На правах рукописи



Янушкевич Жанна Чеславовна

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

Специальность 01.04.07

Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

БЕЛГОРОД – 2016

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

Научный руководитель:	**Беляков Андрей Николаевич,** доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов НИУ «БелГУ».
Официальные оппоненты:	**Зисман Александр Абрамович**, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник ЦНИИ КМ «Прометей».
	Страумал Борис Борисович, доктор физико-математических наук, заведующий лабораторией поверхностей раздела в металлах ФГУН Института физики твердого тела РАН.
Ведущая организация:	ГНЦ РФ ФГУП «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина».

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

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

Автореферат разослан «___» _____ 2017 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.132.08,
профессор, доктор физико-
математических наук, С.И. Мухин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

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

Высокую эффективность непрерывной ДР с точки зрения упрочнения материалов следует ожидать при обработке металлов и сплавов, обладающих высокой способностью к деформационному упрочнению. Характерным представителем таких материалов являются аустенитные коррозионностойкие стали. Уникальное сочетание механических, технологических и функциональных свойств аустенитных коррозионностойких сталей определяет их широкое применение в различных отраслях промышленности. Основным недостатком, ограничивающим их использование в качестве конструкционного материала, является низкий предел текучести (200 – 400 МПа). Существует несколько подходов к повышению прочностных свойств аустенитных коррозионностойких сталей. Традиционный подход основан на введении дополнительных легирующих элементов, что позволяет повысить предел текучести аустенитных сталей за счет твердорастворного и/или дисперсионного упрочнения. Альтернативный подход к повышению прочностных свойств заключается в использовании деформационно-термической обработки в условиях теплой деформации, которая позволяет повысить предел текучести за счет деформационного и/или структурного упрочнения. Однако, если область горячей деформации, в которой в аустенитных сталях развивается прерывистая динамическая рекристаллизация и формируются зерна размером около 2 мкм и

выше, изучена достаточно хорошо, то закономерности непрерывной динамической рекристаллизации в процессе теплой деформации, в результате которой формируется субмикрокристаллическая структура с размером зерен менее микрометра, изучены не достаточно детально. Детальное изучение закономерностей и механизмов эволюции микроструктуры в аустенитных коррозионностойких сталях, подвергнутых теплой деформации, и взаимосвязи формирующейся структуры с механическими свойствами существенно расширит современные представления о механизмах пластического течения и структурных изменениях в псевдо однофазных металлах и сплавах с кубической гранецентрированной решеткой с низкой и средней ЭДУ. Решение таких задач внесет значительный вклад в развитие физического металловедения и откроет возможности производства полуфабрикатов из аустенитных коррозионностойких сталей и других подобных материалов с регламентированной микроструктурой и высокими механическими свойствами.

Цель работы: изучение закономерностей формирования границ зерен деформационного происхождения в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе пластической деформации в широком интервале температур от 0,45 до 0,75 температуры плавления (Тпл), а также анализ механизмов структурного и субструктурного упрочнения при комнатной и повышенных температурах.

Для достижения поставленной цели решались следующие **задачи:**

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

2 Проанализировать влияние температуры на кинетику формирования дислокационных субграниц и изменения их разориентировки в рамках известных моделей формирования границ зерен и субзерен деформационного происхождения и установить основные механизмы формирования новых зерен в процессе деформации при температурах от 500 до 1000°С.

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

Научная новизна:

1 Установлено влияние температуры на механизмы непрерывной динамической рекристаллизации аустенитных сталей в процессе больших

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

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

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

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

Практическая значимость:

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

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

Основные положения диссертации, выносимые на защиту:

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

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

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

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

Апробация работы.

Результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на крупнейших российских и международных конференциях, таких как: VI Международная конференция «Фазовые превращения и прочность кристаллов», посвященная памяти академика Г. В. Курдюмова (г. Черноголовка, 16-19 ноября 2010 г.); Международная конференция с элементами научной школы для молодежи «Наноматериалы и нанотехнологии в металлургии и материаловедении» (г. Белгород, 13-15 октября 2011 г.); 7th International conference on processing and manufacturing of advanced materials,

THERMEC’2011 (г. Квебек, Канада, 1-5 августа 2011 г.); XIII Международная научно-техническая Уральская школа – семинар для металловедов – молодых ученых (г. Екатеринбург, 12-16 ноября 2012 г.); 5th International Conference on Recrystallization and Grain Growth, ReX&GG'2013 (г. Сидней, Австралия, 5-10 мая 2013 г.); Всероссийская конференция «Инновации в материаловедении» (г. Москва, 3-5 июня 2013 г.); Всероссийская молодежная школа-конференция «Современные проблемы металловедения» (г. Пицунда, Абхазия, 10-13 сентября 2013 г.); Международная конференция «Актуальные проблемы прочности», (г. Екатеринбург, 11-15 ноября 2013 г.); 8th International conference on processing and manufacturing of advanced materials, THERMEC’2013 (США, 2-6 декабря 2013 г.); 12th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials, ICSAM-2015 (г. Токио, Япония, 7-11 сентября 2015 г.); VIII-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур ПРОСТ-2016» (г. Москва, 19 -21 апреля 2016 г.); Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов (г. Москва, 25-28 октября 2016 г.), VI Всероссийская конференция по наноматериалам НАНО 2016 (г. Москва, 22-25 ноября 2016 г.); XVII Международная научно-техническая Уральская школа – семинар для металловедов – молодых ученых (г. Екатеринбург, 5-9 декабря 2016 г.).

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

Структура и объем диссертации.

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

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

ВО ВВЕДЕНИИ обоснована актуальность темы диссертационной работы, дана краткая характеристика современного состояния проблемы, сформулированы цели и задачи диссертационного исследования, научная новизна и практическая значимость результатов работы, представлены основные положения, выносимые на защиту.

В ПЕРВОЙ ГЛАВЕ приведен обзор литературных данных по общей классификации и перспективам применения аустенитных коррозионностойких сталей. Рассмотрены основные методы пластической деформации для получения мелкозернистой структуры в конструкционных металлах с ГЦК решеткой. Проанализированы известные механизмы структурообразования в

аустенитных коррозионностойких сталях в процессе теплой и горячей пластической деформации, включая детальное описание процессов динамической рекристаллизации, а также рассмотрено влияние температуры механических испытаний на прочностные характеристики сталей данного класса. На основании проведенного анализа литературных данных была определена целесообразность диссертационного исследования, что позволило сформулировать его цель и задачи.

