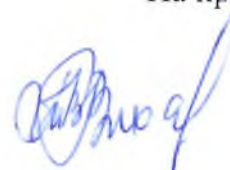


Федеральное государственное унитарное предприятие
«Центральный научно-исследовательский институт
конструкционных материалов «Прометей» имени академика И.В. Горынина
Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»

На правах рукописи

УДК 669.15-194.56:621.785
ГРНТИ 53.49.05



ВИХАРЕВА ТАТЬЯНА ВИКТОРОВНА

**«УПРАВЛЕНИЕ СТРУКТУРОЙ И СВОЙСТВАМИ МАЛОМАГНИТНОЙ СТАЛИ
ПРИ ТЕРМИЧЕСКОЙ И ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ НА ОСНОВЕ
ИССЛЕДОВАНИЯ КИНЕТИКИ ВЫДЕЛЕНИЯ ВТОРИЧНЫХ ФАЗ И
ПРОЦЕССОВ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ»**

Специальность: 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
Кандидат технических наук
Фомина Ольга Владимировна

Санкт-Петербург
2018

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
ГЛАВА 1. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР СОВРЕМЕННОГО СОСТОЯНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ АУСТЕНИТНЫХ КОРРОЗИОННО-СТОЙКИХ СТАЛЕЙ	12
1.1 Аустенитные коррозионно-стойкие стали, в том числе легированные азотом	12
1.2 Особенности формирования структуры аустенитных азотсодержащих сталей в зависимости от композиции легирования	22
1.2.1 Формирование структуры аустенитных сталей, в том числе азотсодержащих, в процессе кристаллизации	22
1.2.2 Формирование вторичных фаз в аустенитных сталях и их влияние на структурообразование	27
1.3 Особенности формирования структуры аустенитных сталей при высокотемпературной термомеханической обработке	31
1.3.1 Динамическая и метадинамическая рекристаллизация	32
1.3.2 Формирование частиц вторичных фаз в процессе высокотемпературной термомеханической рекристаллизации	40
1.4 Постановка задачи	42
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ	46
2.1 Материал для исследования	46
2.2 Методы исследования процессов структурообразования высокопрочной азотсодержащей аустенитной стали	47
2.2.1 Исследование структурных превращений дилатометрическим методом с помощью дилатометра DIL 805	47
2.2.2 Моделирование на комплексе Gleeble 3800	48
2.2.3 Имитационное моделирование горячей прокатки на автоматизированном опытном прокатном комплексе стан «Кварто 800»	49
2.3 Методы исследования структуры	51
2.4 Методы механических испытаний	54

2.5	Определение коррозионной стойкости азотсодержащей стали	55
2.6	Определение эксплуатационных свойств	56
	ВЫВОДЫ по главе 2	57
ГЛАВА 3. ТЕРМОДИНАМИЧЕСКОЕ И ФИЗИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ В ВЫСОКОПРОЧНОЙ АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 04X20H6Г11М2АФБ		
3.1	Исследование процессов фазообразования высокопрочной азотсодержащей аустенитной стали при кристаллизации и затвердевании слитка.....	62
3.2	Физическое моделирование процессов структурообразования при горячей деформации	76
3.2.1	Анализ структуры листового проката, изготовленного на АО «ВМК «Красный Октябрь»	77
3.2.2	Определение условий начала динамической рекристаллизации на основании результатов обработки экспериментальных данных физического моделирования горячей деформации	83
3.2.2.1	Исходное состояние исследуемых составов стали	83
3.2.2.2	Анализ диаграмм горячей деформации. Определение условий динамической рекристаллизации	87
3.2.3	Определение температурно-временных характеристик статической рекристаллизации после горячей деформации	108
3.2.4	Определение температурного интервала выделения вторичных фаз в стали в зависимости от деформации и скорости охлаждения	119
3.2.5	Определение температурно-временных характеристик метадинамической рекристаллизации после горячей деформации	131
	ВЫВОДЫ по главе 3:	142
ГЛАВА 4. ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ВЫСОКОПРОЧНОЙ АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 04X20H6Г11М2АФБ ПРИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ И ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ		
4.1	Имитационное моделирование режимов ВТМО на Gleeble 3800	146
4.2	Имитация горячей прокатки на автоматизированном опытном прокатном комплексе стан «Кварто 800»	151

4.3	Имитационное моделирование термической обработки	166
4.3.1	Исследование влияния термической обработки на структуру аустенитной азотсодержащей стали	166
4.3.2	Исследование влияния степени деформации на процессы структурообразования при термической обработке азотсодержащей стали	177
4.3.3	Исследование влияния температуры при термической обработке на поведение δ -феррита	182
	ВЫВОДЫ по главе 4:	187
	ГЛАВА 5. РАЗРАБОТКА РЕЖИМОВ ГОРЯЧЕЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ СТАЛИ В ПРОМЫШЛЕННОСТИ	189
5.1	Усовершенствование технологических режимов изготовления листового проката на стане «2000» АО «ВМК «Красный Октябрь»	189
5.2	Свойства листового проката толщиной до 20 мм	197
	ВЫВОДЫ по главе 5:	203
	ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ	205
	СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	208
	ПРИЛОЖЕНИЕ	221

ВВЕДЕНИЕ

С развитием техники возрастают потребности современных отраслей промышленности в сталях, обладающих уникальным сочетанием свойств, таких, как высокая прочность, пластичность и вязкость, высокая коррозионная стойкость, низкая магнитная проницаемость. Одним из способов достижения высокого – по сравнению с традиционно используемыми сталями – уровня свойств является легирование сталей азотом, который позволяет стабилизировать аустенит в широком диапазоне температур; повысить прочность при сохранении пластичности и вязкости; повысить коррозионную стойкость против локальных видов коррозии, что позволяет решать вопрос повышения эксплуатационной надежности, сокращения металлоемкости конструкций и изделий.

В этой связи интерес представляет разработанная НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» совместно с ведущими специалистами ИМЕТ РАН высокопрочная азотсодержащая коррозионно-стойкая сталь марки 04X20H6Г11M2АФБ, которая превосходит традиционные стали по прочности и коррозионной стойкости, при этом не уступает им по характеристикам пластичности. Исследуемая сталь перспективна для широкого применения в таких отраслях промышленности, как химическая и пищевая, общее и транспортное машиностроение, судостроение, нефте-, газодобывающая и перерабатывающая, медицина и т.д.

Ранее проведены опытные работы по разработке технологий создания высокопрочных коррозионно-стойких азотсодержащих сталей: технологии выплавки, разливки и термомодеформационной обработки при изготовлении листового проката толщиной свыше 20 и до 70 мм, обеспечили стабильное получение механических и технологических свойств. Следует отметить, что при общем потреблении различными отраслями промышленности плоского проката из нержавеющей стали в объеме 200–250 тысяч тонн в год, 30% приходится на листовую прокат толщиной до 20 мм. Поэтому разработка технологии изготовления листового проката толщиной менее 20 мм из исследуемой стали является особенно актуальной.

В начале 2000-х годов было опробовано изготовление опытной партии листового проката из исследуемой стали толщиной до 20 мм. При разработке технологических режимов были регламентированы только суммарная степень деформации и температур-

ный интервал горячей прокатки. Однако, при прочих равных условиях горячей прокатки были получены механические свойства, соответствующие требуемым, но с разбросом в широком диапазоне значений. При этом структура также была различна, наблюдались вытянутые в направлении прокатки зерна, имеющие коэффициент анизотропии 0,25 – 0,33, или неоднородная структура по размеру зерна – «ожерельные» структуры. Также на основании анализа механических свойств выявлена существенная анизотропия свойств в продольном и поперечном направлениях, средняя разница по ударной вязкости составила 80 – 100 Дж/см², с показателем анизотропии свойств 0,68. Исходя из этого, можно сделать вывод, что регламентацией только суммарной степени деформации и температурного интервала горячей прокатки невозможно получить заданную структуру, обеспечивающую *стабильность* свойств в широком диапазоне значений, в том числе и при последующей термической обработке.

При последующих операциях холодной штамповки сталь с анизотропной структурой, по всей видимости, подвергалась неравномерному наклепу, вследствие чего произошло разрушение с ориентацией трещины вдоль направления прокатки. Наблюдалось повышение прочности и снижение пластичности: равномерное относительное удлинение снизилось с 22% до 1,5%, что свидетельствует о том, что деформационная способность материала в направлении наибольшей анизотропии практически исчерпана. В то же время сталь, имеющая однородную мелкозернистую структуру, штамповалась без разрушения, при этом после операций холодной деформации сохраняла высокие показатели пластических свойств. При этом наряду с упрочнением пластические свойства снизились, но в меньшей степени: с 25% до 18%.

В связи с этим при разработке технологий изготовления листового проката из исследуемой стали представляется целесообразным уделить внимание вопросам формирования и наследования структуры на всех этапах производства: от кристаллизации до окончательной термической обработки. Для обеспечения регулируемого развития процессов структурообразования при высокотемпературной термомеханической обработке (ВТМО) очевидна необходимость изучения влияния характерных параметров многопроходной деформации, таких как температура, степень дробной деформации, скорость деформации на формирование конечной структуры стали, что позволит гарантировать получение стабильных механических свойств и заданного уровня анизотропии.

В связи с вышеизложенным *целью работы* является разработка технологии изготовления листового проката толщиной менее 20 мм из высокопрочной азотсодержащей стали на основе изучения формирования структуры в процессе горячей пластической деформации в зависимости от изменения термомеханических параметров обработки и термической обработки.

Для достижения цели были поставлены следующие *задачи*:

- Изучить особенности формирования фазового состава азотсодержащей стали при кристаллизации и затвердевании с помощью применения термодинамического моделирования, а также исследовать структуру стали в литом состоянии;
- Исследовать эволюцию аустенита и установить закономерности структурообразования в течение многопроходной горячей деформации с различными температурно – деформационными условиями (температура, степень и скорость деформации);
- Выполнить имитационное моделирование разработанных режимов ВТМО на установке Gleeble 3800 с учетом установленных закономерностей формирования структуры;
- Адаптировать предложенные режимы ВТМО на опытно-экспериментальном стане «Кварто 800»;
- Разработать режимы термической обработки (ТО);
- Опробовать и внедрить разработанные режимы ВТМО и ТО при изготовлении листового проката толщиной менее 20 мм в промышленных условиях из высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали.

На защиту выносятся следующие положения:

1. Влияние фазового состава аустенитной азотсодержащей стали марки 04X20H6Г11M2АФБ (δ -феррита и вторичных фаз), на сопротивление деформации и развитие постдеформационных процессов структурообразования.
2. Граничные термомеханические условия реализации процессов структурообразования высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали: условия начала, развития и завершения процессов динамической, статической и метадинамической рекристаллизации в течение многопроходной горячей деформации.
3. Разработанные технологические режимы горячей прокатки и последующей термической обработки листового проката толщиной до 20 мм из высокопрочной коррозионно-стойкой азотсодержащей аустенитной стали марки 04X20H6Г11M2АФБ, осно-

ванные на результатах изучения кинетики рекристаллизации и выделения вторичных фаз, позволяющие управлять формированием структуры.

Научная новизна определяется следующими результатами проведенных исследований:

1. В результате проведения термодинамического моделирования установлено, что аустенитная азотсодержащая сталь марки 04X20H6Г11M2АФБ кристаллизуется через δ -феррит по механизму: $Ж \rightarrow Ж+\delta-Ф \rightarrow Ж+\delta-Ф+A \rightarrow \delta-Ф+A \rightarrow A$. Установлено влияние скорости охлаждения на полноту превращения δ -феррита в аустенит и наличие его остаточного количества в осях дендритов при высокой скорости охлаждения ($50 \text{ }^\circ\text{C}/\text{c}$);

2. Установлено, что в исследуемой стали, содержащей δ -феррит, динамическая рекристаллизация в диапазоне скоростей деформации $0,1 \div 10 \text{ c}^{-1}$ и температурном интервале $950\text{--}1200 \text{ }^\circ\text{C}$ начинается при меньшем значении пороговой степени деформации, чем в чисто аустенитной;

3. Впервые установлены соотношения между критической (ϵ_c) и пороговой (ϵ_p) степенями деформации исследуемой стали, необходимыми для начала динамической рекристаллизации и составляющие $\epsilon_c = (0,44 - 0,49) \epsilon_p$;

4. Впервые показано, что в исследуемой стали процессы статической рекристаллизации при многопроходной горячей пластической деформации реализуются при достижении определенных условий: при степени деформации ϵ менее 30% температурный порог статической рекристаллизации составляет $T_{пр}$ не выше $950 - 1000 \text{ }^\circ\text{C}$, при этом инкубационный период τ_0 составляет $0,9 - 1 \text{ c}$, время завершения процесса τ_p более 1000 c , что исключает ее влияние на формирование структуры в течение междеформационной паузы ($10\text{--}15 \text{ c}$);

5. Показано, что формирование однородной рекристаллизованной структуры с размером зерен $15\text{--}40 \text{ мкм}$ происходит при накоплении степени деформации не менее 40% на начальных этапах высокотемпературной термомеханической обработки за счет реализации процессов динамической рекристаллизации в ходе горячей деформации и метадинамической рекристаллизации в междеформационной паузе.

Практическая значимость работы заключается в следующем:

1. Разработаны технологические режимы изготовления листового проката толщиной до 20 мм из высокопрочной коррозионно-стойкой азотсодержащей стали,

позволяющие управлять формированием структуры стали в процессе ВТМО и ТО, которые внесены в соответствующую технологическую документацию АО «ВМК «Красный Октябрь»;

2. Обеспечено в промышленных условиях стабильное получение механических свойств листового проката толщиной до 20 мм из высокопрочной азотсодержащей стали в диапазоне предела текучести от 485 до 875 МПа, при сохранении высоких пластических и вязких свойств стали, что подтверждается актом внедрения на АО «ВМК «Красный Октябрь»

Достоверность положений, выводов и рекомендаций диссертации подтверждена:

– соответствием расчетных результатов термодинамического моделирования экспериментальным данным, большим объемом лабораторных экспериментов и проанализированных данных физического моделирования, подтвержденных промышленными экспериментами, на основании которых сделаны научные выводы и даны рекомендации по разработке оптимальных технологических режимов изготовления листового проката толщиной менее 20 мм, содержащиеся в диссертационной работе;

– опытом внедрения результатов работы в промышленное производство при изготовлении листового проката из высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей аустенитной стали на АО «ВМК «Красный Октябрь».

Личный вклад автора в получение научных результатов работы, изложенных в диссертации, заключается в:

– постановке цели работы и формулировке задач, планировании и постановке лабораторных экспериментов;

– участии в исследовании фазового состава высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали промышленной выплавки в литом состоянии;

– изучении влияния термодформационных параметров горячей пластической деформации в диапазоне скоростей $10^{-1} \div 10 \text{ с}^{-1}$ в интервале температур 1200–900 °С на формирование структуры азотсодержащей стали;

– изучении влияния δ -феррита на горячую пластичность азотсодержащей стали;

– разработке режимов горячей деформации на пластометре Gleeble 3800, обработке полученных данных и исследовании микроструктуры стали в различных состо-

яниях, что позволило установить закономерности формирования структуры в зависимости от влияния термодиформационных параметров горячей деформации;

– участия в исследовании структуры стали методами оптической металлографии, просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, с использованием метода дифракции обратно отраженных электронов (EBSD - анализа);

– участия в разработке режимов ВТМО на автоматизированном прокатном комплексе стан «Кварто 800»;

– участия в разработке технологических режимов горячей прокатки в промышленных условиях АО «ВМК «Красный Октябрь» для производства листового проката в толщинах менее 20 мм.

Апробация работы. Основные положения работы были представлены и обсуждались на следующих научных конференциях: XI Конференции молодых ученых и специалистов, 20-22 июня 2012 г., ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей», г. Санкт-Петербург; IX Российской конференции молодых научных сотрудников и аспирантов, 23-26 октября 2012 г., ИМЕТ РАН, г. Москва; XII Международной конференции молодых ученых и специалистов, 17-19 июня 2013 г., ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей», г. Санкт-Петербург; V Международной конференции-школе по химической технологии, 16 – 20 мая 2016 г., ВолГТУ, г. Волгоград; XX Менделеевском съезде по общей и прикладной химии, 26 – 30 сентября 2016 г., г. Екатеринбург.

Публикации. Основное содержание работы опубликовано в 11 печатных работах, из них 4 статьи в журналах, рекомендованных перечнем ВАК.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, основных выводов, списка используемой литературы из 134 наименований. Работа изложена на 221 страницах, содержит 126 рисунков и 34 таблиц.

Первая глава посвящена аналитическому обзору современного состояния исследований формирования структуры аустенитных коррозионно-стойких сталей, в том числе азотсодержащих. Уделено особое внимание фазообразованию сталей при кристаллизации и затвердевании. Рассмотрены вопросы влияния термодиформационных параметров на механизмы структурообразования при горячей пластической деформации. Показана актуальность выполнения исследований в диссертационной работе.

Во второй главе приведены исследуемые составы азотсодержащей стали, методики и оборудование примененные при выполнении диссертационной работы.

В третьей главе освещены результаты изучения металлургической наследственности аустенита, полученные посредством выполнения термодинамических расчетов, подтвержденных исследованиями микроструктуры. Представлены результаты исследования влияния параметров горячей пластической деформации (температура, степень и скорость деформации) на формирование структуры стали на основе физического моделирования, установлены основополагающие закономерности структурообразования в процессе многопроходной ВТМО.

В четвертой главе представлены результаты апробации разработанных режимов многопроходной горячей пластической деформации на основании установленных закономерностей формирования равномерной мелкозернистой структуры применительно к условиям работы лабораторного стана. Рассмотрены вопросы формирования структуры азотсодержащей стали при термической обработке. Установлена взаимосвязь между получаемой структурой и свойствами стали после ВТМО и термической обработки.

Пятая глава посвящена апробации разработанных технологических режимов изготовления листового проката толщиной менее 20 мм в промышленных условиях АО «ВМК «Красный Октябрь», учитывающих все установленные закономерности формирования структуры, позволяющие обеспечивать получение физико - механических свойств азотсодержащей стали в широком диапазоне значений.

В приложении представлен акт внедрения разработанных технологических режимов изготовления листового проката из азотсодержащей стали.

ГЛАВА 1. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР СОВРЕМЕННОГО СОСТОЯНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ АУСТЕНИТНЫХ КОРРОЗИОННО-СТОЙКИХ СТАЛЕЙ

1.1 Аустенитные коррозионно-стойкие стали, в том числе легированные азотом

В настоящее время возрастают потребности современных отраслей промышленности в сталях, обладающих специальными свойствами, в частности, низкой магнитной проницаемостью, высокой коррозионной стойкостью. Широкое применение нашли аустенитные коррозионно-стойкие стали, которые обладают такими служебными характеристиками, как высокая пластичность и вязкость, высокая коррозионная стойкость в большинстве рабочих сред, хорошая технологичность, обеспечивающая изготовление всех видов деформированных полуфабрикатов: поковок, штамповок, листов, прутков, профилей, труб [1, 2]. Аустенитные коррозионно-стойкие стали были разработаны в Германии в начале XX века, и на сегодняшний день составляют более чем 2/3 мирового производства коррозионно-стойких сталей [3].

Согласно [5] к аустенитному классу относятся высоколегированные стали, образующие при кристаллизации преимущественно однофазную аустенитную структуру (γ -Fe с гранецентрированной кристаллической (ГЦК) решеткой) и сохраняющие ее при охлаждении до криогенных температур. По классификации в ГОСТ 5632 [4] в аустенитных сталях допускается количество другой фазы – высоколегированного δ -феррита (δ -Fe с объемно-центрированной кристаллической (ОЦК) решеткой) до 10%. Аустенитная структура в стали может быть получена путем легирования элементами, расширяющими область аустенита, подавляющими скорость превращения аустенита до таких значений, что она практически становится равной нулю [5].

Процесс развития отраслей промышленности и возрастающая потребность в коррозионно-стойких сталях привели к усложнению составов сталей по комплексу легирующих элементов. Разработка сложнолегированных составов сталей обусловлена необходимостью достижения высоких служебных характеристик, а именно увеличением прочности сталей без существенной потери пластичности, коррозионной стойкости в

большинстве рабочих сред. Существует целый ряд зарубежных и отечественных коррозионно-стойких сталей, обладающих аустенитной структурой различных композиций легирования на Fe-Cr-Ni, Fe-Cr-Mn, Fe-Cr-Ni-Mn основах с дополнительным легированием Mo, V и Nb и другими легирующими элементами [2, 3, 6–8]. Широко используются стали серии AISI 300 на основе Fe-Cr-Ni (~ 16–20% Cr, ~6–15% Ni) композиции легирования. Наибольшее применение нашли стали марки AISI 304, 304L, 316, 316 L, 321 и др. Стали серии AISI 200 разработаны на основе Fe-Cr-Mn с целью замещения дорогостоящего никеля на марганец и азот (~16–19% Cr, ~5–15 % Mn, до 0,4 % N). Также используются специальные - супераустенитные стали 654SMO, 904L, 1.3964 и др.

В таблице 1.1 приведены используемые марки аустенитных коррозионно-стойких сталей в России и за рубежом [3, 4, 7–9], в таблице 1.2 приведены физико-механические свойства рассматриваемых сталей [4, 9].

Таблица 1.1 – Химический состав наиболее распространенных аустенитных коррозионно-стойких сталей

Зарубежные стали	Российские стали – аналоги	Химический состав, % мас.							
		C	N	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	Прочие элементы
AISI 301	07X16H6	≤0,15	-	16,0-18,0	6,0-8,0	≤2,0	-	≤1,0	-
AISI 304	08X18H10	≤0,08	-	18,0-20,0	8,0-10,5	≤2,0	-	≤1,0	-
AISI 304L	03X18H11	≤0,03	-	18,0-20,0	8,0-10,5	≤2,0	-	≤1,0	-
AISI 304LN	-	≤0,03	0,10-0,16	18,0-20,0	8,0-10,5	≤2,0	-	≤1,0	-
AISI 321	08X18H10T	≤0,08	-	17,0-19,0	9,0-12,0	≤2,0	-	≤1,0	Ti≥5×%C
AISI 321H	12X18H10T	≤0,12	-	17,0-19,0	9,0-12,0	≤2,0	-	≤1,0	Ti≥5×%C
AISI 316	-	≤0,08	-	16,0-18,0	10,0-14,0	≤2,0	2,0-3,0	≤1,0	-
AISI 316L	03X17H14M3	≤0,03	-	16,0-18,0	10,0-14,0	≤2,0	2,0-3,0	≤1,0	-
AISI 316LN	-	≤0,03	0,10-0,16	16,0-18,0	10,0-14,0	≤2,0	2,0-3,0	≤1,0	-
AISI 347	08X18H12Б	≤0,08	-	17,0-19,0	9,0-13,0	≤2,0	-	≤1,0	Nb≥5×%C
AISI 201	12X15Г9НД	≤0,15	0,25	16,0-18,0	3,5-5,5	5,5-7,5	-	≤1,0	-

Таблица 1.1 (продолжение) – Химический состав наиболее распространенных аустенитных коррозионно-стойких сталей

Зарубежные стали	Российские стали – аналоги	Химический состав, % мас.							Прочие элементы
		C	N	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	
AISI 202	12X17Г9АН4	≤0,15	0,25	17,0-19,0	4,0-6,0	7,5-10,0	-	≤1,0	-
AISI 309	20X23Н13	≤0,20	-	22,0-24,0	12,0-15,0	≤2,0	-	≤1,0	
AISI 310	20X23Н18	≤0,25	-	24,0-26,0	19,0-20,0	≤2,0	-	≤1,0	
654SMO	-	0,01	0,50	24,0	22,0	3,5	7,3		Cu
1.3964	-	0,02	0,27	20,5	15,4	4,3	3,2		Nb

Таблица 1.2 – Физико – механические свойства аустенитных коррозионно-стойких сталей

Марка стали		$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	PRE
AISI 301	07X16Н6	300	770	56	16
AISI 304	08X18Н10	270	600	55	18
AISI 304L	03X18Н11	260	580	55	18
AISI 304LN	-	310	640	55	21
AISI 321	08X18Н10Т	250	570	55	18
AISI 321Н	12X18Н10Т	225	550	40	18
AISI 316	-	260	590	50	24
AISI 316L	03X17Н14М3	260	570	50	24
AISI 316LN	-	300	620	50	26
AISI 347	08X18Н12Б	260	595	45	18
AISI 201	12X15Г9НД	430	775	65	15
AISI 202	12X17Г9АН4	350	700	40	17
AISI 309	20X23Н13	205	515	40	23
AISI 310	20X23Н18	205	515	40	23
654SMO	-	460	860	60	56
1.3964	-	460	800	40	35

Коррозионно-стойкие аустенитные стали в качестве конструкционного материала нашли применение в таких отраслях промышленности, как химическая и пищевая, общее и транспортное машиностроение, судостроение, нефте-, газодобывающая и перерабатывающая, медицина, а также при строительстве морских и прибрежных сооружений, плавучих и стационарных нефтедобывающих платформ и др. [1–3, 10]. Несмотря на высокую стоимость нержавеющей сталей в сравнении с низколегированными, их использование обуславливается неприменением защитных средств от коррозии, что способ-

ствует уменьшению веса конструкций, а также увеличению их долговечности за счет снижения потерь на коррозионный износ.

Однако, аустенитные нержавеющие стали, обладая высокой коррозионной стойкостью, а также пластичностью и вязкостью, не удовлетворяют современным требованиям по прочности. Повышение прочностных характеристик коррозионно-стойких сталей до уровня низколегированных высокопрочных сталей можно обеспечить за счет реализации различных механизмов упрочнения:

- твердорастворного – за счет легирования элементами, повышающими прочность твердого раствора;
- деформационного, зернограничного и дисперсионного, которые в комплексе обеспечиваются применением режимов термомеханической и термической обработки.

В связи с этим ниже рассмотрено влияние легирующих элементов на структуру и свойства аустенитных коррозионно-стойких сталей различных композиций легирования, а также влияние термомеханической и термической обработки на эволюцию структуры стали для обеспечения всех механизмов упрочнения.

Влияние легирующих элементов на свойства аустенитных сталей

Известно [11], что легирующие элементы оказывают влияние на дислокационную структуру стали, характер и величину межатомного взаимодействия, на энергию взаимодействия элементов внедрения с дислокациями, что в свою очередь, влияет на их подвижность. Также легирующие элементы оказывают влияние на энергию дефекта упаковки (ЭДУ), снижая или повышая ее значения, что способствует увеличению/снижению способности металла к деформационному упрочнению [12 – 14]. Снижение ЭДУ приводит к расщеплению дислокационных ядер, что затрудняет поперечное скольжение дислокаций и, таким образом, повышает сопротивление пластической деформации. ЭДУ существенно влияет на механические свойства аустенита в широком диапазоне температур. В аустенитных сталях легирующие элементы, которые снижают ЭДУ, способствуют повышению температуры начала рекристаллизации и сужению интервала кристаллизации. Дефекты упаковки являются центрами выделения когерентных фаз в аустенитных сталях в виде мелкодисперсных частиц карбидов, нитридов, карбо-

нитридов и др., которые препятствуют движению дислокаций и способствуют их размножению в процессе деформации, что приводит к повышению прочности стали. При этом коагуляция частиц вторичных фаз, выделяющихся на дефектах упаковки, происходит с меньшей скоростью, чем частиц, выделившихся на нерасщепленных дислокациях или в матричном твердом растворе [11].

В таблице 1.3 представлены основные легирующие элементы в коррозионно-стойких аустенитных сталях, и их влияние на свойства сталей.

Таблица 1.3 – Основные легирующие элементы в аустенитных коррозионно-стойких сталях [15–17]

Легирующий элемент			Влияние на свойства сталей
Хром	Cr	Ферритообразующий	Повышает коррозионную стойкость; Увеличивает растворимость азота
Никель	Ni	Аустенитообразующий	Повышает коррозионную стойкость; Снижает растворимость азота
Марганец	Mn	Аустенитообразующий	Увеличивает растворимость азота; Повышает прочность
Азот	N	Аустенитообразующий	Повышает прочность твердого раствора; Повышает коррозионную стойкость
Углерод	C	Аустенитообразующий	Повышает прочность твердого раствора; Снижает коррозионную стойкость
Молибден	Mo	Ферритообразующий	Повышает коррозионную стойкость
Ванадий	V	Ферритообразующий	Формирует стабильные карбиды и нитриды; Стабилизирует хром в матрице
Ниобий	Nb	Ферритообразующий	Формирует стабильные карбиды и нитриды; Стабилизирует хром в матрице

Азот в аустенитных сталях рассматривается в качестве легирующего элемента, позволяющего повысить комплекс служебных свойств [6]. Положительное влияние азо-

та на свойства аустенитных сталей было впервые обнаружено Фрезером и Кубишем в 1963 году [12, 13]. Исследования показали, что увеличение концентрации азота в стали приводит к росту предела текучести без ожидаемого снижения ударной вязкости. В работах [6, 12-14, 18-20] рассмотрено положительное влияние азота на структуру и свойства аустенитных коррозионно-стойких сталей. Азот является сильным стабилизатором аустенита, поэтому легирование им Fe-Cr-Ni, Fe-Cr-Ni-Mn сталей эффективно с точки зрения уменьшения содержания дефицитных легирующих элементов в аустенитных сталях, таких как никель, марганец и молибден, или вообще исключения этих элементов из состава стали. Легирование азотом способствует:

- повышению стабильности аустенита к превращению $\gamma \rightarrow \alpha$ при охлаждении и деформации, что позволяет аустенитным сталям быть маломагнитными;
- получению наряду с высокими прочностными свойствами высоких пластических свойств, что очень ценно для конструкционных сталей;
- измельчению зерна;
- повышению стойкости против межкристаллитной, питтинговой, щелевой и других видов коррозии, а также коррозионного растрескивания [20 – 26].

Эффективность легирования азотом обусловлена тем, что:

- атомный и ионный радиусы у азота меньше, чем у углерода, что позволяет повысить его растворимость в γ - и α -Fe;
- азот в кристаллической решетке железа проявляет тенденцию к упорядочению, что способствует более гомогенному распределению атомов замещения, тогда как углерод инициирует кластерообразование, преимущественно на границах зерен [12, 13];
- азот способствует увеличению концентрации электронов проводимости, что приводит к усилению металлического характера межатомного взаимодействия [12, 13]. Металлический характер межатомных связей приводит к уменьшению модуля сдвига, что предполагает повышенную подвижность дислокаций, а также способствует уменьшению удельной энергии дислокаций и уменьшению расстояния между дислокациями в плоских скоплениях. Блокирование дислокаций атомами азота в аустените более эффективно в сравнении с углеродом [13];
- азот понижает ЭДУ в кристаллической решетке железа, увеличивая степень расщепления дислокаций, и, следовательно, способствует деформационному упрочнению, тогда как углерод повышает ЭДУ;

– размер формирующихся нитридов значительно меньше, чем карбидов, что обуславливает их больший вклад в упрочнение, и растворение их происходит при более высоких температурах, что позволяет сохранять мелкое зерно при нагреве до более высоких температур [27 – 29].

Высокая эффективность легирования сталей азотом достигается в результате реализации всех механизмов упрочнения: твердорастворного, деформационного, дисперсионного и зернограничного [12 – 14, 30].

Влияние азота на механические свойства сталей иллюстрируют рисунки 1.1, 1.2.

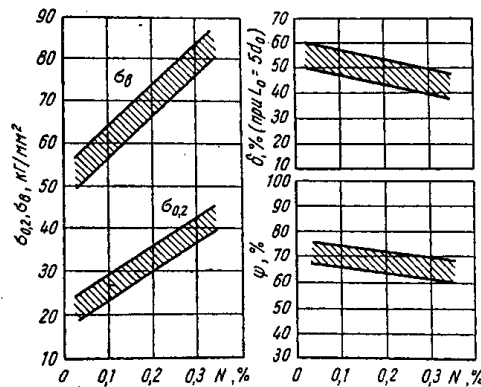


Рисунок 1.1 – Влияние азота на механические свойства малоуглеродистых аустенитных Cr-Ni (типа 18–10), Cr-Ni-Mo (типа 18–14–3) и Cr-Ni-Mn-Mo (типа 20–12–10–3) сталей [31]

Из рисунка 1.1 видно, что при увеличении содержания в стали азота происходит увеличение характеристик прочности и снижение пластических свойств, что указывает на упрочнение стали. Упрочнение пропорционально содержанию азота, растворенного в стали (рисунок 1.2), и эта зависимость носит близкий к линейному характер [2, 6, 17]. Повышение прочности аустенитных сталей при введении азота связано со значительными статическими искажениями кристаллической решетки и изменениями параметров его тонкой кристаллической структуры [31]. С увеличением концентрации азота в γ -твердом растворе увеличивается параметр кристаллической решетки и снижается ЭДУ, наблюдается тенденция к измельчению блоков мозаичной структуры и повышению уровня микроискажений [27]. Аустенитные стали, легированные азотом, в результате пластической деформации упрочняются более интенсивно, чем стали, не содержащие азот. Азот сильно повышает устойчивость аустенита хромоникелевой стали к пре-

вращению в мартенсит при пластической деформации. Упрочнение аустенитных сталей за счет легирования азотом сохраняется и при повышенных температурах. Также азот повышает длительную прочность и увеличивает сопротивление ползучести.

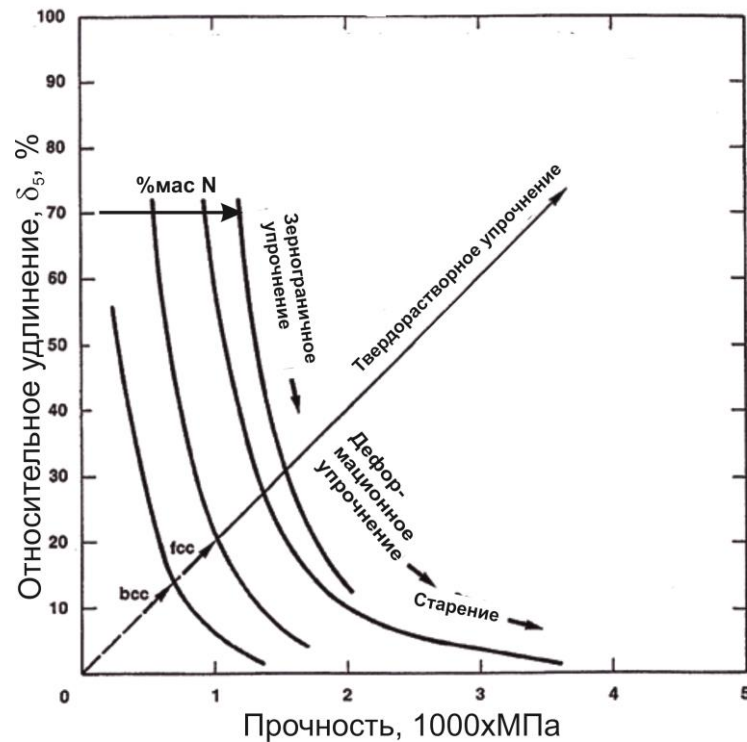


Рисунок 1.2 - Влияние азота на прочность и пластичность при реализации различных механизмов упрочнения [17].

Коэффициент диффузии азота меньше, чем у углерода, что приводит к изменению температурно-временных параметров выделения избыточных фаз, способствует замедлению зарождения и роста частиц вторичных фаз по границам зерен, что в свою очередь объясняет повышение стойкости сталей к межкристаллитной коррозии (МКК). Введение азота способствует расширению области пассивации и позволяет повысить потенциалы пробоя, снижая токи коррозионных процессов в области активного растворения [2].

Авторы [2, 6] указывают, что при открытой выплавке в коррозионно-стойких сталях в зависимости от системы легирования может растворяться до 0,7% N в твердом состоянии:

- в сталях на Fe-Cr-Ni основе (типа 18-10) эта величина составляет 0,25 – 0,30%;
- в сталях Fe-Cr-Ni-Mn системы легирования – 0,35–0,45%;
- в сталях Fe-Cr-Mn растворимость азота достигает 0,7% при нормальном атмосферном давлении.

Однако, существует ряд недостатков при легировании аустенитных сталей азотом. Одной из технологических проблем изготовления азотсодержащих сталей является образование газовых пузырей при кристаллизации и затвердевании слитка, поскольку азот является газообразным легирующим элементом, а также растворимость его в твердом и жидком металле существенно различается. Азот проявляет склонность к ликвации при кристаллизации стального слитка. В процессе кристаллизации и затвердевания даже при высоких скоростях охлаждения выделяются нитриды. Их количество тем больше, чем ниже скорость охлаждения слитка и выше содержание азота в стали. Чем выше температура их образования и ниже скорость охлаждения, тем они крупнее и меньше растворяются при последующих технологических нагревах [32]. Также аустенитным азотсодержащим сталям Fe-Cr-Mn композиции легирования, особенно со «сверхравновесным» содержанием азота, присущ ряд особенностей структурно-фазового строения, такой как прерывистый распад твердого раствора с образованием перлитоподобных колоний нитрида Cr_2N в интервале температур 600–1000 °С, что приводит к снижению ударной вязкости [3, 7, 8, 33, 34]. Увеличение содержания азота приводит к появлению хрупко-вязкого перехода, который не характерен для обычных аустенитных сталей, и может повышать его температуру [35, 36]. Присутствие азота в стали требует ограничения погонной энергии сварки во избежание выпадения карбонитридов по границам зерен, что может приводить к снижению пластичности и вязкости сварного шва и повышению чувствительности к концентраторам напряжений. В свариваемых азотсодержащих сталях необходимо более строго ограничивать концентрацию углерода, содержание которого должно быть не более 0,03–0,04%. Получение низкой концентрации углерода в стали создает определенные трудности при выплавке [37].

Легирование хромом. В основном хром добавляют для повышения коррозионной стойкости. Согласно работам [5, 16, 38] легко пассивирующимися металлами являются хром, никель, молибден, титан. Легирование этими элементами слабопассивирующихся металлов, например железа, придает этим металлам способность к пассивации при условии образования твердых растворов. При переходе в пассивное состояние электродный потенциал увеличивается, а, следовательно, повышается и коррозионная стойкость стали.

При добавлении хрома на поверхности стали образуется плотная оксидная пленка $(\text{Fe, Cr})_2\text{O}_3$. При содержании хрома более 12% сталь называется коррозионно-стойкой.

Хром также является ферритообразующим элементом. Как сильный карбидообразователь хром участвует в формировании карбидов типа $Me_{23}C_6$, которые могут быть дополнительно легированы такими элементами, как железо и молибден. Карбиды такого типа содержат в четыре раза больше атомов металла (хрома), чем атомов углерода, который более чем в четыре раза меньше атома хрома. Поэтому из твердого раствора выходит в 16 раз больше хрома, чем углерода, что способствует обеднению твердого раствора хромом, и как следствие, снижению коррозионной стойкости. В азотсодержащих сталях формируется нитрид Cr_2N . Хром также активно участвует в образовании интерметаллидов, которые охрупчивают стали. Наиболее распространена сигма-фаза (σ - фаза), которая характерна для высокохромистых нержавеющей сталей [39 – 41].

Легирование никелем. Никель является аустенитообразующим элементом, при введении в сталь которого область существования аустенита в устойчивом состоянии может быть расширена вплоть до комнатной температуры. Присутствие никеля в стали повышает сопротивление к общей коррозии, однако, снижает сопротивляемость к коррозионному растрескиванию под напряжением (SCC). Никель упрочняет твердый раствор, увеличивает пластичность и вязкость стали, но снижает растворимость азота в стали. Комплексное легирование сталей хромом и никелем способствует сохранению аустенитной структуры вплоть до температур значительно ниже комнатной, что позволяет получать однофазные хромоникелевые стали, стойкие в агрессивных средах [3, 5, 37, 38].

Легирование марганцем. Марганец способствует стабилизации аустенитной структуры, его эффективность зависит от уровня содержания никеля. Также марганец увеличивает растворимость азота в сталях как в жидком, так и в твердом состоянии. Марганец способствует предотвращению образованию горячих кристаллизационных трещин, за счет большей активности в сравнении с железом при образовании сульфидов (MnS) [3, 5, 37, 38].

Легирование молибденом. Молибден ферритообразующий элемент, способствующий стабилизации феррита. В аустенитные стали молибден добавляют в количестве не более 6% для увеличения коррозионной стойкости, особенно против питтинговой и щелевой коррозии. Молибден способствует повышению прочности при высоких температурах [3, 5, 37, 38].

Ниобий и ванадий способствуют упрочнению сталей за счет формирования мелкодисперсных частиц вторичных фаз (карбидов, нитридов и карбонитридов), что также способствует стабилизации хрома в аустенитной матрице и препятствует обеднению хромом границ зерен, что способствует увеличению стойкости против МКК [3, 5, 37, 38].

1.2 Особенности формирования структуры аустенитных азотсодержащих сталей в зависимости от композиции легирования

1.2.1 Формирование структуры аустенитных сталей, в том числе азотсодержащих, в процессе кристаллизации

Для прогнозирования фазового состава сталей существуют структурные диаграммы, наиболее известной из которых является диаграмма Шеффлера [5, 16], построенная изначально для металла сварных швов (рисунок 1.3). Авторами в работах [39, 42] представлена история создания и эволюции диаграммы Шеффлера. Фазовый состав сталей определяется расчетом хром- ($Cr_{\text{экв}}$) и никель-эквивалентов ($Ni_{\text{экв}}$), учитывающих влияние аустенито- и ферритообразующих элементов (формулы (1) и (2)). Таким образом, установлено расположение одно- и многофазных областей в зависимости от величины никелевого и хромового эквивалентов.

$$Ni_{\text{экв}} = Ni + 0,5Mn + 30C \quad (1)$$

$$Cr_{\text{экв}} = Cr + Mo + 1,5Si + 0,5Nb + 2Ti \quad (2)$$

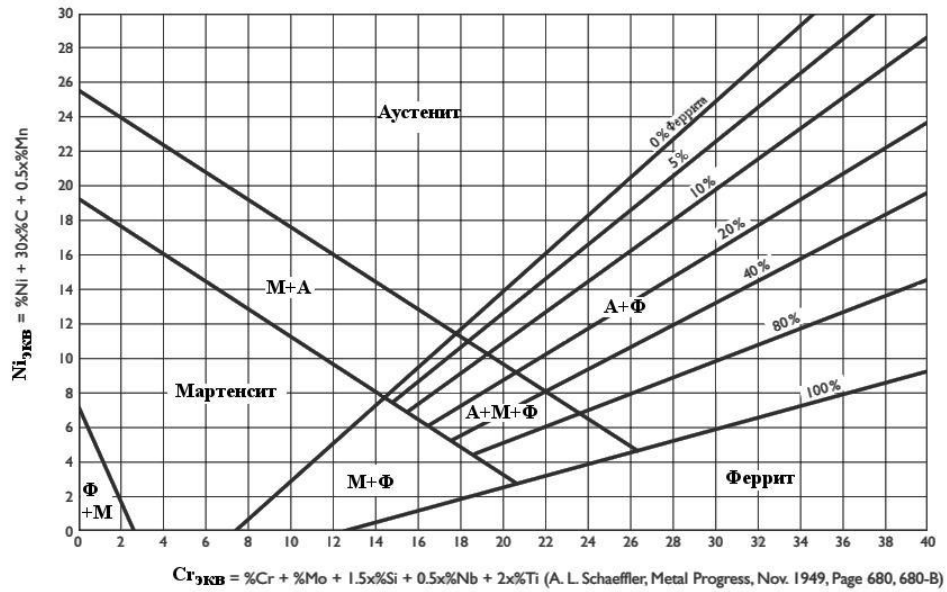


Рисунок 1.3 – Диаграмма Шеффлера [5, 16].

В процессе развития промышленности и увеличения потребности в сталях, соответствующих возрастающим требованиям потребителей, разрабатываются новые марки сталей на хромоникелевомарганцевой основе. В связи с этим постоянно уточняются коэффициенты $Cr_{экв}$ и $Ni_{экв}$.

Делонг [39, 42] предложил уточнить часть диаграммы Шеффлера в области аустенитных сталей серии AISI 300, которая позволила бы более точно прогнозировать количество δ -феррита. Также при расчете $Ni_{экв}$ было учтено влияние азота, что повлияло на расположение линий на диаграмме.

$$Ni_{экв} = Ni + 0,5Mn + 30C + 30N \quad (3)$$

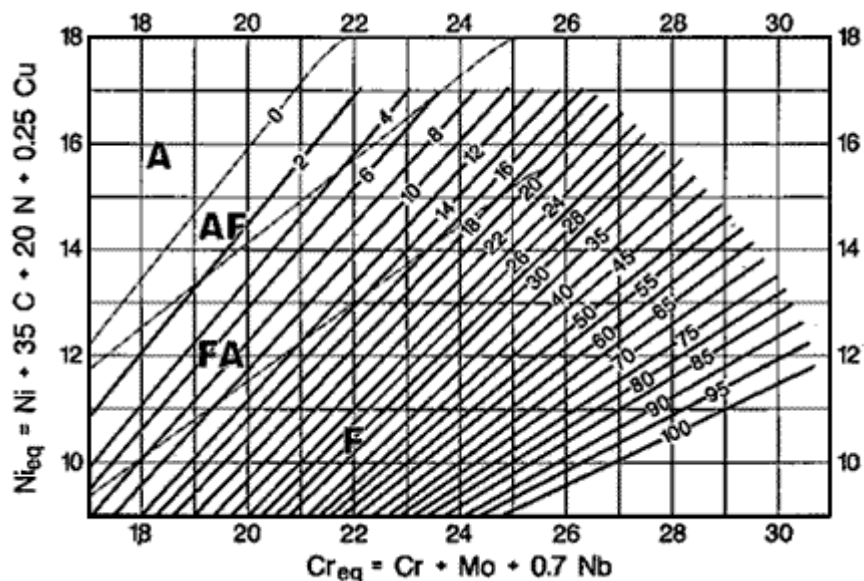


Рисунок 1.4 - Диаграмма Делонга [39].

В частности, М.О. Шпайделем была модифицирована диаграмма Шеффлера для коррозионно-стойких сталей, легированных азотом [29] (рисунок 1.5). Хромовый и никелевый эквиваленты рассчитываются по формулам (4), (5):

$$Ni_{\text{ЭКВ}} = Ni + Co + 0,1Mn - 0,01Mn^2 + 18N + 30C \quad (4)$$

$$Cr_{\text{ЭКВ}} = Cr + 1,5Mo + 1,5W + 0,48Si + 2,3V + 1,75Nb \quad (5)$$

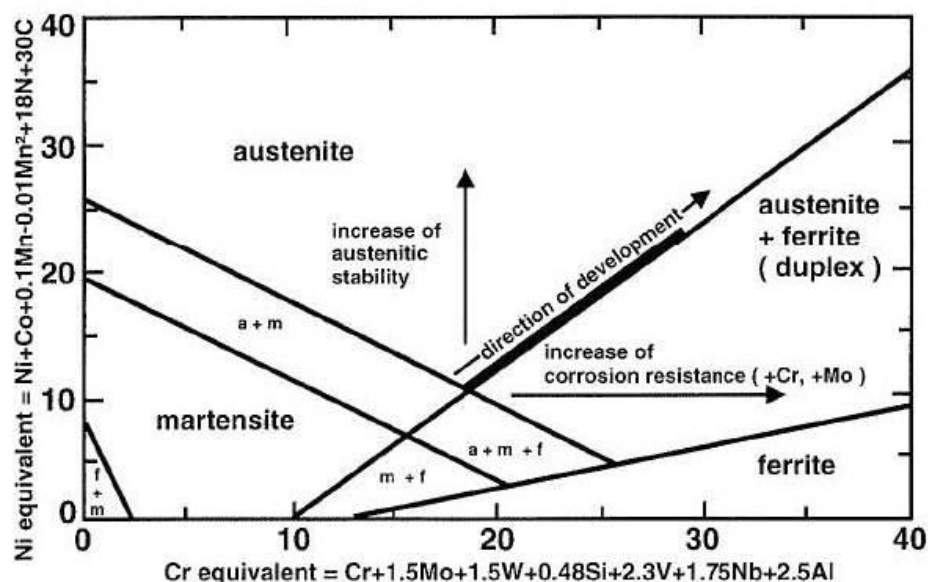


Рисунок 1.5 - Диаграмма Шеффлера – Шпайделя [43].

Следует отметить, что все разработанные и модифицированные структурные диаграммы не учитывают металлургическую наследственность аустенитной области [44]. Авторы работ [45–50] отмечают, что механизмы кристаллизации и затвердевания аустенитных сталей зависят от химического состава и скорости кристаллизации, которые оказывают влияние на последующую эволюцию структуры. В работах [39, 46, 49, 50] авторы определили критерии, основанные на соотношении $Cr_{\text{ЭКВ}}/Ni_{\text{ЭКВ}}$, в зависимости от которых определены четыре механизма кристаллизации от А до АФ, представленные в таблице 1.4 и на рисунках 1.6, 1.7: аустенитный (А), аустенитно-ферритный или основной аустенитный (АФ), ферритно-аустенитный или основной ферритный (ФА) и ферритный (Ф). Типы кристаллизации ФА и Ф соответствуют первичному образованию δ -феррита, который в дальнейшем претерпевает превращения вследствие нестабильности при более низких температурах. Таким образом, один и тот же конечный фазовый состав структуры может быть получен в результате реализации различных механизмов кристаллизации и затвердевания металла. При этом следует учесть, что расчетные соот-

ношения $Cr_{\text{ЭКВ}}/Ni_{\text{ЭКВ}}$ были вычислены по соответствующим формулам $Cr_{\text{ЭКВ}}$ и $Ni_{\text{ЭКВ}}$ диаграммы Делонга.

Таблица 1.4 – Механизмы кристаллизации и затвердевания [39, 51]

$Cr_{\text{ЭКВ}}/Ni_{\text{ЭКВ}}$	Реакция	Тип кристаллизации	Микроструктура
$Cr_{\text{ЭКВ}}/Ni_{\text{ЭКВ}} < 1,25$	$Ж \rightarrow Ж + A \rightarrow A$	A	Полностью аустенитная с четкой структурой кристаллизации
$1,25 < Cr_{\text{ЭКВ}}/Ni_{\text{ЭКВ}} < 1,48$	$Ж \rightarrow Ж + A \rightarrow Ж + A + \Phi \rightarrow A + \Phi_{\text{ост}}$	AΦ	Феррит по границам ячеек и дендритов
$1,48 < Cr_{\text{ЭКВ}}/Ni_{\text{ЭКВ}} < 1,95$	$Ж \rightarrow Ж + \Phi \rightarrow Ж + \Phi + A \rightarrow A + \Phi_{\text{ост}}$	ΦA	Скелетная и/или пластинчатый феррит, образовавшийся при превращении из феррита в аустенит
$Cr_{\text{ЭКВ}}/Ni_{\text{ЭКВ}} < 1,95$	$Ж \rightarrow Ж + \Phi \rightarrow \Phi \rightarrow \Phi_{\text{ост}} + A$	Φ	Игольчатый феррит или ферритная матрица с аустенитом по границам зерен и пластинками структуры Видманштетта

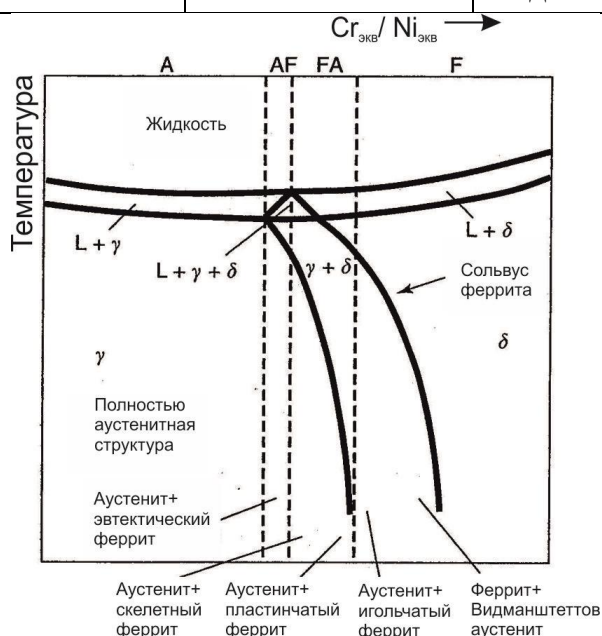


Рисунок 1.6 - Соотношение типов кристаллизации на псевдобинарной фазовой диаграмме системы Fe–Cr–Ni [39].

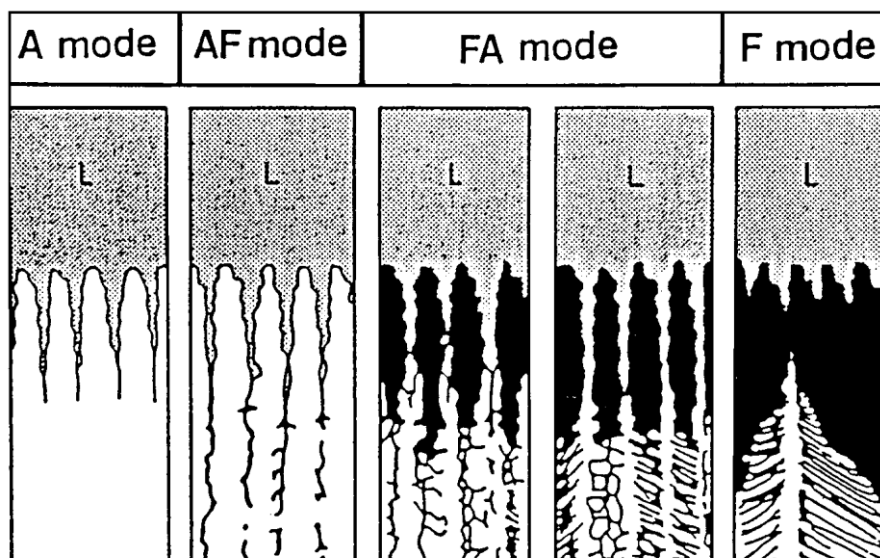


Рисунок 1.7 - Механизмы формирования аустенитных сталей [39].

Авторами [44, 52] с помощью термодинамического моделирования усовершенствована диаграмма Шеффлера – Шпайделя, на которой в области аустенита учтены механизмы его образования (рисунок 1.8). В результате проведения исследований в работах [44, 52] установлено, что кристаллизация через первичный аустенит приводит к консервации химической неоднородности, в то время как кристаллизация через первичный δ -феррит с последующим его полиморфным превращением в аустенит способствует «размытию» дендритной структуры и выравниванию химического состава стали в процессе затвердевания и последующей термической обработки.

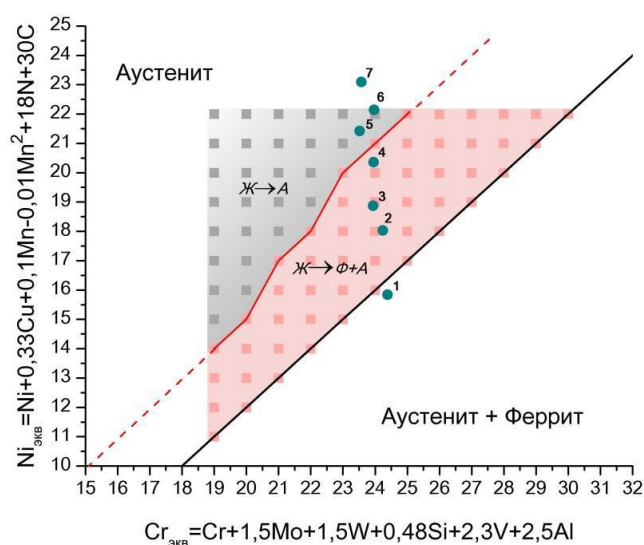


Рисунок 1.8 – Модифицированная диаграмма Шеффлера – Шпайделя [44].

1.2.2 Формирование вторичных фаз в аустенитных сталях и их влияние на структурообразование

Высокопрочная азотсодержащая коррозионно-стойкая сталь относится к классу аустенитных сталей, в которой вследствие сложного комплекса легирования могут образовываться вторичные фазы, которые будут оказывать как положительное, так и отрицательное влияние на физико-механические свойства. Физическая природа и свойства вторичных фаз во многом определяют их поведение в сталях.

В таблице 1.5 приведены все возможные вариации вторичных фаз, встречающихся в коррозионно-стойких сталях.

Таблица 1.5 – Фазы, встречающиеся в коррозионно-стойких сталях [3, 7, 8, 33, 53]

Фаза	Формула химического соединения	Кристаллическая решетка	Параметр кристаллической решетки, нм	Температура формирования фазы, °С
α		ОЦК	$a = 0,286-0,288$	
α'_{Cr}		ОЦК	$a = 0,286-0,288$	300-525
γ		ГЦК	$a = 0,358-0,362$	
σ	$(Fe, Ni)_x(Cr, Mo)_y$	Тетрагональная	$a = 0,87 - 0,92$ $c = 0,4554 - 0,48$	600-1000
χ	$Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$ $(Fe, Ni)_{36}Cr_{18}Mo_4$	ОЦК	$a = 0,881 - 0,895$	700-900
η (фаза Лавеса)	Fe_2Mo ; Fe_2Nb	Тетрагональная	$a = 0,473 - 0,483$ $c = 0,772 - 0,786$	
R	$Fe_{22}Mo_{18}Cr_{13}$ $(Fe, Ni)_{10}Cr_5Mo_3Si_2$	Гексагональная	$a = 1,090$ $c = 1,934$	550-650
π	$Fe_7Mo_{13}N_4$	Кубическая	0,647	550-600
G	$Ni_{16}Nb_6Si_7$, $Ni_{16}Ti_6Si_7$, $(Fe, Ni, Cr)_{16}(Nb, Ti)_6Si_7$	ГЦК	$a = 1,115-1,120$	<500
Z	$CrNbN$	Тетрагональная	$a = 0,3037$ $c = 0,7391$	
M_2N	$(Cr, Fe)_2N$	Гексагональная	$a = 0,478 - 0,480$ $c = 0,444 - 0,447$	550-1000
MN	ZrN , TiN , NbN , VN , CrN	Кубическая	$a = 0,4131-0,4698$	550-
$M_{23}C_6$	$(Fe, Cr, Mo)_{23}C_6$	ГЦК	$a = 1,056-1,068$	550-1000
MC	$(Ti, Nb, V)C$	Кубическая	$a = 0,4131-0,4698$	
M_6C	$(Fe, Mo, Nb, Cr, Si)_6C$	ГЦК	$a = 1,085-1,128$	
M_7C_3	$(Fe, Cr)_7C_3$	Сложная гексагональная	$a = 1,398$ $c = 0,4523$	

Сигма-фаза (σ)

В высокохромистых сталях при замедленном охлаждении ниже 800°C в структуре возможно появление новой фазы - σ -фазы, которая представляет собой интерметаллид, имеющий переменный состав $(\text{Fe, Ni})_x(\text{Cr, Mo})_y$ (содержит около 45% Cr), с тетрагональной решеткой с 30 атомами на ячейку [33, 54]. σ -фаза является твердой и хрупкой фазой, немагнитна при комнатной температуре.

Большинство ферритообразующих элементов, например, молибден и кремний, смещают область существования σ -фазы в сторону более низкого содержания хрома. Аналогичное воздействие могут оказывать и некоторые аустенитообразующие элементы – никель, марганец – что позволяет σ -фазе адсорбировать до 10% Ni и до 35% Mn [38]. Также никель и марганец способствует повышению температуры образования σ -фазы до 900 – 1000°C, в то время как в двойных системах Fe–Cr температурный интервал процесса сигматизации составляет 600 – 820°C. Молибден оказывает неоднозначное влияние на кинетику сигмаобразования. Атомы молибдена входят в решетку σ -фазы, увеличивая тем самым ее параметры, что способствует ускорению процесса распада δ -феррита. Но также, молибден снижает диффузионную подвижность легирующих элементов в твердом растворе, что приводит к замедлению процессов зародышеобразования σ -фазы. Тормозящее воздействие молибдена в наибольшей степени проявляется при относительно низких температурах – 700–750°C, в то время как при более высоких – 850–900°C – проявляется его ускоряющее влияние [38, 54]. Ниобий, связывая углерод и азот в стабильные карбиды и нитриды, способствует повышению концентрации хрома в твердом растворе. Кроме того, что ванадий является сильным карбидо- и нитридообразующим элементом, подобно ниобию, он может замещать атомы хрома в решетке σ -фазы, что также приводит к некоторому ускорению процесса образования последней.

Влияние углерода и азота, как наиболее эффективных аустенитообразующих элементов, на кинетику сигмаобразования обусловлено тем, что они входят в состав карбидов и нитридов хрома, уменьшая его концентрацию в твердом растворе. Наличие в высокохромистых аустенитных сталях карбидов типа Me_{23}C_6 , располагающихся по границам зерен, всегда ускоряет процесс сигматизации за счет их коагуляции и дальнейшего превращения по достижении частицами критического размера [54].

Температура полного растворения σ -фазы в значительной мере зависит от химического состава стали.

σ -фаза является наиболее вредной, поскольку ухудшает механические свойства, приводя к охрупчиванию, и снижает коррозионную стойкость нержавеющей сталей, вследствие уменьшения содержания хрома и молибдена на границах зерен. После выпадения σ -фазы сталь становится склонной к локальным видам коррозии и МКК [41].

Карбиды и нитриды.

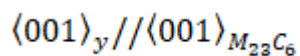
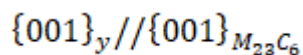
Формирование частиц вторичных фаз типа МС [8] происходит в случае легирования аустенитных сталей карбидообразующими элементами такими как V, Nb, Ti и др. Введение этих элементов способствует повышению сопротивления стали межкристаллитной коррозии путем стабилизации хрома в матрице. Частицы МС имеют кубическую решетку типа NaCl, они мелкодисперсные и обычно формируются в теле зерна на дислокациях, дефектах упаковки, двойниках, а также на границах зерен. Эти частицы имеют кубическую форму, наблюдаются преимущественно после операции старения. Часто в состав частиц входят несколько карбидообразующих элементов, например (Nb+V), (Ti+Nb) и др. Также часть атомов углерода может быть замещена атомами азота, который снижает параметр решетки карбида. Такие частицы называют карбонитридами – М(С, N). Вторичные фазы типа МС более стабильны, чем $M_{23}C_6$, образуются при более высоких температурах (таблица 1.5). Формирование этих частиц способствует связыванию углерода в соединения и препятствует образованию $M_{23}C_6$. По размеру данные частицы можно разделить на две группы:

- крупнодисперсные – 1–10 мкм;
- мелкодисперсные – 5–500 нм.

Мелкодисперсные частицы, располагающиеся в теле зерен, приводят к упрочнению матрицы, при этом не снижая пластичности [7, 8, 16, 38]. Также они препятствуют росту зерна аустенита при термической обработке.

Карбиды типа $M_{23}C_6$ в основном относят к карбидам хрома – $Cr_{23}C_6$, однако, часто в их составе часть атомов хрома замещена атомами Ni, Mo и Fe. Карбиды такого типа имеют гранецентрированную кубическую решетку и часто встречаются в нестабилизированных аустенитных коррозионно-стойких сталях типа 18–10. Частицы $M_{23}C_6$ располагаются преимущественно на границах зерен и двойников, встречаются также и в теле

зерна на дислокациях [7, 8]. Внутри зерен рост частиц осуществляется в ориентационном соотношении с аустенитной матрицей:



Карбиды, образующиеся на границах зерен, также имеют определенное ориентационное соотношение с матрицей, но растут в зерно, с которым этих соотношений не имеют [7, 8, 33]. Карбид $M_{23}C_6$ обычно формируется первым в аустенитных нержавеющих сталях при термической обработке в интервале температур 650–750°C. Наличие в сталях карбидов $M_{23}C_6$ нежелательно, поскольку располагаясь по границам зерен и двойников, они приводят к обеднению приграничной зоны хромом, вследствие чего, снижается коррозионная стойкость, особенно стойкость к межкристаллитной коррозии. Также карбиды данного типа достаточно крупные и хрупкие, что негативно сказывается на прочности и пластичности стали.

В азотсодержащих сталях формируются нитриды, которые можно разделить на два типа:

- первичные нитриды MN (где M – Nb, V, Ti) – формируются в стабилизированных ниобием, титаном, ванадием сталях;
- вторичные нитриды M_2N (где M – Cr, Fe) – в основном это Cr_2N , но также в них часть атомов хрома может быть замещена атомами железа.

Нитриды типа MN характерны для сталей, содержащих до 0,1% N, стабилизированных ванадием и ниобием, имеют кристаллическую решетку аналогичную карбидам типа MC, но параметр решетки меньше (таблица 1.5). В состав нитридов типа MN в малом количестве могут входить такие элементы, как железо, хром и никель. Нитриды более стабильны, чем карбиды, и практически не растворяются при термической обработке на твердый раствор.

Нитриды M_2N характерны для аустенитных сталей с концентрацией азота более 0,1%, имеют гексагональную кристаллическую решетку. При температуре ниже 1000°C нитриды типа M_2N начинают выделяться из твердого раствора.

При содержании азота более 0,4% в аустенитных сталях Cr-Ni, Cr-Mn и Cr-Mn-Ni композиций легирования проявляется склонность к выделению в них нитридов типа M_2N при 500–900°C по механизму прерывистого распада [55]. Такое проявление нестабильности аустенита обусловлено в большей степени увеличением степени пересыще-

ния γ -твердого раствора азотом. Прерывистый распад пересыщенного азотом твердого раствора происходит с образованием перлитоподобных колоний типа «нитрид Cr_2N – аустенит с равновесным содержанием азота». Выделение частиц приводит к обеднению матрицы азотом и потере его стабильности, что, в свою очередь, может привести к образованию δ -феррита с последующим его распадом на σ -фазу - аустенит при операциях старения. В результате прерывистого распада γ -твердого раствора происходит снижение пластичности и ударной вязкости, а также ухудшаются свариваемость и коррозионная стойкость стали.

Z-фаза – нитрид, который формируется в стабилизированном ниобием аустените при содержании азота более 0,4% (таблица 1.5) [7, 8, 33]. Z-фаза может также содержать молибден. Частицы Z-фазы встречаются в теле и на границах зерен после термической обработки в широком интервале температур 600–1200°C [7].

Таким образом, в процессе кристаллизации и затвердевания высоколегированных сталей формируются фазы различного состава и морфологии, оказывающие как положительное, так и отрицательное влияние на структуру и свойства, что необходимо учитывать при разработке режимов дальнейших технологических переделов.

1.3 Особенности формирования структуры аустенитных сталей при высокотемпературной термомеханической обработке

В настоящее время широкое распространение в промышленности получила высокотемпературная термомеханическая обработка (ВТМО) стали, которая является одним из наиболее эффективных способов упрочнения сталей за счет получения различных сочетаний структуры и физико-механических свойств [56, 57]. В зависимости от изменения таких термомеханических параметров, как температура, скорость, степень и дробность деформации, продолжительность междеформационных пауз, в стали формируются структуры горячего наклепа, динамического (статического) возврата, динамической (статической) полигонизации и динамической (статической) рекристаллизации [56, 58, 59]. Также изменяются морфология, размер и состав выделений вторичных фаз, происходят диффузионные превращения и т.п.

Горячую пластическую деформацию проводят при температурах $\geq 0,5T_{пл}$ и сравнительно больших скоростях (10^{-3} – 10^3 с $^{-1}$) [56, 59]. При таких скоростях возможно создание адиабатических условий при горячей деформации, влияние этого фактора необходимо учитывать при объяснении структурных изменений в процессе ВТМО, а следовательно, и изменений прочности и пластичности (вязкости) металлов при такой обработке [56].

При ВТМО в стали параллельно осуществляются два конкурирующих процесса упрочнения и разупрочнения, последний обусловлен возвратом и рекристаллизацией непосредственно в ходе деформации, а также при последующем охлаждении. Скорость их зависит от многих факторов: температуры, степени и скорости деформации, энергии дефектов упаковки, исходного структурного состояния, фазового состава и т.д. Поэтому степень реализации каждого из этих процессов, а также результирующую вклад в структуру, находятся в сложной зависимости от перечисленных выше факторов [58–60].

Процессами, отвечающими за формирование зеренной структуры аустенитных сталей, не испытывающих полиморфного превращения, являются деформация и последующая рекристаллизация. В случае, когда рекристаллизация проходит не в полном объеме, формируется разнотернистая структура, которая не позволяет обеспечить удовлетворительный уровень механических и эксплуатационных свойств [61, 62]. Для получения однородной мелкозернистой структуры в результате ВТМО необходимо определить граничные условия протекания процессов структурообразования, которые требуют глубокого изучения закономерностей формирования структуры при горячей пластической деформации. В процессе горячей пластической деформации связь между напряжением, степенями и скоростями деформации неоднозначна, и механические свойства сталей в значительной степени определяются тем законом, по которому происходит развитие деформации во времени [63, 64].

1.3.1 Динамическая и метадинамическая рекристаллизация

Непосредственно в процессе горячей прокатки разупрочнение может осуществляться за счет динамического возврата и динамической рекристаллизации (ДР) [56–60, 65]. Разными исследователями сформулированы различные определения рекристаллизации [58–60, 65–67], однако, общим для всех является выполнение условия – наличие

практически бездефектного объема, ограниченного большеугловыми границами, соседствующего с деформированной матрицей.

Для сталей с низкой энергией дефектов упаковки (ЭДУ) характерно протекание преимущественно процесса ДР с формированием зародышей рекристаллизации на образующихся выступах (языках) на границах зерен, двойниках деформации или отжига, полосах сдвига, в тройных стыках и их последующий рост [58, 59, 65] по механизму SIBM (strain induced boundary migration) (рисунок 1.9 а), кинетика которого впервые описана в работе Бейли – Хирша [58, 65, 68]. Ряд авторов называют такой тип рекристаллизации в процессе горячей деформации, как прерывистая динамическая рекристаллизация [65, 68 - 73].

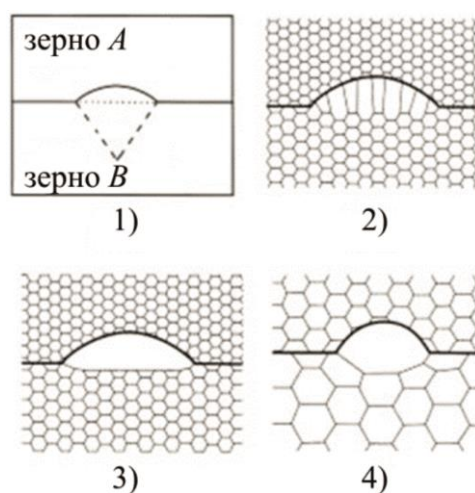


Рисунок 1.9 – Схема формирования зародыша в процессе динамической рекристаллизации согласно механизму SIBM [71].

В работе [74] представлено схематическое изображение послойного формирования зародышей в процессе ДР по механизму Бейли – Хирша в зависимости от достигаемой степени горячей деформации в соответствии с диаграммой деформации (рисунок 1.10). Процесс ДР начинается при достижении критической степени деформации ε_c (рисунок 1.10 а, е), необходимой для достижения достаточной энергии деформации и образования зародышей рекристаллизации. Движущей силой процесса формирования зародыша рекристаллизации и последующего его роста является разность в плотности дефектов в соседних зернах, которая пропорциональна накопленной энергии [68]. При степени деформации $\varepsilon_c < \varepsilon < \varepsilon_p$ рекристаллизованные зерна с пониженной плотностью

дислокаций и, соответственно, пониженной прочностью занимают небольшую часть объема металла, еще продолжается рост напряжения течения (рисунок 1.10 а, б, е). При достижении некоторой пороговой степени деформации $\varepsilon = \varepsilon_p > \varepsilon_c$, при которой образуется пик напряжений на кривых «напряжение – деформация», формируются так называемые «ожерельные структуры» в виде мелких рекристаллизованных зерен, окаймляющих исходное деформированное зерно (рисунок 1.10 б, е). С ростом степени деформации $\varepsilon > \varepsilon_p$ увеличивается суммарный объем рекристаллизованных участков – разупрочнение компенсирует деформационное упрочнение, что приводит к падению напряжения течения. При этом, когда места по границам исходного зерна заканчиваются, зарождение происходит по границам новых сформировавшихся зерен, которые подвергаются деформации с увеличением плотности дислокаций, что приводит к образованию новых зародышей рекристаллизации и формированию нового слоя (рисунок 1.10 в, г, е). Достижение степени деформации $\varepsilon = \varepsilon_s$, соответствующей выходу напряжения течения на установившуюся стадию, показывает, что материал полностью рекристаллизован [58–60, 65, 66, 74, 75].

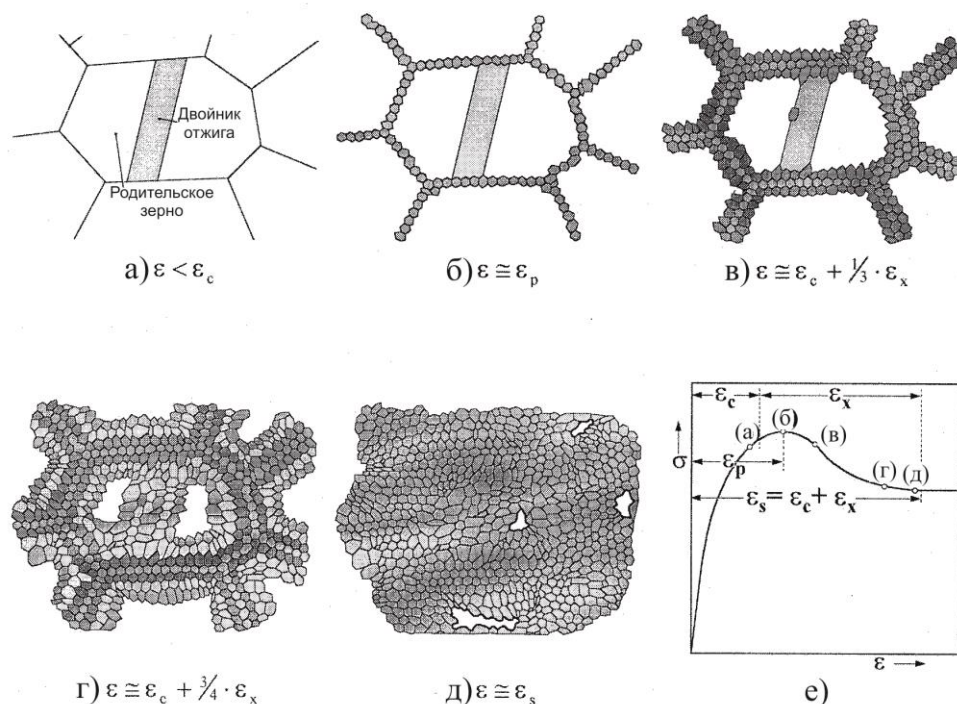


Рисунок 1.10 – Эволюция микроструктуры в процессе горячей деформации [74]:

ε_c – критическая степень деформации, соответствующая началу ДР;

ε_p – пороговая степень деформации, соответствующая пику напряжений; ε_s – степень деформации, соответствующая установившейся стадии пластического течения;

ε_x – степень деформации, соответствующая одному циклу ДР.

Авторы [69, 70] описывают образование зародышей динамической рекристаллизации, аналогично механизму Бейли – Хирша, отмечая при этом, что формируются субграницы со среднеугловыми ориентировками или двойниковые границы, отсекающие выпуклые участки от исходного деформированного зерна. В процессе дальнейшей деформации большеугловые границы способны к миграции на большие расстояния, а среднеугловые субграницы могут увеличивать разориентировки, тем самым формируя зародыш рекристаллизации (рисунок 1.11).

