISI 304 Austenitic Stainless Steel during and after Hot Deformation, / A. Dehghan–Manshadi, M.R. Barnett, P.D. Hodgson // Mater. Sci. Eng., – 2008. – vol. 485. – p. 664–672.

129 Belyakov, A. Microstructure and Deformation Behaviour of Submicrocrystalline 304 Stainless Steel Produced by Severe Plastic Deformation, / A. Belyakov, T. Sakai, H. Miura, K. Tsuzaki // Phil. Mag., – 2001. – vol. 81. – p. 2629–2643.

130 7. El–Wahabi, M. EBSD study of purity effects during hot working in austenitic stainless steels, / M. El–Wahabi, L. Gavard, F. Montheillet, J.M. Cabrera, J.M. Prado // Acta Mater., – 2005. – vol. 53 – p. 4605–4612.

131 Mandal, S. A Study on Microstructural Evolution and Dynamic Recrystallization During Isothermal Deformation of a Ti–Modified Austenitic Stainless Steel / S. Mandal, A.K. Bhaduri, V. S. Sarma // Metall. Mater. Trans., - 2011 – vol. 42A – p. 1062–1072.

132 Kuhlmann–Wilsdorf, D. Geometrically necessary, incidental and subgrain boundaries, / D. Kuhlmann–Wilsdorf, N. Hansen // Scripta Mater., – 1991. – vol. 25. – p. 1557–1562.

133 Hughes, D.A. Geometrically necessary boundaries, incidental dislocation boundaries and geometrically necessary dislocations, / D.A. Hughes, N. Hansen, D.J. Bammann // Scripta Mater., – 2003. – vol. 48. – p. 147–153.

134 Martin, E. Evolution of microstructure and microtexture during the hot deformation of Mg–3% Al, / E. Martin, J.J. Jonas // Acta Mater., – 2010. – vol. 58. – p. 4253–4266.

135 Beladi, H. On the Characteristics of Substructure Development through Dynamic Recrystallization, / H. Beladi, P. Cizek, P.D. Hodgson // Acta Mater., – 2010. – vol. 58. – p. 3531–3541.

136 Левит, В.И. Двойникование и измельчение зерна при динамической рекристаллизации никелевого сплава / Левит В.И., Смирнова Н.А., Давыдова Л.С. // ФФМ – 1989. – том 68. – вып. 2. – с. 334-34.

137 Maki, T. Dynamic recrystallization of austenite in 18–8 stainless steel and 18 Ni maraging steel, / T. Akasaka, K. Okuno, I. Tamura // Trans. Iron Steel Inst. Japan Int., – 1982. – vol. 22. – p. 253–261.

138 Фрост, Г. Дж. Карты механизмов деформации / Г. Дж. Фрост, М. Ф. Эшби. – Пер. с англ. Л.М. Бернштейна. // Челябинск: Металлургия, – 1989. – 328 с.

139 Belyakov, A. Effect of initial microstructures on grain refinement in a stainless steel by large strain deformation / A. Belyakov, K. Tsuzaki, H. Miura, T. Sakai // Acta Mater., – 2003. – vol. 51. – p. 847–861.

140 Denghan–Manshadi, A. Dependency of recrystallization mechanism to the initial grain size, / A. Denghan–Manshadi, P.D. Hodgson. // Metall. Mater. Trans., – 2008. – vol. 39. – p. 2830–2840.

141 Dudova, N. R. Deformation mechanisms in Cr20Ni80 alloy at elevated temperatures, / N. R. Dudova, R. O. Kaibyshev, V. A. Valitov // Phys. Met. Metallogr., – 2009. – vol. 107. – p. 409–448.

142 Ryan, N. D. Dynamic Softening Mechanisms in 304 Austenitic Stainless Steel / N. D. Ryan, H. J. McQueen // Canadian Metall. Quart. – 1990. – vol. 29. – P. 147-162.

143 Derby, B. The Dependence of Grain Size on Stress during Dynamic Recrystallization / B. Derby // Acta Metall. Mater. – 1991. – Vol. 39. – P. 955-962.

144 Ryan, N.D. Dynamic Softening Mechanisms in 304 Austenitic Stainless Steel / N.D. Ryan, H.J. McQueen // Canadian Metall. Quart. – 1990. – Vol. 29. – P. 147-162.

145 Derby, B. The Dependence of Grain Size on Stress during Dynamic Recrystallization / B. Derby // Acta Metall. Mater. – 1991. – Vol. 39. – P. 955-962.

146 Takeuchi, S. Steady state creep of single-phase crystalline matter at high temperatures / S. Takeuchi, A.S. Argon // J. Mater. Sci. – 1976. – Vol. 11. – P. 1542-1566.

147 Sherby, O.D. Flow stress, subgrain size and subgrain stability at elevated temperature / O.D. Sherby, R.H. Klundt, A.K. Miller // Metall. Trans. A – 1977. – Vol. 8. – P. 843-850.