ВО ВТОРОЙ ГЛАВЕ описаны материал и методики исследования, используемые в работе. С целью получения общих закономерностей, присущих хромоникелевым сталям аустенитного класса, в качестве материалов исследования были выбраны три стали, отличающиеся энергией дефекта упаковки (ЭДУ) и содержанием дисперсных частиц: гомогенные стали 03Х19Н10 (AISI 304L) и 03Х17Н12М2 (AISI 316L) с ЭДУ 20 и 78 Дж/см^2, соответственно, и дисперсионно-упрочняемая сталь 10Х18Н8Д3БР (SUS Super304H).

Перед проведением испытаний стальные прутки с исходным поперечным сечением 360 мм^2 были подвергнуты термической обработке, включающей нагрев и выдержку при 1100°С в течение 30 минут с последующим охлаждением в воде. Пластическую деформацию проводили методом продольной прокатки прутков круглого сечения, предварительно нагретых до температур от 500 до 1000°С, в несколько проходов с обжатием ≈ 20% за проход, с подогревом прутков после каждых двух проходов и окончательным охлаждением в воде по достижении заданной степени деформации. Истинную степень пластической деформации определяли по формуле: $e = ln\ (L_0 / L_k,)$ где L_0 и $L_к$ – соответственно начальная и конечная длина стального прутка.

Исследование микроструктуры проводили в продольном сечении деформированных образцов. Электронно-микроскопические исследования выполняли с помощью растрового электронного микроскопа Quanta 600 FEG 3D, оснащенного системой автоматического анализа картин дифракции обратно-рассеянных электронов (метод EBSD анализа), и просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEOL 2100. Подготовку образцов для исследований осуществляли методом струйной электрохимической полировки тонких фольг при комнатной температуре и напряжении 20 В с использованием электролита следующего состава: 10% $HClO_4$ и 90% CH_3COOH. С помощью программного обеспечения для обработки картин дифракции обратно-рассеянных электронов TSL OIM Analysis получали изображение микроструктур в виде карт распределения ориентировок кристаллитов (EBSD-

карты). Площадь каждой EBSD-карты составляла не менее 2,5 мм^2, которая включала не менее 1000 зерен для каждого исследованного образца. Границами зерен считали высокоугловые границы (ВУГ) с разориентировкой $\theta \geq 15°$, границы с разориентировкой менее 15° рассматривали как малоугловые границы (МУГ) или субграницы. Границы с разориентировкой менее 2° учитывали в ПЭМ, но не принимали во внимание при анализе EBSD-карт. Средний размер зерен считали по EBSD-картам методом случайных секущих в направлении, перпендикулярном направлению прокатки, включая двойники отжига. Поперечный размер субзерен определяли аналогично размеру зерен, по фотографиям, сделанным с помощью ПЭМ. Измеряли не менее 300 субзерен для каждого состояния, что давало относительную погрешность 9,5% с доверительной вероятностью 0,9. Дополнительно к EBSD анализу, точные кристаллографические ориентировки (погрешность ± 0,25°) рассчитывали по линиям Кикучи на картинах микродифракции, полученных с помощью ПЭМ с использованием техники сходящегося электронного пучка. Плотность решеточных дислокаций оценивали по точкам выхода дислокаций на поверхность фольги по формуле: $\rho = N / 2F$, где N – число выходов дислокаций на поверхность, площадь которой равна F. На каждую точку было выполнено как минимум 6 измерений на произвольно выбранных изображениях участков тонкой структуры.

Механические испытания на одноосное растяжение плоских образцов размером рабочей части 1,5×3×16 мм^3 проводили при температурах 20, 300, 500, 600 и 700°С на универсальной машине Instron 5882. Микротвердость экспериментальных образцов сталей измеряли на твердомере 402 MVD по Виккерсу.

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

В ТРЕТЬЕЙ ГЛАВЕ рассмотрены общие закономерности структурных изменений в аустенитных коррозионностойких сталях в процессе теплой пластической деформации. Показано, что деформация приводит к удлинению исходных зерен вдоль направления течения металла и формированию новых мелких зерен, размер которых зависит от температуры обработки. Среднее поперечное расстояние между высокоугловыми границами в дисперсионно-упрочняемой стали 10Х18Н8Д3БР уменьшается до 0,4 мкм с уменьшением температуры прокатки до 500°С, размер субзерен при этом уменьшается до 115 нм (рис. 1а-е).

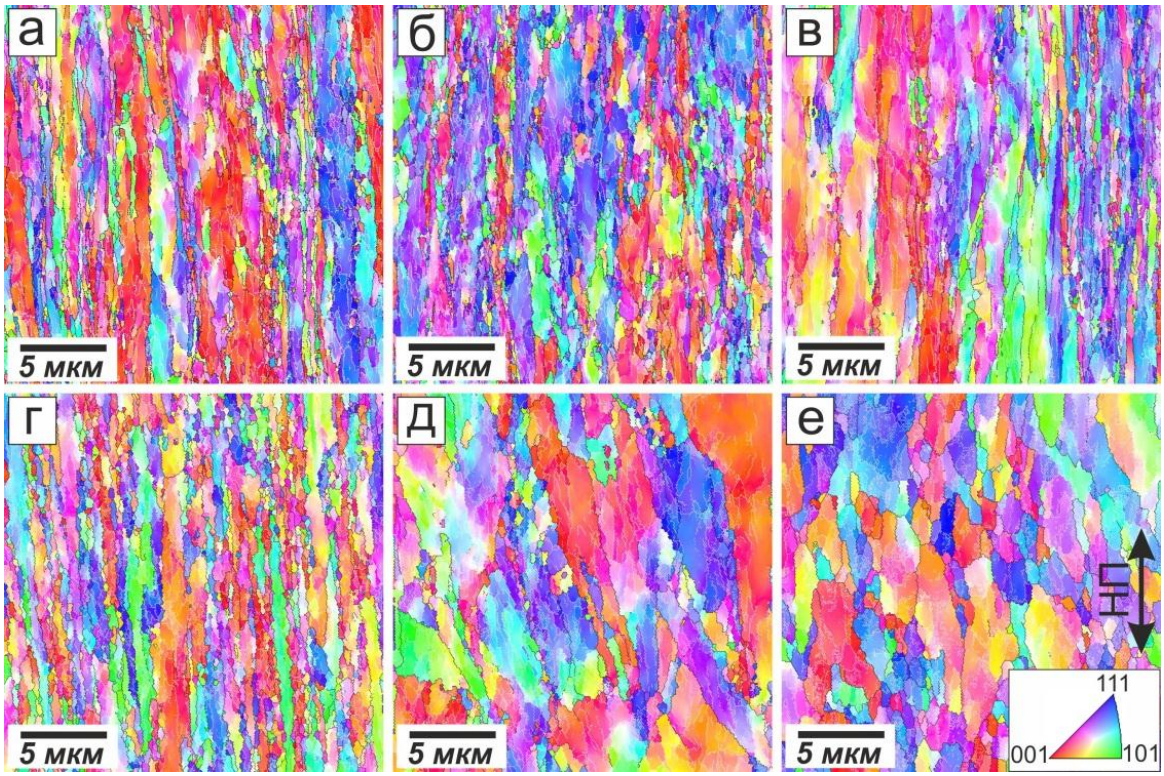


Рисунок 1 – Микроструктура аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10Х18Н8Д3БР после многократной прокатки при 500°С (а), 600°С (б), 700°С (в), 800°С (г), 900°С (д) и 1000°С (е). Обратные полюсные фигуры показаны для направления прокатки (НП)