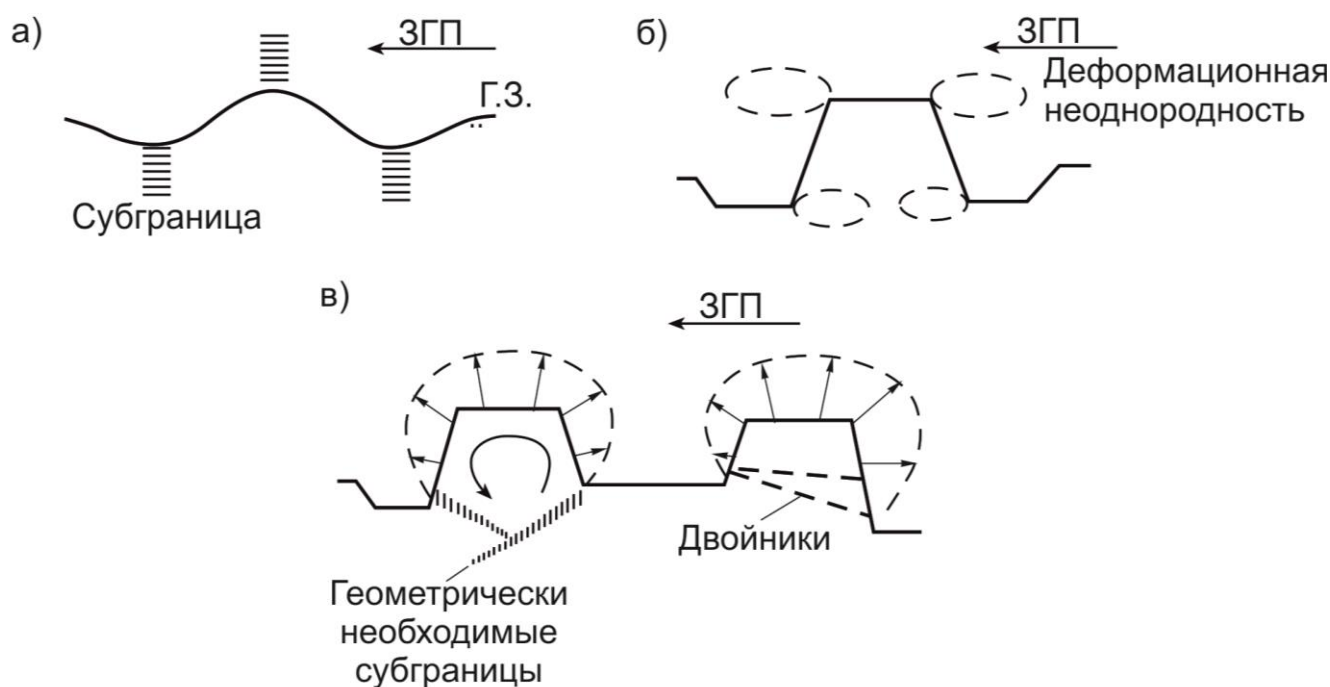


Рисунок 1.11 – Схематическое изображение формирования нового рекристаллизованного зерна [68, 70]: а) – выгибание границ зерен за счет пластических градиентов вдоль них; б) – локальная миграция отдельных участков границ зерен; в) – формирование замкнутых зародышей рекристаллизации.

Сразу после снятия нагрузки при условии достижения критической степени деформации для начала ДР в деформированной матрице формируются зародыши рекристаллизации, которые начинают расти без инкубационного периода при последующей изотермической выдержке. Такой процесс получил название метадинамической рекристаллизации (МДР) [58]. Также в горячедеформированном металле при его последующей выдержке при температуре деформации или в процессе охлаждения наряду с МДР может идти статическая рекристаллизация (СР). Определение температурно–временных характеристик постдинамических процессов рекристаллизации, а именно инкубацион-

ный период τ_0 и время завершения τ_p СР и/или МДР, позволяют определить пройдут ли процессы разупрочнения в технологических паузах ВТМО между последовательными деформациями или во время охлаждения деформированного металла [75].

Определение критических условий для начала ДР

Известно [58–60, 63–65], что горячая деформация металлов контролируется такими параметрами как температура и скорость деформации. Основная модель горячей деформации, описывающая зависимость между напряжением течения, скоростью и температурой деформации, предложена Джонасом, Селларсом и Тегартом (Jonas, Sellars and Tegart). Реологические свойства материала могут быть описаны с использованием параметра Зинера – Холломона, Z – показатель температурно-компенсирующий скорость деформации. Он позволяет, на основании уравнения Аррениуса, установить взаимосвязь между сопротивлением деформации, температурой и скоростью деформирования:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = AF(\sigma) \quad (6)$$

$\dot{\epsilon}$ – скорость деформации, s^{-1} ;

T – температура деформации, К;

R – газовая постоянная, 8,314 Дж/мольК;

Q – энергия активации процесса, контролирующего деформацию;

A – константа материала.

Физический смысл параметра Зинера – Холломона заключается в том, что чем больше Z , тем более высокие напряжения течения возникают при меньшем числе термически активированных элементарных актов процесса на единицу деформации [60, 88].

Согласно работам [58, 59, 76–86], функция напряжения течения может быть описана как функция гиперболического синуса для всех уровней напряжения течения:

$$F(\sigma) = [\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad \text{для всех } \sigma; \quad (7)$$

При низких напряжениях уравнение (2) преобразуется в степенную зависимость:

$$F(\sigma) = \sigma^{n'} \quad \text{для } \alpha\sigma < 0,8 \quad (8)$$

При высоких напряжениях – экспоненциальную:

$$F(\sigma) = e^{(\beta\sigma)} \quad \text{для } \alpha\sigma > 1,2 \quad (9)$$

Преобразуя уравнение (1), получаем (5):

$$\dot{\varepsilon} = AF(\sigma) \exp\left(\frac{Q}{RT}\right), \quad (10)$$

n, n', β, α – константы материала.

Таким образом, уравнение (10) путем подстановки (7), (8), (9) может быть преобразовано в уравнение (11), (12), (13):

$$\dot{\varepsilon} = A'\sigma^{n'} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (11)$$

$$\dot{\varepsilon} = A'' \exp(\beta\sigma) \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (12)$$

$$\dot{\varepsilon} = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (13)$$

В отличие от многочисленных эмпирических зависимостей, связывающих $\sigma, \dot{\varepsilon}, T$, предложенная модель учитывает физические процессы, контролирующие ход горячей деформации для материалов с различным химическим составом – различным уровнем энергии дефектов упаковки [58, 76].

Уравнения (11) и (12) в основном применяются для определения констант n', β , а затем и $\alpha = \beta/n'$, поскольку описание через функцию гиперболического синуса используется для широкого диапазона уровней напряжений течения.

Логарифмируя уравнения (11), (12) и (13), получаем выражения удобные для нахождения всех неизвестных констант:

$$\ln \dot{\varepsilon} = \ln A' + n' \ln \sigma - \left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (14)$$

$$\ln \dot{\varepsilon} = \ln A'' + \beta\sigma - \left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (15)$$

$$\ln \dot{\varepsilon} = \ln A + n \ln(\sinh(\alpha\sigma)) - \left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (16)$$

Коэффициенты n', β, n определяются как среднее значение угла наклона графиков зависимостей $\ln \dot{\varepsilon} - \ln \sigma, \ln \dot{\varepsilon} - \sigma, \ln \dot{\varepsilon} - \ln(\sinh(\alpha\sigma))$.

$$n' = \left[\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln \sigma} \right]_T \quad (17)$$

$$\beta = \left[\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \sigma} \right]_T \quad (18)$$

$$n = \left[\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln(\sinh(\alpha\sigma))} \right]_T \quad (19)$$

Энергия активации может быть определена из (16) и (19):

$$Q = R \left[\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln(\sinh(\alpha\sigma))} \right]_T \left[\frac{\partial \ln(\sinh(\alpha\sigma))}{\partial \left(\frac{1}{T}\right)} \right]_{\dot{\varepsilon}} \quad (20)$$

- как средний угол наклона линий регрессии $\ln(\sinh(\alpha\sigma)) - \frac{1}{T}$.

Определив энергию активации, становится возможным вычислить параметр Зинера – Холломона для любого заданного режима горячей деформации по уравнению (6).

Известно, что для начала динамической рекристаллизации необходимо достигнуть критических значений степени деформации и напряжения течения, ε_c и σ_c , соответственно. Согласно [58, 66], по кривым деформации можно определить условия осуществления ДР по характерному «пику» на графике зависимости « σ – ε ». «Пик» соответствует максимальное значение напряжения течения, называемое пороговым, σ_p и соответствующее пороговое значение степени деформации – ε_p . Также авторы [66, 74] отмечают, что «пик» на кривой деформации проявляется при достижении в структуре материала объема рекристаллизованной составляющей до нескольких процентов. Поляком и Джонасом (Poliak, Jonas), Райаном и МакКвином (Ryan, McQueen) [87], предложен метод определения критических значений деформации и напряжения течения как точка перегиба кривой θ – σ , где:

$$\theta = \left(\frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} \right) \quad (21).$$

На рисунке 1.12 представлено схематическое изображение изменения степени деформационного упрочнения от напряжения течения [87 – 89]. На кривой θ – σ можно выделить 2 участка. На первом участке с увеличением напряжения деформационное упрочнение быстро снижается за счет процесса динамического возврата. На втором участке происходит изменение угла наклона кривой, что предположительно свидетельствует о начале динамической рекристаллизации в точке перегиба. При дальнейшем увеличении напряжения течения кривая деформационного упрочнения стремиться к нулю. Точка пересечения свидетельствует о достижении равновесия между упрочнением и разупрочнением, т.е. значение напряжения течения будет соответствовать «пиковому» напряжению, где разупрочнение за счет динамического возврата и динамической рекристаллизации уравновешивается деформационным упрочнением в течение деформирования. Продолжая касательную (пунктирная линия) до пересечения с осью X, получим

точку, соответствующую достижению стадии установившегося течения или динамического возврата.

Для определения точки перегиба на кривой θ – σ необходимо найти уравнение наиболее точно описывающее «пик» на экспериментальной кривой деформации. Часто используют аппроксимацию полиномиальной кривой в n -й степени, поскольку сложно взять производную от реальной кривой вследствие наличия «шумов» при записи кривой деформации. Из работ [90, 91] известно, что наиболее близко кривую θ – σ описывает кривая, выраженная уравнением полинома 3-й степени:

$$\theta = A\sigma^3 + B\sigma^2 + C\sigma + D, \quad (22)$$

где A, B, C, D – константы деформационных условий.

Дифференциал уравнения (21):

$$\frac{\partial \theta}{\partial \sigma} = 3A\sigma^2 + 2B\sigma + C \quad (23)$$

Критическая деформация для начала ДР соответствует нулю второй производной кривой упрочнения:

$$\frac{\partial^2 \theta}{\partial \sigma^2} = 0$$

$$6\sigma_c + 2B = 0 \quad \Rightarrow \quad \sigma_c = -\frac{B}{3A} \quad (24)$$

Процедура определения критических условий для начала ДР схематически изображена на рисунке 1.12, 1.13.

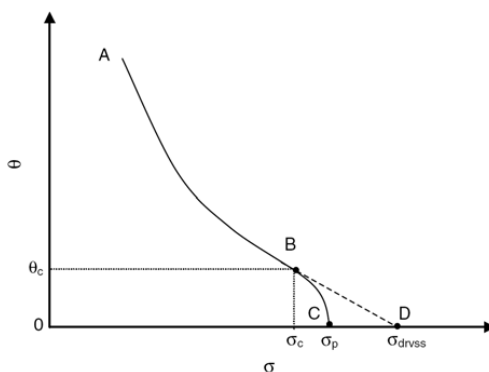


Рисунок 1.12 – Схематическое изображение зависимости деформационного упрочнения от напряжения течения [88, 89].

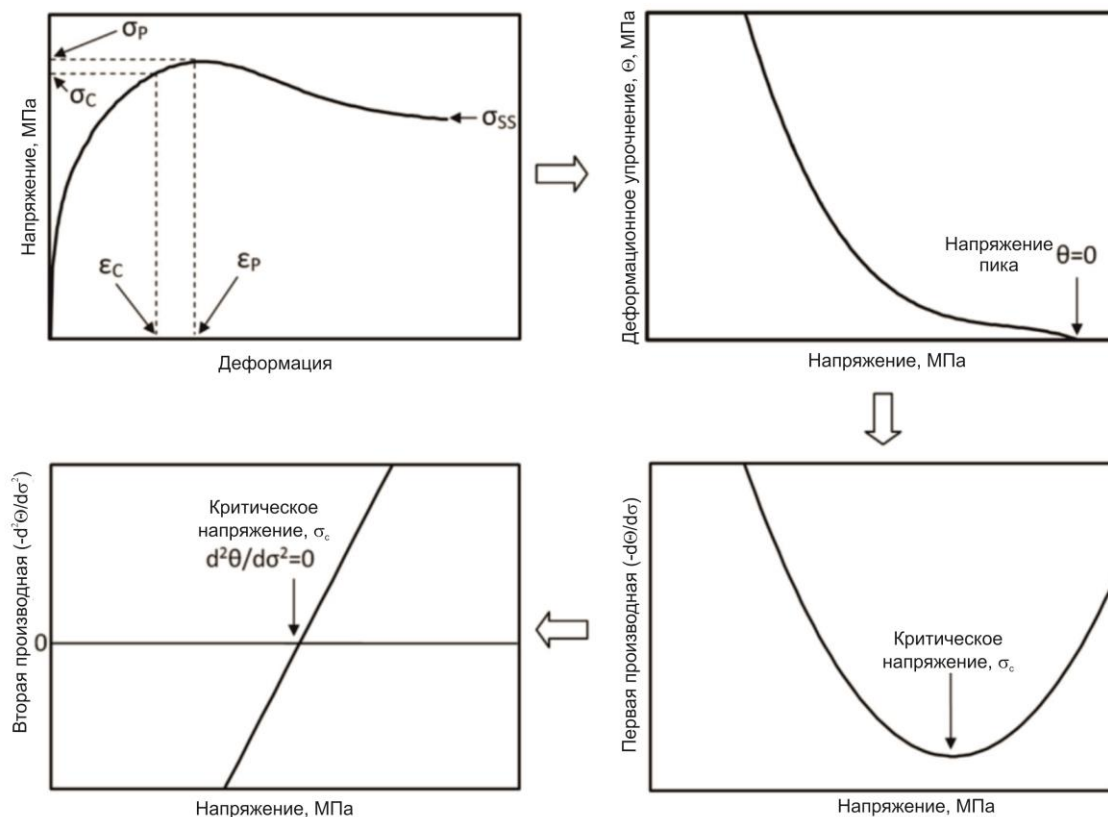


Рисунок 1.13 – Процедура определения критических условий для начала ДР [90].

Таким образом, следуя изложенному алгоритму, определяются критические условия для начала ДР, а также значения напряжения течения на установившейся стадии для случаев динамического возврата и динамической рекристаллизации: σ_c , ϵ_c , σ_p , ϵ_p , σ_s , σ_{ss} .

1.3.2 Формирование частиц вторичных фаз в процессе высокотемпературной термомеханической рекристаллизации

Повышение прочностных характеристик, прежде всего предела текучести стали, обусловлено наличием структурных неоднородностей, которые создают дополнительное сопротивление движению дислокаций. Этими препятствиями могут быть:

- выделения вторичных фаз, имеющих когерентные и некогерентные связи с матрицей;
- метастабильные зоны типа Гинье – Престона (предвыделения);

– локальные изменения, вызванные флуктуациями состава и приводящие к образованию метастабильных групп – кластеров [7, 8, 36, 92–95].

Преимущественно в литературе [7, 8, 33, 92] рассматриваются вопросы упрочнения аустенитных сталей дисперсными частицами в процессе старения. Однако, применительно к данной работе наибольший интерес представляет упрочнение частицами непосредственно в процессе горячей деформации, их влияние на процессы структурообразования.

В справочнике «Металловедение и термическая обработка стали» отмечено, что еще в 1937 г. С.Т. Конобеевским было установлено ускоряющее действие пластической деформации на распад твердых растворов, обусловленное увеличением коэффициентов диффузии легирующих элементов в деформированных сплавах. В свою очередь, Зейтц связал влияние деформации на ускорение распада твердого раствора с увеличением концентрации вакансий. Набарро установил, что основное влияние деформации определяется возрастанием плотности дислокаций, а также формированием дислокационных структур в результате деформации [96].

Авторы работ [92–95] отмечают, что когерентные выделения вторичных фаз возникают на ранних стадиях распада пересыщенного твердого раствора. Движение дислокаций определяется полями искажений кристаллической решетки в окрестностях когерентных выделений, различием энергии дефектов упаковки выделения и матрицы, взаимодействием между дислокациями и вакансиями и другими факторами. Наибольший вклад в сопротивление движению дислокаций вносят поля дальнедействующих упругих напряжений, образующихся около когерентных выделений вследствие различия атомных объемов выделяющейся фазы и твердого раствора [92].

В процессе деформации происходит торможение и скопление дефектов (дислокаций), что создает поля искажений, приводящие к концентрационным неоднородностям и, соответственно, к ускорению диффузии. Данный эффект способствует уменьшению критического размера зародыша выделяющейся фазы в местах скопления дислокаций в деформированной матрице [94, 96], что в свою очередь может привести к изменению не только кинетики, но и механизма распада твердого раствора в процессе ВТМО.

В процессе деформации происходит торможение стадии предвыделения и ускорение стадии образования частиц вторичных фаз с ростом степени деформации. Стадия предвыделения в основном зависит от подвижности вакансий, в то время как скорость

образования выделений зависит от плотности дислокаций. В процессе деформации с увеличением ее степени подвижные дислокации нейтрализуют влияние вакансий, частично поглощая их, что и приводит к торможению стадии предвыделения.

Известно [58, 59, 94, 97–101], что одним из способов повышения характеристик прочности сталей без существенного снижения вязкости является измельчение зерна. В процессе горячей пластической деформации происходят такие процессы структурообразования, как динамическая рекристаллизация, постдинамическая рекристаллизация (МДР и СР) в межпроходных паузах, при этом выделяющиеся частицы вторичных фаз препятствуют движению границ новых зерен.

Таким образом, в зависимости от температуры, степени и скорости деформации в процессе ВТМО возможно получить различные вариации структурных состояний в стали и, соответственно, физико-механических свойств.

1.4 Постановка задачи

Из аналитического обзора литературных источников следует, что в настоящее время возрастают потребности современных отраслей промышленности в специальных сталях, обладающих уникальным комплексом физико-механических свойств, таких как высокая прочность без потери пластичности и вязкости, высокая коррозионная стойкость, в частных случаях низкая магнитная проницаемость. Существует целый ряд зарубежных и отечественных коррозионно-стойких сталей аустенитного класса различных композиций легирования на Fe-Cr-Ni, Fe-Cr-Mn, Fe-Cr-Ni-Mn основах с дополнительным легированием Mo, V и Nb и другими элементами [2, 3, 6–8]. Отдельно, следует обратить внимание на высокопрочные коррозионно-стойкие стали, легированные азотом, который позволяет существенно повысить комплекс их служебных свойств [6]. Однако, разработка сложнолегированных составов сталей сопряжена с рядом технологических трудностей и требует глубокого изучения закономерностей формирования структуры в процессе изготовления и ее взаимосвязи с получаемыми свойствами.

Для определения фазового состава высоколегированных сталей используют структурные диаграммы, разработанные и модернизированные для различных компози-

ций легирования такими учеными, как Шеффлер, Делонг, Шпайдель и др. [5, 16, 39, 42]. Указанные диаграммы отражают конечный фазовый состав сталей, но не отражают в полной мере механизмы эволюции структуры при кристаллизации и затвердевании. Рядом исследователей [39, 46, 49, 50] были определены четыре механизма кристаллизации.

Достижение высоких служебных характеристик коррозионно-стойких азотсодержащих аустенитных сталей возможно посредством применения ВТМО и термической обработки. Необходимо учитывать, что в промышленных условиях ВТМО представляет собой многопроходную горячую деформацию, в процессе которой происходит формирование конечной структуры, а, следовательно, и свойств стали. В зависимости от изменения таких термодиформационных параметров, как температура, скорость, степень и дробность деформации, продолжительность междиформационных пауз, в стали формируются различные вариации структуры и физико-механических свойств сталей [56, 57]. Также в процессе ВТМО изменяются морфология, размер и состав выделений вторичных фаз, происходят диффузионные превращения и т.п.

НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» совместно со специалистами ИМЕТ РАН разработан ряд аустенитных коррозионно-стойких азотсодержащих сталей Fe – Cr – Ni – Mn базовой композиции легирования, содержащих азот, а также молибден, ниобий и ванадий [102–106]. Разработанные стали обладают высокой прочностью: предел текучести изменяется от 400 до 900 МПа, а также высокой коррозионной стойкостью против различных видов коррозии. Использование ВТМО позволяет получать определенные структурные состояния путем регулирования температурно-деформационных режимов, которые обеспечат получение заданного уровня физико-механических свойств [105]. В работах [105–112] описаны результаты исследований влияния горячей деформации на формирование структуры азотсодержащей стали и ее связь с получаемыми механическими и коррозионными свойствами. В работе [109] предложена схема эволюции микроструктуры в процессе горячей деформации на основании проведенных комплексных исследований микроструктуры методами оптической металлографии, просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ): исходная (практически бездефектная) структура (ИС) → хаотические дислокационные структуры (ХДС) → полосовые субструктуры (ПС) с непрерывными и дискретными разориентировками → фрагментированная структура (ФС) → рекристаллизованная структура (РС). Автора-

ми отмечено, что продолжительность каждого состояния в зависимости от степени деформации является функцией температуры.

В работах [105–112] рассмотрены только конечные результаты, при этом не уделено достаточного внимания процессам формирования структуры непосредственно в течение горячей деформации, которые играют важную роль в формировании конечной структуры. При анализе формирования конечной структуры азотсодержащей стали после ВТМО учитывали влияние суммарной степени деформации и температурного интервала деформации, уделяя наибольшее внимание влиянию нижнего предела температуры. Известно [75, 113], что в промышленности реальные схемы горячей деформации представляют собой многопроходную деформацию с чередующимися межпроходными паузами, причем относительная степень деформации за проход не превышает 20–25%. В зависимости от применения различных схем деформирования, возможно накопление деформации и развитие процессов рекристаллизации или фрагментации в разные временные промежутки, и, следовательно, возможно получение различной структуры, при одних и тех же значениях суммарной степени деформации и аналогичном температурном интервале. Также необходимо учитывать и габаритные характеристики исследуемого материала, поскольку в случае с аустенитными сталями, имеющими более низкие значения теплопроводности (примерно в 2 раза меньше в сравнении с низколегированными ОЦК сталями), данный фактор играет немаловажную роль в формировании структуры.

Таким образом, оперируя только указанными параметрами (температурой конца горячей пластической деформации и суммарной степенью деформации) при ВТМО, невозможно гарантировать получение равномерной по размеру зерна структуры и распределение деформации по сечению изделия, и, следовательно, обеспечить получение стабильных физико–механических и технологических свойств. Исходя из этого, возникает необходимость в глубоком изучении и установлении закономерностей процессов структурообразования при горячей пластической деформации.

В связи с вышеизложенным *целью работы* является разработка технологии изготовления листового проката толщиной менее 20 мм из высокопрочной азотсодержащей стали на основе изучения формирования структуры в процессе горячей пластической деформации в зависимости от изменения термомодеформационных параметров обработки и термической обработки.

Для достижения цели были поставлены следующие *задачи*:

- Изучить особенности формирования фазового состава азотсодержащей стали при кристаллизации и затвердевании с помощью применения термодинамического моделирования, а также исследовать структуру стали в литом состоянии;
- Исследовать эволюцию аустенита и установить закономерности структурообразования в течение многопроходной горячей деформации с различными температурно – деформационными условиями (температура, степень и скорость деформации);
- Выполнить имитационное моделирование разработанных режимов ВТМО на установке Gleeble 3800 с учетом установленных закономерностей формирования структуры;
- Адаптировать предложенные режимы ВТМО на опытно-экспериментальном стане «Кварто 800»;
- Разработать режимы термической обработки (ТО);
- Опробовать и внедрить разработанные режимы ВТМО и ТО при изготовлении листового проката толщиной менее 20 мм в промышленных условиях из высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали.

ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Материал для исследования

Объектом исследований является высокопрочная коррозионно-стойкая азотсодержащая аустенитная сталь Fe–Cr–Mn–Ni композиции легирования марки 04X20H6Г11M2АФБ с содержанием N (0,45–0,55%) и Mo+V+Nb (1,45–2,15%) [103–106, 114] в двух состояниях:

- состав 1 – 100% аустенит;
- состав 2 – 7% δ -феррит.

Таблица 2.1 – Химический состав высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали 04X20H6Г11M2АФБ в двух исследуемых состояниях

Состав	C	Si	Mn + Ni	S	Cr + Mo	Nb + V	N
1	0,05	0,14	18,43	0,002	20,23	0,29	0,46
2	0,04	0,33	17,73	0,004	27,03	0,32	0,39

Изготовление листового проката осуществляли по следующей схеме:

- выплавку полупродукта выполняли на ООО «ОМЗ-Спецсталь» в электродуговой печи с последующей внепечной обработкой на установке УВРВ. Разливку кузнечных слитков в изложницы выполняли сифоном с защитой струи металла аргоном;
- ковку слитков производили на гидравлическом прессе усилием 32 Мн (3200 тс). Нагрев слитков производился в камерных печах с выкатным подом, отапливаемых газом;
- изготовление заготовок под окончательную прокатку производили на толстолистовом стане «5000» ЛПЦ-3 ЧерМК ОАО «Северсталь»;
- окончательную горячую прокатку производили на стане «2000» АО «ВМК «Красный Октябрь» с применением закалки в закалочной машине стана.

2.2 Методы исследования процессов структурообразования высокопрочной азотсодержащей аустенитной стали

2.2.1 Исследование структурных превращений дилатометрическим методом с помощью дилатометра DIL 805

Исследование структурных превращений выполнялось на высокоскоростном деформационном дилатометре DIL 805A/D («BÄHR Thermoanalyse», Германия) на цилиндрических образцах \varnothing 5 мм и длиной 10 мм. Дилатометр DIL 805 предназначен для исследования фазовых и структурных превращений в металлических материалах традиционным дилатометрическим методом измерения удлинения образца в зависимости от температуры и времени как в обычных условиях, так и под действием деформационных нагрузок, в рамках данной работы – сжатием.

Установка позволяет контролировать такие параметры термомеханической обработки, как температура, скорость нагрева и охлаждения, величина и скорость деформации в широких пределах и с высокой точностью. Диапазон рабочих температур составляет 20–1500°C. Для предотвращения обезуглероживания и окисления образцов, в дилатометре предусмотрена система создания защитной атмосферы – обработка в среде инертных газов. Высокие скорости охлаждения достигаются при продуве образца инертным газом через отверстия в одной из обмоток индуктора. Программное обеспечение позволяет задавать температурные программы (режимы обработки), записывать экспериментальные данные в цифровом виде и представлять их как в табличном, так и в графическом виде [115].

Для приведения в одинаковое исходное состояние образцы нагревали до 1200°C и выдерживали при этой температуре 10 минут. Образцы нагревались в установке со скоростью 5°C/с, охлаждение производилось в среде гелия со скоростями 0,5, 5, 25°C/с. Деформация сжатием осуществлялась со скоростью 1 с⁻¹ с использованием кварцевых упоров для образца.

2.2.2 Моделирование на комплексе Gleeble 3800

Многофункциональный исследовательский комплекс Gleeble 3800 (Dynamic Systems Inc., США [116]) является наиболее современной и эффективной версией термомеханического симулятора (пластометра), предназначенного для имитации на малых лабораторных образцах реальных технологических процессов.

Gleeble 3800 имеет следующие технические характеристики:

- скорость деформации – до 200 с^{-1} ;
- максимальную температуру нагрева – 1750°C ;
- скорость нагрева – до $10000^\circ\text{C}/\text{с}$;
- скорость охлаждения – до $10000^\circ\text{C}/\text{с}$;
- обработка может осуществляться в вакууме, на воздухе и в защитном газе

[115, 116].

Исследование кинетики процессов динамической, метадинамической и статической рекристаллизации, а также имитационное моделирование режимов термомеханической обработки азотсодержащей стали проводили на модуле Hydrowedge, предназначенном для проведения испытаний на сжатие. Во время испытаний автоматически фиксируются различные параметры процесса деформирования. Конструкция модуля позволяет выполнять многостадийные последовательные нагружения, тем самым имитируя режимы дробной деформации, характерные для реальных условий горячей деформации в промышленности.

При определении условий динамической рекристаллизации во время деформирования производили запись напряжений и деформации в истинных значениях, на основании которых строилась диаграмма деформации в координатах «напряжение - деформация» (« $\sigma - \epsilon$ »). Деформирование образцов (рисунок 2.1) производилось при скоростях деформации $0,1 - 10 \text{ с}^{-1}$ и в температурном интервале $800-1200^\circ\text{C}$, характерных для таких технологических высокотемпературных процессов как горячая ковка на прессе и прокатка стали. Пороговую степень деформации для начала процесса динамической рекристаллизации определяли по пику истинных напряжений на диаграмме деформирования.

Использование современного термомеханического симулятора Gleeble 3800 позволяет с высокой точностью регистрировать кинетику процессов, происходящих в материале. Одним из методов исследования статической рекристаллизации является метод релаксации напряжений [57, 66, 117, 118], заключающийся в деформировании образца (рисунок 2.1) сжатием с последующей изотермической выдержкой, в ходе которой происходит релаксация напряжений, то есть происходит его постепенное разупрочнение. Пластометр Gleeble 3800 способен фиксировать спад напряжений с высокой точностью, при этом число замеров составляет свыше 100000 значений (в зависимости от времени выдержки после деформации). По результатам эксперимента строят графики релаксации напряжений, из которых определяют инкубационный период (τ_0) и время завершения (τ_p) процесса статической рекристаллизации.

При имитационном моделировании дробной деформации на пластометре Gleeble 3800 были заданы значения относительной степени деформации на каждом этапе деформирования и температурные и временные интервалы для каждого разработанного режима.

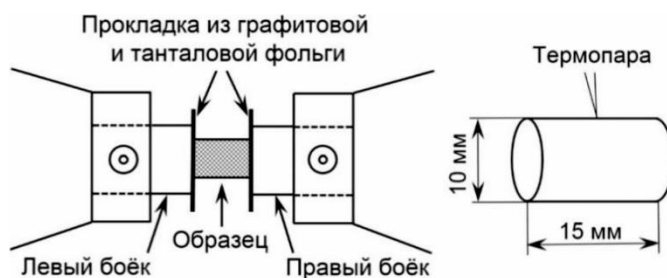


Рисунок 2.1 – Схематическое изображение установки образца между бойками и эскиз образца [119]

2.2.3 Имитационное моделирование горячей прокатки на автоматизированном опытном прокатном комплексе стан «Кварто 800»

Имитационное моделирование промышленных режимов горячей прокатки осуществляли на автоматизированном опытном прокатном комплексе стан «Кварто 800» НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» (рисунок 2.2). Характеристики комплекса стан «Кварто 800»:

1. Нагревательная электрическая камерная печь, оснащенная манипулятором для загрузки/выгрузки заготовок:

- рабочая температура печи 200–1250°C;

2. Рабочая клеть:

- максимальное давление металла на валки (усилие прокатки) – 168 т;
- максимальный крутящий момент – $2 \times 0,62$ МН*м;
- скорость прокатки – 40-90 (до 120) м/мин;
- максимальный зазор между валками – 350 мм;
- исходная толщина заготовки – до 320 мм;
- толщина листового проката – 3–70 мм;
- ширина образцов листового проката – до 600 мм

3. Устройство контролируемого охлаждения:

- две секции спреерного и ламинарного охлаждения – $2 \times 5,5$ м;
- давление воды в спреерной секции – до 5 бар;
- скорость охлаждения середины, не менее 30°C/с при ускоренном охлаждении и до 120°C/с при закалке;
- расход воды – 500 м³/ч.



Рисунок 2.2 - Автоматизированный опытный прокатный комплекс стан «Кварто 800»

Для горячей прокатки использовали заготовки толщиной 20, 30, 45, 60 мм размером 450×500 мм, вырезанные из промышленного листового проката.

Режим горячей прокатки приведен в главе 4.

2.3 Методы исследования структуры

Исследование структуры методом оптической металлографии

Металлографическое исследование начинается с подготовки на поверхности образца гладкой площадки – шлифа. Изготовление шлифов проводилось в соответствии с РД 5.9555-74 «Металлы и сплавы. Изготовление и травление металлографических микрошлифов» с использованием комплексной лаборатории пробоподготовки фирмы АТМ. Образцы вырезали холодным механическим способом на отрезном станке «Brilliant», запрессовывали в термопластический оправочный материал для получения ровной поверхности и устранения заваливания кромок. Шлифование и полирование образцов производили на установке Sapfir с использованием шлифовальной пленки и абразивных суспензий. Скорость вращения диска со шлифовальной шкуркой ~ 1000 об/мин.

Для выявления микроструктуры стали образец подвергали электрохимическому травлению при комнатной температуре в 10%-ном растворе щавелевой кислоты при $U=5-6$ В, $\tau=15-30$ с, катод – нержавеющая сталь.

Металлографические исследования проводились с использованием светового инвертированного металлографического микроскопа Axio Observer Alm (Carl Zeiss), оснащенного цифровой видеокамерой и системой ввода изображений.

Оценку размеров зерен проводили методами количественной металлографии в соответствии с ГОСТ 5639. Для цифровой оценки использовали анализатор изображения Clemex.

Метод дифракции обратно-отраженных электронов (EBSD)

Исследования структуры проводили с помощью растрового двухлучевого электронно-ионного микроскопа Quanta 200 3D FEG методом дифракции обратно-отраженных электронов (EBSD), который заключается в получении дифракционных картин отраженных электронов и позволяет выполнить анализ микроструктуры стали:

- проводить идентификацию микро- и нанofаз по типу кристаллической решетки (с точностью определения параметров решетки порядка 5%);
- получать карты распределения ориентировок на микроном и субмикронном масштабах;
- проводить полную кристаллографическую аттестацию границ разориентации и межфазных границ раздела и т.д.

В общих чертах данный способ заключается в следующем. Образец, наклоненный на угол 70° , помещается в растровый электронный микроскоп (РЭМ), в котором исследуемая поверхность подвергается автоматическому пошаговому сканированию «от точки к точке». Дифрагированные электроны, обратно рассеянные от каждой точки сканирования, формируют дифракционную Кикучи – картину на флуоресцентном экране, установленном внутри камеры микроскопа, с которого в свою очередь изображение передается на цифровую видеокамеру. Дифракционные картины с каждой из точек сканирования усредняются, оцифровываются и автоматически индуцируются. После этого вычисляются и вносятся в память компьютера [120]. В итоге получается массив локальных ориентировок для всех точек сканирования, который позволяет воссоздавать структуру исследуемого материала с последующей количественной обработкой изображения и получать распределения границ структурных элементов по размерам и величине угла разориентировки (рисунок 2.3).

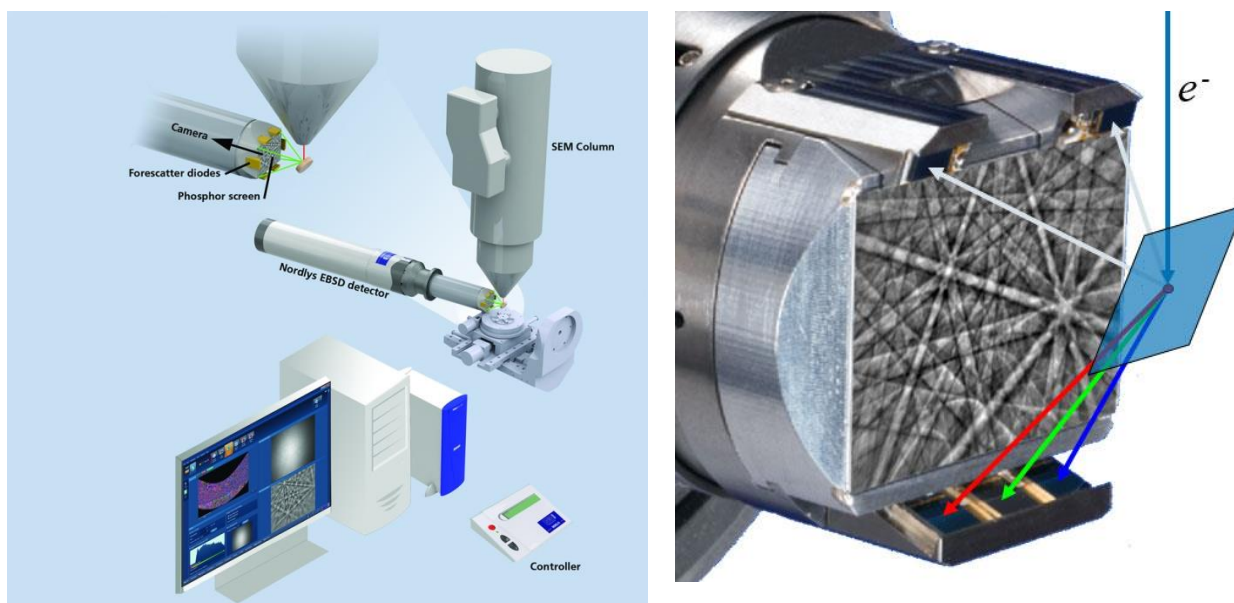


Рисунок 2.3 – Общий вид детектора в процессе снятия изображения [121, 122]

Для исследования структурных состояний стали по полученным данным сканирования с помощью соответствующего ПО строили карты:

- карту ориентировок – IQ + IPF (Image Quality – Inverse Pole Figure – Grain Boundary);
- карту зерен – IQ + GB (Image Quality – Grain Boundary);
- карту двойников – GB + CSL (Grain boundary – Coincident Site Lattice);
- карту напряженного состояния – КАМ (Kernel Average Misorientation);
- карту средних разориентировок в пределах зерна - ГАМ (Grain Average Misorientation);
- гистограммы распределения зерен по размерам и разориентировкам.

Метод просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ)

Исследования тонкой структуры были проведены совместно со специалистами Института физики металлов УрО РАН с помощью трансмиссионного электронного микроскопа JEM-200СХ с анализом микродифракций и темнопольных изображений. Также исследования проводили в НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» на просвечивающем электронном микроскопе FEI Tecnai G² 30 S-TWIN при ускоряющем напряжении 200 кВ и Philips EM-400Т при ускоряющем напряжении 120 кВ. Кристаллическую решетку фазы дисперсных выделений идентифицировали по методу одиночных рефлексов [123].

Метод растровой электронной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа

Исследования микроструктуры с проведением локального элементного микро-рентгеноспектрального анализа проводили с помощью растрового электронного микроскопа Vega II (Tescan), оснащенного рентгеновским энергодисперсионным спектрометром INCA X-Max-50.

2.4 Методы механических испытаний

Испытание на растяжение

Испытание на растяжение проводили при комнатной температуре по ГОСТ 1497 на цилиндрических образцах тип 3 (рисунок 2.4, а) на напольных разрывных машинах фирмы Instron или на универсальной испытательной машине ZWICK/ROELL Z250 (Германия), при этом определяли временное сопротивление разрушению (σ_B), предел текучести ($\sigma_{0,2}$), относительное полное удлинение (δ_5), относительное равномерное удлинение ($\delta_{равн}$) и относительное сужение (ψ).

Испытания на ударный изгиб

Испытания на ударный изгиб проводили при комнатной и температуре минус 40°C согласно ГОСТ 94548 путем разрушения при ударе маятникового копра Trebel, 2123 КМК (со стороны, противоположной концентратору) по стандартному образцу квадратного сечения 10×10 мм длиной $L = 55$ мм с острым надрезом V – образной формы с углом при вершине 45°, радиусом закругления $R = 0,25 + 0,025$ мм и глубиной надреза $h = 2$ мм (тип 11 ГОСТ 9454-78, рисунок 2.4 б).

Испытание на изгиб

Испытывали способность листового проката толщиной 10 мм выдерживать пластическую деформацию при изгибе. Испытания проводили по ГОСТ 14019-2003 на образцах № 49 т1 (рисунок 2.4 в).

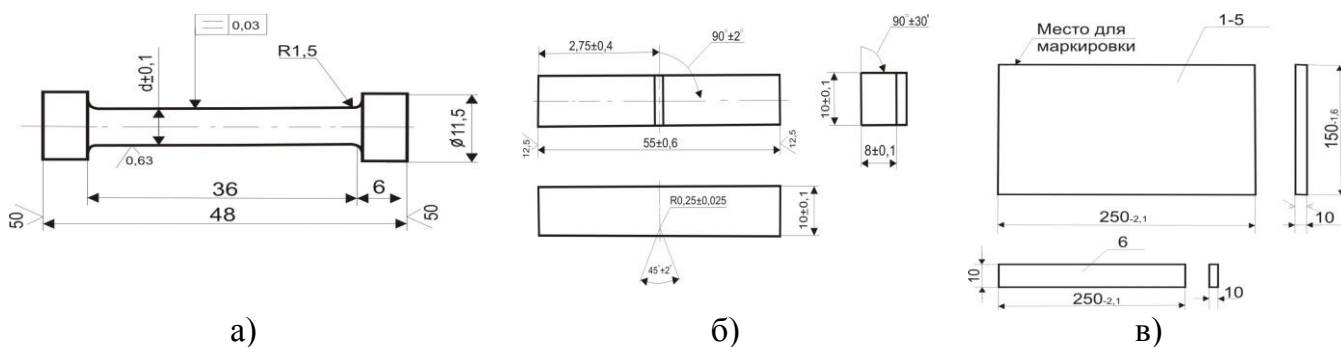


Рисунок 2.4 – Образцы на определение механических свойств:

- а) при статическом растяжении; б) на ударную вязкость; в) на способность выдерживать пластическую деформацию при изгибе.

2.5 Определение коррозионной стойкости азотсодержащей стали

Определение стойкости стали к межкристаллитной коррозии

Стойкость стали к межкристаллитной коррозии (МКК) определяли на плоских образцах толщиной 2 мм (рисунок 2.5, а). Провоцирующий нагрев заготовок осуществляли при температуре 700° и 800°С в течение 1 часа. Испытания проводились по ГОСТ 6032 (метод АМ) (кипячение в растворе 16%-ной серной кислоты с сульфатом меди в течение 15 часов). По окончании выдержки в растворе образцы изгибали на угол 90°. Отсутствие трещин на изогнутых образцах свидетельствовало о стойкости против МКК.

Измерение потенциала коррозии

Потенциал коррозии стали определяли в 3,5%-ном растворе NaCl по методике МТ-Р/715-4.6-2009 НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей».

Определение стационарного потенциала в морской воде (3% NaCl) проводили в течение 30 суток (1000 часов) при комнатной температуре.

Оценка стойкости к питтинговой коррозии (ПК) и щелевой коррозии (ЩК)

Испытания проводили по разработанной НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей» методике на плоских образцах № 190 с отверстием по СТП 90.067-90 из листового проката с выдержкой в 6%-ном растворе FeCl₃, РД 5.АЕИШ.3638-2013, РД 5.АЕИШ.3639-2013 (рисунок 2.5, в).

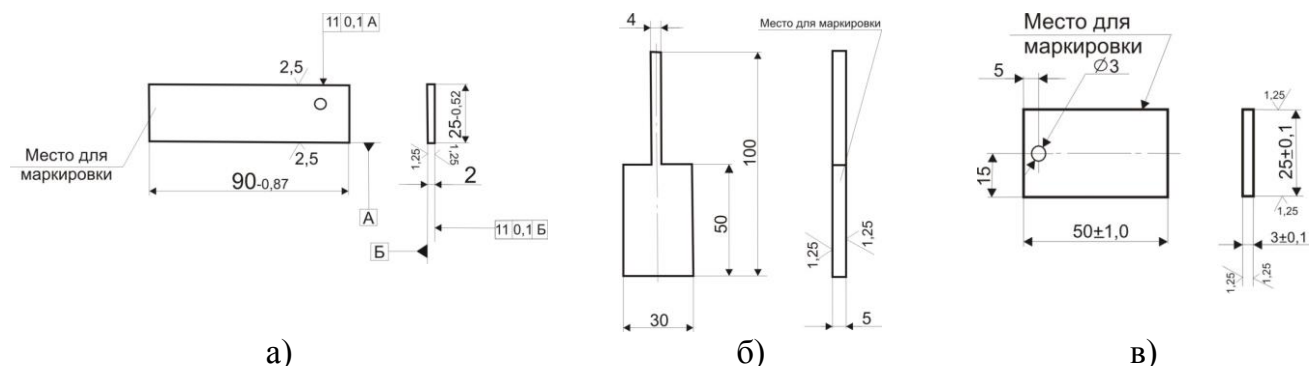


Рисунок 2.5 – Образцы для оценки коррозионной стойкости стали:

а) к межкристаллитной коррозии; б) определения потенциала коррозии;

в) к питтинговой и щелевой коррозии

2.6 Определение эксплуатационных свойств

Оценка длительной статической прочности

Предел длительной статической прочности определяли на листовом прокате толщиной 10 мм при температуре +20°C при растяжении на цилиндрических образцах с диаметром рабочей части $d_0=6$ мм (рисунок 2.6) на базе 500 часов по ГОСТ 10145-81.

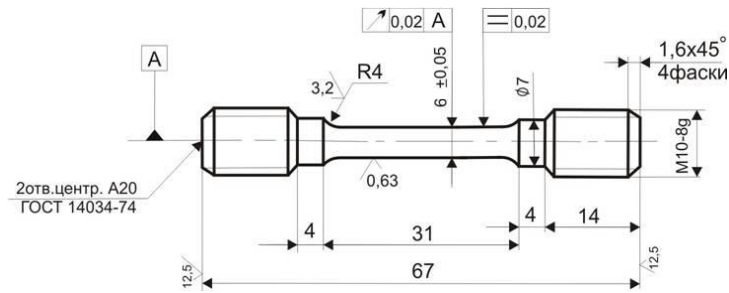


Рисунок 2.6 - Образец для оценки длительной статической прочности.

Определение кинетических характеристик развития усталостной трещины в стали на воздухе и в морской воде

Определяли параметры кинетики роста усталостной трещины на воздухе и в морской воде при температуре +20°C на листовом прокате. Призматические образцы (рисунок 2.7) с размерами 10x50x240 мм с боковой трещиной (тип 4 по ГОСТ 25.506-85) испытывали на трехточечный изгиб по РД 50-345-82 и РД 54-292-90. Направление вырезки - поперек проката с надрезом с торца листа.

По результатам испытаний строили зависимости в координатах « $dL/dN=C(\Delta K)^m$ » и определяли на среднеамплитудном участке параметры «С» и «m».

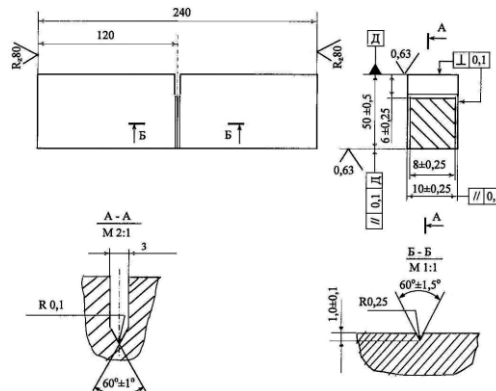


Рисунок 2.7 – Образец на определение кинетических характеристик развития усталостной трещины на воздухе и в морской воде

ВЫВОДЫ по главе 2

Использование современного исследовательского оборудования для имитационного моделирования режимов ВТМО, позволяющего изучать процессы структурообразования в азотсодержащей стали, гарантирует получение новых результатов, на основании которых должны совершенствоваться технологии термомеханической обработки. Комплексные исследования микроструктуры стали с применением методов оптической металлографии, растровой электронной микроскопии с применением EBSD-анализа и просвечивающей электронной микроскопии позволяют детально изучить структурные особенности и установить их взаимосвязь с соответствующими процессами, происходящими в азотсодержащей стали при термомеханической и термической обработках. Используемые методы испытаний и исследований обеспечивают получение достоверных результатов.

Предложенный комплекс исследования структурных превращений высокопрочной азотсодержащей аустенитной стали, определение механических свойств в исходном состоянии и после проведения деформирования, а также изучение структуры стали позволяет добиться поставленных целей и выполнить задачи диссертационной работы.

ГЛАВА 3. ТЕРМОДИНАМИЧЕСКОЕ И ФИЗИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ В ВЫСОКОПРОЧНОЙ АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 04X20H6Г11М2АФБ

Ранее были проведены опытные работы по изготовлению листового проката из исследуемой стали толщиной до 20 мм. При разработке технологических режимов были регламентированы только суммарная степень деформации и температурный интервал горячей прокатки. Однако, при прочих равных условиях горячей прокатки были получены механические свойства, соответствующие требуемым, но с разбросом в широком диапазоне значений. При этом структура также была различна, наблюдались вытянутые в направлении прокатки зерна, имеющие коэффициент анизотропии 0,25 – 0,33, или неоднородная структура по размеру зерна – «ожерельные» структуры. Также на основании анализа механических свойств выявлена существенная анизотропия свойств в продольном и поперечном направлениях, средняя разница по ударной вязкости составила 80 – 100 Дж/см², с показателем анизотропии свойств 0,68. Для листового проката толщиной менее 10 мм отношение предела текучести к временному сопротивлению в среднем составило 0,9÷0,95, что свидетельствует о низкой деформационной способности стали при последующих операциях холодной гибки, штамповки и др. Таким образом, в процессе изготовления листового проката сформировалась текстурированная структура с явно выраженной анизотропией свойств. Исходя из этого, можно сделать вывод, что регламентацией только суммарной степени деформации и температурного интервала горячей прокатки невозможно получить заданную структуру, обеспечивающую *стабильное* получение свойств в широком диапазоне значений, в том числе и при последующей термической обработке.

При последующих операциях холодной штамповки сталь с анизотропной структурой возможно подвергалась неравномерному наклепу, вследствие чего произошло разрушение (рисунок 3.1) с ориентацией трещины вдоль направления прокатки. Наблюдалось повышение прочности и снижение пластичности: равномерное относительное удлинение снизилось с 22% до 1,5%, что свидетельствует об исчерпании деформационной способности материала в направлении наибольшей анизотропии. В то же время сталь, имеющая однородную мелкозернистую структуру, штамповалась без разрушения,

при этом после операций холодной деформации сохраняла высокие показатели пластических свойств. При этом наряду с упрочнением пластические свойства снизились, но в меньшей степени: с 25% до 18%.



Рисунок 3.1 – Трещина в центральной зоне штамповки.

Следует отметить, что разработанный базовый химический состав азотсодержащей стали в пределах нормативно-технической документации (НТД) обеспечивает получение структуры как аустенитной, так и аустенито-ферритной с содержанием δ -феррита до 7% в твердом состоянии (рисунок 3.2). Также в зависимости от состава стали и скорости охлаждения слитка азот распределяется между фазами (δ -феррит, аустенит, нитриды и карбиды) [29]. При охлаждении стали нитриды выделяются при более высоких температурах, чем карбиды, и при меньшей концентрации элементов. Соответственно, чем больше количество нитридов и выше температура их образования, тем они крупнее и менее растворимы при последующих нагревах при технологических переделах. Важно ни на одном из этапов изготовления не получать крупных, труднорастворимых нитридов, поскольку они оказывают негативное влияние на характеристики пластичности и вязкости, и практически не вносят вклада в упрочнение [28-30, 32].

В связи с этим актуальным является проведение исследования возможных механизмов кристаллизации азотсодержащей стали марки 04X20H6Г11M2АФБ, позволяющих прогнозировать фазовый состав стали в зависимости от содержания легирующих элементов в рамках химического состава, а также понять, какое влияние оказывает δ -феррит на физико-механические свойства стали, ее технологичность.

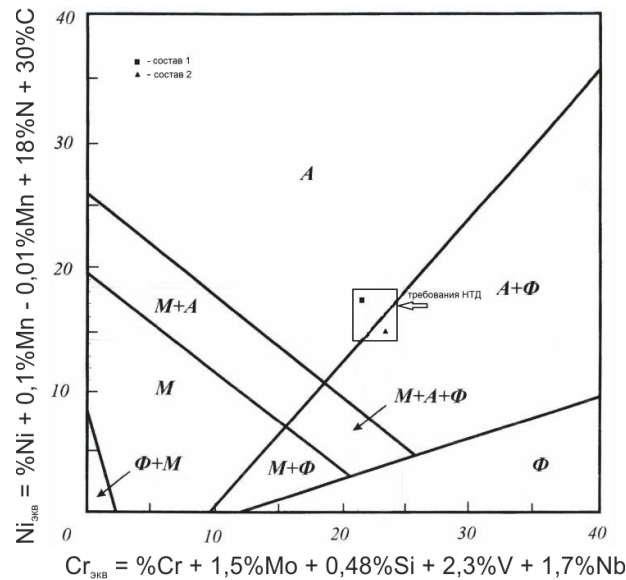


Рисунок 3.2 – Положение составов стали марки 04X20H6Г11M2АФБ на диаграмме Шеффлера-Шпайделя.

В процессе структурообразования стали при последующих технологических переделах важную роль играет металлургическая наследственность структуры, сформированной при кристаллизации и затвердевании. Авторами [42, 44-50] было показано, что формирование структуры в процессе кристаллизации сталей Cr-Ni-Mn композиций легирования с различным содержанием азота в зависимости от $Cr_{экв}$ и $Ni_{экв}$, а также от их соотношения $Cr_{экв}/Ni_{экв}$, может проходить по различным механизмам, которые представлены в главе 1, параграф 1.2.1. Диаграмма Шеффлера – Шпайделя не отражает в полной мере механизмы фазовых превращений при кристаллизации, затвердевании и охлаждении металла, а только констатирует возможный конечный фазовый состав. Авторами [44, 52] с помощью метода термодинамического моделирования была модифицирована диаграмма Шеффлера и определена граница областей, в которых реализуются два типа кристаллизации: через аустенит или через δ -феррит с последующим образованием аустенита по разным механизмам. В работе [52] изучены особенности структуры исследуемой стали, кристаллизующейся по этим механизмам.

При разработке технологий изготовления листового проката из исследуемой стали представляется целесообразным уделить внимание вопросам формирования и наследования структуры на всех этапах производства: от кристаллизации до окончательной термической обработки.

Известно [61, 62, 75], что при горячей обработке давлением процессами, отвечающими за формирование зеренной структуры аустенитных сталей, являются деформация и рекристаллизация. Поэтому для обеспечения регулируемого развития процессов структурообразования при высокотемпературной термомеханической обработке (ВТМО) очевидна необходимость изучения влияния характерных параметров многопроходной деформации, таких как температура, степень дробной деформации, скорость деформации на формирование конечной структуры стали, что позволит гарантировать получение стабильных механических свойств и уменьшить анизотропию свойств. Для этого следует изучить основные механизмы структурообразования и определить граничные условия протекания процессов.

Таким образом, *целью, поставленной в главе 3*, является изучение процессов структурообразования высокопрочной коррозионно-стойкой азотсодержащей аустенитной стали .

Для достижения цели были *поставлены и решены следующие задачи*:

- исследовано формирование фазового состава азотсодержащей стали при кристаллизации и затвердевании с помощью термодинамического моделирования;
- исследована структура азотсодержащей стали в литом состоянии;
- исследовано влияние термодформационных параметров на структуру стали с различным содержанием δ -феррита;
- определены параметры процессов структурообразования при горячей пластической деформации.

На основании предыдущего опыта производства азотсодержащей стали, можно отметить ряд технологических ограничений при производстве листового проката из высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали марки 04X20H6Г11М2АФБ [116]. В промышленных условиях для азотсодержащей стали трудноосуществимы однократные деформации более 25%, поэтому в процессе прокатки деформации за один проход не должны превышать этого значения. Температура начала прокатки обычно не превышает 1100°C в силу особенностей организации производства. Поэтому рекомендуется проводить деформацию в интервале температур 1100–950°C.

3.1 Исследование процессов фазообразования высокопрочной азотсодержащей аустенитной стали при кристаллизации и затвердевании слитка

Ниже представлены результаты исследования формирования структуры азотсодержащей стали марки 04X20H6Г11М2АФБ, выполненные посредством термодинамического моделирования фазообразования с помощью программного обеспечения FactSage, совместно со специалистами ФГАОУ ВО «СПбПУ». Был проведен расчет хром- и никель-эквивалентов ($Cr_{\text{эКВ}}$ и $Ni_{\text{эКВ}}$) по формулам (4), (5) (параграф 1.2.1) крайних точек по химическому составу согласно нормативно-технической документации (НТД), а также по составам рассматриваемых плавок, содержащих в твердом состоянии δ -феррит от 0 до 7%. В таблице 3.1 приведены результаты расчета $Cr_{\text{эКВ}}$ и $Ni_{\text{эКВ}}$ и их соотношения ($Cr_{\text{эКВ}}/Ni_{\text{эКВ}}$).

На рисунке 3.3 представлен фрагмент модифицированной диаграммы Шеффлера, на которой отмечены «технологические ворота» химического состава по НТД [52]. Серым цветом на ней отмечена расчетная область кристаллизации через δ -феррит. Видно, что химические составы по НТД попадают в аустенитную и аустенито-ферритную области, в которых могут осуществляться различные механизмы образования конечной структуры.

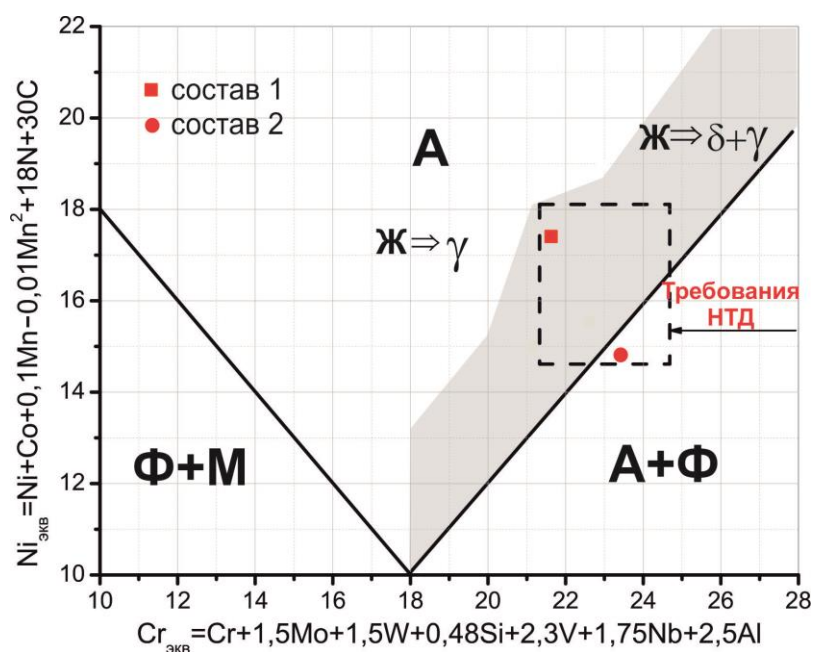


Рисунок 3.3 – Фрагмент модифицированной Шпайделем диаграммы Шеффлера, с областью кристаллизации через дельта-феррит [50].

На рисунке 3.4 представлены результаты термодинамического моделирования влияния различных композиций легирования по хрому, никелю и азоту в пределах НТД на порядок фазообразования при кристаллизации и затвердевании [50].

При кристаллизации стали с максимальным $Cr_{\text{ЭКВ}}$ и минимальным $Ni_{\text{ЭКВ}}$ (график 1 на рисунке 3.4) образуется до 50% δ -феррита, который в значительном количестве (7–9%) остается в твердой стали при комнатной температуре. Как следует из расчетов, для таких сталей отсутствует температурный диапазон аустенитизации, поэтому их невозможно получить немагнитными, несмотря на то, что их состав соответствует требованиям НТД.

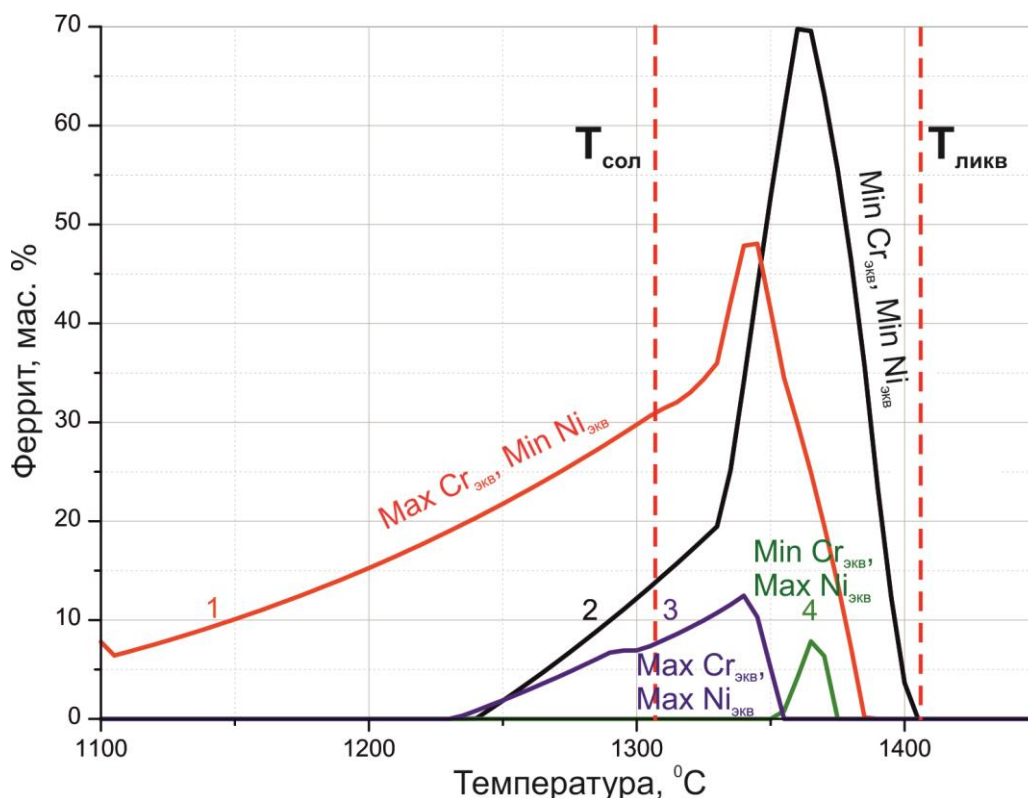


Рисунок 3.4 – Содержание δ -феррита при кристаллизации, затвердевании и охлаждении стали с предельным по НТД содержанием элементов (термодинамическое моделирование) [52].

В стали с минимальным $Cr_{\text{ЭКВ}}$ и минимальным $Ni_{\text{ЭКВ}}$ при кристаллизации образуется до 70% δ -феррита, однако при отсутствии кинетических ограничений уже при температуре 1240°C он должен полностью раствориться (график 2 на рисунок 3.4). Если же такие ограничения имеются, и в литой стали обнаружено значительное количество остаточного δ -феррита [124 – 126], то нагрев и соответствующая выдержка при температуре аустенитизации приведет к его полному превращению [45].

В сталях с оставшимися двумя сочетаниями $Cr_{\text{экв}}$ и $Ni_{\text{экв}}$ (графики 3 и 4 на рисунке 3.4) при кристаллизации образуется не более 7–12% δ -феррита, и эти стали имеют широкий температурный диапазон аустенитизации, поэтому остаточный δ -феррит будет в них легко растворяться при выдержке.

При выполнении диссертационной работы автор исследовала высокопрочную коррозионностойкую азотсодержащую аустенитную сталь двух составов в рамках НТД, имеющих соотношение $Cr_{\text{экв}}/Ni_{\text{экв}}$ близкое к минимальному – состав 1 и близкое к максимальному – состав 2 (таблица 3.1).

Точка состава 1 лежит глубоко в аустенитной области, при этом состав 2 попадает в дуплексную область (рисунок 3.3). Результаты термодинамического расчета рассматриваемых составов плавок азотсодержащей аустенитной стали (рисунок 3.5) показывают, что все составы кристаллизуются через δ -феррит, при этом в составе 1 δ -феррит существует только в интервале температур, соответствующих ликвидусу и солидусу, тогда как в составе 2 сохраняется и ниже температуры солидус.

Таким образом, по составу стали можно прогнозировать поведение δ -феррита при кристаллизации, затвердевании и последующем охлаждении стали в твердом состоянии, что позволит управлять его содержанием при последующих технологических переделах (горячей пластической обработке, сварке), а также для наиболее полного растворения δ -феррита в готовом металле после аустенитизации [44].

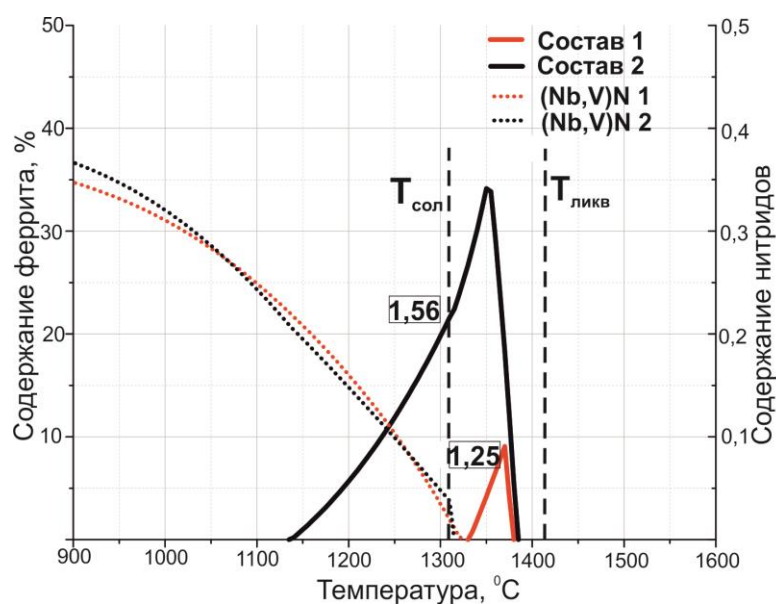


Рисунок 3.5 - Фазообразование при затвердевании и охлаждении промышленных составов сталей.

Таблица 3.1–Результаты расчета $Cr_{ЭКВ}$ и $Ni_{ЭКВ}$ по крайним точкам химического состава и исследуемым составам

массовых %

Состав		C	Si	Mn + Ni	S	Cr + Mo	Nb + V	N	Эквиваленты Шеффлер – Шпайдель		
									$Cr_{ЭКВ}$	$Ni_{ЭКВ}$	$Cr_{ЭКВ}/Ni_{ЭКВ}$
НТД	min $Cr_{ЭКВ}$ min $Ni_{ЭКВ}$	0,05	0,10	15,0	0,01	20,30	0,15	0,45	21,32	14,60	1,46
	min $Cr_{ЭКВ}$ max $Ni_{ЭКВ}$	0,05	0,10	19,0	0,01	20,30	0,15	0,55	21,32	18,16	1,17
	max $Cr_{ЭКВ}$ max $Ni_{ЭКВ}$	0,05	0,50	12,0	0,01	22,80	0,35	0,55	24,66	18,16	1,36
	max $Cr_{ЭКВ}$ min $Ni_{ЭКВ}$	0,05	0,50	15,0	0,01	22,80	0,35	0,45	24,66	14,60	1,69
1		0,05	0,14	18,43	0,002	20,23	0,29	0,46	21,59	17,33	1,25
2		0,04	0,33	17,73	0,004	27,03	0,32	0,39	23,25	14,77	1,57

На рисунке 3.6 приведены результаты термодинамического моделирования фазообразования, выполненные совместно со специалистами ИМЕТ РАН. Из рисунка 3.7 а следует, что при температуре ниже ~ 1320 °С, соответствующей температуре солидуса, δ -феррит в стали состава 1 отсутствует. В интервале температур охлаждения после кристаллизации в стали образуются нитриды типа NbN (~ 1315 °С), Cr₂N (~ 1160 °С), (Cr, V, Nb)N – Z-фаза (~ 1150 °С), с понижением температуры тепловой выдержки происходит усложнение состава нитридов: от NbN к (Nb, V)N и затем – к (Cr, V, Nb)N. Начиная с ~ 875 °С, из аустенита начинают выделяться карбиды хрома типа M₂₃C₆. При ~ 850 °С в стали образуется σ -фаза. Из рисунка 3.7 б видно, что при $\sim 1330 - 1260$ °С сталь содержит феррит и нитриды ниобия, начиная с температуры ~ 1160 °С в этой стали выделяются нитриды Cr₂N. При ~ 890 °С из аустенита начинают выделяться карбиды хрома типа M₂₃C₆. При ~ 870 °С в стали образуется σ -фаза. Полученные расчетные данные согласуются с результатами в работе [127].

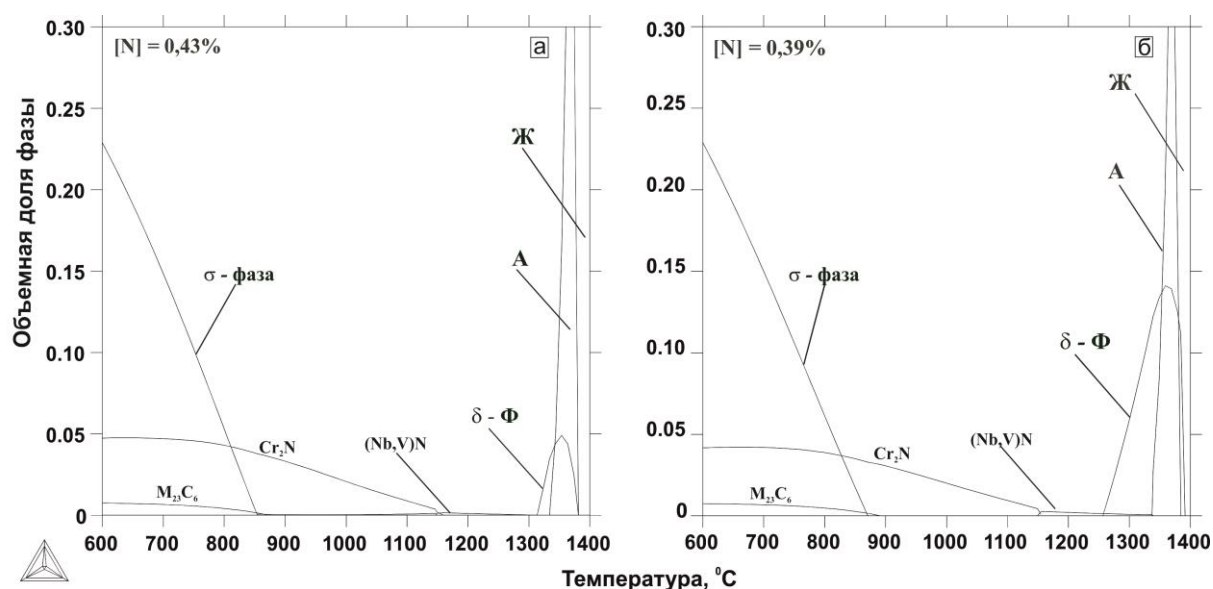


Рисунок 3.6 – Результаты термодинамического моделирования фазообразования азотсодержащей стали: а) состав 1, б) состав 2.

С целью проверки результатов термодинамического моделирования проведены сравнительные исследования микроструктуры стали состава 1 и состава 2 в литом состоянии (была получена в слитке массой 5 т). В микроструктуре азотсодержащей стали состава 1 хорошо видны светлые дендритные оси (Д) и темные междендритные проме-

жутки (МДМ) (рисунок 3.7 а, б). Границы зерен выявлены четко, сильное травление границ связано с выделениями вторичных фаз, располагающихся на них (рисунок 3.7 в).

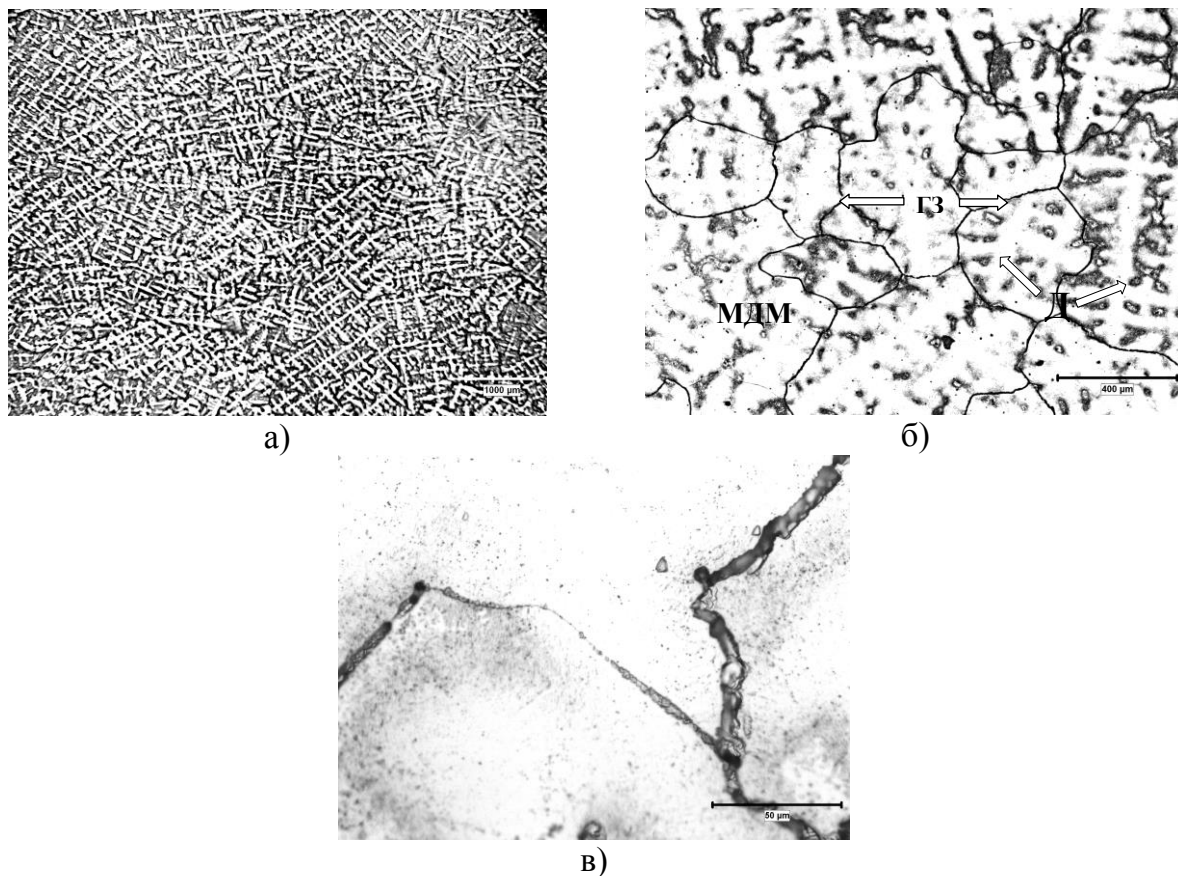


Рисунок 3.7 – Микроструктура аустенитной азотсодержащей стали состава 1 в литом состоянии.

Рентгеноспектральный микроанализ показывает, что дендритные оси незначительно обогащены хромом (20,4–20,7%), марганцем (12,1–12,7%) и молибденом (2%) (рисунок 3.8, таблица 3.2).

Результаты измерений магнитной проницаемости μ показали, что ее значения не превышали 1,01 Гс/Э, что служит дополнительным подтверждением, что структура полностью аустенитная.

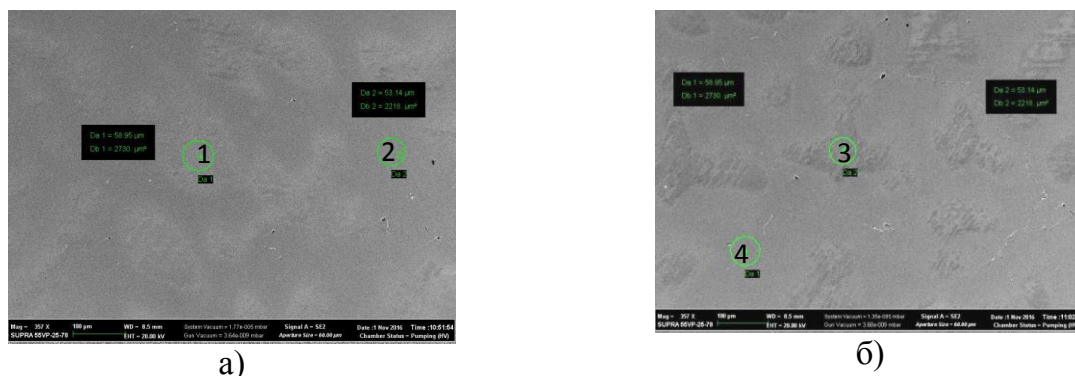


Рисунок 3.8 – Электронно-микроскопическое изображение и состав дендритных осей и междендритных промежутков в образце стали состава 1.

Таблица 3.2 – Химический состав металла осей дендритов и междендритного пространства

Спектр	массовые %				
	Cr	Mn	Ni	V	Mo
1 - Д	20,43	12,10	7,92	0,22	1,73
2 - МДМ	19,42	10,42	7,19	0,18	1,36
3 - Д	20,73	12,67	8,11	0,22	2,00
4 - МДМ	19,33	10,31	7,16	0,19	1,15

Также было проведено исследование литой структуры исследуемого состава, полученной при ускоренном охлаждении из расплава. В микроструктуре стали состава 1 в литом состоянии, приведенной на рисунке 3.9, наблюдаются дендриты со скелетной морфологией δ -феррита [39], т.е. в осях первого/второго порядка остается первичный δ -феррит, а в междендритном пространстве – аустенит (рисунок 3.9). Высокая скорость охлаждения расплава, позволила подавить процессы диффузии и зафиксировать наличие δ -феррита в литом состоянии стали состава 1. Формирование такой структуры подтверждает результаты термодинамического моделирования для состава 1, что аустенит формируется через δ -феррит.

