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

На правах рукописи

Joif-

УДК 669.15786-194.56:539.2 ГРНТИ 53.49.13

#### ФОМИНА ОЛЬГА ВЛАДИМИРОВНА

### СОЗДАНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРИНЦИПОВ УПРАВЛЕНИЯ СТРУКТУРОЙ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИМИ СВОЙСТВАМИ ВЫСОКОПРОЧНОЙ АУСТЕНИТНОЙ АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ СТАЛИ

Специальность: 05.16.01 – металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук

Санкт-Петербург 2018

оглавление	C
------------	---

ВВЕДЕНИЕ
ГЛАВА 1. АНАЛИЗ СУШЕСТВУЮШИХ НАУЧНЫХ ИССЛЕЛОВАНИЙ ПО
РАЗРАБОТКЕ СПОСОБОВ УПРАВЛЕНИЯ СТРУКТУРОЙ И СВОЙСТВАМИ
ВЫСОКОПРОЧНЫХ АУСТЕНИТНЫХ СТАЛЕЙ
1.1 Азотсодержащие аустенитные стали
1.1.1 Влияние легирующих элементов на свойства аустенитных сталей
1.1.2 Высокопрочные аустенитные стали, легированные азотом
1.1.3 Основные способы упрочнения аустенитных сталей, в том числе с азотом
1.1.4 Основные методы введения азота в сталь при производстве
1.1.5 Свариваемость азотсодержащих аустенитных сталей
1.1.6 Применение азотсодержащих аустенитных сталей
1.2 ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ АУСТЕНИТНЫХ СТАЛЕЙ НА ВСЕХ
СТАДИЯХ ИЗГОТОВЛЕНИЯ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПОЛУФАБРИКАТОВ
1.2.1 Механизмы кристаллизации аустенитных сталей
1.2.2 Влияние процессов упрочнения и разупрочнения, происходящих в аустенитных сталях
при высокотемпературной термодеформационной обработке, на формирование структуры
1.2.3 Процессы разупрочнения, происходящие в аустенитных сталях при термической
$124 \mathbf{P}_{\text{THERE}}$
1.2.4 Блияние вторичных фаз на структуроооразование в аустенитных сталях
технологинеских сталиду произролства 60
ТЕЛПОЛОГИЧЕСКИХ СТАДИЛА ПРОИЗВОДСТВА
статического. шиклического и линамического нагружения 63
1 4 1 Влияние скорости леформации на изменение структуры и свойств аустенитных сталей
при эксплуатационных нагрузках 63
1.4.2 Влияние знакопеременной нагрузки на изменения структуры и свойств, происхолящие в
аустенитных сталях при возлействии пиклического нагружения
ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ПОСТАНОВКА ЗАЛАЧИ РАБОТЫ
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ, МЕТОДЫ ИХ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИСПЫТАНИЙ
<b>2.1</b> МАТЕРИАЛ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ
<b>2.2</b> ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНЫХ И ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИИ
2.3 ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ ИМИТАЦИОННОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ
2.3.1 Имитационное моделирование на комплексе ОLEEBLE 5600
2.5.2 Имитационное моделирование торячей прокатки на автоматизированном опытном
прокатном комплексе «Стан кварто-ооо»
2.4 1 Оптинеская метациография 81
2.4.1 Онгическая металлография
2.4.2 Метод дифракции обратно-ограженных электронов (LDSD) на основе сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) 82
2 4 3 Метол просвениезошей электронной микроскопии (ПЭМ) 82
2.4.2 Метод просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ)
2.5 МЕТОЛЫ СТАНЛАРТНЫХ МЕХАНИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ 83
2.5.1 Испытание на растяжение 83
2.5.2 Испытания на уларный изгиб. 84
2.6 Определение магнитной проницаемости
2.7 Определение коррозионной стойкости азотсодержащей стали

2.7.1 Определение стойкости стали к межкристаллитной ко	ррозии85
2.7.2 Измерение потенциала коррозии	
2.7.3 Оценка стойкости к питтинговой и щелевой коррозии	
2.8 МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ДИНАМИЧЕСКОГО НАГРУЖЕНИ	1Я85
2.9 Проведение циклических испытаний	
2.9.1 Циклическое нагружение с постоянной амплиту	дой деформации (жесткий цикл
нагружения)	
2.9.2 Циклическое нагружение с постоянной амплиту	удой напряжений (мягкий цикл
нагружения)	
выводы потлаве 2	88
ΓΠΑΡΑ 3 ΠΡΟΠΕΟΟΙΙ ΦΟΡΜΙΡΟΡΑΗΙΑ ΟΤΡΥΚΤΥΙ	РЫ И СВОЙСТВ
ПЛАВА 5. ПГОЦЕССЫ ФОГМИГОВАНИЯ С П УКТУ ВЫСОКОПРОЧНОЙ АЗОТСОЛЕРЖАШЕЙ СТА ПИ П	ГЫ И СВОИСТЬ РИ КРИСТА ПЛИЗАНИИ
ПОСЛЕДУЮЩЕЙ ГОРЯЧЕЙ ЛЕФОРМАНИИ И ТЕРИ	ИИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ 89
31 Исследование формирования структуры стали в	процессе криста дизации и
последование фотмин ования стгуктуты стаям в г	90
3 1 1 Определение температур ликвилус и солилус стали ма	арки 04Х20Н6Г11М2АФБ 92
3.1.2 Исспедование влияния содержания легирующих эт	лементов в стали на образование
δ-феррита в процессе кристаннизации и последующих з	его охлажления 93
3 1 3 Исспедование процессов структурообразования в с	тапи в зависимости от механизма
кпистаппизании	101
314 Влияние скорости охлажления на структу	пообразование и морфологию
δ-феррита в стали в зависимости от механизма крист	галлизании
3.1.5 Исследование литой микроструктуры стали, получене	юй в промышленных условиях109
3.1.6 Оптимизация содержания легирующих элементов в азотсо	лержащей стапи
3.2 ИССЛЕЛОВАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ ЛИТОЙ СТРУКТУРЫ СТАЛ	И В ПРОПЕССЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ
ПЕРЕЛЕЛОВ	
3.2.1 Исследование кинетики превращения б-феррита в ли	итой структуре при аустенитизации
3.2.2 Эволюция литой структуры в процессе горячей	деформации в зависимости от
термодеформационных режимов	
3.2.3 Исследование кинетики превращения δ-феррита в	деформированной структуре при
2 2 Рандине термолеформационных нараметров на	
<b>3.3 D</b> ЛИЯНИЕ ГЕРМОДЕФОРМАЦИОННЫХ ПАРАМЕТРОВ НА <b>ФОРМИРОРАНИЕ СТРИСТУРИ ПРОИСУОЛДНИЕ В СТАЛ</b>	А РЕЛАКСАЦИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ И И ПРИ <b>РТМО</b> 152
ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ, ПРОИСХОДЯЩИЕ В СТАЛ	и при <b>ВТМО</b> 152
3.3.1 Блияние термодеформационных параметров на сопро	пивление деформации
5.5.2 Определение условии реализации релаксационных п в межнеформационных наузах	процессов в азотсодержащей стали
3 3 2 1 Определение параметров статинской рекристации	изании после горяней леформании
5.5.2.1 Определение параметров статической рекристалли	173
3322 Исспедование влияния степени пробной леформан	ии на разритие металинаминеской
рекристацизации	
3 3 3 Формирование зарольшей рекристаллизации	в процессе линамической
рекристаллизации стали	в процессе динамической 187
3 3 4 Исспедование условий образования вторичных фаз в	азотсолержащей стали 194
3 3 4 1 Определение температурного и временного	о интервалов начала и окончания
вылеления вторичных фаз в зависимости от степени	леформации 195
3.3.4.2 Определение температурных интервалов	начала и окончания вылеления
вторичных фаз при охлаждении	
3.4 ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИ	Я, ПРОИСХОЛЯШИХ В СТАЛИ ПРИ
ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ	

ГЛАВА 4. РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА ПОЛУФАБРИКАТОВ ИЗ рысокопроиной аротсолерусащей стали 211
Д 1 Разрасотка технологии произволства пистового проката из азотсолеругащей
стали в толшинах от 20 ло 45 мм 213
4 1 1 Имитационное молелирование отлельных сталий термомеханической обработки
применительно к оборудованию стана «5000» ПАО «Северсталь»
4.1.2 Реализация различных режимов термомеханической обработки стали на оборудовании
стана «5000» ПАО «Северсталь»
4.1.3 Технологические схемы изготовления листового проката толщиной
20-45 мм на стане «5000» ПАО «Северсталь»
4.2 РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА ЛИСТОВОГО ПРОКАТА В ТОЛЩИНАХ
от 4 до 18 мм
4.2.1 Имитационное моделирование отдельных стадий термомеханической обработки
применительно к оборудованию стана «2000» АО «ВМК «Красный Октябрь»
4.2.2 ВТМО азотсодержащей стали на автоматизированном опытном прокатном комплексе «Стан кварто-800»
4.2.3 Технологические схемы изготовления листового проката толщиной 4-18 мм на стане «2000» АО «ВМК «Красный Октябрь»
4.3 Разработка технологии произволства несимметричного профильного проката из
высокопрочной азотсолержашей стали на стане «630/420» ООО «РМ-стил»
4.3.1 Исследование влияния термодеформационных параметров при изготовлении
профильного проката на формирование структуры и свойств стали
4.3.2 Разработка режимов термической обработки профильного проката
4.4 Оптимизация технологии производства поковок различного сортамента из
АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ СТАЛИ
4.4.1 Анализ причин повышенного трещинообразования и технологических схем изготовления
брам и поковок на ковочном прессе усилием 3200 тс ООО «ОМЗ-Спецсталь»
4.4.2 Технологические схемы изготовления поковок на оборудовании «ОМЗ «Спецсталь»276
4.4.3 Технологические схемы изготовления раскатных колец на стане RAW 400(500)/400(500)-
600-1200 ПАО «Русполимет»
4.4.4 Рекомендации по оптимизации технологических схем изготовления листового проката и
поковок из стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 4
АЗОТСОЛЕРУСАЩЕЙ СТАЛИ ПРИ ИЗГОТОР ПЕНИИ ИЗПЕНИЙ И КОНСТРУКНИЙ
АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ СТАЛИ ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ ИЗДЕЛИИ И КОНСТРУКЦИИ
51  Modeling  and   the set of the
<b>5.1 ИССЛЕДОВАНИЕ</b> ТЕХНОЛОГИЧНОСТИ СТАЛИ ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ ГНУТЫХ И ШТАМПОРАНИ IV ПЕТАЛЕЙ 202
штампованных деталей
опочеть стали при гибка 201
5.1.2 Влияние хололной леформации на изменение структуры и свойств стали при одноосном
растяжении
5.1.3 Исследование изменения структуры и свойств стали при холодной штамповке на
промышленном оборудовании АО «Адмиралтейские верфи»

5.1.4 Практическая реализа оборудовании АО «Ал	ация технолог пмиралтейские	чи изготовл верфи»	ения штам	пованных	деталей на 315
5.2 Исследование формир	ОВАНИЯ СТРУКТ	УРЫ МЕТАЛЛА	ашва, зоны	ГЕРМИЧЕСК	ОГО ВЛИЯНИЯ
СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ І	ИЗ АЗОТСОДЕРЖА	АЩЕЙ СТАЛИ .			
5.2.1 Особенности сварочн	ых материало	в и технол	югии сварк	ки аустент	ных сталей,
легированных азотом.					324
5.2.2 Исследование структурн	ы и химического	состава разли	чных зон сва	рного соеди	нения327
5.2.3 Исследование стр	уктуры зо	ны терм	ического	влияния	сварных
соединений					
5.2.4 Определение температ	урного интерва	ала выделени	я вторичных	к фаз в азо	тсодержащей
стали в диапазоне хар	актерных скоро	стей охлажде	ния при свар	ке	
5.2.5 Определение физико-м	еханических св	ойств металла	сварного со	единения	
<b>5.3 ОПТИМИЗАЦИЯ ПАРАМЕТ</b>	ГРОВ МЕХАНИЧН	СКОИ ОБРАБО	ЭТКИ СТАЛИ .	•••••	
выводы потлаве э	••••••••••••	•••••	•••••	••••••	
ГЛАВА 6. ИССЛЕЛОВАН	ИЕ	эксплуат	апионны	X	СВОЙСТВ
АЗОТСОЛЕРЖАШЕЙ СТ	АЛИ				
6.1 влияние динамическо	ОГО НАГРУЖЕН	ИЯ НА ИЗМЕН	ЕНИЕ СТРУК	туры и сво	ОЙСТВ СТАЛИ
6.1.1 Влияние динамическог	о нагружения н	а изменение м	еханических	свойств ста	али354
6.1.2 Эволюция структуры с	гали при динам	ическом нагру	ужении		
6.1.3 Фрактографический ал	нализ мест раз	рушения пла	стин из стај	и после ди	инамического
нагружения					
6.1.4 Определение предельно	ой деформацио	нюй способно	ости стали и	сварных сое	единений при
динамическом нагруж	сении				
6.2 Влияние статического	О НАГРУЖЕНИЯ	НА СТРУКТУР	У И СВОЙСТЕ	ва стали	
6.2.1 Особенности изменени	я механических	свойств стал	и при статич	еском нагру	ужении370
6.2.2 Исследование	изменения	структуры	стали	при	статическом
нагружении					
6.3 ВЛИЯНИЕ ЦИКЛИЧЕСКОГ	О НАГРУЖЕНИЯ -	НА СТРУКТУН	РУ И СВОИСТ	ВА СТАЛИ	
6.3.1. Влияние малоцикловов	и усталости на и	изменение стр	уктуры и сво	оиств стали.	
6.3.1.1 Определение э	ффекта Баушин	пера			
	ние малоцин	сповой уст	алости а	зотсодержа	
При жестком цикле на	пружения	 истапости азот	 Год паругациай		
0.5.1.5 Исследование	малоцикловои		геодержащей	г стали при 1	иятком цикле 388
631 <i>/</i> Влидине п	กอาเออกเสาอาเ แก้	й хололиой	пеформаци	·····	пактеристики
малоцикловой устало	сти	і холодной	деформаци	и па ла	390
632 Исспелование многоци	кповой устапос	ги азотсолерж	ашей стапи	••••••	392
64 Влияние упругопласт	ической лефо	ги азотеодерж рмании на м	ащей стали	а по	тали 394
6.5 Коррозионная стойко	П ПЕСКОП ДЕФО СТЬ СТАЛИ МАР	ки 04Х20Н6Г	11М2АФБ		397
ВЫВОЛЫ ПО ГЛАВЕ 6					
ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ		•••••	••••••	••••••	401
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.		•••••	••••••	••••••	411
ПРИЛОЖЕНИЕ: АКТЫ В	НЕДРЕНИЯ	•••••	•••••	•••••	429

#### введение

#### Актуальность работы

Новейшие концепции развития судостроения, нефтегазодобывающей промышленности, атомной энергетики и других отраслей промышленности связаны с необходимостью освоения северных И южных акваторий мирового океана, углеводородных месторождений арктического шельфа. Создание с этой целью принципиально новых конструкционных материалов является актуальной задачей при строительстве перспективных поколений судов, морских ледостойких платформ по добыче газа и нефти, наземных, плавучих и транспортных ядерных энергетических установок, газовозов и средств хранения сжиженного газа, эксплуатирующихся в экстремальных условиях при воздействии низких температур, высоких давлений и скоростей движения агрессивных рабочих сред.

Кроме того, одним из векторов программы импортозамещения является локализация производства комплектующих, освоение выпуска современного промышленного оборудования для изготовления изделий авиационно-космической отрасли, специального машиностроения, приборостроения и других отраслей в России. Это должно способствовать расширению внедрения высокотехнологичной и наукоемкой металлургической продукции.

В связи с этим в настоящее время возрастает потребность различных отраслей промышленности в материалах, обладающих сочетанием высоких показателей механических свойств – прочности, пластичности, вязкости, хладостойкости, и эксплуатационных свойств – немагнитности, коррозионно- и износостойкости, способности в течение длительного времени воспринимать статические, динамические и циклические нагрузки при одновременном воздействии высоких и низких температур.

Создание специальных сталей и сплавов с заранее заданным набором механических и служебных свойств представляет собой длительный, трудоемкий, дорогостоящий процесс. Помимо разработки технологических режимов производства полуфабрикатов из нового материала, важнейшим условием широкого внедрения стали является создание технологии изготовления сварных конструкций, обеспечивающих высокую работоспособность стали на длительный срок службы, а также минимальную трудоемкость производства.

Одним из перспективных направлений разработки специальных сталей, для этих целей является их легирование азотом. Аустенитные стали различных композиций

легирования, содержащие азот, существенно отличаются по своим физико-механическим свойствам от обычных традиционных аустенитных сталей.

Актуальность создания высокопрочных азотсодержащих сталей, способных надежно работать в условиях совместного воздействия высоких статических, циклических и динамических нагрузок, кавитации и коррозионно-активных сред, определяется тем, что резервы повышения уровня и сочетания вышеуказанных свойств сталей практически обеспечении известных традиционных исчерпаны. При химического термической оптимального состава, режимов выплавки, И термомеханической обработки, при которых реализуются различные механизмы упрочнения или их комбинация (таким образом используются все положительные свойства азота как легирующего элемента) существуют реальные возможности получения высокопрочных аустенитных коррозионно-стойких азотсодержащих сталей с требуемым комплексом свойств за счет направленного воздействия на формирование структуры. Кроме того, преимуществом отдельных марок азотсодержащих сталей является их немагнитность, которая не изменяется в процессе изготовления и эксплуатации изделий и обеспечивается стабильной аустенитной структурой стали.

В зависимости от композиции легирования и содержания химических элементов в азотсодержащей стали она может обладать определенным комплексом служебных свойств. Одним из перспективных направлений создания высокопрочных аустенитных азотсодержащих сталей является их разработка на основе хромоникельмарганцевой композиции легирования, которая одновременно обеспечивает высокую прочность и пластичность стали.

Исследованием сталей этой композиции легирования с азотом в течение длительного времени занимаются многие российские и зарубежные ученые – В.Г. Гаврилюк, О.А. Банных, В.М. Блинов, М.В. Костина, В.В. Сагарадзе, Ц. Рашев, М.О. Шпайдель В результате И другие. проведенных ими теоретических И экспериментальных работ установлены общие тенденции влияния легирующих элементов на механические и эксплуатационные свойства азотсодержащих сталей, определены возможные механизмы структурообразования при горячей и холодной деформации, термической обработке.

Однако многие вопросы изучены недостаточно и требуют дальнейших исследований – кристаллизация, склонность к ликвациям, процессы рекристаллизации при термомеханической и термической обработке, технологичность, особенности свариваемости, изменение структуры стали при внешних воздействиях и другие.

Содержание как самого азота в стали, так и других элементов внутри одной композиции легирования, по-разному влияет на ее физико-механические И эксплуатационные характеристики. Такое поведение обусловлено различными процессами структурообразования, происходящими в стали при кристаллизации, пластической деформации и эксплуатационных нагружениях, и зависит от многих параметров.

Учеными НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» совместно с ведущими специалистами ИМЕТ РАН им. А.А. Байкова предложена высокопрочная азотсодержащая коррозионно-стойкая сталь марки 04Х20Н6Г11М2АФБ, обладающая уникальными физико-механическими свойствами. Применение этой стали перспективно для строительства объектов морской техники, элементов корпуса судов различного назначения, труб направленного бурения, изделий специального машиностроения.