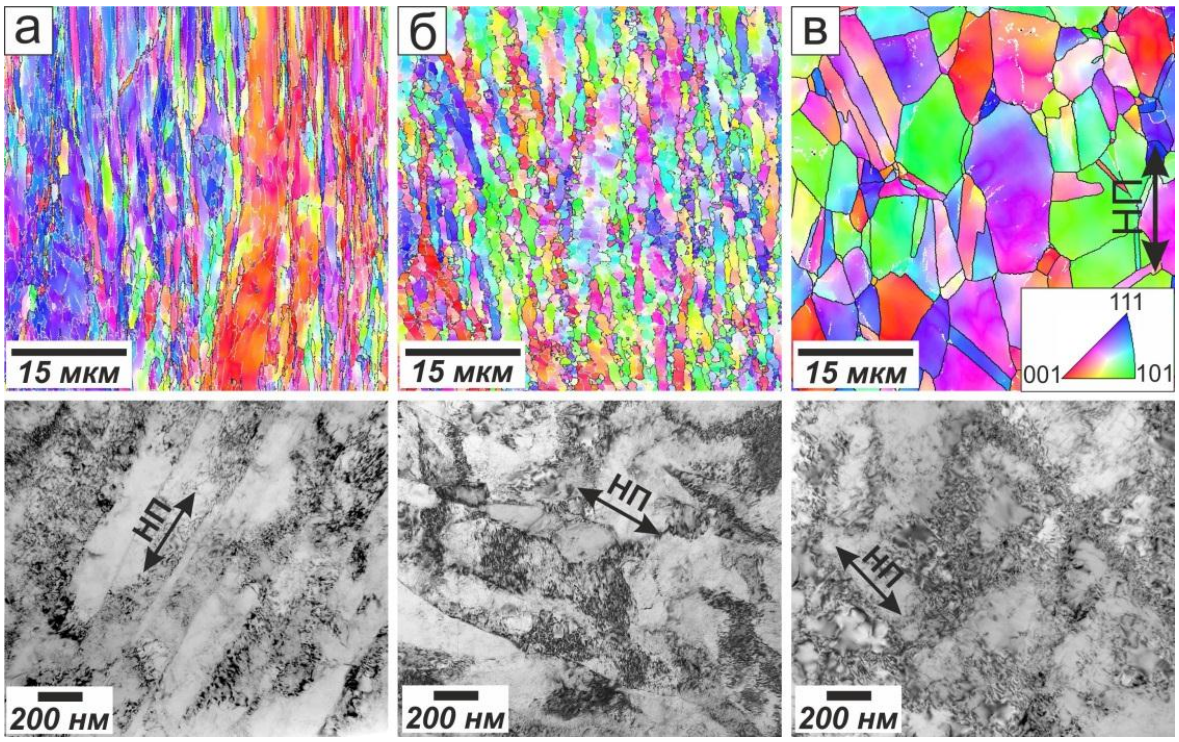


Рисунок 2 – Микроструктура аустенитной гомогенной стали со средней ЭДУ 03Х17Н12М2 после многократной прокатки при 500°С (а), 700°С (б) и 900°С (в)

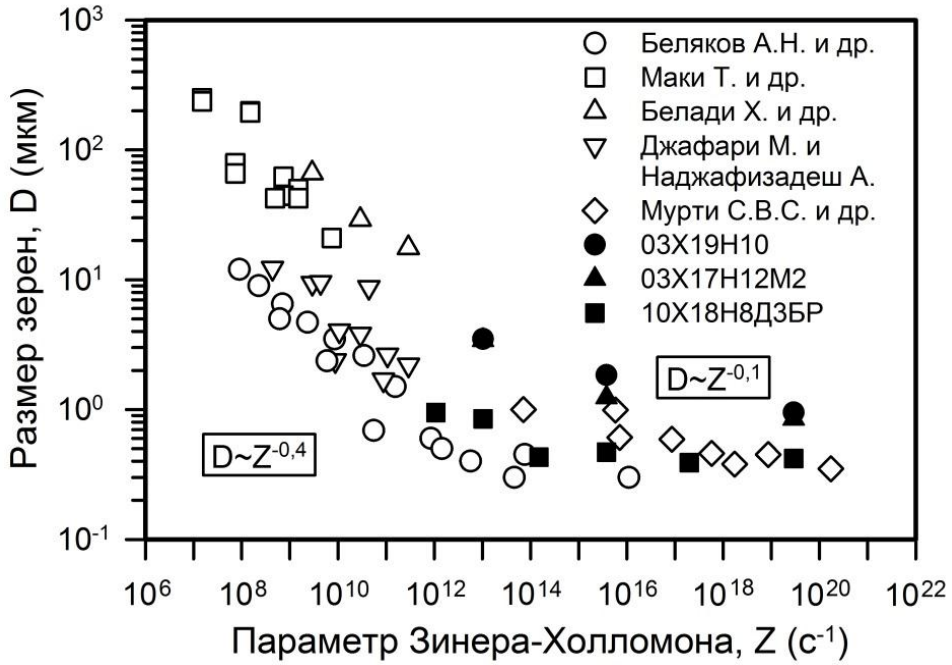


Рисунок 3 – Зависимость размера зерна, формирующегося в процессе теплой и горячей прокатки, от параметра Зинера-Холломона

Гомогенные аустенитные коррозионностойкие стали с низкой и средней ЭДУ отличаются большим по сравнению с дисперсионно-упрочняемой сталью размером структурных элементов, формирующихся в процессе деформации. В стали 03Х17Н12М2 средний поперечный размер зерен составляет 0,85 мкм, а размер субзерен 150 нм после деформации при 500°С (рис. 2 а-в).