Отдельное внимание следует уделить выделениям вторичных фаз с целью оценки их размера и морфологии. Было проведено исследование полированных нетравленных шлифов азотсодержащей аустенитной стали состава 1 в литом состоянии, которое показало наличие грубых, крупных частиц, расположенных по границам аустенитных зерен (рисунок 3.10 а, б).

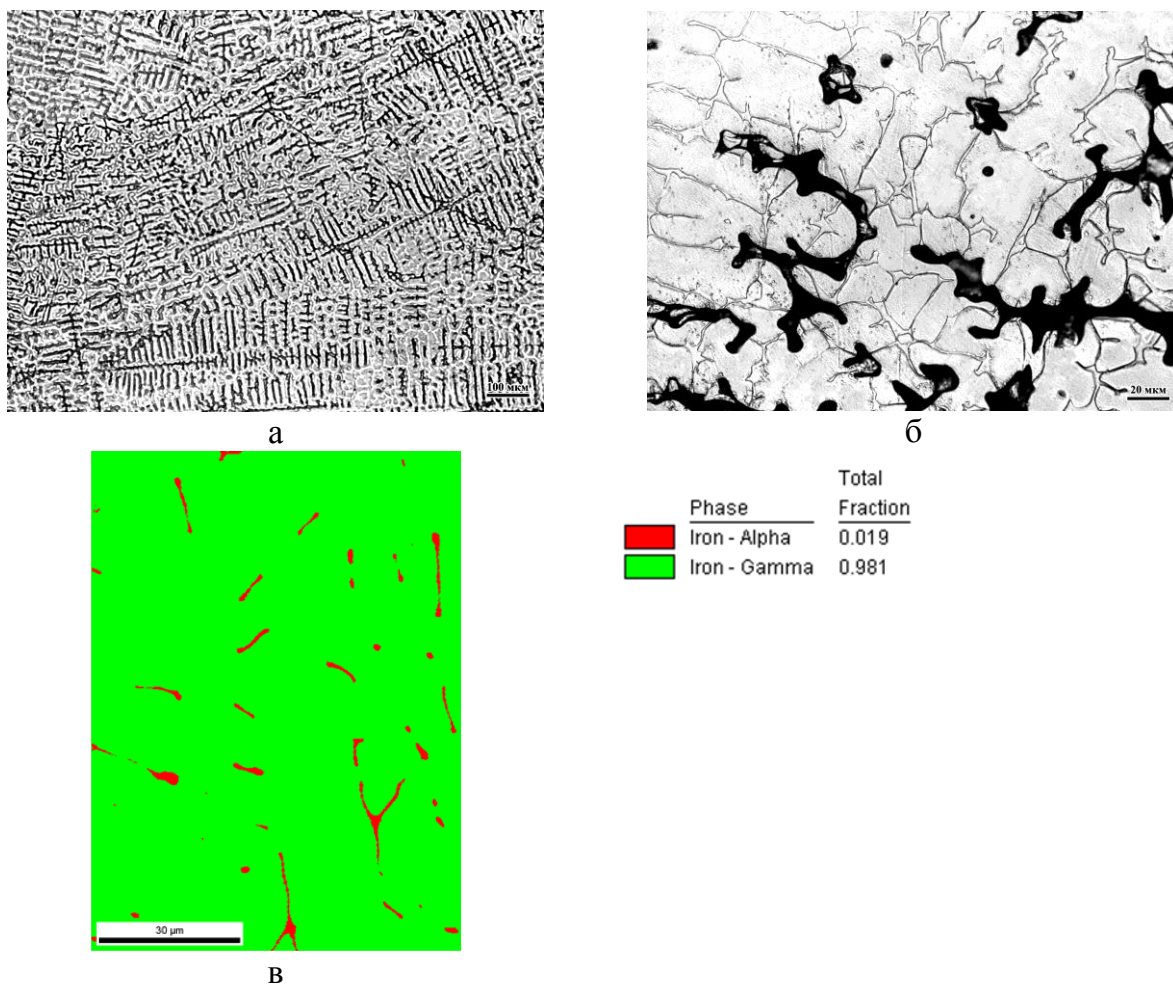


Рисунок 3.9 – Микроструктура стали состава 1 в литом состоянии после охлаждения со скоростью более $50^{\circ}\text{C}/\text{с}$.

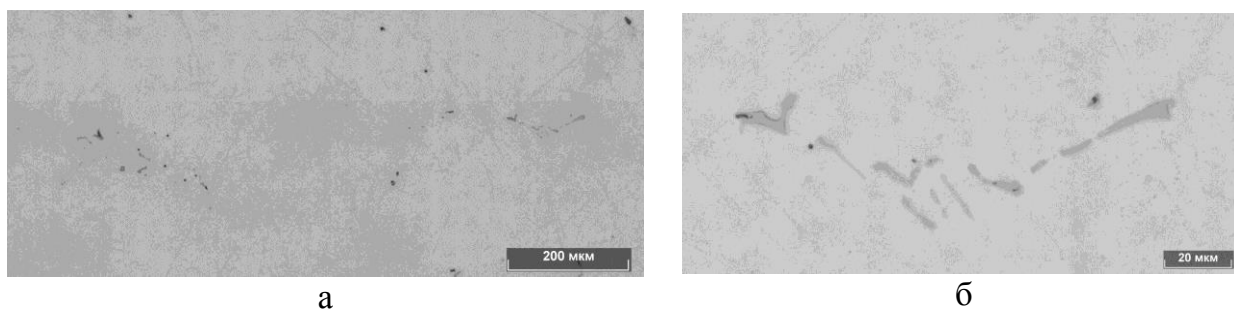


Рисунок 3.10 – Выделения вторичных фаз.

Как показали исследования (рисунок 3.10) частицы вторых фаз являются преимущественно нитридами/карбонитридами ниобия, дополнительно легированные ванадием и молибденом.

На рисунке 3.11 представлены электронно-микроскопические изображения частиц вторичных фаз. В теле зерен видны дисперсные частицы (рисунок 3.11 в) размером

до 1 мкм, химический состав которых, определенный методом РСМА, позволяет идентифицировать их как нитриды/карбонитриды ванадия, легированные ниобием (таблица 3.3 спектр 2). По границам зерен наблюдаются протяженные частицы нитридов/карбонитридов ниобия длиной 5–20 мкм (рисунки 3.10, 3.11 г), дополнительно легированные ванадием (таблица 3.3, спектр 1). Также видны крупные выделения округлой формы размером ~10 мкм, содержащие в химическом составе молибден (таблица 3.3, спектр 2).

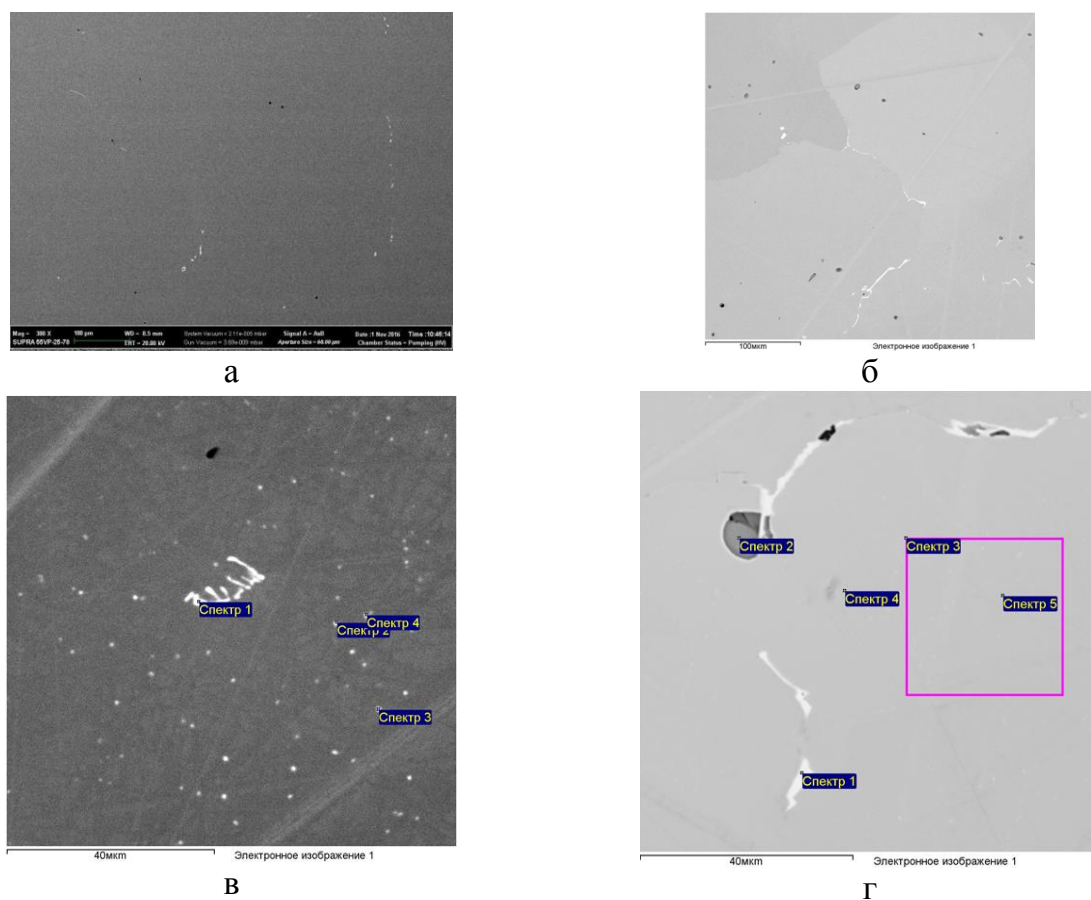


Рисунок 3.11 – Электронно-микроскопические изображения вторичных фаз (карбонитридов): а, б) обзорные фото, в) частицы по границам аустенитных зерен (светлые – карбонитриды); г) дисперсные частицы (темнопольное изображение).

Таблица 3.3 – Химический состав карбонитридов в металле промышленной плавки

	массовые %							
Спектр	Si	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb	Mo
Рисунок 3.11 в								
Спектр 1	0,36	1,58	15,74	8,20	33,27	5,13	35,73	
Спектр 2	0,39	1,05	20,62	11,32	51,56	7,47	7,60	
Рисунок 3.11 г								
Спектр 1	0,20	3,25	11,40	4,61	16,44	2,55	60,78	0,77
Спектр 2	0,15	1,29	20,70	28,60	6,20	0,82	7,81	34,42

На рисунке 3.12 представлена тонкая структура стали состава 1 в литом состоянии. Структура представляет собой крупные зерна аустенита практически без дислокаций. В теле зерна видны крупные выделения частиц вытянутой и кубической формы (рисунок 3.12 а, б), которые являются нитридами или карбонитридами ниобия типа Nb(N,C). Размер этих частиц – от 100 до 350 нм. Исходя из размера, а также учитывая результаты термодинамического расчета, можно предположить, что частицы выделились в процессе кристаллизации и вследствие достаточно низких скоростей теплоотвода при охлаждении слитка продолжили свой рост. Поскольку выделения такого типа высокотемпературные и начинают формироваться при температуре порядка 1315°C, то нагревы на последующих переделах не приведут к полному их растворению, поэтому в структуре сохранятся крупные первичные нитриды/карбонитриды Nb(N, C) [28–30].

Наблюдаются также дисперсные частицы (нитриды или карбонитриды на основе V(N, C)) размером от 2 до 10 нм, которые равномерно распределены по всему объему зерна (рисунок 3.12 в). Средний размер частиц составляет 4 нм при их концентрации $\sim 5 \cdot 10^{22} \text{ м}^{-3}$ (рисунок 3.12 г).

На рисунке 3.13 приведена микроструктура стали состава 2 в литом состоянии, охлажденная из расплава с высокой скоростью.

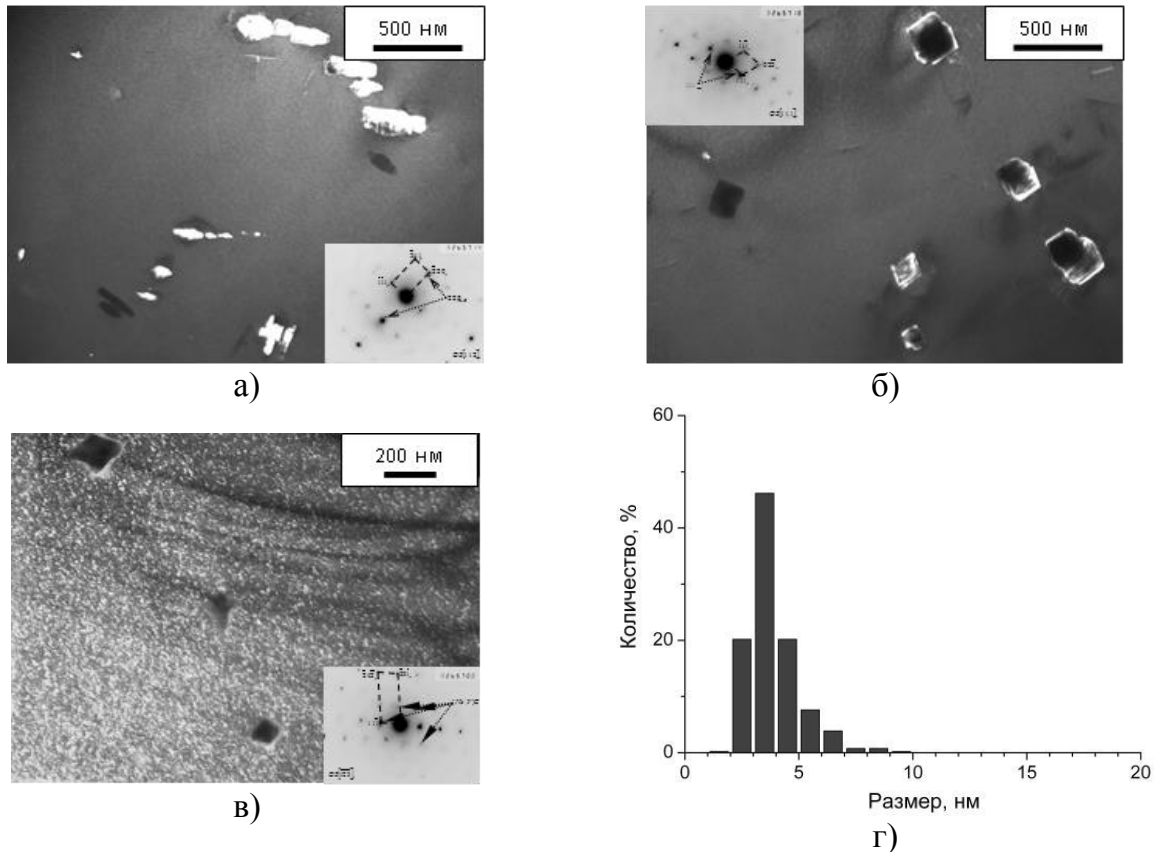


Рисунок 3.12 – Микроструктура стали состава 1 в литом состоянии:

а - темнопольное изображение в рефлексе $(220)_{\text{Nb}(\text{N},\text{C})}$;

б - темнопольное изображение в рефлексе $(111)_{\text{Nb}(\text{N},\text{C})}$;

в - темнопольное изображение в рефлексе $(220)_{(\text{Nb},\text{V})(\text{N},\text{C})}$;

г – гистограмма распределения дисперсных частиц нитридов по размерам.

В структуре металла наблюдаются дендриты, оси которых выявлены наиболее четко, имеют темно-серую окраску. Следует отметить пластинчатую [39] морфологию δ -феррита, характерную для сталей, охлажденных с высокой скоростью, вследствие подавления диффузии при ферритно-аустенитном превращении. Также следует отметить, что соотношение $\text{Cr}_{\text{экв}}/\text{Ni}_{\text{экв}}$ в стали состава 1 меньше (1,25) чем в стали состава 2 (1,57), что также является одним из условий формирования δ -феррита пластинчатой морфологии [39]. На рисунке 3.14 б, в хорошо видна ликвационная неоднородность по химическому составу (таблица 3.4) стали состава 2 в литом состоянии, которая проявляется в виде светло-серых участков междендритного пространства, не имеющих заметной межфазной границы. При более высоком увеличении (рисунок 3.13 г) выявляются границы зерен. В стали наблюдаются многочисленные частицы вторичных фаз различного типа и размера (в том числе достаточно крупные, не менее 1 мкм), располагающиеся в теле

аустенитных зерен, на границах раздела дендритов и междендритного металла, и на границах зерен.

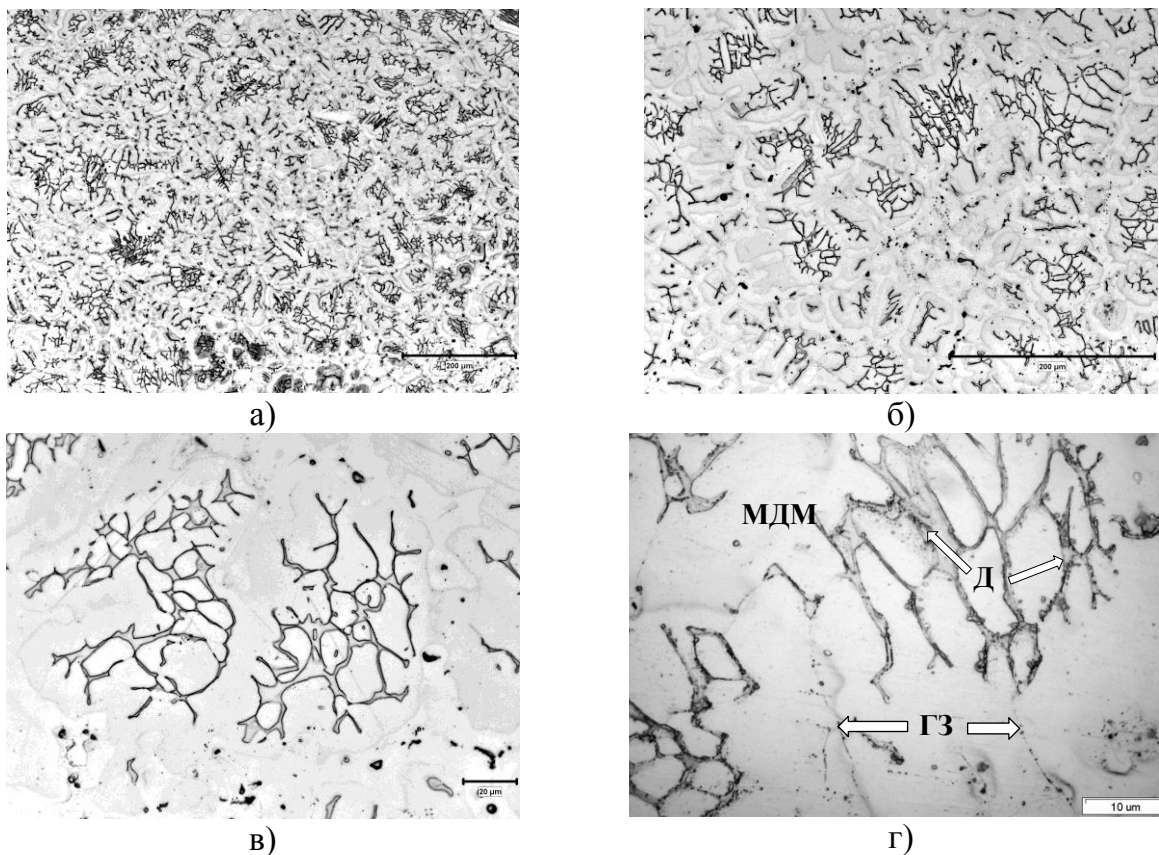


Рисунок 3.13 – Микроструктура азотсодержащей аустенитной стали состава 2 в литом состоянии («ковшевая» проба).

На рисунке 3.14 (а–в) показаны участки литой стали состава 2, для которых с использованием рентгеноспектрального микроанализа (РСМА) была получена информация о содержании основных легирующих элементов в междендритном пространстве и дендритах («ковшевая» проба), в таблице 3.4 приведены результаты этого анализа.

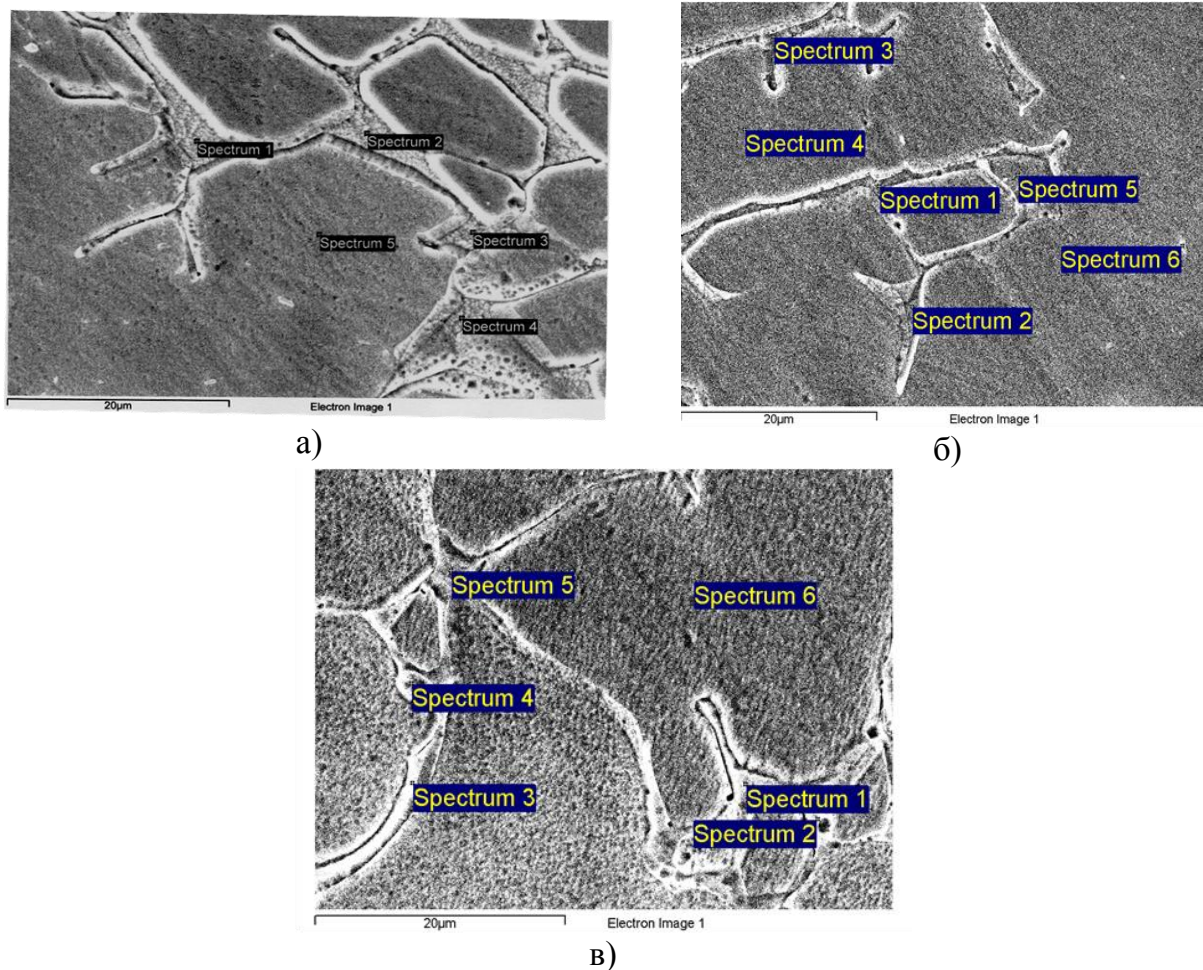


Рисунок 3.14 – Электронно-микроскопическое изображение дендритных осей и междендритных промежутков стали состава 2 в литом состоянии.

Химический состав различных зон литого металла показывает, что дендритные оси, как и в стали состава 1, состоят из δ -феррита, в котором превышено содержание по Cr до 22–26% и Mo до 3,3%. При этом содержание аустенитообразующих элементов Mn, Ni снижено. В междендритном пространстве содержание Cr порядка 20%, а Ni и Mn – 6 и 11%, соответственно. Учитывая результаты металлографических исследований и РСМА, в междендритном пространстве располагается аустенит, неоднородный по химическому составу. Такая ликвационная неоднородность может быть связана с высокой скоростью кристаллизации и затвердевания пробы.

Исследование микроструктуры стали состава 2 методом ПЭМ показало, что литая структура содержит крупные равноосные зерна аустенитной фазы с малой объемной плотностью (10^7 см^{-2}) дислокаций. В микроструктуре литой стали также наблюдались небольшие выделения δ -феррита (рисунок 3.15).

Таблица 3.4 – Содержание легирующих элементов в стали состава 2 в литом состоянии «ковшевой» пробы

№ рис.в тексте	Участок проведения РСМА		в массовых %					
			Cr	Mn	Ni	Mo	Fe	
Рисунок 3.15 а	Спектр 1	Д	22,91	9,29	4,57	1,66	61,15	
			Спектр 2	23,12	9,46	4,39		63,02
			Спектр 3	22,86	9,27	4,67	1,27	61,93
			Спектр 4	23,21	9,52	3,54		63,73
Рисунок 3.15 б	Спектр 1	Д	26,64	8,75	2,95		61,66	
			Спектр 2	25,35	8,90	2,76		62,99
			Спектр 3	21,53	9,22	5,86		63,38
			Спектр 5	23,33	8,31	4,85		63,51
Рисунок 3.15 в	Спектр 1	Д	25,12	9,06	3,43	2,53	59,86	
			Спектр 2	24,62	9,57	2,73	2,16	60,92
			Спектр 3	25,99	9,48	2,73		61,80
			Спектр 5	25,40	9,25	2,18	3,32	59,85
	Среднее		24,25	9,25	3,62	2,19	61,84	
Рисунок 3.15 б	Спектр 4	МДМ	20,88	9,03	5,92		64,16	
			Спектр 6	19,07	11,72	8,07		61,15
Рисунок 3.15 в	Спектр 4	МДМ	19,55	10,94	5,72		63,79	
			Спектр 6	20,00	10,25	6,05		63,70
	Среднее		20,57	10,05	6,12		63,26	

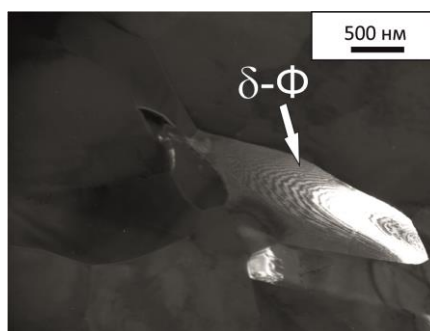


Рисунок 3.15 – Микроструктура аустенитной азотсодержащей стали состава 2 в литом состоянии.

Таким образом, в результате проведения термодинамических расчетов установлено, что все возможные составы аустенитной азотсодержащей стали марки 04X20H6Г11M2АФБ в пределах НТД кристаллизуются через δ -феррит по механизму: $Ж \rightarrow Ж+\delta-Ф \rightarrow Ж+\delta-Ф+A \rightarrow \delta-Ф+A \rightarrow A$. Результаты термодинамического моделирования подтверждены исследованиями микроструктуры стали двух составов в пределах НТД, имеющих различное соотношение $Cr_{эКВ}/Ni_{эКВ}$. Состав 1 имеет соотношение

$Cr_{эКВ}/Ni_{эКВ} = 1,25$; состав 2 – $Cr_{эКВ}/Ni_{эКВ} = 1,57$. Состав 1 имеет чисто аустенитную структуру, однако, наблюдается химическая неоднородность: оси дендритов обогащены ферритообразующими элементами – Cr, Mo и обеднены аустенитообразующими – Ni, Mn, в то время как, металл междендритного пространства наоборот обогащен Ni и Mn и обеднен Cr и Mo. При увеличении скорости охлаждения из расплава стали состава 1 весь δ -феррит не успевает превратиться в аустенит, поэтому можно наблюдать в осях дендритов некоторое количество δ -феррита скелетной морфологии.

В стали состава 2 в осях дендритов наблюдается остаточный δ -феррит пластинчатой морфологии (~7%). Также известно [39], что при увеличении соотношения $Cr_{эКВ}/Ni_{эКВ}$ и скорости охлаждения из расплава изменяется морфология δ -феррита от скелетного типа до пластинчатого. Поскольку в обоих случаях скорость охлаждения из расплава была сравнима и достаточно высока, то можно сделать вывод, что на изменение морфологии δ -феррита оказало влияние изменение соотношения $Cr_{эКВ}/Ni_{эКВ}$, которое больше у стали состава 2.

Исследования микроструктуры аустенитной азотсодержащей стали в литом состоянии позволили выявить наличие частиц различного размера и морфологии:

- крупные частицы вытянутой и кубической формы первичных высокотемпературных нитридов ниобия размером от 100 до 350 нм, располагающиеся по границам и в теле зерен. Такие частицы труднорастворимы при последующей термической обработке и могут дополнительно охрупчивать сталь;
- мелкодисперсные частицы нитридов/карбонитридов на основе ванадия размером от 2 до 10 нм, которые равномерно распределены по всему объему зерна.

3.2 Физическое моделирование процессов структурообразования при горячей деформации

В настоящее время широкое распространение в промышленности получила высокотемпературная термомеханическая обработка (ВТМО) стали, которая имеет высокую эффективность, сочетая в себе операции горячей деформации и термической обработки (закалки с температуры конца прокатки), что позволяет получать оптимальные сочета-

ния структуры и свойств в результате обработки [5, 58–60, 92, 96, 128]. В зависимости от температуры, скорости, степени и дробности деформации, продолжительности междеформационных пауз формируются структуры горячего наклепа, динамического (статического) возврата, динамической (статической) полигонизации и динамической (статической) рекристаллизации. Кроме того, изменяются морфология, размер и состав выделений, происходят диффузионные превращения и т.п. Главная особенность процесса горячей деформации состоит в том, что формоизменение происходит при температурах более $0,5T_{пл}$ и сравнительно больших скоростях ($10^{-2} \div 10^3 \text{ с}^{-1}$). Прочность и пластичность металлов в этих условиях существенно зависят от температуры и скорости деформации. Большие деформации, достигаемые в процессе горячей обработки, не сопровождаются заметным деформационным упрочнением, что свидетельствует об интенсивном развитии процессов динамического разупрочнения во время горячей деформации [56].

Структурные превращения в ходе горячей деформации обуславливают изменение деформирующего напряжения. В связи с этим закономерности структурообразования целесообразно изучать в совокупности с анализом диаграмм горячей деформации. Вид диаграмм определяется в основном скоростью и температурой деформации, схемой напряженного состояния, химическим составом, исходным состоянием и типом кристаллической решетки [56, 58].

3.2.1 Анализ структуры листового проката, изготовленного на АО «ВМК «Красный Октябрь»

В начале 2000-х годов была изготовлена опытная партия листового проката из исследуемой стали толщиной до 20 мм. При анализе промышленных технологических схем изготовления листового проката на «стане 2000» АО «ВМК «Красный Октябрь», установлено, что горячую прокатку осуществляли с 2-кратным обжатием с исходных толщин подката 14–32 мм. Это характерная схема горячей прокатки для стандартных хромоникелевых коррозионно-стойких сталей типа 18-10 на рассматриваемом предприятии.

Горячая прокатка проводилась в несколько проходов, при этом попроходная степень деформации не регламентировалась, а задавалась только суммарная степень деформации ($\varepsilon_{\Sigma} = 53\%$) и температура начала и конца процесса ($T_{\text{нп}} = 1100\text{--}1050^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{кп}} \geq 900^{\circ}\text{C}$). При этом вопросу формирования структуры по сечению листа, а также регламентации размера получаемого зерна, не уделено достаточного внимания.

Исследование микроструктуры листового проката показало, что преимущественно формируется структура, состоящая из крупных деформированных зерен, вытянутых вдоль направления прокатки (рисунок 3.16 а). В случае если температура конца прокатки была около $950\text{--}1000^{\circ}\text{C}$ по границам крупных зерен образуются скопления мелких зерен (рисунок 3.16 в, г). При температуре конца прокатки ниже 950°C наблюдаются деформированные зерна, по границам которых видны цепочки частиц вторичных фаз (рисунок 3.16 б), при этом коэффициент структурной анизотропии $0,25\text{--}0,33$ вдоль направления проката и $\sim 0,5$ поперек направления проката. Формирование такого типа структуры может приводить к ухудшению коррозионной стойкости стали. Протяженные границы зерен благоприятны для выделения и коагуляции нитридов типа Cr_2N и карбидов Cr_{23}C_6 , способствующих обеднению приграничных объемов зерна хромом. Также следует отметить неравномерность в распределении искаженности решетки, косвенно характеризующей распределение напряжений по зернам и внутри них (рисунок 3.17), которые показывают, что в смешанной структуре наибольшие напряжения наблюдаются среди скоплений мелких зерен (красно-желтый цвет), в крупных наибольшая искаженность – по границам и в тройных стыках зерен. Неравномерность в таком распределении может приводить к локализации деформаций при дальнейших операциях с металлопрокатом, например, холодная гибка и штамповка. В частности, данное обстоятельство являлось одной из причин растрескивания заготовки при холодной штамповке, о которой упоминалось выше.

Анализ механических свойств также показал наличие анизотропии в направлениях вдоль и поперек прокатки, в частности для листового проката толщиной 15 мм (рисунок 3.18):

- ударная вязкость имеет среднее значение по направлению прокатки 209 Дж/см^2 , поперек – 162 Дж/см^2 , коэффициент анизотропии составил $0,78$;

- среднее значение по пределу текучести вдоль направления прокатки 705 МПа , поперек – 770 МПа , коэффициент анизотропии составил $0,85$.

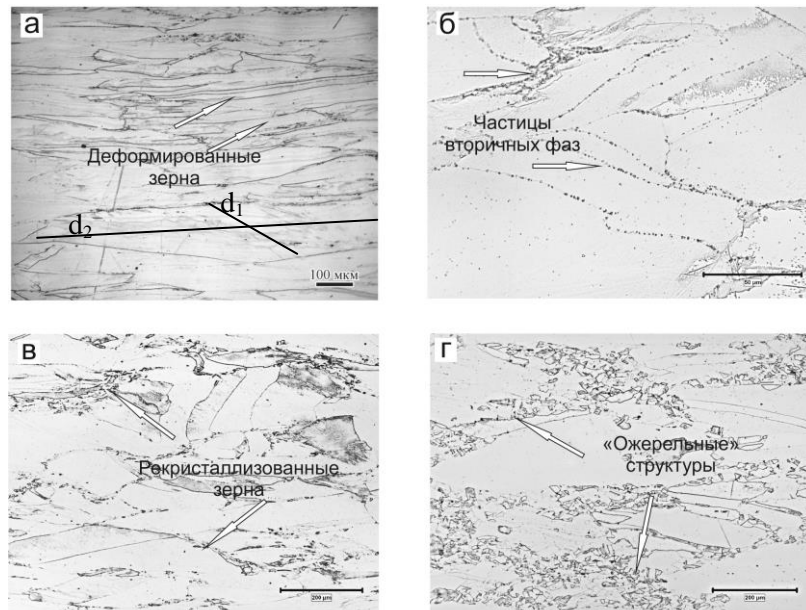


Рисунок 3.16 – Микроструктура листового проката: а) деформированные зерна; б) частицы вторичных фаз по границам деформированных зерен; в, г) «ожерельные» структуры, отражающие различную степень развития рекристаллизации в процессе ВТМО.

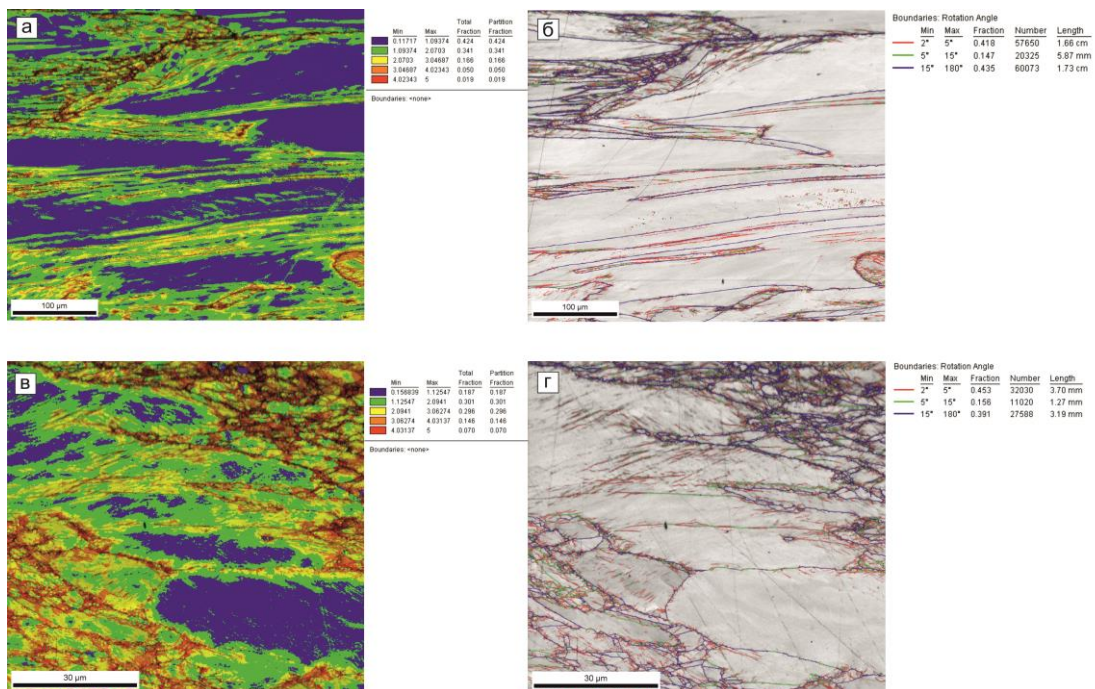


Рисунок 3.17 – Микроструктура листового проката: а, б) деформированные зерна; в, г) «ожерельная» структура; а, в) карта кривизны кристалла; б, г) карта распределения границ.

Для листового проката толщиной менее 10 мм соотношение между пределом текучести и временным сопротивлением в среднем составило $0,9 \div 0,95$, что также способ-

ствует снижению деформационной способности стали при дальнейших операциях холодной гибки, штамповки и пр.

Помимо анизотропии, наблюдается разброс свойств в широком диапазоне при близких режимах горячей деформации (рисунок 3.19). Исходя из комплексного анализа микроструктуры и механических свойств листового проката, можно утверждать, что регламентация только суммарной степени деформации и температурного интервала горячей прокатки не позволяет получать равномерную зеренную структуру, и, следовательно, стабильные свойства стали.

В процессе многопроходной горячей пластической деформации в аустените протекает ряд высокотемпературных процессов, от которых зависит изменение структуры стали. Структура и свойства готовой металлопродукции зависят от степени развития этих процессов (упрочнение, возврат, рекристаллизация, выделение второй или нескольких фаз). В зависимости от режима термомеханической обработки может формироваться разнородная или однородная зеренная структура [129]. Получение заданной структуры и свойств стали, а также надежная повторяемость результатов требуют понимания природы структурных и фазовых превращений в процессе ВТМО, влияния различных факторов, строгого соблюдения режимов деформации, нагрева и охлаждения с температурно-временной точностью. Для разработки оптимальных режимов ВТМО необходимо глубоко изучить закономерности формирования структуры при горячей пластической деформации, в процессе которой связь между напряжением, степенями и скоростями деформации неоднозначна [63].

В настоящее время одним из эффективных методов, используемых при оптимизации технологических параметров термопластической обработки, является имитационное моделирование. Достоинством данного метода является возможность получения количественного описания физических явлений, в результате которых формируется конечная структура, а, следовательно, и требуемые механические свойства. Можно проанализировать эволюцию структуры в процессе горячей деформации и при последующем охлаждении, что в свою очередь позволит обеспечить регулируемое развитие процессов формирования структуры при ВТМО. Следует учитывать, что лабораторные эксперименты лишь упрощенно отражают реальную ситуацию в производственных условиях. Но во многих случаях можно найти приемлемую корреляцию между промышленными условиями и лабораторными опытами [59, 130].

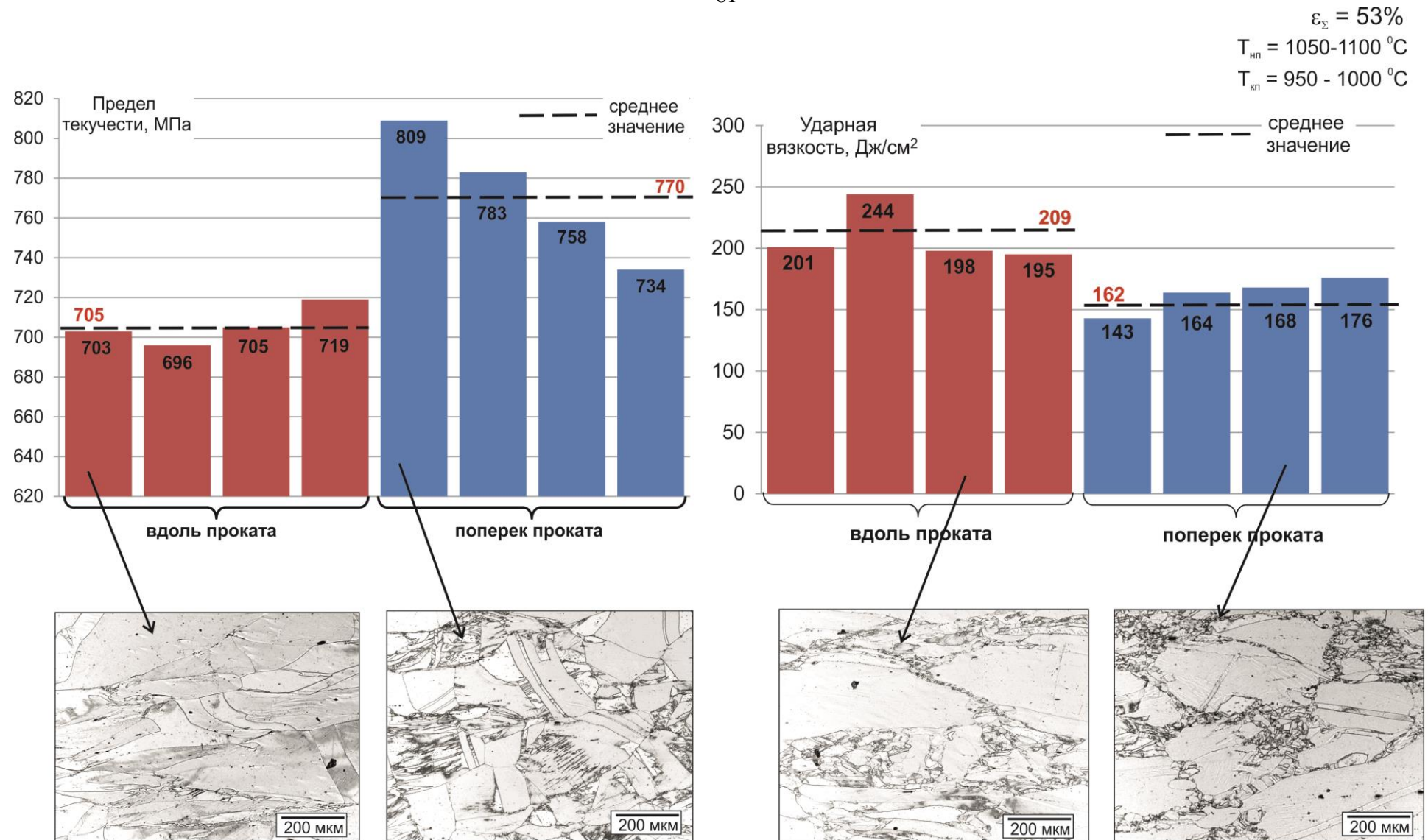


Рисунок 3.18 – Анизотропия механических свойств и структуры листового проката толщиной 15 мм, полученного в результате горячей деформации прокаткой при близких условиях

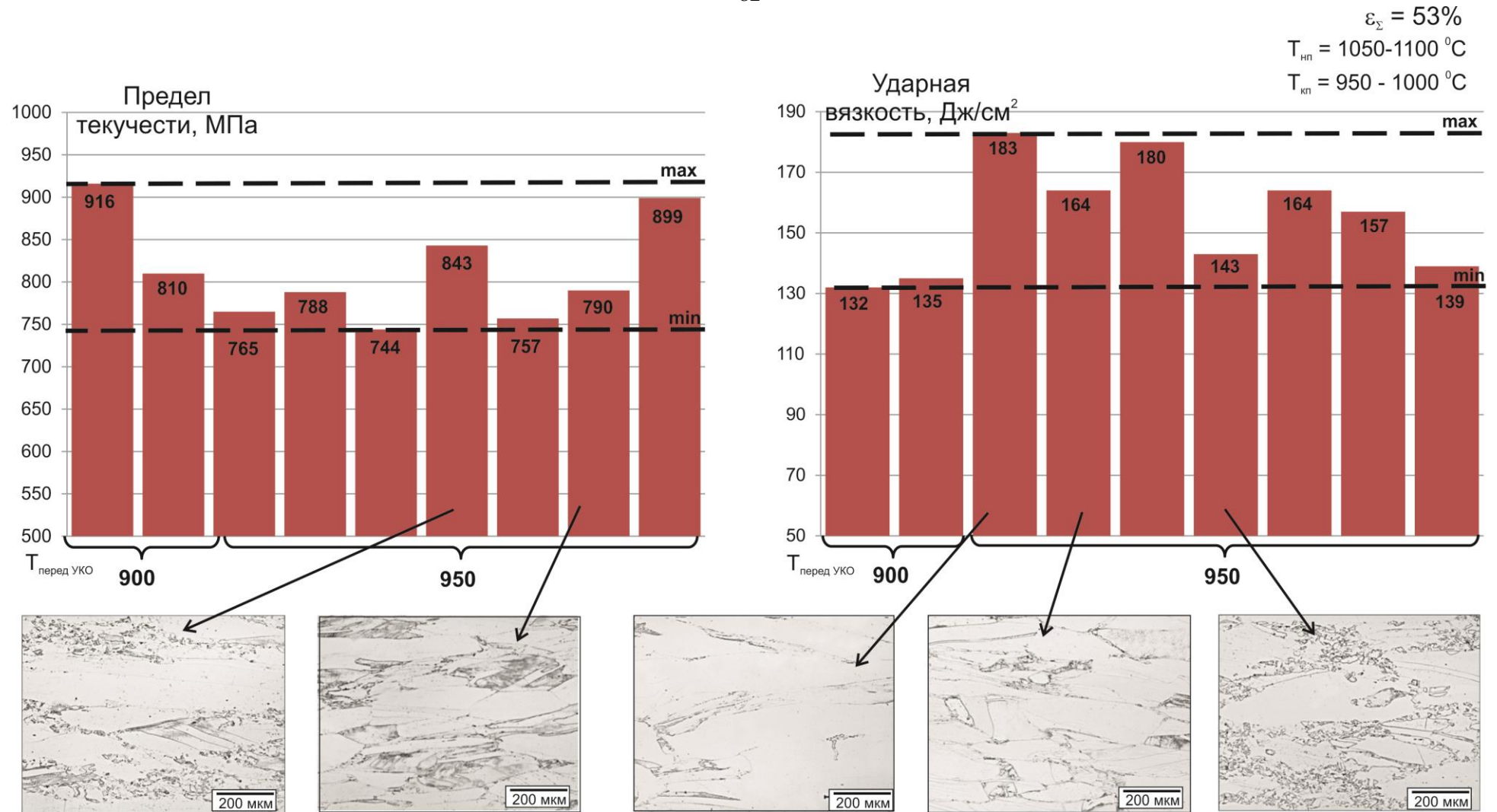


Рисунок 3.19 – Механические свойства листового проката толщиной 15 мм, полученного в результате горячей деформации прокаткой при близких условиях

3.2.2 Определение условий начала динамической рекристаллизации на основании результатов обработки экспериментальных данных физического моделирования горячей деформации

3.2.2.1 Исходное состояние исследуемых составов стали

Физическое моделирование процессов структурообразования при горячей деформации проводили на пластометре Gleeble 3800. Вследствие того, что для моделирования используются образцы малого размера, для осуществления этого процесса были отобраны образцы из листов азотсодержащей стали (состав 1 и состав 2), поскольку отбор образцов от промышленного слитка нецелесообразен из-за возможности попадания в разные зоны слитка, что может привести к получению некорректных результатов. Обычно горячей деформации при изготовлении листового проката подвергаются уже предварительно продеформированные заготовки (брамы, подкаты), и перед конечной операцией прокатки подкат уже претерпевает несколько актов горячей деформации.

Процессы структурообразования в результате горячей деформации обусловлены прохождением динамического возврата и/или динамической рекристаллизации в процессе деформирования, метадинамической и статической рекристаллизации в междеформационных паузах. Степень (полнота) прохождения того или иного процесса структурообразования во многом зависит от размера исходного зерна. В промышленных условиях перед ВТМО азотсодержащую сталь нагревают до высоких температур с целью получения однородного твердого раствора – аустенита, а также для прогрева сляба или заготовок перед деформацией. Согласно результатам проведенного термодинамического моделирования, а также в работе [127], установлено, что при температуре более 1200°С происходит растворение большей части выделившихся вторичных фаз.

Таким образом, выбор температуры нагрева обусловлен необходимостью растворения частиц вторичных фаз и получения равномерной структуры по сечению сляба. Было проведено исследование влияния температуры нагрева под горя-

чую деформацию и времени выдержки на размер зерна аустенита. Образцы из стали составов 1 и 2 нагревали до температур $T = 1240, 1280^{\circ}\text{C}$ с выдержкой $\tau = 180\div 600$ с, затем охлаждали со скоростью $40^{\circ}\text{C}/\text{с}$ до комнатной температуры.

В результате металлографического исследования (таблицы 3.6, 3.7) показано, что микроструктура состоит из зерен полиэдрической формы с тонкими границами и ровными двойниками отжига. В случае нагрева до 1250°C и выдержки 180 с наблюдается некоторая неравномерность по размеру зерен, но при увеличении времени выдержки до 600 с размер зерен по сечению образца выравнивается. Увеличение времени выдержки до 600 с не оказывает влияния на рост зерен аустенита, средний размер которых остается таким же как и при выдержке 180 с. Установлено, что увеличение температуры термической обработки до 1280°C , а также увеличение времени изотермической выдержки до 600 с не приводит к росту зерен. Средний размер зерен составил $D_{\text{срз}} = 250\text{--}300$ мкм. В результате проведенных исследований установлено, что начальный размер зерна постоянный и не будет оказывать влияния на формирующуюся структуру при последующих переделах.

Таким образом, выбран следующий температурно-временной режим нагрева для осуществления физического моделирования процессов горячей обработки давлением азотсодержащей стали:

- температура нагрева 1250°C со скоростью нагрева $3^{\circ}\text{C}/\text{с}$, время выдержки 180 с.

Таблица 3.5 – Влияние температуры и времени выдержки на размер зерна стали состава 1

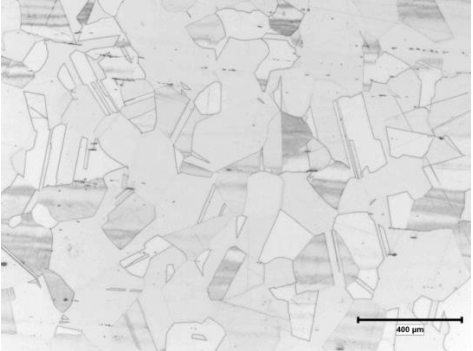
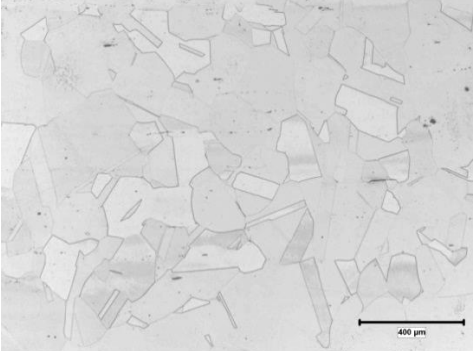
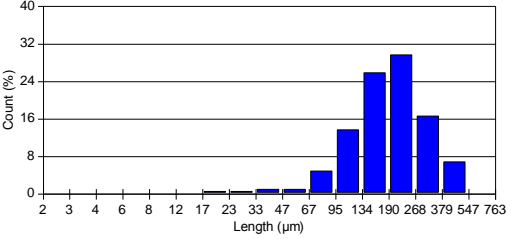
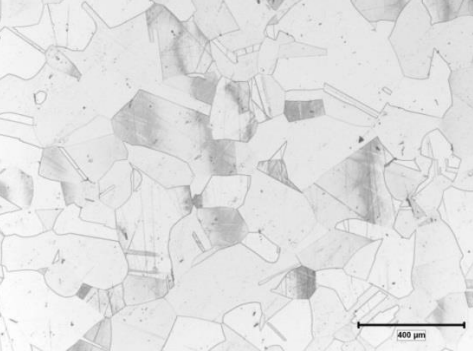
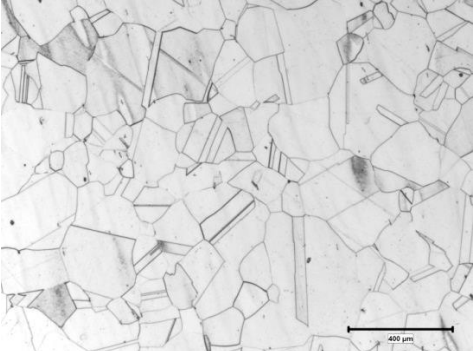
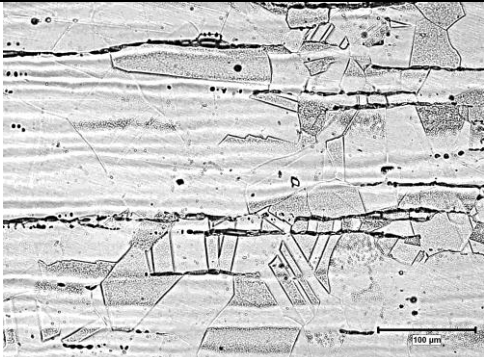
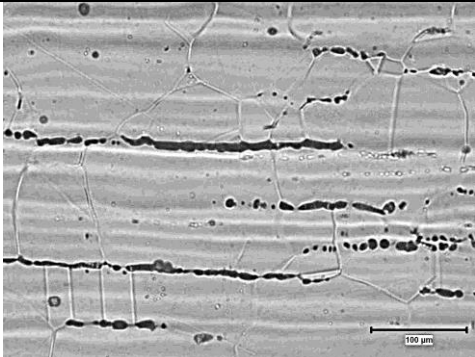
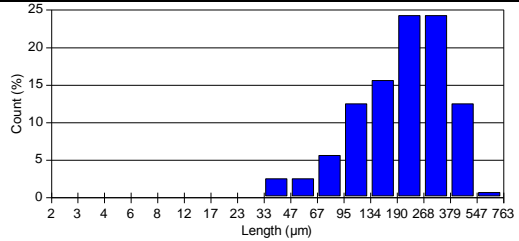
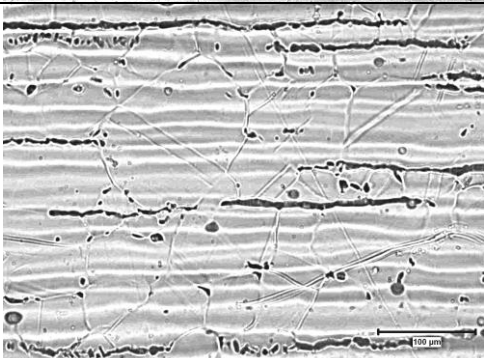
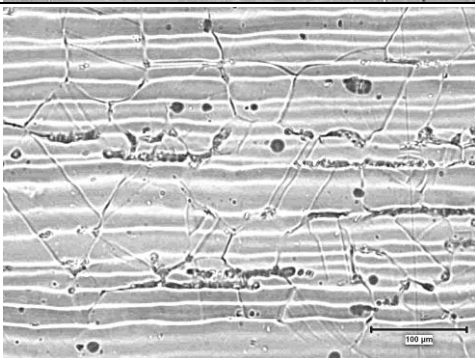
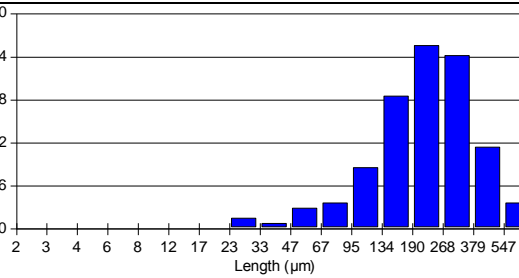
Температура испытания, °С	Время изотермической выдержки, с		Гистограмма распределения по размеру зерна Усредненные значения размера зерен, мкм
	180 с	600 с	
1250°С			 <p style="text-align: center;">$D_{cp\ 3} = 250\ \mu\text{m}$</p>
1280°С			

Таблица 3.6 – Влияние температуры и времени выдержки на размер зерна стали состава 2

Температура испытания, °C	Время изотермической выдержки, с		Распределение по размеру зерен, мкм
	180 с	600 с	
1250°C			 <p>$D_{cp\ 3} = 270\ \mu\text{m}$</p>
1280°C			 <p>$D_{cp\ 3} = 265\ \mu\text{m}$</p>

3.2.2.2 Анализ диаграмм горячей деформации. Определение условий динамической рекристаллизации

Для исследования механического поведения высокопрочной азотсодержащей стали в условиях горячей деформации изучены диаграммы горячей деформации сжатием при температурах 900–1200°C и скоростях деформации $\dot{\varepsilon} = 0,1; 1; 10 \text{ с}^{-1}$.

Схематическое изображение процесса деформирования приведено на рисунке 3.20

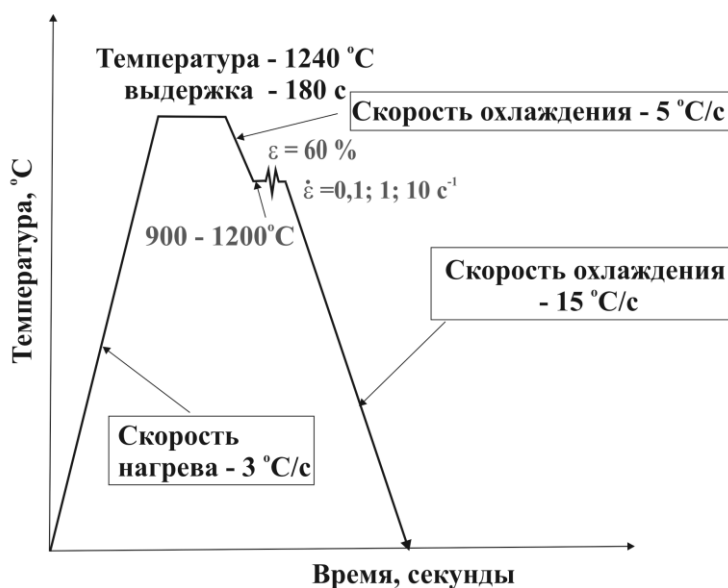


Рисунок 3.20 – Схема проведения горячей деформации сжатием.

На рисунке 3.21 приведены примеры диаграмм деформации в истинных координатах напряжение-деформация « $\sigma - \varepsilon$ ».

По полученным данным были построены диаграммы горячей деформации в координатах истинное напряжение – истинная деформация « $\sigma - \varepsilon$ ». Следует отметить общую закономерность для всех полученных диаграмм деформации: с увеличением температуры и со снижением скорости деформирования напряжение снижается (рисунки 3.21, 3.22), что согласуется с известными литературными данными [58–60, 63–66, 69–74, 131].

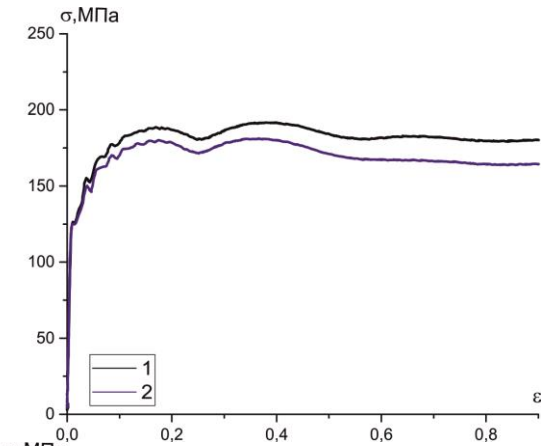
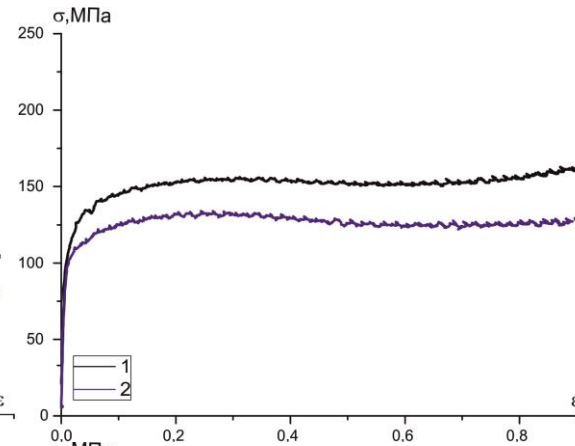
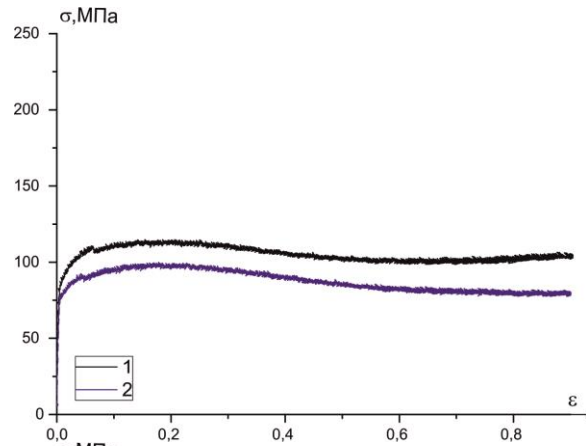
Температура деформации, °С

Скорость деформации $0,1 \text{ с}^{-1}$

Скорость деформации 1 с^{-1}

Скорость деформации 10 с^{-1}

1200



1100

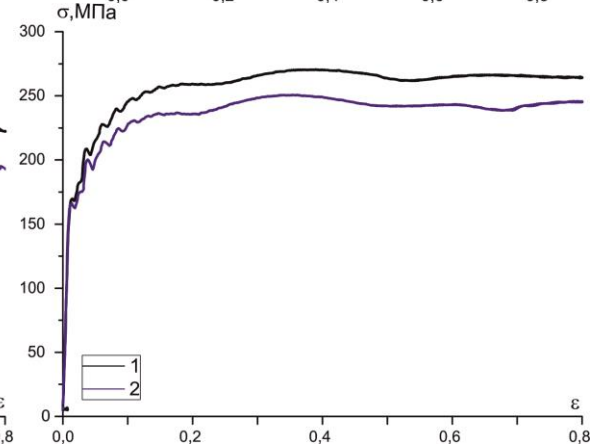
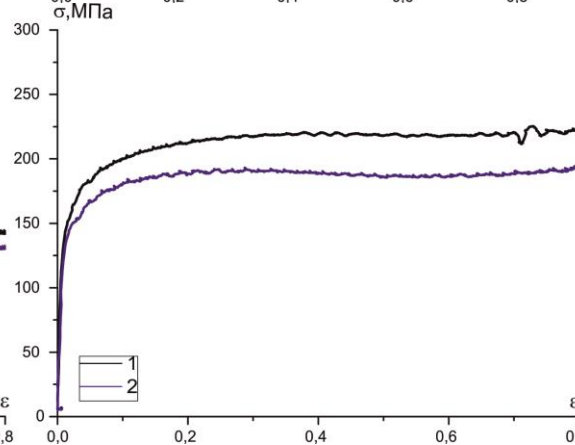
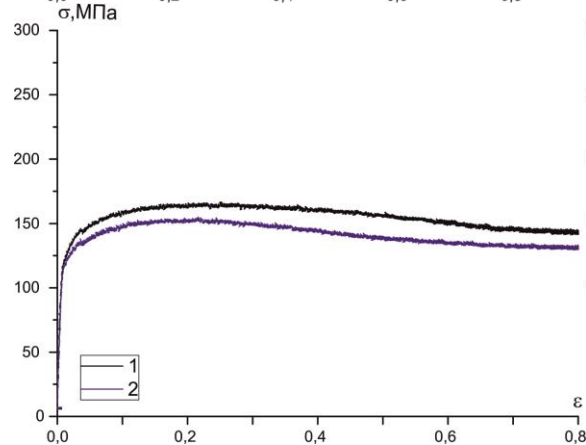


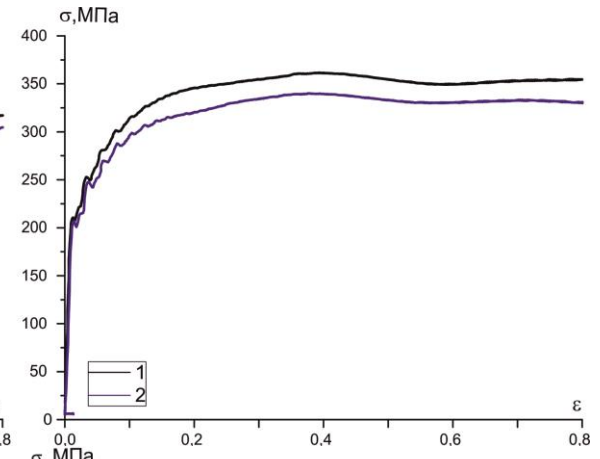
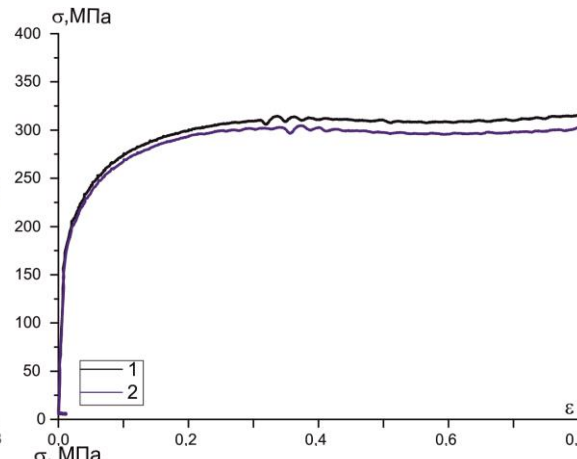
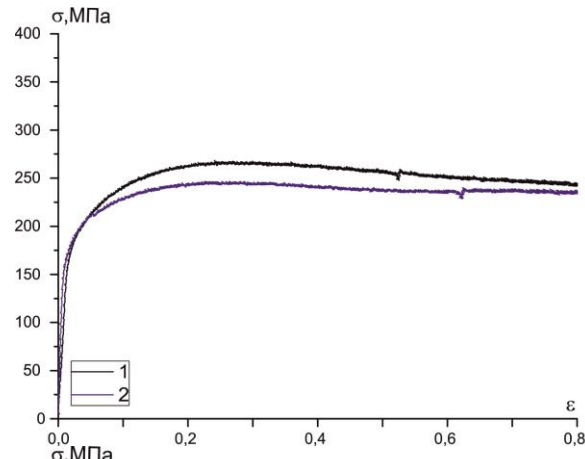
Рисунок 3.21 - Диаграммы горячей деформации стали составов 1, 2.

Температура деформации, °С

Скорость деформации $0,1 \text{ с}^{-1}$

Скорость деформации 1 с^{-1}

1000



900

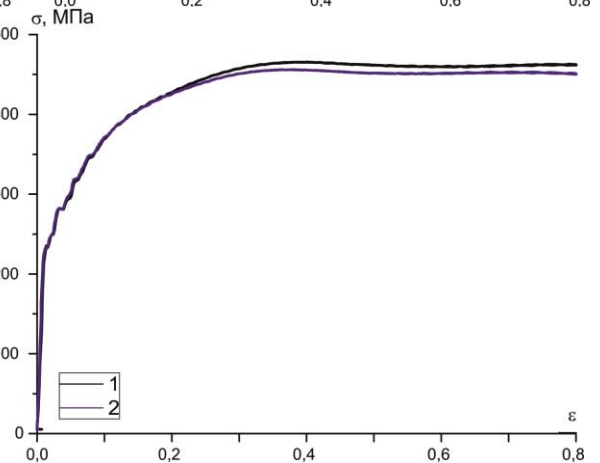
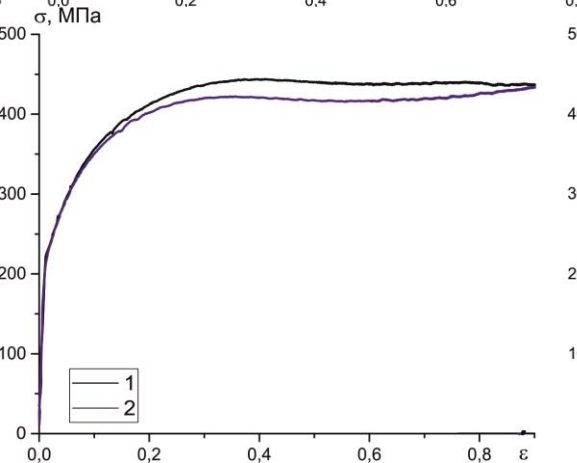
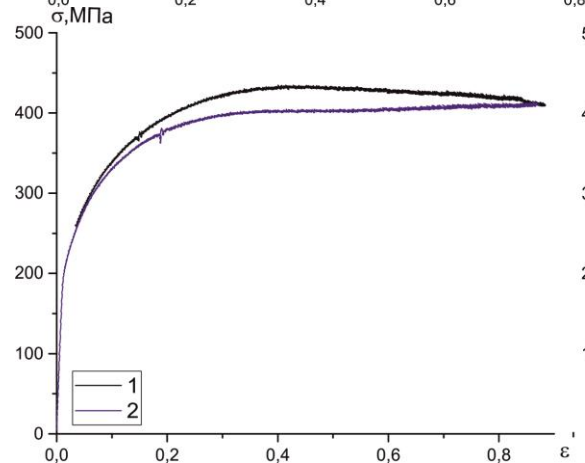


Рисунок 3.21 (продолжение) – Диаграммы горячей деформации стали составов 1, 2.

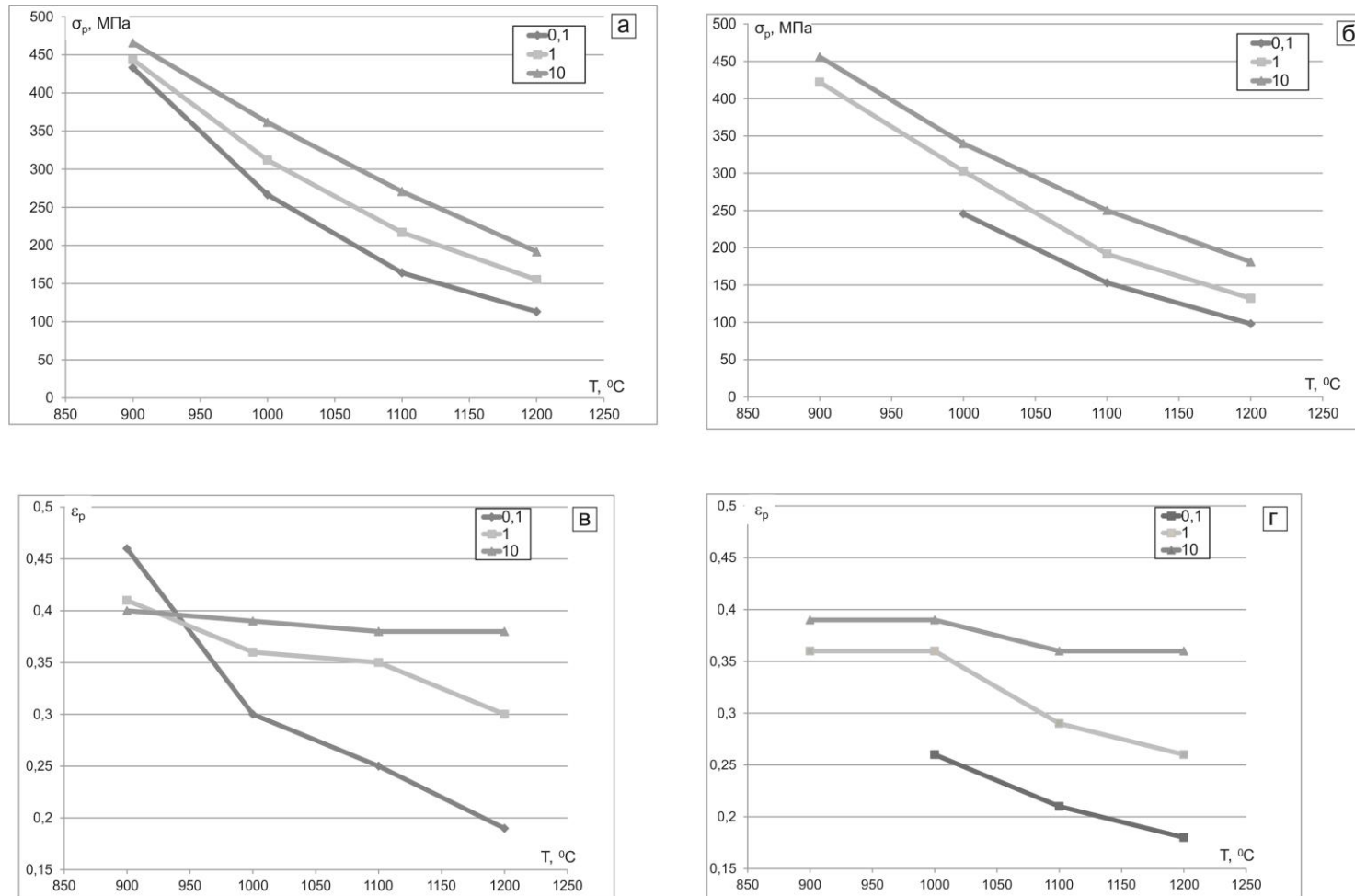


Рисунок 3.22 – Изменение значений максимального напряжения (а, б) и пороговой степени деформации (в, г) в зависимости от скорости деформации и температуры: а, в) состав 1; б, г) состав 2.

В результате анализа диаграмм деформации (рисунок 3.22) построены зависимости изменения пиковых напряжений (σ_p) и соответствующей степени деформации (ε_p), из которых следует, что с повышением температуры и снижением скорости деформации σ_p монотонно снижается (рисунок 3.22 а, б) для сталей обоих составов. При повышении температуры деформирования также снижается пороговая степень деформации, однако, следует отметить, что при увеличении скорости деформации данная зависимость становится менее выраженной. Так ε_p при скорости деформации $0,1 \text{ с}^{-1}$ в интервале температур $900\text{--}1200^\circ\text{C}$ снижается с $0,46$ до $0,19$ для стали состава 1 и с $0,26$ до $0,18$ для стали состава 2. При скорости деформации 10 с^{-1} ε_p практически не изменяется и остается на среднем уровне $0,39$ для стали состава 1 и $0,37$ для стали состава 2 (рисунок 3.22 в, г).

Из полученных диаграмм деформации видно, что сталь состава 2 (с δ -ферритом) упрочняется на 8% меньше, чем сталь состава 1. Пороговые деформации, соответствующие пиковым напряжениям, для состава 2 достигаются при меньших значениях, чем для состава 1 (рисунок 3.22 в, г).

Сравнивая диаграммы деформации для двух составов исследуемой стали при температуре 900°C , можно отметить, что кривая состава 1 имеет слабо выраженный пик напряжений при всех скоростях деформирования. Кривая состава 2 при скоростях $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ с}^{-1}$ пика не имеет, но можно выделить площадку установившегося течения при степенях деформации от $0,4$ до $0,6$, затем монотонно увеличивается. Такое поведение диаграммы деформации для состава 2 может указывать, что при 900°C при скорости $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ с}^{-1}$ ДР не начинается.

При повышении температуры деформирования до 1000°C и более максимум напряжений становится более выраженным на кривых деформации для обоих составов.

При скорости деформации $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ с}^{-1}$ на диаграмме деформации наблюдается максимум напряжений с последующим монотонным снижением, не достигая стадии установившегося течения, в отличие от диаграмм для $\dot{\varepsilon} = 1, 10 \text{ с}^{-1}$, при которых наоборот после достижения σ_p происходит некоторое упрочнение.

При скорости деформации $\dot{\varepsilon} = 10 \text{ с}^{-1}$ с увеличением температуры изменяется характер кривой деформации, т.е. при температуре 900°C напряжение течения монотонно увеличивается, при 1000°C наклон кривой изменяется, но напряжение те-

чения все увеличивается, тогда как при 1100°C появляется площадка $\sigma_{\text{теч}}$. При $\varepsilon_p = 0,39$ на всех кривых деформации явно выражен максимум напряжения течения, но при 900°C после некоторого снижения напряжения затем происходит упрочнение. При 1000°C пик напряжений более выражен.