При разработке базового состава высокопрочной азотсодержащей стали и технологии ее изготовления проведены комплексные исследования по влиянию содержания различных легирующих элементов на растворимость азота и получение аустенитной структуры, предложена принципиальная технология производства стали, в лабораторных условиях изготовлено несколько опытных плавок и прокатаны листовые образцы.

Однако последующие работы по освоению стали показали, что разработанный базовый состав при неблагоприятном соотношении аустенито- и ферритообразующих элементов в рамках марочного состава не гарантирует получения однофазной аустенитной структуры стали и не всегда обеспечивает ее немагнитность. Количество δ-феррита в стали при комнатной температуре может достигать до 10%, снижая пластичность и ударную вязкость материала.

Кроме того, при одинаковых термодеформационных параметрах не удавалось стабильно обеспечить требуемый уровень механических свойств. Совместный анализ режимов горячей прокатки, структуры и свойств изготовленного листового проката показал отсутствие корреляции между ними. Технологические режимы изготовления опытных партий листового проката различной толщины регламентировались только суммарной степенью деформации, температурой начала и конца прокатки. При этом влияние распределения деформации в ходе многопроходной прокатки и времени между проходами на процессы структурообразования не учитывалось, что периодически приводило к затруднению начала, развития и завершения рекристаллизации в результате термомеханической обработки, формированию анизотропной структуры с крупными

деформированными смешанной частично рекристаллизованной зернами или Подобные разнозернистой структуры. структуры обусловливают существенную анизотропию свойств в продольном и поперечном направлениях, отрицательно влияют на деформационную способность материала при холодной штамповке и гибке вследствие неравномерного распределения и локализации пластической деформации в объеме материала, снижают стойкость стали к коррозионному растрескиванию под напряжением.

В связи с этим актуальным является создание комплекса технологических способов управления формированием структуры азотсодержащей стали на всех стадиях ее производства: от процессов кристаллизации, зависящих от конкретного содержания легирующих элементов, до термической обработки стальных полуфабрикатов, что позволит обеспечить стабильное получение квазиизотропной аустенитной структуры и заданных физико-механических свойств стали.

Главным принципом научно обоснованного подхода при разработке технологии изготовления полуфабрикатов из рассматриваемой стали является исследование влияния всех возможных варьируемых технологических параметров процессы на структурообразования этапе производства на каждом ee И установление соответствующих закономерностей для получения оптимальной конечной структуры с целью последующей адаптации технологических режимов на конкретном промышленном оборудовании с учетом его технических возможностей.

Для внедрения новой стали в качестве конструкционного материала необходимо, чтобы она обладала также хорошей технологичностью при штамповке, механической обработке и сварке, позволяющей изготавливать из нее различные конструкции.

Для обеспечения надежности, безопасности и высокой работоспособности изделий и конструкций различного назначения из конструкционной стали необходимо учитывать ее способность противостоять эксплуатационным внешним нагрузкам и экстремальным воздействиям.

В связи с вышеизложенным целью диссертационной работы является разработка научно обоснованных принципов формирования структуры высокопрочной азотсодержащей стали Cr-Ni-Mn композиции легирования на всех стадиях изготовления металлургических полуфабрикатов, обеспечивающих получение заданных физикомеханических и эксплуатационных свойств и их реализация в промышленных технологических процессах.

Для достижения цели поставлены следующие основные научные задачи:

1. Установление закономерностей формирования структуры азотсодержащей стали в процессе кристаллизации и последующего охлаждения в зависимости от содержания легирующих элементов и скорости охлаждения, а также ее изменение в процессе нагрева под деформацию и при горячей пластической деформации.

2. Установление влияния параметров деформирования (температуры, степени и скорости многопроходной деформации) при высокотемпературной термомеханической обработке (BTMO) на процессы рекристаллизации, упрочнения и образования вторичных фаз, определяющие формирование структуры стали. Исследование кинетики процессов структуро- и фазообразования, происходящих в высокопрочной аустенитной азотсодержащей стали при последующей термической обработке.

3. Разработка и внедрение технологии производства полуфабрикатов (листового проката толщиной от 4 до 45 мм, профильного проката и поковок) из высокопрочной аустенитной азотсодержащей стали.

4. Разработка технологических рекомендаций по изготовлению деталей сложной формы из высокопрочной азотсодержащей стали на основе полученных закономерностей формирования структуры при различных видах холодной деформации и распределения деформации по сечению деталей.

5. Изучение особенностей формирования структуры металла шва и зоны термического влияния сварных соединений азотсодержащей стали.

6. Установление закономерностей изменения структуры высокопрочной азотсодержащей стали в зависимости от скорости, способа и параметров нагружения при эксплуатационном воздействии.

Объектом исследования является азотсодержащая сталь (0,45–0,55% N) аустенитного класса хромоникельмарганцевой композиции легирования, содержащая молибден, ванадий и ниобий с пределом текучести в диапазоне от 450 до 1000 МПа.

Для решения поставленных задач выполнены теоретические и экспериментальные исследования, стандартные и специальные испытания с применением математического и физического моделирования, современных программных продуктов, лабораторного и производственного оборудования.

Научная новизна определяется следующими результатами проведенных исследований:

1. Сформулированы научно обоснованные подходы к разработке технологических процессов изготовления азотсодержащей стали, заключающиеся в управлении процессами рекристаллизации и деформационного упрочнения для

формирования заданной структуры стали, за счет варьирования обжатий и температуры деформации на каждом этапе термомеханической обработки, позволяющие в рамках одного марочного состава стали 04Х20Н6Г11М2АФБ получать листовой прокат толщиной от 4 до 45 мм с пределом текучести от 475 до 900 МПа, профильный прокат с пределом текучести от 450 до 1000 МПа и поковки с пределом текучести от 450 до 700 МПа с гарантированными показателями пластичности, вязкости и служебными свойствами.

2. Впервые получены данные по кристаллизации аустенитной стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ и установлено граничное соотношение хромового и никелевого эквивалентов (Сг<sub>экв</sub>/Ni<sub>экв</sub>), приводящее к изменению механизма кристаллизации стали:

– при  $Cr_{_{3KB}}/Ni_{_{3KB}}$  менее 1,17, кристаллизация происходит через аустенит без образования  $\delta$ -феррита, при  $Cr_{_{3KB}}/Ni_{_{3KB}}$  более 1,21 через  $\delta$ -феррит;

 последующее увеличение соотношения Cr<sub>экв</sub>/Ni<sub>экв</sub> приводит к увеличению количества δ-феррита, образующегося при кристаллизации, которое зависит от комплексного влияния легирующих элементов;

 – повышение в стали концентрации никеля с 5 до 8% при одновременном снижении концентрации хрома с 21 до 19% приводит к повышению температуры солидус и сужению интервала кристаллизации, а также снижению количества δ-феррита, образующегося в температурном интервале кристаллизации;

 – уменьшение содержание азота с 0,45 до 0,38% не влияет на количество образующегося δ-феррита при кристаллизации, но затрудняет его последующее превращение в аустенит.

3. Установлено, что при деформации стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ в температурном диапазоне 900-1200°С со скоростью 1 и 10 с<sup>-1</sup>, соответствующей операциям листовой или профильной прокатки, и истинной ее величины е=0,9 содержание δ-феррита в стали не влияет на температурный порог начала динамической рекристаллизации. Снижение скорости деформации до 0,1 с<sup>-1</sup>, соответствующей операции ковки, и содержание более 1% δ-феррита в стали приводит к увеличению температуры рекристаллизации выше 900°С. Оптимальный температурный интервал указанных операций, в котором пороговая деформация динамической рекристаллизации наименьшая (e=0,10–0,35), составляет 1200–1100°С. При низкой скорости деформации 0,1с<sup>-1</sup> в стали в литом состоянии значение пороговой деформации меньше (e=0,10–0,15), чем в деформированной заготовке (e=0,20–0,25). При увеличении скорости деформации, которая составляет e=0,25–0,35.

4. Установлены закономерности формирования основные структуры азотсодержащей стали хромоникельмарганцевой композиции легирования в зависимости от технологических параметров при многопроходной горячей деформации. Показано, что в зависимости от схемы дробного деформирования динамическая рекристаллизация проходит с различной степенью и приводит к разной интенсивности прохождения постдеформационных процессов при последующей выдержке. Чем в меньшей степени при накоплении пороговой деформации на начальном этапе (около 40% суммарной горячей деформации) происходят процессы возврата и рекристаллизации в междеформационных паузах, тем выше будет накопленная энергия, обусловливающая больший объем (до 50%) равномерной рекристаллизованной структуры с размером зерен 30-40 мкм при последующей междеформационной паузе. При этом вклад статической рекристаллизации в структурообразование незначителен.

5. Определены условия образования вторичных фаз в стали марки 04X20H6Г11M2AФБ при горячей деформации, последующей высокотемпературной выдержке и охлаждении. Показано, что при однократной деформации 60% происходит образование вторичных фаз по границам зерен, замедляющее рекристаллизацию при температуре 950°C. Образование дисперсных частиц (типа V(N,C),  $Cr_2N$ ,  $Cr_{23}C_6$ ) при постдеформационной выдержке и охлаждении происходит в температурном интервале 1050–400°C.

Длительная (6 мин/мм) выдержка при температуре 1200–1050°С приводит к частичному распаду δ-феррита. Снижение температуры выдержки до 1000–900°С приводит к полному прерывистому распаду δ-феррита и образованию перлитоподобных колоний чередующихся пластин γ- и σ-фаз с примерно равным соотношением объемов.

6. Показано, что формирование рекристаллизованной структуры при листовой прокатке происходит в три этапа:

– на первом этапе горячей деформации за счет начала и развития динамической и в меньшей степени метадинамической рекристаллизации, для которых необходимо накопление деформации около 40% в интервале температур 1150–1100°С;

 на втором этапе горячей деформации за счет завершения динамической и преимущественно метадинамической рекристаллизации, обусловленной дробной деформацией менее 20% в температурном интервале 1100–1050°С;

– конечное формирование структуры стали на последнем этапе горячей деформации осуществляется за счет деформационного упрочнения различной интенсивности в интервале температур 1020–850°C в зависимости от требуемых значений предела

текучести в диапазоне 500–900 МПа, при этом на последних 2–3 проходах деформация должна быть не более 5–8 % для исключения поверхностного наклепа и выделения частиц вторичных фаз.

7. Выявлено влияние динамического нагружения со скоростью  $10^3-10^4$  с<sup>-1</sup> на изменение структуры азотсодержащей стали. Если подобное нагружение с пластической деформацией  $e_{\text{дин}}\approx 0,1$  осуществляется однократно, то формируются планарные структурные элементы преимущественно в виде полос скольжения. Увеличение  $e_{\text{дин}}$  до  $\approx 0,2$  приводит к образованию мелких рекристаллизованных зерен, ячеистой субструктуры и пересекающихся двойников деформации, которые формируют фрагменты, окруженные большеугловыми границами.

При многократном динамическом нагружении с накопленной пластической деформацией е<sub>дин</sub>≈0,4 формируется преимущественно субзеренная структура с углами разориентировки не более 10°.

8. Показано, что при одноосном статическом нагружении азотсодержащей стали со скоростью  $10^{-3}$  с<sup>-1</sup> начало локализации деформации происходит при  $e_{\text{лок}} = e_{\text{стат}} \approx 0,3$ .

В случае предварительного динамического нагружения с е<sub>дин</sub> ≈0,1-0,2:

 $-e_{\text{дин}} \le 0,1$  существенно не влияет на значение  $e_{\text{лок}} = e_{\text{дин}} + e_{\text{стат}} \approx 0,1 + 0,22 = 0,32;$ 

 $-e_{дин} \approx 0,2$  приводит к более ранней локализации деформации  $e_{лок} = e_{дин} + e_{crar} \approx 0,2 + 0,02 \approx 0,22$ , за счет изменения механизма деформации и последующей более интенсивной эволюции деформационной субструктуры.

В отличие от значений деформации локализации е<sub>лок</sub> критическая деформация при разрушении не зависит от скорости деформирования стали и составляет е<sub>кр</sub>~1,2.

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

– выборе направлений исследований, постановке научных и технологических задач, разработке методического плана работ, основанных на всестороннем анализе большого объема известных теоретических и экспериментальных данных в области создания аустенитных, в том числе азотсодержащих сталей;

 участии в обработке и анализе результатов исследований слитков промышленной выплавки; полученных результатов по физическому моделированию горячей деформации, последующего охлаждения и термической обработке;

 обработке и анализе результатов исследований по влиянию способов нагружения стали при эксплуатационных воздействиях;  анализе и интерпретации результатов взаимосвязанного комплексного исследования структуры стали на всех этапах технологических операций;

– разработке технологических принципов управления формированием структуры на всех стадиях изготовления полуфабрикатов из азотсодержащей стали для стабильного получения требуемых физических и механических свойств на основе установленных закономерностей комплексного влияния технологических параметров на процессы структурообразования;

 участии в промышленно-экспериментальных работах по влиянию холодной деформации на свойства стали при последующих технологических операциях, анализе и обобщении полученных данных;

 участии в разработке технологических режимов и соответствующей документации, опробовании и внедрении в промышленность разработанных технологий изготовления полуфабрикатов;

– подготовке научных статей и представлении докладов, содержащих результаты исследований, на научных конференциях.

Практическая значимость работы заключается в следующем:

1. Разработаны и внедрены в промышленность технологии производства:

– листового проката толщиной от 4 до 18 мм с пределом текучести в диапазоне от 475 до 900 МПа на стане 2000 АО «ВМК «Красный Октябрь»;

– листового проката толщиной от 20 до 45 мм с пределом текучести в диапазоне от 500 до 800 МПа на оборудовании стана 5000 ЛПЦ-З ЧерМК ПАО «Северсталь» по кооперации с ООО «ОМЗ-Спецсталь»;

 профильного проката № 7-10 с пределом текучести в диапазоне от 450 до 1000 МПа на стане «630/420» ООО «РМ-стил».

Разработанные технологические режимы позволяют обеспечить стабильное получение заданной высокой прочности листового и профильного проката из азотсодержащей стали, при сохранении высокой пластичности и вязкости.

2. Разработаны рекомендации по оптимизации технологических схем изготовления поковок из стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ, применение которых позволит получать требуемые свойства поковок различного сортамента за счет формирования однородной рекристаллизованной структуры по сечению.

3. Разработана промышленная технология изготовления штампованных сферических и торосферических деталей для изготовления сварных конструкций, обеспечивающая за счет оптимального сочетания параметров и схемы холодной

деформации формирование равномерной однородной структуры в объеме заготовки и соответствующих требуемых механических свойств стали.

4. Подтверждена высокая работоспособность азотсодержащей стали при статическом, динамическом и циклическом нагружении, позволяющая применять ее для строительства конструкций морской техники, высоконагруженных деталей бурового оборудования и другого.

#### 5. Внедрение результатов работы:

– разработана технологическая документация и изготовлена опытно-промышленная партия листового проката толщиной 4-18 мм (акт внедрения на АО «ВМК «Красный Октябрь»);

 – разработана технологическая документация и изготовлена опытно-промышленная партия листового проката толщиной 20-45 мм (акт внедрения на ООО «ОМЗ-Спецсталь» по кооперации с ЧерМК ПАО «Северсталь»);

– разработаны технологические указания и изготовлена партия профильного проката (акт внедрения на ООО «РМ-стил»);

– разработана технологическая документация на изготовление штампованных сферических и торосферических деталей из высокопрочной азотсодержащей стали и изготовлена партия штамповок для изготовления крупногабаритных сварных конструкций морской техники (акт внедрения на АО «Адмиралтейские верфи»).

#### Апробация работы

Основные положения работы представлены и обсуждены на следующих научных конференциях: XIII, XIV, XVI международных научно-технических конференциях «Проблемы ресурса и безопасной эксплуатации материалов и конструкций», СПбГУНиПТ, г.Санкт-Петербург, 2007, 2008, 2011 гг.; X Международной конференции «Проблемы материаловедения при проектировании, изготовлении и эксплуатации оборудования АЭС», ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей», г. Санкт-Петербург, 2008 г; II международной конференции «Нанотехнологии и наноматериалы в металлургии» г. Москва; 2011 г.; XIX Менделеевском съезде по общей и прикладной химии, г. Волгоград, 2011 г.; Бсероссийской конференции «Взрыв в физическом эксперименте», г. Новосибирск, 2013 г.; 54-й Международной конференции «Актуальные проблемы прочности», г. Екатеринбург, 2013 г.; Молодежной научно-технической конференции «Инновации молодых», г. Санкт-Петербург, 2014 г.; VIII Российской научнотехнической конференции «Механика, ресурс и диагностика материалов и конструкций», г. Екатеринбург, 2014 г.; XVI международной научно-технической уральской школе-

семинаре металловедов – молодых ученых «Уральская школа молодых металловедов», г. Екатеринбург, 2015 г.; V Международной конференции-школе по химической технологии XT'16, г. Волгоград, ВолгГТУ, 2016 г.; XX Менделеевском съезде по общей и прикладной химии, г. Екатеринбург, 2016 г.; XXIV Уральской школе металловедовтермистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов», г.Магнитогорск, 2018 г.; Международной научно-практической конференции «Инновации и перспективы развития горного машиностроения и электромеханики: IPDME-2018», г. Санкт-Петербург, Горный университет, 2018 г.

Публикации. Основное содержание работы опубликовано в 42 печатных работах, из них 18 статей в журналах, рекомендованных в перечне ВАК, в том числе 9 публикаций, индексируемых в базе данных Scopus. Разработка подтверждена одним патентом.

#### На защиту выносятся следующие положения:

1. Закономерности формирования структуры и распределения химической неоднородности в азотсодержащей стали в процессе кристаллизации и охлаждения в зависимости от содержания легирующих элементов и скорости охлаждения, а также в процессе последующего нагрева и выдержки.

2. Технологические способы управления структурообразованием при изготовлении полуфабрикатов из азотсодержащей стали, обеспечивающие формирование квазиизотропной структуры для стабильного получения требуемых физических и механических свойств в широком диапазоне значений.

3. Промышленные технологии изготовления полуфабрикатов различного сортамента из стали марки 04Х20Н6Г11М2АБ с пределом текучести в диапазоне 450–1000 МПа.

4. Технологические схемы изготовления штампованных деталей различного сортамента из азотсодержащей стали на основе установленных взаимосвязей параметров и способа холодного деформирования.

5. Особенности формирования структуры и распределение концентрации основных легирующих элементов по сечению металла шва и зоны термического влияния сварных соединений азотсодержащей стали.

6. Прогнозирование изменения структуры и свойств азотсодержащей стали в зависимости от скорости, способа и параметров нагружения при эксплуатационном воздействии.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, шести глав, основных выводов, списка используемой литературы из 345 наименований. Работа изложена на 428 страницах, содержит 229 рисунков и 61 таблицу.

Первая глава посвящена анализу влияния различных факторов на процессы структурообразования в аустенитных сталях, в том числе азотсодержащих, на всех этапах их производства и эксплуатации. Подробно рассмотрены возможные механизмы кристаллизации сталей и влияние химических элементов (особенно азота) на реализацию этих механизмов, а также на механические и эксплуатационные свойства сталей этого класса. Освещены вопросы формирования структуры аустенитных сталей при термомеханической и термической обработке, в том числе привелен обзор существующих представлений о механизмах образования зародышей рекристаллизации при статической и динамической рекристаллизации. Отражено влияние композиций легирования аустенитных сталей на температурные интервалы реализации процессов упрочнения и разупрочнения. Обозначены проблемы, связанные с обеспечением качества сварных соединений из аустенитных сталей. Приведены существующие современные методы физического и математического моделирования технологических процессов, использованных при разработке технологий. Отдельно рассмотрены вопросы по влиянию скорости деформации при статическом и динамическом нагружении на изменение структуры и свойств сталей. Представлены данные по влиянию различных факторов на изменение структуры и свойств сталей в процессе мало- и многоциклового нагружения конструкционных сталей. Показаны существующие проблемы внедрения стали в промышленное производство и актуальность выполнения настоящих исследований. Сформулирована постановка цели и задач работы.