Деформация при 800-1000°С приводит к формированию однородной, равноосной микроструктуры, а при 500 – 700°С микроструктура состоит из сильно вытянутых зерен вдоль направления течения металла, которые чередуются с цепочками мелких зерен. Микроструктура стали характеризуется наличием большого количества оборванных ВУГ деформационного происхождения, которые продолжаются как малоугловые внутри зерен.

Прокатка не приводит к формированию какой-либо особенной текстуры. Зерна с характерными для ГЦК-металлов ориентировками <111> и <001> параллельно направлению прокатки чередуются с зернами, ориентированными другими направлениями, включая <011>, вдоль направления течения металла. Понижение температуры деформации приводит к усилению характерных текстурных компонент.

Формирование незавершенных высокоугловых границ является отличительной чертой процессов непрерывной ДР, когда разориентировки МУГ постепенно увеличиваются с увеличением степени деформации и достигают значений, характерных для ВУГ. Непрерывную ДР следует рассматривать как основной механизм, ответственный за эволюцию микроструктуры в аустенитных сталях в исследованных условиях.

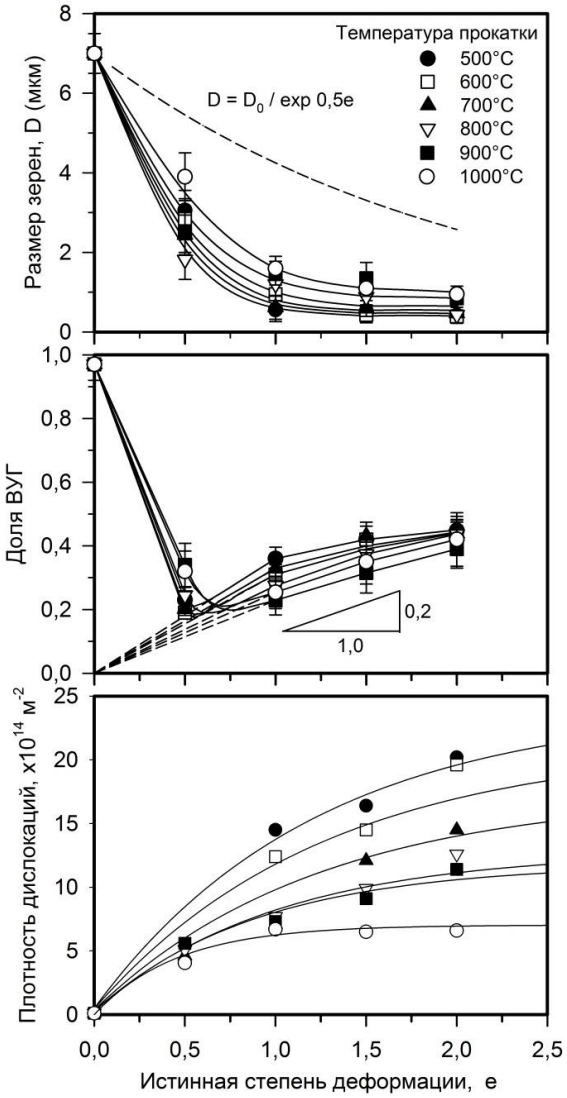


Рисунок 4 - Зависимость структурных параметров от степени деформации аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали, подвергнутой многократной прокатке при 500 – 1000°С

Температурно-скоростные условия деформации могут быть выражены параметром Зинера-Холломона. На рисунке 3 представлен график зависимости поперечного размера зерен от параметра Зинера-Холломона, включая данные других опубликованных ранее работ. Зависимость имеет бимодальный характер, что связано с различием действующих механизмов динамической рекристаллизации. При низких Z менее 10^{12} $с^{-1}$ структурные изменения связаны с прерывистой ДР, а при $Z > 10^{14}$ $с^{-1}$ основной вклад вносит непрерывная ДР. Следует отметить, что вклад различных механизмов структурных изменений в формирующуюся микроструктуру зависит от степени легирования и фазового состава. В гомогенных сталях средний размер зерен больше и переход от прерывистой к непрерывной ДР происходит при больших значениях Z, чем в дисперсионно-упрочняемой стали.

Скорость измельчения зерен в процессе теплой пластической обработки сильно зависит от степени деформации (рис. 4). Средний поперечный размер зерен быстро уменьшается на ранних стадиях деформации. С увеличением степени деформации уменьшение размера зерна постепенно замедляется, и размер зерен постепенно приближается к некоторому минимальному значению. При небольших степенях деформации доля ВУГ определяется исходным структурным

состоянием (доля ВУГ в исходном состоянии 0,97). Если исключить исходные границы зерен (как показано пунктирной линией), рост доли ВУГ деформационного происхождения в процессе деформации может быть выражен функцией $F_{ВУГ} \sim 0{,}2e$ в диапазоне средних степеней деформации для всех образцов независимо от температуры обработки. Увеличение плотности дислокаций отражает деформационное упрочнение и может быть представлено согласно модели Кокса-Меккинга как постепенное увеличение от начального значения до насыщения, значение которого уменьшается с увеличением температуры деформации.

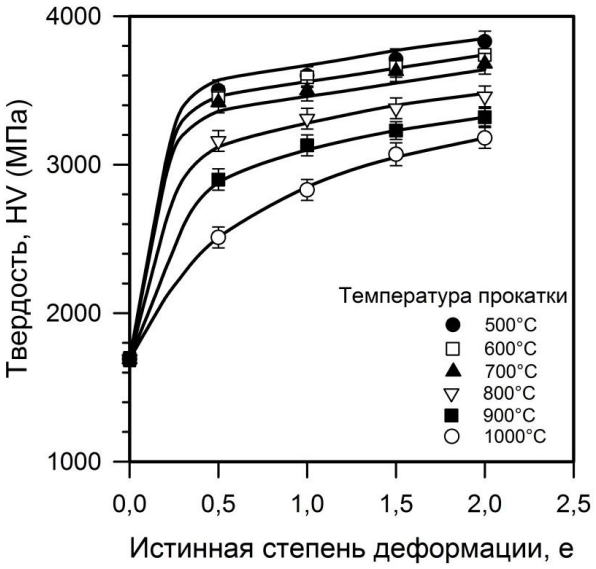


Рисунок 5 – Деформационное упрочнение аустенитной дисперсионно-упрочняемой стали 10Х18Н8Д3БР, подвергнутой прокатке в интервале температур 500 – 1000°С

Теплая деформация приводит к существенному упрочнению сталей (рис. 5). Можно выделить две температурные области (т.е. 500-700 и 800-1000°С), отличающиеся изменением скорости упрочнения в процессе прокатки. В интервале температур 500-700°С деформационное упрочнение характеризуется слабой температурной зависимостью. Твердость резко увеличивается на ранних стадия деформации. Дальнейшая деформация характеризуется небольшой постоянной скоростью упрочнения, что приводит к линейному росту значений твердости с увеличением степени деформации. В температурном интервале 800-1000°С скорость упрочнения постепенно уменьшается с увеличением степени деформации. Кроме того, изменение скорости упрочнения сильно зависит от температуры обработки. Различия в кинетике упрочнения в этих температурных интервалах указывают на различия в механизмах эволюции микроструктуры.