Результаты исследований микроструктуры образцов после горячей деформации представлены на рисунке 3.23. В стали состава 1 при температуре 900°C в результате деформирования со скоростями $0,1$ и 1 с^{-1} исходные зерна вытянуты и ориентированы перпендикулярно оси прилагаемой нагрузки, в теле наблюдаются полосы деформации. Границы зерен, двойников отжига и полос деформации «зубчатые», на них располагаются выделившиеся частицы вторичных фаз (карбонитридов и нитридов) (рисунок 3.23 а, б). При скорости $\dot{\varepsilon} = 10 \text{ с}^{-1}$ при $T = 900^{\circ}\text{C}$ в структуре видны зерна, вытянутые перпендикулярно оси образца, по границам которых располагаются скопления мелких равноосных зерен с двойниками отжига размером $1\text{--}5 \text{ мкм}$ – «ожерельная» структура. Внутри исходных зерен наблюдаются полосы деформации, пересекающие зерно от одной границы до другой, а также «блоки», имеющие разориентировки $5\text{--}15^{\circ}$, на основании чего можно предполагать о наличие развитой субструктуры (рисунок 3.23 в). Исследования тонкой структуры показали, что во всех исследуемых образцах при температуре 900°C формируется полосовая структура с повышенной плотностью дислокаций. Такая структура свидетельствует об упрочнении в результате горячей пластической деформации. При скорости $0,1 \text{ с}^{-1}$ ширина полос составляет от 250 до 500 нм и более (рисунок 3.23 а). Увеличение скорости до 10 с^{-1} приводит к значительному сужению полос до 150 нм (рисунок 3.23 в) и увеличению в них плотности дислокаций. Также следует отметить, что плотность частиц вторичных фаз по границам, а также в теле зерен увеличивается при снижении скорости деформации. Увеличение скорости деформации приводит также к интенсификации процесса динамической рекристаллизации (ДР), объемная доля которой составляет 18% при скорости 10 с^{-1} со средним размером новых зерен $2\text{--}3 \text{ мкм}$, в то время как при скоростях $0,1$ и 1 с^{-1} менее 1% (средний размер рекристаллизованных зерен $1\text{--}2 \text{ мкм}$).

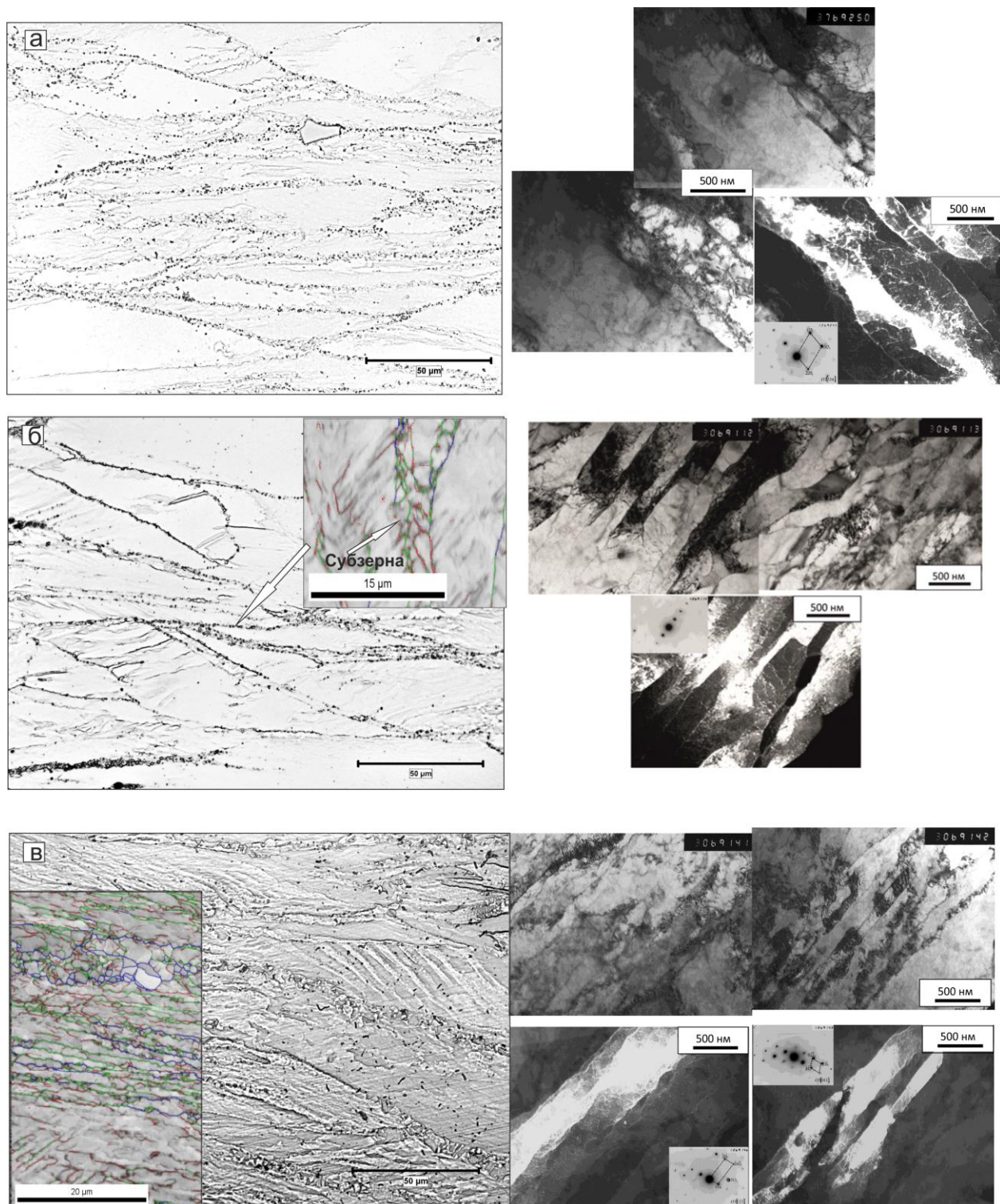


Рисунок 3.23 – Микроструктура стали состава 1 в результате деформации при 900°C со скоростями $0,1\text{--}10\text{ c}^{-1}$:
 а) $0,1\text{ c}^{-1}$; б) 1 c^{-1} ; в) 10 c^{-1} .

С увеличением температуры горячей деформации до 1000°C при $\dot{\epsilon} = 10\text{ c}^{-1}$ зерна сильно деформированы (рисунок 3.24 в), по их границам наблюдаются скопления мелких зерен размером предположительно $2\text{--}3\text{ мкм}$. В исходных зернах по-

мимо полос деформации наблюдаются фрагменты, имеющие разную ориентацию. Количество рекристаллизованного объема увеличивается и составляет 47%. При уменьшении скорости до $\dot{\epsilon} = 1 \text{ с}^{-1}$ границы деформированных зерен и двойников отжига «зубчатые», по которым располагаются мелкие рекристаллизованные зерна размером 1–2 мкм. Также наблюдаются выделения вторичных фаз по границам и линиям скольжения (рисунок 3.24 б), визуальное количество их снижается в сравнении с образцом деформированном при 900°C. При $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ с}^{-1}$ по границам вытянутых зерен видны скопления мелких равноосных зерен с двойниками отжига размером 0,5–10 мкм. Границы зерен «зубчатые» с явно выраженными «языками». В вытянутых зернах практически нет следов деформации в виде линий и блоков, что может свидетельствовать о прохождении процессов ДР, а также динамической полигонизации внутри зерна (рисунок 3.24 а).

При увеличении температуры горячей деформации до 1100°C (рисунок 3.25) при скоростях деформации 0,1 и 1 с^{-1} объем рекристаллизации составляет 100%, зерна равноосные с двойниками отжига, средний размер составил 21–22 мкм. При $\dot{\epsilon} = 10 \text{ с}^{-1}$ структура рекристаллизована примерно на 95%, встречаются крупные вытянутые зерна размером более 200 мкм. Видны равноосные зерна с двойниками отжига неравномерно распределенные по размеру зерен, т.е. можно выделить группы зерен размером 1–2 мкм, располагающиеся по границам деформированных, группы зерен – около 10 мкм и группы зерен размером более 20 мкм (рисунок 3.25 в).

Объем рекристаллизации при увеличении температуры деформирования до 1200 °С при всех скоростях деформации (0,1÷10 с^{-1}) составляет 100 %. При этом следует отметить, что структура представляет собой смесь из равноосных зерен разного размера с двойниками отжига. Наблюдаются зерна размером 15–20 мкм и ~50 мкм (рисунок 3.26), что может указывать на цикличность прохождения процесса рекристаллизации, которая отражается осцилляцией на диаграммах деформации, и это проявление тем больше, чем выше скорость деформации (рисунок 3.26).

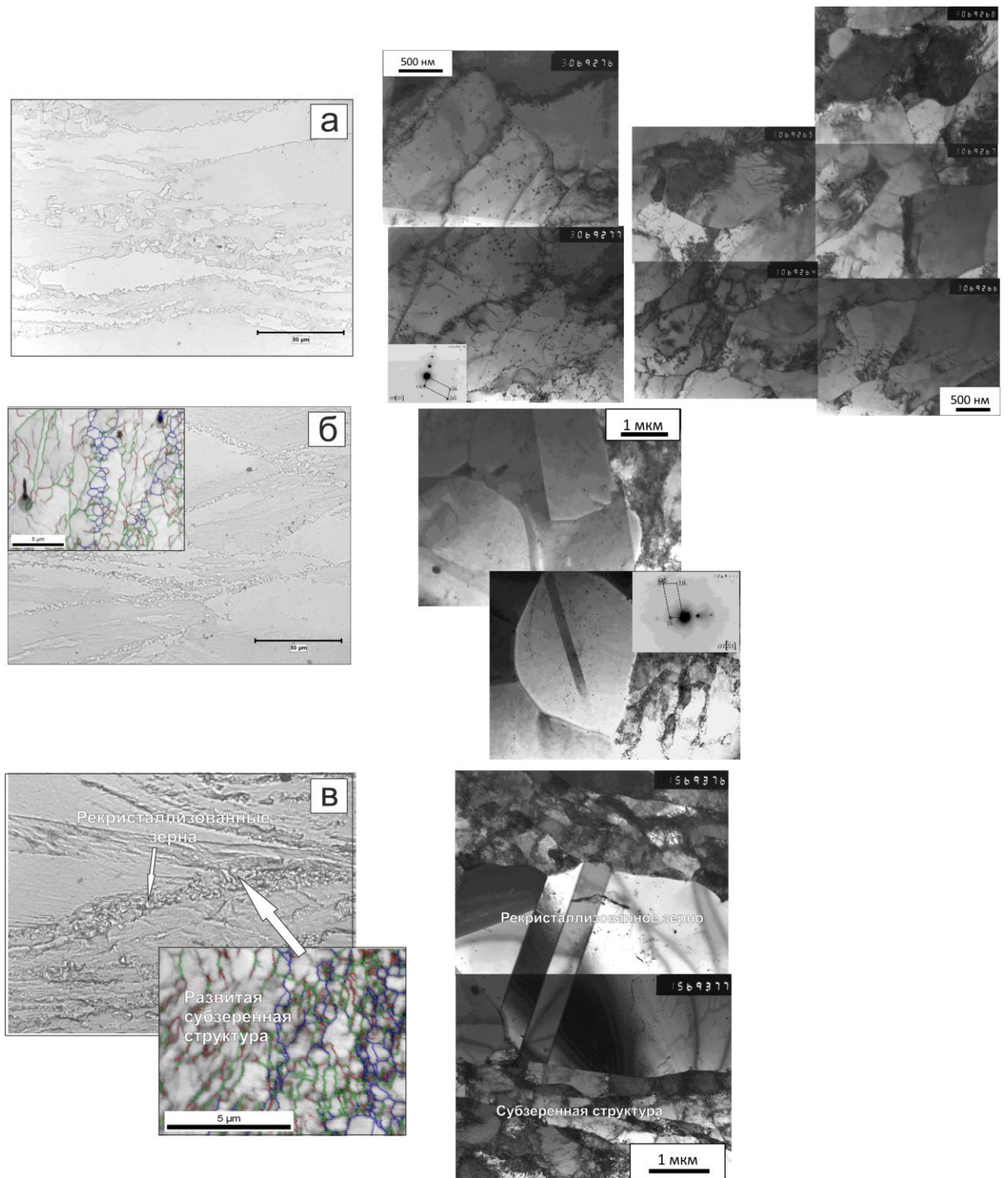


Рисунок 3.24 – Микроструктура стали состава 1 в результате деформации при температуре 1000°C со скоростями 0,1–10 с⁻¹:
 а) 0,1 с⁻¹; б) 1 с⁻¹; в) 10 с⁻¹.

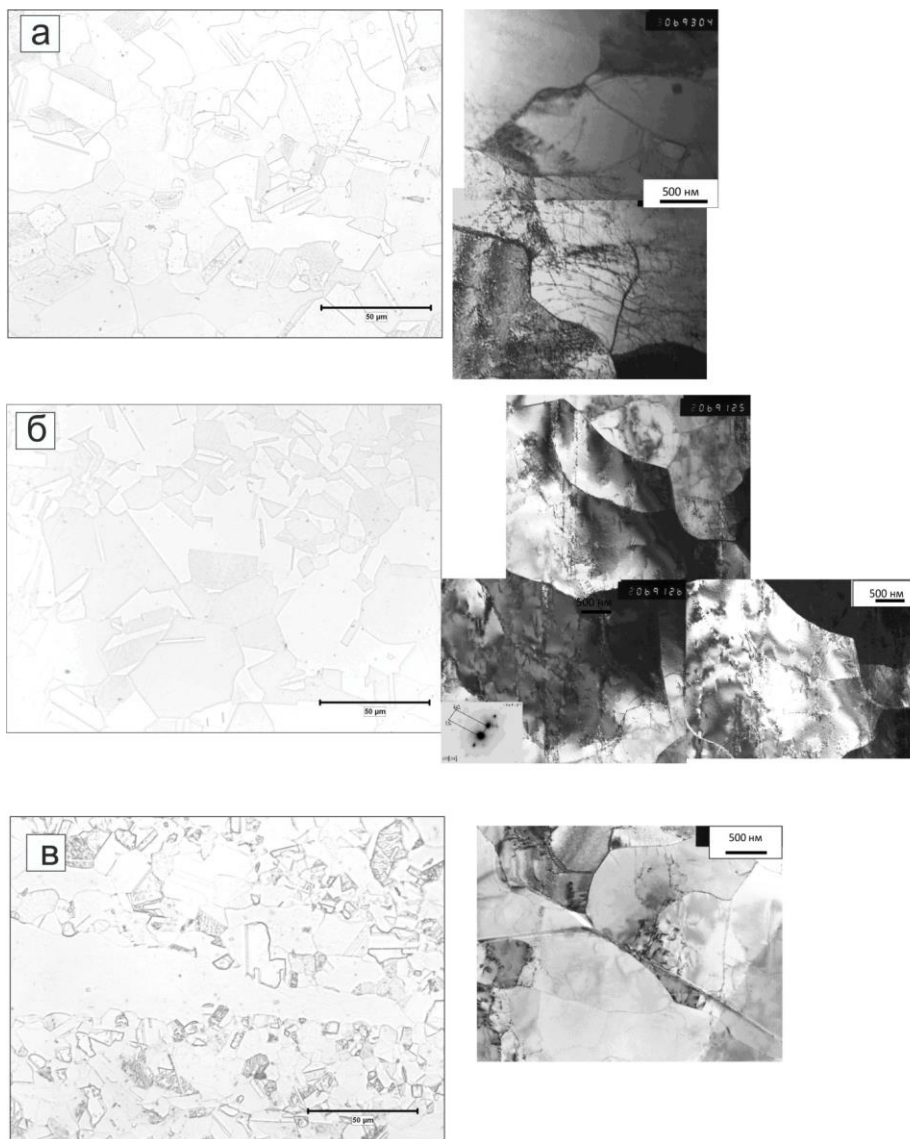


Рисунок 3.25 – Микроструктура стали состава 1 в результате деформации при температуре 1100°C со скоростями: а) $0,1 \text{ с}^{-1}$; б) 1 с^{-1} ; в) 10 с^{-1} .

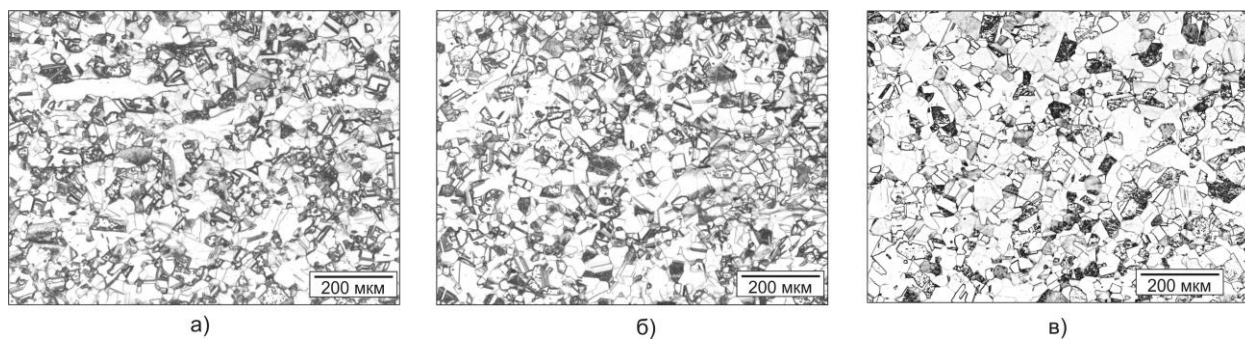


Рисунок 3.26 – Микроструктура стали состава 1 в результате деформации при температуре 1200°C со скоростями: а) $0,1 \text{ с}^{-1}$; б) 1 с^{-1} ; в) 10 с^{-1} .

Исследования микроструктуры образцов стали состава 2 показали аналогичное формирование структуры в зависимости от изменения условий деформирования: температуры и скорости деформации. При температуре деформации 900°C наблюдается структура, состоящая из деформированных исходных зерен с развитой субструктурой и мелких рекристаллизованных равноосных зерен с двойниками отжига размером 1–2 мкм, расположенных преимущественно в тройных стыках. Объем рекристаллизации при скорости деформации 10 с^{-1} составляет менее 2%. По границам зерен, а также на линиях скольжения наблюдаются плотные цепочки частиц вторичных фаз.

Повышение температуры деформации до 1000°C приводит к увеличению рекристаллизованной составляющей до 10% при скоростях деформации 0,1 и 1 с^{-1} и 40% при 10 с^{-1} . Следует отметить, что в структуре наблюдается рекристаллизация только аустенита, в δ -феррите формируется субзеренная структура с разориентировками внутренних границ до 15° (рисунки 3.27–3.29). Дальнейшее повышение температуры деформации 1100–1200°C приводит к формированию полностью рекристаллизованной структуры аустенита, при этом морфология δ -феррита не изменяется.

Диаграммы деформации показывают, что пороговая степень деформации во всех случаях для состава 2 имеет меньшее значение и достигается при меньших значениях максимальных напряжений, чем сталь состава 1 (рисунок 3.21 в, г). Наличие в стали второй фазы, δ -феррита, способствует увеличению количества центров зародышеобразования за счет дополнительных границ раздела фаз, что позволяет сформировать больший объем зародышей рекристаллизации (рисунок 3.30).

На основании проведенных исследований построены температурные зависимости пороговой степени деформации от скорости деформации для азотсодержащей стали составов 1 и 2, согласно которой можно определить какое значение степени деформации необходимо накопить для начала ДР (рисунок 3.31).

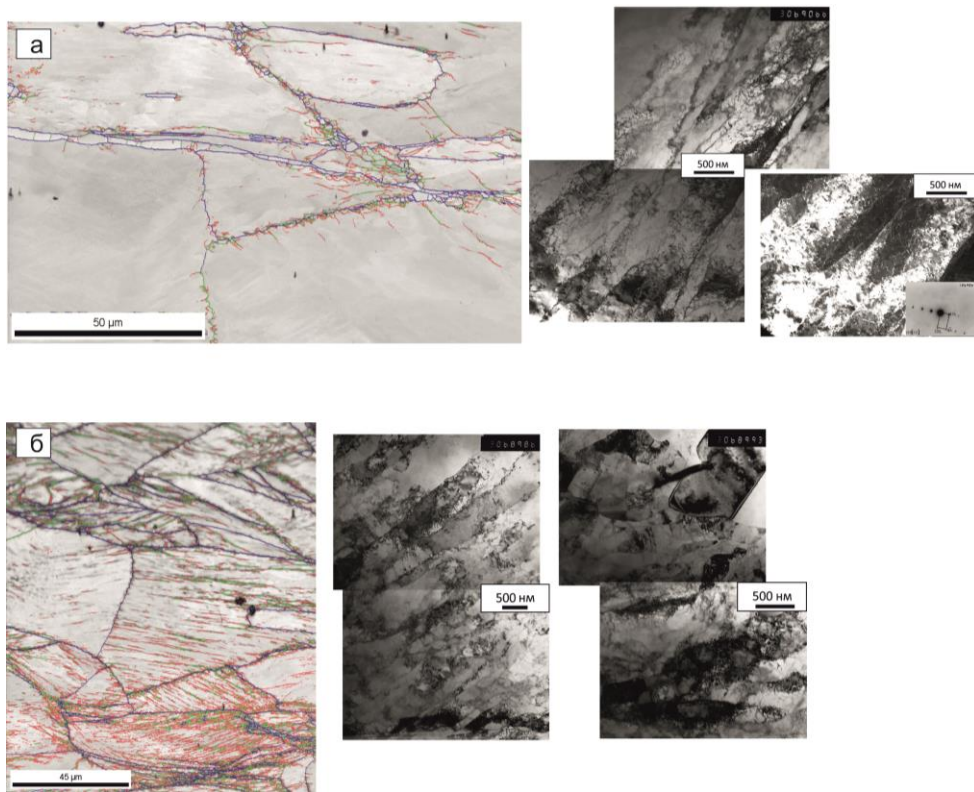


Рисунок 3.27 – Микроструктура стали состава 2 в результате деформации при температуре 900°C со скоростями: а) 1 с^{-1} ; б) 10 с^{-1} .

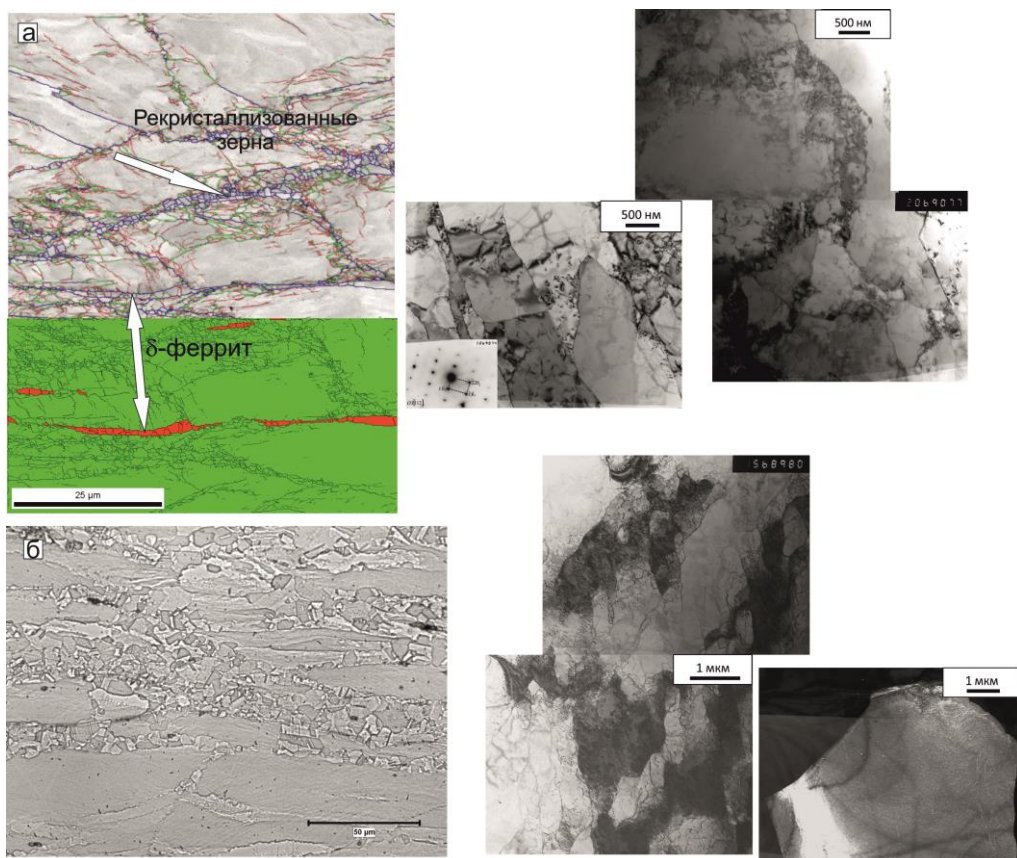


Рисунок 3.28 – Микроструктура стали состава 2 в результате деформации при температуре 1000°C со скоростями: а) 1 с^{-1} ; б) 10 с^{-1} .

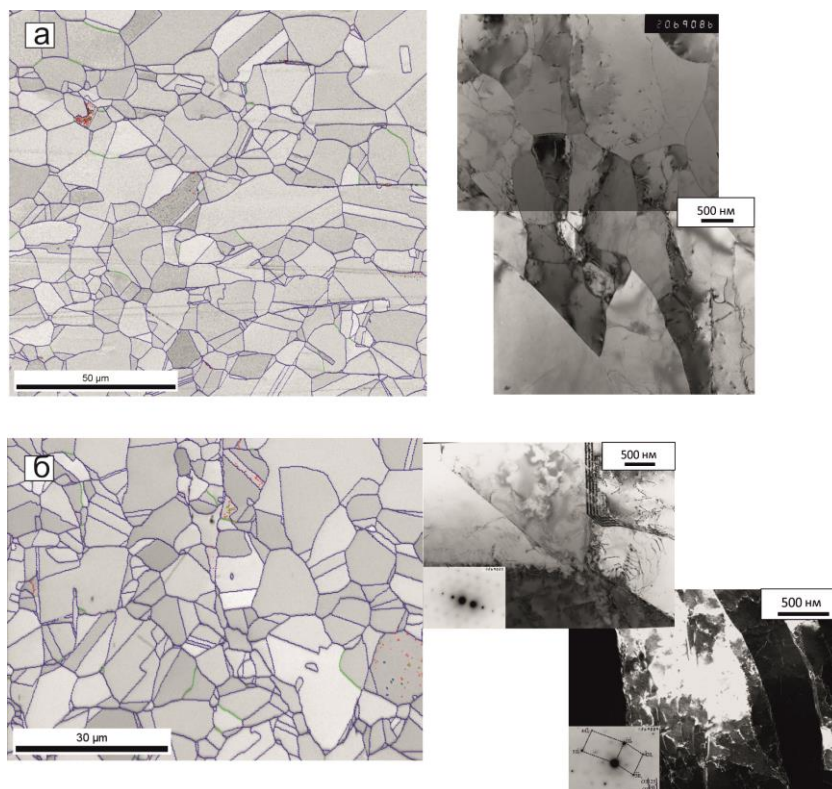


Рисунок 3.29 – Микроструктура стали состава 2 в результате деформации при температуре 1100°C со скоростями: а) 1 с^{-1} ; б) 10 с^{-1} .

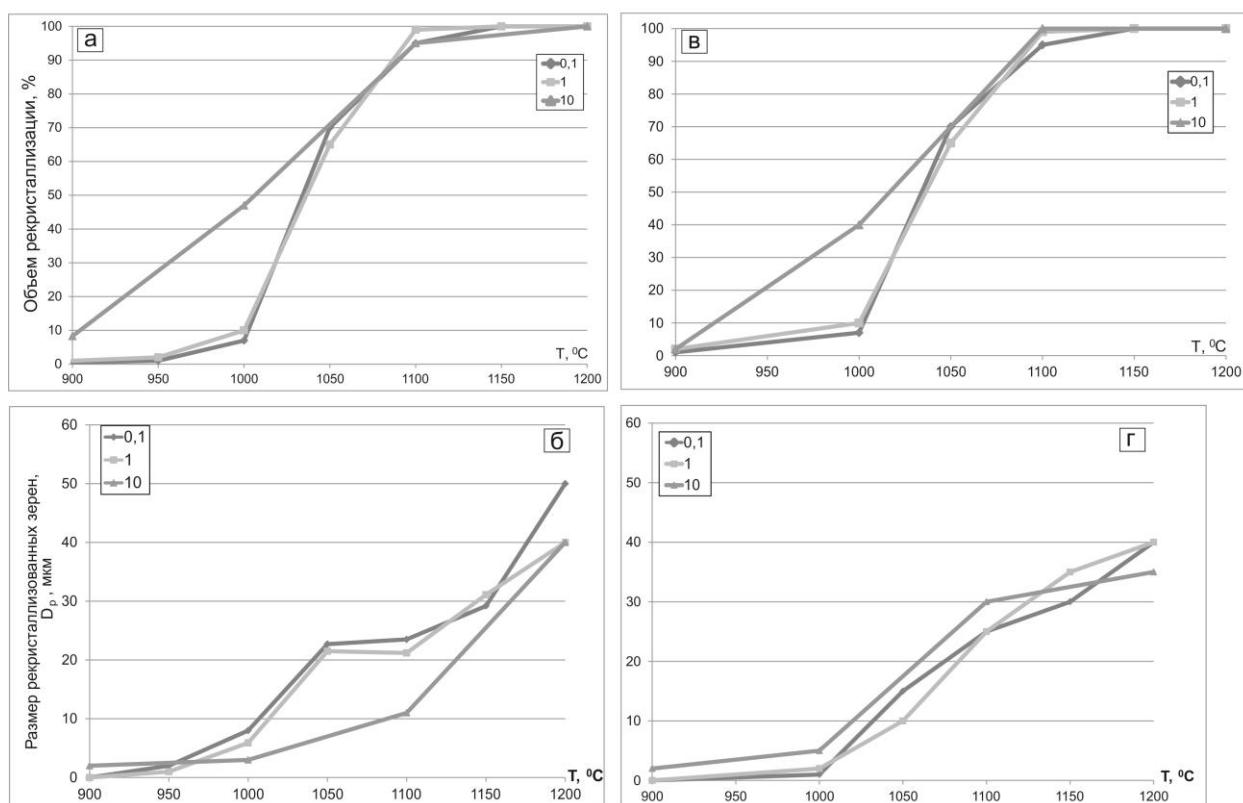


Рисунок 3.30 – Изменение степени рекристаллизованного объема и размера зерен в зависимости от температуры и скорости деформации: а, б) состав 1; в, г) состав 2.

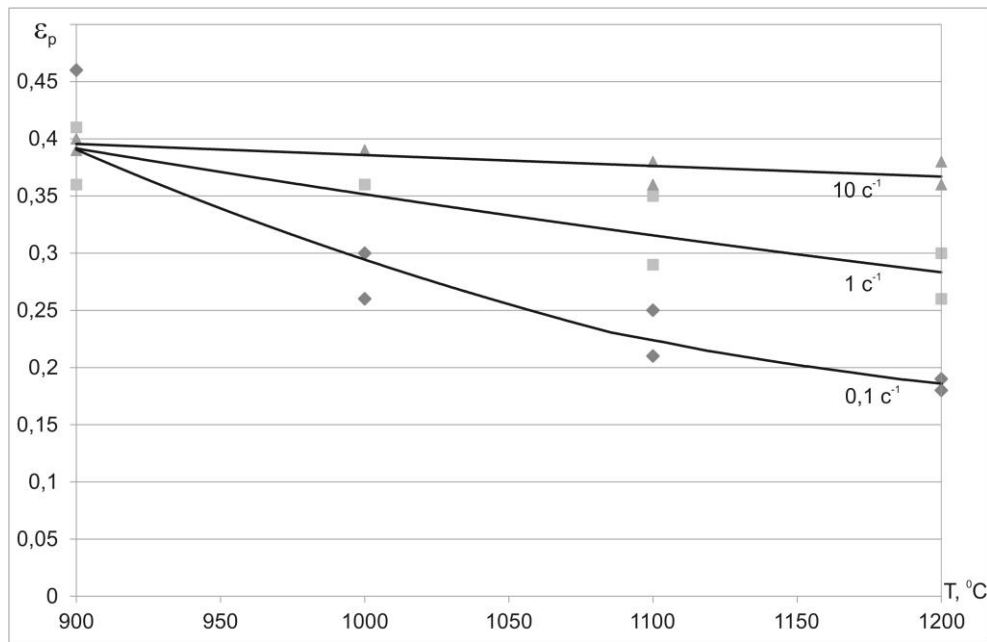


Рисунок 3.31 – Обобщенные температурные зависимости пороговой степени деформации азотсодержащей стали.

Известно [58–60, 65–67, 69–73], что ДР начинается по достижении критической степени деформации ε_c , которая меньше пороговой ε_p . Если ε_p можно определить по «пику» на диаграмме деформации, ε_c можно только вычислить путем обработки экспериментальных данных. Таким образом, с целью определения критических условий реализации ДР в азотсодержащей стали составов 1 и 2 был произведен анализ экспериментальных данных на основании кривых «напряжение – деформация» (рисунок 3.21) согласно приведенному выше алгоритму (глава 1).

В рассматриваемом случае константы материала n' , β в соответствии с уравнениями (17) и (18) определены как среднее значение углов наклона кривых, представленных на рисунке 3.32 а, б, их значения составили 8,75 и 0,045 МПа⁻¹ соответственно для стали состава 1 и 7,63 и 0,048 МПа⁻¹ для стали состава 2. Значение $\alpha = 0,052$ МПа⁻¹ для состава 1 и $\alpha = 0,065$ МПа⁻¹. Значение константы материала n определено как среднее значение угла наклона кривых, изображенных на рисунке 3.32 в, и составило 6,61 для состава 1 и 5,76 для состава 2.

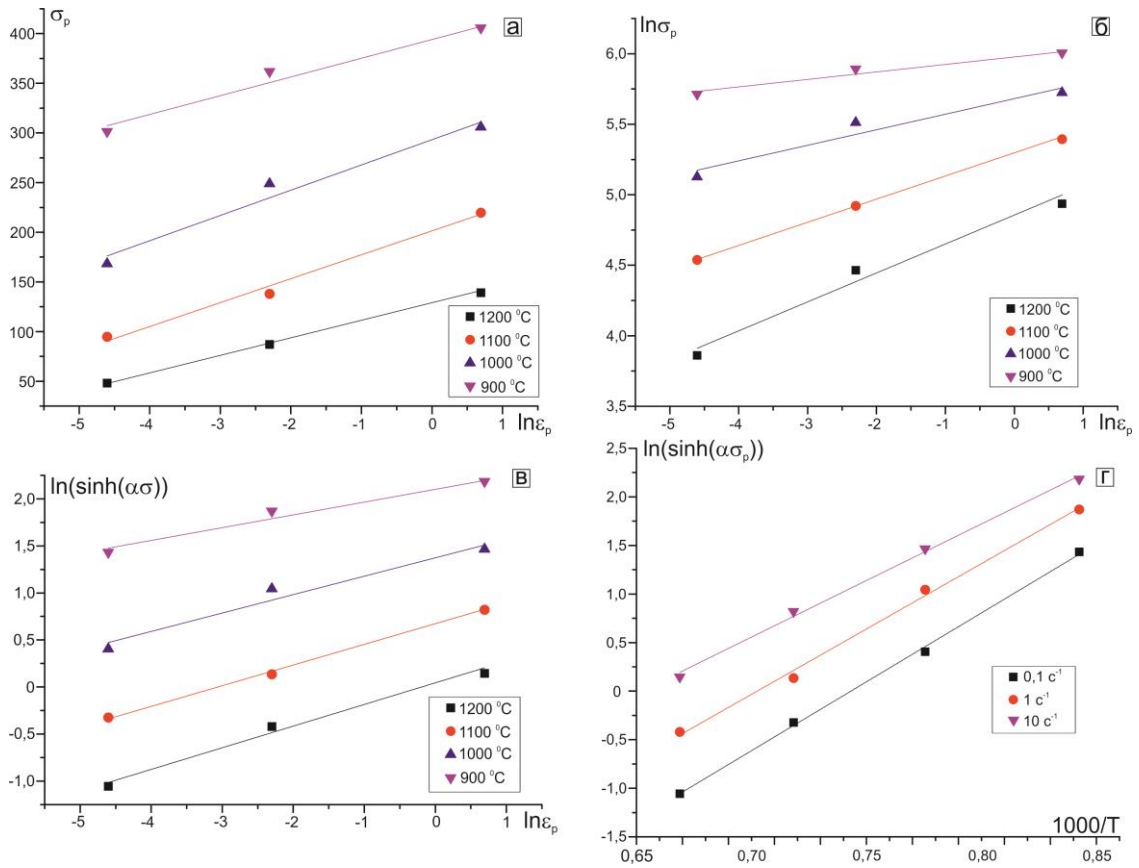


Рисунок 3.32 – Пример определения констант n' , β , n , энергии активации Q .

Анализируя кривые, представленные на рисунке 3.32, можно сделать вывод, что точки соответствующие различным скоростям деформации лежат на одной прямой. Прямые практически параллельны между собой. Таким образом, можно предположить, что коэффициенты, рассчитанные согласно уравнениям (14) – (16), не зависят от скорости и температуры деформации.

Энергия активации деформации рассчитана по формуле (19) и определена как средний угол наклона линий регрессии. Ее значение составило 590 кДж для состава 1 и 579 кДж для состава 2. Также определено значение $\ln A$, согласно уравнению (16), как константа в уравнении линий регрессии, которое составило 49,71 для состава 1, тогда константа материала $A = 3,89 \times 10^{21}$; 47,75 для состава 2, тогда константа материала $A = 5,47 \times 10^{20}$.

Таким образом, определив все необходимые коэффициенты, можно рассчитать параметр Зинера – Холломона согласно (6). Подставив вычисленные значения констант материала и энергии активации, получили следующие выражения для расчета Z :

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{590\,000}{RT}\right) \text{ – для стали состава 1}$$

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{579\,000}{RT}\right) \text{ – для стали состава 2}$$

Определение критических параметров для динамической рекристаллизации в процессе горячей деформации осуществляли по алгоритму, приведенному в главе 1. В результате проведения расчета по формулам (21) – (23) были получены значения критических условий для начала ДР и представлены в таблице 3.8, рисунок 3.33.

Таблица 3.7 – Критические параметры динамической рекристаллизации

Маркировка стали	Скорость деформации, с^{-1}	Температура деформации, $^{\circ}\text{C}$	σ_c , МПа	ϵ_c	σ_p , МПа	ϵ_p
Состав 1	0,1	1200	108	0,07	113	0,19
		1100	158	0,09	164	0,25
		1000	239	0,10	266	0,27
		900	305	0,11	433	0,46
	1	1200	147	0,11	155	0,30
		1100	213	0,15	217	0,35
		1000	290	0,16	312	0,37
		900	331	0,19	443	0,41
	10	1200	179	0,18	192	0,38
		1100	251	0,18	270	0,38
		1000	336	0,18	361	0,39
		900	432	0,19	465	0,40
Состав 2	0,1	1200	95	0,09	98	0,18
		1100	148	0,10	153	0,21
		1000	235	0,13	245	0,26
		900	-	-	-	-
	1	1200	127	0,13	132	0,26
		1100	186	0,14	192	0,29
		1000	290	0,18	303	0,36
		900	396	0,18	422	0,36
	10	1200	180	0,18	181	0,36
		1100	236	0,18	250	0,36
		1000	319	0,19	340	0,39
		900	423	0,19	456	0,39

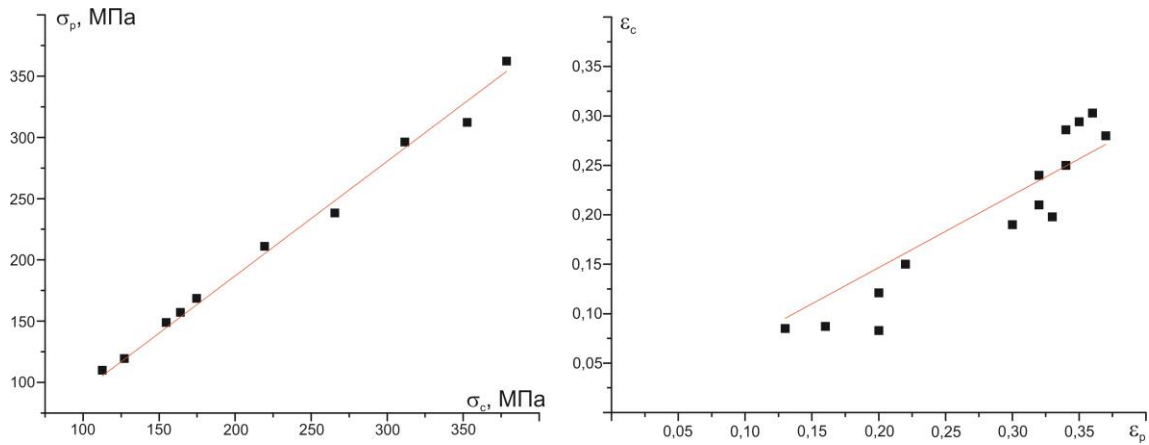


Рисунок 3.33 – Пример определения соотношения σ_c/σ_p и ϵ_c/ϵ_p .

В результате проведенных расчетов, основанных на экспериментальных данных были определены критические значения для начала ДР:

– сталь состава 1:

$$\epsilon_c = 0,44\epsilon_p;$$

– сталь состава 2:

$$\epsilon_c = 0,49\epsilon_p;$$

Из литературы следует [58], что соотношение между ϵ_c и ϵ_p принимают (0,65–0,85). Однако, исходя из полученных данных, соотношение между значениями критической степени деформации ϵ_c и пороговой деформацией ϵ_p в среднем 0,44–0,49. Данный факт может быть обусловлен тем, что по достижении критической степени деформации ϵ_c в процессе горячей пластической деформации на границах отдельных деформированных зерен появляются «зубцы», т.е. происходит выгибание границ (рисунок 3.34 а, б) и формирование отдельных рекристаллизованных зерен (рисунок 3.34 в). В исследуемой стали процессы рекристаллизации замедлены, в частности из-за одновременного выделения вторичных фаз, поэтому достижение достаточного объема рекристаллизации для проявления ее в виде «пика» на кривой деформации происходит при более высоких степенях деформации.

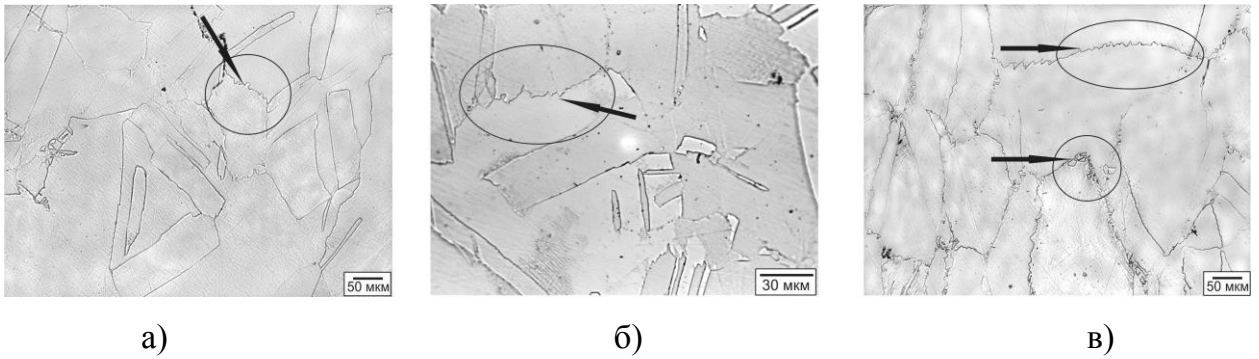


Рисунок 3.34 – Формирование «зубчатых» границ при $\varepsilon_c < \varepsilon < \varepsilon_p$ при горячей деформации при температуре 1100°C со степенями:
а) 15%; б) 20%; в) 25%.

Отдельно следует обратить внимание на образование зародышей рекристаллизации в процессе ДР. Как было описано выше, исследованием механизмов образования зародышей рекристаллизации занимались многие ученые [56–60, 65–67, 73, 74]. Согласно результатам EBSD-анализа для азотсодержащей стали применим механизм зарождения, предложенный Бейли и Хиршем [58–60, 65], предполагающий зарождение по границам исходных деформированных зерен.

Формирование зародышей рекристаллизации в исследуемой стали происходит на «зубчатых» границах (рисунок 3.35 а, б) исходных деформированных зерен. На границах зерен на начальном этапе ДР при небольших степенях деформации образуются «выступы» (рисунок 3.35 а, деформация 20%). «Зубчатость» границ может быть обусловлена выходом полос деформации к границам зерна [58–60, 65–67, 73, 74], формирующим «выступы» («языки») за счет градиента плотности дислокаций по обе стороны от границы зерен (рисунок 3.35 а). Особенно часто наблюдаются скопления зародышей рекристаллизации в тройных стыках (сосредоточениях наибольших искажений кристаллической решетки в зерне) (рисунок 3.35 в). Исследования микроструктуры методом EBSD-анализа позволили сделать некоторые предположения. Одновременно с выгибанием большеугольной границы деформированного зерна формируется замыкающий контур, имеющий малоугловые ра- зориентировки (до 5°), которые при увеличивающейся нагрузке переходят в среднеугловые (10–15°) (рисунок 3.35 г). При увеличении скорости деформации до 10 с⁻¹ формирование «выступов» происходит и на полосах скольжения.

Формирование второго и последующего ряда зародышей рекристаллизации не ясен. Из рисунка 3.35 д видно, что около границ первых рекристаллизованных зерен наблюдается развитая субзеренная структура, имеющая преимущественно среднеугловые разориентировки. Данное замечание подтверждает, что при больших пластических деформациях механизм SIBM [72] практически не реализуется.

Проведенные исследования позволили установить взаимосвязь между основными характеристиками деформирования, такими как скорость, степень и температура деформации, и формирующейся структурой.

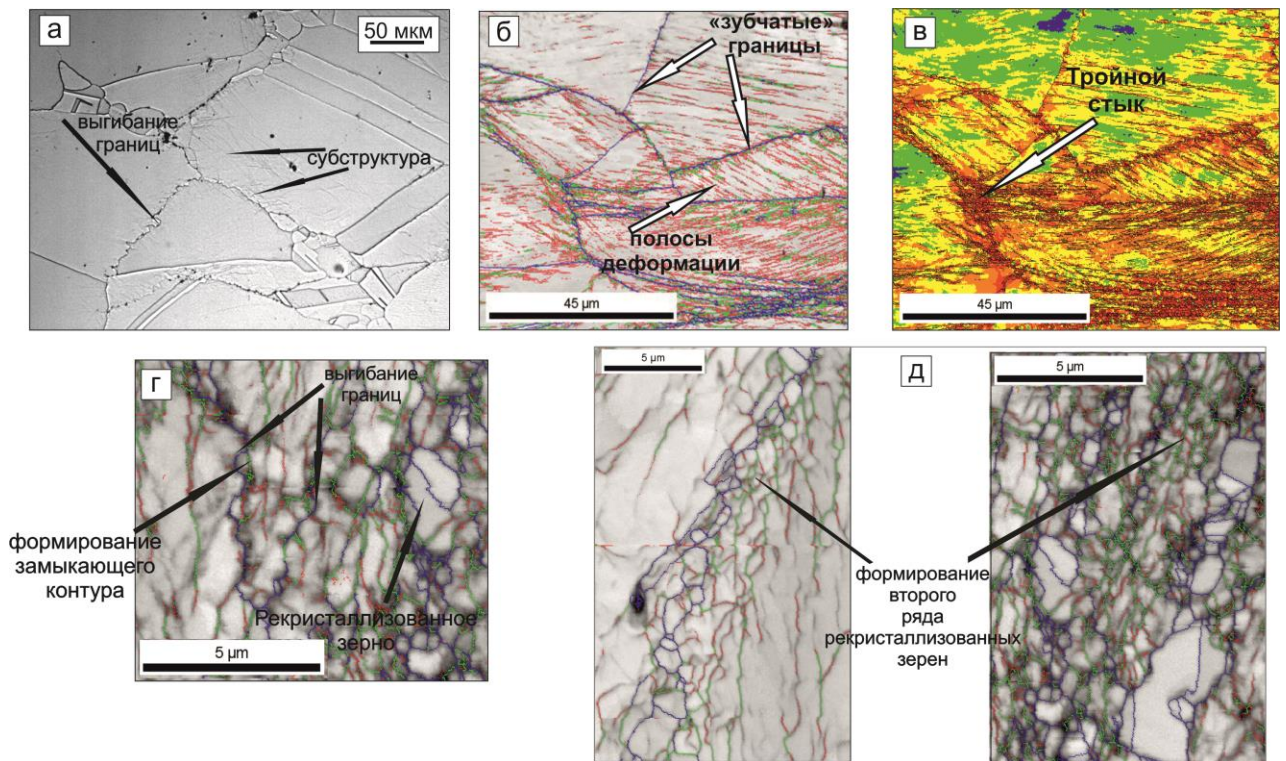


Рисунок 3.35 – Формирование зародышей рекристаллизации.

Целью настоящей работы является разработка технологии изготовления листового проката, в дальнейшем будет уделено внимание процессам формирования структуры при горячей деформации со скоростью 1 с^{-1} , соответствующей средней скорости деформации при прокатке. Предыдущие исследования позволили определить основные параметры начала ДР. Но для понимания развития процессов рекристаллизации в зависимости от степени деформации в течение горячей прокатки, целесообразно было рассмотреть кинетику ДР, поэтому были проведены испыта-

ния со степенями деформации, несколько превышающими пороговую степень деформации (рисунок 3.36).

Проведенные исследования показали, что при степени деформации 30 % в интервале температур 950–1100°C динамическая рекристаллизация реализуется лишь частично, не более 15% при температуре 1100°C (рисунок 3.36, 3.37). При увеличении степени деформации до 40% при температуре 1100°C степень рекристаллизации увеличивается до 40% (рисунок 3.36), начальные стадии ДР наблюдаются уже при температуре 1000°C – по границам деформированных зерен наблюдаются цепочки рекристаллизованных зерен размером 1–2 мкм (рисунок 3.37). Таким образом, исходя из проведенных исследований, можно отметить, что с увеличением степени деформации и температуры стимулируется процесс динамической рекристаллизации, что проявляется в полноте прохождения данного процесса в объеме образца.

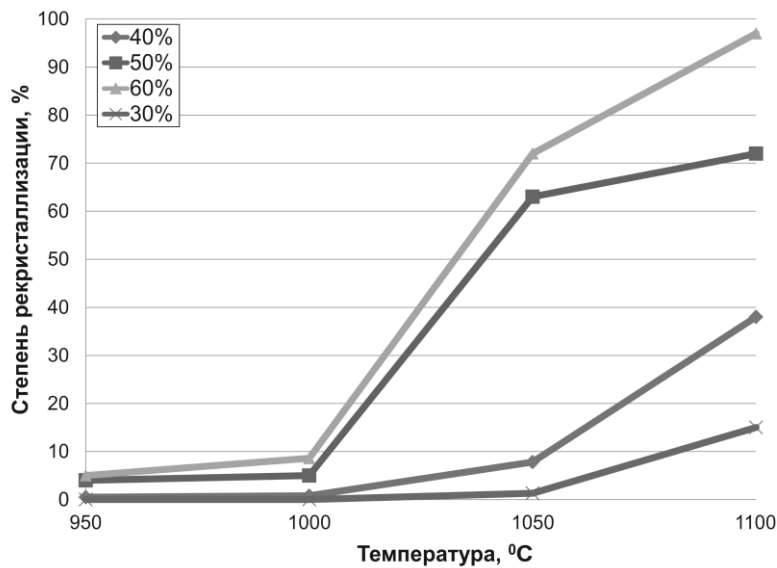


Рисунок 3.36 – Изменение степени рекристаллизованного объема в зависимости от температуры и степени деформации.

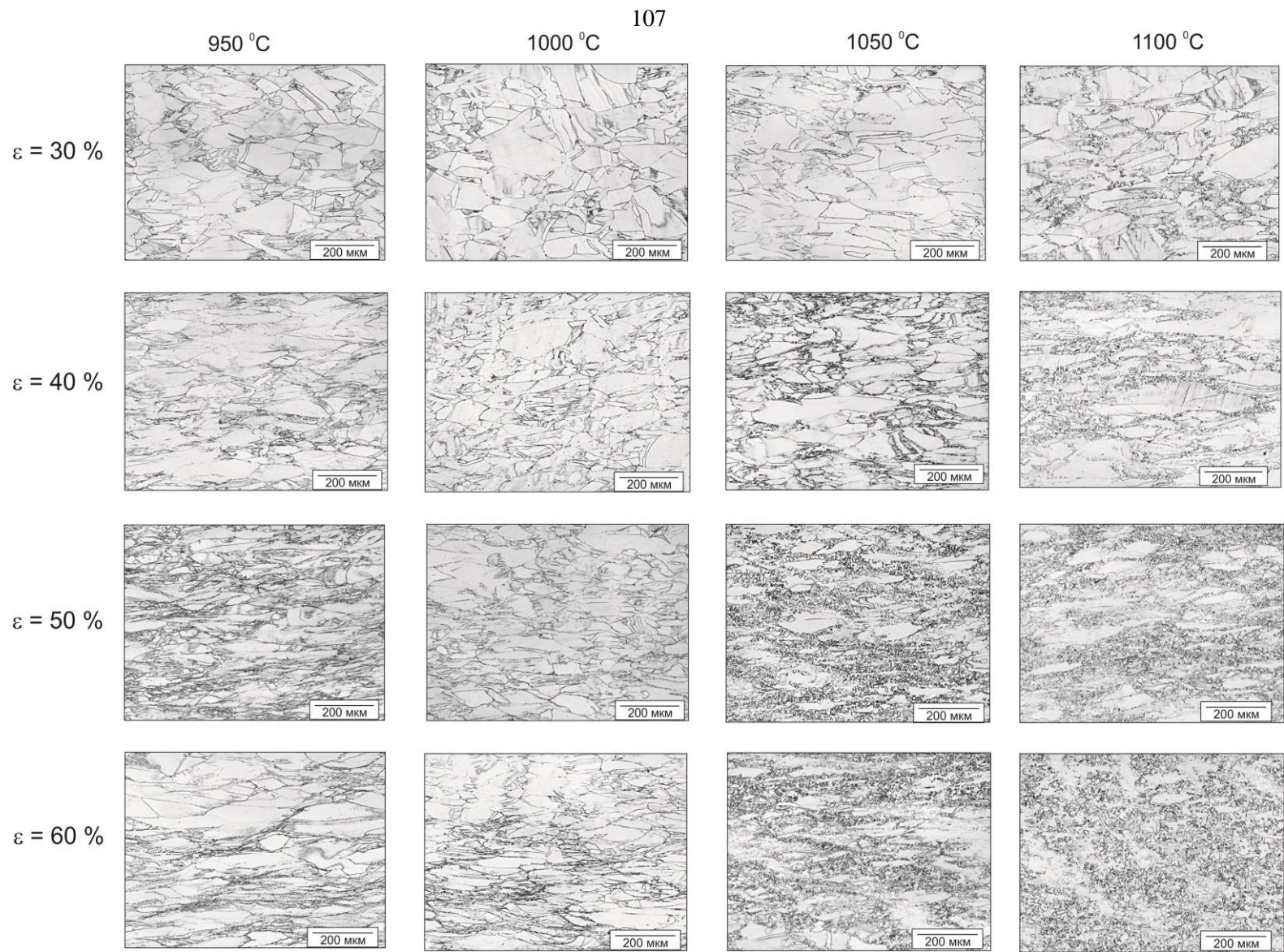


Рисунок 3.37 – Изменение рекристаллизованного объема в зависимости от температуры и степени деформации.

3.2.3 Определение температурно-временных характеристик статической рекристаллизации после горячей деформации

Известно [58, 63, 64], что для аустенитных сталей с низкой ЭДУ преимущественным механизмом разупрочнения в процессе деформации является ДР. Однако, в промышленности ВТМО представляет собой многопроходную деформацию в условиях изменяющихся температур, и в зависимости от энергосиловых параметров промышленного оборудования, в частности прокатного стана, один проход осуществляется со степенью деформации не более 20–25% [75, 113]. Ранее в параграфе 3.2.2.2 были определены условия начала ДР, и показано, что для начала ДР при скорости деформации 1 с^{-1} необходимо достигнуть степени деформации более 30%, что неосуществимо в промышленных условиях, поэтому были проведены исследования постдеформационных процессов после малых степеней деформации с целью определения параметров статической рекристаллизации (СР), которые могли бы осуществляться в междеформационных паузах, по методу релаксации напряжений, предложенному в работах [57, 66, 117, 118].

По результатам испытаний построены зависимости напряжения течения от времени в процессе релаксации после окончания деформации, приведенные на рисунках 3.38.

Из приведенных зависимостей видно, что чем выше температура испытания, тем интенсивнее происходит разупрочнение. Анализ полученных данных показывает: чем ниже степень деформации, тем выше температура начала рекристаллизации, также увеличивается и время инкубационного периода (удлиняется время начала рекристаллизации). Данные зависимости подтверждены металлографическими исследованиями (рисунки 3.39–3.41).

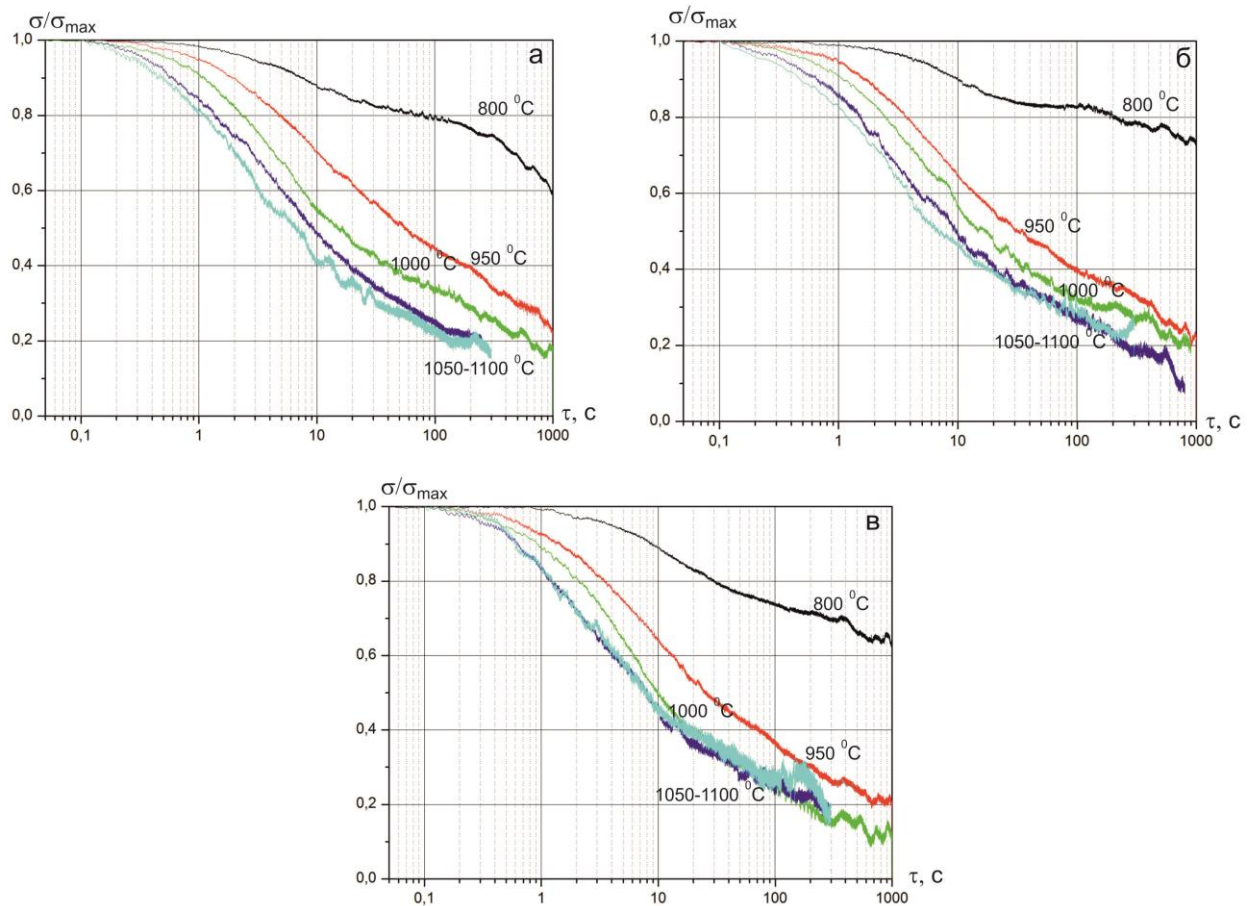


Рисунок 3.38 – Графики релаксации напряжения стали состава 1 после деформации: а) $\varepsilon = 10\%$, б) $\varepsilon = 20\%$, в) $\varepsilon = 30\%$.

Из рисунка 3.38 видно, что при температуре 1000°C после деформации 10% удается зарегистрировать начало рекристаллизации методом оптической металлографии (по наличию мелких рекристаллизованных зерен на границах деформированных зерен) (рисунок 3.38 в, указаны стрелками).

После деформации 20% металлографические исследования показали (рисунок 3.39), что при температуре 950°C наблюдается выгибание границ исходных деформированных зерен, однако, зародыши рекристаллизации не видны (рисунок 3.39 б, в). При температуре 1000°C объем рекристаллизации очень мал не более $2\text{--}3\%$ (рисунок 3.39 г).

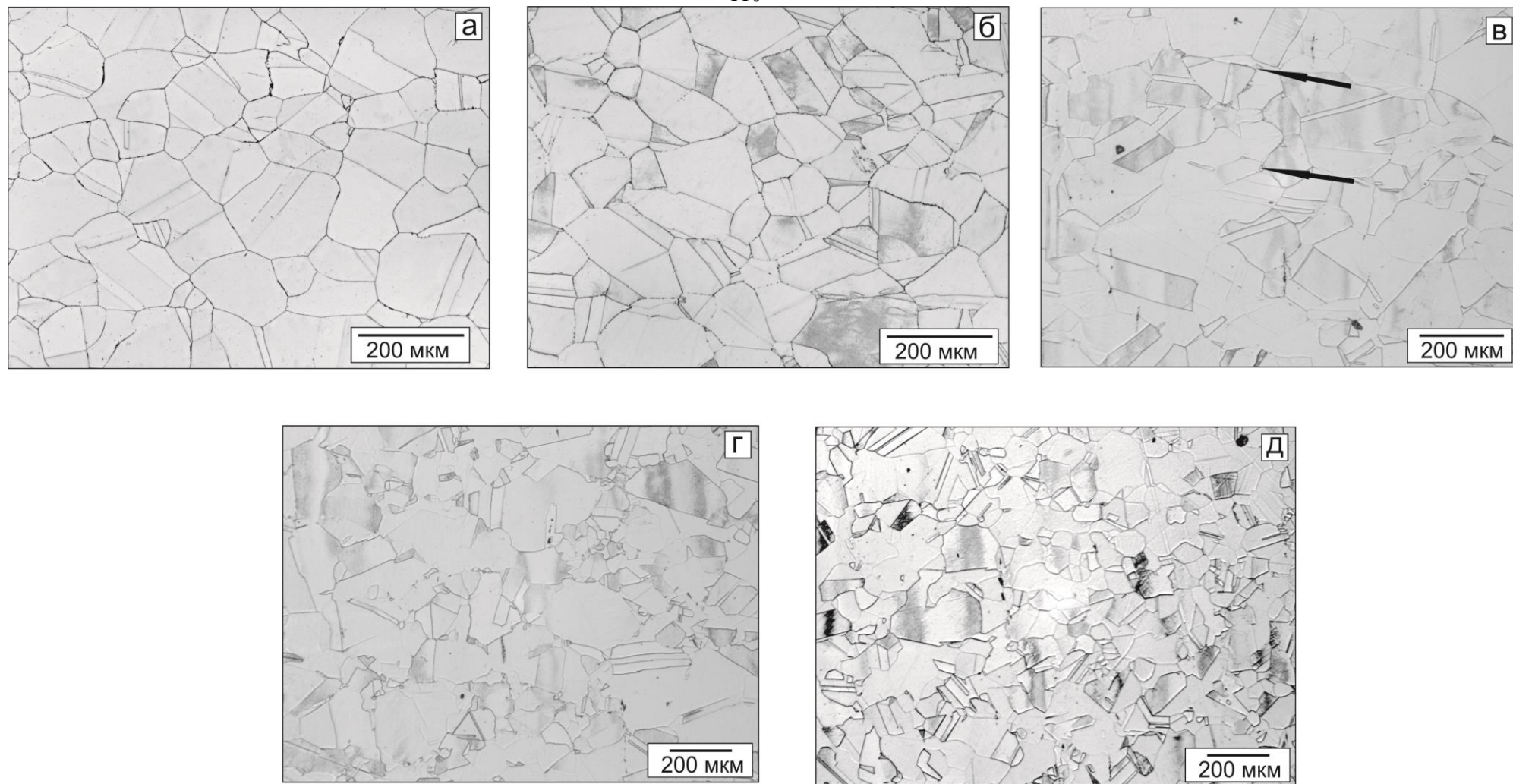


Рисунок 3.39 – Микроструктура стали состава 1 после деформации 10% после изотермической выдержки в течение 1000 с при температуре: а) 800°C; б) 950°C; в) 1000°C; г) 1050°C; д) 1100°C.

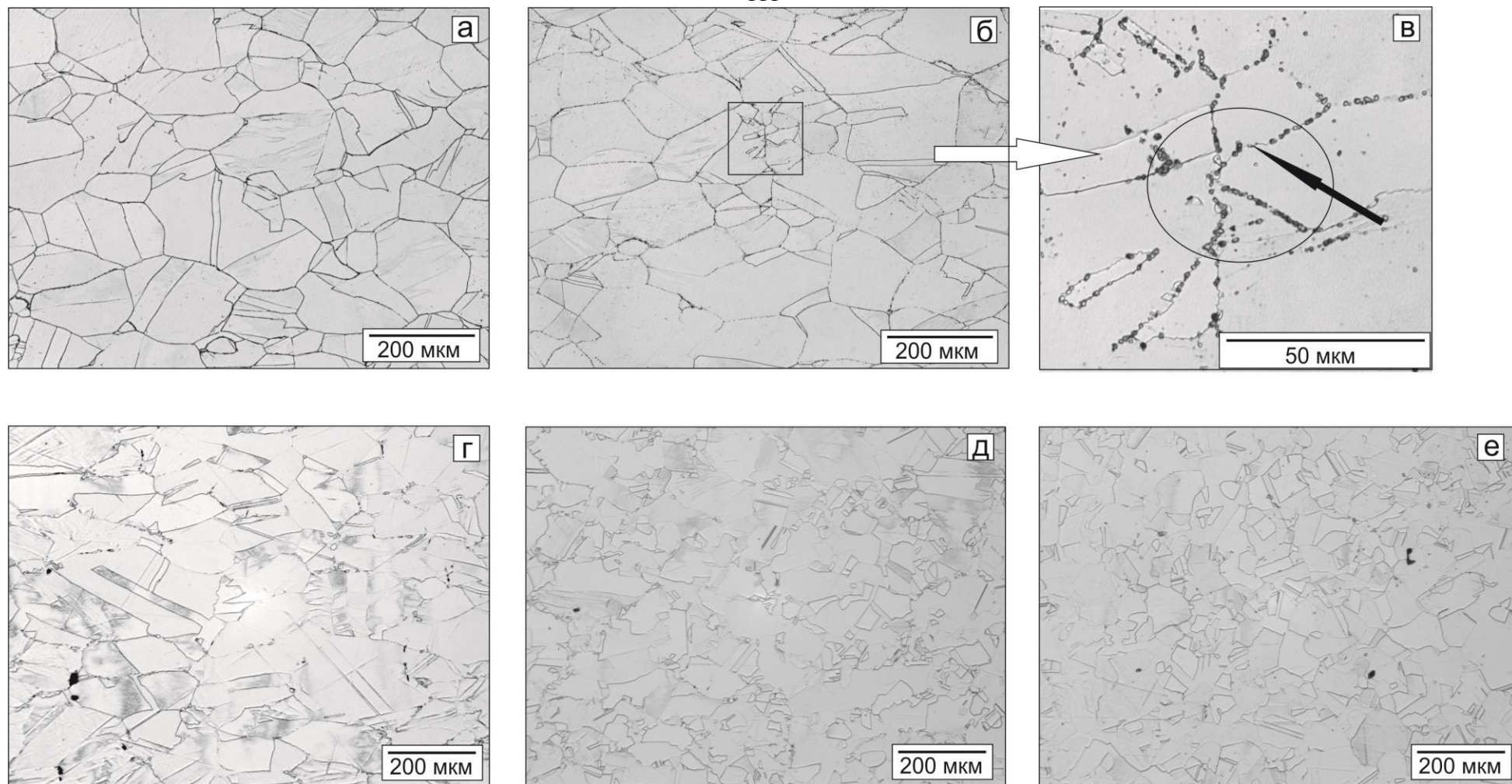


Рисунок 3.40 – Микроструктура стали состава 1 после деформации 20% после изотермической выдержки в течение 1000 с при температуре: а) 800°C; б) 950°C; в) 1000°C; г) 1050°C; д) 1100°C.

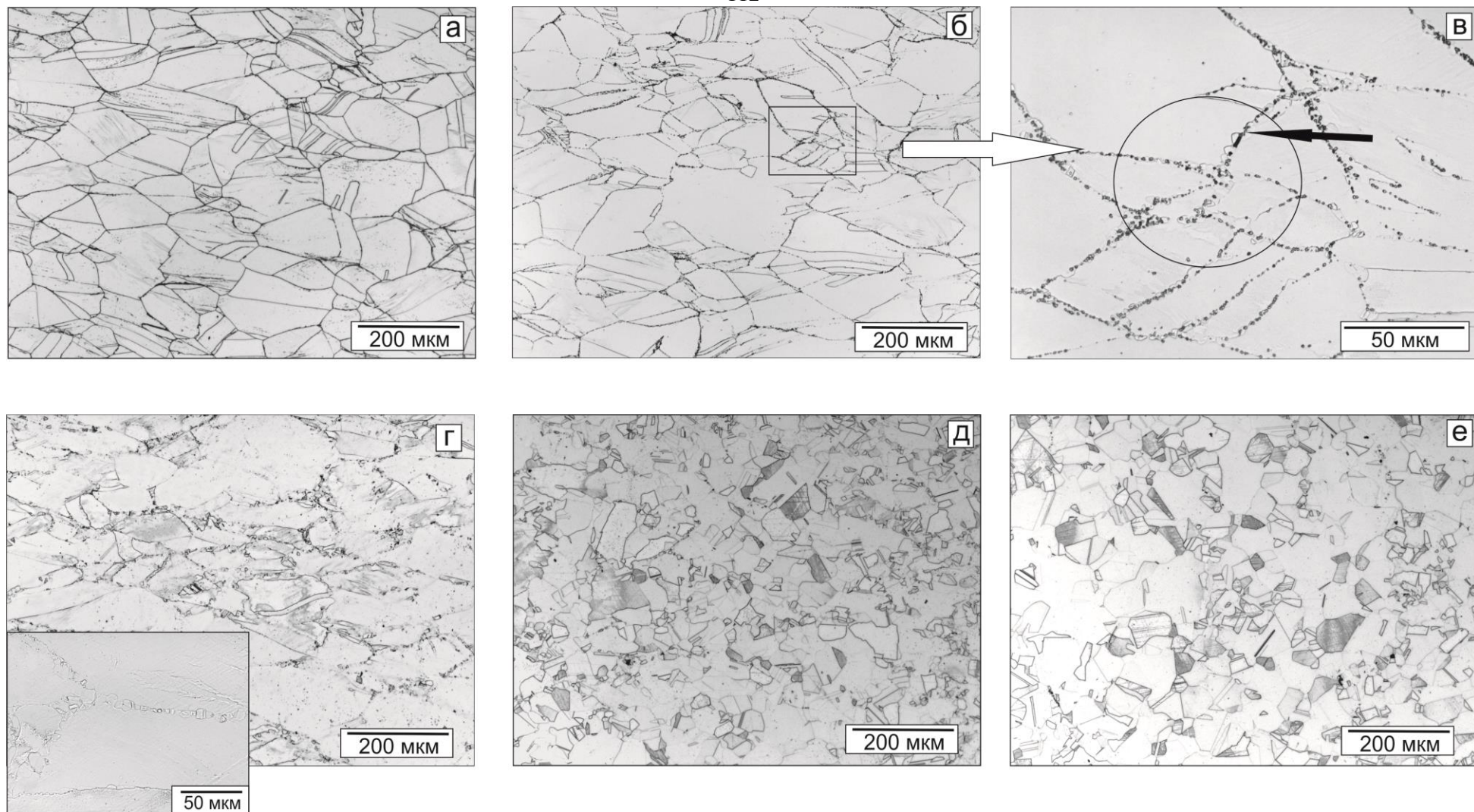


Рисунок 3.41 – Микроструктура стали состава 1 после деформации 30% после изотермической выдержки в течение 1000 с при температуре: а) 800°C; б) 950°C; в) 1000°C; г) 1050°C; д) 1100°C.

По результатам металлографических исследований микроструктуры (рисунок 3.41) образцов из стали марки 04X20H6Г11М2АФБ после деформации 30% рекристаллизацию можно наблюдать уже при 1000 °С. Однако, при исследовании микроструктуры при большем увеличении видны зародыши рекристаллизации на границах зерен (рисунок 3.41 в) и при более низкой температуре, в частности при $T = 950^{\circ}\text{C}$. Следует учесть, что в интервале температур 1050–1100°С начинается ДР (рисунки 3.36, 3.37), следовательно при последующей изотермической выдержке могут развиваться процессы метадинамической рекристаллизации (МДР) в совокупности со статической (СР).

Следует отметить, что профиль кривых релаксации напряжений, показывающий резкое падение, указывает на реализацию процесса релаксации при рекристаллизации (рисунок 3.38). Исследование микроструктуры с помощью оптической металлографии не позволило однозначно выявить наличие рекристаллизованных зерен после деформаций до 20%, а только наличие выступов на исходных границах. Для выявления причин указанного расхождения были проведены более детальные исследования микроструктуры методом анализа картин дифракции обратно отраженных электронов (EBSD-анализ) с целью выявления зародышей рекристаллизации. Были выбраны три состояния при деформации 20% (рисунок 3.42):

- 800°С – состояние, при котором рекристаллизация не прошла;
- 1100°С – состояние, при котором рекристаллизация прошла полностью;
- 950°С – состояние, при котором возможно начало рекристаллизации.

На каждом образце исследовали по два участка размером около 500x500 мкм с шагом сканирования 1 мкм и размером 150x150 мкм с шагом сканирования 0,2 мкм.

После деформации при 800°С на картах кривизны кристалла, где цвет отражает степень кривизны кристаллической решетки, можно наблюдать границы зерен, окрашенные в красный цвет, и тело зерен, окрашенное в желто-зеленый цвет, что говорит о высоких искажениях в решетке кристалла. Это также свидетельствует о том, что процессы релаксации не проходят. Для состояния при 1100°С карты кривизны кристалла практически полностью окрашены в синий цвет, что свидетельствует о неискаженности решетки, т.е. о прошедшей рекристаллизации.

Для состояния при 950°C границы зерен, окрашенные в красный цвет, и тело зерен – в желто-зеленый цвет, что говорит о высоких искажениях в решетке кристалла. При большем увеличении на границах зерен присутствуют маленькие кристаллиты, окрашенные в синий цвет, размером менее 5 мкм, являющиеся новыми рекристаллизованными зернами, образовавшимися в процессе статической рекристаллизации.

В результате выполненных работ определены основные параметры рекристаллизации для стали марки 04X20H6Г11М2АФБ при деформации $\varepsilon < 30\%$:

- температурный порог СР $T_{п.р.} = 950–1000^\circ\text{C}$;
- инкубационный период начала СР $\tau_0 = 0,9–1$ с;
- время завершения процесса СР $\tau_p \approx 1000$ с.

Для всех исследованных деформаций с увеличением температуры испытаний количество рекристаллизованного объема увеличивается, также сокращается длительность инкубационного периода. Наблюдается увеличение количества выделений по границам зерна при увеличении степени деформации, что приводит к дополнительному замедлению процессов рекристаллизации.