Во второй главе приведены химический состав азотсодержащей стали, а также основные методики и оборудование, примененные при выполнении комплексных исследований и испытаний.

В третьей главе представлены результаты исследований формирования структуры азотсодержащей стали в процессе кристаллизации и охлаждения в зависимости от содержания легирующих элементов и скорости охлаждения. Определены оптимальные интервалы содержания легирующих элементов для стабилизации аустенита в твердой фазе. Показаны особенности эволюции литой структуры высокопрочной стали в процессе горячей деформации по различным термодеформационным режимам, а также влияние параметров ВТМО и ТО на формирование структуры азотсодержащей стали. Систематизированы

полученные данные и показаны возможные корреляционные зависимости между формируемой структурой и параметрами технологических процессов.

**В четвертой главе** представлены результаты разработки оптимальных режимов и освоения промышленных технологий изготовления листового, профильного проката и поковок различного сортамента в промышленных условиях.

Пятая глава посвящена исследованию технологичности стали при изготовлении деталей и конструкций различного назначения. Приведены результаты исследования влияния холодной деформации на изменение структуры и свойств стали в объеме металла при проведении операций гибки и штамповки. Рекомендована оптимальная схема изготовления деталей сложной формы. Показаны особенности формирования структуры металла шва, зоны термического влияния сварных соединений из азотсодержащей стали и представлены результаты оценки физико-механических и коррозионных свойств сварных соединений после различных режимов сварки. Рассмотрены вопросы влияния скорости и глубины резания на износ инструмента при механической обработке азотсодержащей стали.

**В шестой главе** представлены результаты исследований влияние скорости деформации при статическом и динамическом нагружении на изменение механических свойств и характера деформирования азотсодержащей стали. Определены параметры формирования критических структур при этих нагружениях. Рассмотрено влияние циклического нагружения на усталостные характеристики и характер разрушения стали при мало- и многоцикловом нагружении. Приведены результаты влияния упругопластической деформации на магнитные свойства стали.

В приложениях представлены акты внедрения разработанных технологий изготовления листового и профильного проката различного сортамента, штамповок из азотсодержащей стали.

Автор выражает искреннюю благодарность ученым и специалистам Центра коллективного пользования уникальным оборудованием «Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов» НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей»: С.Н. Петрову, Г.Д. Мотовилиной, Н.В. Горбуновой, Т.А. Федоровой, С.Ю. Мушниковой, С.Е. Фомину и другим сотрудникам за оказанную практическую помощь и непосредственное участие в проведении комплекса испытаний и исследований структуры и свойств азотсодержащей стали.

## ГЛАВА 1. АНАЛИЗ СУЩЕСТВУЮЩИХ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПО РАЗРАБОТКЕ СПОСОБОВ УПРАВЛЕНИЯ СТРУКТУРОЙ И СВОЙСТВАМИ ВЫСОКОПРОЧНЫХ АУСТЕНИТНЫХ СТАЛЕЙ

#### 1.1 Азотсодержащие аустенитные стали

#### 1.1.1 Влияние легирующих элементов на свойства аустенитных сталей

Аустенитные стали широко применяются во многих отраслях промышленности: в судостроении, химической, пищевой, нефтегазодобывающей промышленности, строительстве, изделиях авиакосмической техники и других. Основным преимуществом сталей аустенитного класса являются их высокие служебные характеристики, такие как пластичность, вязкость, немагнитность, а также коррозионная стойкость в большинстве рабочих сред [1]. Из аустенитных сталей изготовляются все виды деформированных полуфабрикатов: листовой и профильный прокат, поковки, штамповки, прутки, трубы, лента, фольга, проволока. Кроме того, аустенитные стали базовой композиции можно, благодаря дополнительному легированию, использовать для получения марок сталей с новыми, иногда уникальными свойствами [2, 3].

Существующие марки сталей аустенитного класса можно разделить на следующие основные группы базового легирования [4–10]:

Fe-Ni; Fe-Mn; Fe-Cr-Ni; Fe-Cr-Mn; Fe-Cr-Ni-Mn.

Основными аустенитообразующими элементами во всех вышеперечисленных аустенитных композициях являются никель и марганец, а аустенит, полученный на их основе, называют соответственно никелевым и марганцевым [10]. Марганцевый аустенит обладает более низкой энергией дефектов упаковки (ЭДУ), чем никелевый аустенит. Варьируя концентрацию никеля и марганца в аустенитных сталях на базе других композиций, можно существенно влиять на ЭДУ в аустените, тем самым изменять способность аустенита к деформационному упрочнению при пластической деформации, характер зарождения и распространения трещин при статическом и циклическом нагружении и другие свойства аустенитных сталей [10–12]. Например, в работах [12, 13] показано, что увеличение концентрации никеля, стабилизирующего ГЦК решетку, при постоянном содержании хрома в аустените приводит к возрастанию ЭДУ. Влияние хрома на ЭДУ из-за сложности эксперимента по ее определению носит неоднозначный характер. В работе [14] представлен анализ существующих данных по влиянию хрома на ЭДУ, в котором, в частности, приводятся сведения, что уменьшение ЭДУ аустенита с увеличением содержания хрома до 20 мас.% наблюдается лишь при концентрации никеля более 15 мас.%. При концентрации хрома в стали, превышающей 20 мас.%, ЭДУ хромоникелевого аустенита при любом содержании никеля возрастает. Сложность достоверного определения величины ЭДУ свидетельствует о том, что в сплавах с тремя и более компонентами зависимость ЭДУ от концентрации элементов определяется множеством факторов.

Величина ЭДУ определяет ширину расщепленной дислокации, влияет на подвижность дислокаций, их способность к преодолению различного рода препятствий, характер непосредственного взаимодействия с другими дефектами, что, в конечном итоге, определяет уровень структурно-чувствительных свойств – механических и коррозионных [14–17].

В сплавах с ГЦК решеткой величина ЭДУ играет в упрочнении большую роль, чем силы трения решетки и взаимодействие дислокаций с атомами внедрения и замещения. Показателем энергии дефектов упаковки является вероятность их образования – чем она больше в сплаве, тем меньше ЭДУ [10, 18]. ЭДУ определяется особенностями межатомной связи в сплавах, которые зависят от перераспределения электронов между атомами компонентов. В.С. Литвинов [10] при исследовании межатомного взаимодействия методом ядерной гаммаспектроскопии (эффект Мессбауэра) в аустенитных сталях, показал, что основная роль марганца заключается в изменении взаимодействия атомов железа между собой. Под влиянием марганца в аустените происходит перераспределение коллективизированных dэлектронов от атомов железа к атомам марганца, в результате чего d-электроны принимают большее участие в межатомной связи Fe-Mn, усиливая ее. При этом d-электронов перераспределение железа приводит к более однородному пространственному распределению их плотности, способствуя усилению взаимосвязи атомов железа. Противоположный характер перераспределения электронов между атомами компонентов в сплавах Fe-Mn и Fe-Ni обусловливает различие в свойствах аустенита этих сплавов [10].

В работах И.Н. Богачева с сотрудниками установлено, что деформационное упрочнение значительно сильнее проявляется в марганцевом аустените, чем в никелевом. Особенно существенно это различие при высоких степенях деформации. Марганцевый аустенит, в отличие от никелевого аустенита, проявляет хладноломкость при низких температурах, что аномально для сплавов с ГЦК решеткой. Одной из причин хладноломкости марганцевого аустенита является фазовый переход I рода – при этих температурах ГЦК решетка переходит

в гранецентрированную тетрагональную решетку (ГЦТ) [19]. С точки зрения электронной теории, хладноломкость связана с тем, что при понижении температуры уменьшается тепловое колебание электронов, при этом меняется характер межатомных связей за счет уменьшения электронной концентрации. меньшее количество электронов И остается в коллективизированном состоянии, обеспечивающем металлическую связь в кристаллической решетке, т.е. происходит изменение соотношения металлической и других видов связей в пользу более «жесткой» ковалентной связи. Это наиболее сильно выражено в областях, имеющих искаженную кристаллическую решетку. Изменение электронной концентрации по уровням при снижении температуры хорошо объясняется через изменения в строении 3d-SP оболочек при снижении температуры. Хорошим примером является никель И железоникелевые сплавы. Феномен «инвара» появляется из-за гибридизации 3d-SP уровней, что создает эффект расширения сферы Ферми с сохранением значительного количества коллективизированных электронов с устойчивой связью в кристалле. В свою очередь, это предотвращает переход к ионной и атомной ковалентной связи или координационной парной связи Ван-дер-Ваальса. Поэтому для обеспечения высокой вязкости материала при пониженных температурах легирование должно быть направлено на получение наиболее высокой энергии связи за счет наибольшего перекрытия электронных орбиталей; получения наибольшего количества коллективизированных электронов, отвечающих за пластичность и понижения доли ковалентной связи, отвечающей за хрупкость [20].

Легирование титаном, ниобием и ванадием аустенитных сталей обеспечивает мелкозернистую структуру, повышение прочности и сопротивления межкристаллитной коррозии. Молибден значительно увеличивает сопротивляемость к питтинговой и щелевой коррозии, повышает критическую температуру питтингообразования, а также прочность стали при высоких температурах, но отрицательно влияет на горячую пластичность, и как ферритообразующий элемент способствует образованию феррита в стали [5, 21–23].

Легирование аустенитных сталей элементами, образующими твердые растворы замещения или внедрения, как правило, повышает значения предела текучести, поскольку, как уже было сказано выше, свойства конкретного металла определяются через вклад каждой составляющей электронной связи в кристаллической решетке в межатомную связь. Введение легирующих элементов приводит к изменению параметра кристаллической решетки аустенита, при этом упрочнение аустенита тем сильнее, чем больше различие атомных диаметров упрочняющего элемента и железа. Легирование аустенитных сталей ферритообразующими элементами (ниобием, титаном, молибденом, ванадием и др.), входящими в твердый γ-раствор по типу замещения, имеет большее влияние на увеличение предела текучести, чем легирование

аустенитообразующими элементами (марганец, никель, кобальт и др.). Но наибольший вклад в упрочнение вносят азот, углерод и бор, которые образуют с железом твердые растворы внедрения. С повышением их содержания в стали существенно увеличивается твердость и прочностные характеристики материала. Наиболее эффективное влияние на упрочнение оказывает азот [9, 12, 24].

#### 1.1.2 Высокопрочные аустенитные стали, легированные азотом

Легирование азотом аустенитных коррозионно-стойких сталей позволяет создать новый класс высокопрочных конструкционных материалов с необходимым комплексом эксплуатационных свойств, а также значительно снизить стоимость сталей за счет уменьшения в них содержания дорогостоящих легирующих элементов (например, Ni) [25–29]. Впервые азотсодержащая сталь была получена в 1912 г. американским инженером Эндрю в сконструированной им печи под высоким давлением газообразного азота, но основное развитие как за рубежом, так и в России исследования в области разработки азотсодержащих сталей различных классов получили в середине прошлого века [25, 30].

Об актуальности разработки азотсодержащих сталей свидетельствуют регулярно проводимые в течение последних 30 лет конференции "International Conference on High Nitrogen Steels, HNS" с участием ведущих мировых и российских ученых. Причем интерес представляют как так называемые коммерческие стали, которые уже применяют в настоящее время в различных областях промышленности, так и опытные стали, которые разрабатывают с целью получения определенного комплекса характеристик, и пока не внедренных в промышленность [31–35].

Азот, растворяясь в железе или сложных по составу сталях, придает им новые, иногда уникальные качества. В.Г. Гаврилюк и его коллеги [36–40] провели сравнительный анализ влияния атомов углерода и азота в твердых Fe-C- и Fe-N-растворах и установили, что физические основы их различного поведения заключаются в следующем:

 азот увеличивает плотность электронных состояний на уровне Ферми и, соответственно, концентрацию свободных электронов, усиливая металлический характер межатомных связей. При этом уменьшается ковалентная составляющая – σ-связь, что приводит к повышению в стали ударной вязкости;

• увеличение концентрации свободных электронов способствует ближнему упорядочению атомов в твердом растворе системы Fe-N, в то время как локализация электронов на атомных узлах приводит к расслоению и образованию кластеров в твердых растворах Fe-C; • провоцируемый азотом ближний атомный порядок в твердых растворах на основе железа является причиной их повышенной термодинамической стабильности, которая в итоге приводит к высокой устойчивости к выделениям избыточных фаз, повышенной коррозионной стойкости и т.д.;

• азот увеличивает концентрацию вакансий в твердом растворе на основе γ-Fe и способствует миграции растворенных атомов, в то время как углерод не влияет на образование вакансий;

• азот в аустенитных сталях увеличивает подвижность дислокаций (при примерно одинаковой подвижности дислокаций и атомов азота при деформации), а углерод уменьшает;

• дислокации в аустените эффективнее закрепляются «неподвижными» атомами азота, чем углерода за счет более высокой энтальпии связи атомов азота с дислокациями, и, соответственно, более сильному их блокированию в сравнении с атомами углерода;

• азот понижает ЭДУ в кристаллической решетке железа, увеличивая тем самым степень расщепления дислокаций и повышая деформационное упрочнение, тогда как углерод повышает ЭДУ, уменьшая способность к деформационному упрочнению [26, 41].

• наличие сильных межатомных связей между хромом и азотом обуславливает тенденцию к равномерному распределению азота и хрома в кристаллической решетке железа (Рисунок 1.1) [42], повышая степень химической однородности аустенита. Это позволяет получить стабильные твердые растворы γ-Fe с повышенным содержанием азота, что недостижимо в углеродистых сталях из-за выделения карбидов хрома.



Рисунок 1.1 – Схематичное изображение распределения Fe, Cr, N и C в твердом растворе: *a* – ближний порядок. Азот увеличивает концентрацию на свободных электронах, формируя ненаправленную связь и равное распределение атомов в кристаллической решетке; *б* – кластер. Углерод уменьшает концентрацию свободных электронов, формируя направленную связь неравную распределению атомов в кристаллической решетке [42]

Многочисленные экспериментальные работы по влиянию азота на структуру и свойства аустенитных сталей [9, 12, 26, 36, 43–58, 61, 62] позволяют сформулировать следующие основные тенденции:

 азот позволяет уменьшить в сплавах содержание никеля и других аустенитообразующих элементов при сохранении аустенитной структуры;

– азот способствует повышению стабильности аустенита по отношению к γ→α превращению при охлаждении и пластической деформации;

 азот существенно повышает прочностные характеристики при сохранении высоких пластических и вязких свойств;

 упрочнение аустенитных сталей за счет легирования азотом сохраняется и при повышенных температурах;

 аустенитные стали с азотом обладают высокими механическими свойствами при пониженных температурах;

– введение азота в сталь изменяет кинетику образования карбидных и других избыточных фаз, тем самым предотвращая выделение и рост карбидов хрома и увеличивая концентрацию хрома на границах зерен, следовательно, азот увеличивает коррозионную стойкость сталей (сопротивление питтинговой и ножевой коррозии, коррозионному растрескиванию под напряжением, межкристаллитной коррозии);

 – легирование сталей азотом позволяет повысить износостойкость, которая является результатом высокого упрочнения при деформации. Износостойкость высокоазотистых сталей выше, чем у марганцевой стали Гадфильда и высокоуглеродистых мартенситных сталей;

 при увеличении концентрации азота в аустенитных сталях наблюдается снижение скорости ползучести. В отличие от нелегированных азотом сталей, в сталях, легированных азотом, после высокотемпературной ползучести наблюдается образование субграниц;

– азот, при содержании ниже предела его стандартной растворимости, способствует стабилизации структуры околошовной зоны и зоны термического влияния при сварке. При содержании азота, близкому к пределу растворимости, возможно ухудшение свариваемости и образование пор в сварном шве.

Азотсодержащие стали принято подразделять на два вида: с равновесным (<0,6%N) и сверхравновесным (0,6–1,3%N) содержанием азота. Стали с сверхравновесным содержанием азота обычно малолегированные, в то время как стали с равновесным содержанием азота содержат большое количество легирующих элементов. Для повышения растворимости азота и получения различных служебных свойств металла в стали этого класса вводят такие элементы как хром, марганец, никель, молибден, ванадий, ниобий и другие. Проводятся множественные исследования с целью определения, какие конкретно и в каком количестве элементы необходимо вводить в стали с азотом для получения оптимального сочетания свойств (механических, магнитных, технологических и других), поскольку влияние

азота на формирование свойств стали зависит от его содержания в ней, обусловленного растворимостью в соответствующих системах легирования, а также влиянием других легирующих элементов на активность азота и условиями введения его в сталь. В работах зарубежных, советских и российских ученых, таких как Бернс Н., Фельгандлер Э.Г., Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В., Сагарадзе В.В., Гольдштейн Я.Е. и др., в результате собственных исследований и при проведении аналитических обзоров рассмотрено влияние содержания азота в различных системах легирования на формирование конечного структурно-фазового состояния и физико-механических свойств сталей [9, 12, 27, 30, 39, 48, 51, 52, 58–62]. Например, в работах Базалеевой К.О. [41, 59] показано, что зависимость концентрации дефектов упаковки ( $\alpha_{xy}$ ) от содержания азота в различных системах легирования азота в различных системах легирования азота в



Рисунок 1.2 – Зависимость концентрации дефектов упаковки для сталей систем Fe-Cr-Ni-Mn-N; Fe-Cr-Mn-N; Fe-Cr-N от содержания азота [59]

В этих же сталях оценивали частоту появления двойников отжига, взаимосвязанную с ЭДУ. Исследования показали, что частота появления двойников монотонно увеличивалась с повышением концентрации азота. Существуют данные [59], что коэффициент дилатации твердого раствора в аустените зависит от состава стали (Таблица 1.1), а именно от радиуса межатомного взаимодействия азота с другими легирующими элементами, а также от распределения атомов азота в самом твердом растворе.

Система	k, нм/(%N)
Fe-N	0,0041
Fe-Cr-Mn-N	0,0042
Fe-Cr-Ni-Mn-N	0,0039
Fe-Cr-N	0,0028
Fe-Mn-N	0,0021

Таблица 1.1 – Коэффициент дилатации для аустенитных сплавов различных систем [59]

В работе Шлямнева А.П. и его коллег [58] приводятся обобщенные сведения зависимости механических свойств от содержания азота в аустенитных сталях различных систем легирования (Рисунок 1.3).

Из приведенных данных очевидно, что упрочнение исследованных сталей носит линейный характер и пропорционально содержанию азота, растворенного в стали. В зависимости от содержания азота в аустенитных сталях различных систем легирования (Fe–Cr–N; Fe–Cr–Ni–N; Fe–Cr–Ni–Mn–N; Fe–Cr–Mn–N; Fe–Cr–Ni–N–Si; Fe–Cr–Mo–N; Fe–Cr–Ni–Mo–N) предел прочности увеличивается от 500–700 до 950–1200 H/мм<sup>2</sup>, предел текучести от 190–300 до 600–800 H/мм<sup>2</sup>. Зависимость относительного удлинения  $\delta_5$  и относительного сужения  $\psi$  носит нелинейный характер и с увеличением содержания азота до 0,45% во всех исследованных сталях различных систем легирования эти характеристики практически не изменяются или уменьшаются очень незначительно. При содержании азота более 0,45% происходит существенное снижение пластических свойств.