В ЧЕТВЕРТОЙ ГЛАВЕ описаны особенности формирования новых зерен и высокоугловых границ деформационного происхождения в аустенитных сталях в процессе деформации в температурных интервалах 500-700°С и 800-1000°С. Типичная микроструктура, сформированная в процессе прокатки до небольшой степени деформации в низкотемпературном интервале, показана на рисунке 6. Структурные изменения характеризуются формированием деформационных микрополос толщиной около 0,5 мкм, которые на рисунке 6а представлены многочисленными параллельными МУГ.

Микрополосы появляются в различных зернах независимо от их кристаллографической ориентировки. Расположенные вдоль направления прокатки МУГ деформационного происхождения совпадают с различными кристаллографическими направлениями.

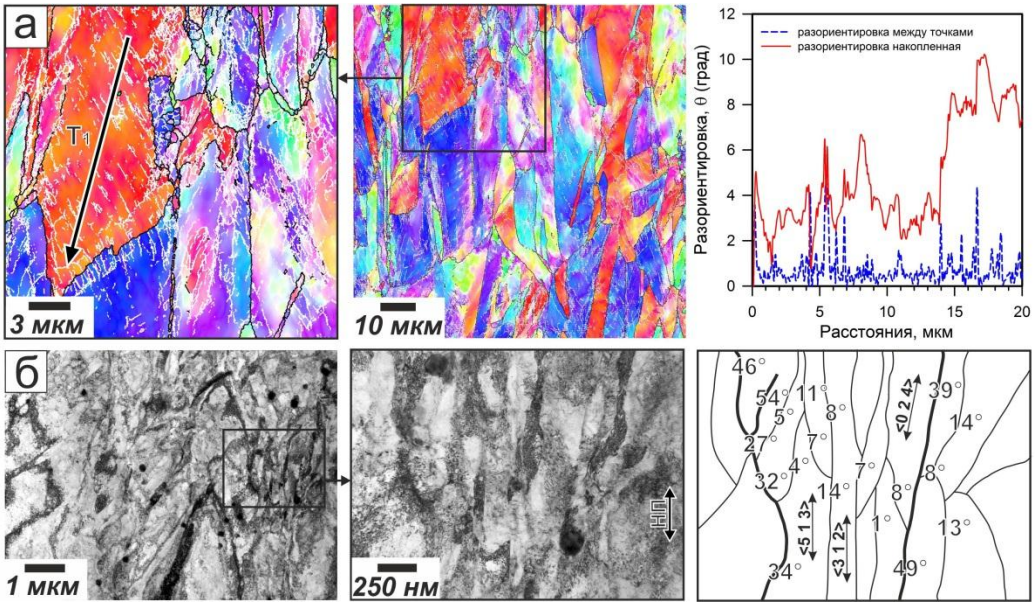


Рисунок 6 - Микроструктура деформации дисперсионно-упрочняемой стали 10Х18Н8Д3БР, подвергнутой теплой прокатке при 600°С до истинной степени деформации e=0,5. На графике показано изменение угла разориентировки вдоль линии Т1

Формирование микрополос разориентировок внутри исходного деформированного зерна. Дислокационная субструктура, формирующаяся вблизи исходных границ зерен, отличается большей плотностью МУГ с повышенной разориентировкой (рис. 6б). Количество и разориентировка МУГ деформационного происхождения постепенно увеличиваются в процессе многократной прокатки, что приводит к формированию мелкозернистой микроструктуры (рис. 7).

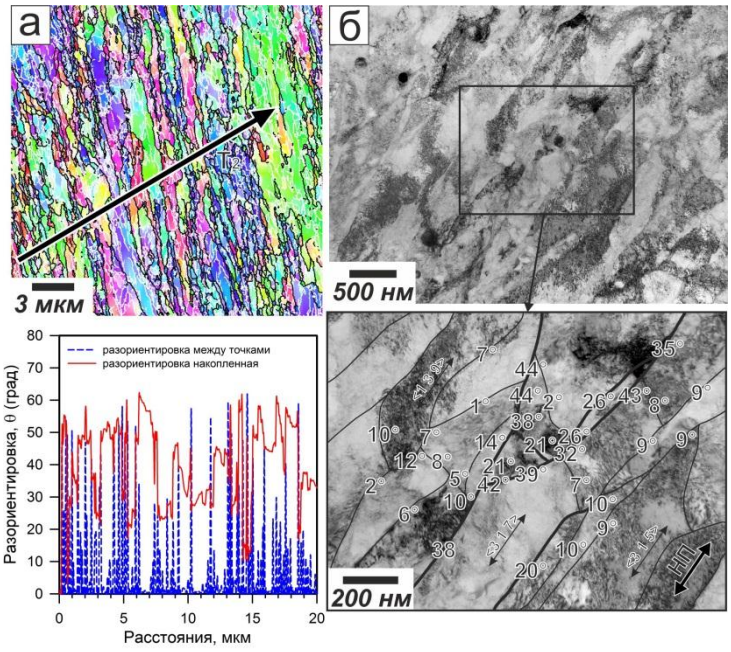


Рисунок 7 - Микроструктура деформации дисперсионно-упрочняемой стали, подвергнутой теплой прокатке при 600°С до истинной степени деформации e=2. На графике показано изменение угла разориентировки вдоль линии T_2

Сформированная микроструктура является результатом эволюции сетки МУГ деформационного происхождения. Измеренная вдоль линии T_2 разориентировка показывает, что значения накопленной разориентировки соизмеримы со значениями разориентировки отдельных границ (20-60°). Пример такой сетки границ показан на рисунке 7б.

В отличие от низкотемпературной области, микроструктура, формирующаяся в процессе деформации при 800-1000°С, более однородна. После небольших степеней деформации формируется однородная субзеренная структура (рис. 8). Анализ разориентировок вдоль линии T_3 на рисунке 8а показывает, что накопленная разориентировка достигает 20°, хотя субграницы деформационного происхождения имеют малоугловую разориентировку. Это свидетельствует о локальном накоплении дислокаций одного знака. Важно отметить, что некоторые МУГ имеют угол разориентировки 8-10° (рис. 8б). Следует ожидать быстрой трансформации таких субграниц в границы зерен деформационного происхождения при увеличении степени деформации. Структурные изменения после е=1 характеризуются наличием ультрамелких зерен и субзерен одинакового размера. Аналогично низкотемпературной области деформации окрестности границ исходных зерен являются предпочтительными местами для появления новых мелких зерен.