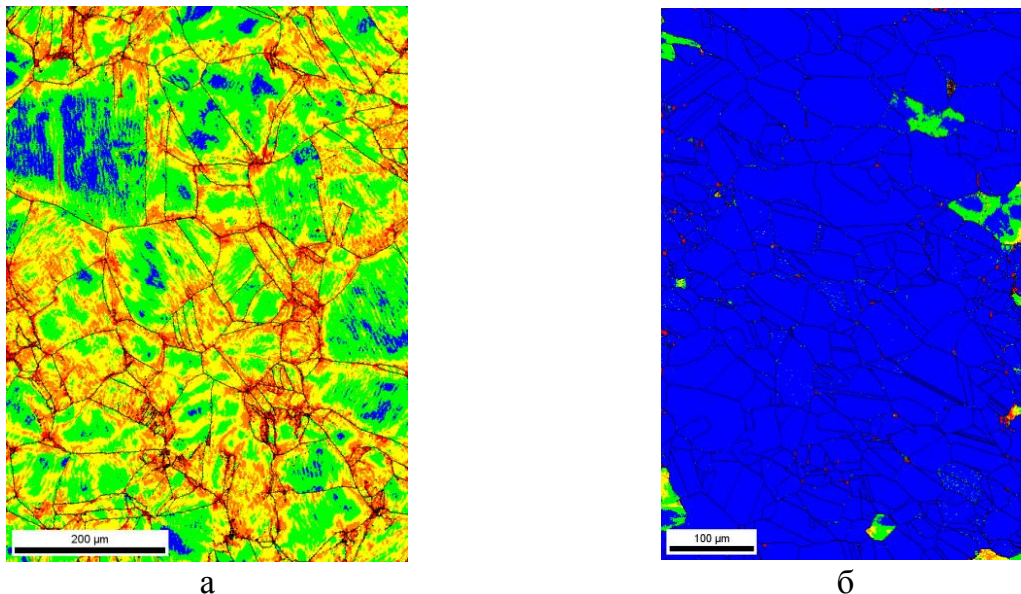
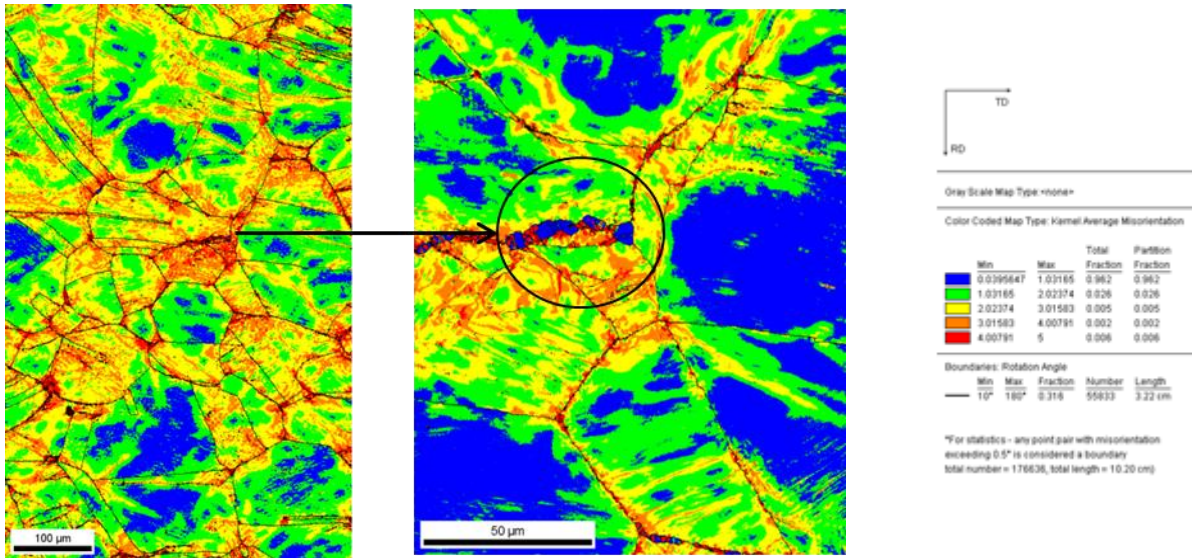


Рисунок 3.42 – Результаты EBSD – анализа структуры стали состава 1 (Карта кривизны кристалла (kernel average misorientation)) после деформации 20%:
 а – нерекристаллизованное состояние; б – полностью рекристаллизованное состояние; в – начало рекристаллизации.



В

Рисунок 3.42 (продолжение) – Результаты EBSD – анализа структуры стали состава 1 (Карта кривизны кристалла (kernel average misorientation)) после деформации 20%: а – нерекристаллизованное состояние; б – полностью рекристаллизованное состояние; в – начало рекристаллизации.

На рисунке 3.43 представлены графики релаксации напряжений для стали состава 2. Следует отметить, что кривые релаксации напряжений аналогичны кривым состава 1.

Из рисунка 3.43 видно, что после изотермической выдержки при 900°C, начиная с 300 с, изменяется ход кривой релаксации, она становится более полой, что может указывать на протекание превращения в процессе выдержки, которое длится в течение 400 с.

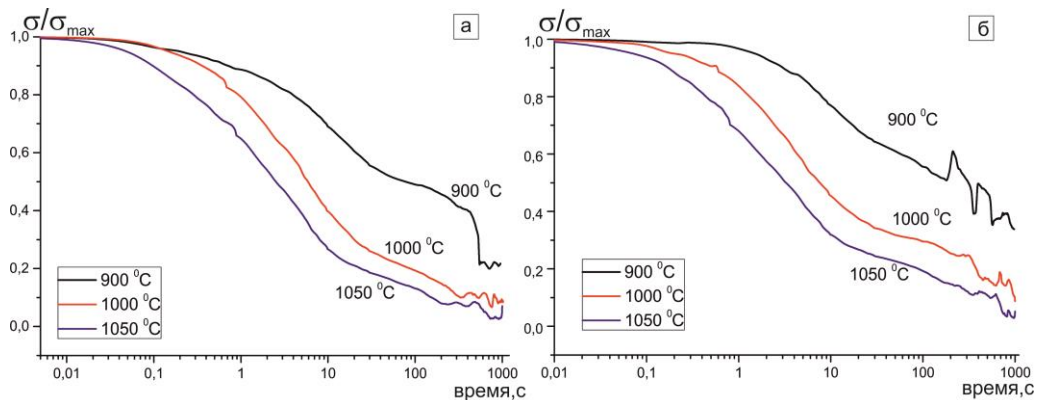


Рисунок 3.43 - Графики релаксации напряжения стали состава 2 после деформации: а) $\varepsilon = 10\%$, б) $\varepsilon = 20\%$.

Исследования микроструктуры показали, что при температуре 900°C в процессе выдержки происходит распад δ -феррита с образованием $\gamma + \sigma$ -фаза, а также границы зерен аустенита декорированы выделениями карбидов и нитридов хрома (рисунок 3.44 в, д, е), что затрудняет осуществление процесса СР. При повышении температуры изотермической выдержки до $1000\text{--}1050^{\circ}\text{C}$ наблюдаются δ -феррит, карбиды и нитриды хрома (рисунок 3.45), а также равноосные зерна аустенита с двойниками отжига по границам деформированных зерен. При этом кривые релаксации напряжений имеют ход аналогичный однофазному составу без явно выраженных превращений (рисунок 3.43).

Время завершения процесса СР превышает 1000 с, что существенно больше длительности междеформационной паузы, которая при прокатке в промышленных условиях составляет в среднем 10–15 с. Времени для завершения процесса статической рекристаллизации в междеформационных паузах явно не хватает. Таким образом, возможно накопление необходимой степени деформации в процессе прокатки, степень которой может достигать пороговой для начала процессов динамической и развития метадинамической рекристаллизации в паузах между проходами.

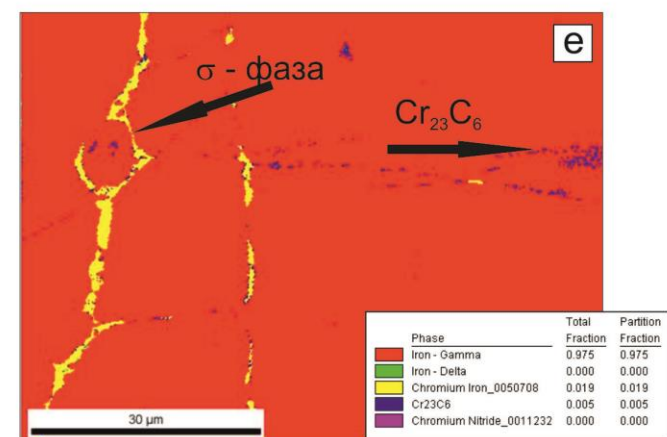
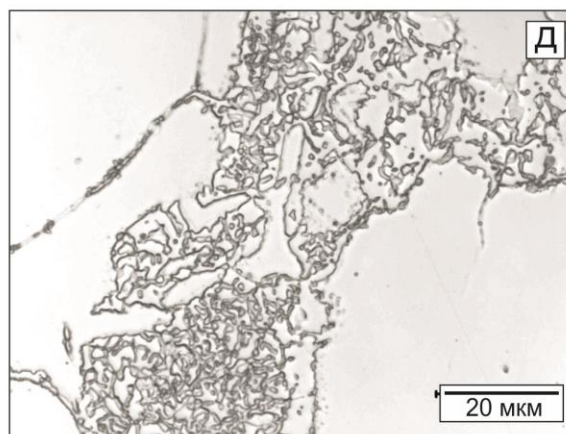
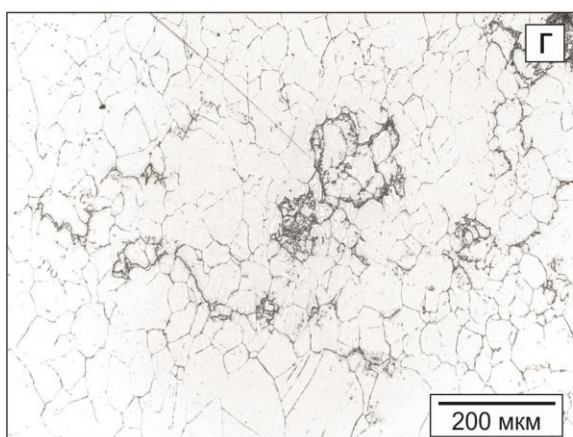
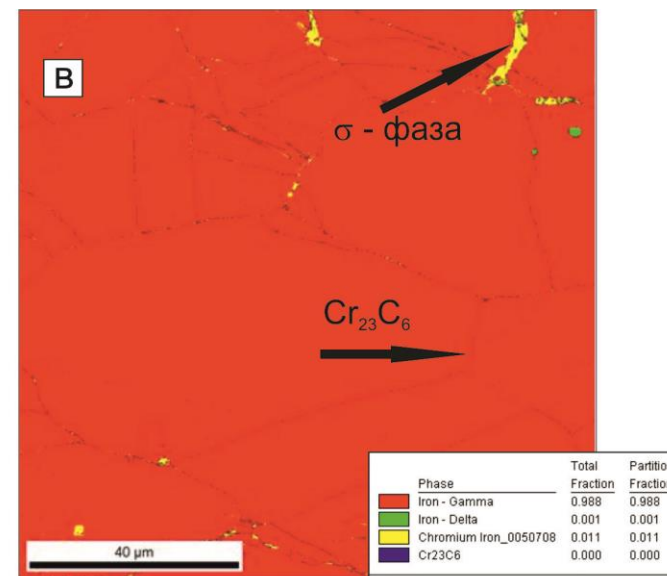
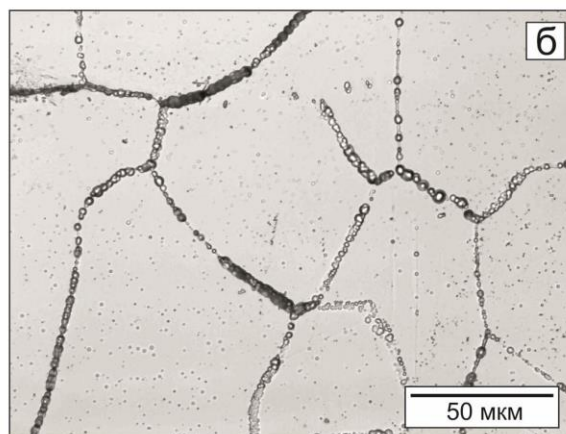
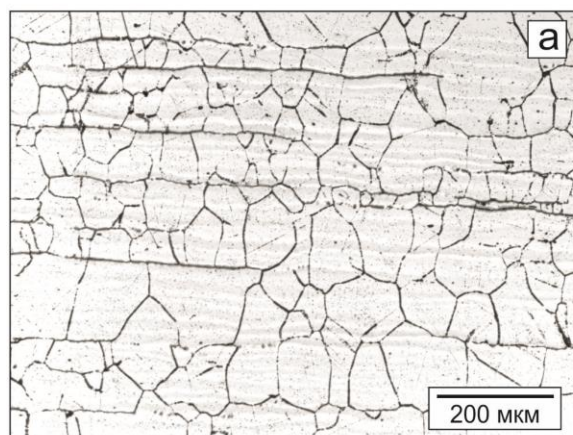


Рисунок 3.44 – Микроструктура стали состава 2 после деформации 10% (а-в) и 20% (г-д) после изотермической выдержки в течение 1000 с при температуре 900°C.

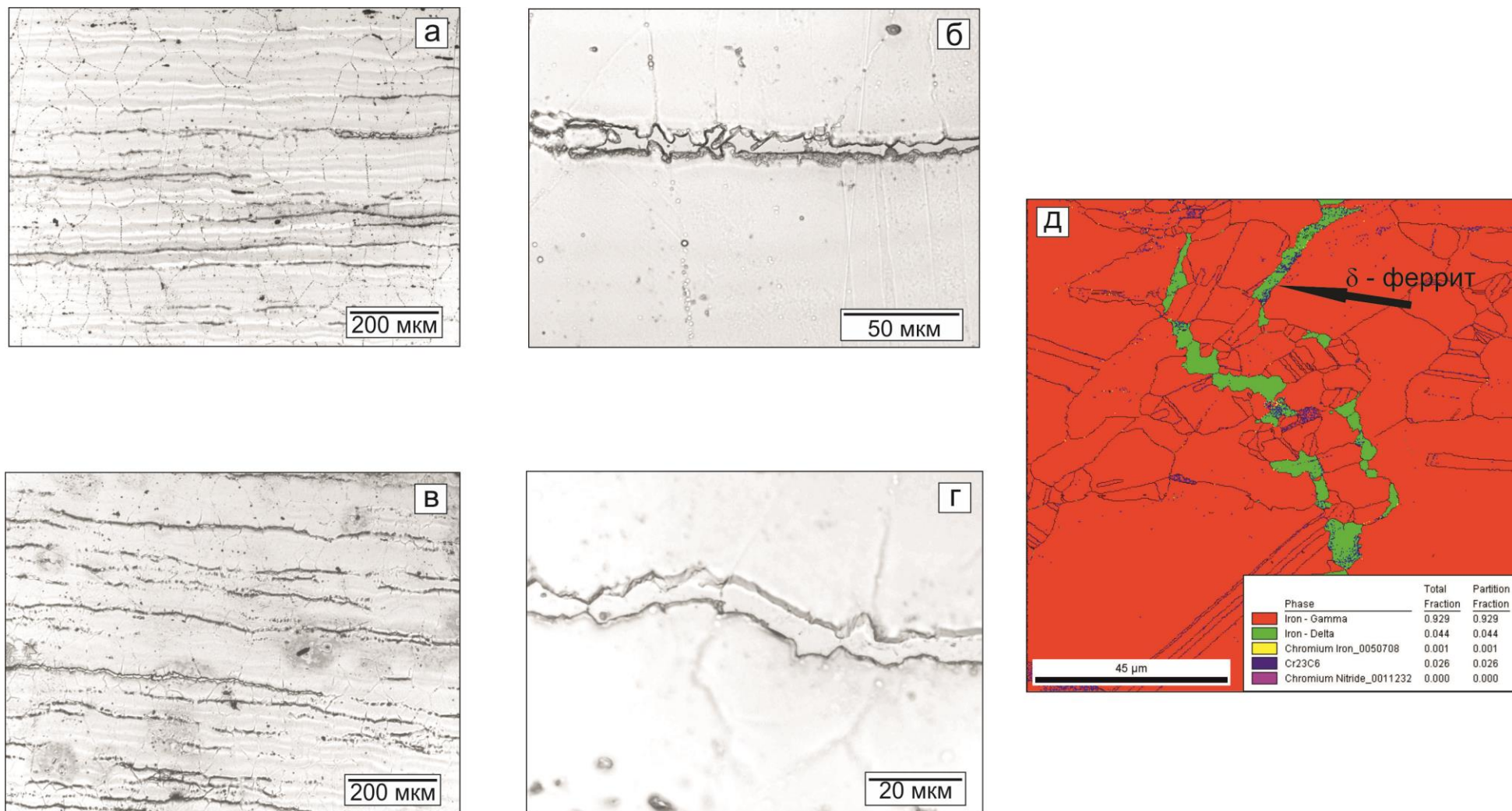


Рисунок 3.45 – Микроструктура стали состава 2 после деформации 10 % после изотермической выдержки в течение 1000 с при температуре 1000°C (а, б) и 1050°C (г-д).

3.2.4 Определение температурного интервала выделения вторичных фаз в стали в зависимости от деформации и скорости охлаждения

Известно [7, 8, 93–95], что частицы, выделяющиеся в результате распада твердого раствора, могут оказывать различное влияние на процессы структурообразования в однофазных сталях. В процессе горячей пластической деформации энергетически выгодными местами для выделения вторичных фаз являются дислокации, лес дислокаций, полосы сдвига, ячейки и субзеренные границы, границы исходных зерен и зерен, сформировавшихся в процессе рекристаллизации. Мелкодисперсные выделения нитридов/карбонитридов (карбидов) ниобия и ванадия могут затруднять мобильность большеугловых границ, тем самым препятствуя росту зерна, сформировавшегося при динамической рекристаллизации, а также замедлять развитие процессов метадинамической и статической рекристаллизации. Выделения частиц типа $(Cr, Fe)_{23}C_6$ и Cr_2N являются достаточно крупными и располагаются преимущественно на границах зерен, обедняя твердый раствор в районе формирования хромом, что приводит к снижению коррозионной стойкости, особенно против МКК, и охрупчиванию стали.

Известно [132], что при температуре ниже $1220\text{ }^{\circ}\text{C}$ начинается образование мелкодисперсных нитридов ниобия, которое может продолжаться до температуры $\sim 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$. Причем, начиная с $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ и ниже также возможно образование и нитридов ванадия. При дальнейшем охлаждении начинают выпадать нитриды хрома, а ниже $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ и карбиды хрома типа $M_{23}C_6$.

Определение температурного интервала выделения вторичных фаз в стали без деформации и после деформационной стимуляции

Определение температурного интервала выделения вторичных фаз в стали без деформации

С целью определения температурных интервалов выделения вторичных фаз в высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей аустенитной стали марки 04X20H6Г11М2АФБ состава 1 проведен ряд экспериментов. Исследования для определения температурного интервала начала выделения вторичных фаз в исследуемой стали проводили на дилатометре DIL 805 по режиму, представленному в таблице 3.9.

Таблица 3.9 – Режим проведения эксперимента

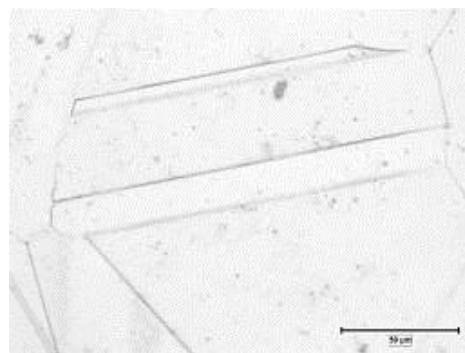
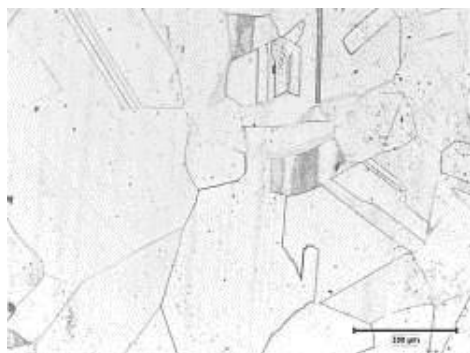
Скорость нагрева, °C/c	Температура аустенизации, °C	Время изотермической выдержки, с	Скорость подстуживания до температуры изотермической выдержки, °C/c	Температура изотермической выдержки, °C	Время изотермической выдержки, с	Скорость охлаждения, °C/c
3	1200	900	35	1050	900	25
				1000		
				950		
				900		
				850		
				800		
				750		

Предварительно был проведен нагрев образцов до 1200°C с последующим ускоренным охлаждением с целью определения состояния микроструктуры в исходном состоянии. Микроструктура состоит из крупных равноосных зерен размером в среднем 250 мкм (0–1 балл) с некоторым количеством выделений вторичных фаз в теле зерна. Анализ кривой охлаждения позволил установить основные интервалы преципитации, которые соответствуют [114]:

- 1) 1200÷1150°C – T₁;
- 2) 1120÷950°C – T₂;
- 3) 650÷400°C – T₃.

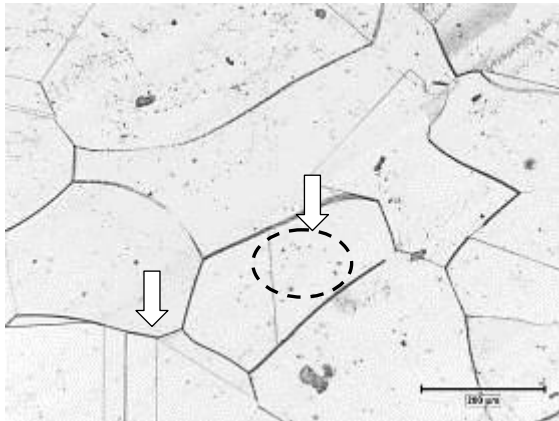
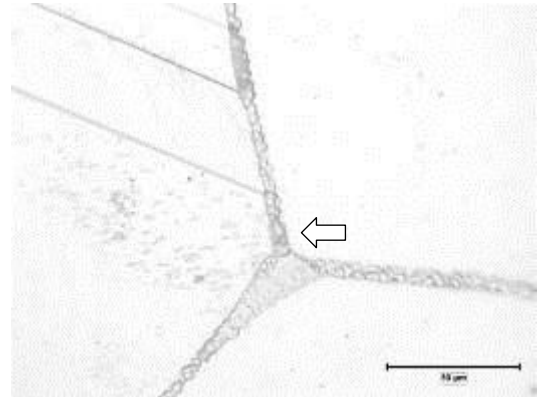
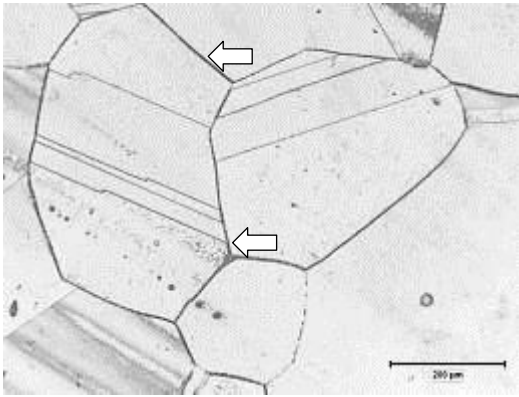
Проведено металлографическое исследование микроструктуры образцов после испытаний (рисунок 3.46). Микроструктура образцов после всех изотермических выдержек состоит из крупных равноосных зерен аустенита (0–1 балл) с двойниками отжига (рисунок 3.46). В теле зерен наблюдаются частицы избыточных фаз, распределенные, предположительно, по границам первоначального зерна, полученного после прокатки. После изотермических выдержек при 750 и 900°C (рисунок 3.46 б, в) по границам зерен видны цепочки частиц. Границ свободных от частиц практически нет.

Анализ дилатометрических кривых на участке изотермической выдержки (рисунок 3.47) показывает, что с увеличением температуры изменяется форма кривых. На начальном этапе выдержки в интервале температур 750–900°C происходит некоторое увеличение длины образца, интенсивность которого снижается с повышением температуры выдержки. Такой характер изменения дилатометрической кривой позволяет сделать косвенную оценку временного интервала выделения вторичных фаз. Наиболее интенсивно выделение вторичных фаз происходит в течение 40–45 с от начала изотермической выдержки и полностью заканчивается после выдержки более 650 с (рисунок 3.47), что подтверждается наличием грубых частиц по границам зерен (рисунок 3.47 б, в) в характерном интервале температур для выделения карбидов/нитридов $M_{23}C_6$ и Cr_2N . В интервале температур 950–1050°C дилатометрические кривые стремятся к прямой, указывая на то, что в течение выдержки не происходит структурных изменений, показывающих существенный объемный эффект. Данное утверждение подтверждается металлографическими исследованиями, по границам и в теле зерен не наблюдается выделений вторых фаз (рисунок 3.46 а).

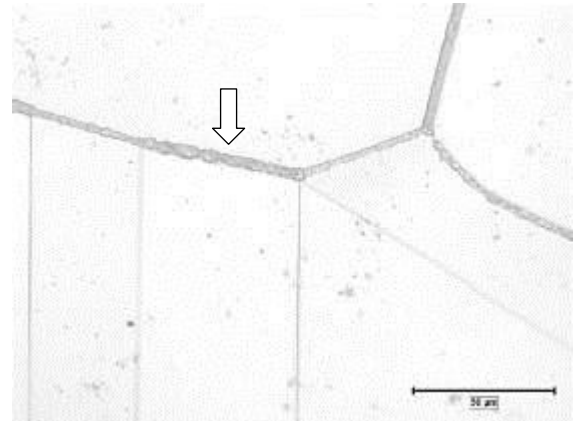


а

Рисунок 3.46 – Микроструктура азотсодержащей стали после изотермической выдержки: а) 1050°C, б) 900°C, в) 750°C.



б



B

X 100

X 500

Рисунок 3.46 (продолжение) – Микроструктура азотсодержащей стали после изотермической выдержки: а) 1050°C, б) 900°C, в) 750°C.

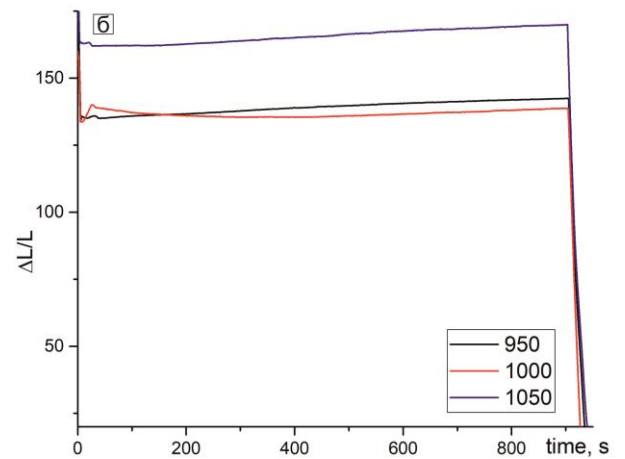
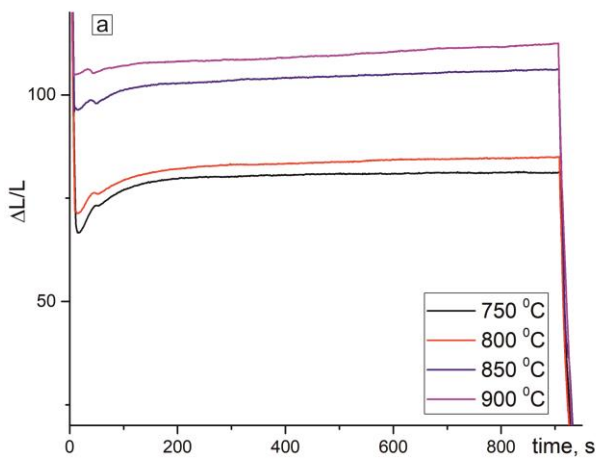


Рисунок 3.47 – Дилатометрические кривые на участке изотермической выдержки в температурных интервалах: а) 750÷900°C; б) 950÷1050°C.

Определение температурного интервала выделения вторичных фаз в стали после деформационной стимуляции

Как было сказано выше, деформация стимулирует выделение вторичных фаз посредством формирования энергетически выгодных участков на элементах структуры, поэтому следующим шагом было исследование влияния деформации на выделение вторичных фаз в процессе горячей пластической деформации. На многофункциональном исследовательском комплексе Gleeble 3800 проведена серия экспериментов по схеме, представленной на рисунке 3.48. Деформирование образцов сжатием проводили со скоростью 1 с^{-1} . После горячей деформации часть образцов ускоренно охлаждали, а часть подвергали изотермической выдержке при температуре деформации в течение 1000 с, затем также ускоренно охлаждали.

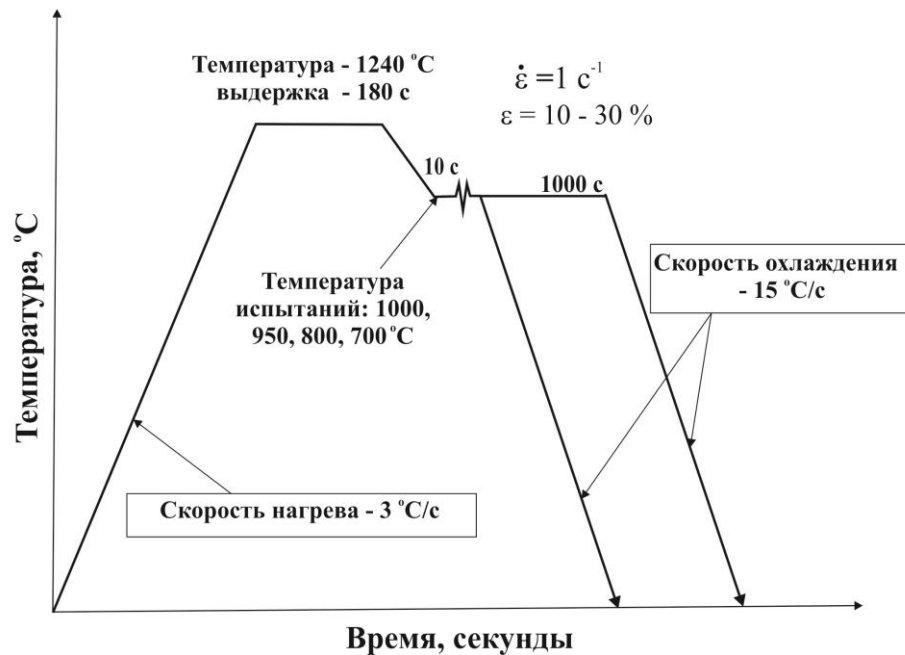


Рисунок 3.48 – Схема проведения эксперимента.

В процессе деформирования происходит выделение частиц вторичных фаз, количество которых увеличивается с увеличением степени деформации. Так после охлаждения с температуры изотермической выдержки 1000 °C выделений вторичных фаз не наблюдается, зерна равноосные с двойниками отжига (рисунок 3.49 а). После деформации 10% зерна слабо деформированы, на границах зерен наблюдаются цепочки выделений вторичных фаз (рисунок 3.49 б). При увеличении степени деформации до 30% в зернах появляются полосы деформации, количество вторичных фаз также

увеличивается. Они располагаются не только на границах зерен, но и на полосах деформации, двойниках отжига, концентрируясь в области наибольшего искажения (рисунок 3.49 в). В структуре встречаются частицы различных размеров и типов. Наблюдаются округлые частицы $(Cr, Nb)_2N$ размером 100–200 нм, которые располагаются как в теле, так и по границам зерен и на двойниках отжига (рисунок 3.49 г, ж). Также встречаются крупные частицы карбидов хрома – $Cr_{23}C_6$ – размером порядка 300 нм (рисунок 3.49 д).

В темнопольном изображении на рисунке 3.49 д также видны мелкодисперсные частицы нитрида ванадия (VN) размером 5–20 нм, располагающиеся в теле зерна на дислокациях. Также можно наблюдать частицы кубической формы – $Nb(C, N)$ – размером 50 нм.

При изотермической выдержке после деформации количество и размер частиц вторичных фаз увеличивается (рисунок 3.50, 3.51). После деформации 30% также наблюдаются сформировавшиеся рекристаллизованные зерна размером 1–5 мкм (рисунки 3.50 г, 3.51 г).

Снижение температуры деформации до 800–900°C приводит к формированию плотных цепочек частиц вторичных фаз по границам зерен и двойников отжига, а также на полосах деформации. В течение изотермической выдержки происходит распад твердого раствора с формированием колоний, растущих вглубь зерна от его границ (рисунок 3.50 б, г, указаны стрелкой), причем с увеличением степени деформации таких колоний становится больше.

При повышении температуры деформирования более 1000°C начинают преобладать процессы рекристаллизации, подавляя тем самым распад твердого раствора за счет снижения дефектности структуры.

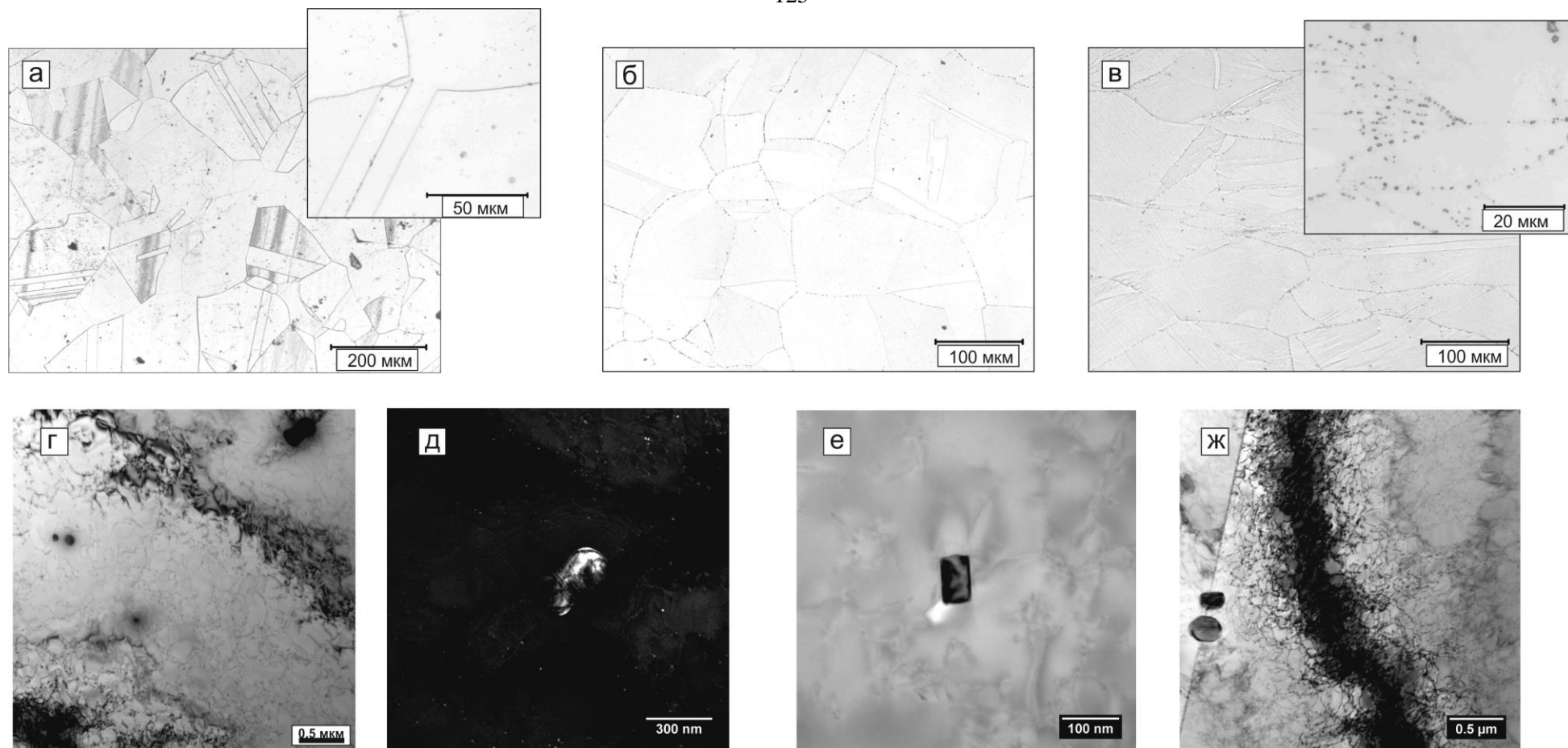


Рисунок 3.49 - Микроструктура образцов после деформации при температуре 950°C: а) без деформации; б) деформация 10%; в) деформация 30%; г – ж) частицы вторичных фаз.

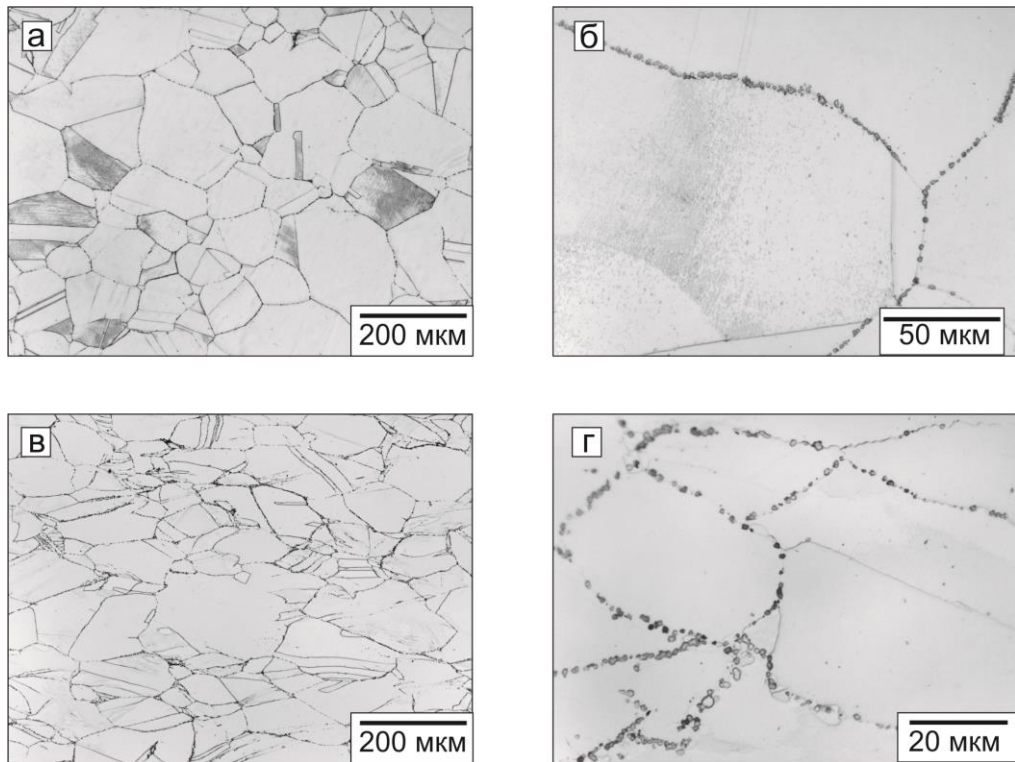


Рисунок 3.50 – Микроструктура образцов после изотермической выдержки в 1000 с при 950°C после деформации 10% (а, б) и 30% (в, г).

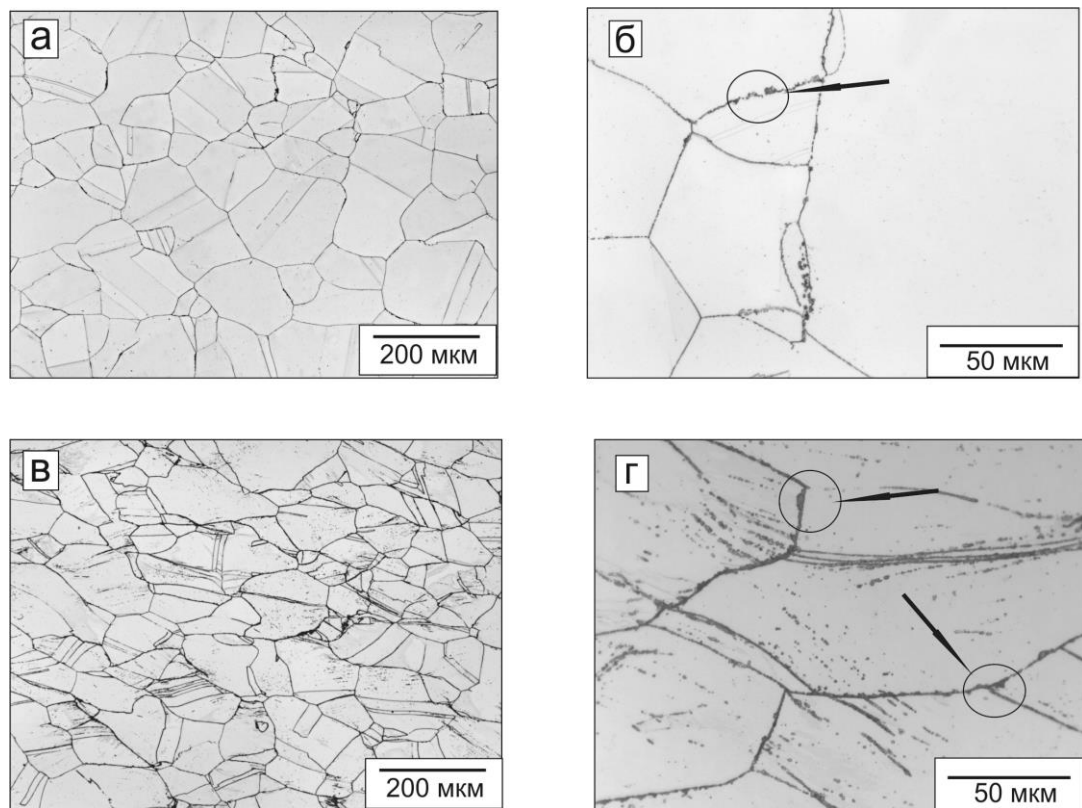


Рисунок 3.51 – Микроструктура образцов после изотермической выдержки в 1000 с при 800°C после деформации 10% (а, б) и 30% (в, г).

Кривые релаксации напряжений также можно использовать для оценки временных интервалов выделения вторичных фаз (рисунок 3.52). Участки, характеризующие начало и конец превращения (распада), могут проявляться в виде изменения угла наклона кривой или даже некоторого упрочнения [133].

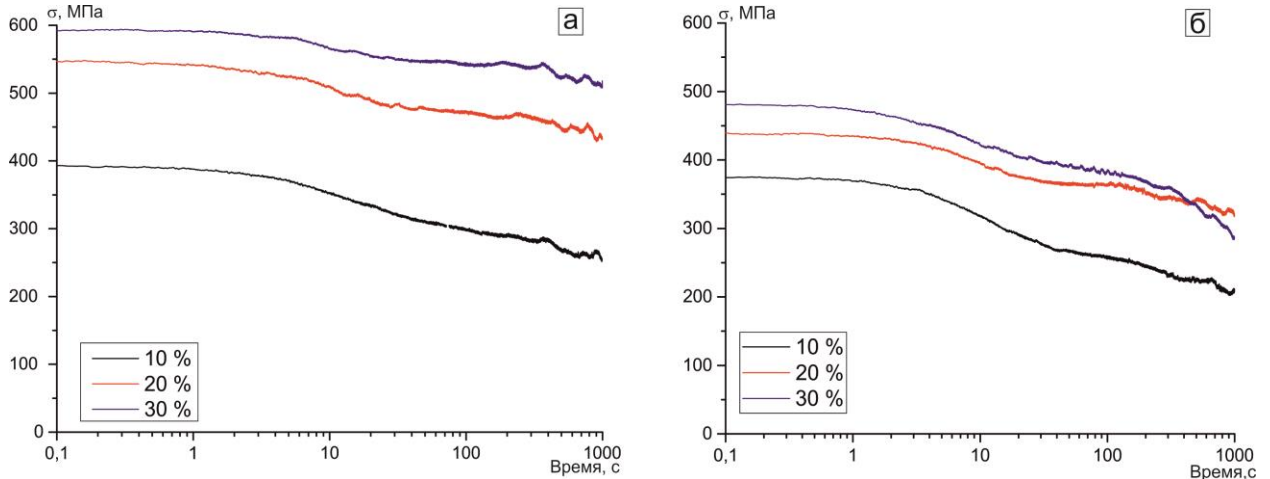


Рисунок 3.52 - Кривые релаксации напряжений в течение изотермической выдержки после деформации: а) 700°C; б) 800°C.

Таким образом, определен временной интервал, представленный на рисунке 3.53, который составляет 1–3 с. Наибольшее количество выделяющихся частиц вторичных фаз наблюдается в температурном интервале 800–950°C.

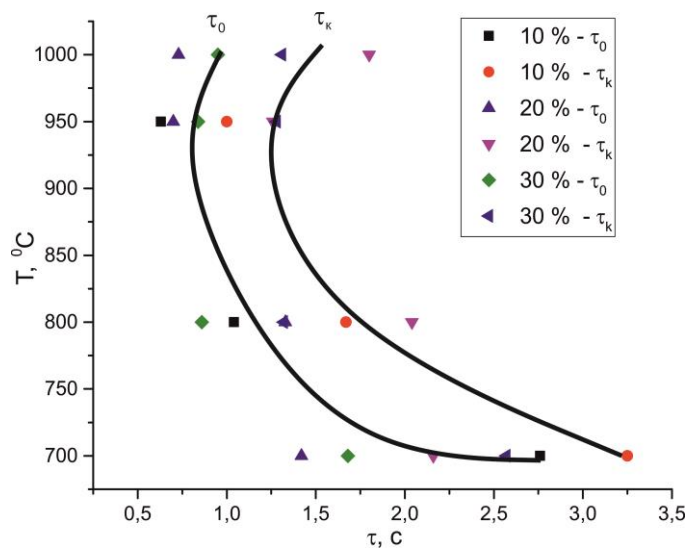


Рисунок 3.53 – Диаграммы выделения частиц.

Поскольку временной интервал (рисунок 3.52) на кривых релаксации напряжений выражен не явно, образцы деформировали с более высокими степенями деформации 40–60% с целью интенсификации распада твердого раствора, при этом ограничиваясь температурами 950 и 1000°C, с последующей выдержкой 10 с, поскольку, если при данных температурах будет явно выраженное превращение, то соответственно оно будет и при более низких температурах.

По результатам испытаний были построены кривые релаксации напряжений (рисунок 3.54).

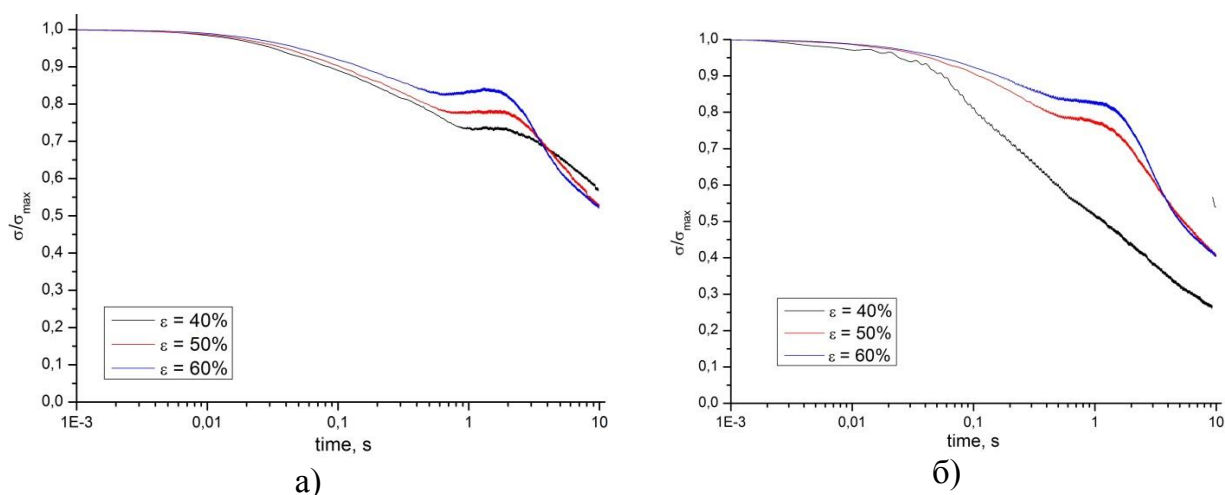


Рисунок 3.54 – Кривые релаксации напряжений в течение изотермической выдержки 10 с после деформации: а) 950°C; б) 1000°C.

Кривые релаксации напряжений в процессе изотермической выдержки после деформации показали (рисунок 3.54), что при температуре 950°C после деформации со степенью 40% разупрочнение начинается после некоторого инкубационного периода порядка 1 с, при увеличении степени деформации разупрочнение начинается практически сразу после снятия нагрузки. Следует отметить, что через 0,8 с ход кривой изменяется, при 50% деформации появляется площадка, а при 60% деформации наблюдается некоторый рост напряжений. Такое поведение кривых релаксации вероятно связано с фазовыми превращениями в стали. С повышением температуры деформирования до 1000°C после 40% деформации разупрочнение начинается без инкубационного периода, после 50 и 60% деформации ход кривой аналогичен кривой при 950 °C, только степень разупрочнения увеличивается (рисунок 3.54 б).

Металлографические исследования показали, что при температуре 950°C (рисунок 3.55 а) происходит выделение частиц вторичных фаз по границам деформиро-

ванных зерен, а также по линиям скольжения и деформированным двойникам отжига. В теле зерен также видны цепочки из частиц, по форме которых можно предполагать, что частицы выделились по границам субзерен. Следует отметить, что чем выше степень деформации, тем больше наблюдается выделений вторичных фаз, т.е. плотность их увеличивается. При исследовании микроструктуры образцов после деформации со степенью 40% по границам зерен можно наблюдать мелкие зерна размером около 1 – 5 мкм, границы зерен «зубчатые». При деформации 60 % на границах зерен практически не видны рекристаллизованные зерна, плотность частиц увеличилась.

При увеличении температуры деформирования до 1000°C (рисунок 3.55 б) после деформации со степенью 40% по границам деформированных зерен наблюдаются равноосные зерна с двойниками отжига различного размера, более крупные ~50 мкм, и более мелкие, прилегающие непосредственно к границам зерен размером ~1–5 мкм. Такое сочетание возможно объяснить развитием МДР сразу после снятия нагрузки, а наличие мелких зерен началом СР. В микроструктуре образцов после 50% деформации по границам деформированных зерен видны мелкие зерна размером ~1–2 мкм, также наблюдаются частицы вторичных фаз, между которыми границы выгнуты. После деформации со степенью 60% количество рекристаллизованных зерен увеличивается, также увеличивается и количество выделений вторичных фаз.

Сравнивая поведение кривых релаксации с результатами исследования микроструктуры, можно сказать, что деформация стимулирует процесс выделения вторичных фаз как по границам, так и в теле зерен, что проявляется наличием площадок неизменяющихся (или некоторого повышения) значений напряжений в промежутки времени 1–3 с. Следует отметить, что при более низких значениях деформации разупрочнение проходит интенсивнее. Это можно объяснить тем, что выделяющиеся частицы при увеличении степени деформации закрепляют границы зерен и субзерен, что приводит к замедлению развития процессов релаксации – МДР и СР.

Таким образом, исследование взаимного влияния процессов выделения избыточных фаз и процессов рекристаллизации позволит контролировать структурообразование в стали при ВТМО.

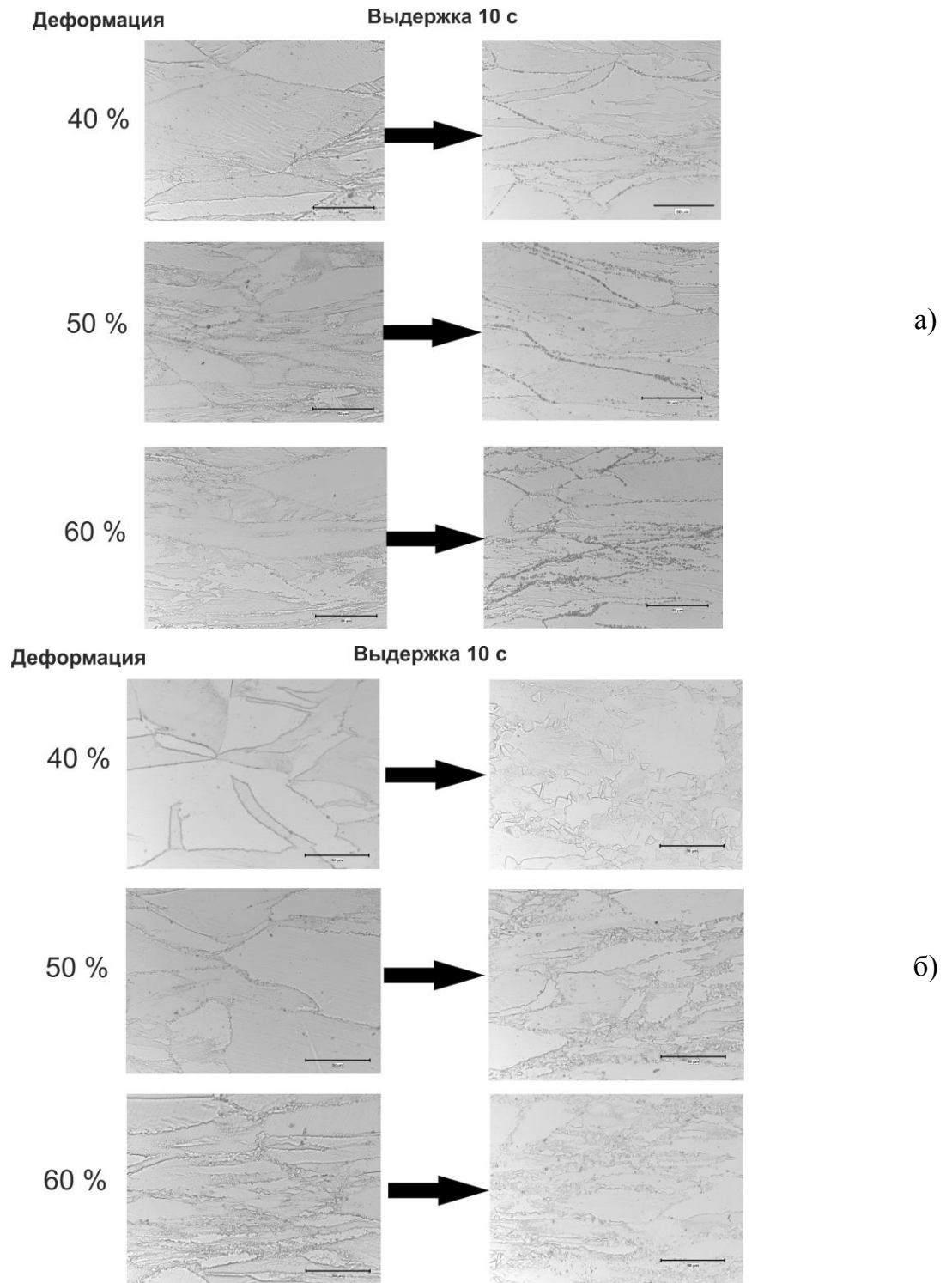


Рисунок 3.55 - Микроструктура стали состава 1 после деформации и изотермической выдержки в течение 10 с: а) 950°C; б) 1000°C.

3.2.5 Определение температурно-временных характеристик метадинамической рекристаллизации после горячей деформации

Как было определено в параграфе 3.2.3, процесс СР в междеформационных паузах не может полностью завершиться, поэтому в данном параграфе будут рассмотрены условия для осуществления МДР после деформации. В процессе ВТМО в промышленных условиях трудноосуществимы однократные деформации со степенями, превышающими 25 %, поэтому целесообразно рассмотреть вопрос влияния дробной деформации на процесс накопления достаточной степени деформации для начала ДР и развития МДР в междеформационных паузах.

Моделирование условий реализации МДР проводили по методу релаксации напряжений [55, 64, 113] согласно схемам, представленным на рисунке 3.56, и по режимам – таблица 3.10.

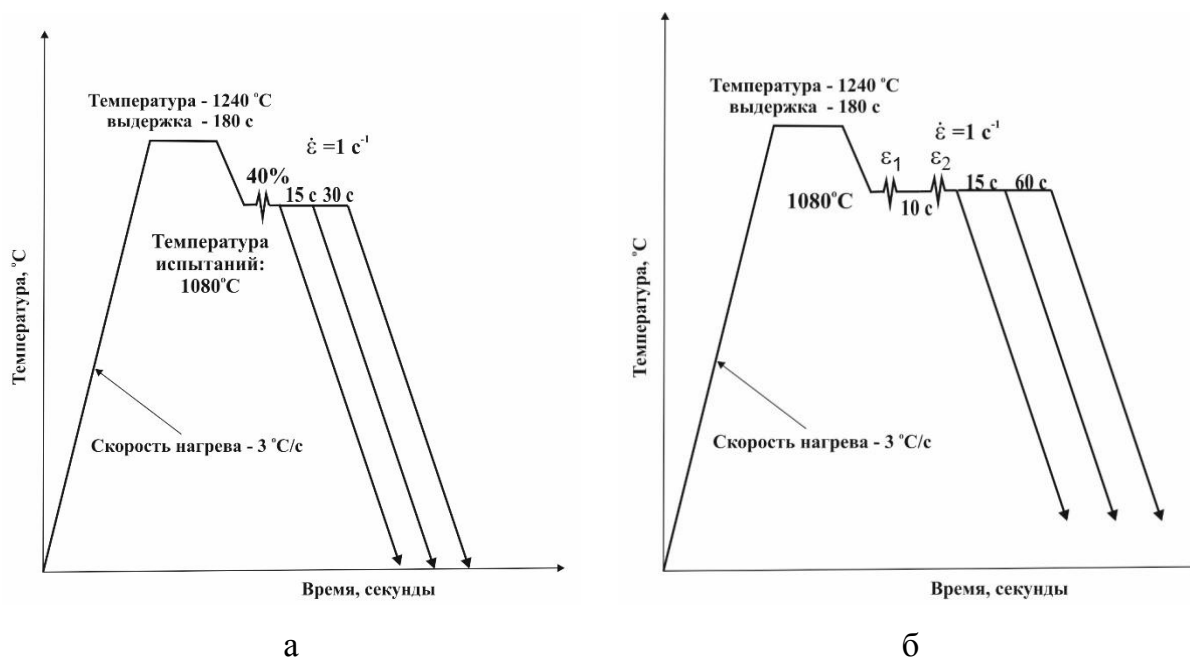


Рисунок 3.56 – Схемы проведения эксперимента:

- а) однократная деформация со степенью 40%; б) двукратная деформация с суммарной степенью деформации 40%.

Таблица 3.10 – Режимы проведения горячей деформации

Наименование	Режим деформации	Относительная степень деформации	Междеформационная пауза, с	Изотермическая выдержка после деформации, с	
				15	30
Режим 1	Однократная	40%	-	15	30
Режим 2	Двукратная	$\varepsilon_1 = 15\%$ $\varepsilon_2 = 25\%$	10	15	60
Режим 3		$\varepsilon_1 = 20\%$ $\varepsilon_2 = 20\%$	10	15	60
Режим 4		$\varepsilon_1 = 25\%$ $\varepsilon_2 = 15\%$	10	15	60
Режим 5	Четырехкратная	$\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = \varepsilon_3 = \varepsilon_4 = 10\%$	10	15	60

Было осуществлено деформирование образцов со скоростью деформации 1 с^{-1} по режиму 1 (таблица 3.10) при средней температуре 1080°C , соответствующей условиям проведения основной деформации в промышленности [98]. С целью фиксации структуры, полученной в процессе деформации, охлаждение осуществляли со скоростью $15^\circ\text{C}/\text{с}$, соответствующей также реальным промышленным условиям ВТМО.

На рисунках 3.57, 3.58 представлены диаграммы деформации и кривые релаксации для однократного нагружения (режим 1) со степенью деформации 40%.

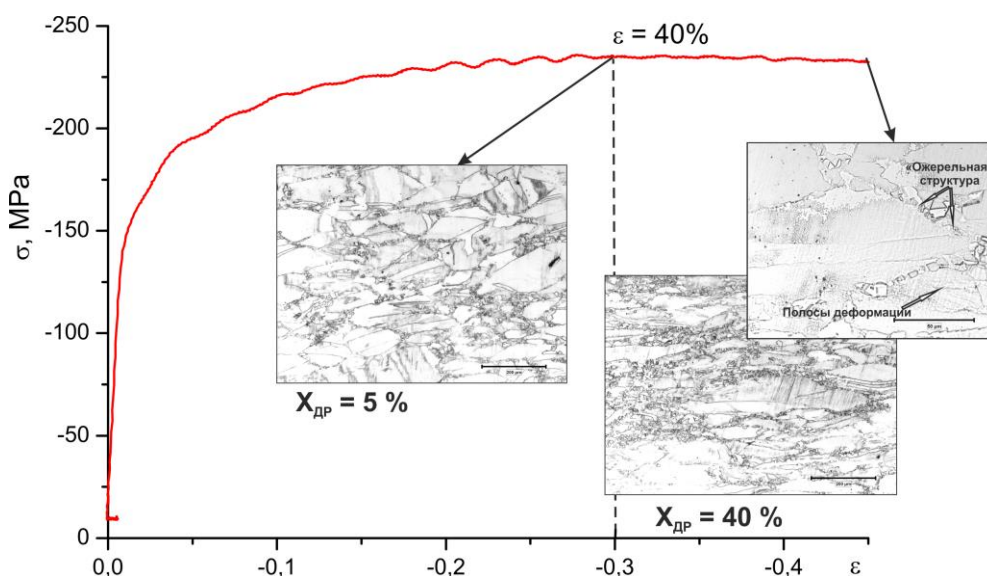


Рисунок 3.57 – Диаграмма деформации и микроструктура при однократном нагружении со степенью деформации 40%.

Микроструктура стали после режима 1 (однократное нагружение) состоит из деформированных зерен, которые ориентированы перпендикулярно прикладываемой нагрузке. По границам деформированных зерен наблюдаются мелкие рекристаллизованные зерна размером 1–20 мкм («ожерельная» структура), занимающие объем около 40% исследованной поверхности образца. В теле деформированных зерен видны полосы деформации и тонкие границы, свидетельствующие о возможном формировании субструктуры. По наличию подобной структуры можно предположить о начале процесса динамической рекристаллизации (ДР) (рисунок 3.56).

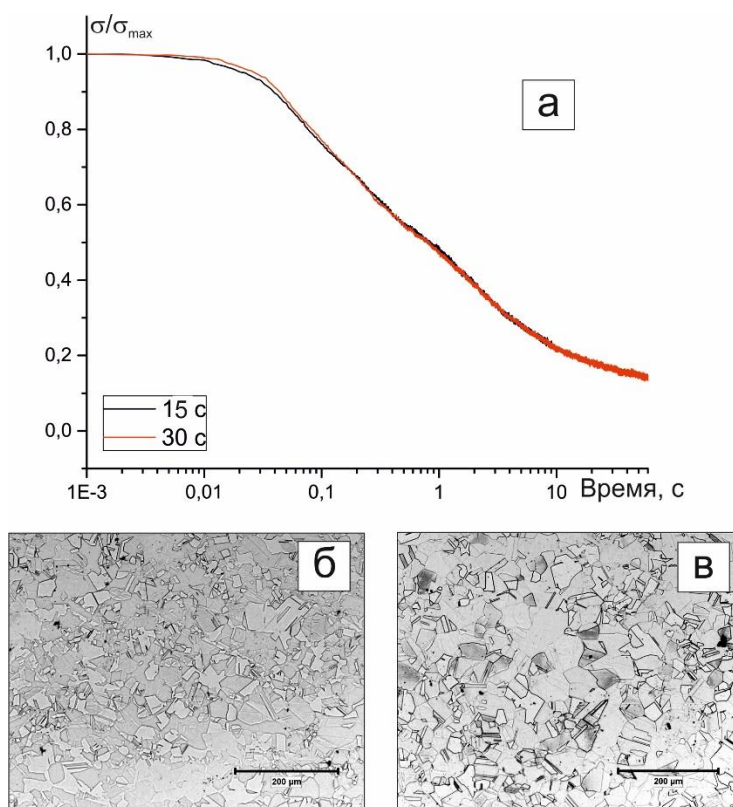


Рисунок 3.58 – Кривые релаксации напряжений (а) и микроструктура азотсодержащей стали после однократного нагружения со степенью деформации 40%: б) изотермическая выдержка 15 с; в) изотермическая выдержка 30 с.

Последующая изотермическая выдержка приводит к развитию процесса метадинамической рекристаллизации (МДР), который практически полностью осуществляется за 15 с, что отражают кривые релаксации напряжений (рисунок 3.58 а), показывающие отсутствие инкубационного периода начала разупрочнения [56, 63, 68 –

70]. Исследования микроструктуры подтверждают, что в результате изотермической выдержки в течение 15 с рекристаллизация проходит в полном объеме образца (100%), средний размер рекристаллизованных зерен 25–40 мкм. Дальнейшая выдержка приводит к росту рекристаллизованных зерен (рисунок 3.58 б, в).

В промышленности ВТМО представляет собой многопроходную деформацию в условиях изменяющихся температур, и за один проход осуществляется деформация со степенью не более 20–25 %, исходя из энергосиловых параметров оборудования [65]. С целью определения преимущественных механизмов структурообразования в процессе деформации и в междеформационных паузах была реализована деформация по режимам 2–5 (таблица 3.10).

По виду диаграмм деформации (рисунок 3.59) возможно оценить напряжение течения после первого нагружения σ_1 и последующих нагружений (таблица 3.11).

Таблица 3.11 – Достигаемые напряжения при различных режимах нагружения

Режим деформации	Относительная степень деформации	Достигаемые напряжения, МПа			
		σ_1	σ_2	σ_3	σ_4
Однократная	40%	235	-	-	-
Двукратная	$\varepsilon_1 = 15\%$ $\varepsilon_2 = 25\%$	219	235	-	-
	$\varepsilon_1 = 20\%$ $\varepsilon_2 = 20\%$	227	229	-	-
	$\varepsilon_1 = 25\%$ $\varepsilon_2 = 15\%$	229	222	-	-
Четырехкратная	$\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = \varepsilon_3 = \varepsilon_4 = 10\%$	217	226	225	216

Таблица 3.12 – Степень рекристаллизации на этапах нагружения

Режим деформации	Относительная степень деформации	Степень рекристаллизации, %		
		без выдержки	выдержка 15 с	выдержка 60 с
Однократная	40%	40	100	100*
Двукратная	$\varepsilon_1 = 15\%$ $\varepsilon_2 = 25\%$	3	53	100
	$\varepsilon_1 = 20\%$ $\varepsilon_2 = 20\%$	20	42	100
	$\varepsilon_1 = 25\%$ $\varepsilon_2 = 15\%$	11	40	90
Четырехкратная	$\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = \varepsilon_3 = \varepsilon_4 = 10\%$	38	60	95

* – изотермическая выдержка 30 с

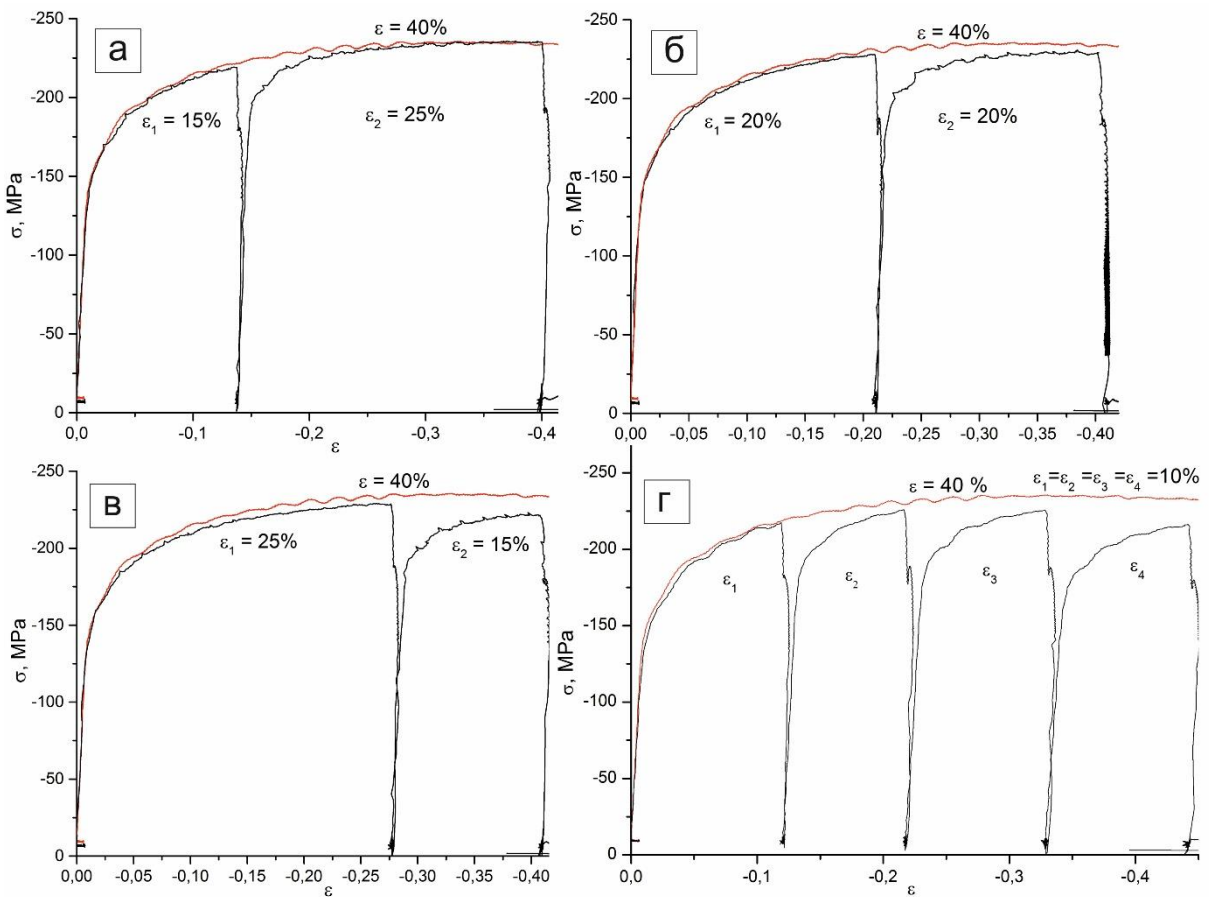


Рисунок 3.59 – Характерный вид диаграмм деформации при различных режимах.

На рисунке 3.60 представлены результаты исследования микроструктуры стали, зафиксированные сразу после деформации для каждого режима. Микроструктура стали после деформации по режиму 2 состоит из деформированных зерен с «зубчатыми» границами, ориентированных перпендикулярно прилагаемой нагрузке, с мелкими рекристаллизованными зернами (1–10 мкм) по границам, локализующимися преимущественно в тройных стыках (рисунок 3.60 а). Степень рекристаллизации составляет не более 3 %. Данный факт можно объяснить тем, что в междеформационной паузе после нагружения со степенью деформации 15% происходит разупрочнение посредством развитых процессов статического возврата и полигонизации, и последующее нагружение (25%) позволяет, по-видимому, накопить деформацию для начала ДР в малом объеме, что выражается в увеличении напряжения течения до 235 МПа (рисунок 3.59 а, таблица 3.11).

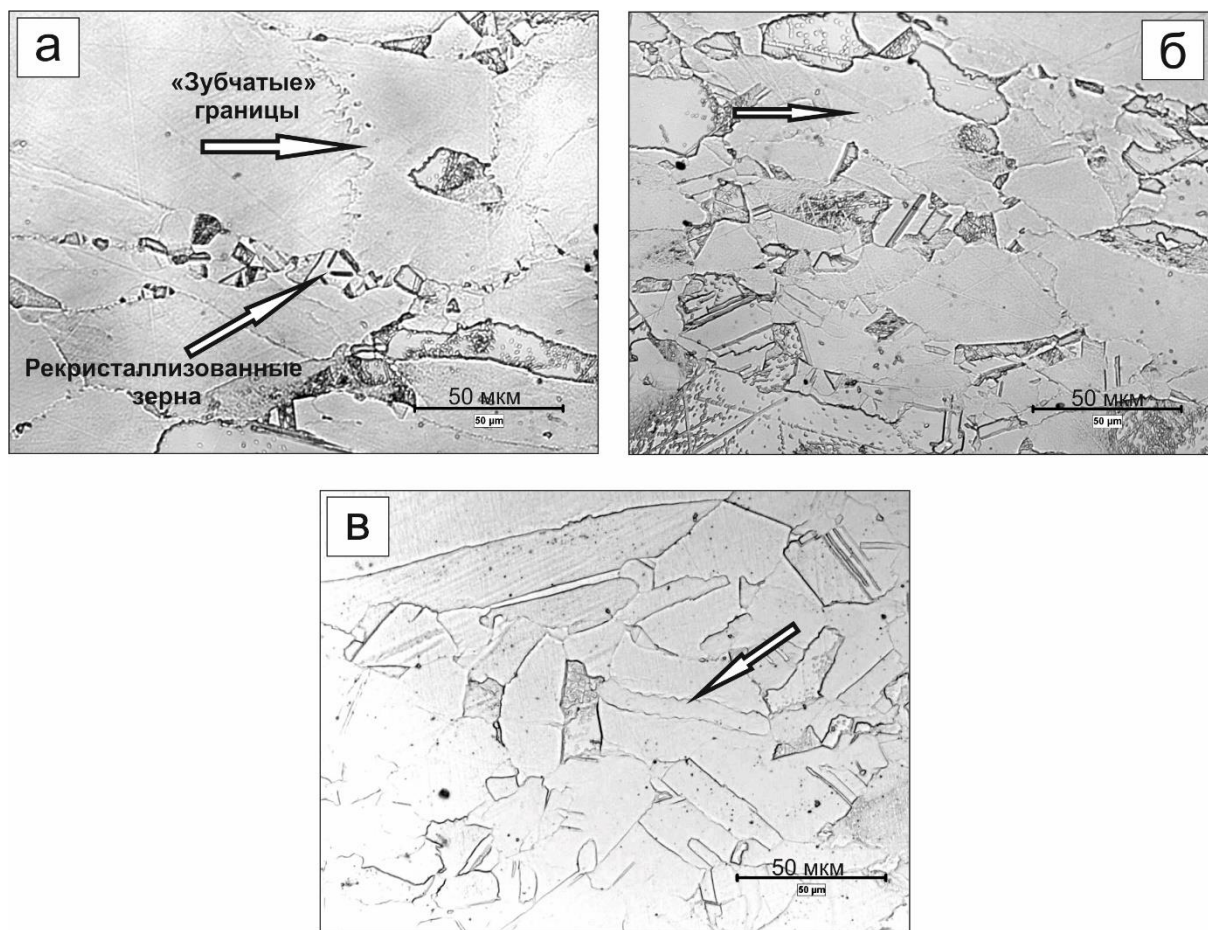


Рисунок 3.60 – Микроструктура стали, зафиксированная сразу после деформации: а - режим 2; б - режим 4; в – режим 5.

Увеличение степени деформации (режим 3) до 20% должно способствовать интенсификации процессов возврата и статической рекристаллизации, что подтверждается результатами исследований СР в работе [65]. Также установлено, что для данной стали соотношение между критической и пороговой степенями деформации составляет $\varepsilon_c = 0,44\varepsilon_p$, которая соответствует $\varepsilon_c = 0,15$ в исследуемом интервале температур. Отсюда следует, что при относительной степени деформации 20% достигаются условия для начала ДР, и следовательно развитию процесса МДР при изотермической выдержке; при втором нагружении напряжение течения достигает меньших значений (224 МПа) по сравнению с режимом 2 (таблица 3.11). В результате второго этапа нагружения по режиму 3 степень рекристаллизации увеличивается до 20 % (таблица 3.12), наблюдается большее количество рекристаллизованных зерен размером 10–30 мкм, которые располагаются скоплениями по границам деформированных зерен, что приводит к неравномерности распределения зерен по сечению.

Еще большее увеличение степени деформации на первом этапе деформирования (режим 4) до 25% будет приводить к увеличению объема динамически рекристаллизованных зерен, и соответственно к увеличению степени реализации МДР в междеформационной паузе. Последующее нагружение с относительной степенью деформации 15% не позволит набрать достаточной степени деформации для развития процессов ДР. В результате второго нагружения сталь упрочнилась в меньшей степени, о чем свидетельствует снижение напряжения течения после второго этапа нагружения (222 МПа) (рисунок 3.59 в, таблица 3.11). Исследование микроструктуры стали после деформации по режиму 4 показало наличие «смешанной» структуры с разным типом деформированных зерен: крупные зерна (200 мкм), по «зубчатым» границам которых располагаются мелкие равноосные зерна 5–20 мкм и деформированные зерна размером около 40 мкм. По наличию «зубчатых» границ и мелких рекристаллизованных зерен можно судить о начале динамической рекристаллизации при втором проходе (наличие мелких зародышей по границам крупных зерен).