Таким образом, влияние азота в качестве легирующего элемента в зависимости от его концентрации, системы легирования и содержания других элементов носит сложный и неоднозначный характер. Поэтому при разработке химического состава новых сталей учитываются многие параметры: требуемые физико-механические свойства, эксплуатационные условия, стоимость материала, существующие условия промышленного производства и другие.

#### 1.1.3 Основные способы упрочнения аустенитных сталей, в том числе с азотом

Основными способами повышения прочности аустенитных сталей являются:

1. Твердорастворное упрочнение;

2. Дисперсионное твердение при выделении частиц карбидных, нитридных или интерметаллидных фаз из пересыщенного у-твердого раствора;

3. Деформационное упрочнение;

4. Зернограничное упрочнение;

5. Фазовый наклеп при  $\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \gamma$ -превращении;

6. Фазовый наклеп при γ→ε→γ-превращении или получение в структуре стали значительного количества парамагнитного ε-мартенсита [24].



# Рисунок 1.3 – Зависимость предела прочности и предела текучести (*a*) и относительного удлинения и относительного сужения (б) от содержания азота в аустенитных нержавеющих сталях различных систем легирования [58]

Для стабильных аустенитных сталей преимущественное значение имеют первые четыре механизма. Основным практическим результатом легирования сталей азотом является способность азота участвовать в различных механизмах упрочнения аустенитных сталей без снижения их пластичности [9].

Твердорастворное упрочнение связано, как уже было упомянуто выше, с искажениями кристаллической решетки. При взаимодействии атомов замещения или внедрения с атомами основного металла может образоваться определенный порядок в расположении атомов (ближний или дальний), и кристаллическая решетка основного металла искажается вследствие различного размера атомов, образующих твердый раствор. В процессе пластической деформации дислокации при своем движении разрушают ближний порядок в сплаве и преодолевают искажения кристаллической решетки. Это повышает работу сопротивления деформированию. Соответственно возникает вклад в сопротивление деформированию, обусловленный наличием ближнего порядка, и вклад, обусловленный эффектом из-за искажения кристаллической решетки [63]. На Рисунке 1.4 приведены экспериментальные данные по влиянию твердорастворной компоненты в упрочнение, полученные учеными из Донецкого физико-технического института им. А.А. Галкина НАН Украины на примере стали Х18Г18, дополнительно легированной азотом [64]. Как видно из рисунка 1.4 вклад твердорастворной компоненты  $\Delta \sigma_{ss}$  в упрочнение в основном концентрацией азота. Зависимость связан с  $\Delta \sigma_{ss} - C_N$ В интервале  $C_{\rm N} = 0-0.8$  мас.% можно аппроксимировать следующим линейным соотношением:

$$\Delta \sigma_{\rm ss} = \sigma_0 + K_{\sigma} C_{\rm N}, \qquad (1.1)$$

где  $\sigma_0$  – прочность сплава без азота;  $K_{\sigma}$  – концентрационный коэффициент прочности;

*C*<sub>N</sub> – концентрация азота (мас. %).



Рисунок 1.4 – Влияние концентрации азота  $C_{\rm N}$  на твердорастворную компоненту  $\Delta \sigma_{\rm ss}$  предела текучести  $\sigma_{0,2}$  (1), предела прочности  $\sigma_{\rm B}$  (2) и величину критической деформации  $e_{\rm c}$  (3) стали X18Г18 [64]

Значительный вклад твердорастворного упрочнения азотсодержащих сталей может быть связан с особенностями движения расщепленной дислокации (двойникующая дислокация Шокли a/6(211)), которая перемещает атомы внедрения из октаэдрических междоузлий в тетраэдрические (Рисунок 1.5).



Рисунок 1.5 – Перемещение атома азота из октаэдрического междоузлия в тетраэдрическое [64]

Радиус тетраэдрической поры в аустените примерно в 2 раза меньше радиуса октаэдрической, поэтому атомы азота, попадая в тетраэдрическое междоузлие, создают большие упругие искажения кристаллической решетки, которые могут преодолеваться силовым образом или с помощью термических флуктуаций [64].

Другим способом, значительно повышающим прочностные свойства сталей, является дисперсионное твердение. Дисперсионное упрочнение заключается в образовании дисперсных выделений упрочняющих фаз в матрице основного металла или сплава при распаде пересыщенного твердого раствора. Эти выделения могут иметь когерентную или некогерентную кристаллическую решетку, создавать поля напряжения, быть перерезаемыми или непроходимыми для дислокаций. В любом случае они создают дополнительные препятствия для движения дислокаций и могут значительно повышать прочность сталей [10, 64, 65].

Третьим направлением повышения прочности является создание в кристаллической решетке стали особых структурных несовершенств, способствующих развитию эффекта упрочнения. Такие структурные несовершенства могут быть получены в результате пластической деформации, при которой происходит увеличение плотности дислокации и точечных дефектов, стимулирование образования дисперсионных частиц избыточных фаз, служащих препятствием для движения дислокаций, а также формирование ячеистой дислокационной субструктуры внутри зерен и др. Как известно [10, 66–69], в аустенитных структурах низкая ЭДУ препятствует поперечному скольжению и переползанию дислокаций. В связи с этим образуются плоские скопления дислокаций, что приводит к высоким скоростям упрочнения. Взаимодействие дислокаций с выделениями избыточных фаз или атомов растворенного вещества приводит к закреплению дислокаций, препятствующему их дальнейшему движению. Этот эффект также дает заметный вклад в упрочнение [47, 59]. Пластическая деформация в аустенитных сталях приводит к образованию дефектов упаковки и деформационных двойников, обусловленному низкими значениями ЭДУ, которые обеспечивают дополнительное к дислокационному субструктурное упрочнение, вызванное тормозящими эффектами на двойниковых границах [70]. Двойниковые границы также играют важную роль в зернограничном упрочнении. Большеугловые и специальные границы зерен непроницаемы для дислокаций, что затрудняет передачу сдвига из зерна в зерно. Поэтому уменьшение размера зерна приводит к росту прочностных характеристик. Зависимость предела текучести  $\sigma_{0,2}$  от размера зерна d обычно описывается формулой Холла – Петча:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_0 + k d^{-1/2},$$
 (1.2)

где  $\sigma_0$  и k – константы.

Важная особенность зернограничного упрочнения заключается в том, что измельчение зерна, наряду с повышением прочности, увеличивает вязкость и снижает порог хладноломкости, в то время как все прочие механизмы упрочнения снижают вязкость. Такой эффект обусловлен тем, что границы зерен тормозят развитие трещин. При переходе из одного зерна в другое трещина изменяет свое направление [10, 65]. Вклад азота в зернограничное упрочнение оценен в работах [47, 63, 64]. Установлено, что величина коэффициента зернограничного упрочнения k с увеличением концентрации азота  $C_N$ возрастает в аустенитных сталях. Однако вклад азота в зернограничное упрочнение обычно меньше, чем вклад от твердорастворного упрочнения.

Для получения аустенитных сталей, удовлетворяющих современным требованиям по немагнитности, свариваемости, вязкости и коррозионно-механической прочности, а также обладающих высокими эксплуатационными свойствами, наиболее перспективными способами повышения прочности является применение различных комбинированных механизмов упрочнения: деформационного и дисперсионного; деформационного и зернограничного [9, 12]. Однако в зависимости от требуемого комплекса свойств, предъявляемых к разрабатываемой стали, необходимо учитывать и отрицательный вклад того или иного механизма упрочнения в формирующиеся физико-механические свойства. Например, высокие значения прочности немагнитных сталей аустенитного класса обеспечиваются термодеформационным воздействием и при определенном легировании с созданием эффекта дисперсионного твердения. При упрочнении наклепом далеко не всегда сохраняется немагнитность стали, так как возникающий при наклепе мартенсит деформации является магнитной фазой.

#### 1.1.4 Основные методы введения азота в сталь при производстве

Технологические процессы выплавки азотсодержащих сталей сложнее, чем выплавка углеродистых сталей. Существующие методы введения азота в стали, которые нашли применение в промышленных условиях можно разделить на две следующие группы:

1. Насыщение азотом расплавов:

а) плавка при атмосферном давлении азота над расплавом (то есть на воздухе) с использованием в качестве шихтовых материалов азотированных ферросплавов;

б) плавка при повышенном давлении над расплавом. Более высокие содержания азота (свыше 0,7%), могут быть достигнуты только при повышенном давлении, которое увеличивает, как растворимость отдельных легирующих элементов в плавке, так и предупреждает удаление газом летучих легирующих элементов во время кристаллизации.

2. Твердофазное насыщение азотом:

а) объемное или поверхностное азотирование компактного материала или порошков в атмосфере азотосодержащих газов;

б) горячее прессование под давление азота в газостатах порошков элементов, входящих в состав сплава, или просто порошка сплава заданного состава [40].

Наиболее распространены методы первой группы [26, 44]. При производстве сталей с равновесным содержанием азота для его введения в расплав используют либо азотированную лигатуру, либо проводят непосредственное вдувание в расплав газообразного азота [50, 71]. Использование газообразного азота является менее затратным и стало возможным после внедрения на ряде отечественных предприятий металлургии в производство внепечных способов обработки металла в агрегатах АОD, VOD, агрегатах ковш-печь, поэтому существенных препятствий для производства азотсодержащих сталей не существует [58, 72–75]. Для получения сталей со сверхравновесным содержанием азота применяют плазменно-дуговой переплав под давлением (ПДПД), электрошлаковый переплав под давлением (ЭШПД) и плавку под давлением в индукционной печи. Необходимо отметить, что производство высокоазотистых сталей требует использования специального оборудования, за счет чего увеличивается их стоимость [44, 48, 76, 77].

При выплавке азотсодержащих сталей одной из важных задач является обеспечение заданного узкого интервала массовой доли азота при определенном уровне легирования стали. Поэтому при разработке химического состава стали и технологий ее производства необходимо учитывать данные по растворимости азота в определенной системе легирования, скорости растворения и условиям взаимодействия азота с другими компонентами расплава. В зависимости от содержания основных легирующих элементов важным является определение максимально возможного уровня его растворимости в жидком металле, создание условий для его введения в жидкий металл, сохранения азота в твердом растворе без его выделения в виде газовой фазы. Основными термодинамическими факторами, влияющими на растворимость азота в стали, кроме ее химического состава, являются парциальное давление азота над расплавом и температура, при которой протекает процесс. Поэтому существенную роль в растворимости азота в металле заданного состава играют температуры протекания процесса легирования и разливки металла.

В литературе существует большое количество результатов теоретических и экспериментальных исследований по растворимости азота в чистом железе и сталях различных систем легирования [39, 50, 52, 78–84], в которых использованы разные подходы и коэффициенты, определяющие степень влияния легирующих элементов, температуры и давления на растворимость азота.

При расчете критической концентрации азота необходимо учитывать, что его растворимость в жидком металле и α- и γ-фазах существенно отличается, поэтому при затвердевании расплава возможно выделение азота в газовую фазу – образование азотных пузырей и пористости в слитке, а также выделение нитридов [81, 82, 85]. Причем чем выше температура их выделения и чем больше их количество, тем они крупнее и менее растворимы при последующих нагревах. Наличие этих выделений может отрицательно сказаться на пластичности и вязкости стали, а их вклад в упрочнение невелик. Также на растворимость азота при кристаллизации влияют концентрации легирующих элементов, механизм и условия самой кристаллизации – скорость, температура и давление [82, 86–88].

#### 1.1.5 Свариваемость азотсодержащих аустенитных сталей

Основные трудности сварки аустенитных сталей обусловлены их многокомпонентным легированием. Возможными проблемами свариваемости этих сталей являются порообразование и образование горячих трещин, имеющих межкристаллитный характер, и связанных с формированием при сварке крупнозернистой неоднородной макроструктуры с наличием ячеисто-дендритных зон и зон крупных столбчатых кристаллов, а также

обогащенных примесями междендритных областей, образующими легкоплавкие фазы. Особенно это наблюдается в многослойных швах из-за многократных термических циклов [89]. Применение методов, способствующих измельчению кристаллов и устранению столбчатой структуры, повышает стойкость швов против образования горячих трещин. Одним из таких методов является получение швов, имеющих в структуре некоторое количество δ-феррита, положительное действие которого связано с изменением механизма кристаллизации и большей растворимостью в нем ликвирующих примесей. Одновременное выпадение из жидкой фазы кристаллов аустенита и δ-феррита приводит к уменьшению сечения столбчатых кристаллов, разделенных участками δ-феррита. В результате вероятность образования горячих трещин по местам расположения жидких прослоек уменьшается [89–91].

При оценке возможности порообразования следует учитывать, что за образование газовых пор в металле могут быть ответственны не только элементы, уменьшающие растворимость азота, но и сильные ферритообразующие элементы, например, хром [89].

Эти подходы также применимы и к сварке азотсодержащих аустенитных сталей. Однако управление процессом кристаллизации и содержанием б-феррита для снижения возможности образования горячих трещин играет основную роль при разработке сварочных материалов и технологий сварки. Высокие скорости кристаллизации приводят к пересыщению азотом жидкого металла сварочной ванны и образованию пор. Особенно это касается сталей со сверхравновесным содержанием азота [21, 48]. Наряду с пористостью, отрицательной особенностью азотсодержащих сталей при сварке является склонность к охрупчиванию в интервале температур 700-1000°С. При повторном нагреве при многопроходной сварке происходит распад азотистого аустенита по механизму  $\gamma \rightarrow \gamma' + M_2 N c$ перлитоподобной образованием структуры тонкопластинчатого нитрида  $Cr_2N$ . обусловленный наличием метастабильного аустенита, предварительно закаленного на пересыщенный раствор от температуры 1050–1200°С из-за высокой скорости кристаллизации и охлаждения [9].

Из вышесказанного очевидно, что режимы сварки азотсодержащих сталей имеют ряд ограничений, поэтому требуется применение соответствующих технологий сварки и сварочных материалов. Для сохранения азота в сварном соединении, сварку сталей со сверхравновесным содержанием следует проводить лишь специальными методами (электронным лучом, лазером или в камерах под давлением азота) [48], стандартными методами качественные сварные соединения можно получить для сталей с содержанием азота до 0,8% [44].

При сварке аустенитных сталей горячие трещины могут возникать и в зоне термического влияния, однако механизм их образования более разнообразен, чем для трещин в металле сварного шва. Трещины этого типа могут образовываться в переходной зоне, причем чаще всего встречается сетка межкристаллитных микротрещин [90]. Кроме того, одним из современных требований, которые предъявляются к сварным соединениям из высокопрочных азотсодержащих сталей, является стойкость к различным видам коррозии. Межкристаллитная коррозия (МКК) может развиваться как в металле шва, так и в основном металле у линий сплавления (ножевая коррозия) или на некотором удалении от шва. Механизм развития этих видов коррозии одинаков, однако причины их возникновения различны. МКК в металле шва возникает в результате выделения из аустенита под действием термического цикла сварки карбидов (карбонитридов) хрома, приводящих к обеднению хромом приграничных объемов зерен. МКК основного металла на некотором расстоянии от шва также вызвана действием термического цикла сварки на ту часть основного металла, которая была нагрета до критических температур [89, 92].

Известно, что аустенитные стали могут подвергаться коррозионному растрескиванию под напряжением (КРН) [91], введение азота и молибдена повышает стойкость против КРН и питтинговой коррозии. Однако молибден в сочетании с высоким содержанием никеля и азота может образовывать при кристаллизации сегрегации в металле шва, обедняя при этом его содержанием центры субзерен (дендритов или ячеек), вследствие чего появление очагов питтинговой коррозии резко возрастает [21]. Для предотвращения этого необходимо применять специальные присадочные материалы.

При разработке технологий сварки также необходимо уделять особенное внимание формированию структуры в зоне термического влияния, поскольку многократные термические циклы при многопроходной сварке могут способствовать образованию неравномерной структуры, выделению карбонитридов хрома и отрицательно влиять на ударную вязкость и эксплуатационные свойства сварных соединений. Также необходимо учитывать, что для большинства высоколегированных сталей из-за низкого коэффициента теплопроводности и высокого коэффициента линейного расширения даже при одинаковой погонной энергии и других равных условиях (метода сварки, геометрии кромок, жесткости соединения и др.) происходит расширение зоны проплавления и областей, нагретых до различных температур, что приводит к увеличению суммарной пластической деформации металла шва и околошовной зоны и, следовательно, увеличивает коробление изделий. Поэтому для высоколегированных сталей следует применять способы и режимы сварки,

характеризующиеся максимальной концентрацией тепловой энергии, или уменьшать силу тока по сравнению с режимом сварки углеродистой стали [89, 92].

Для сварки аустенитных азотсодержащих сталей применяются аустенитные сварочные материалы, которые делятся на глубокоаустенитные и аустенитно-ферритные в зависимости от соотношения аустенито- и ферритообразующих элементов, которые определяют возможность образования в металле шва δ-феррита. При сварке немагнитных сталей металл шва должен иметь аустенитную структуру, чтобы обеспечить требуемую магнитную проницаемость. Аустенитный металл шва может иметь повышенную склонность к образованию горячих трещин, поэтому для предотвращения их образования обычно его легируют молибденом и ванадием с целью образования большого количества карбидной фазы и измельчения структуры.

#### 1.1.6. Применение азотсодержащих аустенитных сталей

Азотсодержащие аустенитные стали нашли широкое применение в различных областях промышленности благодаря своим высоким характеристикам, которые позволяют снизить металлоемкость и увеличить срок службы конструкций и изделий из этих сталей. Так, например, азотсодержащие хромоникелевые и хромомарганцевые стали используются в самых различных отраслях техники благодаря уникальному сочетанию высокой сопротивляемости хрупким разрушениям вплоть до криогенных температур, высокой работоспособности в условиях атмосферной коррозии и коррозии в активных средах. В обзорах [58, 93–96] приведены примеры успешного применения в России и за рубежом азотсодержащих сталей в химической, нефтегазодобывающей и пищевой промышленности; общем и транспортном машиностроении; судостроении; медицине и др.

Азотсодержащие коррозионно-стойкие стали могут применяться для изготовления транспорта – от вагонов объектов железнодорожного местного сообщения до высокоскоростных поездов, что позволит увеличить срок службы, повысить безопасность при столкновении в случае катастрофы, а также снизить расходы на ремонт. Высокопрочные азотсодержащие коррозионно-стойкие стали аустенитного класса благодаря уникальному комплексу физико-механических свойств являются перспективным материалом для строительства морской техники (ледоколов, газовозов, судов обеспечения, научноисследовательских судов, глубоководных аппаратов), морских газопроводов и прибрежных сооружений, в том числе и для применения в Арктическом регионе. Также важной областью возможного применения азотсодержащих аустенитных сталей является производство труб теплообменников, парогенераторов в реакторах, охлаждаемых водой под давлением [58].

# 1.2 Формирование структуры и свойств азотсодержащих аустенитных сталей на всех стадиях изготовления металлургических полуфабрикатов

Комплекс эксплуатационных свойств любой стали зависит от ее конечной микроструктуры, формирование которой происходит на всех технологических стадиях производства, начиная от выплавки и кристаллизации до термодеформационной и термической обработки. Причем структура, сформированная на этапе кристаллизации, зависит от исходного химического состава стали и имеет значительное влияние на процессы структурообразования при последующих технологических переделах.