148 Reynor, G. V. Phase Equilibrium in Iron Ternary Alloys, / G. V. Reynor and V. G. Rivlin // The Institute of Metals, London, – 1988. – 485 p.

149 Belyakov, A. Grain refinement under multiple warm deformation in 304 type austenitic stainless steel, / A. Belyakov, T. Sakai, H. Miura, R. Kaibyshev // ISIJ International, – 1999. – vol. 39. – p. 592–599.

150 Dudova, N. Dynamic recrystallization mechanisms operating in a Ni–20 %Cr alloy under hot–to–warm working, / N. Dudova, A. Belyakov, T. Sakai, R. Kaibyshev // Acta Mater., – 2010. – vol. 58. – p. 3624–3632.

151 Mandal, S. A Study on Microstructural Evolution and Dynamic Recrystallization During Isothermal Deformation of a Ti–Modified Austenitic Stainless Steel, / S. Mandal, A. K. Bhaduri, V. S. Sarma // Metall. Mater. Trans., – 2011. – vol. 42. – p. 1062–1072.

152 Sitdikov O. Temperature effect on fine–grained structure formation in high–strength Al alloy 7475 during hot severe deformation, / O. Sitdikov, T. Sakai, H. Miura, C. Hama // Mater. Sci. Eng., – 2009. – vol. 516. – p. 180–188.

153 Schramm, R. E. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels./ Schramm R. E., Reed R.P. // Metallurgical Transactions A – 1975 –vol. 6A – p. 1345–1351.

154 Ravi Kumar, B. Role of strain–induced martensite on microstructural evolution during annealing of metastable austenitic stainless steel, / B. Ravi Kumar, S. K. Das, B. Mahato, R. N. Ghosh // J Mater Sci, – 2010. – vol. 45. – p. 911–918.

155 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.

156 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. – vol. A545. – p. 176–186.

157 Dudova N. Recrystallization behavior of a Ni–20%Cr alloy subjected to severe plastic deformation. / N. Dudova, A. Belyakov, R. Kaibyshev // Materials Science and Engineering A – 2012 – vol. 543 – p.164– 172.

158 Belyakov, A. Continuous recrystallization in austenitic stainless steel after large strain deformation, / A. Belyakov, T. Sakai, H. Miura, R. Kaibyshev, K. Tsuzaki //Acta Mater. , – 2002. – vol. 50. – p. 1547.

159 Bailey, J.E. The recrystallisation process in some polycrystalline metals, / J.E. Bailey, P.B. Hirsch // Proc. Roy. Soc. London , – 1962. – vol. A 267. – p. 11–30.

160 Fang X. Twin–induced grain boundary engineering in 304 stainless steel, / X. Fang, K. Zhang, H. Guo, W. Wang , B. Zhou // Mater. Sci. Eng., – 2008. – vol. 487. – p. 7–13.

161 Mahajan, S. Critique of mechanisms of formation of deformation, annealing and growth twins: Face–centered cubic metals and alloys, / S. Mahajan // Scripta Mater., – 2013. – vol. 68. – p. 95–99.

162 Pande, C.S. Grain growth and twin formation in boron–doped nickel polycrystals, / C.S. Pande, M.A. Imamc // Mater. Sci. Eng., – 2009. – vol. 512. – p. 82–86.

163 Cahoon, J.R. Microstructural and processing factors influencing the formation of annealing twins, / J.R. Cahoon, Qiangyong Li, N.L. Richards // Mater. Sci. Eng., – 2009. – vol. 526. – p. 56–61.

164 Pande, C.S. Study of Annealing Twins in FCC Metals and Alloys, / C.S. Pande, M.A. Imam, B.B. Rath // Metall. Trans., – 1990. – vol. 21A. – p. 2891–2896.

165 Tsuji, N. New Routes for Fabricating Ultrafine Grained Microstructures in Bulky Steels without Very High Strains, / N. Tsuji // Advol. Eng. Mater., – 2010. – vol. 12. – p. 701 – 707.

166 Wusatowska–Sarnek, A.M. The New Grain Formation during Warm and Hot Deformation of Copper, /A.M. Wusatowska–Sarnek // J. Eng. Mater. Techn., – 2005. – vol.127. – p. 295–300.

167 Могучева, А. А. Эффект Портевена — Ле Шателье и причины жаропрочности аустенитной стали 08Х18Н8Д3БР/ Могучева А. А., Никулин И. А., Кайбышев Р. О., Скоробогатых В. Н. // Металловедение и термическая обработка металлов, - 2010. – № 3. – с. 42–49.

168 Springer Handbook of Condensed Matter and Materials Data / by editors Warlimont M. // Berlin: Springer, - 2005, - 1120 p.

169 ASM Handbook / ASM International - Materials Information Society, - 2002. - vol. 12 – 857 p.