Режим 5 (таблицы 3.10, 3.11) представляет собой четырехкратное нагружение со степенью деформации по 10% на каждом этапе. Выбор данного режима обусловлен тем, что некоторые промышленные станы не могут обеспечить обжатия более 10% за проход на начальных этапах горячей прокатки. На рисунке 3.59 г показано, что повышение напряжения течения наблюдается после второго этапа деформации с 217 до 226 МПа (таблица 3.11). В результате реализации деформации по режиму 5 объем рекристаллизации составляет 38%. В микроструктуре стали можно выделить участки исходного деформированного зерна размером порядка 150 мкм, по границам которых располагаются как мелкие зерна размером 5 – 10 мкм, так и более крупные зерна до 50 мкм. Все зерна деформированы, границы «зубчатые», что может говорить о таком преимущественном механизме разупрочнения как ДР, реализация которого возможна при накоплении деформации при последовательных нагружениях, причем в междеформационных паузах существенного разупрочнения практически не происходит, что и подтверждается диаграммами деформирования.

Результаты анализа кривых релаксации (рисунок 3.61) показали, что процесс рекристаллизации начинается практически без инкубационного периода, т.е. резкое падение кривой релаксации начинается после выдержки порядка 0,01 с, указывает на развитие процесса МДР. На кривой релаксации наблюдается небольшой перегиб по-

сле выдержки примерно 1 с, что возможно указывает на начало процесса СР, инкубационный период которой в интервале температур 1100–1050°С составляет менее 0,5 с [65].

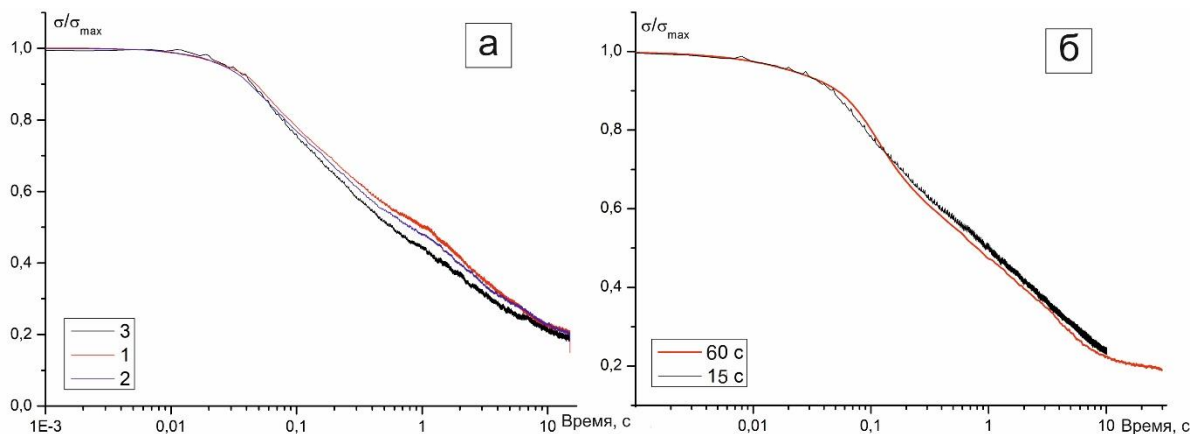


Рисунок 3.61 – Кривые релаксации после деформации: а) двухкратная; б) 4-кратная.

На рисунке 3.62 представлены результаты исследования микроструктуры стали, зафиксированные после изотермической выдержки 15 с и 60 с для каждого режима.

Из рисунка 3.62 а видно, что в результате выдержки 15 с после режима 2 сохраняется деформационная ориентация зерен, в структуре стали наблюдается развитие процессов рекристаллизации. Количество рекристаллизованного объема, увеличивается до 53%. Среди рекристаллизованных зерен наблюдается разномерность от 5–6 мкм до 30–40 мкм. Увеличение времени выдержки до 60 с приводит к формированию равномерной рекристаллизованной структуры со средним размером зерна 40–50 мкм (рисунок 3.62 б).

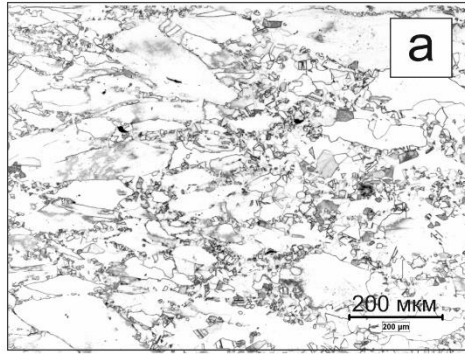
В процессе выдержки в течение 15 с в стали, испытанной по режиму 3, рекристаллизация охватывает почти весь объем, есть деформированные зерна, окруженные рекристаллизованными («ожерельные» структуры), рекристаллизованный объем – 20%. Размер рекристаллизованных зерен разный и изменяется в пределах от мелких 5–10 мкм, средних – 20–30 мкм до более крупных – 50 мкм (рисунок 3.62 в). В результате выдержки 60 с структура стали полностью рекристаллизована (100%). Наблюдается неравномерность распределения по размеру зерна, наряду со скоплениями зерен $d_3 = 5\text{--}20$ мкм, есть крупные зерна с $d_3 = 50\text{--}100$ мкм (рисунок 3.62 г). Дан-

ное состояние может указывать на прохождение процесса собирательной рекристаллизации, на что также указывает и изменение угла наклона кривой релаксации по истечении времени 10 с, которая становится более пологой и свидетельствует о замедлении процесса разупрочнения.

По результатам исследования микроструктуры стали после деформации по режиму 4 (рисунок 3.62 д) можно предположить, что в процессе деформирования начался процесс ДР по границам крупных деформированных зерен, который затем развился в МДР после снятия нагрузки при выдержке. Также в течение 15 с начался процесс СР ($\tau_{\text{инк}} < 1$ с), предположительно преимущественно по границам более мелких зерен. Об этом свидетельствуют наличие неравномерной структуры со скоплением равноосных рекристаллизованных зерен 5–20 мкм по границам исходных деформированных зерен размером более 200 мкм. При увеличении времени выдержки до 60 с видны равноосные зерна размером до 50 мкм и около 100 мкм (рисунок 3.62 е). Такая разнотернистость свидетельствует о разной интенсивности прохождения процессов рекристаллизации в стали, крупные зерна в результате МДР, а мелкие - СР. Также наблюдаются крупные вытянутые зерна порядка 200 мкм, без видимых внутренних структур деформационного характера, что может указывать на процессы возврата и полигонизации.

В результате выдержки 15 с после 4-кратного нагружения объем рекристаллизованной структуры увеличивается до 60%. Наблюдаются участки исходного деформированного зерна размером 150–200 мкм (рисунок 3.62 ж), а также равноосные рекристаллизованные зерна размером 20 – 40 мкм. При увеличении выдержки степень рекристаллизации увеличивается до 95 %, видны редкие участки исходной структуры, размер некоторых рекристаллизованных зерен увеличивается до 50–70 мкм (рисунок 3.62 з), что может быть связано с началом собирательной рекристаллизации.

выдержка 15 с



выдержка 60 с

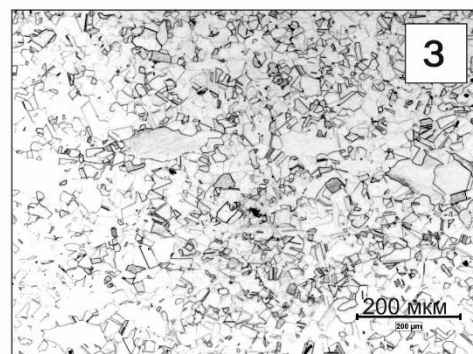
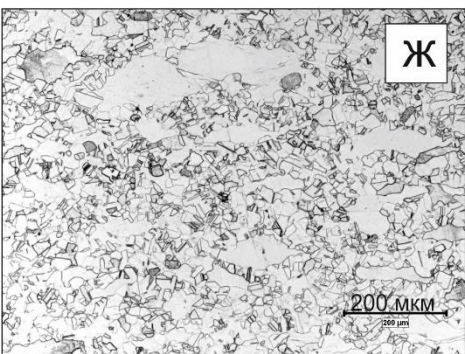
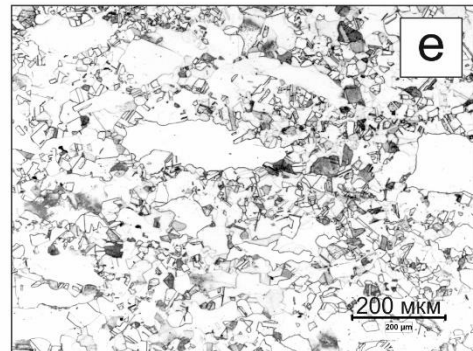
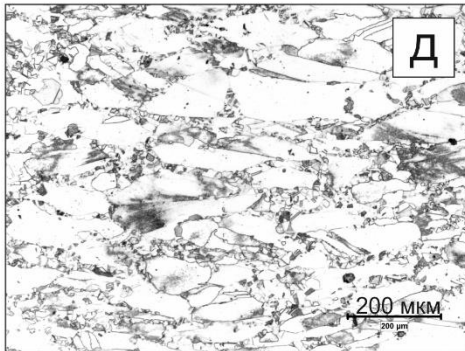
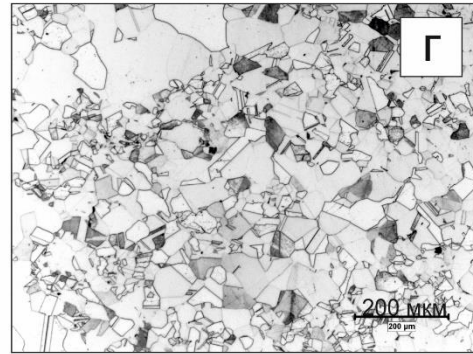
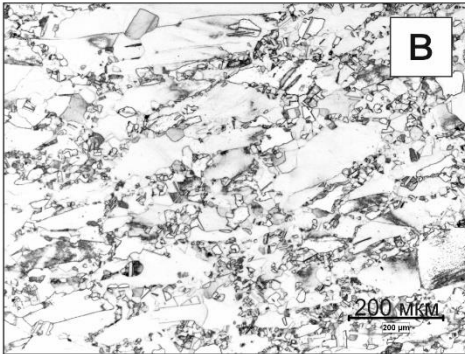
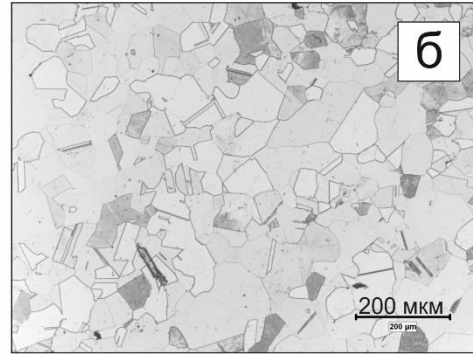


Рисунок 3.62 – Микроструктура стали после изотермической выдержки:

а, б) - режим 2; в, г) - режим 3; д, е) – режим 4; ж, з) – режим 5.

По результатам анализа полученных данных и микроструктуры стали всех реализованных режимов было установлено, что по истечении изотермической выдержки 60 с наиболее равномерная структура после режимов 2, 3 и 5 по сравнению с режи-

мом 4. Данные режимы можно рекомендовать на начальных проходах ВТМО для получения равномерной мелкозернистой структуры.

Исходя из проведенных исследований, в качестве обобщения была построена схема, определяющая процессы структурообразования при скорости деформации 1 с^{-1} (рисунок 3.63).

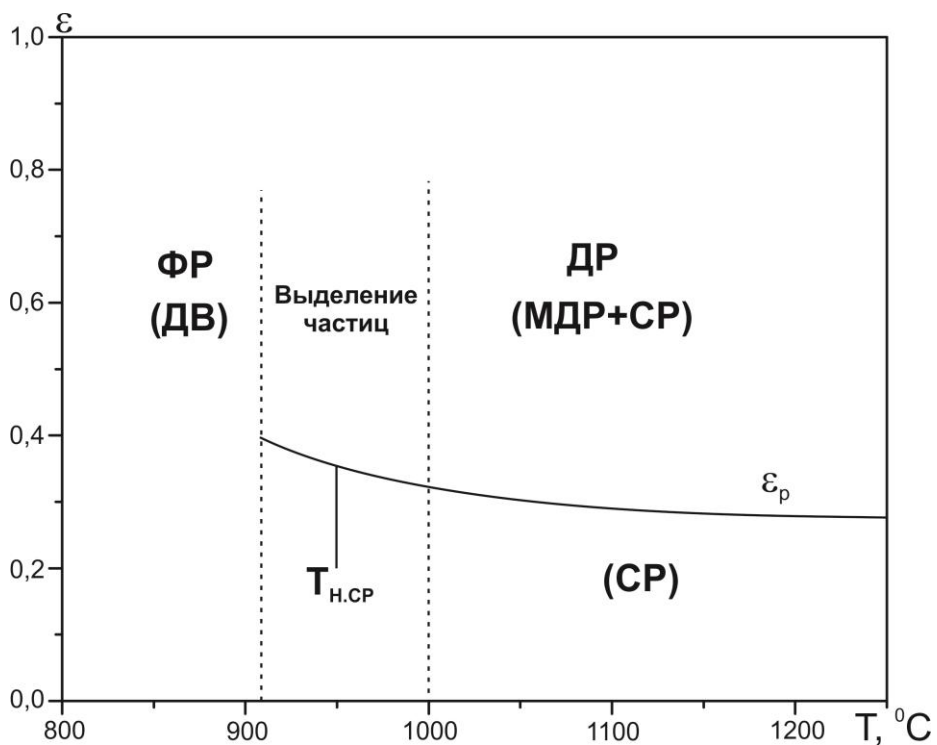


Рисунок 3.63 – Обобщенная схема динамических и постдинамических процессов структурообразования азотсодержащей стали при скорости деформации 1 с^{-1} .

ВЫВОДЫ по главе 3:

1. По результатам термодинамического расчета рассматриваемых составов плавок азотсодержащей стали установлено, что все составы кристаллизуются через δ -феррит, при этом в составе 1 (аустенитном) δ -феррит существует только в интервале температур, соответствующих ликвидусу и солидусу, тогда как в составе 2 сохраняется и ниже температуры солидус.

2. Установлено, что по составу стали можно прогнозировать поведение δ -феррита при кристаллизации, затвердевании и охлаждении стали в твердом состоянии, что позволит управлять его содержанием при последующих технологических переделах (горячей пластической обработке, сварке), а также для наиболее полного растворения δ -феррита в готовом металле после аустенитизации.

3. В результате исследования в пределах НТД все возможные составы аустенитной азотсодержащей стали марки 04X20N6Г11M2АФБ кристаллизуются через δ -феррит по механизму: $Ж \rightarrow Ж+\delta-Ф \rightarrow Ж+\delta-Ф+A \rightarrow \delta-Ф+A \rightarrow A$. При увеличении скорости охлаждения из расплава весь δ -феррит не успевает превратиться в аустенит, поэтому можно наблюдать в осях дендритов некоторое количество феррита. В зависимости от соотношения $Cr_{эқв}/Ni_{эқв}$ изменяется морфология δ -феррита. При увеличении $Cr_{эқв}/Ni_{эқв}$ δ -феррит от скелетного типа изменяется на пластинчатый.

В прикорковой зоне слитка достаточно высокая скорость охлаждения, вследствие чего возможно формирование аустенита с некоторой долей непревращенного первичного δ -феррита. Также учитывая, что при гомогенизационном отжиге слитка, который обычно проводится при температуре 1250 °С, возможно выгорание химических элементов с поверхности, таких как марганец, азот, что будет приводить к увеличению количества δ -феррита из-за обеднения аустенитообразующими элементами. При дальнейшей операцииковки данное обстоятельство будет приводить к образованию поверхностных трещин.

4. Исследование микроструктуры аустенитной азотсодержащей стали в литом состоянии позволило выявить наличие частиц различного размера и морфологии:
– крупные частицы вытянутой и кубической формы первичных высокотемпературных нитридов ниобия размером от 100 до 350 нм, располагающихся по

границам и в теле зерен. Такие частицы труднорастворимы при последующей термической обработке и могут дополнительно охрупчивать сталь;

- мелкодисперсные частицы нитридов/карбонитридов на основе ванадия размером от 2 до 10 нм, которые равномерно распределены по всему объему зерна.

5. Из диаграмм деформации следует, что сталь состава 2 (с δ -ферритом) упрочняется на 7–8 % меньше, чем сталь состава 1. Пороговые значения степени деформации, соответствующие максимуму («пику») напряжения течения, для состава 2 достигаются при меньших значениях, чем для состава 1;

6. В результате исследования диаграмм деформации стали определено, что с повышением температуры и снижением скорости деформации напряжения «пика» (σ_p) монотонно снижаются для стали обоих составов. При снижении температуры деформирования также снижается пороговая степень деформации (ϵ_p), однако, следует отметить, что при увеличении скорости деформации данная зависимость становится менее выраженной. Так ϵ_p при скорости деформации $0,1 \text{ с}^{-1}$ в интервале температур $900 - 1200 \text{ }^\circ\text{C}$ снижается с 0,46 до 0,19 для стали состава 1 и с 0,26 до 0,18 для стали состава 2. При скорости деформации 10 с^{-1} ϵ_p практически не изменяется и остается на среднем уровне 0,39 для стали состава 1 и 0,37 для стали состава 2.

7. В результате выполненных работ определены основные параметры рекристаллизации для стали марки 04X20H6Г11M2АФБ при $\epsilon < 30\%$:

- температурный порог СР $T_{п.р.} = 950 - 1000 \text{ }^\circ\text{C}$;
- инкубационный период начала СР $\tau_0 = 0,9 - 1 \text{ с}$;
- время завершения процесса СР $\tau_p \approx 1000 \text{ с}$.

Для всех исследованных степеней деформации с увеличением температуры испытаний количество рекристаллизованного объема увеличивается, также сокращается длительность инкубационного периода. Наблюдается увеличение количества выделений по границам зерна при увеличении степени деформации, что приводит к дополнительному замедлению процессов рекристаллизации.

8. Сравнивая поведение кривых релаксации с результатами исследования микроструктуры, можно сказать, что деформация стимулирует процесс выделения вторичных фаз как по границам, так и в теле зерен, что проявляется наличием площадок неизменяющихся значений в промежуток времени напряжения течения. Следует отметить, что при более низких значениях деформации разупрочнение проходит ин-

тенсивнее. Это можно объяснить тем, что выделяющиеся частицы при увеличении степени деформации закрепляют границы зерен и субзерен, что приводит к замедлению развития процессов релаксации МДР и СР.

9. Проведенное физическое моделирование горячей деформации аустенитной азотсодержащей стали при температуре 1080°C со скоростью деформации 1 с^{-1} позволило сделать следующие выводы:

- при однократном деформировании с относительной степенью деформации 40% реализуется процесс ДР в объеме 40%, при последующей выдержке в течение 15 с проходят процессы МДР в сочетании со СР, позволяющие получать равномерную рекристаллизованную структуру с размером зерна 25–40 мкм;

- анализ кривых релаксации напряжений показал, что в течение изотермической выдержки после окончания деформации во всех случаях процесс рекристаллизации начинается практически без инкубационного периода, т.е. резкое падение кривой релаксации начинается после выдержки порядка 0,01 с, указывая на развитие процесса МДР. На кривой релаксации наблюдается небольшой перегиб после выдержки примерно 1 с, который возможно показывает на начало процесса СР;

- в зависимости от схемы деформирования ДР проходит с различной степенью, что приводит к разной интенсивности прохождения процессов МДР и СР при последующей выдержке. В течение изотермической выдержки в течение 60 с рекристаллизация проходит практически в полном объеме (90–100%) после всех реализованных режимов деформации.

ГЛАВА 4. ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ВЫСОКОПРОЧНОЙ АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 04X20H6Г11M2АФБ ПРИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ И ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ

Как показано в параграфе 3.3 при разработке технологических режимов горячей деформации, в частности, горячей прокатки недостаточно ограничивать только температурный интервал и суммарную степень деформации. Необходимо задавать попроходную степень деформации таким образом, чтобы в процессе деформации, а также в течение междеформационных выдержек успевали завершаться такие процессы структурообразования, как ДР, МДР и СР. Также необходимо учитывать, что в промышленных условиях горячая прокатка представляет собой многопроходную деформацию, в процессе которой происходит изменение температурного режима прокатки от прохода к проходу.

Таким образом, *следующим шагом* при разработке режима горячей прокатки было имитационное моделирование на универсальном пластометре Gleeble 3800 с *целью* последующего перехода к реализации экспериментальных режимов на автоматизированном опытном прокатном комплексе стан «Кварто 800» (НПЭК НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей»).

Также, исходя из предыдущего опыта производства азотсодержащих сталей, существует ряд технологических трудностей при изготовлении листового проката из азотсодержащей стали марки 04X20H6Г11M2АФБ для обеспечения требуемого уровня механических свойств.

В результате горячей деформации в листовом прокате толщиной менее 10 мм достаточно сложно получить требуемый комплекс свойств в силу влияния следующих факторов:

- охлаждение листа с высокой скоростью в процессе горячей прокатки, что не позволяет полностью осуществляться процессам рекристаллизации, формирующим мелкозернистую структуру, а также приводит к сильному упрочнению;

– наклеп и переохлаждение листа стали до температурного интервала выделения вторичных фаз, приводит к дополнительному охрупчиванию, а также понижает коррозионную стойкость стали.

С целью получения требуемого уровня механических свойств, а также в целях оптимизации структуры, в частности, растворения частиц вторичных фаз, таких как Cr_{23}C_6 , Cr_2N , σ -фазы, необходимо проведение термической обработки.

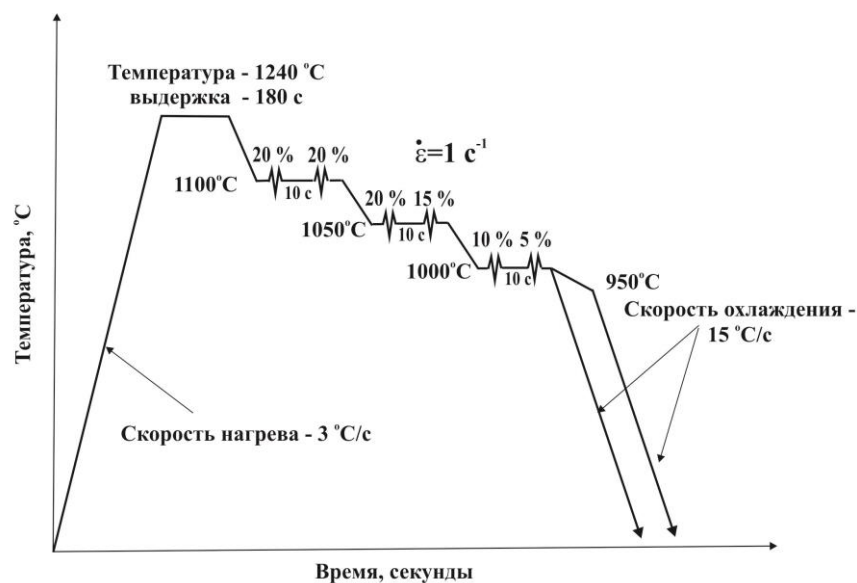
Таким образом, *целью, поставленной в главе 4*, является изучение процессов структурообразования при ВТМО и термической обработке азотсодержащей аустенитной стали.

Для достижения цели были поставлены *следующие задачи*:

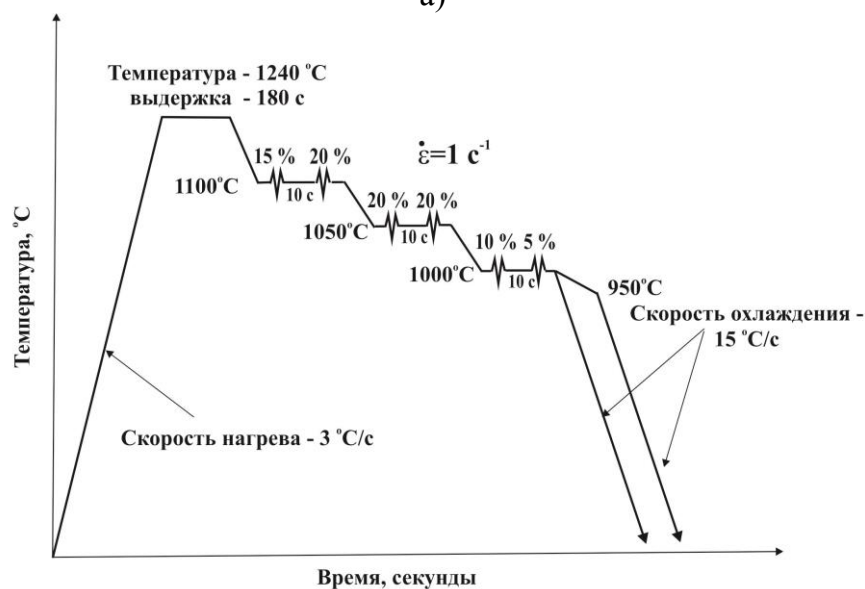
- разработать режим горячей прокатки и провести имитационное моделирование на универсальном пластометре Gleeble 3800;
- адаптировать разработанный режим на автоматизированном опытном прокатном комплексе стан «Кварто 800»;
- определить условия растворения частиц вторичных фаз;
- определить условия осуществления статической рекристаллизации при термической обработке в зависимости от степени предварительной деформации и равномерности распределения по размеру зерен;
- исследовать изменение морфологии, распределения и влияния на свойства δ -феррита в аустенитной матрице при термической обработке.

4.1 Имитационное моделирование режимов ВТМО на Gleeble 3800

Основываясь на результатах проведенного анализа режимов прокатки промышленных листов, проведено моделирование режимов ВТМО с учетом всех особенностей формирования структуры стали, исследованных в главе 3. Схемы проведения эксперимента приведены на рисунке 4.1



а)



б)

Рисунок 4.1 - Схемы проведения эксперимента: а) режим 1; б) режим 2

В температурном интервале 1100–1050 °C были заданы степени обжатия за проход 15–20% с целью достижения условий реализации процессов ДР при деформации и МДР в течение междеформационных пауз. Последний этап при 1000 °C предполагает деформирование со степенями 10–5% для получения высоких механических свойств при сохранении пластичности и вязкости. По окончании всех этапов деформирования фиксировали получаемую структуру.

Также в предложенной схеме учтено подстуживание со скоростью 5 °C/с до 950 °C, имитирующего проход листа после прокатки до УКО. В данном случае структуру также фиксировали.

По результатам проведенного моделирования построены диаграммы деформации, а также кривые релаксации напряжений в межпроходных паузах (рисунки 4.2, 4.3).

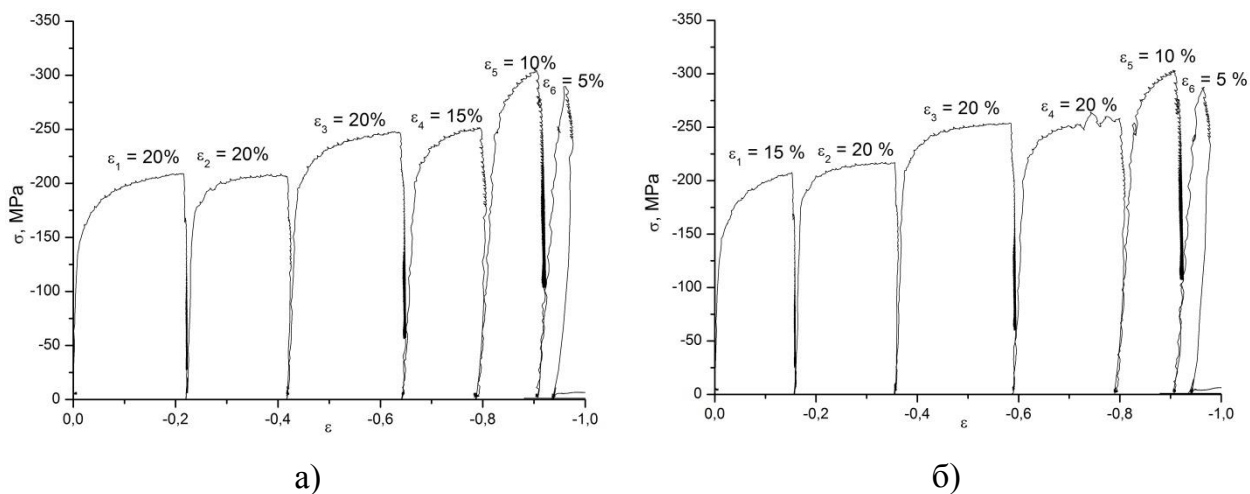


Рисунок 4.2 - Диаграммы деформации по режимам 1, 2.

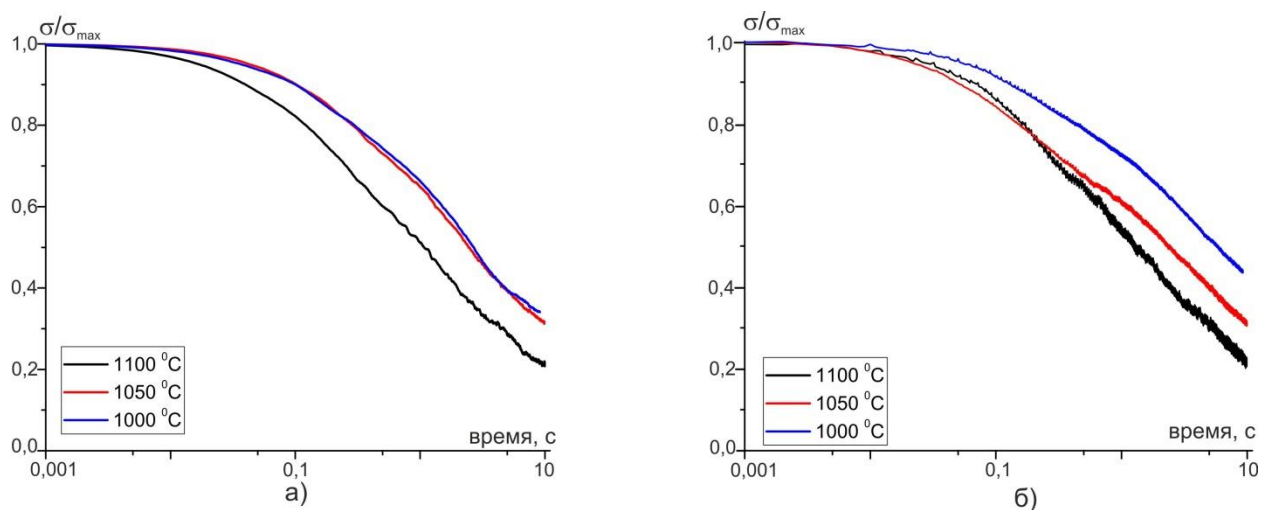


Рисунок 4.3 - Кривые релаксации стали в междеформационных паузах:

а) режим 1; б) режим 2.

На рисунке 4.4 представлены изображения микроструктуры стали, зафиксированной сразу же после снятия нагрузки после всех деформационных циклов.

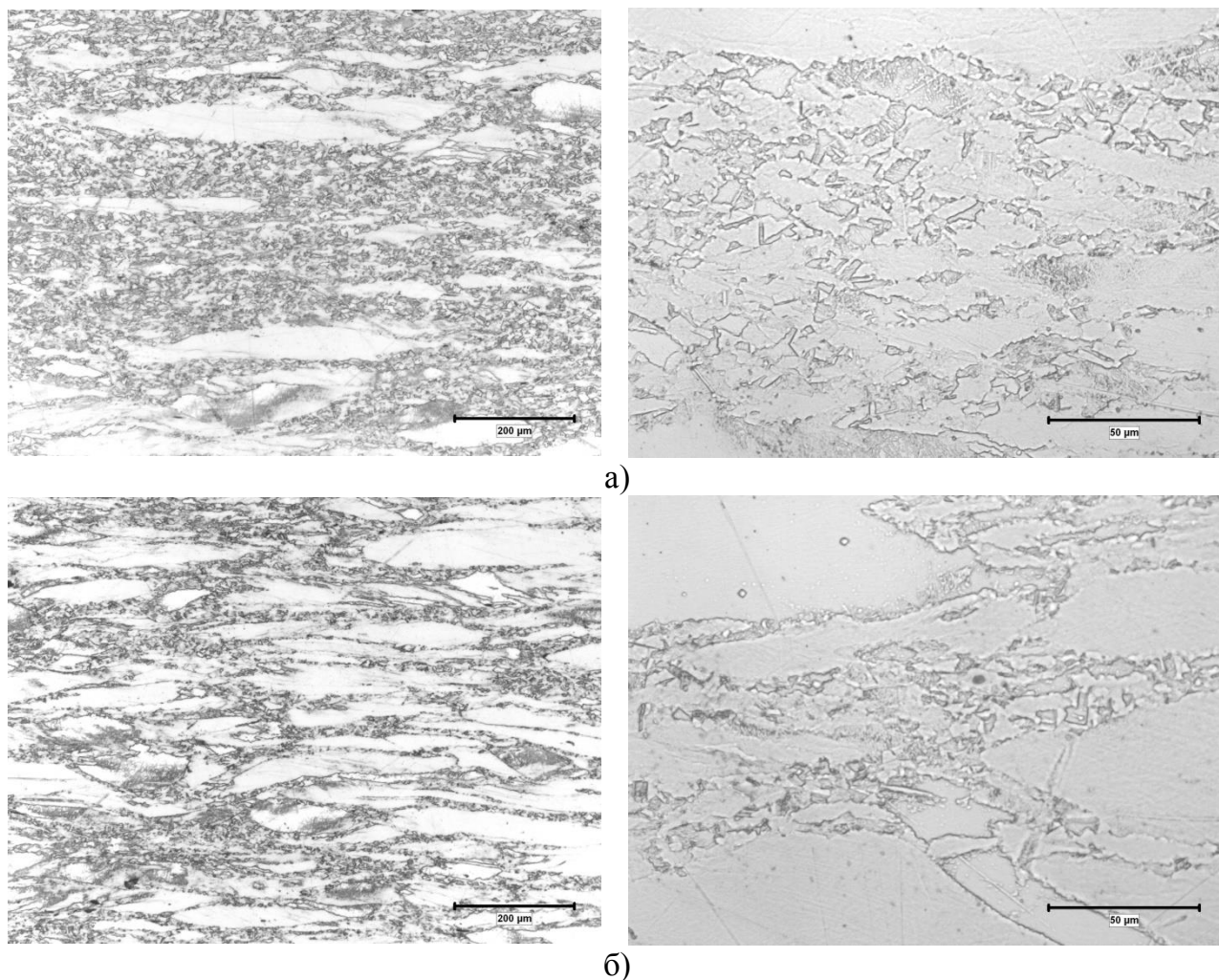


Рисунок 4.4 - Микроструктура стали после реализации режимов 1 (а), 2 (б)

В результате реализации горячей деформации по режиму 1 получена «ожерельная» структура (рисунок 4.4 а). Наблюдаются исходные зерна, вытянутые и ориентированные перпендикулярно прилагаемой нагрузке, размером от 100 до 300 мкм. Границы зерен «зубчатые» и окружены скоплениями мелких деформированных зерен размером 5–15 мкм. Соотношение крупных и мелких зерен 25 и 75%, соответственно.

После деформации по режиму 2 структура аналогична режиму 1, однако, соотношение крупных и мелких зерен 60 и 40%, соответственно.

Измерения твердости образцов позволяют косвенно, поскольку нет однозначной корреляции между твердостью и пределом прочности аустенитных сталей, оценить уровень упрочнения стали в результате горячей деформации (таблица 4.1). В результате деформации по режиму 1 получены значения твердости 261 HV₅, при этом после режима 2 твердость ниже 257 HV₅, что можно связать в случае

режима 1 с формированием более мелкозернистой структуры и с наиболее равномерным наклепом.

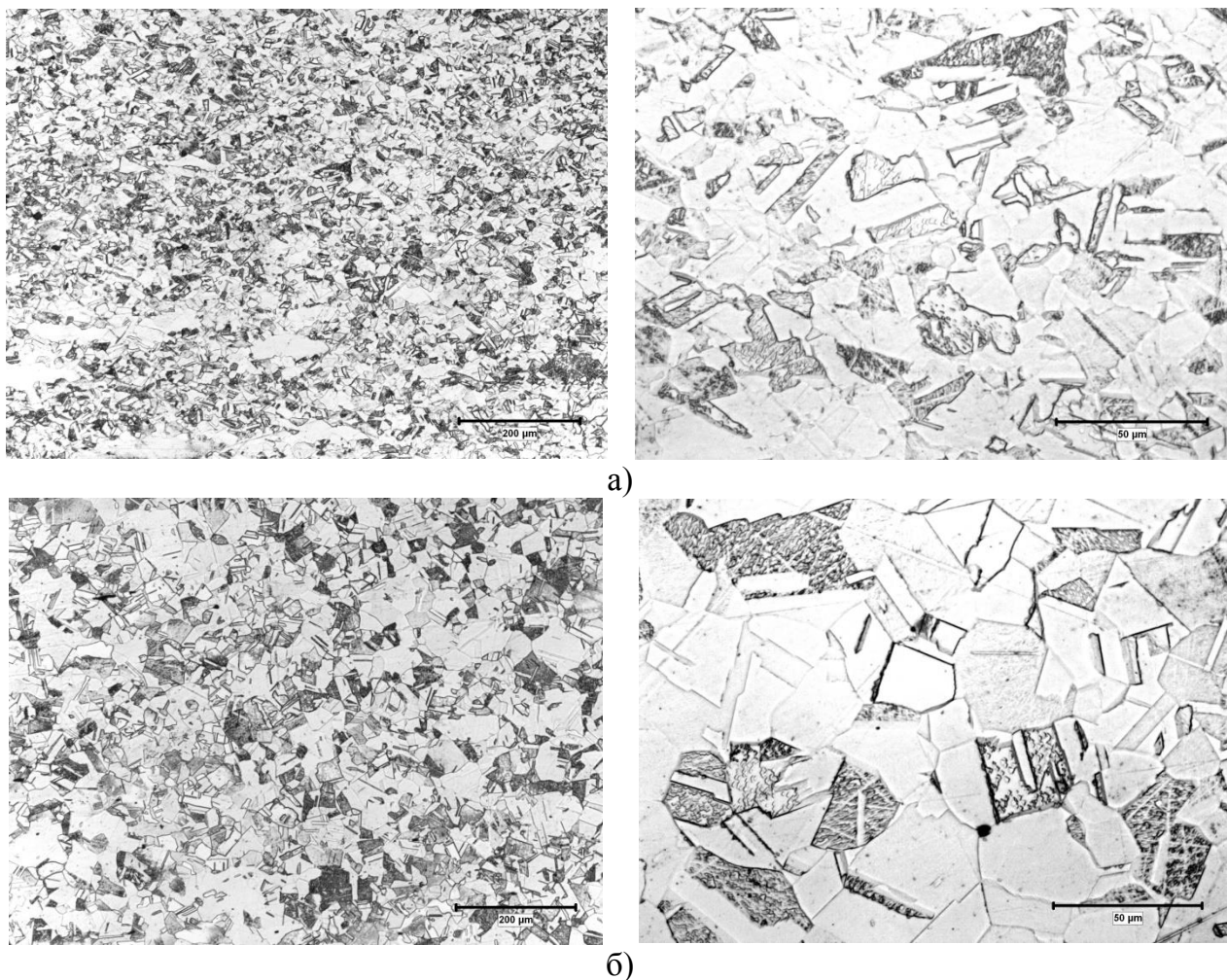


Рисунок 4.5 - Микроструктура стали после реализации подстуживания до 950°C после окончания деформации по режимам 1 (а), 2 (б)

Таблица 4.1 – Результаты имитационного моделирования

Режим горячей деформации	Подстуживание до 950°C	Твердость, HV ₅	Доля разупрочнения, X
Режим 1	нет	261	0,08
	есть	239	
Режим 2	нет	257	0,11
	есть	229	

Дальнейшее подстуживание до температуры 950°C привело к формированию равномерной рекристаллизованной структуры (95–100% рекристаллизации). При

этом значения твердости показывают (таблица 4.1), что после обработки по режиму 1 разупрочнение стали происходит в меньшей степени. Структура стали после реализации режима 1 более мелкозернистая с размером зерен 15–25 мкм. Структура стали после режима 2 состоит из более крупных зерен со средним размером 40 мкм полиэдрической формы с двойниками отжига. Следует отметить, что границы зерен остаются чистыми от частиц вторичных фаз. Исходя из ранее проведенного анализа, следует, что при температуре ниже 950°C происходит интенсивное выделению частиц вторичных фаз по границам зерен.

На основании результатов имитационного моделирования на пластометре Gleeble 3800 разработаны и опробованы режимы горячей прокатки для автоматизированной установки стан «Кварто 800».

4.2 Имитация горячей прокатки на автоматизированном опытном прокатном комплексе стан «Кварто 800»

На основании полученных знаний о закономерностях формирования структуры в ходе горячей деформации разработаны и опробованы режимы ВТМО на опытном стане «Кварто 800». На рисунке 4.6 и в таблице 4.2 приведены термомодеформационные условия прокатки и полученные механические свойства стали. Режимы горячей прокатки назначали с учетом необходимости накопления необходимой суммарной степени деформации (~40 %) для осуществления процессов рекристаллизации на начальных этапах многопроходной прокатки. При этом толщина исходной заготовки выбрана такой же, что и при ранее выполненных опытных работах на АО «ВМК «Красный Октябрь».

В результате реализации горячей прокатки по режиму 1 сформировалась структура, состоящая из крупных деформированных зерен размером более 600 мкм в направлении прокатки, с частицами выделений вторичных фаз на границах, двойниках отжига и полосах деформации (рисунок 4.7). В данном случае процессы рекристаллизации не реализуются.

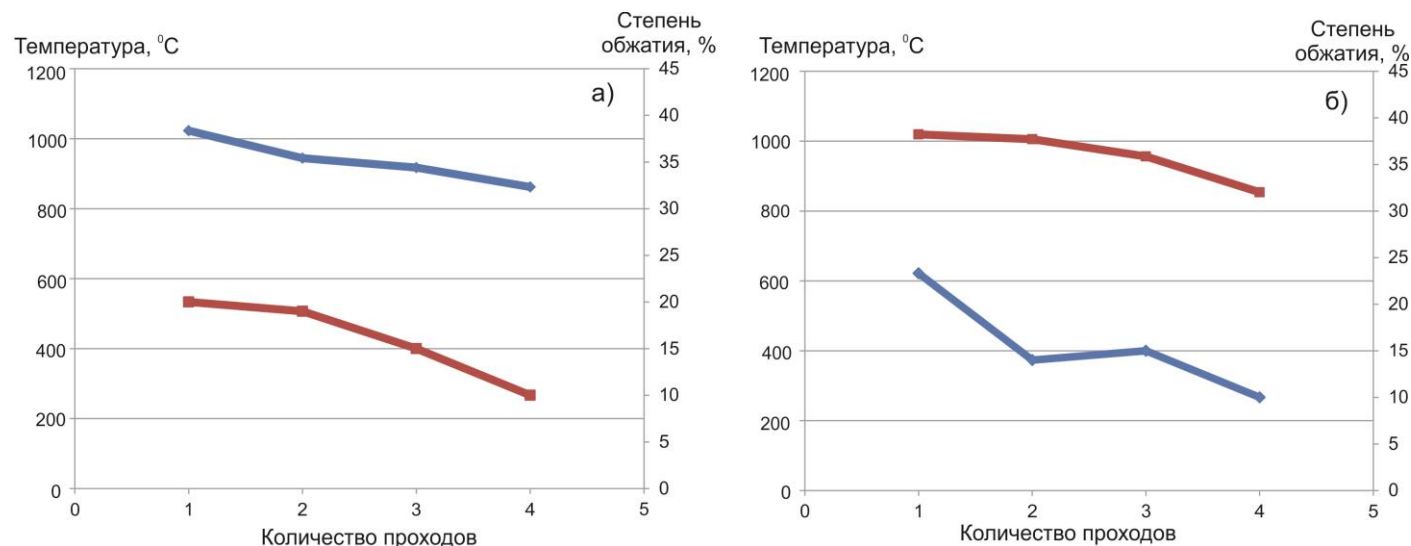


Рисунок 4.6 – Имитационные режимы горячей деформации: а) режим 1; б) режим 2

Таблица 4.2 – Режимы горячей прокатки на стане «Кварто 800» и механические свойства листового проката

№ п/п	Исходная толщина подката, мм	Толщина проката, мм	Суммарная степень деформации, %	Температурный интервал горячей деформации, °С		Механические свойства						Место вырезки образца
				Т н.п.	Т к.п.	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_5 , %	$\delta_{равн}$, %	ψ , %	KCV^{+20} , Дж/см ²	
1	20	10	50	1020	854	1110-1126	963-997	27-28	14-16	56-60	161-163	поперек
						1115	972	26,5	15	58	162	вдоль
2	30	15	50	1023	870	984-1001	794-825	36-37	20-22	59-62	121-124	поперек
						990	806	36,5	21	61	122	вдоль
						942-954	773-774	35-38	20-21	59-61	172-174	вдоль
						949	773,5	36	20,5	60	173	

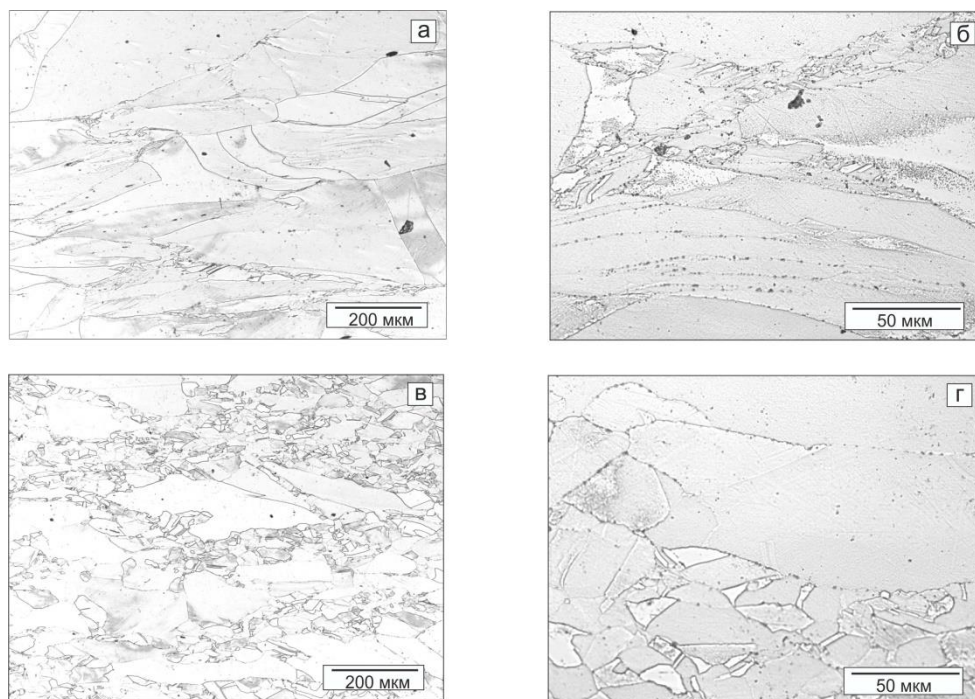


Рисунок 4.7 – Микроструктура листового проката (стан «Кварто 800»):
а, б) прокат № 1; в, г) прокат № 2

Это обусловлено тем, что помимо достижения необходимой пороговой степени деформации, необходимо выдерживать температурные условия, соответствующие $\sim 1100\text{--}1050^\circ\text{C}$. В рассматриваемом случае наблюдается непрерывное снижение в области температур менее 1000°C , при которых процессы рекристаллизации не реализуются. Анализ механических свойств показал высокие прочностные (таблица 4.2) и вязкие свойства. Наблюдается анизотропия свойств по ударной вязкости с коэффициентом 0,68.

В результате горячей прокатки по режиму 2 сформировалась смешанная структура (рисунок 4.7), состоящая из крупных деформированных зерен (размером в направлении прокатки ~ 600 мкм), ориентированных в направлении прокатки, со скоплением более мелких рекристаллизованных зерен размером 10–50 мкм по границам. На границах и теле зерна, а также на границах двойников и линий скольжения наблюдаются выделения вторичных фаз.

Совместный анализ полученных механических свойств и микроструктуры листового проката показал, что в результате имитации режимов горячей прокатки на лабораторном стане получены аналогичные структуры, что и в промышленных образцах листового проката (Глава 3, рисунки 3.18, 3.19).

Формирование такой структуры может быть связано с тем, что исходная толщина заготовки недостаточна, и вследствие высокой скорости теплоотвода не позволяет обеспечить необходимые температуру и скорость охлаждения в междеформационных паузах, чтобы успели реализоваться процессы ДР и МДР. Также, возможно, недостаточно суммарной степени деформации в 50% для осуществления процессов рекристаллизации. Поэтому было предложено увеличить толщину исходного подката, чтобы обеспечить суммарную степень деформации 67–75% (3-4-кратное обжатие) и более однородное распределение температуры по сечению заготовки в процессе ВТМО.

На основании проведенного физического моделирования на установке Gleeble 3800 (параграф 4.1) и установленных закономерностей формирования структуры азотсодержащей стали в процессе прокатки (глава 3) предложены режимы горячей деформации по общей схеме представленной на рисунке 4.8, в которой учтен тот факт, что на начальных этапах прокатки необходимо набрать ~40% деформации для реализации основных процессов структурообразования – динамической и метадинамической рекристаллизации. Следует отметить, что измерение температуры горячей прокатки на каждом этапе осуществлялось с помощью пирометров по поверхности листа, которая обычно несколько ниже температуры внутри.

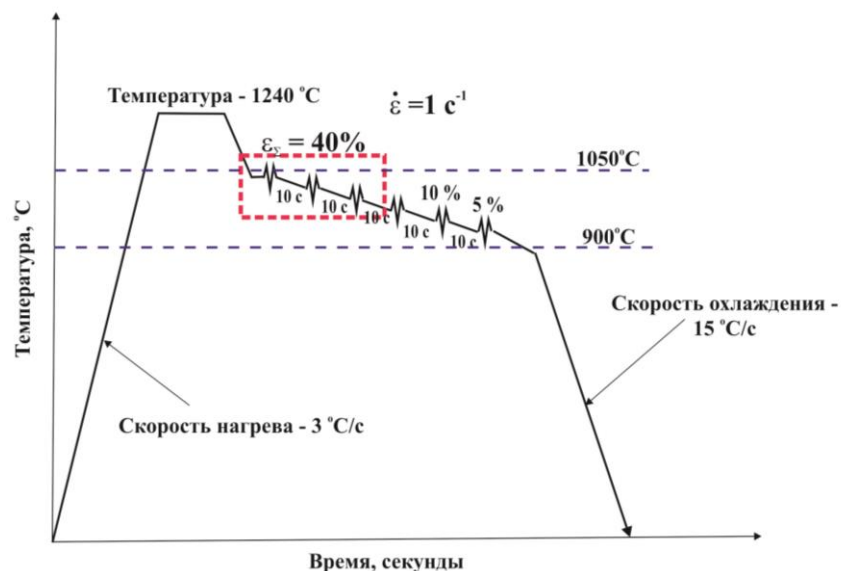


Рисунок 4.8 – Схема горячей прокатки азотсодержащей стали для автоматизированной установки стан «Кварто 800».

Механические свойства листового проката и режимы горячей прокатки приведены в таблице 4.3 и на рисунке 4.9. На рисунках 4.10 – 4.15 представлена структура листового проката.

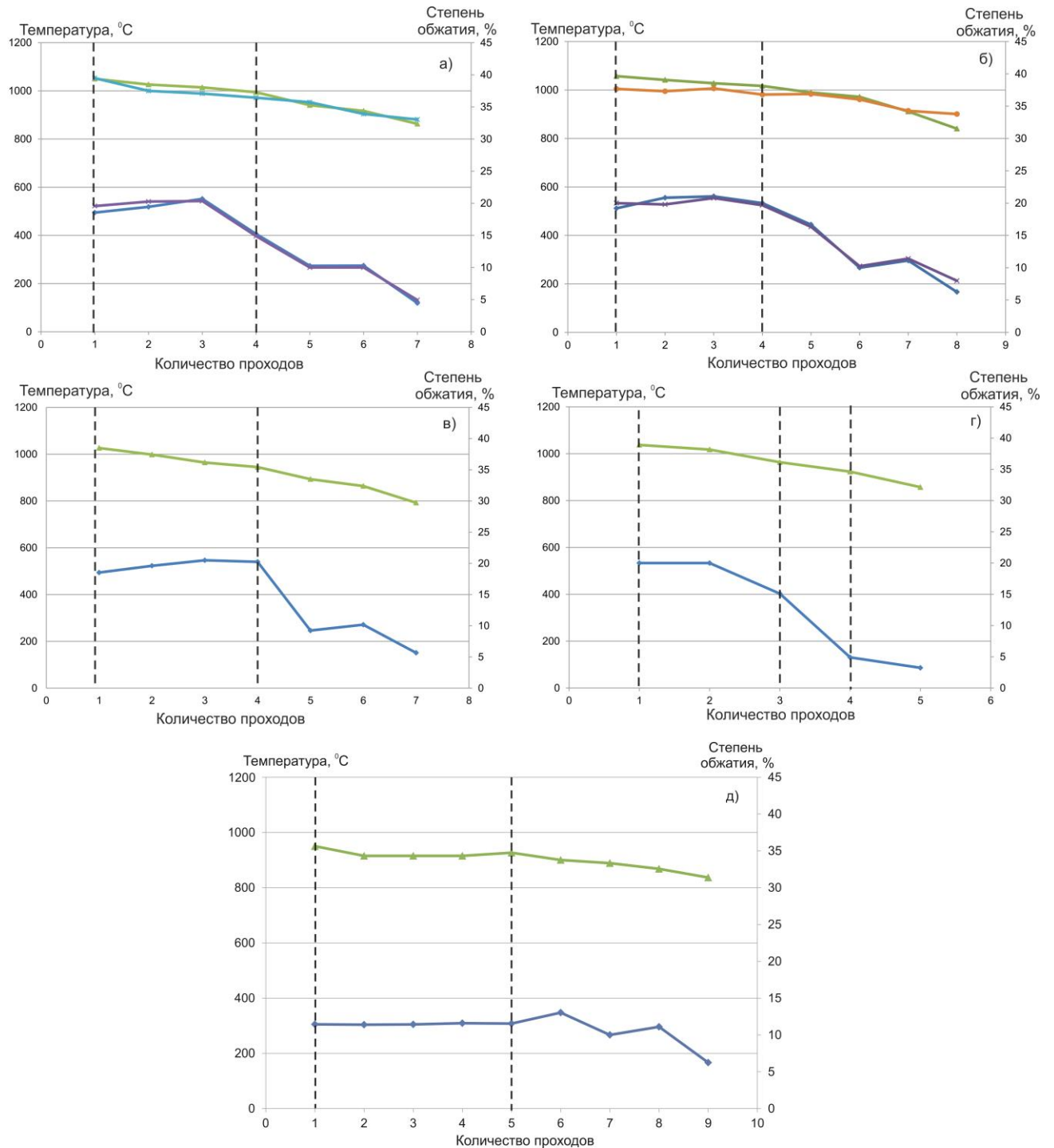


Рисунок 4.9 – Попроходная схема деформации листового проката: а) 15-1,2; б) 15-3,4; в) 10-1; г) 15-6 (между 3 и 4 проходами - пауза в течение 30 с); д) 15-5.

Как было отмечено ранее, условием получения равномерной мелкозернистой структуры является достижение необходимой степени деформации ~40% для реализации процессов ДР и МДР. С целью подтверждения данного факта была осуществлена горячая деформация заготовки в температурном интервале 1050–960°C за 4 прохода, обеспечивающих необходимую суммарную степень деформации 55 % для реализации ДР (прокат 15-7). В результате была сформирована равномерная по сечению структура со средним размером зерна 30–40 мкм (рисунок 4.10). Зерна полиэдрической формы с двойниками отжига (рисунок 4.10 а, б) со слабым искажением кристаллической решетки (на карте КАМ – рисунок 4.10 в), что свидетельствует о реализации МДР и СР в течение времени при проходе листа после прокатки до УКО. Данное обстоятельство подтверждается получением низких значений прочности (таблица 4.3): предел текучести 556 МПа, предел прочности 903 МПа, и высокой вязкости: ударная вязкость 209 Дж/см².

Листовой прокат №№ 15-1 и 15-2 получен из заготовок толщиной 45 мм в результате горячей деформации с суммарной степенью 67% по режиму, представленному на рисунке 4.9 а. В нем сформировалась структура со средним размером зерен 15–30 мкм, равномерно распределенных по сечению листа и имеющих некоторую ориентированность в направлении прокатки (рисунок 4.11 а, б). В теле зерен наблюдаются выделения вторичных фаз, расположение которых визуальное позволяет оценить как оторочку бывших границ зерен. Карта кривизны кристалла (КАМ – kernel average misorientation) окрашена на 40 % в синий цвет, указывая на снижение искаженности кристаллической решетки. Следует отметить, что наименьшая искаженность решетки в теле зерна, а по границам наблюдается сосредоточение напряжений (зеленый и желтый цвета на КАМ). Данное обстоятельство может указывать на прохождение процессов возврата после последних проходов. Формирование такого рода структуры подтверждает реализацию процессов ДР и МДР, осуществляющихся на первых этапах деформирования. На последних проходах происходит наклеп, которого достаточно только для реализации процессов возврата, что позволяет получать высокий уровень прочностных характеристик (таблица 4.3): предел текучести 820 МПа, предел прочности 1012 МПа, относительное равномерное удлинение 18%, относительное удлинение 36%, ударная вязкость 169 Дж/см².

Таблица 4.3 – Режимы горячей прокатки на стане «Кварто 800» и механические свойства листового проката

№ п/п	Исходная толщина подката, мм	Толщина проката, мм	Суммарная степень деформации, %	Температурный интервал горячей деформации, °С		Механические свойства							Место вырезки образца
				T _{н.п.}	T _{к.п.}	$\sigma_{в}$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_5 , %	δ_p , %	ψ , %	KCV ⁺²⁰ , Дж/см ²	KCV ⁻⁴⁰ , Дж/см ²	
Состав 1													
15-1	45	15	67	1050	860	1028-1032 1030	824-869 847	32-36 34	17-19 18	62-68 64	151-161 156	110-121 115	поперек
						1029-1042 1035	832-852 842	33-36 34	18-19 18,5	66-68 67	164-176 170	126-130 128	вдоль
1053				880	1008-1016 1012	815-826 820	34-37 36	20 20	62-65 64	164-175 169	126-129 127	поперек	
					1040-1045 1042	819-824 822	36-39 38	19-20 19,5	65-67 66	180-182 181	129-134 132	вдоль	
15-3	60	15	75	1057	840	1044-1055 1050	875-879 877	29-34 32	17-18 17,5	57-64 60	136-144 140	103-106 105	поперек
						1086-1092 1089	893-901 896	33-34 33,5	18 18	64 64	150-151 151	100 100	вдоль
990				820	1021-1043 1029	817-844 831	36-38 37	17 17	62-63 62,5	130-142 135	102-105 103	поперек	
					1055-1063 1060	846-866 850	32-33 32,5	16-18 17	62-64 63	146-152 149	99-100 99	вдоль	
10-1	30	10	67	1026	800	1075-1092 1079	929-957 941	29-31 30	15-16 15,5	56-57 56,5	124-150 138	89-104 95	поперек
						1111-1127 1115	953-980 968	28-31 30	15-16 15,5	62-64 63	149-151 150	96-104 100	вдоль
15-5	45	15	67	1000	900	1010-1016 1014	849-861 853	35-41 38	20-21 20,5	55-56 55,5	125-135 131	-	поперек
15-6	30	15	50	1040	870	1006-1012 1008	808-822 813	36-39 38	20-21 20,5	62-64 63	180-182 181	126-128 127	поперек
						1040-1056 1047	819-844 827	35-36 35,5	19-21 20	65-67 66	172-185 180	126-134 129	вдоль

Таблица 4.3 – Режимы горячей прокатки на стане «Кварто 800» и механические свойства листового проката

№ п/п	Исходная толщина подката, мм	Толщина проката, мм	Суммарная степень деформации, %	Температурный интервал горячей деформации, °С		Механические свойства							Место вырезки образца
				T _{н.п.}	T _{к.п.}	$\sigma_{в}$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_5 , %	δ_p , %	ψ , %	KCV ⁺²⁰ , Дж/см ²	KCV ⁻⁴⁰ , Дж/см ²	
Состав 1													
15-7	60	27	55	1050	960	901-906 903	554-558 556	49-53 51	-	71 71	209-210 209,5	-	

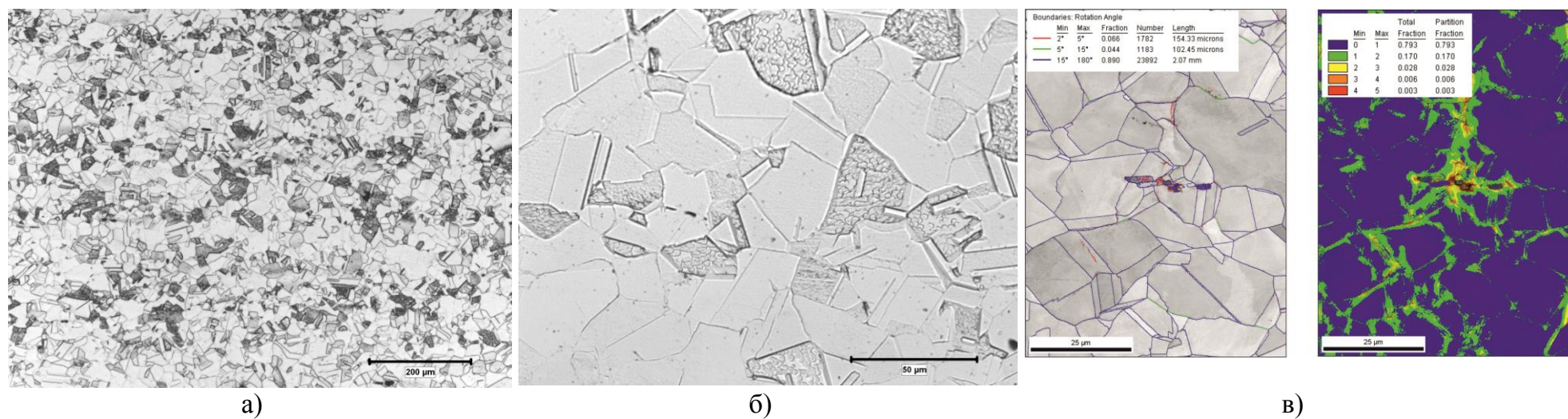


Рисунок 4.10 – Структура листового проката 15-7: а, б) металлографические изображения;

в) карты границ зерен и кривизны кристалла.

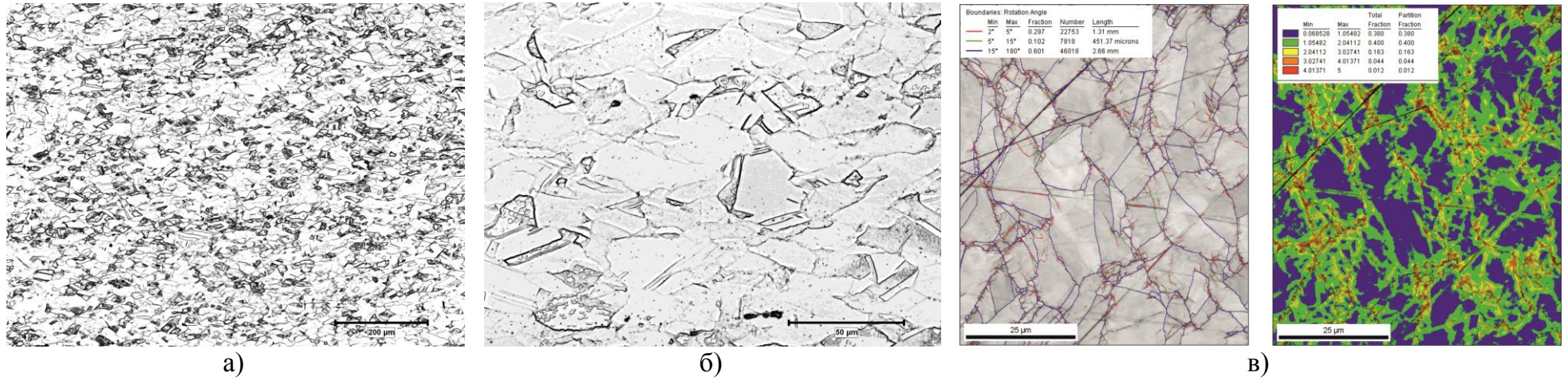


Рисунок 4.11 – Структура листового проката 15-2: а, б) металлографические изображения;

в) карты границ зерен и кривизны кристалла.

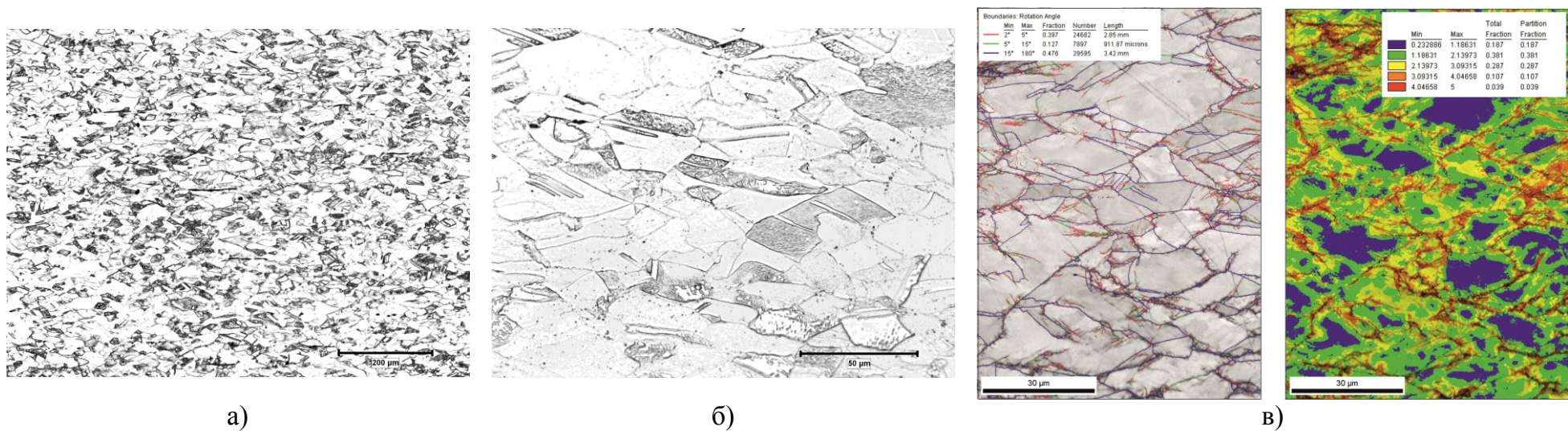
Листы №№ 15-3 и 15-4 получены из заготовок толщиной 60 мм по режиму, представленному на рисунке 4.9 в. В результате в листовом прокате 15-3, 15-4 сформировалась равномерная по сечению структура со средним размером зерен 15–30 мкм (рисунок 4.12 а, б). Результаты EBSD–анализа показывают на большую искаженность решетки – КАМ окрашена на 20% в синий цвет в сравнении с прокатом 15-2 (рисунок 4.12 в), что подтверждается и более высоким уровнем механических свойств (таблица 4.3): предел текучести 890 МПа, предел прочности 1070 МПа, относительное равномерное удлинение 17%, относительное удлинение 32%, ударная вязкость 145 Дж/см². Следует отметить, что для рассмотренных листов в продольном и поперечном направлениях свойства отличаются незначительно.

В результате комплексного анализа структуры, механических свойств и режимов горячей деформации установлено, что при дробной деформации со степенями обжатия 15–20% за проход в течение первых 4-х проходов поддерживается практически постоянная температура (около 1000°С), что позволяет накопить необходимую пороговую степень деформации для реализации процессов ДР и МДР по сечению заготовки. Дальнейшие проходы со степенями деформации 10–5% при монотонно понижающейся температуре способствуют наклепу рекристаллизованных зерен, позволяя получать высокие механические свойства без потери пластичности. Формирование однородной мелкозернистой квазиизотропной структуры способствует снижению анизотропии свойств. Полученные данные подтверждают результаты имитационного моделирования на установке Gleeble 3800.

Горячая прокатка листов толщиной 10 мм была осуществлена по режиму, представленному на рисунке 4.9 а из заготовки с исходной толщиной 30 мм. Структура проката 10-1 (рисунок 4.13) состоит из крупных деформированных зерен, ориентированных в направлении прокатки (размером в направлении деформации до 600 мкм) и окруженных мелкими, также деформированными зернами размером 25–50 мкм. Доля исследованной поверхности шлифа, занятая более мелкими зернами, составляет 60%. По границам и в теле зерен наблюдаются выделения вторичных фаз. Исследования микроструктуры методом EBSD–анализа (рисунок 4.13 в) показали, что доля малоугловых границ до 15° составляет 60%, свидетельствуя о формировании субструктуры при горячей деформации, которая наблюдается

ся не только в исходных нерекристаллизованных зернах, но и в новых. Карты кризисны кристалла почти полностью окрашены в красный цвет, указывая на высокую искаженность кристаллической решетки. Данная структура показывает высокую степень наклепа, сохраненного после окончания горячей деформации, подтверждается результатами испытаний механических свойств (таблица 4.3): предел текучести 966 МПа, предел прочности 1115 МПа, – при этом характеристики пластичности и вязкости материала остаются на достаточно высоком уровне: относительное равномерное удлинение 15%, относительное удлинение 30%, ударная вязкость 138 Дж/см². Исходя из анализа микроструктуры и полученных свойств, можно сделать вывод - основным механизмом, контролирующим структурообразование, в данном случае является ДР. При этом следует учесть, что на первых этапах прокатки температура снизилась на ~ 80°С (с 1026 до 945°С) по поверхности, в то время как на последних проходах снижение составило более 100°С (до 800°С) и позволило наследовать структуру горячего наклепа, т.к. в интервале температур 940–800°С процессы рекристаллизации существенно замедленны.

В прокате № 15-5 (рисунок 4.14) после горячей прокатки по режиму, представленному на рисунке 4.9 д, получена смешанная структура, состоящая из крупных деформированных зерен размером более 200 мкм, окруженных мелкими деформированными зернами со средним размером 20–50 мкм. Формирование такого типа (ожерельной) структуры обусловлена частичной реализацией процессов ДР и МДР не более, чем на 20%. Данный факт объясняется режимом многопроходной прокатки, которая производилась в температурном интервале 1000–900°С по поверхности заготовки со средней степенью ~11 – 16 % за проход при постоянно снижающейся температуре. Не смотря на то, что в результате реализации режима 4x10% при имитационном моделировании на установке Gleeble 3800 получена равномерная рекристаллизованная структура, при прокатке на стане эта схема себя не оправдала. Это связано с тем, что деформация со степенями обжатия в пределах 10-12% за проход недостаточна для поддержания температуры достаточной для полноценной реализации процессов рекристаллизации в стали.



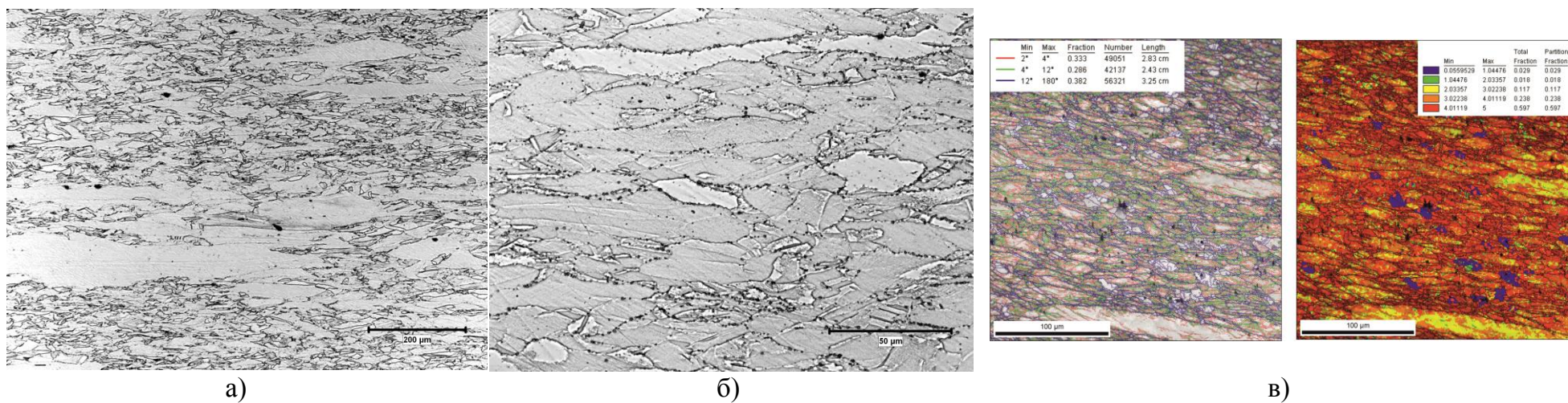
a)

б)

в)

Рисунок 4.12 - Структура листового проката 15-4: а, б) металлографические изображения;

в) карты границ зерен и кривизны кристалла.



a)

б)

в)

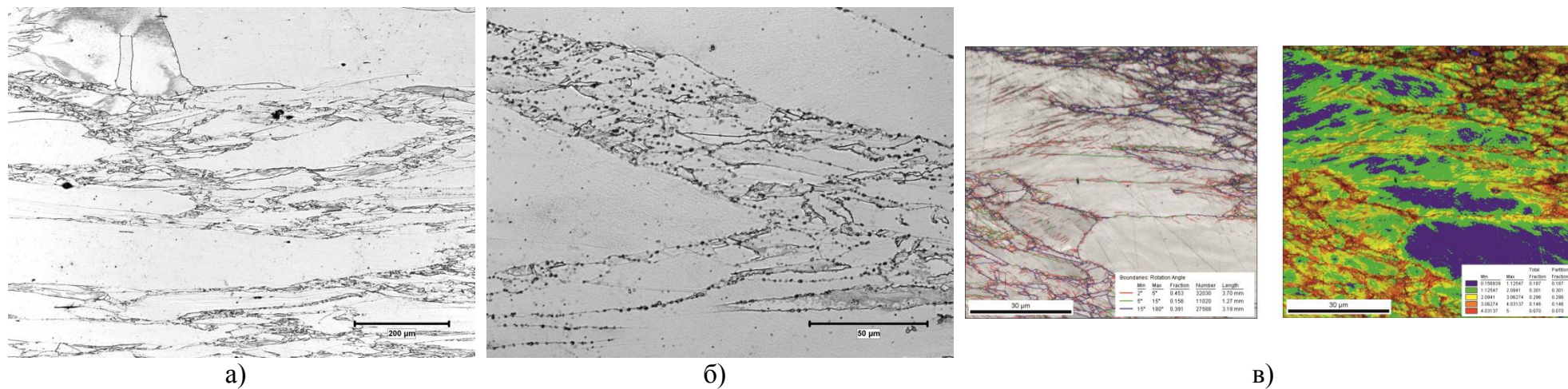
Рисунок 4.13 – Структура листового проката 10-1: а, б) металлографические изображения;

в) карты границ зерен и кривизны кристалла.

Также был рассмотрен вариант корректировки режима, используемого ранее для прокатки азотсодержащей аустенитной стали (глава 3). Микроструктура проката № 15-6 (рисунок 4.15) после ВТМО по режиму, представленному на рисунке 4.9 г, равномерная по сечению листа со средним размером зерен 30-50 мкм. В данном случае листовой прокат был получен из заготовки толщиной 30 мм посредством реализации предложенной принципиальной схемы, но с обязательным постуживанием после достижения пороговой степени деформации для осуществления процессов ДР и МДР с последующим наклепом на последних проходах. Такой режим позволил получить достаточно высокие характеристики прочности с сохранением высокой пластичности. Однако, в случае отсутствия автоматизации процессов прокатки в промышленных условиях, реализация данного режима достаточно проблематична.

Также следует отметить, что при прокатке заготовок, имеющих исходную толщину 45 и 60 мм, на первых проходах температура практически не снижается за счет разогрева металла в процессе деформации. Снижение исходной толщины приводит к увеличению градиента температур по сечению листа в процессе горячей деформации и приводит к неравномерности реализации процессов ДР.

Таким образом, в результате проведения горячей прокатки по предложенной принципиальной схеме получен листовой прокат с равномерной мелкозернистой структурой по сечению. Реализация различной степени наклепа на последних проходах позволит получать прокат с различными конечными механическими свойствами.