#### 1.2.1 Механизмы кристаллизации аустенитных сталей

Аустенитные стали, в том числе и с азотом, в зависимости от их химического состава могут кристаллизоваться по различным механизмам: как через δ-феррит, так и через аустенит. После кристаллизации обычно происходят дополнительные превращения в твердой фазе при охлаждении, например, полное или частичное превращение феррита в аустенит и выделения вторичных фаз различной стехиометрии, кристаллографической ориентации и морфологии [97].

В зависимости от соотношения аустенитообразующих – Ni<sub>экв</sub> и ферритообразующих – Cr<sub>экв</sub> – элементов, а также скорости кристаллизации структура готового металлического полуфабриката может быть полностью аустенитной или содержать небольшую объемную долю δ-феррита. Таким образом, одно и то же конечное структурно-фазовое состояние стали может быть получено по различным механизмам кристаллизации и в дальнейшем влиять на структурообразование при последующих технологических переделах.

В Таблице 1.2 приведены возможные варианты последовательного образования фаз при кристаллизации аустенитных сталей [98–100]. При увеличении отношения Cr<sub>экв</sub>/Ni<sub>экв</sub> механизм кристаллизации меняется от А до ФА (Таблица 1.2) [98, 99]. Если микроструктура стали к концу затвердевания полностью аустенитная, то она без изменений сохранится при дальнейшем охлаждении вплоть до комнатной температуры (механизм A). При металлографических исследованиях сталей после такой кристаллизации наблюдается четкая дендритная структура, характерная для образования первичного аустенита. При этом на границах ячеек и дендритов наблюдаются сегрегации легирующих элементов и примесей, зафиксированных в литом металле при охлаждении твердой стали в условиях их ограниченной диффузионной подвижности [21].
Последовательность фазообразования	Обозначение	Описание		
$\mathcal{K} \to \mathcal{K} + A \to A$	А	Кристаллизация через аустенит с образованием полностью аустенитной структуры		
$\mathcal{K} \to \mathcal{K} + A \to \mathcal{K} + A + + \Phi \to A + \Phi_{ocm}$	AΦ	Кристаллизация через аустенит с образованием остаточного б-феррита в междендритном пространстве при затвердевании		
$ \mathcal{K} \to \mathcal{K} + \Phi \to \mathcal{K} + \Phi +  + A \to A + \Phi_{ocm} $	ФА	Кристаллизация через б-феррит с дальнейшим образованием аустенита и остаточного б-феррита при затвердевании		

Таблица 1.2 – Возможные механизмы кристаллизации

Для механизма АФ характерно, что кристаллизация начинается с образования аустенита, а в конце затвердевания из-за ликвации ферритостабилизирующих элементов в междендритных пространствах, аустенит. посредством эвтектической реакции. превращается в б-феррит. Можно отметить, что данный механизм кристаллизации возможен только при соответствующем соотношении Cr<sub>экв</sub>/Ni<sub>экв</sub> и только в традиционных Cr-Ni системах без азота [100]. При реализации механизма ФА первичными образуются остовы дендритов б-феррита. По мере охлаждения и дальнейшего затвердевания формируется аустенит, в том числе по перитектико-эвтектической реакции [21]. От скорости охлаждения стали и отношения в ней Cr<sub>экв</sub>/Ni<sub>экв</sub> зависит морфология δ-феррита. В работе [99] приведен детальный анализ морфологических особенностей аустенита и бферрита в коррозионно-стойких сталях, полученных при разных механизмах затвердевания и скоростях охлаждения. Установлено, что аустенитные структуры, полученные путем кристаллизации через б-феррит (ФА), более сложны с точки зрения морфологии по сравнению со случаями кристаллизации через аустенит (А, АФ) [21].

Внутренние изменения, происходящие во время полиморфного превращения, имеют влияние на все структурные уровни материала: атомный, мезокристаллический и мезоструктурный. Изменения на атомном уровне состоят в различном распределении плотности частот колебаний атомов в решетке. При этом спектр частот колебаний атомной группировки определяется симметрией ее окружения. Разные виды колебаний атомов, образующих определенную структуру, обладают различной способностью аккумулировать тепловую энергию. Это приводит к тому, что на мезокристаллическом уровне изменяются динамические характеристики самой решетки [101], и система стремится к достижению минимума поверхностной энергии. Превращения в аустенитных сталях могут быть описаны при помощи псевдобинарной диаграммы системы Fe-Cr-Ni (Рисунок 1.6). На тройной диаграмме граница раздела двух фаз примерно соответствует содержанию 18% Cr и 12% Ni. В области, расположенной справа от условной линии, при более высоких соотношениях хрома к никелю первичная кристаллизация реализуется через δ-феррит, а слева при более низких соотношениях через аустенит. В интервале температур 1410–1450°C находится небольшая область, в которой существует одновременно аустенит, δ-феррит и жидкость [21].

Пример влияния других легирующих элементов на процессы фазообразования при кристаллизации и охлаждении показаны на диаграмме, построенной для стали Fe-18Cr-10Ni-1,5Mn-0,5Si-0,04N при переменном содержании углерода с помощью термодинамического моделирования с применением программного продукта ThermoCalc и представленной на Рисунке 1.7. Из диаграммы видно, что при различном содержании углерода в стали кристаллизация может происходить как через δ-феррит, так и через аустенит [21]. В случае кристаллизации аустенитной стали по механизму ΦA в результате последующего превращения образуются вторичные зерна аустенита, которые не совпадают с первичной дендритной структурой, образованной через δ-феррит (Рисунок 1.8) [102].



Рисунок 1.6 – Сечение псевдобинарной диаграммы системы Fe-Cr-Ni при содержании 70% Fe [21]



Рисунок 1.7 – Термокинетическая диаграмма, построенная для стали Fe-18Cr-10Ni-1,5Mn-0,5Si-0,04N при переменном содержании углерода [21]



Рисунок 1.8 – Схема наложения дендритных и зеренных структур в литом металле при кристаллизации: *a* – кристаллизация по механизму A: совпадение γ-дендритов и затвердевших зерен аустенита; *б* – кристаллизация по механизму ФА: γ-дендриты не совпадают с аустенитными зернами [102]

Согласно ГОСТ 5632-72 [103] аустенитные стали могут содержать до 10%  $\delta$ -феррита. Однако в случае служебного требования по свойствам к немагнитности стали  $\mu \le 1,01$  Гс/Э предельное содержание  $\delta$ -феррита в конечном состоянии составляет не более 1% [104]. Для определения конечного фазового состава сталей разработаны различные прогнозирующие диаграммы и уравнения, базирующиеся на содержании основных аустенито- и ферритообразующих элементов. История создания и последующие модификации этих диаграмм изложены в работах [21, 105, 106].

Наибольшую известность для нержавеющих сталей получила диаграмма, разработанная А. Шеффлером (Рисунок 1.9) [107]. Диаграмма показывает неравновесную структуру сталей, полученную после быстрого охлаждения с 1050°С до комнатной температуры. Относительный вклад основных легирующих элементов в формирование структуры учитывается при помощи никелевого (Ni<sub>экв</sub>) и хромового (Cr<sub>экв</sub>) эквивалента, которые рассчитываются по формулам, представленным в работе [107].



Рисунок 1.9 – Структурная диаграмма Шеффлера для нержавеющих литых хромникелевых сталей [107]

Для более точного прогнозирования количественного содержания  $\delta$ -феррита в аустенитных сталях ДеЛонгом была предложена диаграмма только для аустенитных коррозионно-стойких сталей и учитывающая влияние азота при расчете никелевого эквивалента [108], следующая модификация была связана с введением концепции ферритного числа из-за сложностей измерения объемной доли феррита в сварных швах [109] (Рисунок 1.10 *а*). Еще один вид диаграммы был разработан Хуллом [110], уточнившим влияние 13 легирующих аустенито- и ферритостабилизирующих элементов (Рисунок 1.10 *б*). Его исследование согласуется с ранее полученными данными в работе [111], в которой показано, что относительно высокие содержания марганца не стабилизируют аустенитную структуру.



Рисунок 1.10 – Диаграмма ДеЛонга [109] (*a*) и Шеффлера, модифицированная Хуллом [110] (б)

Для высокохромистых сталей с высоким содержанием марганца широкую известность получила диаграмма, усовершенствованная Шпайделем (Рисунок 1.11) [112–114], в которой Сг<sub>экв</sub> и Ni<sub>экв</sub> рассчитаны по уравнениям (1.3)–(1.4). Существенным отличием от диаграммы Шеффлера является то, что в новых эквивалентах учтено влияние азота на стабильность тех или иных структурных составляющих в азотсодержащей высокопрочной коррозионно-стойкой стали.

$$Cr_{_{3KB}} = \% Cr + 1,5 (\% Mo) + 1,5(\% W) + 0,48(\% Si) + 2,3(\% V) + 1,75(\% Ni) + 2,5(\% Al)$$
(1.3)  

$$Ni_{_{3KB}} = \% Ni + \% Co + 0,1(\% Mn) - 0,01(\% Mn)^{2} + 30 (\% C) + 18(\% N)$$
(1.4)



Рисунок 1.11 – Усовершенствованная Шпайделем [112] структурная диаграмма А. Шеффлера [107]

Следует отметить, что в формуле (1.4) для расчета Ni<sub>экв</sub> уточнено влияние марганца, состоящее в том, что он стабилизирует аустенит при содержаниях менее 11%. При более высоких содержаниях марганец оказывает на стабилизацию аустенита обратный эффект [100]. Заштрихованные полосы на диаграмме (Рисунок 1.11) обозначают особенности структурообразования на границе аустенитной и двухфазной областей и область хрупкости. Рекомендуемое максимальное содержание азота [N] < 0,95 мас.% и соответствующий данному содержанию никелевый эквивалент Ni<sub>экв</sub> < 17. Также следует отметить, что впоследствии было уточнено уравнение, описывающее линию разделения  $\gamma$  и  $\gamma$ + $\delta$  областей: Ni<sub>экв</sub>=1,2 Cr<sub>экв</sub> –13 [33].

Как уже было сказано выше, на протяжении последних 50 лет проведено много разных исследований по уточнению уравнений расчета Ni<sub>экв</sub> и Cr<sub>экв</sub>, их взаимосвязи, а также построению структурных диаграмм, аналитическая информация о которых приведена в работах [21, 105, 106].

Подобное пристальное внимание к четкому определению границы раздела этих двух областей в зависимости от содержания конкретного легирующего элемента вызвано неоднозначным влиянием конечного содержания б-феррита на технологические и эксплуатационные свойства аустенитных сталей. Химический состав б-феррита, образовавшегося во время и после кристаллизации, должен отличаться от химического состава аустенита. В феррите из-за изоморфности кристаллических решеток растворяется больше ферритообразующих элементов: Cr, Mo, W и др., а в аустените – больше аустенитообразующих элементов, таких как Ni, Mn, N, C и т.д. В работах [102, 115] высказывается предположение, что феррит представляет собой наиболее ранние кристаллы, образовавшиеся при кристаллизации из жидкого расплава. Затем процесс затвердевания и рост этих кристаллов сопровождается перераспределением элементов между жидкой и твердой частями ячеек дендритов и происходит в условиях обогащения кристаллов δ-феррита хромом, молибденом и другими ферритообразующими элементами [9], что вызывает дендритную ликвацию [116]. На механизм кристаллизации аустенитных сталей оказывает влияние их химический состав, но также существенное значение для морфологии образующегося б-феррита имеет скорость кристаллизации [100, 117–121].

Анализ литературы показал существование противоречивых сведений о влиянии δферрита на свойства сталей. Например, по данным [122, 123] феррит в литых сталях, в том числе и сварных швах, в определенных количествах играет положительную роль. В литом металле ферритные выделения обычно находятся по границам аустенитных зерен и тем самым ограничивают рост аустенитного зерна, способствуя получению мелкозернистой структуры стали и повышая ее свойства. В работе [124] отмечено, что увеличение в стали содержания δ-феррита на 1% повышает предел прочности на 2,2 МПа и предел текучести на 2,5 МПа. Однако для ряда применений присутствие феррита нежелательно, т.к. он снижает ударную вязкость, поскольку является более хрупкой составляющей, чем аустенит. Феррит отрицательно влияет на жаропрочность. Отличаясь более низкой пластичностью, чем аустенит, он осложняет процессы обработки, способствуя появлению В надрывов. прокатанном металле феррит раскатывается В слои-строчки, обусловливающие анизотропию свойств вдоль и поперек направления проката металла [123].

Относительно влияния б-феррита на горячую пластичность стали можно отметить следующее: в работе [125] показано, что зависимость горячей пластичности от содержания δферрита сложный характер с наличием 3 об.% имеет максимума при δ-феррита в литом металле, тогда как в работах [124, 126] авторы приводят сведения, что протяженность границы аустенит/б-феррит отрицательно влияет на горячую пластичность стали. В работах [127, 128], наоборот, отмечено положительное влияние δ-феррита на горячую пластичность стали, которое связывают с повышением сопротивления распространению трещины. Известно, что небольшое содержание δ-феррита положительно сказывается на свариваемости металла, поскольку феррит снижает склонность к образованию горячих трещин при сварке полностью аустенитных сталей [127, 129, 130]. К таким же выводам пришли авторы работ [131–133], которые установили, что кристаллизация в присутствии б-феррита повышает горячую трещиностойкость сварного соединения, снижая риск возникновения кристаллизационных трещин.

В работах [134, 135] указано на важность присутствия δ-феррита в начале кристаллизации, поскольку его наличие способствует уменьшению сегрегации вредных примесей, таких как фосфор и сера. В случае кристаллизации через аустенит эти элементы ликвируют в междендритное пространство и формируют низкоплавкие включения, которые в конечном итоге могут привести к горячему растрескиванию во время затвердевания.

В работе [122] приведены данные о положительном влиянии повышенного содержания δ-феррита в структуре сталей на стойкость к коррозионному растрескиванию под напряжением в хлоридных средах, однако при этом отмечается, что в ряде других коррозионных сред наличие феррита является негативным фактором. Например, в работе [136] показано снижение коррозионной стойкости аустенитной стали типа 316L из-за

снижения концентрации в аустените таких ферритообразующих элементов, как хром и молибден. В работе [137, 138] полученные результаты исследования коррозионной стойкости высокоазотистой стали показывают, что в случае кристаллизации через δ-феррит с последующей его перекристаллизацией происходит выравнивание химического состава аустенита, что позволяет обеспечить более высокую или равную коррозионную стойкость при меньшем легировании стали.

### 1.2.2 Влияние процессов упрочнения и разупрочнения, происходящих в аустенитных сталях при высокотемпературной термодеформационной обработке, на формирование структуры

Известно, что основными параметрами, влияющими на конечные структуру и свойства сталей и сплавов, подвергаемых горячей пластической деформации, являются температурные, деформационно-скоростные и временные [139–142]. Варьируя различные сочетания параметров термомеханической обработки (ТМО) (температуру, скорость деформации, продолжительность междеформационных и последеформационных пауз) с управляемыми режимами нагрева и охлаждения, можно целенаправленно управлять получением структуры и свойств сталей, от которых в конечном итоге будет зависеть работоспособность и надежность изделий и конструкций. В ходе горячей деформации в металле одновременно имеют место два конкурирующих процесса – упрочнение и разупрочнение. Упрочнение вызвано увеличением плотности дислокаций под влиянием прилагаемой нагрузки, процессы разупрочнения заключаются в уменьшении плотности дислокаций, а также в их перераспределении с образованием более стабильных конфигураций: малоугловых субграниц и высокоугловых границ зерен. Основными деформации процессами разупрочнения при горячей являются динамическая полигонизация И рекристаллизация [143–146]. Для начала динамической рекристаллизации (ДР) необходимо достижение критической степени деформации е.

Ключевым вопросом теории рекристаллизации является механизм образования зародышей рекристаллизации. Применительно к статической рекристаллизации (СР) после холодной деформации этот вопрос хорошо изучен и в теоретическом и в экспериментальном аспекте [142, 144, 147–154].

В обзорной работе [155] авторы отмечают следующие наиболее известные физические механизмы зарождения новых зерен:

1. флуктуационный механизм образования зародышей рекристаллизации;

2. механизм зарождения и роста субзерен поликристалла, образованных в результате процесса полигонизации (механизм Бюргерса – Кана – Коттрелла);

3. механизм миграции границ зерен, исходно существующих в поликристалле (механизм Бейли и Хирша);

4. механизм зарождения и роста новых зерен в результате коалесценции полигонизованных субзерен (Фуджита и Ху наблюдали рост субзерен в результате их слияния с постепенным увеличением разориентации по отношению к окружающей матрице до превращения полигонизованного участка в центр рекристаллизации).

Изучение вопроса образования центров рекристаллизации при ДР осложнено, во-первых, высокой скоростью структурных и субструктурных изменений, происходящих при постоянном приложении больших напряжений и, во-вторых, накладывающимися структурными изменениями, происходящими даже за короткое время в процессе охлаждения [144, 156].

В работах [144, 155] подробно рассмотрены известные в настоящий момент физические механизмы образования зародышей рекристаллизованных зерен при ДР и реализуемые механизмы процесса ДР, а также их возможные комбинации. В работе [155] приведены три возможных механизма, однако в основном различают два существенно отличные друг от друга механизмы ДР: прерывистая ДР (англ. discontinuous dynamic recrystallization, cokp. DDRX) и непрерывная ДР (англ. continuous dynamic recrystallization, сокр. CDRX).

Прерывистая ДР реализуется по механизму Бейли–Хирша, т. е. зарождение новых зерен происходит по границам исходных зерен, фаз, двойников и в других областях существенных искажений решеток. Формируется так называемая «ожерельная» структура по границам исходных деформированных зерен. Такой механизм обычно имеет место в материалах с низкой ЭДУ, когда процесс динамического возврата (ДВ) затруднен. Появлению зародыша нового зерна и его последующему росту способствует градиент плотности дислокаций в соседних зернах, во время деформации происходит миграция («выпучивание») участков большеугловой границы (БУГ) исходного зерна, которые впоследствии становятся зародышами рекристаллизации [144, 155, 157, 158]. Далее новые зерна растут, поглощая при этом деформированную матрицу, до столкновения друг с другом или до тех пор, пока в них за счет увеличения плотности дислокаций не увеличится внутренняя энергия [157].

Если деформация будет продолжена, то в уже ранее рекристаллизованных и затем деформированных зернах сформируются новые зародыши рекристаллизации, также

способные к росту. Такой характер процесса в некоторых случаях четко регистрируется на диаграмме деформации в виде периодического упрочнения и разупрочнения. В то же время в работе [159] авторы высказывают мнение о последовательном формировании «слоев» рекристаллизованных зерен вследствие зарождения и развития новых зерен по границам ранее образованных за счет другого механизма. Из-за того, что в ходе ДР исходные границы зерна полностью покрыты новыми зернами, то следующее «выпучивание» должно происходить на границе маленького рекристаллизованного зерна, что в свою очередь требует очень высокого искажения на ней, которое является невозможным при ДР, поскольку для этого необходимо наличие достаточно большой движущей силы. что является нелостижимым в горячих деформированных микроструктурах.