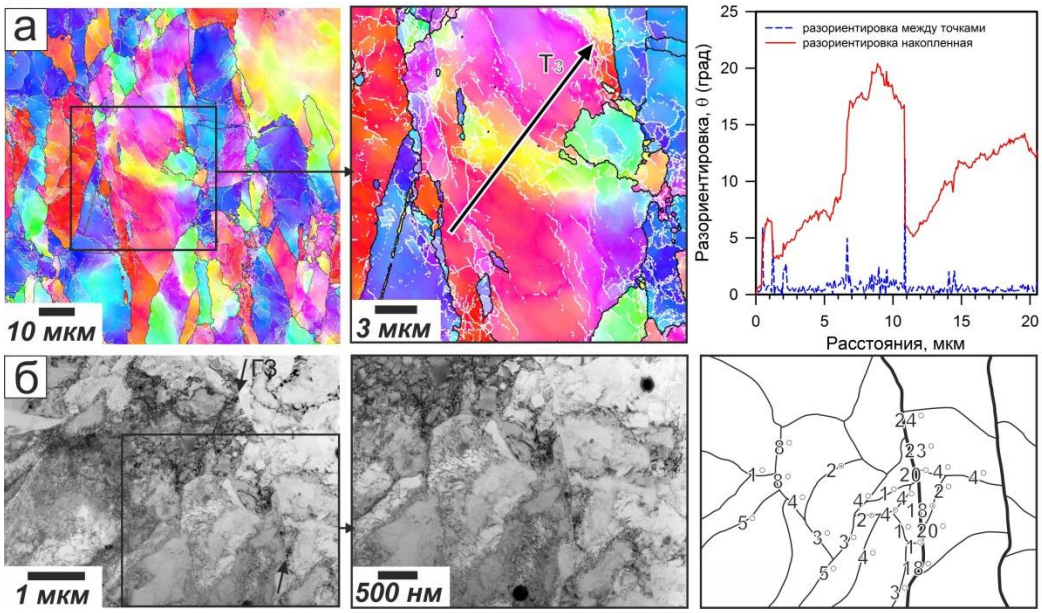


Рисунок 8 - Микроструктура деформации дисперсионно-упрочняемой стали 10Х18Н8Д3БР, подвергнутой теплой прокатке при 1000°С до истинной степени деформации е=0,5. На графике показано изменение угла разориентировки вдоль линии T_3

Постепенное увеличение угла разориентировки субзерен деформационного происхождения приводит к формированию однородной мелкозернистой структуры. Изменение разориентировки зерен/субзерен вдоль линии T_4 на рисунке 9а показывает наличие большого количества ВУГ с углом разориентировки 20-60°. Накопленная разориентировка составляет 40±20°, что свидетельствует о близком к случайному распределению разориентировок. Следует отметить, что формирующаяся в высокотемпературной области деформации мелкозернистая структура состоит из более равноосных зерен/субзерен по сравнению с низкотемпературной областью.

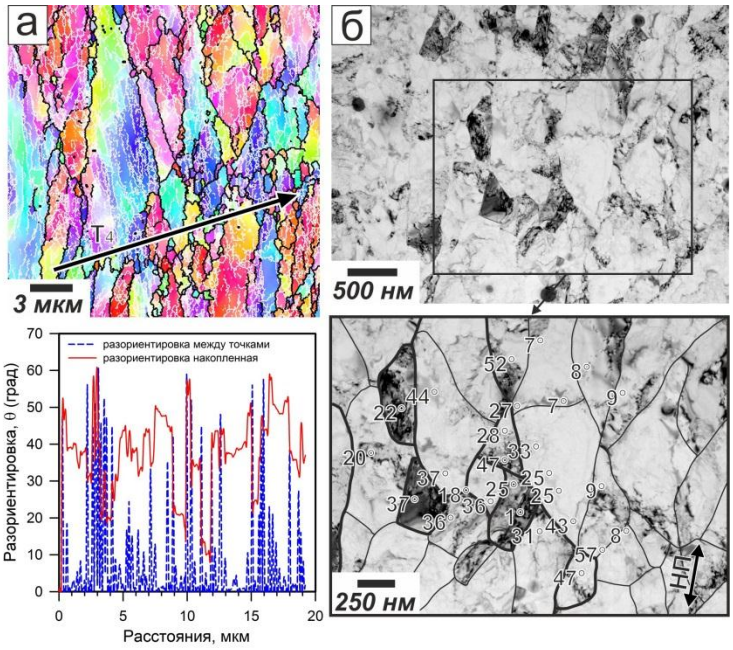


Рисунок 9 - Микроструктура деформации стали 10Х18Н8Д3БР, подвергнутой теплой прокатке при 1000°С до истинной степени деформации e=1. На графике показано изменение угла разориентировки вдоль линии T_4

Основным механизмом измельчения зерен во всех исследуемых сталях в процессе многократной прокатки при температурах 500-1000°С является непрерывная ДР. Однако механизмы непрерывной ДР в низкотемпературной (500-700°С) и высокотемпературной (800-1000°С) областях имеют отличительные особенности. Общим для обоих процессов является трансформация МУГ в ВУГ, а вот механизмы образования сеток МУГ и увеличения их разориентировок отличаются.

Модифицировав уравнение Лаасроуи–Джонаса для деформационного упрочнения и динамического возврата, Горде С. и Монтейлет Ф. предложили модель для непрерывной ДР в процессе горячей деформации. Согласно данной модели новые зерна формируются за счет постепенного увеличения угла разориентировки МУГ. Перестройка МУГ в ВУГ происходит в результате поглощения дислокаций существующими субграницами. Для разориентировки, увеличивающейся в процессе деформации, было получено следующее уравнение:

$$d\theta / de = (b/2n)(1 - \alpha)\, r\, \rho\, d, \qquad (1)$$

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

субзерен могут быть выражены через напряжения течения как $\rho = (\sigma/(K_1Gb))^2$ и $d = K_2GB/\sigma$, где K_1 и K_2 постоянные, G - модуль сдвига. Таким образом, для приращения разориентировки может быть получено простое уравнение, которое имеет следующий вид:

$$d\theta / de = K_3 r \sigma, \qquad (2)$$

где $K_3 = (1 - \alpha)K_2/(2nGK_1^2)$. Уравнение 2 предсказывает скорость увеличения разориентировки как произведение параметра возврата (скорость возврата) и напряжений течения. Джонас Д. с соавторами получили следующее соотношение между параметром возврата и пиковым напряжением течения для аустенитных сталей: $\log r = -2{,}6\sigma 10^{-3} + 0{,}9698$. В исследованной температурной области изменение скорости динамического возврата при изменении температуры деформации превалирует над изменением напряжений течения. Таким образом, ускорение динамического возврата с увеличением температуры деформации ускоряет непрерывную ДР.