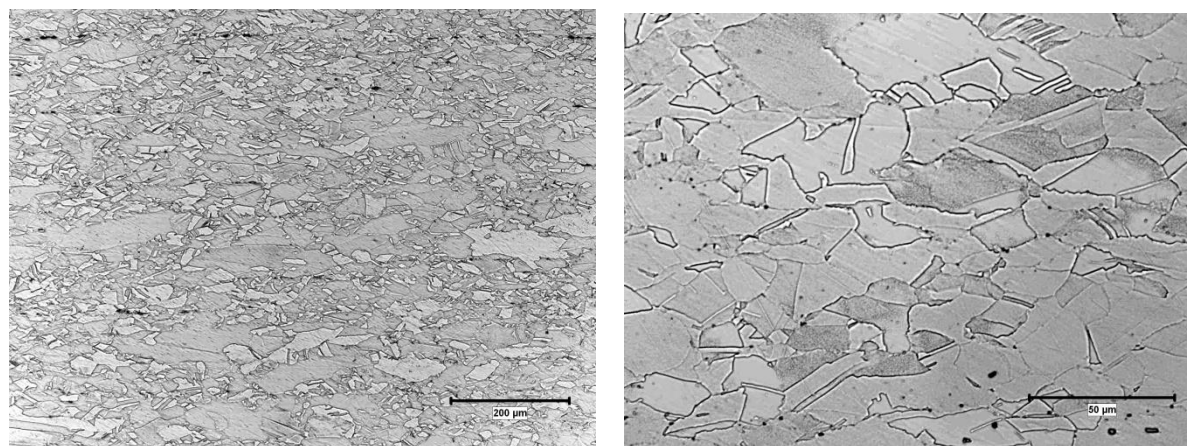
а)

б)

в)

Рисунок 4.14 - Структура листового проката 15-5: а, б) металлографические изображения;

в) карты границ зерен и кривизны кристалла.

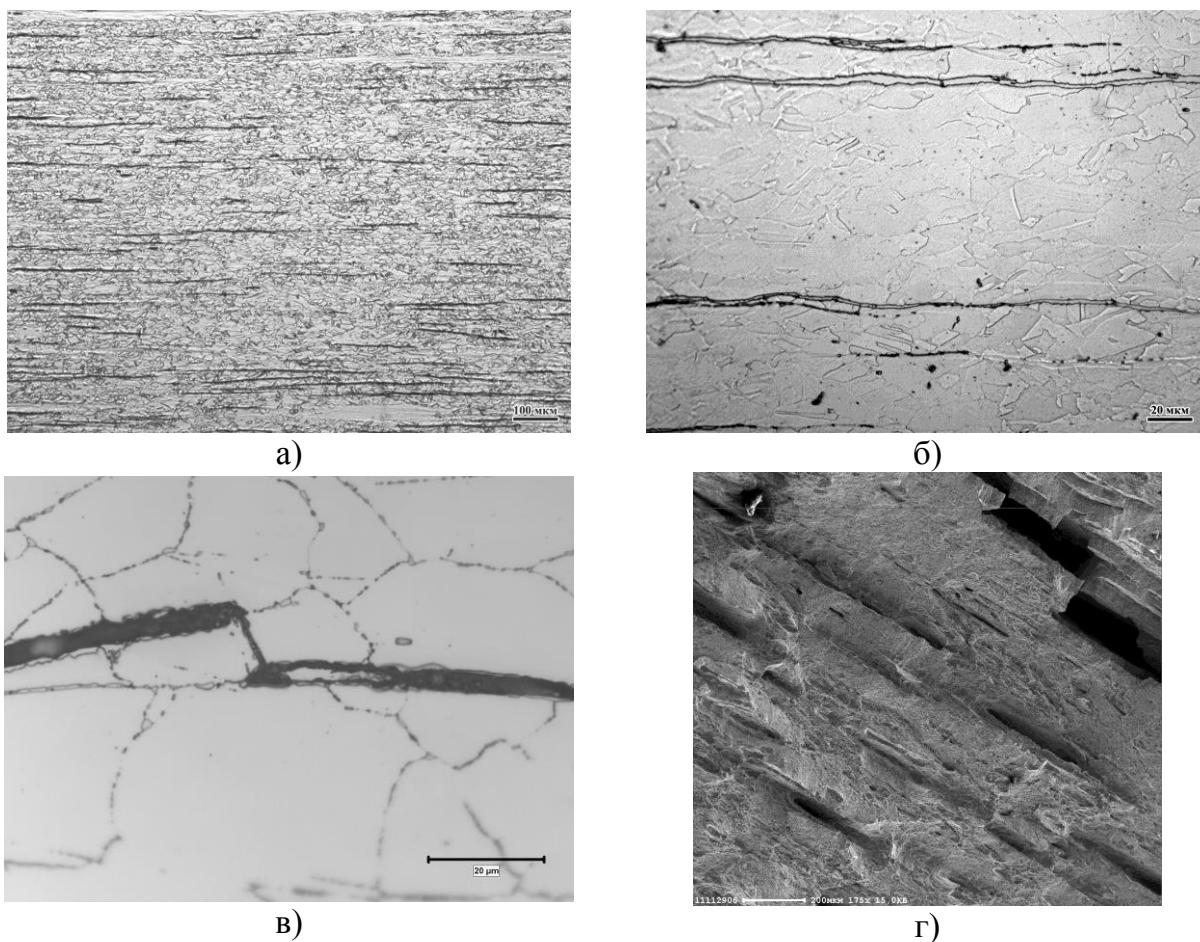


а)

б)

Рисунок 4.15 – Структура листового проката 15-6.

Также были проведены опытные прокатки азотсодержащей стали состава 2 с целью исследования влияния δ -феррита на формирование структуры и механические свойства листового проката. В результате получены листы толщиной 12 мм, механические свойства, которых составили: предел прочности – 1050 МПа, предел текучести – 900 МПа, относительное удлинение – 28%, относительное сужение – 54%, ударная вязкость – 45 Дж/см². Формируется равномерная структура с размером зерен аустенита 30–50 мкм, также наблюдаются полосы δ -феррита, вытянутые в направлении прокатки (рисунок 4.16).



4.16 - Структура листового проката: а, б) общий вид после горячей прокатки; в) трещины, образующиеся в результате проскальзывания по межфазной границе; г) излом образца.

На изломе образца (рисунок 4.16 г) видна выраженная шиферность, образованная в результате разрушения по межфазной границе, разрушение происходит вязко по телу зерен аустенита. Такой характер разрушения может подтверждать низкие значения ударной вязкости и пластичности.

Однако, даже при получении отрицательного результата необходимо дополнительно исследовать составы исследуемой стали, содержащие δ -феррит менее 7%.

4.3 Имитационное моделирование термической обработки

4.3.1 Исследование влияния термической обработки на структуру аустенитной азотсодержащей стали

С целью определения степени растворения вторичных фаз (нитридов, карбидов и карбонитридов) при нагреве до температуры предполагаемой термической обработки, а также количества их выделений при последующем охлаждении проведен эксперимент по режиму, представленному в таблице 4.4, на высокоскоростном dilatометре DIL 805.

Таблица 4.4 – Режим проведения эксперимента

Скорость нагрева, °C/c	Температура испытания, °C	Время выдержки, с	Скорость охлаждения, °C/c
3	1200	900	0,5
	1150		5
	1100		25
	1000		

По полученным данным построены dilatометрические кривые охлаждения образцов (рисунок 4.17). Dilатограммы для всех исследуемых температурных диапазонов и скоростей охлаждения практически идентичны и слабо отражают превращения в стали, а именно температурные интервалы выделения вторичных фаз. По-видимому, слабая чувствительность к процессам выделения вторичных фаз связана с незначительной объемной долей выделяющихся фаз и малым изменением объема кристаллической решетки аустенита при переходе азота из твердого раствора внедрения в выделяющиеся фазы.

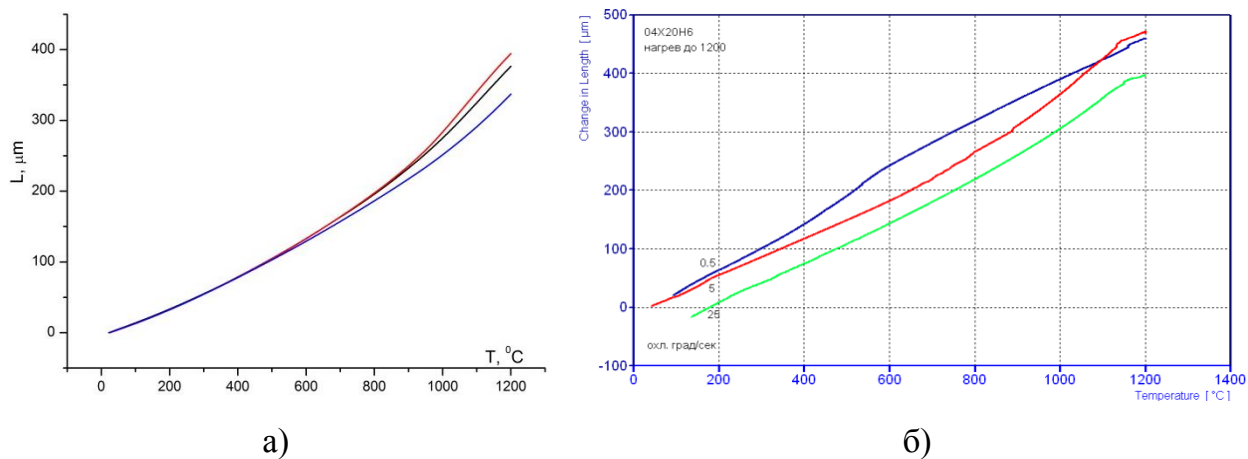


Рисунок 4.17 – Дилатогаммы нагрева (а) и охлаждения (б).

Анализ полученных данных дилатометрических исследований при нагреве до 1200°C позволил установить основные температурные интервалы растворения выделившихся частиц:

- $T_1 = 970\text{--}1200^\circ\text{C}$;
- $T_2 = 465\text{--}760^\circ\text{C}$.

При охлаждении также можно выделить основные температурные интервалы выделения частиц вторичных фаз:

- $T_1 = 1150\text{--}1050^\circ\text{C}$;
- $T_2 = 790\text{--}440^\circ\text{C}$ при скорости охлаждения $0,5^\circ\text{C}/\text{c}$
- $T_2 = 700\text{--}660^\circ\text{C}$ при скоростях охлаждения 5 и $25^\circ\text{C}/\text{c}$.

Полученные результаты обработки дилатогамм не противоречат литературным данным [3, 7, 8, 33, 34, 127].

Результаты металлографического исследования образцов в исходном состоянии и после проведения термической обработки (рисунки 4.17–4.19).

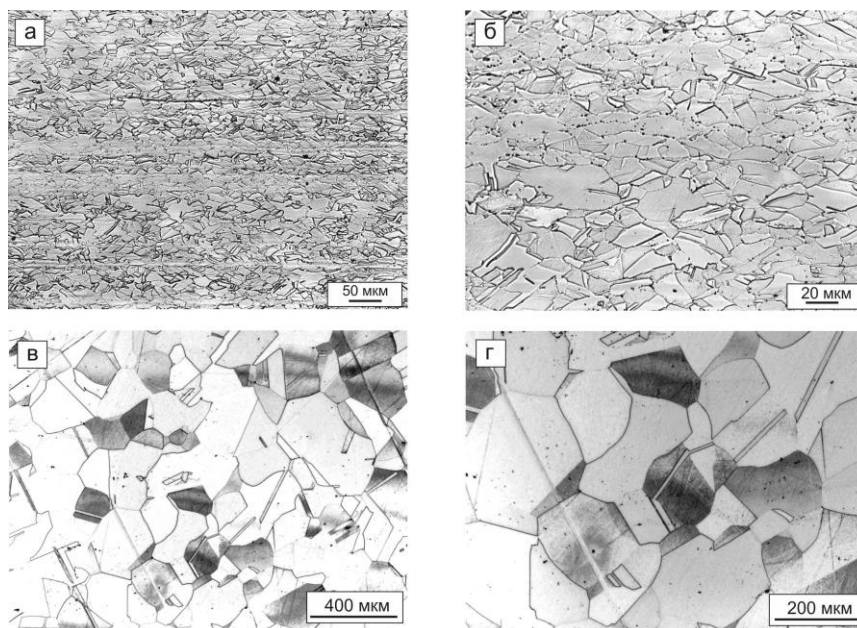


Рисунок 4.18 – Микроструктура стали состава 1 в исходном состоянии (а, б) и после нагрева до температуры 1200 °С (в, г).

В микроструктуре исходного листового проката на фоне мелкозернистой частично рекристаллизованной структуры наблюдаются полосы пониженной травимости, вытянутые по направлению прокатки (рисунок 4.18 а). Расстояние между этими полосами варьируется от 50 до 200 мкм. При большем увеличении (рисунок 4.18 б) проявляется микроструктура, состоящая из деформированных зерен аустенита, ориентированных преимущественно в направлении прокатки. В полосах пониженной травимости на границах неотчетливо выявляемых аустенитных зерен наблюдаются точки травления, которые со значительной степенью уверенности можно связать с зернограницными выделениями мелкодисперсных нитридов (карбонитридов). В теле зерен заметного количества точек травления не наблюдается. Кроме того, следует отметить различие размеров аустенитных зерен: в зонах пониженной травимости зерна заметно мельче (рисунок 4.18 б), что может быть связано с замедлением роста рекристаллизованных зерен вследствие блокирования подвижности границ скоплениями зернограницных выделений.

На рисунке 4.19 приведены фотографии микроструктуры образцов, полученные после нагрева до 1000°С и охлажденных с разными скоростями. Из рисунка 4.19 а видно, что выделившиеся частицы вторичных фаз располагаются преимущественно по границам зерен, границ свободных от выделений практически нет. Зерна деформи-

рованы, однако, нет явно выраженной ориентации в направлении прокатки. С увеличением скорости охлаждения (рисунки 4.19 б, в) количество выделившихся частиц вторичных фаз по границам зерен уменьшается. Зерна деформированы и ориентированы в направлении прокатки. В зонах с рекристаллизованной структурой появляются границы, которые можно охарактеризовать как двойниковые (рисунок 4.19 а-в), в полосах пониженной травимости наряду с зернограницными выделениями наблюдаются точки травления в теле зерна (рисунок 4.19 в).

С увеличением температуры до 1100°C структура представляет собой равноосные зерна со средним размером 30–40 мкм (рисунок 4.19 г-е), что свидетельствует о прохождении процессов рекристаллизации. После охлаждения образца со скоростью $0,5^{\circ}\text{C}/\text{с}$ (рисунок 4.19 г) по границам зерен наблюдаются выделения вторичных фаз, при визуальной оценке их количество в несколько раз меньше, чем после охлаждения с 1000°C . С повышением скорости охлаждения (рисунки 4.19 д, е) выделения вторичных фаз видны в теле зерен. Уменьшается количество частиц по границам зерен, в то время как в теле зерна количество их не уменьшается по сравнению со структурой, наблюдаемой после изотермического отжига при температуре 1000°C . По-видимому, снижение количества зернограницных выделений перестает сдерживать движение границ зерен и тормозить их рост. Заметных различий в размере зерен в зонах различной травимости не наблюдается.

Повышение температуры до 1150°C (рисунок 4.20 а-в) приводит к формированию неравномерной структуры по размеру зерна: крупные равноосные зерна с двойниками отжига размером 150–200 мкм наряду с более мелкими – 30-40 мкм, что может свидетельствовать о прохождении процессов собирательной рекристаллизации. При скорости охлаждения $0,5^{\circ}\text{C}/\text{с}$ как по границам, так и в теле зерен видны выделения вторичных фаз (рисунок 4.20 а). С увеличением скорости охлаждения (рисунки 4.20 б, в) частицы наблюдаются в теле зерен.

При температуре нагрева 1200°C (рисунок 4.20) при всех скоростях охлаждения формируется структура, состоящая из крупных равноосных зерен размером более 200 мкм с двойниками отжига. Видны мелкие частицы в теле зерен.

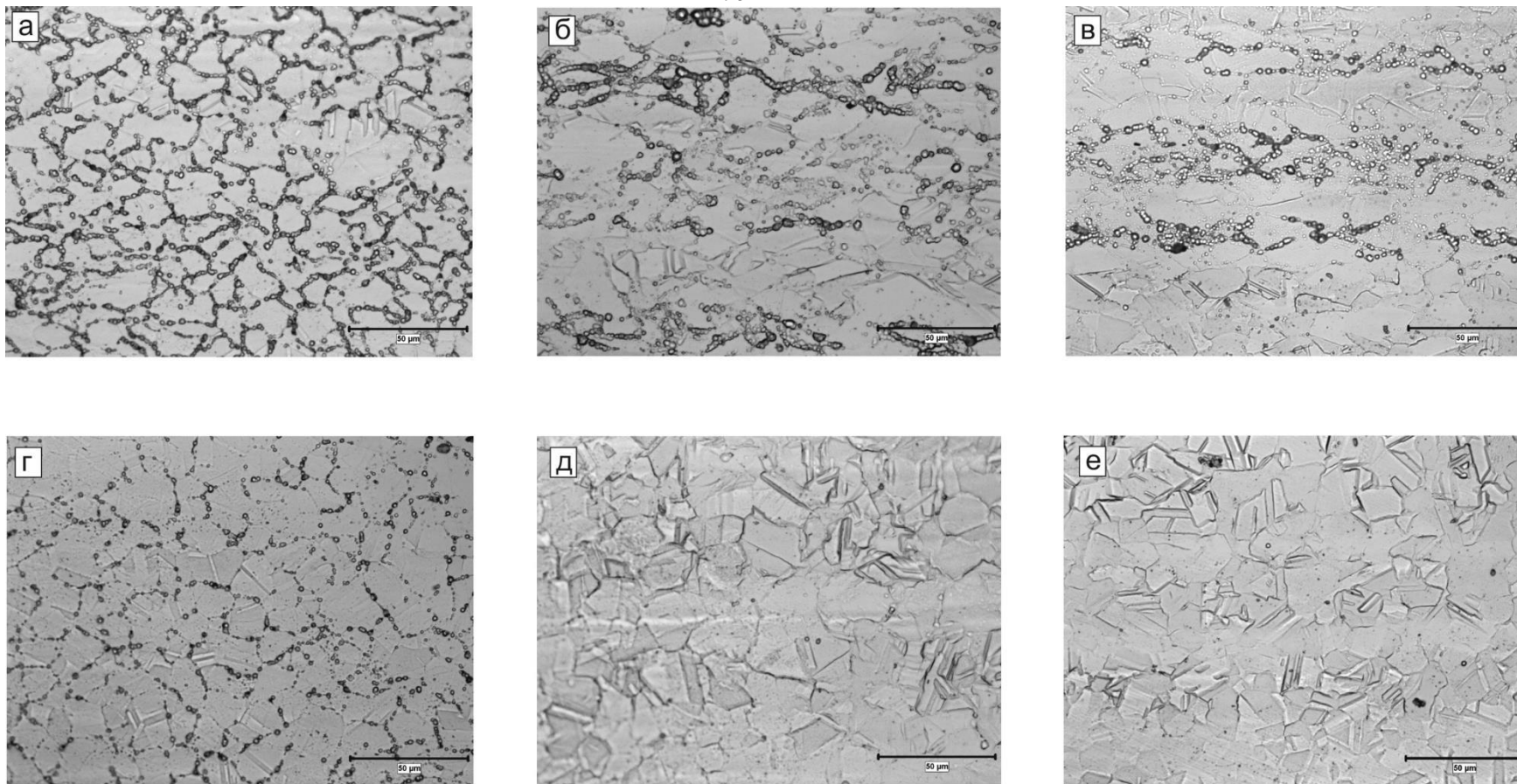


Рисунок 4.19- Микроструктура образцов после нагрева и выдержки при температуре 1000 (а-в) и 1100°C (г-е) и последующим охлаждением с разными скоростями: а, г) 0,5°C/с; б, д) 5°C/с; в, е) 25°C/с.

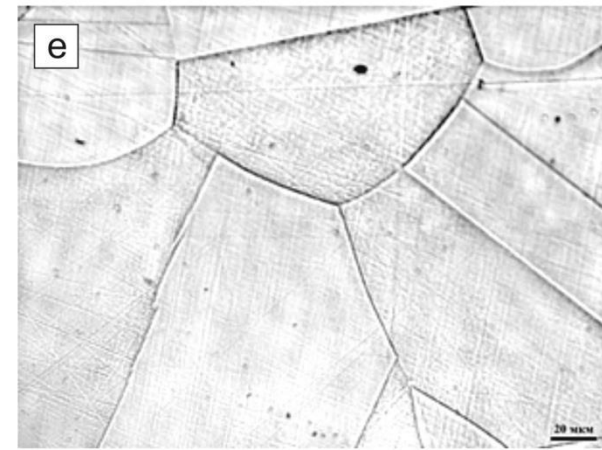
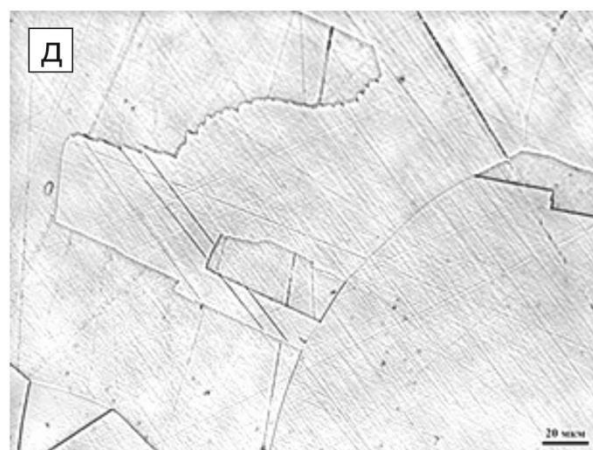
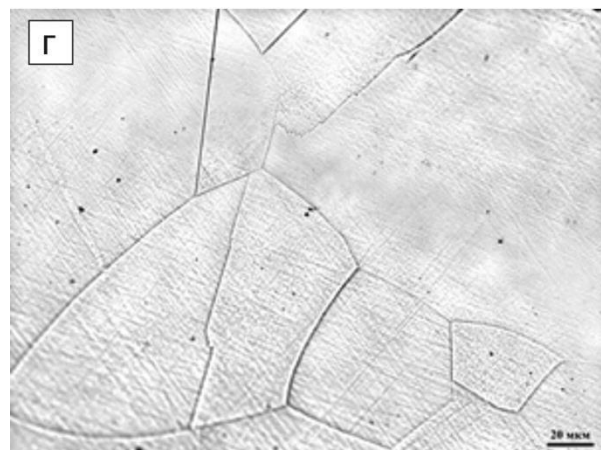
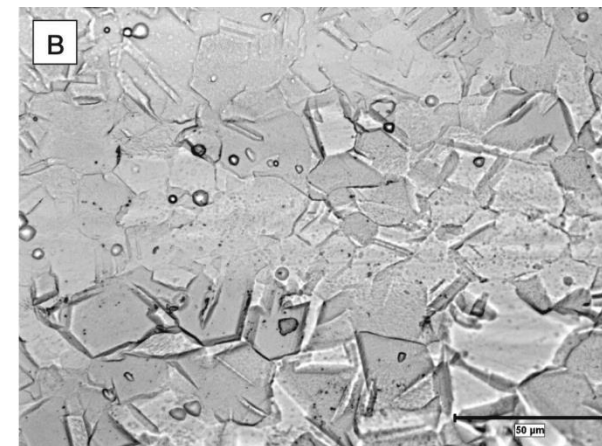
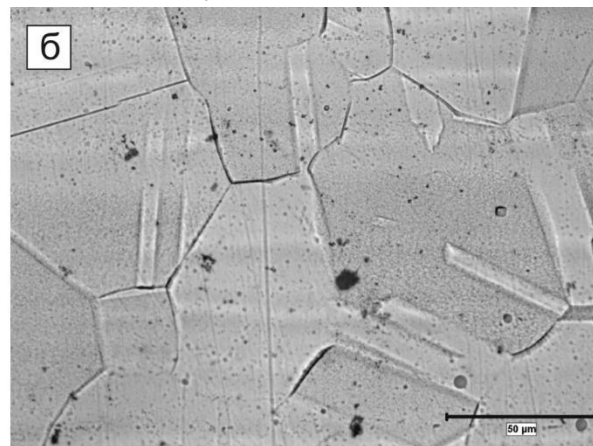
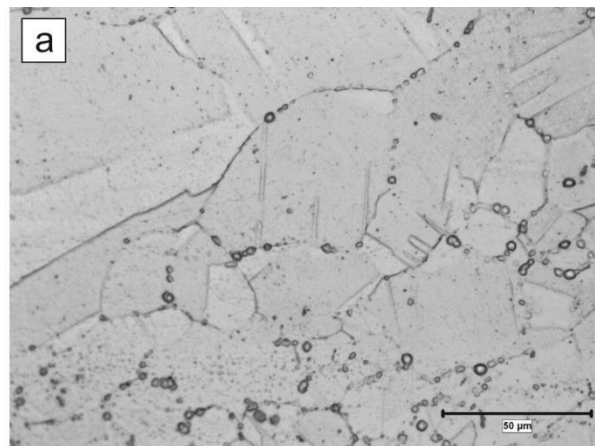


Рисунок 4.20 - Микроструктура образцов после нагрева и выдержки при температуре 1150 (а-в) и 1200°C (г-е) и последующим охлаждением с разными скоростями: а, г) 0,5°C/c; б, д) 5°C/c; в, е) 25°C/c.

Поскольку в температурном интервале 1000–1100°C происходит изменение структуры вследствие растворения зернограницных выделений вторичных фаз (карбонитридов) и осуществления процесса статической рекристаллизации, структура была исследована более детально.

Для более полного описания структуры образцов проведено исследование структуры методом EBSD (рисунок 4.21). На рисунке 4.21 а и б представлены карты средних разориентировок по зерну (grain average misorientation – GAM) для исследованных участков образцов после изотермической выдержки в течение 900 с (15 мин) при 1000 и 1100°C, охлажденных со скоростью 25°C/с. В результате термической обработки при 1000°C в образце наряду с зернами с практически совершенной кристаллической структурой наблюдаются зерна с высоким уровнем наклепа, в которых значение GAM составляет несколько градусов. Наличие в структуре зерен, окрашенных в желтый, оранжевый и красный цвета, свидетельствующих о высоком уровне наклепа, а также зерен, окрашенных в синий цвет (низкий уровень искажений решетки), свидетельствующих о прошедшей рекристаллизации, указывает на начало процесса рекристаллизации при температуре 1000 °C. Однако, время выдержки – 15 мин, недостаточно для полного завершения процесса.

Полученные данные подтверждаются результатами исследований тонкой структуры, представленной на рисунке 4.22. Наблюдаются узкие длинные хорошо сформированные субзерна, их ширина равна 150 нм (рисунок 4.22 а), где сохранилось состояние наклепа и более высокая плотность дислокаций $\sim 4 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. В отдельных участках закаленного образца встречаются области, где прошла рекристаллизация (рисунок 4.22 б). Рекристаллизованные зерна размером от 2 до 7 мкм окружены деформированной матрицей. Нитриды ванадия в объеме зерен часто располагаются по определенным направлениям (рисунок 4.22 в), их минимальный размер составляет менее 10 нм. На рисунке 4.22 в видны более крупные частицы нитридной фазы размером $\sim 1\text{--}1,5$ мкм.

Для образца после изотермической выдержки при температуре 1100°C (рисунок 4.21 б) карта GAM достаточно однородна, преобладают рекристаллизованные зерна, окрашенные в синий цвет. Однородность распределения значений GAM свидетельствует о завершении процесса рекристаллизации после изотермической выдержки в течение 15 мин при температуре 1050°C. Исследования тонкой структуры пока-

зывают, что на фоне рекристаллизованной структуры при электронномикроскопическом исследовании встречаются редкие участки полигонизованной структуры (рисунок 4.23 б). Ширина субзерен около 300 мкм.

Прямая полюсная фигура для оси [001], представленная на рисунке 4.24 а для образца после изотермической выдержки при 1000°C, указывает на наличие текстуры деформации. Аналогичная фигура для образца после изотермической выдержки при 1100°C (рисунок 4.24 б) текстуры не выявляет.

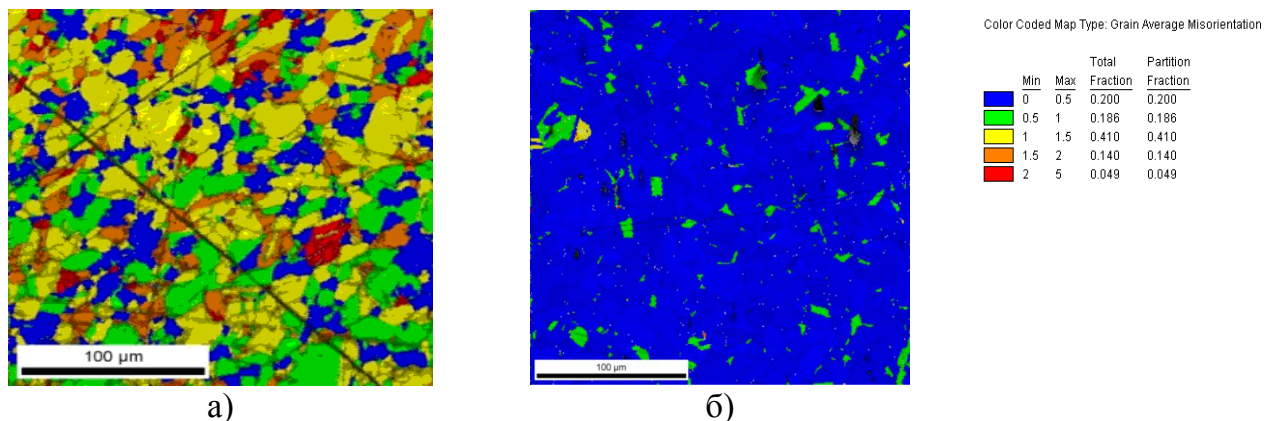


Рисунок 4.21 – Карты средних разориентировок по зерну, температура нагрева: а) 1000°C, б) 1100°C.

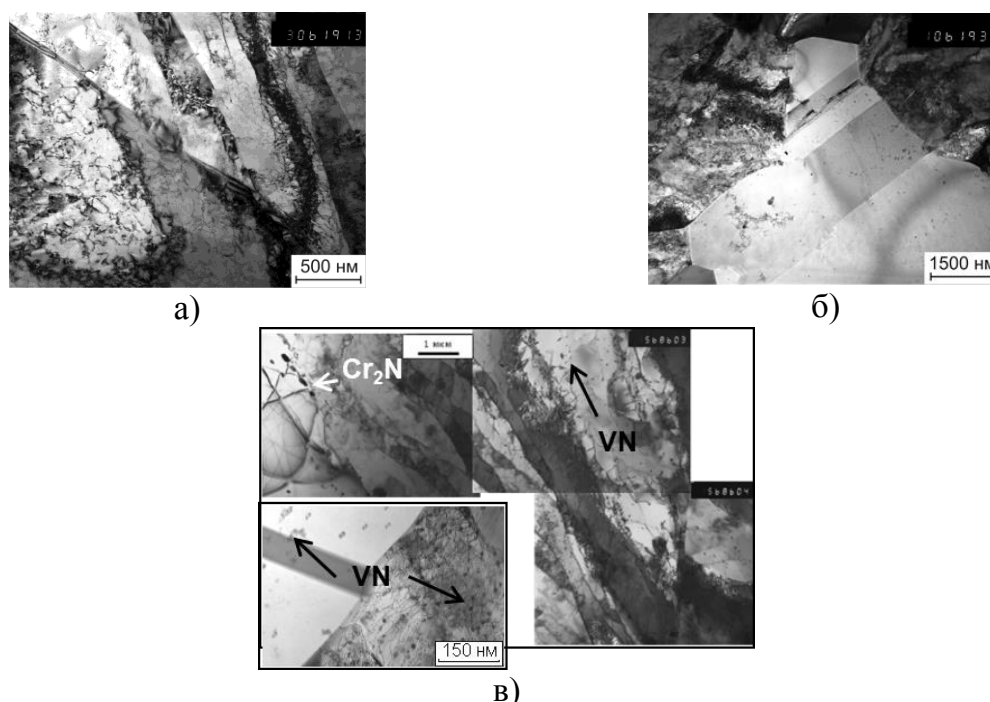


Рисунок 4.22 – Тонкая структура стали состава 1 после термической обработки при температуре 1000°C: а) субзеренная структура вблизи границы зерна; б) рекристаллизованное зерно, окруженное деформированной матрицей; в) выделения частиц вторичных фаз: Cr₂N и VN.

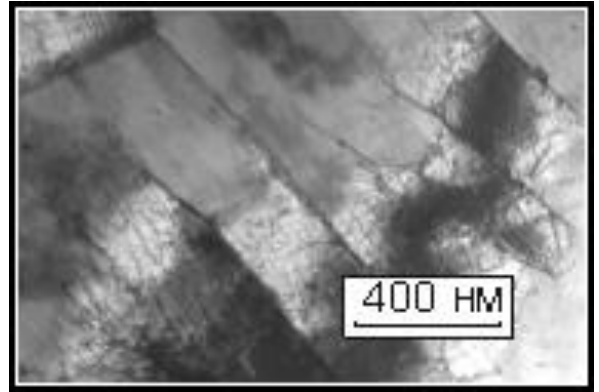
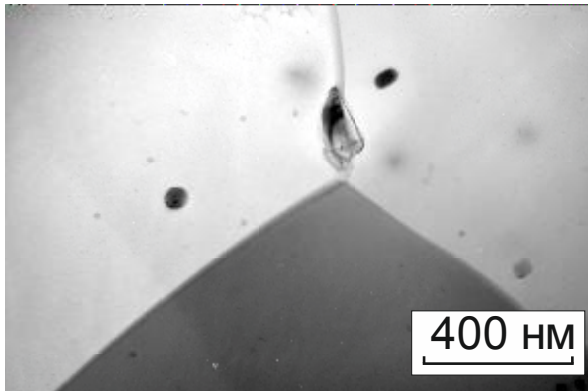
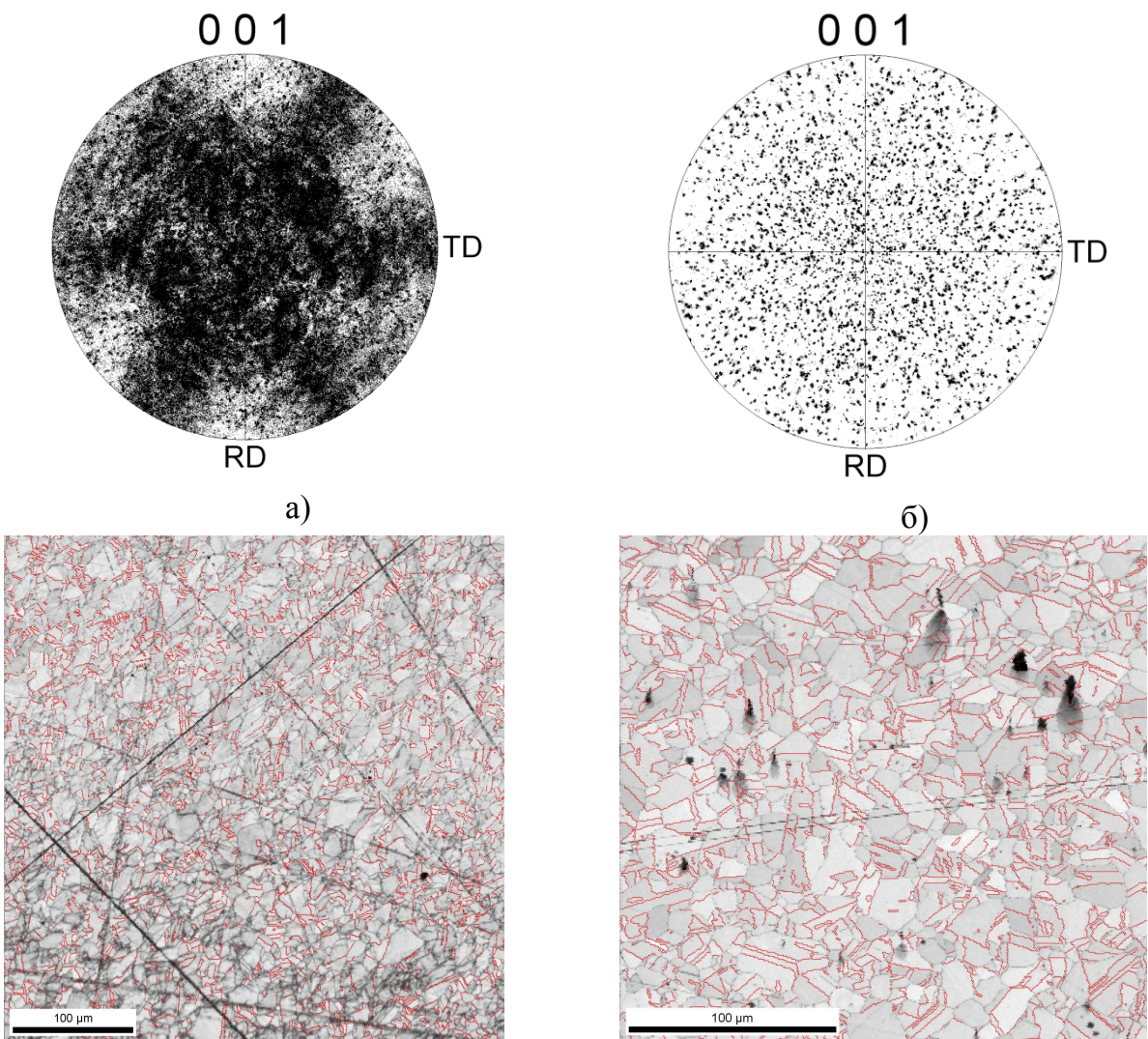


Рисунок 4.23 – Тонкая структура стали состава 1 после термической обработки при температуре 1100°C.



Карта двойников $\Sigma 3$

Рисунок 4.24 – Прямые полюсные фигуры и карты двойниковых границ, температура нагрева: а, в) 1000°C, б, г) 1100°C.

В образце после нагрева на 1100°C (рисунок 4.24 г) зерна преимущественно равноосные со значительным количеством двойников отжига (доля двойниковых границ $\Sigma 3$ составляет 52%). В результате изотермической выдержки при температуре 1000°C в структуре стали доля двойниковых границ не превышает 20% (рисунок 4.24 в).

Исследования локального элементного состава выделившихся вторичных фаз

С помощью сканирующего электронного микроскопа Quanta 200 3D FEG, оснащенного аналитической системой Pegasus, определен химический состав и локализация выделившихся вторичных фаз (рисунок 4.25 а, б).

Установлено, что вторичные фазы субмикронного и микронного диапазона размеров обогащены относительно окружающей матрицы карбидо- и нитридообразующими элементами: ниобием, ванадием и хромом, и являются нитридами или карбонитридами.

Визуальное определение локализации вторичных фаз в растровом электронном микроскопе при использовании Z-контраста изображения позволяет сделать ряд выводов. В образце после изотермической выдержки при температуре 1000°C частицы вторичных фаз расположены преимущественно по границам бывших аустенитных зерен исходного состояния, зачастую образуя «строчки». Можно сделать предположение, что частицы при данных температурах термической обработки практически не растворяются, располагаясь преимущественно на границах зерен, сдерживают рост рекристаллизованных зерен. При температуре 1100°C процесс рекристаллизации идет интенсивно (что установлено при исследовании внутривзеренных разориентировок), одновременно осуществляется процесс растворения частиц вторичных фаз, в результате зернограницные выделения не могут препятствовать развитию процесса рекристаллизации и росту новых зерен. В результате после изотермической выдержки при температуре 1100°C частицы вторичных фаз расположены преимущественно в теле рекристаллизованных зерен. Наблюдаемый факт хорошо согласуется с результатами исследования микроструктуры в зависимости от скорости охлаждения, приведенными выше (рисунок 4.19 е).

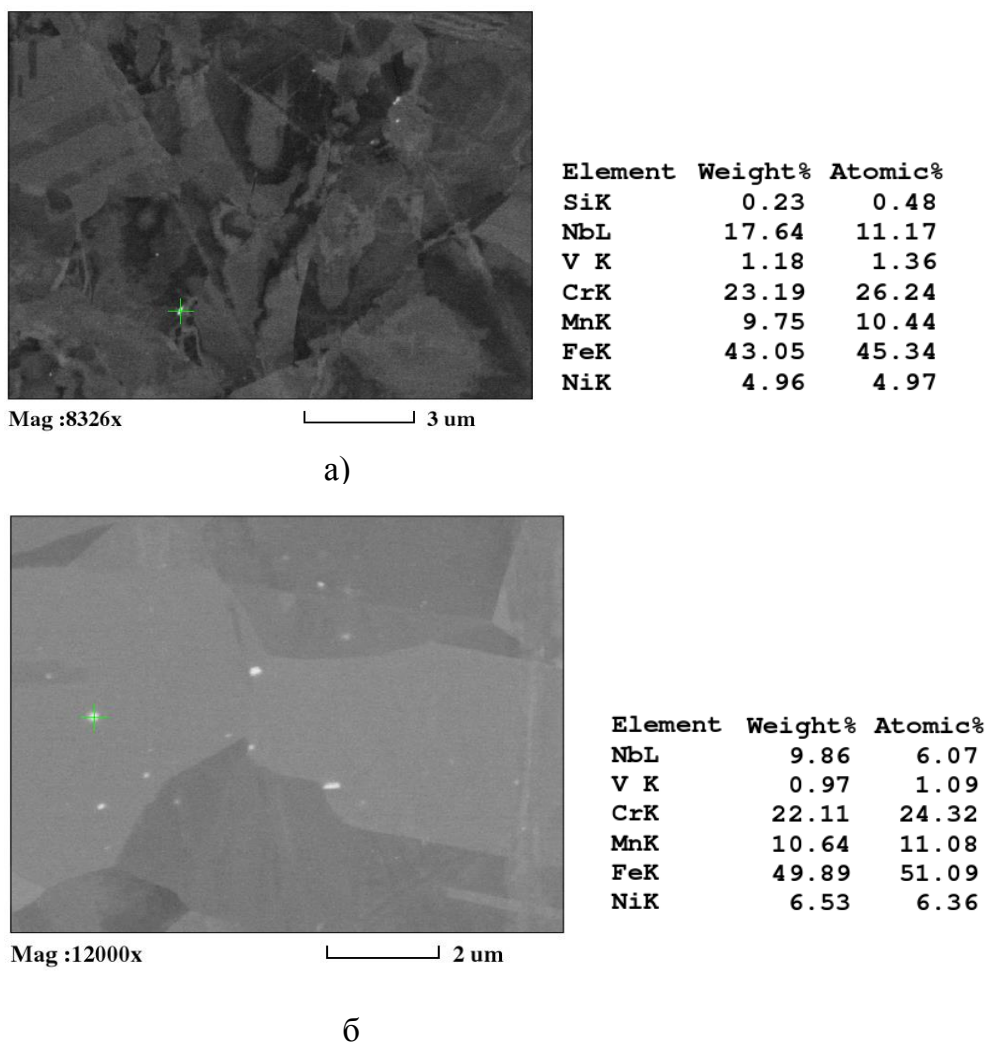


Рисунок 4.25 –Химический состав выделившихся фаз в азотсодержащей стали после термической обработки при температуре: а) 1000°C, б) 1100°C.

При снижении скорости охлаждения до 0,5 °C/c выделившиеся частицы располагаются преимущественно по границам зерен (рисунок 4.19 г). При повышении температуры обработки с 1000 до 1200°C количество частиц уменьшается. С повышением скорости охлаждения до 5 и 25°C/c в интервале температур 1100–1200°C частицы распределены в теле зерна. Во всех случаях в температурном интервале 1000–1100°C осуществляется процесс статической рекристаллизации. При температуре 1150°C выражена неоднородность структуры по размеру зерна, наряду с крупными зернами (150–200 мкм) видны скопления более мелких зерен (30–40 мкм), что может свидетельствовать о прохождении процесса собирательной рекристаллизации (рисунок 4.20).

4.3.2 Исследование влияния степени деформации на процессы структурообразования при термической обработке азотсодержащей стали

Для оценки влияния степени предварительной горячей деформации на эволюцию структуры при последующей термической обработке образцы из аустенитной азотсодержащей стали деформировали со степенью деформации 15 и 30% со скоростью 1 с^{-1} при температуре 1000°C , что имитирует последние проходы при горячей прокатке. Затем образцы подвергали термической обработке по режимам, представленным в таблице 4.5:

- нагрев до температуры ТО со скоростью $3^\circ\text{C}/\text{с}$;
- выдержка;
- ускоренное охлаждение со скоростью $15^\circ\text{C}/\text{с}$.

Таблица 4.5 – Режимы термической обработки

Температура ТО, $^\circ\text{C}$	Время изотермической выдержки, с
900	300
950	
1000	
1100	

На рисунке 4.26 приведены изображения микроструктуры азотсодержащей стали после термической обработки. При нагреве до температуры 900, 950°C в микроструктуре стали наблюдаются частицы вторичных фаз, располагающихся плотными цепочками преимущественно по границам зерен. Причем количество частиц при увеличении температуры ТО до 950°C уменьшается незначительно. Следует отметить, что при увеличении степени предварительной деформации с 15 до 30% количество выделений вторичных фаз увеличивается, и они наблюдаются не только по границам зерен (рисунок 4.26 а, в), но и в теле зерна на линиях деформации (рисунок 4.26 б, г), вследствие образования более дефектной структуры, что в свою очередь облегчает диффузию элементов при термической обработке.

Увеличение температуры выдержки до 1000°C после деформации 15% приводит к формированию мелких рекристаллизованных зерен размером 1–5 мкм по гра-

ницам исходных. Объем рекристаллизации на исследуемой поверхности шлифа не превышает 1%. Частиц вторых фаз практически нет. Увеличение степени деформации до 30% способствует увеличению объема рекристаллизованной составляющей до 10% исследованной поверхности образца (рисунок 4.26 д, е).

При термической обработке при температуре 1100°C в образце после деформации 15% увеличивается объем рекристаллизованных зерен до 10%. Увеличение степени предварительной деформации до 30% приводит к увеличению объема рекристаллизации до 100%. Также, следует отметить, что наряду с рекристаллизованными зернами размером 5–50 мкм, наблюдаются крупные зерна (~200 мкм) с ровными тонкими границами и двойниками отжига в теле зерен (рисунок 4.26 з), свидетельствуя о начале собирательной рекристаллизации.

Таким образом, в результате проведенного анализа установлено, что в интервале температур 1000–1100°C осуществляется процесс статической рекристаллизации. Увеличение степени деформации приводит к увеличению интенсивности этого процесса.

Также было проведено исследование влияния термической обработки на свойства азотсодержащей стали состава 1. Время выдержки при термической обработке азотсодержащей стали выбирали из расчета 1,5 мин/мм необходимого для равномерного нагрева и распределения температуры по листу/заготовке в печи. Микроструктура образцов в исходном состоянии представлена на рисунке 4.17 а, б, механические свойства приведены в таблице 4.6.

В результате проведенных исследований установлено, что при нагреве стали до температуры 950°C происходит некоторое разупрочнение, которое выражается в снижении характеристик прочности: σ_b снижается с 1050 до 950 МПа, $\sigma_{0,2}$ – с 930 до 770 МПа, при этом также уменьшается вязкость материала: KCV^{+20} с 118 до 110 Дж/см² (таблица 4.6, рисунок 4.27). Снижение прочности может быть связано с процессами возврата. Снижение ударной вязкости в свою очередь обусловлено активным выделением частиц вторичных фаз по границам зерна (рисунок 4.26 в, г). При увеличении температуры нагрева до 1000°C видимых изменений структуры не происходит; вероятно, имеет место полигонизация, а также незначительное растворение частиц вторичных фаз.

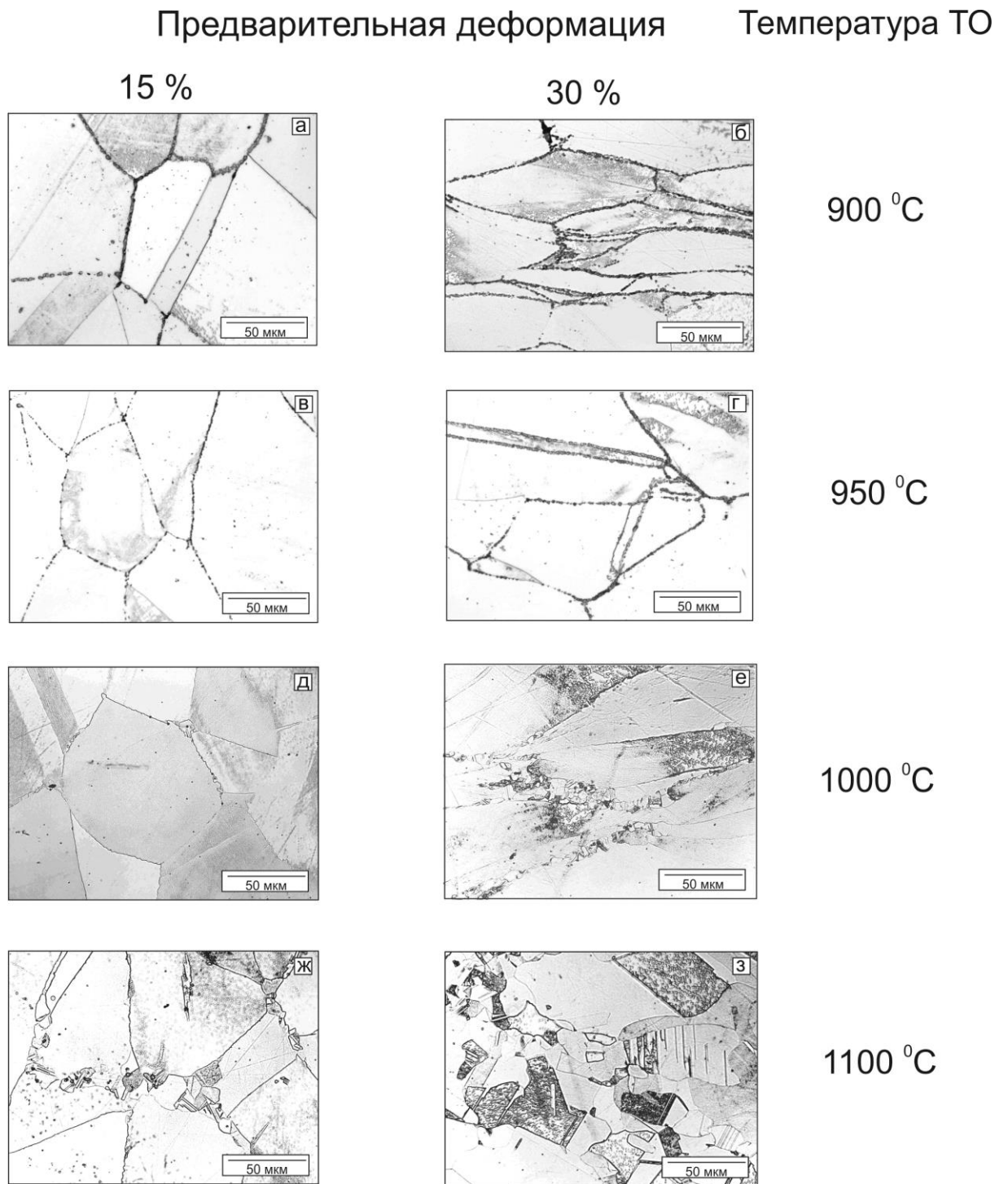


Рисунок 4.26 – Микроструктура стали состава 1 после термической обработки.

Таблица 4.6 – Механические свойства листового проката

Температура ТО, °С	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_5 , %	ψ , %	KCV^{+20} , Дж/см ²
Исх. состояние	1050	860	33,0	58,5	135
950	995	798	35,0	60,0	110
1000	970	750	40,0	63,0	150
1050	920	700	40,0	63,0	170
1100	890	630	42,0	68,0	200
1150	830	600	45,0	70,0	240
1200	790	470	53,0	75,0	280

При термической обработке в интервале температур 1000÷1100°С происходит процесс статической рекристаллизации, количество частиц вторичных фаз уменьшается, что приводит к снижению значений механических свойств (пределов прочности и текучести), повышению пластичности и вязкости стали.

Необходимо также отметить, что скорость охлаждения после термической обработки должна быть достаточно высокой во избежание выделения вторичных фаз по границам зерен.

В результате проведенных исследований можно рекомендовать температурные интервалы для проведения термической обработки от 1000 до 1100°С, для того, чтобы обеспечить растворение частиц на границах зерен, а также реализовать процессы возврата и рекристаллизации; при этом для получения высоких значений прочностных характеристик временной диапазон термической обработки должен обеспечивать отсутствие роста зерна.

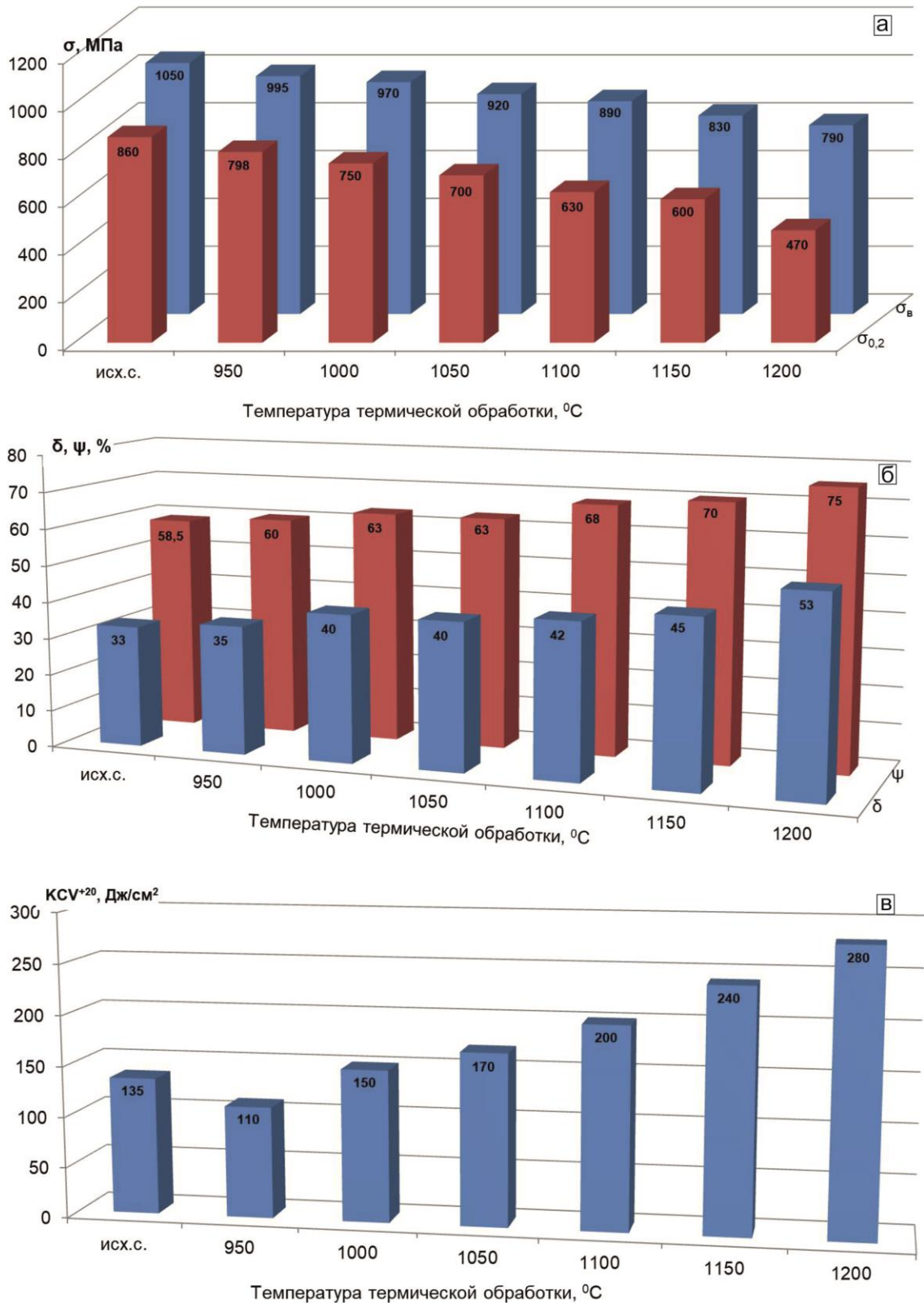


Рисунок 4.27 – Механические свойства листового проката после термической обработки: а) прочностные свойства; б) пластические свойства; в) ударная вязкость.

4.3.3 Исследование влияния температуры при термической обработке на поведение δ -феррита

Не смотря на негативное влияние δ -феррита на получаемые пластические и вязкие свойства исследуемой стали, необходимо учитывать, тот факт, что данная фаза может присутствовать в том или ином количестве. Поэтому проведено исследование влияния температуры термической обработки на процессы превращения δ -феррита. Исследование проводили на образцах, отобранных от листового проката стали состава 2, структура которого представлена на рисунке 4.28. Время выдержки образцов при температуре термической обработки выбрано из расчета 3 мин/мм для наиболее полной реализации превращений δ -феррита.

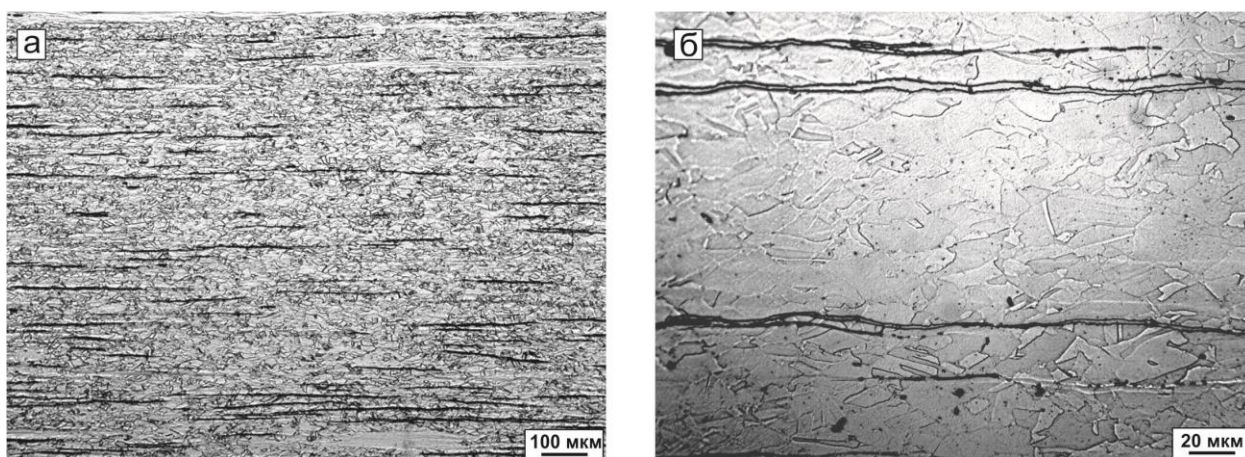


Рисунок 4.28 – Микроструктура проката стали состава 2.

Таблица 4.7 – Механические свойства листового проката стали состава 2 в исходном состоянии и после термической обработки

Температура Т ₀ , °С	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_5 , %	ψ , %	KCV^{+20} , Дж/см ²
исходное состояние	902,0	655,0	40,5	67,0	140,0
900	930,1	695,1	34,9	52,4	42,5
1000	916,0	660,0	36,2	54,0	44,5
1250	767,2	412,5	60,2	75,0	345,0

Таблица 4.8 – Содержание δ -феррита в образцах стали состава 2 в исходном состоянии и после термической обработки

Температура ТО, °С	исходное со- стояние	900	1000	1100	1200	1250
% δ -фазы	3,5	0,011	0,014	3,3	3,7	5,6

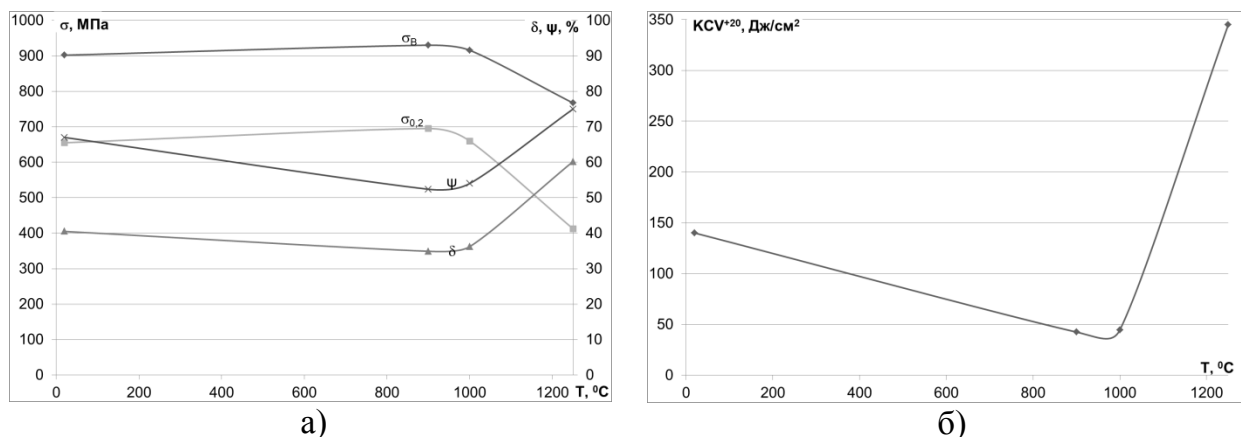


Рисунок 4.29 – Изменение механических свойств азотсодержащей стали состава 2 в зависимости от температуры термической обработки: а) механические свойства; б) ударная вязкость.

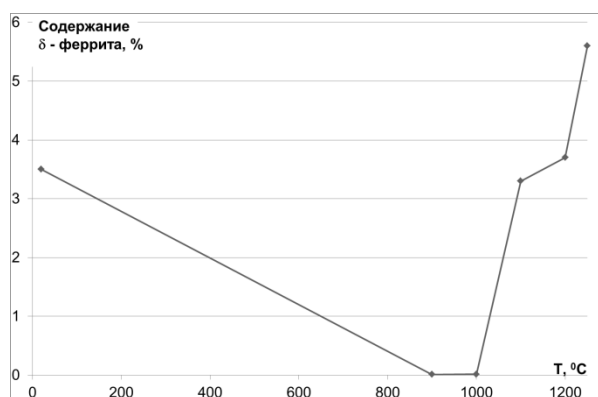


Рисунок 4.30 – Изменение содержания δ -феррита в стали состава 2 в зависимости от температуры термической обработки

В структуре наблюдаются светлые полосы δ -феррита, ориентированные вдоль направления проката. Зерна аустенита деформированы и также ориентированы в направлении проката.

В результате проведения термической обработки образцов из стали состава 2 установлено, что при температуре 900–1000°C сохраняется исходная структура аустенита, деформированная и ориентированная в направлении прокатки (рисунок 4.31 а). После отжига при 1000°C в отдельных полосчатых субзернах в стали сохраня-

ется достаточно высокая плотность дислокаций (до $5 \times 10^9 \text{ см}^{-2}$) (рисунок 4.31 д). При этом происходит распад δ -феррита с образованием смеси ($\gamma + \sigma$)-фаз (рисунок 4.31 б-г). Вокруг зерен аустенита наблюдаются мелкие светлые зерна округлой формы δ -феррита, а также выделения карбонитридов. Результаты исследования микроструктуры стали состава 2 коррелируют с результатами измерения количества δ -феррита.

Установлено, что в рассматриваемом интервале температур количество δ -феррита снижается с 3,5 до 0,01 % (таблица 4.8, рисунок 4.30). При этом происходит некоторое повышение прочностных характеристик стали: σ_b – с 902 до 930 МПа; $\sigma_{0,2}$ – с 655 до 695 МПа, и снижение пластичности: δ – с 40 до 35 %; ψ – с 67 до 52 %.

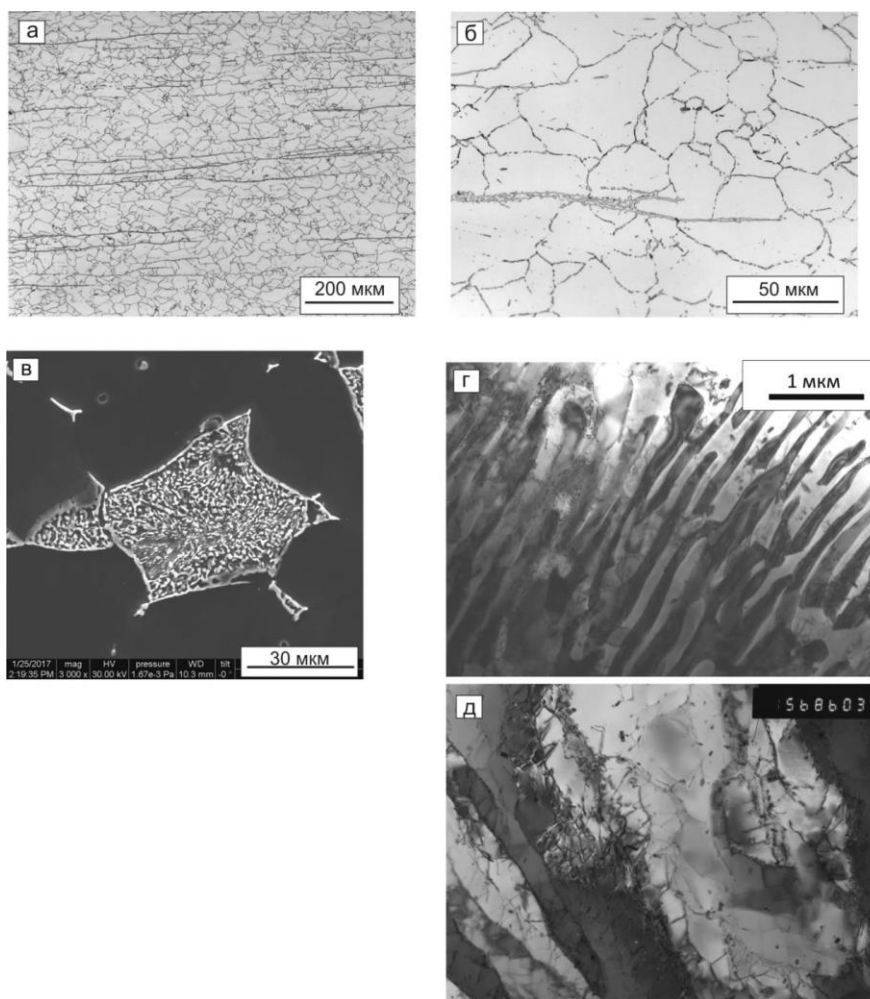


Рисунок 4.31 – Микроструктура стали состава 2 после термической обработки при 900–1000°C: а, б) зеренная структура; в, г) распад δ -феррита с образованием смеси ($\gamma + \sigma$)-фаз; д) распределение дислокаций (субзеренная структура).

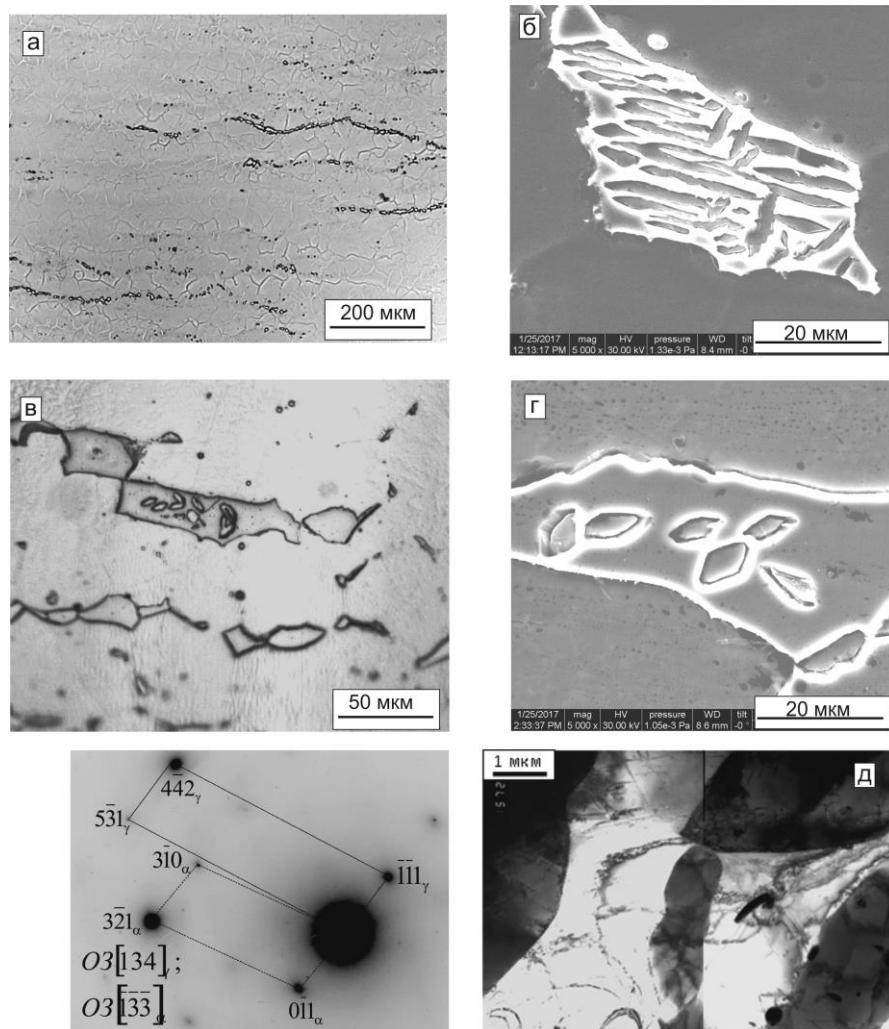


Рисунок 4.32 – Микроструктура стали состава 2 после термической обработки при температуре: а, б) 1100°C; в, г) 1200°C; д) кристаллы аустенита (темные) в δ-феррите и соответствующая электроннограмма; б, г) кристаллы аустенита в δ-феррите.

При термической обработке при 1100°C происходит рекристаллизация аустенита, зерна равноосные (рисунок 4.32 а). В теле зерен δ-феррита наблюдаются кристаллы неферромагнитной фазы (рисунок 4.32 б-г). Распад при 1200°C вызывает формирование отдельных ограниченных участков в теле зерен δ-феррита. Снижение температуры превращения до 1100°C способствует образованию продолговатых пластин аустенита. Это кристаллы аустенита, образование которых происходит при таких высоких температурах, когда σ-фаза еще не выделяется. Микроэлектронограммы подобной структуры (рисунок 4.32 д) содержат рефлексы от δ-феррита и аустенита. Образование первых порций ограниченных кристаллов γ-фазы в исходном δ-феррите даже

при таких высоких температурах (1200-1100°C) происходит сдвиговым механизмом. Частичный распад δ -феррита после термической обработки при 1100–1200°C не приводит к существенному уменьшению его количества 3,7 и 3,3% (таблица 4.8, рисунок 4.30) [134].

Повышение температуры термической обработки до 1250–1300°C приводит к изменению морфологии δ – феррита, его количество увеличивается до 5,6% (таблица 4.8). Он также располагается строчками, но перераспределяется по границам зерен аустенита, зерна δ -феррита становятся более округлыми (рисунок 4.33).

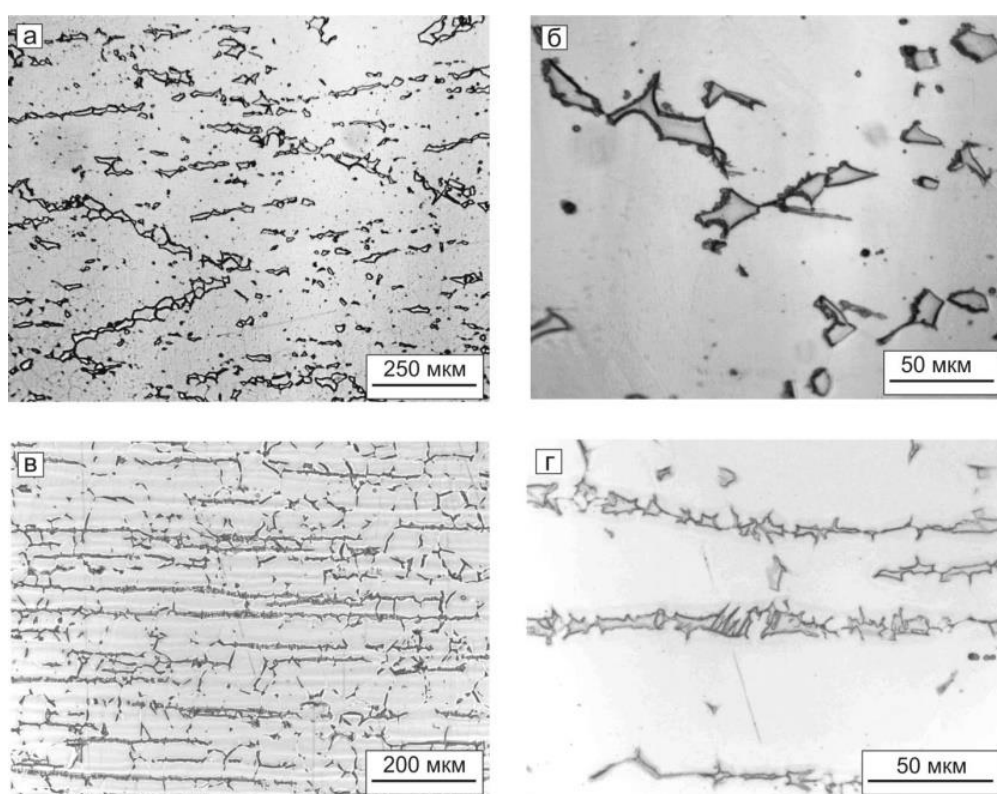


Рисунок 4.33 – Микроструктура стали состава 2 после термической обработки при температуре с охлаждением в воде: а, б) 1250°C; в, г) 1300°C.

При этом характеристики прочности существенно снижаются: σ_b – с 902 до 767 МПа; $\sigma_{0,2}$ – с 655 до 412 МПа, а пластичность и вязкость увеличиваются: δ - с 40 до 60 %; ψ – с 67 до 75 %, KCV^{+20} с 140 до 345 Дж/см² (таблица 4.7).

ВЫВОДЫ по главе 4:

1. На основании анализа результатов проведенных исследований формирования структуры азотсодержащей стали в процессе горячей деформации предложена принципиальная схема многопроходной горячей прокатки, позволяющая получать равномерную мелкозернистую структуру по сечению листа. Основная суть заключается в возможности накопления необходимой суммарной степени деформации (~40%) на начальных этапах прокатки для осуществления процессов ДР и МДР в междеформационных паузах. Установлено, что степень деформации за проход должна составлять 15–20% в температурном интервале 1100–1000°C.

2. Для поддержания более однородного распределения температуры по сечению при горячей прокатке необходимо увеличить исходную толщину заготовки, что также будет способствовать на начальных этапах деформирования наиболее равномерной реализации процессов ДР и МДР и обеспечит суммарную степень деформации 65–75%.

3. Для получения равновесной структуры, необходимой для изделий, работающих в сложных условиях, а также для снижения возникших в результате горячей деформации внутренних напряжений, особенно, на листах толщиной ниже 10 мм необходимо проводить термическую обработку. Установлено, что в образце после изотермической выдержки при температуре 1000°C частицы вторичных фаз расположены преимущественно по границам бывших аустенитных зерен в исходном состоянии и при данной температуре практически не растворяются, сдерживают рост рекристаллизованных зерен. При температуре термической обработки 1100°C процесс рекристаллизации идет интенсивно, одновременно идет процесс растворения частиц вторичных фаз. В результате после изотермической выдержки при температуре 1100°C частицы вторичных фаз расположены преимущественно в теле рекристаллизованных зерен.

4. Установлено, что при скорости охлаждения 0,5°C/с выделившиеся частицы располагаются преимущественно по границам зерен. При повышении температуры обработки с 1000 до 1200°C количество частиц уменьшается. С повышением скорости охлаждения до 5 и 25°C/с в интервале температур 1100–1200°C частицы распределены в теле зерна. Во всех случаях в температурном интервале 1000 - 1100 °C осуществляется процесс статической рекристаллизации. При темпера-

туре 1150°С выражена неоднородность структуры по размеру зерна, наряду с крупными зернами (150–200 мкм) видны скопления более мелких зерен (30–40 мкм), что может свидетельствовать о прохождении процесса собирательной рекристаллизации.

5. Исследовано влияние степени предварительной деформации на выделение вторичных фаз и установлено, что при увеличении степени предварительной деформации с 15 до 30%, количество выделений вторичных фаз увеличивается, и они наблюдаются не только по границам зерен, но и в теле зерна на линиях деформации при температуре термической обработки 900–950°С. Увеличение степени деформации приводит к увеличению интенсивности процесса рекристаллизации в интервале температур 1000–1100°С.