Робертсом и его коллегами [160], исходя из металлографических наблюдений, было сделано предположение, что ДР должна продолжаться через регулярное образование зародышей на поверхности границы между рекристаллизовавшимися И нерекристаллизовавшимися зернами, когда возможности образования зародышей на исходных границах зерен становятся исчерпаны. Новые зерна следующего слоя имеют более отличную от исходных зерен разориентировку, чем зерна предыдущего слоя. На Рисунке 1.12 представлена эволюция структуры сплава Ni<sub>3</sub>Al в процессе динамической рекристаллизации и схематичные изображения расположения БУГ, МУГ и специальных границ, образовавшихся в процессе ДР. Границы, помеченные как «1» имеют угол разориентации  $\leq 15^{\circ}$ , «3», «9» и «27» – границы специального типа. Как видно из Рисунка 1.12 а и в, при небольшой степени деформации формируются динамически рекристаллизованные зерна с небольшими по отношению к исходным зернам разориентировками. С увеличением степени деформации и объема рекристаллизованных зерен быстро уменьшается когерентность ориентации с исходным зерном, формируется структура с преобладанием зерен, имеющих разориентировку  $\geq 15^{\circ}$  (незаштрихованные белые зерна на Рисунке 1.12 г) по отношению к исходному зерну. Из Рисунка 1.12 г очевидно, что также с увеличением степени деформации увеличивается и количество образующихся двойников. В материалах с высокой ЭДУ происходит непрерывная ДР, которая может осуществляться многими способами.

Одним из наиболее вероятных способов формирования фрагментированной субструктуры с БУГ является внутризеренное зарождение по механизму Кана – Бюргерса, т. е. через «коалесценцию» субзерен. Субзерна «коалесценцируют» тем вероятнее, чем больше их размеры и угол разориентации. Когда разориентировка между ними достигает

значения не менее 15°, субзерно становится зародышем рекристаллизации. Отличие от процесса СР по этому же механизму состоит в том, что коалесценцирующее субзерно подвергается продолжающейся деформации, и внутри него происходит динамическая полигонизация. Возникают комплексы субзерен с разориентировкой между собой 10–12°, внутри которых формируются более мелкие субзерна с разориентировкой субграниц 2–5° [161–163]. Следует отметить, что по сравнению с прерывистой ДР, формирование полностью рекристаллизованной структуры в процессе непрерывной ДР требует значительно больших степеней деформации.

Для материалов с высокой ЭДУ также возможен еще один механизм ДР, так называемой геометрической ДР. Он предложен в 1982 г. Хемфрисом и затем более подробно исследован группой зарубежных исследователей [154]. Этот механизм основан на том, что если при очень большой степени деформации размер субзерна становится равным размеру исходного зерна, то формируется мелкозернистая структура, где размер зерна равен размеру бывшего субзерна.

Такая рекристаллизация возможна в материалах типа алюминиевых сплавов, где образуются «выступы» на границах зерен, но рекристаллизация не идет из-за высокой стабильности полигонизованной структуры. Эти «выступы» увеличивают разориентацию между зернами, часто их размер соответствует размеру субзерна. Таким образом, мелкозернистая структура при сильной пластической деформации формируется при взаимодействии таких «выступов», когда их величина будет соизмерима с размером зерна [144, 164–166].



Рисунок 1.12 – Изменение структуры сплава Ni<sub>3</sub>Al в процессе динамической рекристаллизации: *a* – образовавшиеся по границе исходных зерен «ожерельные» рекристаллизованные зерна (T = 950°C; e = 10%); *б* – микроструктура сплава при e = 100%; *в* и *г* – соответствующие микроструктурам схематичные изображения расположения БУГ, МУГ и специальных границ [159]

В работах ученых украинской школы материаловедения [167–169] подробно изучены особенности процессов ДР и МДР, проходящих в традиционных аустенитных сталях Cr-Ni композиции легирования, дополнительно содержащих молибден, показаны основные принципы и установлены термокинетические условия зарождения новых зерен и формирования рекристаллизованных микроструктур при ВТМО в зависимости от температуры и степени деформации. В результате проведенных исследований авторы предполагают, что зарождение динамически рекристаллизованных зерен связано с пакетным сдвигом, т.е. со сдвиговым характером пластической деформации, характерным для высоких температур. В таком пакете объединены наименее деформированные зоны, имеющие небольшую плотность дислокаций и зоны с наибольшей плотностью дислокаций. Этот механизм ДР является одной из вариаций механизма Бейли – Хирша, поскольку приводит к образованию «зубчатости» границ и появлению на зубцах динамически рекристаллизованных зерен.

Подводя итог вышесказанному можно отметить, что существующие представления о механизме образования центров рекристаллизации весьма разнообразны и противоречивы. Некоторые авторы [157, 162] отмечают, что разная степень совершенства рекристаллизованных зерен в зависимости от экспериментальных условий может рассматриваться как свидетельство того, что в процессе рекристаллизации реализуется не один, а несколько механизмов зарождения.

ДP Основной особенностью является ee циклический характер. Рекристаллизованное зерно на установившейся стадии вновь деформируется, проходит стадии горячего наклепа, динамической полигонизации и вновь рекристаллизуется, достигнув e<sub>c</sub>. Вследствие этого, в структуре материала присутствуют динамически рекристаллизованные зерна со структурой горячего наклепа и динамической полигонизации внутри зерна, а также только что рекристаллизованные зерна с малой плотностью дислокаций.

Поскольку в промышленных условиях ВТМО является многопроходным процессом, то деформация имеет прерывистый характер. Когда при горячей деформации достигается критическая степень деформации е<sub>с</sub> для начала ДР, то в материале появляются зародыши рекристаллизации. Если деформацию прекратить на какой-то момент, и сделать выдержку при температуре деформации, то эти зародыши будут расти в частично динамически рекристаллизованной матрице без инкубационного периода. Этот механизм получил название метадинамической (постдинамической) рекристаллизации. Кроме этого процесса в междеформационной паузе в зависимости от температурно-деформационных

условий и химического состава стали возможно протекание статической рекристаллизации. В работе Горелика С.С. и его коллег [144] подробно описана микроструктура материала, подвергнутого частичной ДР, которая может быть очень неоднородна как по размеру зерен, так и по плотности дислокаций в них. Поэтому каждое зерно будет иметь отличный от другого характер структурных изменений при последеформационной выдержке при температуре деформации, при этом кинетика разупрочнения и распределение размеров зерен будут достаточно сложными.

Процессы упрочнения и разупрочнения совершаются во времени. Скорость их существенно и по-разному зависит от многих факторов: температуры, степени и скорости деформации, энергии дефектов упаковки, исходного структурного состояния, фазового состава и др. Поскольку упрочнение и разупрочнение протекают параллельно, степень реализации каждого из этих процессов и, соответственно, вклад в результирующую структуру сложно зависят от перечисленных выше факторов [139, 144]. В реальных промышленных условиях все перечисленные параметры одновременно влияют на формирование конечной структуры. Однако не все они могут варьироваться. Некоторые из них взаимосвязаны или не могут быть изменены по причине технических особенностей используемого оборудования. Поэтому управляют процессом ВТМО, как правило, меняя температуру начала деформации, суммарную и дробную степень горячей деформации, продолжительность междеформационных пауз, время выдержки от конца горячей деформации до начала ускоренного охлаждения и скорость охлаждения.

Эффективным способом управления структурообразованием является регламентирование конкретных термомеханических параметров – температуры начала и конца деформации, температурного интервала основной деформации, суммарной и дробной степени горячей деформации, продолжительности междеформационных пауз, времени выдержки от конца горячей деформации до начала ускоренного охлаждения, скорости охлаждения, которые определяют кинетику процессов динамической полигонизации, динамической и статической рекристаллизации, растворения и выделения вторых фаз, которые в свою очередь зависят от композиции легирования. Поэтому при разработке научно обоснованных технологических режимов горячей деформации конкретного материала необходимо прежде всего знать критические температуры структурных и фазовых превращений, характерные для этой композиции легирования, а именно: температуры динамической полигонизации, динамической и статической рекристаллизации, растворения и выделения вторых фаз, а также зависимость критических температур от

степени и скорости деформации, структуры и фазового состава исходного слитка или заготовки, соотношение легирующих компонентов [170].

Например, температура начала динамической рекристаллизации аустенита в сталях типа X18H10T составляет около 950°C, а температура полной аустенитизации (превращения остаточного δ-феррита) при соотношении Ti/C = 4,3–6,3 соответствует 1100°C. В процессе горячей деформации подобных сталей динамически рекристаллизованная структура составляет порядка 50–80% [171]. При этом отмечается, что статическая рекристаллизация в межоперационных паузах оказывает незначительное влияние на изменение структуры.

Понижение температуры в процессе деформации инициирует выделение из твердого раствора аустенита дисперсных карбидов, нитридов, карбонитридов и других фаз по границам зерен, субзерен, на плоскостях скольжения, в ликвационных зонах, сохранившихся от слитка [172]. Выделение дисперсных частиц вторичных фаз замедляет рекристаллизацию, вызывает формирование неоднородной структуры, что, в свою очередь, способствует неравномерной деформации и снижению технологической пластичности, являющихся причиной образования трещин при проведении операций формоизменения заготовки [170].

На температуру начала динамической рекристаллизации аустенитных сталей также влияет и скорость деформации. Чем выше скорость деформации, тем ниже температура начала динамической рекристаллизации. Авторами в работе [173] приведены сведения, что температура начала динамической рекристаллизации стали X18H10T с увеличением скорости деформации с  $10^{-3}$  до 5 с<sup>-1</sup> снизилась с 990 до 930°C. С увеличением скорости деформации снижается не только температура начала динамической рекристаллизации, но сужается температурный интервал перехода к полностью рекристаллизованной структуре [146, 170, 173]. Существенное влияние на динамическую рекристаллизацию также оказывают размеры и ориентация исходных зерен.

В общем виде процесс ВТМО аустенитных сталей заключается согласно [142, 146] в нагреве до температуры 1100-1200°С, выдержке при этой температуре с целью обеспечения образования гомогенного твердого раствора аустенита, деформировании по термодеформационным режимам с определенным последующим ускоренным охлаждением через заданный промежуток времени. Подобное регламентирование термодеформационных режимов позволяет получать особую структуру, которая и обеспечивает получение необходимого комплекса свойств. В зависимости ОТ преобладания процессов упрочнения и разупрочнения, а также их комбинации, при

горячей деформации могут быть достигнуты состояния горячего наклепа, начала образования субструктуры (после динамического возврата), развитой субструктуры (после динамической полигонизации) и частично или полностью рекристаллизованной структуры (после динамической рекристаллизации) [146, 154–159].

Введение в сталь азота в качестве легирующего элемента, как уже было отмечено выше, из-за его сложного влияния на механизмы упрочнения и разупрочнения, реализуемые при нагреве, горячей деформации и последующем охлаждении в зависимости от композиции легирования и содержания конкретных легирующих элементов, вносит существенные изменения в традиционные технологические схемы [24, 40, 174–181].

Капуткной Л.М. и ее коллегами в работе [179], например, показано, что для традиционных аустенитных сталей Cr-Ni композиции с дополнительным легированием азотом чем выше его содержание и отношение C/N, тем выше сопротивление деформации и тем раньше начинается процесс разупрочнения.

Исследования высокоазотистых сталей с сверхравновесным содержанием азота (X20AГ14H8M с 0,8%N и X21AГ26H3M с 1% N) после горячей деформации (ковки и прокатки), выполненные учеными ИМЕТ РАН под руководством Банных О.А., Блинова В.М. [176], выявили, что наибольшие значения предела прочности у исследуемых сталей достигались после прокатки при невысоких температурах (Рисунок 1.13).



Рисунок 1.13 – Влияние температуры прокатки на механические свойства сталей X20AГ14H8M, X21AГ26H3M [176]

После прокатки при 900°С предел текучести стали X21AГ26H3M (1%N) равен 1200 МПа, с увеличением температуры деформации до 1100°С наблюдается снижение прочности до 870 МПа, а также повышение пластичности и ударной вязкости ( $\delta$  от 25 до 50% и KCU<sup>+20</sup> от 0,55 до 1,55 МДж/м<sup>2</sup>). Авторы предполагают, что такое поведение связано, с разным механизмом формирования структуры во время горячей деформации. При высокой температуре свойства обусловлены, в основном, за счет твердорастворного упрочнения, а при более низкой температуре упрочнение достигается за счет деформационного механизма и большего количества выделившихся дисперсных частиц карбонитридной фазы. Лучшее сочетание характеристик прочности и пластичности достигается у исследуемых сталей после прокатки в интервале 1000–1100°С.

Металлографические исследования стали Х20АГ14Н8М после прокатки при 900°С показали, что для нее характерна структура с большой плотностью дислокаций, тогда как в стали Х21АГ26Н3М при этой температуре деформации только начинает формироваться субзеренная структура с размером субзерен 0,1–0,2 мкм. Повышение температуры прокатки до 1000°С приводит к интенсивному образованию полигонизованной структуры. В стали с 1,0%N плотность дислокаций внутри полигонов ниже – они более стабильны при этой температуре деформации. После прокатки при 1100°С для структуры стали Х21АГ26Н3М характерно большое число участков с рекристаллизованными зернами. В некоторых зернах полигонизованная структура сохраняется. В деформированной при 1100°С стали Х20АГ14Н8М наблюдается хорошо развитая полигонизованная структура. Исходя из анализа структуры и механических свойств исследованных сталей, авторы делают вывод, что при горячей прокатке происходит формирование развитой полигонизованной структуры, которая обуславливает сочетание высоких значений как прочности, так и пластичности.

Результаты исследований, приведенные в работах [175, 180], показали, что при 1100 и 1150°С в стали 06Х21АГ10Н7МФБ (0,5%N) полигонизованная структура не формируется, для субструктуры характерно наличие очень высокой плотности дислокаций, свидетельствующее о сохранении состояния горячего наклепа. Кроме того, при прокатке при 1100°С по границам и в теле зерен происходит выделение дисперсных частиц  $Cr_2N$ , что приводит к увеличению прочности и уменьшению пластичности стали. Горячая прокатка стали 05Х19АГ10Н7М2ФБ (0,43%N, 0,17%Nb, 0,22%V) при температуре 1100°С приводит к формированию субструктуры с высокой плотностью дислокаций вследствие протекания процессов динамического возврата, а при более низкой температуре прокатки 950°С дополнительно к выделению по границам зерен дисперсных частиц типа V(C,N). В стали

04Х22АГ15Н8М2Ф (0,47%N, 0,11%V), содержащей повышенное количество ферритообразующих элементов (21,7%Cr и 1,99%Mo), в ходе прокатки при температуре 1100°C формируется полигонизованная структура, содержащая крупные выделения σ-фазы, неравномерно распределенной по объему аустенитных зерен.

В работе [181] показано, что при одинаковой температуре прокатки в сталях 05Х21Г9Н7АМФ и 04Х22Г12Н4АМФ на формирование структуры и, соответственно, свойств оказывают влияние различные процессы. В стали 05Х21Г9Н7АМФ при прокатке в интервале температур 1000–900°С образуется фрагментированная структура в сочетании с полосчатой. В то время как в стали 04Х22Г12Н4АМФ при тех же условиях формируется слабовыраженная фрагментированная структура и около 20% рекристаллизованной структуры, сосредоточенной, по всей видимости, в бывшей полосчатой структуре.

Подводя итог можно сказать, что все вышеуказанные работы выполнены для сталей Cr-Ni-Mn легирования с различным сочетанием легирующих элементов и показывают общие принципы формирования структуры в сталях этого типа при горячей деформации. Из приведенных данных не ясно, при каких условиях проводилась прокатка: была ли она изотермической или в определенном интервале температур с вариацией температуры начала и окончания прокатки; как распределялась степень обжатия при прокатке: дробная или однократная, величина суммарной степени деформации. Все эти факторы являются существенными при анализе процессов структурообразования, происходящих во время горячей деформации. Потому выполнить адекватный сравнительный анализ формирования структуры в зависимости от варьирования содержания основных легирующих элементов достаточно сложно, учитывая недостаточность данных.

## 1.2.3 Процессы разупрочнения, происходящие в аустенитных сталях при термической обработке

Материалы, подвергнутые в том числе и горячей пластической деформации, характеризуются высокими внутренними напряжениями в случае получения сильнодеформированной структуры [157, 182, 183], которая обусловлена наличием большого количества дефектов структуры. Поэтому для снятия остаточных напряжений после холодной или горячей деформации применяют специальную термическую обработку, направленную на повышение пластичности и уменьшение прочности деформированного материала, в результате чего улучшается его технологичность на последующих операциях обработки давлением и повышается пластичность готового изделия. Обычно такой обработке подвергают сталь, к которой предъявляются специальные технологические (способность к глубокой и особо сложной вытяжке,

холодной штамповке и др.), механические (пластичность, прочность, хладостойкость и др.), физико-химические (магнитные, коррозионные, жаростойкие и др.) требования.

Отжиг уменьшает или полностью снимает эти напряжения в зависимости от температурно-временных параметров термической обработки [182–184]. Известно, что релаксационные процессы, происходящие при отжиге после пластической деформации, отличаются от обычной статической рекристаллизации. Это различие связано с высокой запасенной энергией в стали после пластической деформации из-за большого количества дефектов структуры [143, 184], при этом могут происходить процессы статического возврата, полигонизации и рекристаллизации. Процессы зарождения И роста рекристаллизованных зерен являются термоактивированными. Поэтому скорость рекристаллизации уменьшается с понижением температуры. Зарождение рекристаллизованных зерен, как было сказано в предыдущем разделе, может происходить по различным механизмам.

Термическая обработка коррозионно-стойких сталей аустенитного класса сравнительно проста и заключается в закалке в воде с 1050–1100°С. Нагрев до этих температур вызывает растворение карбидов хрома (M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>), а быстрое охлаждение фиксирует состояние пересыщенного твердого раствора [142]. Выдержка под термическую обработку сталей Cr-Mn и Cr-Ni-Mn композиций легирования должна быть минимальной, так как марганец имеет тенденцию к избирательному окислению при высоких температурах, в результате чего поверхностные слои обедняются марганцем и могут приобретать аустенито-ферритную структуру, что является нежелательным явлением [9].

Механические свойства аустенитных коррозионно-стойких сталей в закаленном (разупрочненном) состоянии характеризуются низким значением предела текучести, невысокой прочностью и очень высокой пластичностью.

Азотсодержащие стали требуют проведение разупрочняющей термической обработки при более высоких температурах из-за наличия карбонитридов, которые имеют более высокую температуру растворения.

Высокотемпературная выдержка при температуре 1150–1200°С полностью растворяет нитриды хрома (Cr<sub>2</sub>N) и частично нитриды ванадия (VN), образовавшиеся при горячей пластической деформации.

Кроме того, при помощи термической обработки, изменяя структуру азотсодержащих сталей, можно получать механические свойства стали одного

химического состава в достаточно широком диапазоне. Режимы термической обработки зависят от композиции легирования и содержания легирующих элементов.

В работах [185–188] представлены результаты проведенных исследований по формированию структуры азотсодержащих сталей Cr-Ni-Mn композиции легирования при различных режимах термической обработки. В Таблице 1.3 представлен химический состав некоторых исследованных сталей.