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

$$Np = t_r/t_p = K_4 \exp (Q/RT), \qquad (3)$$

где $K_4 = D^3\gamma./(D_0b)$, D_0 - максимальный коэффициент диффузии, Q – энергия активации зернограничной диффузии, R – газовая постоянная и T – температура.

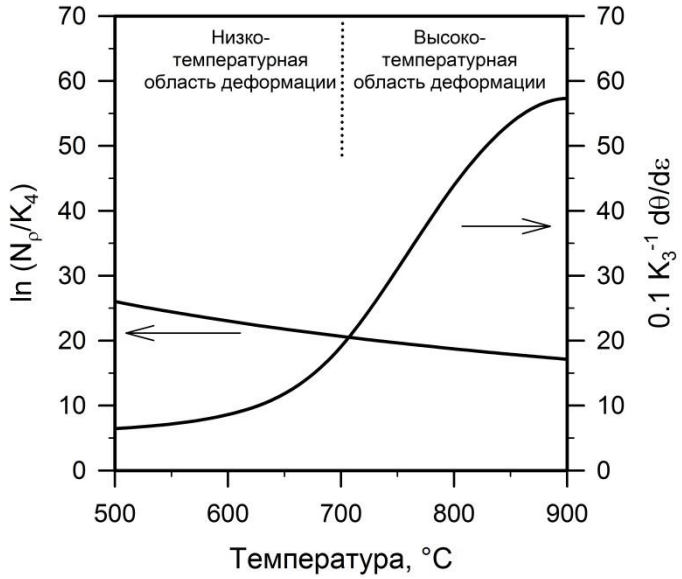


Рисунок 10 – Сравнительный график влияния температуры деформации на формирование новых границ зерен в результате появления деформационных микрополос, вызванных накоплением дисклинаций на границах зерен, и в результате постепенного увеличения разориентировки субграниц

Уравнение 3 предсказывает увеличение скорости формирования границ деформационного происхождения при уменьшении температуры деформации. Таким образом, кинетика измельчения зерен, согласно различным структурным механизмам, описывается противоположными температурными зависимостями, как показано на рисунке 10. Следует отметить, что графики на рисунке 10 нельзя сравнить непосредственно друг с другом. Представленные зависимости могут быть использованы только для оценки влияния температуры на кинетику формирования границ зерен согласно тому или иному механизму структурных изменений. Вклады различных механизмов эволюции микроструктуры в измельчение зерен в процессе деформации изменяются в противоположных направлениях с изменением температуры обработки. Отсюда следует, что суперпозиция различных механизмов измельчения микроструктуры делает кинетику измельчения зерен исследуемых сталей слабо зависимой от температуры в широком температурном диапазоне теплой деформации.

В ПЯТОЙ ГЛАВЕ представлены механические свойства аустенитных коррозионностойких сталей, подвергнутых теплой пластической деформации, полученные после испытаний на одноосное растяжение при комнатной и повышенных температурах.

В целом, прочность уменьшается с увеличением температуры испытания. Уменьшение предела прочности с увеличением температуры испытания происходит быстрее для образцов, подвергнутых теплой прокатке при относительно низких температурах. Нормированный на модуль сдвига предел текучести имеет очень слабую температурную зависимость в интервале температур испытаний 20-500°C, что свидетельствует о неизменности механизмов структурного упрочнения в данной температурной области (рис. 11). Понижение

пределов текучести при температурах испытаний выше 500°С связано с развитием термоактивируемых процессов движения дислокаций.

Влияние температуры деформации на прочностные характеристики исследуемых сталей показано на рисунке 12. Зависимости предела прочности и предела текучести от температуры прокатки могут быть выражены линейными функциями, то есть $\sigma_B = C_0 - C_в T_R$ и $\sigma_{0,2} = C_0 - C_{0,2} T_R$ (рис. 12), несмотря на различия в механизмах структурообразования при различных температурах.

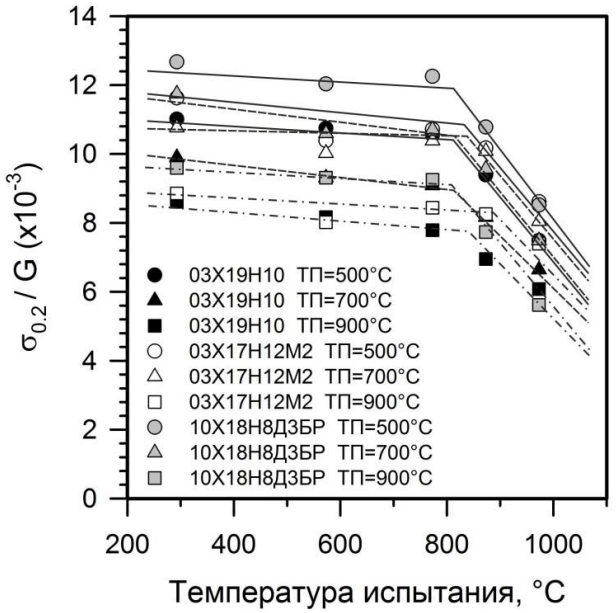


Рисунок 11 – Влияние температуры испытания на предел текучести, нормированный на модуль сдвига

В общем случае упрочнение сталей, подвергнутых теплой пластической обработке, определяется структурным и субструктурным упрочнением. Структурное упрочнение может быть выражено через размер зерен ($k_\varepsilon \; D^{-0.5}$) согласно соотношению Холла-Петча. Размер субзерен связан с плотностью дислокаций степенной функцией, т.е. $d \sim \rho^{-0.5}$, что позволяет оценить субструктурное упрочнение либо через размер субзерен, либо плотность дислокаций. Прирост упрочнения ($\Delta\sigma$) за счет увеличения плотности дислокаций (ρ) может быть выражен следующим образом:

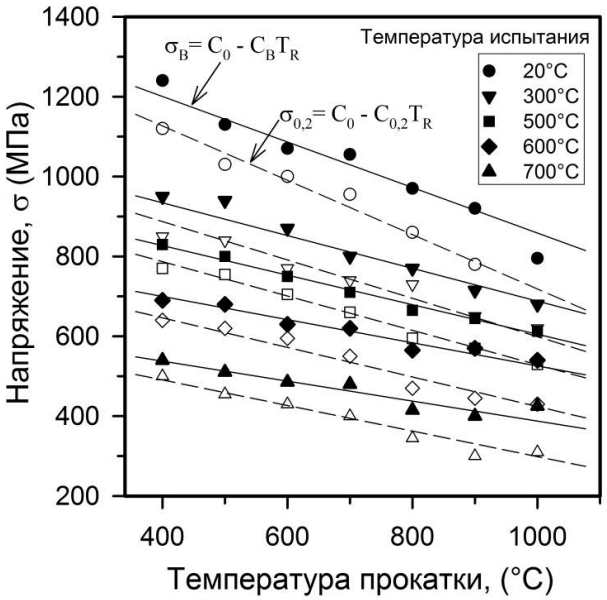


Рисунок 12 – Влияние температуры прокатки на прочностные характеристики дисперсионно-упрочняемой стали

$$\Delta\sigma = \alpha \, G \, b \, \rho^{0.5}, \qquad (4)$$

где G и b модуль сдвига и вектор Бюргерса, соответственно, и коэффициент α лежит в пределах от 0,5 до 1,5. Значения структурных параметров исследуемых сталей зависят от механизмов эволюции микроструктуры в процессе

деформации. Исследованная температурная область теплой деформации является переходной между горячей деформацией, которая характеризуется сильной степенной зависимостью размера зерен и плотности дислокаций от температурно-скоростных условий (параметр Z), и холодной деформацией, при которой размер зерен и плотность дислокаций слабо зависят от параметра Z (рис. 3). В области теплой деформации, таким образом, происходит постепенное изменение зависимостей структурных параметров (размера зерен и плотности дислокаций) от температурно-скоростных условий. В исследованной области теплой деформации такое изменение соответствующих степенных зависимостей от параметра Z приводит к почти линейным зависимостям $\rho^{0.5}$ и $D^{-0.5}$ от температуры деформации, как показано на рисунке 13. Соответственно, линейные температурные зависимости вкладов структурного и субструктурного упрочнения дают кажущуюся линейную зависимость прочностных свойств от температуры прокатки исследуемых сталей (рис. 12).

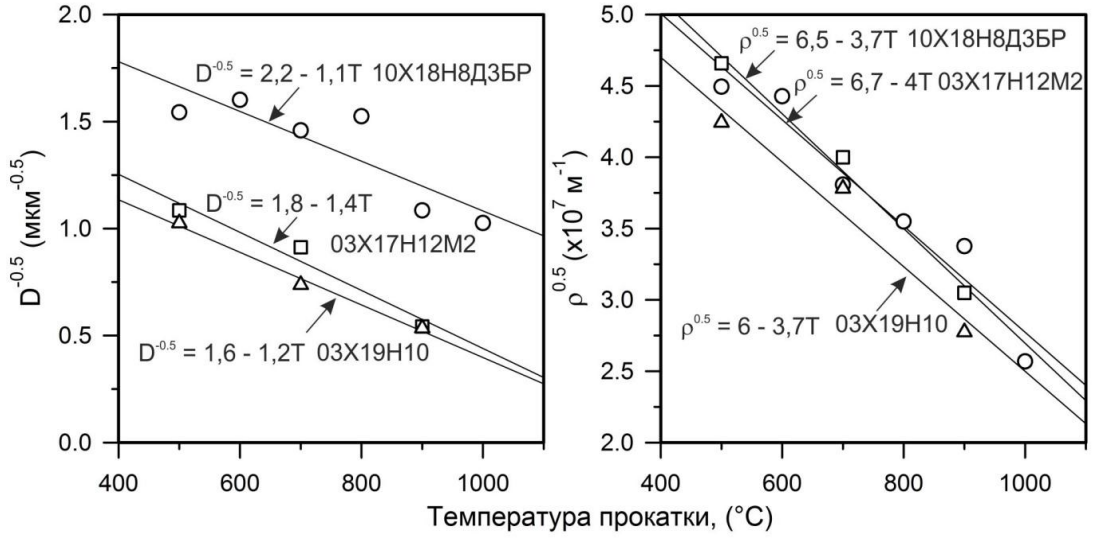


Рисунок 13 – Влияние температуры прокатки на структурные параметры исследуемых сталей

Таким образом, предел текучести может быть выражен модифицированным соотношением Холла-Петча:

$$\sigma_{0.2}^{*} = \sigma_0 + \alpha G b \rho^{0.5} + K D^{-0.5} \qquad (5)$$

Наилучшее совпадение рассчитанных значений с экспериментальными результатами получается при σ_0 = 160 МПа, α = 0,7, и K = 0,12 МПа·м$^{0.5}$. Структурное и субструктурное упрочнение в процессе деформационно-термической обработки обеспечивается, соответственно, границами зерен и плотностью дислокаций.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

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

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

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

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

5 Развитие непрерывной динамической рекристаллизации в условиях теплой деформации сопровождается существенным упрочнением аустенитных коррозионностойких сталей. Предел прочности и предел текучести при комнатной и повышенных температурах испытания могут быть выражены линейными функциями температуры деформационной обработки: $\sigma_B = C_0 - C_в T$ и $\sigma_{0,2} = C_0 - C_{0,2} T$. В интервале температур испытания 20-500°С изменение значений C_0, $C_В$, $C_{0,2}$ коррелирует с температурной зависимостью модуля сдвига, что свидетельствует о неизменности механизмов упрочнения.

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

Основное содержание диссертации представлено в следующих работах, опубликованных в научных журналах, входящих в перечень ВАК:

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

В других изданиях:

1. **Z. Yanushkevich**, A. Mogucheva, M. Tikhonova, A. Belyakov, R. Kaibyshev. Mechanical Properties and Microstructures of an S304H-type Steel Subjected to Hot Working // Proceedings of the Sixth International Conference on Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants, Santa Fe, New Mexico, USA, 31.08 – 3.09, 2010, pp. 986 – 995.
2. A. Belyakov, **Z. Yanushkevich**, I. Shakhova, R. Kaibyshev. Austenitic Stainless Steel: Microstructural Evolution // Encyclopedia of Iron, Steel, and Their Alloys. – New York: Taylor and Francis, 2016. – pp. 243-253.

Патенты:

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

Подписано в печать 26.12.2016.Times New Roman.
Формат 60×84/16. Усл. п. л. 1,39. Тираж 150 экз. Заказ 325.
Оригинал-макет подготовлен и тиражирован в ООО «Эпицентр»
308010, г. Белгород, ул. Б. Хмельницкого, д. 135, офис 1