6. В результате проведенных исследований рекомендованы температурные интервалы для проведения термической обработки от 1000 до 1200°С, для того, чтобы обеспечить растворение частиц на границах зерен, а также реализовать процессы возврата и рекристаллизации. Однако, с целью обеспечения отсутствия роста зерна для получения высоких значений прочностных характеристик необходимо ограничивать время термической обработки при нагреве выше 1100°С.

7. В результате термической обработки стали состава 2 (с δ -ферритом) установлено, что в интервале температур 900–1000°С происходит снижение содержания δ -феррита с 3,5 до 0,01% за счет его распада с образованием σ -фазы и приводит к повышению прочности и снижению пластичности стали. При увеличении температуры термической обработки до 1100–1200°С происходит распад δ -феррита с образованием в нем кристаллов аустенита видманштеттова типа, снижая его содержание до 3,3%. При температуре 1250–1300°С количество δ -феррита растет до 5,6%, происходит его перераспределение по границам зерен аустенита, формируются более округлые зерна δ – феррита, приводя к снижению прочностных характеристик и повышению пластичности.

8. Установлено, что, не смотря на положительное влияние δ -феррита на формирование однородной структуры по сечению листа в процессе многопроходной горячей деформации, его содержание в количестве 7 % способствует снижению ударной вязкости исследуемой стали. Во избежание отрицательного эффекта δ -феррита необходимо провести дополнительные работы по корректировке химического состава азотсодержащей стали, а также исследовать влияние содержания указанной фазы менее 7% на формирование конечной структуры и свойства стали.

ГЛАВА 5. РАЗРАБОТКА РЕЖИМОВ ГОРЯЧЕЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ СТАЛИ В ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Для достижения высоких и стабильных механических свойств листового проката из азотсодержащей аустенитной стали необходимо стремиться к получению в стали в процессе горячей прокатки оптимальной конечной структуры, а именно равномерной мелкозернистой структуры аустенита. На основании проведенных исследований предложена принципиальная схема производства азотсодержащей стали, включая при необходимости термическую обработку листового проката для получения предела текучести в широком диапазоне (глава 4). С целью адаптации разработанной схемы к промышленным условиям на АО «ВМК «Красный Октябрь» была изготовлена опытно-промышленная партия листового проката толщиной менее 20 мм.

Предложенные технологические режимы промышленного производства листового проката с гарантированным уровнем механических свойств по ТУ 5.961-11837-2004 и ТУ 0985-087-07516250-2012 внедрены в процессе изготовления на АО «ВМК «Красный Октябрь» и внесены в технологическую документацию: протокол поставки № 132-109-2014 и технологические распоряжения 06/ТУ-777 от 08.05.2014г.

5.1 Усовершенствование технологических режимов изготовления листового проката на стане «2000» АО «ВМК «Красный Октябрь»

Для изготовления листов толщиной менее 20 мм на АО «ВМК «Красный Октябрь» использованы подкаты из азотсодержащей аустенитной стали, изготовленные на ООО «ОМЗ-Спецсталь». Размеры заготовок приведены в таблице 5.1. В сравнении с предыдущим опытом, представленным в главе 3, была увеличена толщина исходного заготовки, что позволило снизить градиент температур по сечению листа и наиболее полно реализовать процессы структурообразования – ДР и МДР.

Таблица 5.1 – Размеры исходных заготовок под прокат

Исходная толщина заготовок, мм	Толщина листов, мм
31	10
45	15
60	15
60	18

Все технологические операции по изготовлению листового проката производили в соответствии с действующей технологической документацией и технологическим распоряжением 06/ТУ-777 от 08.05.2014г., разработанным совместно специалистами НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей» и АО «ВМК «Красный Октябрь» с использованием результатов настоящей работы.

Нагрев заготовок проводили по стандартной схеме в роликовой нагревательной печи листопркатного цеха по режиму:

- температура нагрева в I, II и III зоне печи - 1250–1260°C;
- продолжительность нагрева из расчета 2 мин/мм.

Прокатку листов производили на прокатном стане «2000» листопркатного цеха АО «ВМК «Красный Октябрь» по разработанному режиму обжатий для всех листов. Температура начала прокатки составила 1150^{±10}°C, измеренная по поверхности заготовки. Принципиальная схема приведена на рисунке 5.1.

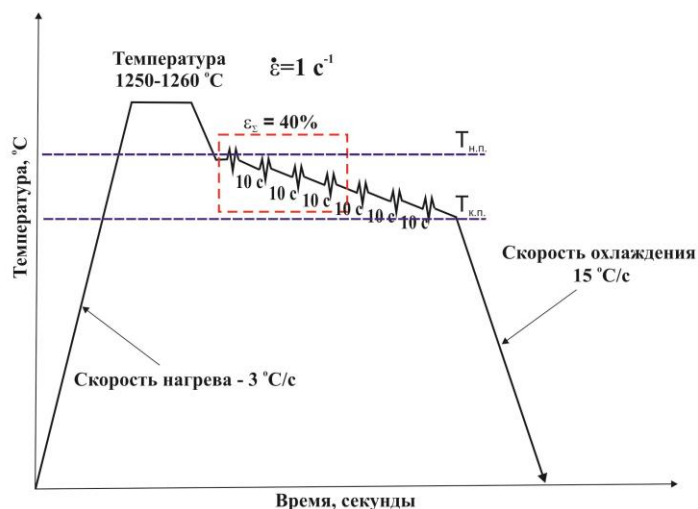


Рисунок 5.1 – Принципиальная схема горячей прокатки листового проката из высокопрочной коррозионно-стойкой азотсодержащей аустенитной стали марки 04X20H6Г11М2АФБ.

На начальной стадии прокатки, учитывая энергосиловые параметры стана, относительные значения обжатий были подобраны так, чтобы на первом этапе суммарная степень деформации достигала значений 40–45%, на последних проходах – стадии получения конечной толщины – 8–6%. На первых проходах применяли гидросбив. Данная схема позволила сохранить высокую температуру (1100–1050°C) на начальных этапах горячей прокатки, температура конца прокатки составила 900–960°C. По окончании прокатки листы охлаждались в закалочной машине до температуры не выше 350°C при максимальном расходе воды.

После горячей прокатки проведены испытания механических свойств (таблица 5.2) и исследована микроструктура (рисунки 5.2, 5.3).

Таблица 5.2 – Механические свойства листового проката из азотсодержащей стали после горячей прокатки (усредненные значения)

Толщина исходной заготовки, мм	Толщина листа, мм	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_5 , %	$\delta_{равн}$, %	ψ , %	KCV ⁺²⁰ , Дж/см ²	KCV ⁻⁴⁰ , Дж/см ²
60	18	937-959 947	660-688 672	45-48 46	28-30 29	64-70 65	126-134 130	104-113 108
60	15	1062-1094 1077	865-895 877	29-31 30	-	58-59 58,5	142-142 142	103-105 104
45	15	1015-1068 1043	817-864 846	32-36 34	-	60-62 61	125-135 131	101-103 102
30	10	1020-1070 1050	850-875 864	31-33 32	-	58-59 58,5	117-122 120	99-102 100

Исследования микроструктуры листового проката показали, что в результате горячей прокатки по предложенной схеме получена равномерная по сечению листа мелкозернистая структура со средним размером зерна, соответствующим 8–9 баллу (15–30 мкм). Наиболее равномерное распределение зерен наблюдается в листах толщиной 15–18 мм (рисунок 5.2, 5.3 а-в), в листах толщиной 10 мм наблюдаются вытянутые в направлении прокатки крупные зерна длиной от 200 и более мкм (рисунок 5.3 г-е). Получение неравномерной структуры на листах толщиной 10 мм, по-видимому, связано с малой толщиной подката (31 мм), за счет высокой скорости теплоотвода процессы рекристаллизации не успевают пройти в полной мере, успевая реализоваться не более чем на 50 %.

После горячей прокатки получены достаточно высокие значения механических свойств: предел прочности 940–1080 МПа, предел текучести 660–895 МПа, с сохранением высоких показателей пластичности и вязкости: ударная вязкость – 142–120 Дж/см² (таблица 5.2).

В результате многопроходной горячей деформации сохраняются значительные внутренние напряжения, особенно, в листовом прокате толщиной менее 10 мм, которые негативно сказываются при последующих операциях механической обработки: искривление деталей при точении, изгиб при резании, снижение точности изготовления деталей и сборки конструкций. Проведение термической обработки позволяет снижать уровень внутренних напряжений, а также получать свойства стали в широком диапазоне значений.

Термообработка листового проката

На основании приведенных выше исследований разработан режим термической обработки для листов толщиной 15 мм и 10 мм проводили в проходной роликовой печи. Были опробованы два режима:

1. ТО – 1:
 - посадка в печь при температуре 750^{±10} °С по сводовым термопарам в I зоне;
 - нагрев по мощности печи до температуры 1050 - 1100^{±10} °С с последующим прохождением во II - IV зоне;
 - время выдержки в печи назначали из расчета 1,5 мин/ мм толщины листа;
 - охлаждение в воде в закалочной машине.
2. Для реализации режима ТО – 2 были отобраны листы толщиной 10 мм:
 - температура печи 1200^{±10} °С;
 - время выдержки в печи назначали из расчета 1,5 мин/мм толщины листа;
 - охлаждение в воде в закалочной машине.

В таблице 5.3 приведены механические свойства листового проката после термической обработки.

Таблица 5.3 – Механические свойства листового проката из азотсодержащей стали после термической обработки (усредненные значения)

Толщина исходной заготовки, мм	Толщина листа, мм	Режим ТО	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_5 , %	ψ , %	KCV ⁺²⁰ , Дж/см ²	KCV ⁻⁴⁰ , Дж/см ²
60	15	ТО-1	972-979 974	663-665 664	42-43 42,5	61-62 61,5	202-211 209	163-165 164
45	15		960-970 965	650-670 658	40-45 43	62-64 63	172-182 176	111-115 113
30	10		950-964 958	678-700 684	42-44 43	58-62 60	154-165 159	105-107 106
30	10	ТО-2	865-884 873	485-506 499	55-60 57	65-70 67	186-208 196	141-153 148

В результате проведения термической обработки по режиму ТО – 1 происходит снижение характеристик прочности ($\sigma_{0,2}$ снижается с 890 до 660 МПа, σ_B – с 1080 до 970 МПа) и повышение пластичности (δ увеличивается с 33 до 43%, ψ – с 58 до 62%) и вязкости материала (таблица 5.3). Исследования микроструктуры показали, что формируется равномерная по сечению листа структура, состоящая из равноосных зерен полиэдрической формы с двойниками отжига средним размером 16 мкм (9 балл) (рисунок 5.5 а-е). Границы зерен чистые от выделений вторичных фаз. Это обеспечивает получение высоких значений ударной вязкости 154 – 200 Дж/см².

В результате проведения термической обработки по режиму ТО – 2 происходит рост зерен до 30 – 40 мкм (7 балл), наблюдается слабая разнотернистость, размер некоторых зерен достигает порядка 100 мкм, формирующихся вследствие начала собирательной рекристаллизации. Границы зерен чистые от частиц вторичных фаз. Происходит снижение характеристик прочности ($\sigma_{0,2}$ снижается с 875 до 485 МПа, σ_B – с 1055 до 875 МПа) и повышение пластичности (δ увеличивается с 31 до 57%, ψ – с 56 до 70%). Ударная вязкость также повышается до 209 Дж/см².

Таким образом, разработанные технологические режимы ВТМО и последующей ТО позволяют получать листовой прокат толщиной менее 20 мм, обеспечивая получение стабильных свойств в широком диапазоне значений:

- по пределу текучести – от 485 до 875 МПа;
- по пластическим свойствам: относительное удлинение от 30 до 57 %, относительное сужение от 59 до 70 %;
- по ударной вязкости: от 120 до 210 Дж/см².

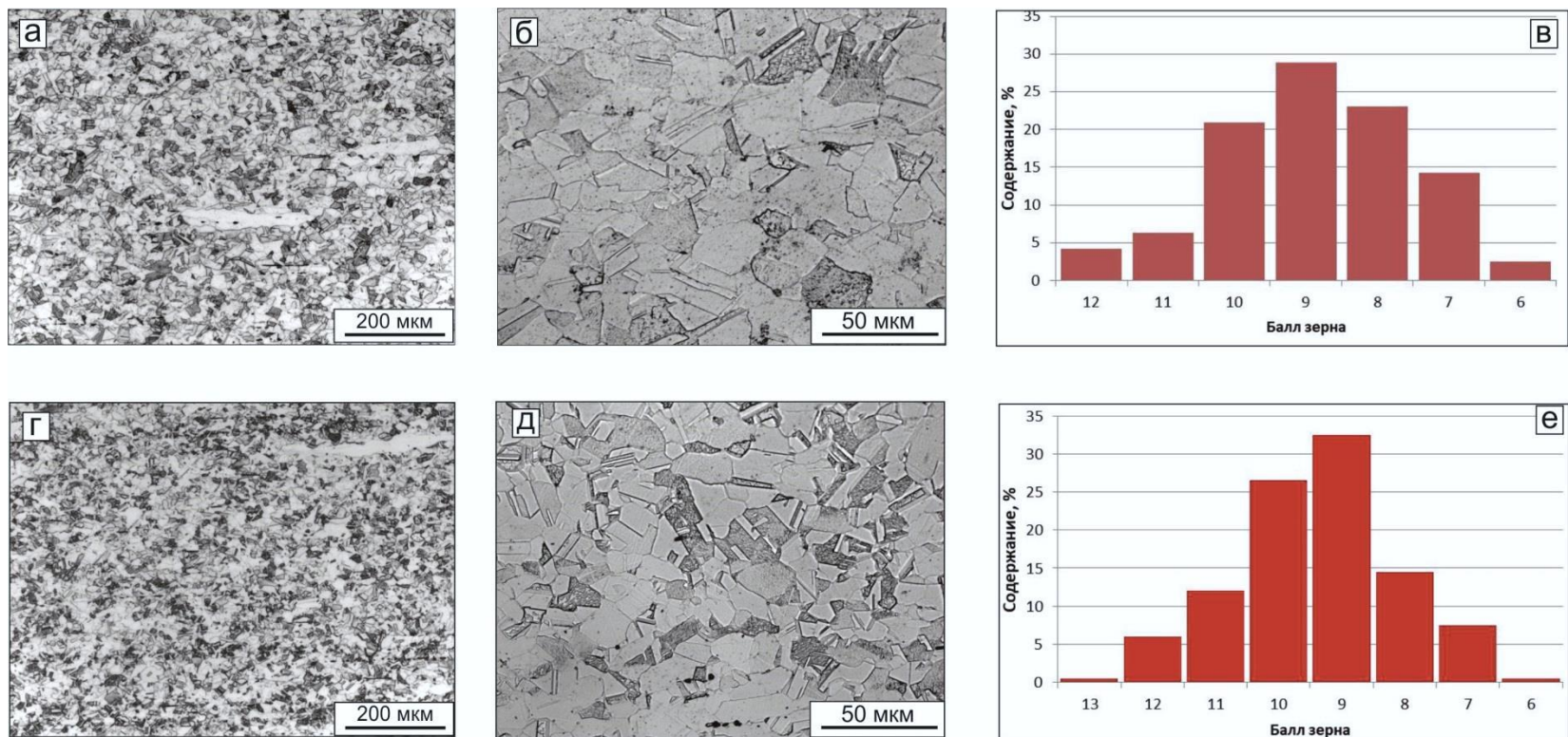


Рисунок 5.2 – Микроструктура листового проката из азотсодержащей стали марки 04X20H6Г11M2АФБ после ВТМО:

а-в) толщиной 18 мм; г-е) толщиной 15 мм.

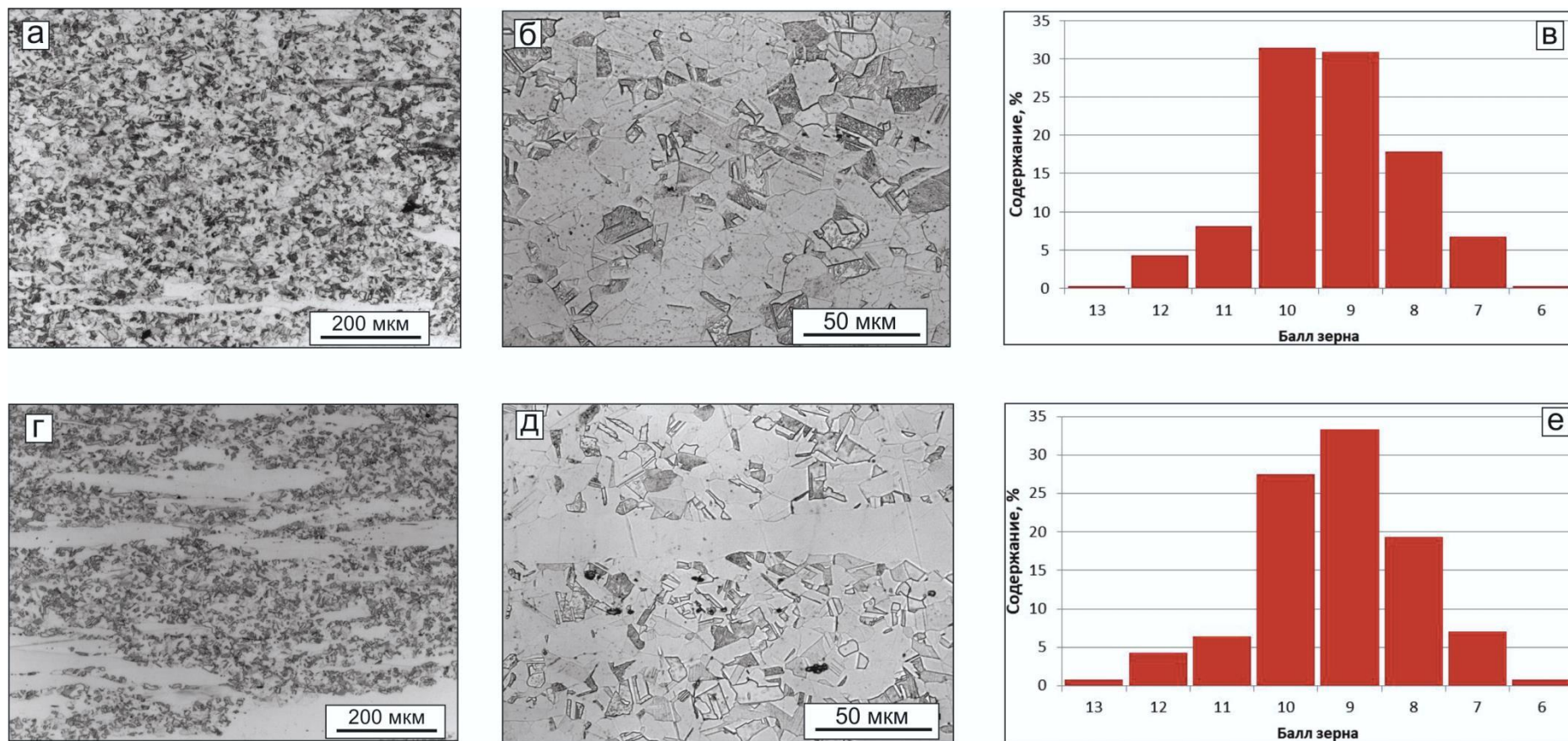


Рисунок 5.3 – Микроструктура листового проката из азотсодержащей стали марки 04X20N6Г11М2АФБ после ВТМО:
а-в) толщиной 15 мм; г-е) толщиной 10 мм.

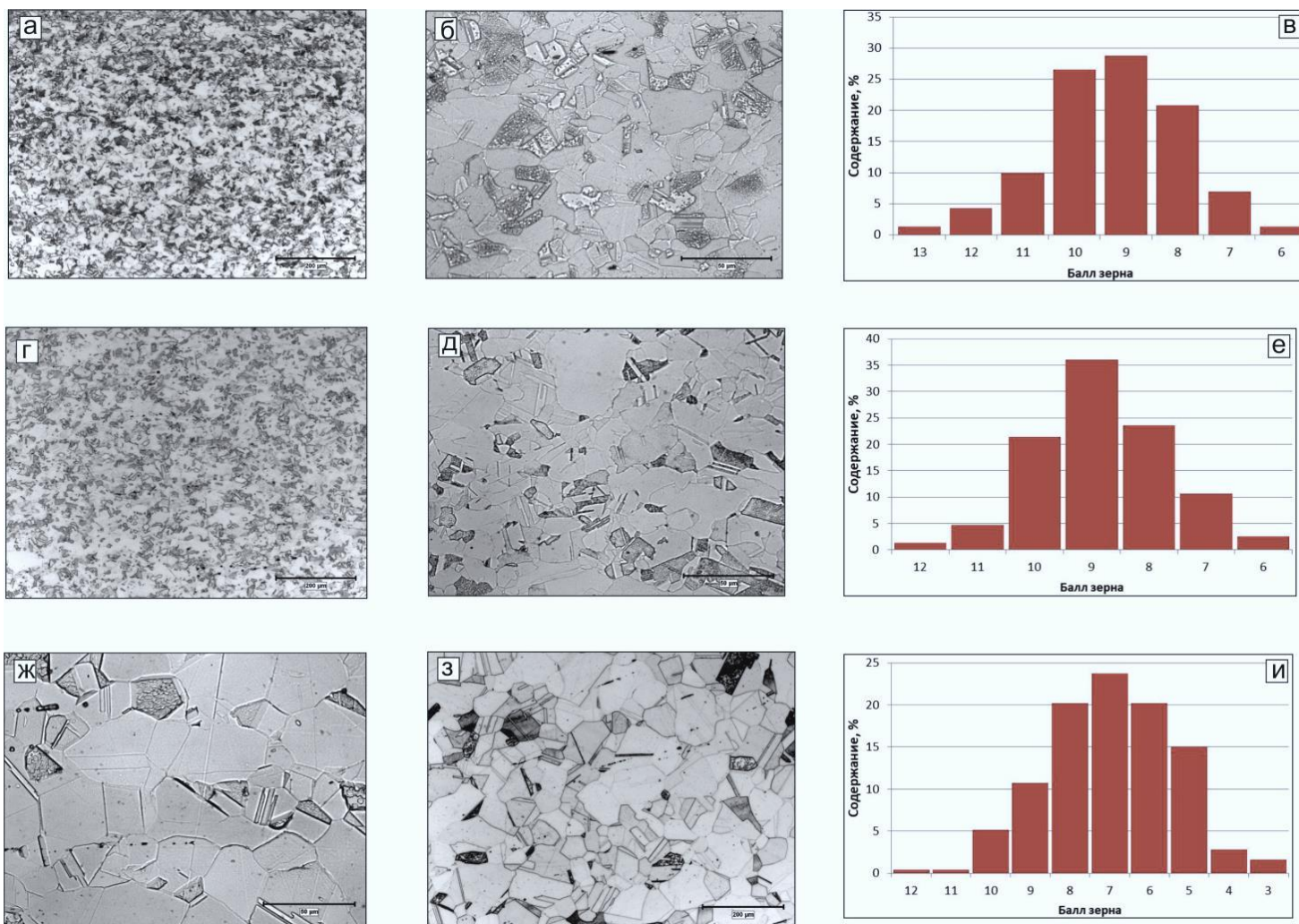


Рисунок 5.5 – Микроструктура листового проката после термической обработки:
 а-в) 15 мм; г-и) 10 мм;
 а-е) ТО-1; ж-и) ТО-2.

5.2 Свойства листового проката толщиной до 20 мм

С целью определения характеристик работоспособности исследуемой стали были проведены испытания, результаты которых приведены ниже.

Определение магнитной проницаемости стали

В результате проведения испытаний установлено, что величина магнитной проницаемости для азотсодержащей стали состава 1 (аустенитный) μ не превышала 1,001 Гс/Э; для состава 2, содержащего до 7 % δ -феррита – 1,3 Гс/Э. Полученные данные подтверждают, что высокопрочная коррозионно-стойкая азотсодержащая аустенитная сталь даже при содержании второй фазы – δ -феррита, сохраняет низкие значения магнитной проницаемости, оставаясь маломагнитной.

Определение критической температуры хрупкости

На рисунке 5.6 приведена зависимость ударной вязкости от температуры в диапазоне $(+20 \div -80)^\circ\text{C}$ для азотсодержащей стали в термически обработанном состоянии. Со снижением температуры испытания происходит снижение ударной вязкости с 230 Дж/см^2 при $+20^\circ\text{C}$ до 180 Дж/см^2 при -80°C , хрупко-вязкого перехода не наблюдается.

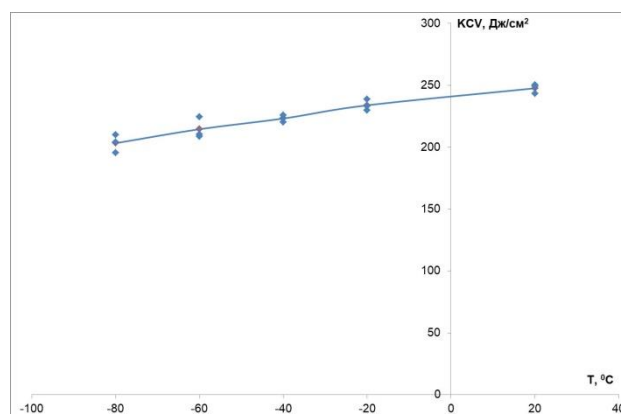


Рисунок 5.6 – Зависимость ударной вязкости от температуры.

Испытание стали на загиб

Испытания на способность листового проката выдерживать пластическую деформацию при изгибе показали, что все образцы выдержали испытания, трещин и дефектов не обнаружено (таблица 5.4).

Таблица 5.4 – Результаты испытания на изгиб проб толщиной 10 мм

Ø оправки, мм	Угол загиба, град.	Результат осмотра поверхности
40	180	Дефектов в растянутой зоне не обнаружено
40	180	Дефектов в растянутой зоне не обнаружено
40	180	Дефектов в растянутой зоне не обнаружено

Определение коррозионной стойкости

Также проведены испытания на сопротивление азотсодержащей стали различным видам коррозии.

Результаты оценки стойкости азотсодержащей стали к различным видам коррозии приведены в таблице 5.5 в сравнении со стандартной коррозионностойкой аустенитной сталью марки 08X18H10T.

Таблица 5.5 – Сравнительные результаты оценки стойкости азотсодержащей стали марки 04X20H6Г11М2АФБ и аустенитной сталью марки 08X18H10T к различным видам коррозии

Показатели коррозионной стойкости	Марка стали	
	04X20H6Г11М2АФБ	08X18H10T
Потенциал коррозии	+0,1 ÷ +0,25 В	0 ÷ (-0,1) В
Средняя условная скорость ПК	0,76 г·м ⁻² ·ч ⁻¹	1,1 г·м ⁻² ·ч ⁻¹
потеря массы при испытании на ЩК	0,42÷0,48 г	0,54 г

Результаты испытаний листового проката на стойкость против межкристаллитной коррозии приведены в таблице 5.6 и на рисунке 5.7 и показывают, что сталь не проявляет склонности к МКК.

Таблица 5.6 – Результаты оценки склонности к МКК.

Толщина, мм	Маркировка образцов	Температура провоцирующего отжига, °С	Результат
10	1	700	Не склонен к МКК
	2		Не склонен к МКК
	3		Не склонен к МКК
	4		Свидетель
	5	800	Не склонен к МКК
	6		Не склонен к МКК
	7		Не склонен к МКК
	8		Свидетель

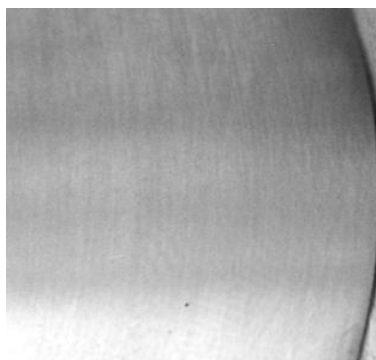


Рисунок 5.7 – Внешний вид образца после испытаний на МКК.

Образцы листового проката также не проявили склонности к коррозионному растрескиванию в 3,5% растворе NaCl. Средние значения разрушающих напряжений образцов, испытанных на воздухе - $\sigma_C^{гозд} = 1684$ МПа и в 3,5% NaCl - $\sigma_{SCC}^{NaCl} = 1616$ МПа. Коэффициент трещиностойкости $\beta = \sigma_{SCC}^{NaCl} / \sigma_C^{гозд}$ равен 0,96, что свидетельствует об отсутствии склонности к коррозионному растрескиванию при условии, что не склонной к коррозионному растрескиванию считается сталь со значением $\beta > 0,85$.

Полученные данные показывают высокую стойкость азотсодержащей стали к различным видам коррозии.

Оценка длительной статической прочности

Предел длительной статической прочности определяли на листовом прокате толщиной 10 мм при температуре +20°C при растяжении на цилиндрических образцах с диаметром рабочей части $d_0=6$ мм на базе 500 часов. Результаты испытаний приведены в таблице 5.7.

Таблица 5.7 - Результаты измерений длительной статической прочности

№ п/п	Маркировка образца	Температура, °С	Напряжение, $\sigma_{исп}$, МПа	Результаты испытаний		
				Продолжительность, час	Относительное удлинение, $\delta\%$	Относительное сужение, $\psi\%$
1	б/м-1	20	750	550*	39,67	27,71
2	б/м-2	20	791	550*	32,67	23,05
3	б/м-3	20	810	2	66,67	71,85

*- снят без разрушения

Фактическое значение $\sigma_{вmin} = 833$ МПа.

Заключение: $\sigma_B^{500} = 0,95\sigma_B = 791$ МПа.

Определение кинетических характеристик развития усталостной трещины в стали на воздухе и в морской воде при температуре +20°C на листовом прокате толщиной 10 мм. Призматические образцы с размерами 10x50x240 мм с боковой трещиной (тип 4 по ГОСТ 25.506-85) испытывали на трехточечный изгиб. Направление вырезки – поперек проката, надрез производился с торца листа.

По результатам испытаний строились зависимости П. Париса $dL/dN=C(\Delta K)^m$ с определением параметров C и m (на среднеамплитудном участке).

Полученные расчетно-экспериментальные данные глубины трещины и зависимости скорости роста усталостной трещины da/dN (мм/цикл) от размаха коэффициента интенсивности напряжений ΔK_I (МПа·мм^{0,5}) и эффективных значений размаха $\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{op}$.

Полученные экспериментальные данные « $da/dN - \Delta K_I$ » аппроксимированы для образцов, испытанных на воздухе, и для образцов, испытанных в морской воде, степенной зависимостью П. Париса $da/dN = C(\Delta K)^m$ и показаны в двойных логарифмических координатах на рисунке 5.8 (испытание на воздухе) и рисунке 5.9 (испытание в

морской воде). Для демонстрации влияния агрессивной среды на рисунке 5.10 представлены совместно аппроксимирующие прямые, полученные при испытаниях испытуемого материала на воздухе и в морской воде. Параметры C и m определяли методом наименьших квадратов и приведены в таблице 5.8. В этой таблице наряду с соответствующим средней кривой значения коэффициента C , приведено его значение, соответствующее средней кривой $+2SD$, где SD – среднеквадратичное отклонение, что соответствует доверительной вероятности 0,95.

Таблица 5.8 – Параметры кинетики роста усталостной трещины в воздухе и морской воде

Маркировка образца	Среда испытания	Параметры степенной зависимости П. Париса			Коэффициент корреляции r
		m	C		
			Средняя кривая	Средняя кривая $+2SD$	
10-1, 10-2	воздух	4,53	$1,06 \cdot 10^{-18}$	$2,08 \cdot 10^{-18}$	0,961
10-3, 10-4	морская вода	3,52	$2,72 \cdot 10^{-15}$	$4,35 \cdot 10^{-15}$	0,964

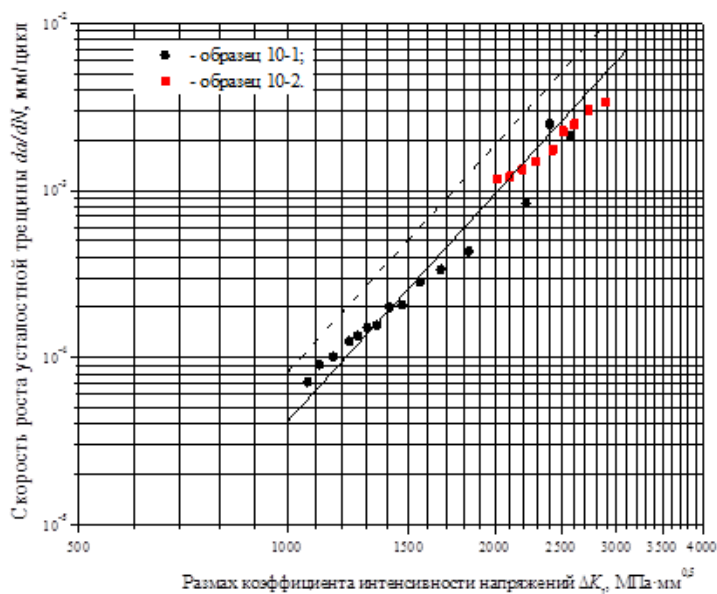


Рисунок 5.8 – Экспериментальная зависимость « $da/dN - \Delta K_I$ », а также аппроксимирующая прямая, полученная при испытаниях образцов 10-1 и 10-2 на воздухе:

- среднее значение;
- среднее значение $+ 2SD$.

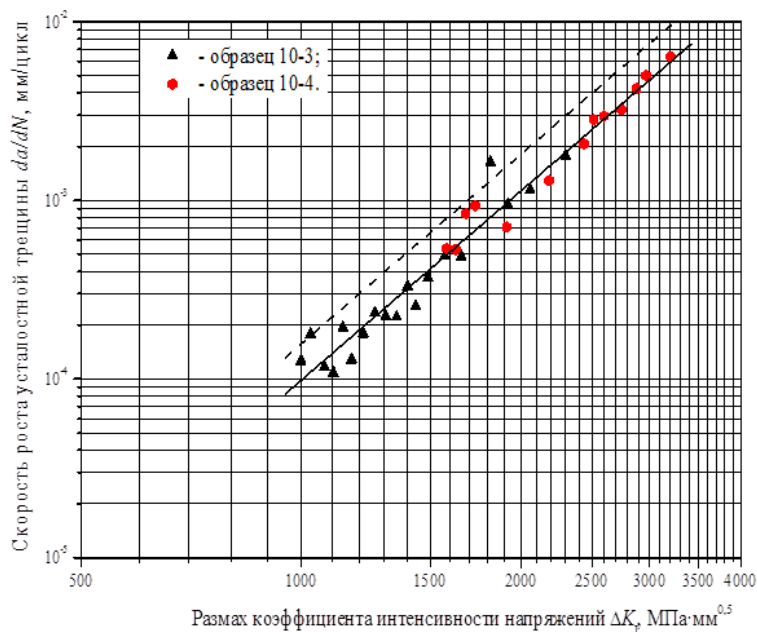


Рисунок 5.9 – Экспериментальная зависимость « $da/dN - \Delta K_I$ », а также аппроксимирующая прямая, полученная при испытаниях образцов 10-3 и 10-4 в морской воде:
 — среднее значение;
 --- среднее значение + $2SD$.

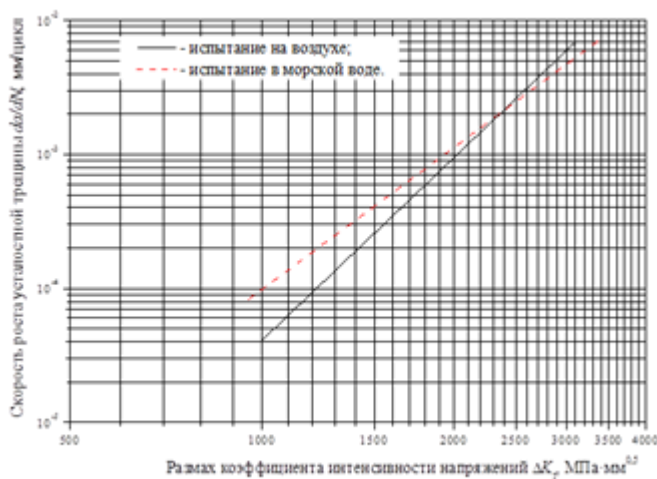


Рисунок 5.10 – Аппроксимирующие прямые, полученные при испытаниях материала на воздухе и в морской воде (средние значения)

Результаты проведенных испытаний оказывают высокие эксплуатационные свойства исследуемой стали, что позволяет рекомендовать данный материал для изготовления ответственных конструкций.

ВЫВОДЫ по главе 5:

1. В результате проведения горячей прокатки в промышленных условиях АО «ВМК «Красный Октябрь» на «стане 2000» по предложенной принципиальной схеме получена однородная зеренная структура по сечению для листов толщиной более 10 мм со средним размером зерна 15–30 мкм (8–9 балл). В ходе ВТМО на первом этапе осуществлено накопление суммарной степени деформации ~ 40–45% с обжатиями 15–20% за проход, обеспечивающей протекание процессов ДР и МДР для формирования заданной структуры, и наклеп на последних проходах для получения стабильных высоких механических свойств: средний предел прочности 1060–1080 МПа, средний предел текучести 660 и 850–890 МПа, с сохранением высоких показателей пластичности и вязкости: ударная вязкость – 125–145 Дж/см².

Важно отметить, что увеличение толщины исходной заготовки позволило обеспечить 4-5-ти кратные обжатия с суммарной степенью деформации 65–75%, а также сохранить высокую температуру (1100–1050°C) на первых этапах в процессе горячей прокатки, что проявляется в полноте прохождения процессов рекристаллизации.

2. Установлено, что неравномерность структуры в листах толщиной менее 10 мм связана с малой толщиной подката (31 мм), в котором за счет высокой скорости теплоотвода процессы рекристаллизации не проходят в полной мере, успевая реализоваться не более чем на 50%.

3. На основании проведенных исследований предложены и осуществлены режимы термической обработки, позволяющие достигать механических свойств в широком диапазоне значений. При реализации режима ТО – 1 (закалка с температур 1050–1100°C) происходит снижение характеристик прочности ($\sigma_{0,2}$ снижается с 890 до 660 МПа, σ_B – с 1080 до 970 МПа) и повышение пластичности (δ увеличивается с 33 до 43%, ψ – с 58 до 62%) и вязкости материала с формированием равномерной по сечению листа структуры, состоящей из равноосных зерен полиэдрической формы с двойниками отжига средним размером 16 мкм (9 балл). Границы зерен чисты от выделений вторичных фаз, что обуславливает получение высоких значений ударной вязкости (150–182 Дж/см²).

В результате проведения термической обработки по режиму ТО – 2 (закалка с температуры 1200°С) наблюдается рост зерен и слабая разнотерность, формирующаяся вследствие начала собирательной рекристаллизации. Границы зерен чистые от частиц вторичных фаз. Происходит снижение характеристик прочности ($\sigma_{0,2}$ снижается с 875 до 485 МПа, σ_b – с 1055 до 875 МПа) и повышение пластичности (δ увеличивается с 31 до 57%, ψ – с 56 до 70%). Ударная вязкость также повышается до 209 Дж/см².

5. По результатам проведенных испытаний установлено, что сталь является маломангнитной, имеет высокую коррозионную стойкость, а также не наблюдается вязко-хрупкий переход до температуры –80°С, что позволяет рекомендовать данный материал для изготовления ответственных конструкций, в том числе и хладостойких.

6. Предложенные технологические режимы промышленного производства листового проката с гарантированным уровнем механических свойств по ТУ 5.961-11837-2004 и ТУ 0985-087-07516250-2012 внедрены в процессе изготовления стали на АО «ВМК «Красный Октябрь» и внесены в технологическую документацию (протокол поставки № 132-109-2014 и технологические распоряжения 06/ТУ-777 от 08.05.2014г.).

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. В результате проведения термодинамических расчетов установлено, что по содержанию легирующих элементов высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей аустенитной стали марки 04X20H6Г11M2АФБ в рамках химического состава по соотношению $Cr_{эКВ}/Ni_{эКВ}$ можно прогнозировать содержание δ -феррита при кристаллизации, затвердевании и последующем охлаждении стали в твердом состоянии. При соотношении $Cr_{эКВ}/Ni_{эКВ} = 1,25$ (состав 1) δ -феррит существует только в интервале температур, соответствующих ликвидусу и солидусу, тогда как при соотношении – $Cr_{эКВ}/Ni_{эКВ} = 1,57$ (состав 2) сохраняется и ниже температуры солидус в количестве 7 % в твердом состоянии. Данные термодинамических расчетов подтверждены исследованиями литой структуры высокопрочной азотсодержащей стали.

2. В процессе кристаллизации, затвердевания и охлаждения слитка образуются частицы различного размера и морфологии:

– крупные частицы вытянутой и кубической формы первичных высокотемпературных нитридов ниобия размером от 100 до 350 нм, которые труднорастворимы при последующей термической обработке и могут дополнительно охрупчивать сталь;

– мелкодисперсные частицы нитридов/карбонитридов на основе ванадия размером от 2 до 10 нм, которые равномерно распределены по всему объему зерна.

3. В результате исследования процессов структурообразования при горячей деформации установлено, что азотсодержащая сталь марки 04X20H6Г11M2АФБ, в фазовом составе имеющая δ -феррит (состав 2 с 7% δ -феррита), упрочняется на 8% меньше в сравнении с полностью аустенитным составом (состав 1). С повышением температуры и снижением скорости деформации напряжения «пика» (σ_p) монотонно снижаются для стали обоих составов. При повышении температуры деформирования также снижается пороговая степень деформации (ϵ_p). При увеличении скорости деформации данная зависимость становится менее выраженной, и при скорости деформации 10 с^{-1} ϵ_p практически не изменяется.

4. По методу релаксации напряжений определены параметры статической и метадинамической рекристаллизации. Установлено, что статическая рекристаллиза-

ция не оказывает существенного влияния на формирование структуры стали. Формирование конечной структуры происходит за счет осуществления процессов динамической рекристаллизации в ходе горячей деформации, а также метадинамической рекристаллизации в междеформационной паузе.

5. Установлено, что деформация стимулирует процесс выделения вторичных фаз как по границам, так и в теле зерен в интервале температур 800–1000°C. По кривым релаксации напряжений определен временной интервал выделения вторичных фаз в процессе изотермической выдержки при температуре деформирования, который составляет 1–3 с.

6. На основании установленных закономерностей формирования структуры азотсодержащей стали в процессе горячей деформации предложена принципиальная схема многопроходной горячей прокатки (для изготовления листового проката толщиной до 20 мм), позволяющая получать равномерную мелкозернистую структуру по сечению листа и заключающаяся в дробной деформации 10–20% за проход при температуре не ниже 1050°C, обеспечивающих накопление необходимой суммарной степени деформации на начальных этапах прокатки для осуществления процессов динамической и метадинамической рекристаллизации.

7. Разработанные режимы горячей пластической деформации реализованы в условиях опытно-экспериментального стана «Кварто 800» НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей». При этом установлено, что для равномерного распределения температуры по сечению листа необходимо увеличить исходную толщину заготовки, что будет способствовать на начальных этапах прокатки наиболее равномерной реализации процессов динамической и метадинамической рекристаллизации.

8. Установлено, что, несмотря на положительное влияние δ -феррита на формирование однородной структуры по сечению листа в процессе многопроходной горячей деформации, его содержание в количестве 7% способствует снижению ударной вязкости исследуемой стали. Во избежание отрицательного эффекта δ -феррита необходимо провести дополнительные работы по корректировке химического состава азотсодержащей стали, а также исследовать влияние содержания указанной фазы менее 7% на формирование конечной структуры и свойства стали.

9. Для снижения возникших в результате горячей деформации внутренних напряжений, особенно, на листах толщиной ниже 10 мм, необходимо проводить термическую обработку. В результате изучения процессов формирования структуры, происходящих при термической обработке, установлено, что:

- в температурном интервале 900–950°C происходит активное выделение, рост и коагуляция вторичных фаз типа Cr_2N , Cr_{23}C_6 , а также распад δ -феррита с образованием смеси (γ + σ -фазы);
- при температуре 1000°C происходит некоторое разупрочнение за счет реализации процесса статического возврата;
- в температурном интервале 1050–1100°C проходит процесс статической рекристаллизации, приводящий к полному снятию наклепа;
- при температуре выше 1100°C происходит рост зерна, начинается собирательная рекристаллизация.

На основании полученных результатов рекомендованы режимы термической обработки:

- для снятия внутренних остаточных напряжений термическую обработку проводить при температуре 1000-1050°C с выдержкой 1,5 мин/мм, с последующим охлаждением в воде;
- для снятия наклепа термическую обработку проводить при температуре 1200 °C с выдержкой 1,5 мин/мм, с последующим охлаждением в воде.

10. Разработаны технологические режимы изготовления листового проката толщиной до 20 мм из высокопрочной азотсодержащей стали марки 04X20H6Г11М2АФБ, обеспечивающие в промышленных условиях стабильное получение однородной мелкозернистой структуры и механических свойств в широком диапазоне предела текучести от 475 до 875 МПа, при сохранении высоких пластических и вязких свойств стали.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Разуваев Е.И., Капитаненко Д.В. Влияние термомеханической обработки на структуру и свойства аустенитных сталей // Труды ВИАМ. – 2013. – № 5. [Электронный ресурс] URL: http://viam-works.ru/ru/articles?art_id=32 (дата обращения: 16.04.2018).
2. Науменко В.В., Шлямнев А.П., Филиппов Г.А. Азот в аустенитных нержавеющих сталях различных систем легирования // Metallurg. – 2011. – № 6. – С. 46–53.
3. Plaut R.L., Herrera C., Escriba D.M., Rios P.R., Padilha A.F. A short review on wrought austenitic stainless steels at high temperatures: processing, microstructure, properties and performance // Materials research. – 2007. – V. 10. – No 4. – P. 453–460.
4. ГОСТ 5632-72. Стали высоколегированные и сплавы коррозионно-стойкие, жаростойкие и жаропрочные.
5. Гуляев А.П. Металловедение. – М.: Metallurgiya, 1978. – 648 с.
6. Шлямнев А.П., Углов В.А., Филиппов Г.А., Шабалов И.П., Мухатдинов Н.Х. Нержавеющие стали с азотом: структура, свойства, вопросы технологии производства // Черная металлургия. – 2013. – № 2. – С. 42–57.
7. Padilha A.F., Rios P.R. Decomposition of austenite in austenitic stainless steels // ISIJ International. – 2002. – V. 42. – No 4. – P. 325–337.
8. Sourmail T. Literature review: Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels // Materials science and technology. – 2001. – V. 17. – P. 1–14.
9. Handbook stainless steel. Outokumpu. – Sweden, 2013. – P. 88.
10. Мушникова С.Ю., Костин С.К., Сагарадзе В.В., Катаева Н.В. Структура, свойства и сопротивление коррозионному растрескиванию азотсодержащей аустенитной стали, упрочненной термомеханической обработкой // Физика металлов и металлостроение. – 2017. – Т. 118. – № 11. – С. 1223–1235.
11. Фетисов Г.П., Карпман М.Г. и др. Металловедение и технология металлов. – М.: Высшая школа. – 2001. – 638 с.
12. Перспективные материалы. Т. 2: Конструкционные материалы и методы управления их качеством: уч. пособие / под ред. Д.Л. Мерсона. – М.: МИСИС. – 2007. – 466 с.

13. Гаврилюк В.Г. Углерод, азот и водород в сталях: пластичность и хрупкость // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. – 2015. – Т. 58. – № 10. – С. 761–768.
14. Gavriljuk V.G. Nitrogen in iron and steel // ISIJ International. – 1996. – V. 36. – No 7. – P. 738–745.
15. Гудремон Э. Специальные стали. Изд. 2-е. В 2 т. – М.: Металлургия. – 1966. – 1274 с.
16. Гольдштейн М.И., Грачев С.В., Векслер Ю.Г. Специальные стали: уч-ник для вузов. – М.: Металлургия. – 1985. – 408 с.
17. Cobelli P. Development of ultrahigh strength austenitic stainless steels alloyed with nitrogen. A dissertation for the degree of doctor of technical science // Diss. ETH № 15025. – Zurich. – 2003. – P. 124.
18. Вихарева Т.В., Калинин Г.Ю., Мушникова С.Ю. Исследование влияния аустенитообразующих элементов на структуру и свойства аустенитной азотсодержащей стали 04X20H6Г11M2АФБ // Труды конференции молодых ученых и специалистов ЦНИИ КМ «Прометей». – СПб., 2007. – С. 5–11.
19. Rawers J.C., White H., Doan R. Nitrogen addition to bcc-Fe // ISIJ International. – 1996. – V. 36. – No 7. – P. 746–749.
20. Müllner P., Solenthaler C., Uggowitzer P., Speidel M.O. On the effect of nitrogen on the dislocation structure of austenitic stainless steel // Materials science and engineering. – 1993. – A 164. – P. 164–169.
21. Калинин Г.Ю. Создание азотсодержащей маломангнитной стали с пределом текучести 400 Н/мм²: дисс. ... канд. тех. наук. – СПб., 1999. – 179 с.
22. Калинин Г.Ю., Легостаев Ю.Л., Малышевский В.А., Мушникова С.Ю., Харьков А.А. Новая коррозионно-стойкая азотсодержащая аустенитная сталь НС–5Т // Вопросы материаловедения. – 1996. – № 3(6). – С. 5–15.
23. Горынин И.В., Малышевский В.А., Калинин Г.Ю., Мушникова С. Ю., Банных О.А. и др. Коррозионно-стойкие высокопрочные азотистые стали // Вопросы материаловедения. – 2009. – № 3(59). – С. 7–16.
24. Блинов В.М., Банных О.А., Костина М.В., Ригина Л.Г., Блинов Е.В. О влиянии легирования на предельную растворимость азота в коррозионно-стойких низкоуглеродистых сплавах Fe-Cr-Mn-Ni-Mo // Металлы. – 2004. – № 4. – С. 336–342.

25. Катада Э., Ванищцу Н., Баба Х. Стали с повышенным содержанием азота, разработанные в Национальном институте материаловедения // *Металловедение и термическая обработка металлов.* – 2005. – № 11(605). – С. 14–16.
26. Шпайдель М.О. Новые азотосодержащие аустенитные нержавеющие стали с высокими прочностью и пластичностью // *Металловедение и термическая обработка металлов.* – 2005. – № 11(605). – С. 9–14.
27. Банных О.А., Блинов В.М. Дисперсионно–твердеющие немагнитные ванадийсодержащие стали – М.: Наука. – 1980. – 190 с.
28. Свяжин А.Г., Шайдурова Е.С., Сивка Е., Капуткина Л.М., Прокошкина В.Г. Структура стали 08X18N10T и распределение азота между фазами после кристаллизации // *Известия высших учебных заведений. Черная металлургия.* – 2005. – № 5. – С. 40–42.
29. Капуткина Л.М., Свяжин А.Г., Прокошкина В.Г. Растворение и выделение избыточных фаз и распределение азота между твердым раствором и нитридами в коррозионно-стойкой стали // *Металлы.* – 2006. – № 5. – С. 88–94.
30. Капуткина Л.М., Блинов Е.В., Смарыгина И.В., Киндоп В.Э., Щетинин И.В. Структура и прочность малоникелевой азотистой коррозионно-стойкой стали в литом и деформированном состоянии // *Известия высших учебных заведений. Черная металлургия.* – 2015. – Т. 58. – № 11. – С. 828–836.
31. Приданцев М.В., Талов Н.П., Левин Ф.Л. Высокопрочные аустенитные стали. – М.: Металлургия. – 1969. – 248 с.
32. Свяжин А.Г., Баженов В.Е., Капуткина Л.М., Сивка Е., Киндоп В.Э. Критическая концентрация азота в высокоазотистых сталях, обеспечивающая получение плотного слитка // *Металлург.* – 2014. – № 11. – С. 41–46.
33. Lo K.H., Shek C.H., Lai J.K.L. Recent development in stainless steels // *Materials science and engineering.* – 2009. – R 65. – P. 39–104.
34. Knyazeva M., Pohl M. Duplex steels. Part II: carbides and nitrides // *Metallography, microstructure and analysis.* – 2013. – V. 2. – Issue 5. – P. 343–351.
35. Moon J., Lee T.-H., Shin J.-H., Lee J.-W. Hot working behavior of a nitrogen – alloyed Fe-18Mn-18Cr-N austenitic stainless steel // *Materials science and engineering.* – 2014. – V. 594. – P. 302–308.

36. Hwang B., Lee T-H., Kim S-J. Effect of alloying elements on ductile-to-brittle transition behavior of high-interstitial-alloyed 18Cr-10Mn austenitic steels // *Procedia Engineering*. – 2011. – No 10. – P. 409–414.
37. Солнцев Ю.П. Современные и перспективные стали криогенной техники // *Перспективные материалы*. – 1998. – № 3. – С. 68–81.
38. Химушин Ф.Ф. Нержавеющие стали. – М.: Металлургия. – 1967. – 780 с.
39. Липпольд Д., Котеки Д. Металлургия сварки и свариваемость нержавеющей сталей. – СПб.: Изд-во Политехнического университета. – 2011. – 467 с.
40. Сокол И.Я. Двухфазные стали. – М.: Металлургия. – 1974. – 216 с.
41. Кристини С.И., Саччи Б., Гуэрини Э., Трасатти С., Трасатти Ст.П. Определение сигма-фазы в двухфазной нержавеющей стали с 22% Cr электрохимическим методом // *Электрохимия*. – Т. 46. – № 10. – 2010. – С. 1168–1175.
42. Olson D.L. Prediction of austenitic weld metal microstructure and properties // *Welding research supplement*. – 1985. – Vol. 305. – P. 281–295.
43. Speidel M. High Nitrogen Steels // HNS 2009. Proceedings of the 10th International Conference. – 2009. – P. 121.
44. Казаков А.А., Шахматов А.В., Колпишон Э.Ю. Литая структура и наследственность высокохромистой стали с азотом // *Тяжелое машиностроение*. – 2015. – № 1–2. – С. 19–24.
45. Saied M. Experimental and numerical modeling of the dissolution of delta ferrite in the Fe-Cr-Ni system: application to the austenitic stainless steels // *Materials*. – Grenoble Alpes University. – 2016. – P. 210.
46. Padilha A.F., Tavares C.F., Martorano M.A. Delta ferrite formation in austenitic stainless steel casting // *Materials science forum*. – 2013. – V. 730–732. – P. 733–738.
47. Martorano M.A., Tavares C.F., Padilha A.F. Predicting delta ferrite content in stainless steel casting // *ISIJ International*. – 2012. – V. 52. – No 6. – P. 1054–1065.
48. David S.A., Vitek J.M., Hebble T.L. Effect of rapid solidification on stainless steel weld metal microstructures and its implications on the Schaeffler diagram // *Welding research supplement*. – 1987. – P. 289–300.
49. Tehovnik F., Vodopivec F., Kosec L., Godec M. Hot ductility of austenite stainless steel with a solidification structure // *Materiali in tehnologije*. – 2006. – No 40(4). – P. 129–137.

50. Tehovnik F., Petrovič D.S., Vode F., Burja J. Influence of molybdenum on the hot-tensile properties of austenitic stainless steels // *Materiali in tehnologije*. – 2012. – No 46(6). – P. 649–655.
51. Fu J.W., Yang Y.S., Guo J.J., Ma J.C., Tong W.H. Formation of two-phase coupled microstructure in AISI 304 stainless steel during direction solidification // *Journal of materials research*. – 2009. – V. 24. – No 7. – P. 2385–2390.
52. Казаков А.А., Орыщенко А.С., Фомина О.В., Житенев А.И., Вихарева Т.В. Управление природой δ -феррита в азотсодержащих хромоникельмарганцевых сталях // *Вопросы материаловедения*. – 2017. – № 1 (89). – С. 7–21.
53. Косицына И.И., Сагарадзе В.В. Высокопрочные аустенитные стали с карбидным упрочнением. – Екатеринбург: УрО РАН. – 2010. – 178 с.
54. Сокол И.Я. Двухфазные стали. – М.: Металлургия. – 1974. – 216 с.
55. Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В. Исследования эволюции структуры азотистой коррозионно-стойкой аустенитной стали 06X21AG10H7MФБ при термомеханическом и термическом воздействии // *Вопросы материаловедения*. – 2006. – № 1(45). – С. 9–19.
56. Коджаспиров Г.Е., Рудской А.И., Рыбин В.В. Физические основы и ресурсосберегающие технологии изготовления изделий пластическим деформированием. – СПб.: Наука. – 2006. – 350 с.
57. Коджаспиров Г.Е., Сулягин Р.В., Карьялайнен Л.П. Влияние температурно-деформационных условий на упрочнение и разупрочнение азотсодержащих коррозионно-стойких сталей // *Металловедение и термическая обработка*. – 2005. – № 11(605). – С. 22 – 26.
58. Горелик С.С., Добаткин С.В., Капуткина Л.М. Рекристаллизация металлов и сплавов. – М.: МИСИС. – 2005. – 432 с.
59. Бернштейн М.Л. Структура деформированных металлов. – М.: Металлургия. – 1977. – 431 с.
60. Рекристаллизация металлических материалов / под ред. Ф. Хеснер. – М.: Металлургия. – 1982. – 352 с.
61. Спектор Я.И., Куницкая И.Н., Тумко А.Н. и др. Термокинетические диаграммы и механизмы рекристаллизации при многопроходной горячей деформации

специальных сталей // Нові матеріали і технології в металургії та машинобудуванні. – 2009. – № 1. – С. 11–17.

62. Спектор Я.И., Куницкая И.Н., Ольшанецкий В.Е. Динамическая рекристаллизация специальных сталей при многопроходной горячей деформации // Нові матеріали і технології в металургії та машинобудуванні. – 2010. – № 2 – С. 45–49.

63. Полухин П.И., Гун Г.Я., Галкин А.М. Сопротивление пластической деформации металлов и сплавов. – М.: Металлургия. – 1983. – 352 с.

64. Полухин П.И., Горелик С.С., Воронцов В.К. Физические основы пластической деформации. – М.: Металлургия. – 1982. – 584 с.

65. Humphreys F.J., Hatherly M. Recrystallization and related annealing phenomena. – Elsevier. – 2004. – 574 p.

66. Зисман А.А., Сошина Т.В., Хлусова Е.И. Выявление бывших аустенитных зерен и анализ кинетики метадинамической рекристаллизации аустенита низкоуглеродистой стали в условиях горячей прокатки // Письма о материалах. – 2012. – Т. 2. – С. 3–8.

67. Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов. – М.: Мир. – 1972. – 408 с.

68. Кондратьев Н.С., Трусов П.В. Механизмы образования зародышей рекристаллизации в металлах при термомеханической обработке // Вестник ПНИПУ. Механика. – 2016. – № 4. – С. 151–174.

69. Беляков А.Н. Изменение зеренной структуры в металлических материалах в результате пластической обработки // Физика металлов и металловедение. – 2009. – Т. 108. – № 4. – С. 412–423.

70. Sakai T., Belyakov A., Kaibyshev R., Miura H., Jonas J. J. Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions // Progress in Materials Science. – 2014. – V. 60. – P. 130–207.

71. Doherty R.D., Hughes D.A., Humphreys F.J., Jonas J.J., Jensen D. J., Kassner M.E., King W.E., McNelley T.R., McQueen H.J., Rollett A.D. Current issues in recrystallization: a review // Materials Science and Engineering A. – 1997. – V. 238. – P. 219–274.

72. Dehghan-Manshadi A., Barnett M.R., Hodgson P.D. Hot deformation and recrystallization of austenitic stainless steel: part I. Dynamic recrystallization // *Metallurgical and materials transactions A*. – 2008. – V. 39 A. – P. 1359–1370.
73. Evangelista E., McQueen H.J., Ryan N.D. Hot strength, dynamic recovery and dynamic recrystallization of 317 type stainless steel // *Metallurgical science and technology*. – 1987. – V. 5. – No 2. – P. 50–58.
74. Ponge D., Gottstein G. Necklace formation during dynamic recrystallization: mechanisms and impact on flow behavior // *Acta materialia*. – 1998. – V. 46. – No 1. – P. 69–80.
75. Вихарева Т.В., Фомина О.В., Калинин Г.Ю., Грибанова В.Б. Исследование динамической и статической рекристаллизации в аустенитной азотсодержащей стали в процессе ВТМО // *Металлург*. – 2016.– № 3. – С. 60–65.
76. Пуарье Ж.П. Высокотемпературная пластичность кристаллических тел. – М.: Металлургия. – 1982. – 272 с.
77. Zhang P., Yi C., Chen G., Qin H., Wang C. Constitutive model based on dynamic recrystallization behavior during thermal deformation of a nickel-based superalloy // *Metals*. – 2016. – No 6 (161). – P. 1–19.
78. Mirzadeh H., Cabrera J.M., Najafizadeh A., Calvillo P.R. EBSD study of a hot deformed austenitic stainless steel // *Materials science and engineering*. – 2012. – A 538. – P. 236–245.
79. Li Y., Wang Z., Zhang L., Luo C., Lai X. Arrhenius-type constitutive model and dynamic recrystallization behavior of V-5Cr-5Ti alloy during hot compression // *Transaction nonferrous metals society of China*. – 2015. – No 25. – P. 1889–1900.
80. Yang H., Li Z., Zhang Z. Investigation on Zener-Hollomon parameter in the warm-hot deformation behavior of 20CrMnTi // *Journal of Zhejiang university SCIENCE A*. – 2006. – No 7(8). – P. 1453–1460.
81. Ren F., Chen J., Chen F. Constitutive modeling of hot deformation behavior of X20Cr13 martensitic stainless steel with strain effect // *Transaction nonferrous metals society of China*. – 2014. – No 24. – P. 1407–1413.
82. Hoseini Asli A., Zarei-Hanzaki A. Dynamic recrystallization behavior of a Fe-Cr-Ni Super-Austenitic stainless steel // *Journal Materials Science Technology*. – 2009. – V. 25. – No 5. – P. 603–606.

83. Kliber J., Fabík R., Vitez I., Drozd K. Hot forming recrystallization kinetics in steel // *Metalurgija*. – 2010. – V. 49. – No 1. – P. 67–71.
84. Rehr C., Kleber S., Renk O., Pippan R. Effect of grain size in compression deformation on the microstructural evolution of an austenitic stainless steel // *Materials Science and Engineering*. – 2012. – A 540. – P. 55–62.
85. Kevanlo E., Ebrahimi G.R., Sani S.A.A., Momeni A. Dynamic Recrystallization Kinetics of AISI 403 Stainless Steel Using Hot Compression Test // *Iranian Journal of Materials Forming*. – 2014. – V. 1. – No 2. – P. 32–43.
86. Kuc D., Niewielski G. Technological plasticity and structure in stainless steels during hot-working // *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*. – 2009. – V. 32. – No 2. – P. 154–161.
87. Ghazani M. Sh., Vajd A., Mosadeg B. Prediction of critical stress and strain for onset of dynamic recrystallization in plain carbon steels // *Iranian Journal of Materials Science and Engineering*. – 2015. – V. 12. – No 1. – P. 52–58.
88. Gottstein G., Frommert M., Goerdeler M., Schafer N. Prediction of the critical conditions for dynamic recrystallization in the austenitic steel 800H // *Materials Science Engineering*. – 2004. – A 387. – P. 604–608.
89. Yazdipour N., Dehghan-Manshadi A., Davies C. H. J., Hodgson P.D. Simulation of dynamic recrystallization using irregular cellular automata // *Materials Forum*. – 2007. – V. 31. – P.164 –176.
90. Mirzadeh H., Najafizadeh A. Prediction of the critical conditions for initiation of dynamic recrystallization // *Materials and design*. – 2010. – V. 31. – Issue 3. – P. 1174–1779.
91. Sarkar A., Chakravartty J.K. Investigation of progress in dynamic recrystallization in two austenitic stainless steels exhibiting flow softening // *International journal of metallurgical engineering*. – 2013. – No 2 (2). – P. 130–136.
92. Трефилов В.И., Моисеев В.Ф., Печковский Э.П., Горная И.Д., Васильев А.Д. Деформационное упрочнение и разрушение поликристаллических металлов / под ред. В.И. Трефилова. – Киев: Наукова думка. – 1989. – 256 с.
93. Momeni A., Kazemi Sh., Ebrahimi G.R., Maldar A. Dynamic recrystallization and precipitation in high manganese austenitic steel during hot compression // *International Journal of Minerals: Metallurgy and Materials*. – 2014. – V. 21. – No 1. – P. 36–45.

94. Silva M.B.R., Gallego J., Cabrera J.M., Balancin O., Jorge A.M. Jr. Interaction between recrystallization and strain-induced precipitation in a high Nb- and N-bearing austenitic stainless steel: Influence of the interpass time // *Materials Science & Engineering*. – 2015. – A 637. – P. 189–200.
95. Ebrahimi G.R., Momeni A., Eskandari H. Interaction between Precipitation and Dynamic Recrystallization in HSLA-100 Microalloyed Steel // *Iranian Journal of Materials Forming*. – 2015. – V. 2. – No 1. – P. 43–50.
96. *Металловедение и термическая обработка стали. Т. 3: Термическая обработка металлопродукции / под ред. Бернштейна М.Л., Рахштадта А.Г.* – М.: Металлургия. – 1983. – 216 с.
97. Конева Н.А. Природа стадий пластической деформации // *Соросовский образовательный журнал*. – 1998. – № 10. – С. 99–105.
98. Козлов Э.В., Конева Н.А., Попова Н.А. Влияние размера зерна на структуру и механизмы деформации поликристаллов микро- и мезоуровня // *Письма о материалах*. – 2013. – Т. 3. – № 2(10). – С. 113–117.
99. Эфрос Н.Б. и др. Структура и механизмы упрочнения высокоазотистых аустенитных сталей // *Физика и техника высоких давлений*. – 2007. – Т. 17. – № 1. – С. 141–145.
100. Di Schino A., Kenny J.M. Grain refinement strengthening of a microcrystalline high nitrogen austenitic stainless steel // *Materials letters*. – 2003. – No 57. – P. 1830–1834.
101. Onomoto T., Terazawa Y., Tsuchiyama T., Takaki S. Effect of grain refinement on tensile properties in Fe–25Cr–1N alloy // *ISIJ International*. – 2009. – V. 49. – No 8. – P. 1246–1252.
102. Калинин Г.Ю., Легостаев Ю.Л., Малышевский В.А., Мушников С.Ю., Харьков А.А. Новая коррозионно-стойкая азотсодержащая сталь НС-5Т // *Вопросы материаловедения*. – 1996. – № 3 (6). – С. 5–15.
103. Малышевский В.А., Цуканов В.В., Калинин Г.Ю., Фомина О.В. Современные маломангнитные стали для судостроения // *Судостроение*. – 2009. – № 5. – С. 19–21.
104. Горынин И.В., Рыбин В.В., Малышевский В.А., Калинин Г.Ю., Мушников С.Ю., Малахов Н.В., Ямпольский В.Д. Создание перспективных принципиально

новых коррозионно-стойких корпусных сталей, легированных азотом // Вопросы материаловедения. – 2005. – № 2 (45). – С. 40–54.

105. Горынин И.В., Малышевский В.А., Калинин Г.Ю., Мушникова С.Ю., Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В. Коррозионно-стойкие высокопрочные азотистые стали // Вопросы материаловедения. – 2009. – № 3 (59). – С. 7–16.

106. Малышевский В.А., Калинин Г.Ю., Тепленичева А.С., Фомина О.В., Мушникова С.Ю., Харьков А.А. Высокопрочные аустенитные свариваемые стали для судостроения // Вопросы материаловедения. – 2014. – № 2 (78). – С. 26–35.

107. Калинин Г.Ю., Малышевский В.А., Мушникова С.Ю., Ямпольский В.Д. Влияние режима горячей пластической деформации на механические свойства и структуру высокопрочных коррозионно-стойких аустенитных сталей, легированных азотом // Вопросы материаловедения. – 2002. – № 2(30). – С. 5–11.

108. Калинин Г.Ю., Малышевский В.А., Мушникова С.Ю., Петров С.Н., Ямпольский В.Д. Влияние степени горячей пластической деформации на микроструктуру и механические свойства аустенитной высокопрочной коррозионно-стойкой стали 05X19H5Г12AM2БФ // Вопросы материаловедения. – 2002. – № 4 (36). – С. 5–10.

109. Калинин Г.Ю., Мушникова С.Ю., Нестерова Е.В., Фомина О.В., Харьков А.А. Исследование структуры и свойств высокопрочной коррозионно-стойкой азотистой стали 04X20H6Г11M2АФБ // Вопросы материаловедения. – 2006. – № 1 (45). – С. 45–53.

110. Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В. Исследования эволюции структуры азотистой коррозионно-стойкой аустенитной стали 06X21АГ10H7МФБ при термомодеформационном и термическом воздействии // Вопросы материаловедения. – 2006. – № 1 (45). – С. 9–20.

111. Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В., Блинов Е.В., Калинин Г.Ю. Влияние режимов горячей прокатки и термической обработки на структуру, механические и технологические свойства аустенитной азотсодержащей стали 05X22АГ15H8M2Ф-Ш // Металлы. – 2006. – № 4. – С. 33–41.

112. Сагарадзе В.В., Уваров А.И., Печеркина Н.Л., Малышевский В.А., Калинин Г.Ю., Ямпольский В.Д. Структура и механические свойства толстолистовой азотсодержащей аустенитной стали 04X20H6Г11M2АФБ // Физика металлов и металлургия. – 2006. – Т. 102. – № 2. – С. 250–256.

113. Малышевский В.А., Калинин Г.Ю., Фомина О.В., Круглова А.А., Вихарева Т.В. Особенности формирования структуры азотсодержащей стали при термодеформационном воздействии и ее взаимосвязь с механическими свойствами // Электromеталлургия. – 2014. – № 9. – С. 23–31.

114. ТУ 5.961-11837-2004 «Прокат листовой горячекатаный из коррозионно-стойкой азотсодержащей стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ».

115. Центр коллективного пользования (ЦКП) уникальным оборудованием «Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов «ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей» [Электронный ресурс] URL: <http://www.crismprometey.ru/test-center/ckp.aspx> (дата обращения: 16.04.2018).

116. Dynamic System Inc. [Электронный ресурс] URL: <https://www.gleeble.com/products/gleeble-systems/gleeble-3800.html> (дата обращения: 16.04.2018).

117. Perttula J.S., Karjalainen L.P. Recrystallization rates in austenite measured by double-compression and stress relaxation methods // Materials science and technology. – 1998. – V. 14. – Issue 7. – P. 626–630.

118. García-Mateo C., Lopez B., Rodriguez-Ibabe J.M. Static recrystallization kinetics in warm worked vanadium microalloyed steels // Materials science and engineering. – 2001. – A 303. – P. 216–225.

119. Рингинен Д.А. Формирование однородной структуры при термомеханической обработке в условиях стана 5000 и стабильность ударной вязкости и хладостойкости трубных сталей классов прочности X80 и X100: дисс. ... канд. техн. наук. – М., 2016.

120. Миронов С.Ю., Даниленко В.Н., Мышляев М.М., Корнева А.В. Анализ пространственного распределения ориентировок элементов структуры поликристаллов, получаемого методами просвечивающей электронной микроскопии и обратно рассеянного пучка электронов в сканирующем электронном микроскопе // Физика твердого тела. – 2005. – Т. 47. – № 7. – С. 1217–1225.

121. Tokyo Voeki Group [Электронный ресурс] URL: <http://emicroscope.ru/microscopes/microanaliz/ebsd> (дата обращения: 16.04.2018).

122. Oxford Instruments Inc. [Электронный ресурс] URL: <http://www.ebsd.com/ebsd-explained/principle-components-of-an-ebsd-system> (дата обращения: 16.04.2018).
123. Рыбин В.В., Рубцов А.С., Нестерова Е.В. Метод одиночных рефлексов (ОР) и его применение для электронномикроскопического анализа дисперсных фаз // Заводская лаборатория. – 1982. – № 5. – С. 21 – 26.
124. Fukumoto S., Iwasaki Y., Motomura H., Fukuda Y. Dissolution Behavior of ferrite in Continuously Cast Slabs of SUS304 during Heat Treatment // ISIJ International. – 2012. – V. 52. – No 1. – P. 74–79.
125. Shen L. J., Ma Y. L., Xing S. Q. The Morphology and Content of δ Ferrite in Non-Equilibrium Solidified 0Cr18Ni9 Austenitic Stainless Steel // Advanced Materials Research. – 2012. – V. 535–537. – P. 666–669.
126. Fu J. W., Yang Y. S., Guo J. J., Tong W. H. Effect of cooling rate on solidification microstructures in AISI 304 stainless steel // Materials Science and Technology. – 2008. – V. 4, № 8. – DOI 10.1179/174328408X295962
127. Фомина О.В., Костина М.В. Исследование влияния температурно-деформационных параметров при ВТМО на образование избыточных фаз в высокопрочной аустенитной азотсодержащей стали // Вопросы материаловедения. – 2017. – № 2(90). – С. 17–28.
128. Новиков И.И. Теория термической обработки металлов: уч-ник. – М.: Металлургия. – 1978. – 392 с.
129. Шкатов М.И., Артеменко Ю.А., Лукин С.А. Формирование микроструктуры при развитии динамической рекристаллизации аустенита в процессе горячей прокатки двухфазных сталей // Евразийский Союз Ученых (ЕСУ). – 2016. – № 5 (26). – С. 91–94
130. Эфрон Л.И. Металловедение в «большой» металлургии. Трубные стали. – М.: Металлургиздат. – 2012. – 696 с.
131. Dehghan-Manshadi A., Barnett M.R., Hodgson P.D. Hot deformation and recrystallization of austenitic stainless steel. P. 2: post-deformation recrystallization // Metallurgical and materials transactions A. – 2008. – V. 39 A. – P. 1371–1381.
132. Калинин Г.Ю., Мушников С.Ю., Фомина О.В., Тепленичева А.С., Зотов О.Г., Соколов С.Ф. Физическое моделирование процессов термомеханической


обработки высокопрочной азотсодержащей аустенитной стали и исследование их влияния на микроструктуру и свойства // *Металлы*. – 2011. – № 2. – С. 40–47.

133. Ebrahimi G.R., Momeni A., Eskandari H. Interaction between precipitation and dynamic recrystallization in HSLA-100 microalloyed steel // *Iranian Journal of Materials Forming*. – 2015. – V. 2. – No 1. – P. 43–50.

134. Сагарадзе В.В., Фомина О.В., Вихарева Т.В., Катаева Н.В., Кабанова И.Г., Завалишин В.А. Особенности распада дельта-феррита в азотсодержащих аустенитных сталях // *Физика металлов и металловедение*. – 2018. – Т. 119. – № 3. – С. 77–83.

УТВЕРЖДАЮ
 АО «ВМК «Красный Октябрь»
 Директор по технологии и качеству


 «26» 02
 С.В. Петров
 2017 г.



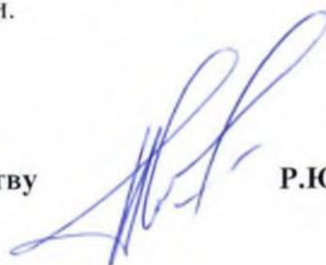
АКТ

внедрения результатов диссертационной работы Т.В. Вихаревой на тему: **«Управление структурой и свойствами немагнитных сталей при термической и термомеханической обработке на основе исследования кинетики выделения вторичных фаз и процессов рекристаллизации»**, представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук

При непосредственном участии ведущего инженера Вихаревой Т.В. в рамках выполнения договорных обязательств с АО «ВМК «Красный Октябрь» в 2012 – 2014 гг. разработаны режимы горячей пластической деформации и термической обработки при изготовлении листового проката толщиной менее 20 мм из высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей аустенитной стали, обеспечивающие получение равномерной мелкозернистой структуры по сечению листа, что позволяет получать гарантированный уровень механических свойств в широком диапазоне значений предела текучести 500 – 800 МПа без потери пластичности.

Предложенные Вихаревой Т.В. и её научным руководителем технологические режимы промышленного производства листового проката с гарантированным уровнем механических свойств по ТУ 5.961-11837-2004, ТУ 0985-087-07516250-2012 внедрены в процессе изготовления на АО «ВМК «Красный Октябрь», внесены в технологическую документацию: протокол поставки № 132-109-2014 и технологические распоряжения 06/ТУ-777 от 08.05.2014г., и переданы предприятию на безвозмездной основе, что позволило освоить производство высокопрочной коррозионностойкой аустенитной азотсодержащей стали, обладающей уникальным комплексом физико-механических свойств, дающим возможность применять её в нефтегазодобывающей, целлюлозно-бумажной промышленности, а также для строительства заказов судостроения, к которым предъявляются повышенные требования по надежности и работоспособности.

Заместитель директора по технологии и качеству



Р.Ю. Писарев