N⁰	Сталь	С	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V	Nb	S	Ν
1	03Х22АГ16Н8М	0,04	0,27	16,5	21,5	7,9	0,97	-	0,32	0,008	0,53
	[185]										
2	02Х20АГ14Н8МФ	0,024	0,25	14,5	20,5	7,90	0,84	0,19	_	0,006	0,57
	[187]										
3	02Х20АГ12Н4	0,021	0,26	12,0	20,7	3,95	0,8	0,18	0,14	0,011	0,58
	[186, 187]						_	_			
4	02Х20АГ10Н4МБ	0,023	0,29	10,1	19,9	3,97	0,80	0,18	0,14	0,006	0,53
	Φ[188]										

Таблица 1.3 – Химический состав исследованных азотсодержащих сталей

По данным [185], проведенные исследования влияния температуры нагрева под закалку на структуру и механические свойства стали 03X22Г16Н8М (0,53%N) показали, что после выдержки в течение 1 ч при 900°С сталь имеет аустенитную структуру со средним размером зерен 15 мкм, по границам которых наблюдается значительное количество дисперсных частиц нитридов хрома типа Cr<sub>2</sub>N, которые и обеспечивают высокий уровень прочностных свойств. При повышении температуры закалки до 1100°С происходит частичное растворение нитридов хрома, что способствует росту аустенитного Соответственно снижаются прочностные характеристики и зерна. повышаются пластические свойства и ударная вязкость. С повышением температуры нагрева под закалку свыше 1100°С наблюдается интенсивное растворение нитридов хрома, резко увеличивается период кристаллической решетки аустенита и средний диаметр зерна. При этом увеличение температуры нагрева до 1300°С не влияет на значения прочностных свойств. При указанных температурах разупрочнение стали, связанное с растворением нитридной фазы, полностью компенсируется упрочнением у-твердого раствора хромом и особенно При этом сталь остается немагнитной  $\mu < 1.01$  Гс/Э. азотом. Для рассматриваемой стали оптимальной температурой нагрева под закалку в воде является 1100°С с выдержкой 1 ч. После такой обработки сталь 03Х22АГ16Н8М, по сравнению со сталью 03Х20Н16АГ6 (~0,3%N), имеет более высокие характеристики прочности и ударной вязкости при равных пластических свойствах (Рисунок 1.14).



Рисунок 1.14 – Влияние температуры нагрева под закалку на механические свойства стали 03X22AГ16H8M (0,53%N) [185]

Авторами работы [186] показано, что увеличение температуры нагрева под закалку с 1040 до 1130°С и времени выдержки от 20 до 50 минут приводит к увеличению значений максимального, минимального и среднего размера зерна, причем в большей степени это 02X20AΓ12H4, относится к стали типа не содержащей в своем составе нитридообразующих элементов, которые формируют частицы, препятствующие росту зерна. Кроме того, в этой стали, также увеличивается и неоднородность распределения зерен по размеру, обусловленная дополнительной реализацией вторичной и собирательной рекристаллизациями [187]. При этом механические свойства стали остаются примерно на одном уровне. Сталь 02Х20АГ14Н8МФ при одинаковых со сталью типа 02Х20АГ12Н4 (с Мо и V) режимах термической обработки имеет более высокие прочностные свойства.

Исследования стали 02Х20АГ10Н4МБФ [188] показали, что в интервале температур 1000–1100°С выдержка в течение 2 ч приводит к получению более высоких прочностных свойств по сравнению с выдержкой в течение 1 ч. Непосредственно при температуре 1100°С с увеличением длительности выдержки прочностные свойства практически не

изменяются. Последующее повышение температуры приводит к восстановлению разупрочняющего эффекта с увеличением длительности выдержки.

Таким образом, из приведенных данных следует, что, во-первых, на развитие разупрочняющих процессов и формирование необходимой структуры в стали, происходящих при термообработке, влияет как содержание легирующих элементов, так и наличие микродобавок нитридообразующих элементов, во-вторых, варьируя параметры термической обработки, в зависимости от требований, можно получать как полностью рекристаллизованную низкие структуру стали И прочностные свойства, обеспечивающиеся только за счет твердорастворного упрочнения, так и частично сохранять наклепанную в процессе горячей деформации структуру в сочетании с выделениями избыточных фаз по границам или в теле зерен, добавляя при этом вклад в упрочнение.

#### 1.2.4 Влияние вторичных фаз на структурообразование в аустенитных сталях

Существенное влияние на формирование структуры и механических свойств аустенитных сталей оказывают образующиеся в процессе кристаллизации, последующей горячей деформации и при охлаждении после деформации, карбонитридные выделения по границам и в теле зерен и субзерен, в ликвационных зонах и др. Они определяют дисперсность и однородность получаемой структуры, а также реализацию различных механизмов упрочнения. Выделение дисперсных частиц замедляет рекристаллизацию, что, в свою очередь, приводит к формированию неоднородной структуры и способствует реализации неравномерной деформации при проведении последующих технологических операций, связанных с формоизменением заготовки. Наличие выделений вторичных фаз по границам зерен может оказывать существенное влияние на пластичность и ударную вязкость стали, а также ухудшать свариваемость и коррозионную стойкость. Образование крупных включений вторичных фаз (например, карбидов и нитридов), особенно по границам зерен, а также в тройных стыках существенно влияет на зарождение трещин и, как следствие, на развитие процессов разрушения материала, поскольку трещины являются мощными концентраторами напряжений [124, 170].

В зависимости от температурно-деформационных и эксплуатационных условий в аустенитных сталях могут выделяться различные вторичные фазы. Например, фаза  $M_{23}C_6$  очень часто встречается в таких сталях, в то время как карбидная фаза  $M_5C_2$  встречается только в сильно насыщенных углеродом сталях. Основные образующиеся в аустенитных сталях фазы представлены в Таблице 1.4.

Фаза	Формула химического соединения	Кристалличес- кая решетка	Параметр кристалличес- кой решетки, нм	Температура формирования фазы, °С	
σ	(Fe, Ni) <sub>x</sub> (Cr, Mo) <sub>y</sub>	Тетрагональная	a = 0,87-0,92 c = 0,454-0,48	600–1000	
χ	$Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$	ОЦК	a = 0,892	700–900	
η (фаза Лаве- са)	Fe <sub>2</sub> Mo; Fe <sub>2</sub> Nb	Кубическая или гексагональная	a = 0,473–0,483 c = 0,772–0,786		
R	Fe <sub>22</sub> Mo <sub>18</sub> Cr <sub>13</sub>	Гексагональная	a = 1,0903 c = 1,934	550–650	
π	Fe <sub>7</sub> Mo <sub>13</sub> N <sub>4</sub>	Кубическая	0,647	550-600	
τ		Орторомбическая	a = 0,405 b = 0,484 c = 0,286	550–650	
G	Ti6Ni12Si10	ГЦК	a = 1,14	<500	
Z	CrNbN	Тетрагональная	a = 0,3037 c = 0,7391		
M <sub>2</sub> N	(Cr, Fe) <sub>2</sub> N	Гексагональная	a = 0,478-0,480 c = 0,444-0,447	700–900	
MN	ZrN, TiN, NbN, VN	Кубическая	a = 0,4131–0,4698		
M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	$(Fe,Cr,Mo)_{23}C_6$	ГЦК	a = 1,056–1,068	600–950	
MC	(Ti,Nb,V)C	ГЦК	a = 0,4131–0,4698		
M <sub>6</sub> C	(Fe,Mo,Nb,Cr,Si) <sub>6</sub> C	ГЦК	a = 1,085–1,128		
M <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	$(Fe,Cr)_7C_3$	Сложная гексагональная	a = 1,398 c = 0,4523		

Таблица 1.4 – Основные вторичные фазы, встречающиеся в аустенитных коррозионностойких сталях [189, 190]

Выделение вторичных фаз в нестареющих сталях обычно неблагоприятно влияет на их механические и эксплуатационные свойства. Например, формирование карбидной фазы по границам зерен и, соответственно, обеднение содержания хрома в приграничных областях, снижают стойкость стали к межкристаллитной коррозии. Присутствие σ-фазы в структуре стали имеет отрицательное влияние на ее механические свойства, является причиной ее сильного охрупчивания, уменьшения пластичности и жаропрочности. Основу этой интерметаллидной фазы составляет главным образом железо и хром, но в сложнолегированных сталях в ее состав могут также входить молибден, никель и марганец. Обычно σ-фаза образуется при длительных выдержках в интервале температур от 500 до 1000°C [124, 191]. В зависимости от содержания легирующих элементов σ-фаза в аустенитных сталях может образовываться как через δ-феррит, так и через аустенит по нескольким механизмам, приведенным в работах [192, 193].

Как было сказано выше, в случае азотсодержащих сталей в зависимости от их состава и скорости охлаждения при кристаллизации, затвердевании и охлаждении азот

может находиться как в твердом растворе, так и в составе сложных нитридов и карбонитридов. Причем их количество и размер тем больше, чем больше содержание азота и меньше скорость охлаждения. Чем больше количество нитридов и выше температура их образования, тем они крупнее и менее растворимы при последующих нагревах [87].

Движущей силой распада аустенита при охлаждении, как и любого фазового превращения, является стремление системы к уменьшению свободной энергии:

$$G = H - TS, \tag{1.5}$$

где T – температура, S – энтропия, H – энтальпия,

$$H = U + PV + W, \tag{1.6}$$

где U – внутренняя энергия, P – давление, V – объем, W – работа, произведенная над системой.

Свободная энергия системы под воздействием внешних факторов (изменение температуры, давления и др.) за счет увеличения энтальпии возрастает [194], система становится более неустойчивой, способствуя дестабилизации аустенита и выделению из него вторичных фаз. На рисунке 1.15 представлена зависимость свободной энергии образования нитридов от температуры [195].



Рисунок 1.15 – Свободная энергия образования некоторых нитридов [195]

Некоторые выделения могут положительно сказываться на свойствах стали, например, мелкодисперсные нитриды CrN и Cr<sub>2</sub>N могут вносить свой вклад в упрочнение и повышать механические свойства, а также увеличивать стабилизацию хрома.

Азотсодержащие аустенитные стали в интервале температур 900–500°С обладают склонностью к распаду с выделением частиц вторичных фаз. Представленные в работах ученых ИМЕТ РАН [196] данные по изменению фазового состава для ряда азотсодержащих сталей с различным содержанием легирующих элементов при нагреве в температурном диапазоне до 1200°С свидетельствуют, что помимо распада по механизму непрерывного выделения из аустенитного твердого раствора дисперсных частиц нитридов (Cr, V и Nb), для сталей с содержанием азота более 0,4% при указанных температурах возможен процесс прерывистого распада с образованием перлитоподобных колоний: аустенит с равновесным содержанием азота и нитриды типа  $Cr_2N$ . Такое проявление нестабильности аустенита выражено тем выше, чем больше степень пересыщения аустенита азотом. Прерывистый распад снижает пластичность и ударную вязкость, а также ухудшает свариваемость и коррозионную стойкость стали [197].

# 1.3 Методы моделирования формирования структуры сталей на различных технологических стадиях производства

В последнее время с появлением новых компьютерных возможностей и систематизированных баз данных для разработки перспективных материалов и технологических процессов, а также для их оптимизации все чаще ученые применяют различные методы математического и физического моделирования и соответствующее поставленным задачам экспериментальное оборудование и программные продукты. Применение моделирования позволяет сократить сроки новых разработок, углубить понимание процессов, происходящих в материалах на всех стадиях производственной цепочки.

Разработку новых металлических материалов и технологий их производства условно можно разделить на следующие группы [198]:

1. Математическое моделирование процессов, которое можно рассматривать в качестве первой стадии лабораторного эксперимента. Имеются в виду модели, в основу которых заложена физическая основа (физические процессы, происходящие в материале).

Термодинамическое моделирование является разновидностью математического моделирования, которое позволяет существенно снизить объем экспериментальных исследований при разработке новых сталей и оптимизации технологических режимов их

производства. В последние годы появилась возможность термодинамического моделирования фазовых и структурных превращений в многокомпонентных сплавах. Этому способствовало появление современной техники и накопление данных о термодинамических и диффузионных параметрах. В результате термодинамических расчетов определяется равновесный фазовый состав сплава, в том числе фазовое равновесие выделений карбонитридов ниобия, ванадия, титана, которые представляют большой интерес, так как оказывают сильное влияние на размер зерна, рекристаллизацию, дисперсионное твердение и механические свойства проката.

Изучение процесса затвердевания сталей и сплавов имеет целью получение количественной информации об этапах кристаллизации, разделяющих их критических температурах, составе и количестве выделяющихся фаз. Эта информация позволяет установить температуры ликвидуса и солидуса материала, выявить характер распределения фаз на разных этапах кристаллизации, рассчитать темп выделения твердой фазы, необходимый для изучения тепловых процессов. Использование результатов термодинамических исследования расчетов дает возможность хода процесса кристаллизации по изменению количества и состава образующихся фаз в соответствии с выделением теплоты фазовых превращений, для которых затруднительно проведение прямых калориметрических измерений [199].

Термодинамическое моделирование проводят, используя такие программные продукты как Thermo-Calc, Scheil–Gulliver, DICTRA, SGTE и др. в комбинации с различными базами данных. Каждый программный продукт обладает своими преимуществами, например, Scheil–Gulliver имеет возможность обрабатывать химический состав с композициями легирования при большом количестве компонентов, в то время как DICTRA учитывает диффузию в твердой фазе, что ведет к наилучшим результатам по соответствию интервала кристаллизации реальному.

Важным инструментом исследования является сквозное моделирование процессов структурообразования при горячей деформации и расчеты с помощью таких моделей [198]. Создание и управление устойчивым технологическим процессом мотивирует разработку прогрессивных математических моделей, что предполагает большее понимание основополагающих физических принципов. Например, процесс разупрочнения при горячей деформации является ключевым фактором при разработке технологии, так как степень разупрочнения, которая имеет место в процессе деформации и в междеформационных паузах определяет напряжение течения материала и, следовательно, усилие прокатки.

Разработано большое количество моделей [200–203] для описания кинетики рекристаллизации, которые используют подход Джонсона – Мела – Аврами – Колмогорова [204, 205]:

$$X = 1 - \exp\left(-0.693 \left[\frac{t}{t0.5}\right]^k\right) \tag{1.7}$$

где X – доля рекристаллизованного аустенита, k – коэффициент Аврами, *t* – текущее время,  $t_{0.5}$  – время для протекания 50%-ной рекристаллизации.

Приведенное выше общее уравнение может быть использовано для всех типов рекристаллизационных процессов: СР, ДР, МДР [198].

В некоторых случаях подход Джонсона – Мела – Аврами – Колмогорова не может быть применен для описания кинетики рекристаллизации из-за влияния выделений. Существуют альтернативные модели, которые учитывают влияние твердого раствора и выделений на возврат и рекристаллизацию. Например, модель [206] с определенным успехом была использована для объяснения поведения выделений и разупрочнения горячедеформированных ниобийсодержащих сталей. В этом подходе соответствующие параметры закрепления границ и твердорастворного торможения включены в кинетику разупрочнения, которая описывается на основе плотности дислокаций.

При этом следует заметить, что разработка физически обоснованных математических моделей требует предварительного наличия достаточно большого объема экспериментальных данных для описания процессов, происходящих в металле. Поэтому особое место при разработках отводится физическому моделированию, для реализации которого разрабатываются и совершенствуются специальные испытательные комплексы, например, установки Gleeble (США). Эти установки обладают различными модулями, которые позволяют выполнять широкий спектр исследований по влиянию разнообразных технологических параметров на формирование структуры и свойств в процессе производства. Обзор возможностей пластометрического комплекса Gleeble 3800, являющегося на сегодняшний день самым современным симулятором, приведен в работах [207]. В работе [208] приведен пример построения карт структурных изменений при горячей деформации низкоуглеродистой стали при помощи установки Gleeble.

2. Имитация различных процессов с применением современного лабораторного оборудования дает возможность воспроизводить реальные технологические схемы производства продукции, например, нагрев перед деформацией, многостадийную деформацию, охлаждение по заданной схеме. В результате эксперимента получается образец (обычно небольших размеров) для исследования структуры.

3. Лабораторное воспроизведение процессов базируется на результатах предыдущей стадии и обычно включает в себя проведение лабораторных плавок выбранного химического состава, разработку технологических параметров, максимально приближенных к условиям промышленного оборудования и реализацию их в условиях лабораторного оборудования (например, прокатного стана). Эта стадия уже позволяет оценить не только структуру, но и комплекс механических свойств.

4. Эксперименты в промышленных условиях. Последний шаг перед опытным производством позволяет окончательно уточнить параметры технологии и химический состав стали перед изготовлением опытной партии металлопродукции на основе результатов предыдущих стадий исследования.

### 1.4 Формирование структуры и свойств аустенитных сталей в процессе статического, циклического и динамического нагружения

Во время эксплуатации конструкции подвергаются действию различных внешних нагрузок, в том числе и внештатных, при этом в материале может происходить мгновенное разрушение (взрыв или удар) или накапливаться повреждаемость (усталость, трение, коррозия). Для применения материала для конкретного изделия или конструкции необходимо удостовериться, что он способен выдержать не только расчетные нагрузки, но и возникающие экстремальные перегрузки и деформации, т.е. материал должен обеспечивать работоспособность конструкций в течение полного срока его службы при всех видах эксплуатационных нагрузок. Способность материала сопротивляться пластическому деформированию и разрушению и определяет его служебные характеристики.

### 1.4.1. Влияние скорости деформации на изменение структуры и свойств аустенитных сталей при эксплуатационных нагрузках

Одним из важных факторов, влияющих на изменение структуры в процессе пластической деформации, является скорость деформации. В зависимости от интервала скоростей, в котором происходит нагружение, у металлов проявляются квазистатические или динамические свойства, которые определяются изменением механизма деформации. Исследователи в течение многих лет отмечали, что существует различие между характеристиками металлов при статических и при динамических условиях нагружения. Например, при ударных испытаниях железной проволоки установили, что проволока без сколько-нибудь заметного отклонения от упругости может выдержать мгновенное

напряжение, которое почти вдвое выше предела упругости проволоки и даже выше статического разрушающего напряжения [209].

Перераспределение вклада механизмов скольжения и двойникования, изменение соотношения между внутризеренным и приграничным скольжением, а также некоторые другие отличия определяют особенности формирования структуры при высокоскоростной деформации и свойства, которые в ряде случаев существенно отличаются от получаемых при квазистатическом нагружении. Данные для большого ряда сталей различного класса указывают на сложный, а иногда аномальный характер изменения прочностных и пластических характеристик в зависимости от условий деформации [210].

Сравнительные исследования влияния скорости деформации в диапазоне  $3x10^{-3} \div 10^5 c^{-1}$  аустенитной хромомарганцевой стали и хромоникельмолибденовой вторично-твердеющей стали (мартенситно-бейнитной), проведенные в работе [211], показали различную чувствительность сталей к скорости нагружения при комнатной температуре (Рисунок 1.16).

Из приведенных зависимостей видно, что в диапазоне скоростей деформации до  $10c^{-1}$  характеристики прочности двух исследованных материалов практически не изменяются. При более высоких скоростях нагружения в случае аустенитной стали наблюдается практически линейное повышение пределов прочности и текучести. При этом темп роста указанных параметров весьма незначителен. Также очевидно, что при максимально достигнутых скоростях деформации ( $3x10^4c^{-1}$ ) для аустенитной стали сохраняется значительная разница между величинами  $\sigma_{\rm B}$  и  $\sigma_{0,2}$ . В случае мартенситнобейнитной стали рост прочностных характеристик носит нелинейный характер, и при скоростях выше  $10^4 c^{-1}$  происходит уменьшение ее способности к деформационному упрочнению.

Исследования влияния скорости деформации при растяжении на механические характеристики при комнатной температуре, проведенные на стали 12X18H10T [212] после закалки в воду (разупрочненном) и состаренном состоянии показали, что в обоих случаях при увеличении скорости деформации с  $10^{-4}$  до  $10^{-1}$ с<sup>-1</sup> происходит повышение прочностных свойств и значительное снижение пластичности.

При исследовании аустенитной стали, содержащей 21% Cr, 15,5 Ni%, 7% Mn, 3% Mo, а также имеющей повышенное содержание азота, при растяжении в диапазоне скоростей  $10^{-5}$  до  $10^4$  с<sup>-1</sup> было установлено, что с увеличением скорости деформации происходит значительное упрочнение стали. Предел текучести в исследуемом диапазоне скоростей почти удваивается. Увеличение значения временного

сопротивления при этом менее резкое, но тоже значительное. Пластические свойства практически не изменяются [213].



Рисунок 1.16 – Зависимости характеристик прочности и пластичности аустенитной и хромоникельмолибденовой вторично-твердеющей (мартенситно-бейнитной) стали при растяжении от скорости деформации [211]

Исследования формирования структуры и поведения материалов различных классов при квазистатическом нагружении, представленные в работах [67, 214–219], свидетельствуют о неоднозначном влиянии скорости деформации на механические характеристики сталей как с ОЦК, так и с ГЦК структурой.

Резкое увеличение скорости приложения нагрузки при динамических испытаниях определяет особенности картины пластической деформации, которая, в свою очередь, обусловливает изменение деформационного упрочнения и отдельных характеристик прочности и пластичности по сравнению со статическими испытаниями. При одинаковой работе пластической деформации формируемая структура в результате динамической и статической нагрузки может иметь существенные различия, связанные с влиянием

специфических механизмов и формированием структурных элементов, характерных для динамического нагружения [220].

Влияние этого вида нагружения на механизмы пластической деформации материалов разных классов представлено в работах [220–228]. В этих исследованиях показано, что в зависимости от условий динамического нагружения в металле могут происходить как релаксационные процессы, так и деформационное упрочнение, оказывающие существенное влияние на работоспособность материала.

В условиях динамического нагружения образуется большое количество дефектов, даже при малой степени (~2%) остаточной деформации [223], также изменяется их поведение, в первую очередь дислокаций, на которые почти мгновенно начинают действовать относительно высокие напряжения т. В результате скорость перемещения дислокаций увеличивается.

Увеличение плотности дислокаций, числа систем скольжения и двойникования при динамическом нагружении, ведет к уменьшению средней длины свободного пробега дислокаций и повышению концентрации точечных дефектов в результате возрастания вероятности пересечения дислокаций и их движения с порогами. Это приводит к тому, что при динамическом нагружении сопротивление деформации повышается по сравнению со статическим. Кроме того, из-за различного кристаллографического строения характер упрочнения материалов с ОЦК и ГЦК решеткой существенно отличается [140, 228, 229].

Формирование дефектной структуры при динамическом нагружении также зависит от ЭДУ. В сталях с высокой и средней ЭДУ в зависимости от реализуемого давления преимущественно образуются различного рода дислокационные структуры, в сталях с низкой ЭДУ – плоские дислокационные скопления с дефектами упаковки и двойниками деформации [213].

В работе [230] показано, что в сталях марок 09ХН2МД и 10ХН3МД с ОЦК решеткой при динамическом нагружении формируется неравномерная структура, в которой наряду с крупными областями, не изменившими исходную морфологию, встречаются структурные образования, приближающиеся по своему строению к фрагментированной структуре, которая может стать причиной локализации деформации и хрупкого разрушения.

Исследования структуры аустенитной хромоникелевой нержавеющей стали, приведенные в работе [228], показали, что при динамическом нагружении упрочнение связано с существенным измельчением размеров блоков мозаичной структуры, и увеличением плотности дислокаций, скоплению их по плоскостям скольжения и образованию зон с неоднородно распределенными внутренними напряжениями.

В аустенитных сталях хромоникельмарганцевой композиции легирования, исследованных в работе [227], в процессе ударно-волновой обработки происходит значительное деформационное упрочнение (~ 2 раза) за счет формирования тонких параллельных двойников деформации, взаимные пересечения которых формируют ячеистую структуру. Формирование подобной структуры обусловливает резкое снижение значений относительного удлинения, в отличие от хромомарганцевой стали, в которой пластические свойства остаются практически без изменений.

Таким образом, формирование структуры при статическом и динамическом нагружении для различных сталей имеет свои особенности в зависимости от кристаллографической ориентации, ЭДУ, исходного состояния и условий нагружения.

# 1.4.2. Влияние знакопеременной нагрузки на изменения структуры и свойств, происходящие в аустенитных сталях при воздействии циклического нагружения

Среди механических свойств конструкционных материалов усталостные характеристики занимают очень важное место. Известно, что долговечность и надежность изделий и конструкций во многом определяются их сопротивлением усталости. Под действием циклической нагрузки в материале возникают характерные специфические особенности деформации – ее сильная локализация, эффекты экструзии-интрузии, зарождаются и постепенно развиваются трещины, в итоге вызывающие разрушение изделия. Такое разрушение особенно опасно потому, что может протекать под действием напряжений, намного меньших пределов прочности и текучести. Более 80% всех случаев эксплуатационного разрушения материалов происходит в результате их циклического нагружения [231–233].

На усталостное разрушение оказывают влияние многие различные факторы (структура, состояние поверхностного слоя, температура и среда испытания, частота нагружения, концентрация напряжений, асимметрия цикла, масштабный фактор и ряд других). У большинства металлов и сплавов предел усталости приблизительно линейно увеличивается с ростом временного сопротивления разрушению [234].

В общем случае процесс усталости связан с постепенным накоплением и взаимодействием дефектов кристаллического строения (вакансий, междоузельных атомов, дислокаций и дисклинаций, двойников, границ блоков и зерен и т.д.) и, как следствие этого, с развитием усталостных повреждений в виде образования и распространения микро- и макроскопических трещин. Поэтому явлению усталостного разрушения присуща периодичность и стадийность процесса, характеризующаяся вполне определенными структурными и фазовыми изменениями.

Кроме того, усталостное разрушение обусловлено процессами развития и накопления циклической пластической деформации, масштабы которой зависят от состава, структурного состояния, степени гетерогенности материала и его запаса пластичности. Интенсивность данных процессов определяется параметрами циклического нагружения: амплитудой и асимметрией цикла, видом напряженного состояния, градиентом напряжений и др.

При этом влияние пластической деформации неоднозначно: она – источник накопления поврежденности и роста трещин, с одной стороны, и зона релаксации напряжений, с другой стороны [235].

В целом, развитие пластической деформации при знакопеременном циклическом нагружении является гораздо более сложным, чем при статическом нагружении. Все дислокационные механизмы деформации, характерные при статическом нагружении, модифицируются в условиях «раскачивания» исходной дислокационной структуры посредством попеременного приложения напряжений разных знаков и при создании противоположно направленных потоков дефектов. В условиях циклического нагружения развитие пластической деформации начинается аналогично тому, как это происходит при обычном нагружении: движение отдельных дислокаций инициируется при напряжениях, меньших предела упругости материала. Скольжение сначала начинается в благоприятно ориентированных зернах вблизи концентраторов напряжений в тех же кристаллографических плоскостях, что и при статической деформации. Однако дислокационные структуры имеют характерные черты: развитие линий скольжения, начинающееся при напряжениях ниже предела выносливости, с увеличением числа циклов нагружения приостанавливается, что свидетельствует о проявлении деформационного упрочнения даже при весьма низком уровне напряжений.

При повышении напряжения линии скольжения формируются с уменьшающейся частотой вплоть до усталостного разрушения, причем усталостные трещины зарождаются внутри полос скольжения. По мере роста числа циклов нагружения тонкие линии скольжения на поверхности превращаются в грубые полосы с необычным для статической деформации рельефом. Этим полосам скольжения соответствует специфическая дислокационная структура как в приповерхностных слоях, так и в объеме образца [232].

Структурные исследования для ряда марок сталей, проведенные после разных стадий усталостных испытаний, показали неоднородность распределения деформации. Наряду с сильно деформированными зернами сохраняется до самого разрушения большое количество слабо деформированных зерен. Из-за перемены знака нагружения происходит частичная релаксация напряжений в некоторых зернах. В конечном итоге, циклическое нагружение приводит к накоплению в благоприятно ориентированных зернах большой анизотропной пластической деформации [233]. При циклическом деформировании металлических материалов, кроме повышения плотности дислокаций, могут протекать различные структурные изменения и фазовые превращения (деформационное старение, фазовые превращения в метастабильных аустенитных сталях и титановых сплавах). В процессе деформации ε-мартенсита с гексагональной плотноупакованной решеткой (парамагнитен) и α-мартенсита с объемно-центрированной кубической решеткой (магнитная фаза), которое может заметно влиять на деформационную способность, пластичность и повреждаемость материала [236].

Отдельным вопросом при изучении влияния знакопеременной нагрузки на изменения структуры и свойств, происходящие в аустенитных сталях при воздействии циклического нагружения, является исследование так называемого эффекта Баушингера, который проявляется в снижении сопротивления началу пластической деформации при изменении знака нагрузки (например, растяжение после сжатия). Такие характеристики, как предел текучести, при обратном нагружении оказываются в ряде случаев существенно ниже этих же характеристик, определенных при прямом нагружении [237]. Повышение подвижности дислокаций при низких напряжениях за счет эффекта Баушингера способствует, в частности, более раннему возникновению условий для зарождения трещин при образовании дислокационных скоплений вблизи границ. Знакопеременное нагружение играет роль инструмента, позволяющего вновь и вновь активизировать движение одних и тех же дислокаций до тех пор, пока они не образуют конструкцию, характеризующуюся повышенной устойчивостью, или же петли, поры и трещины [232].

Как было уже отмечено выше, на сопротивление усталостному разрушению материалов оказывают влияние многие факторы. В частности, низкие значения ЭДУ в аустенитных сталях обусловливают затруднение поперечного скольжения и более высокие значения напряжений, необходимые для образования развитой дислокационной структуры [238]. Проведенные исследования ряда аустенитных сталей, в том числе и с азотом, показали, что исходная структура и ее изменение в процессе усталостных испытаний оказывает сильное влияние на зарождение и развитие усталостных трещин.

Результаты исследования многоцикловой усталости аустенитной стали 20Х23H18, с исходной структурой из зерен с одной или двумя системами пересекающихся микродвойников и зерен без двойников, показали, что циклическое нагружение до  $1,5x10^5$  циклов приводит к формированию на стыке двух систем микродвойников нанокристаллической структуры с размером кристаллитов 25–80 нм и полосовой субзеренной структуры в зернах без двойников. Формирование нанокристаллической структуры с способствует исчерпанию пластичности стали в условиях многоцикловой усталости. Наличие в исходной структуре частиц вторичной фазы, а именно карбидов типа (Cr, Fe)<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, является также причиной разрушения стали. Кроме того, в процессе многоциклового нагружения стали 20Х23H18 протекает мартенситное  $\gamma \rightarrow \varepsilon$ -превращение [239].

Как известно, при усталостных испытаниях после образования микротрещины основные структурные изменения происходят перед ее вершиной. При исследовании хромоникелевых аустенитных сталей Х18Н10Б, Х18Н12Б и Х16Н15М3Б [240] установлено, что наличие двойников, стыки зерен и включения играют решающую роль в образовании микротрещин и развитии макротрещины.

Проведенный в работе [241] анализ влияния содержания азота в традиционных аустенитных сталях показал неоднозначность его воздействия на характеристики усталости. Долговечность аустенитной стали типа 304 с содержанием азота 0,042% при малоцикловой усталости при больших амплитудах напряжения выше, чем стали 304L с содержанием азота 0,21%, однако при меньших амплитудах нагружения наблюдается обратная картина. В процессе циклического деформирования в стали 304 при комнатной температуре отмечено превращение аустенитых сталей типа 316L установлено значительное повышение статического и циклического пределов текучести с увеличением содержания азота с 0,14 до 0,294%, которые возрастают также с уменьшением размера зерна в соответствии с уравнением Холла – Петча, что связано с подавлением поперечного скольжения.

Исследование усталостной прочности аустенитной стали с азотом 05Х22АГ15Н8МФ (0,5%N) в разных структурных состояниях показало, что максимальную долговечность и более высокий предел выносливости (400 МПа) имели образцы, у которых в процессе прокатки при 1100°С формируется мелкозернистая аустенитная структура с большим количеством двойников и высокой плотностью дислокаций. У образцов после закалки от 1150°С с крупнозернистой структурой достигается меньший предел выносливости (345 МПа) [242].

В работе [243] проведено исследование эволюции зеренной структуры и фазового состава традиционной аустенитной коррозионно-стойкой стали 08Х18Н10Т при наиболее

жестком режиме эксплуатации. Исходная структура стали сочетала три типа зерен – крупные вытянутые, мелкие рекристаллизованные и промежуточные среднеанизотропные с двойниками отжига и без них. В процессе малоциклового нагружения происходит перестройка структуры границ фрагментов, двойников и зерен за счет поглощения скользящих дислокаций границами. Установлено, что местами зарождения микротрещин являются границы фрагментов и межфазные границы разделов «М<sub>23</sub>С<sub>6</sub> – матрица».

Таким образом, сложная природа усталости, связанная с эволюцией структурнофазового состояния на разных масштабных уровнях, обусловливает необходимость изучения изменения дефектной субструктуры и фазового состава для каждой конкретной марки стали.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ РАБОТЫ

В настоящее время, согласно литературным данным [244–246], возрастает потребность для различных областей промышленности в материалах, обладающих сочетанием высоких показателей физико-механических свойств – прочности, пластичности вязкости, хладостойкости, и эксплуатационных свойств – немагнитности, коррозионно- и износостойкости, способности в течение длительного времени воспринимать статические и циклические нагрузки, при одновременном воздействии высоких и низких температур.

Изменение технических требований и эксплуатационных характеристик создаваемой и модернизируемой технической продукции ставит перед учеными и инженерами задачу поиска новых научно-технических и технологических решений для реализации перспективных проектов.

Перспективным классом современных материалов являются аустенитные стали, содержащие в своем химическом составе азот. Исследованием аустенитных сталей Cr-Ni-Mn композиции легирования с азотом в течение длительного времени занимаются зарубежные и российские ученые, такие как Ц. Рашев, О.А. Банных. В.М. Блинов, В.В. Сагарадзе и др. В результате теоретических и экспериментальных работ, проведенных этими учеными, установлены общие тенденции влияния легирующих элементов на механические и эксплуатационные свойства азотсодержащих сталей, а также определены возможные механизмы упрочнения и разупрочнения при термодеформационном воздействии и различных видах нагружения сталей этого класса.

Ученые НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» более 20 лет занимаются разработкой сталей со специальными свойствами. В последнее время особый интерес представляет сталь марки 04Х20Н6Г11М2АФБ, обладающая уникальным комплексом служебных характеристик, а именно высокой прочностью, пластичностью,

коррозионной стойкостью, а также немагнитностью. При разработке базового состава стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ были проведены исследования [246–250] по влиянию содержания различных легирующих элементов на получение стабильной аустенитной структуры, а также требуемых механических характеристик и обеспечения высокой коррозионной стойкости стали в морской воде. В ходе проведения исследований был разработан базовый состав стали и изготовлено несколько опытных плавок азотсодержащей стали. Выбор базового состава обусловлен следующими результатами проведенных исследований:

1. Содержание в аустенитной стали углерода [C]=0,04–0,05% и азота [N]=0,4–0,55% достаточно для обеспечения высокой прочности. При содержании углерода и азота выше указанных пределов снижаются показатели пластичности и ударной вязкости изза образования карбидов хрома типа M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> и нитридов хрома типа Cr<sub>2</sub>N. Для предотвращения образования карбидов отношение содержания углерода к азоту не должно превышать 0,15.

2. Введение в сталь 19–21% хрома необходимо для обеспечения высокой коррозионной стойкости и растворимости азота.

3. Никель является аустенитообразующим элементом, поэтому легирование никелем повышает стабильность аустенита. При содержании никеля более 9% снижается растворимость азота. При содержании хрома свыше 21% и никеля менее 4,5% сталь будет иметь пониженную пластичность из-за образования феррита и σ-фазы.

4. Введение марганца на уровне 8–11% повышает растворимость азота и обеспечивает стабильность аустенита по отношение к γ→α(M) превращению.

5. Ниобий и ванадий в количестве более 0,10% обеспечивают мелкозернистую структуру и повышение прочности (за счет образования мелкодисперсных нитридов ванадия и ниобия). Увеличение содержания ниобия более 0,30% и ванадия более 0,55% приводит к снижению прочности из-за обеднения твердого раствора азотом в результате образования термически устойчивых нитридов ванадия и ниобия, растворяющихся в аустените при температурах выше 1150°C.

6. Молибден в количестве 1,5% повышает сопротивляемость к локальным видам коррозии, но при его содержании более 2,0% в металле может образовываться ферромагнитная фаза (мартенсит и δ-феррит); кроме того, молибден способствует образованию σ-фазы.

7. Добавки кальция в количестве 0,005–0,010%, улучшая морфологию неметаллических включений, повышают пластичность металла и его технологичность.

Однако последующее изготовление опытных партий азотсодержащей стали показало, что разработанный базовый состав, имеющий определенный интервал
содержания легирующих элементов, при неблагоприятном фактическом соотношении аустенито- и ферритообразующих элементов в рамках марочного состава не гарантирует стабильного получения аустенитной структуры. В результате сталь в твердом состоянии может содержать до 10% б-феррита, что негативно сказывается на одной из ее требуемых служебных характеристик – немагнитности, δ-феррит может являться и причиной низких пластических свойств и ударной вязкости материала, что происходило достаточно часто при производстве листового проката из стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ.

Кроме того, проведенные исследования структуры и фазового состава образцов ряда лабораторных и промышленных плавок исследуемой стали, химический состав (соотношение Cr<sub>экв</sub> и Ni<sub>экв</sub>) которых на диаграмме Шеффлера находится глубоко в аустенитной области, обнаружили незначительное остаточное содержание δ-феррита, не оказывающее влияние на магнитные характеристики стали. Два этих фактора дают возможность предполагать, что одним из возможных механизмов кристаллизации стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ является кристаллизация через δ-феррит с последующим его превращением в аустенит.

Анализ научной литературы показал необходимость проведения детальных исследований по определению возможных механизмов кристаллизации исследуемой стали, особенностей образования δ-феррита и его твердофазного превращения при охлаждении и нагреве. Также актуальным является проведение корректировки содержания основных легирующих элементов в высокопрочной азотсодержащей стали с целью получения стабильной аустенитной структуры, обеспечивающей немагнитность стали в процессе ее производства и эксплуатации.

Целью разработки технологий производства любого материала является стабильное получение требуемых механических характеристик. Производство стальных полуфабрикатов состоит из нескольких технологических этапов, одним из которых является горячая деформация слитков. Эволюция литой структуры в процессе деформирования представляет отдельный интерес для изучения, поскольку сформированная на этом этапе структура оказывает непосредственное влияние на процессы структурообразования, происходящие на всех последующих технологических переделах, и получение высоких служебных характеристик стали. В литературе практически отсутствуют сведения, посвященные исследованиям изменения литой структуры сталей Cr-Ni-Mn композиции легирования в процессе горячей деформации, кроме того, как было сказано выше, наличие в структуре стали δ-феррита может иметь как положительное, так и отрицательное влияние на горячую пластичность стали.

В литературе содержится достаточно много данных [196, 248, 251–255] по влиянию суммарной степени деформации, температуры конца прокатки или температуры изотермической прокатки на формирование структуры и свойств азотсодержащих сталей, в том числе и стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ. Проведенные исследования позволили сформулировать основные принципы эволюции структуры стали марки 04Х20Н6Г11М2АФ в процессе горячей деформации и определить основные температурно-деформационные параметры. В результате предложена следующая схема структурной эволюции азотсодержащей стали с увеличением степени деформации: исходная структура (ИС) – хаотическая дислокационная структура (ХДС) – полосовая субструктура (ПС) – фрагментированная структура (ФС) – рекристаллизованная структура (РС).

При температуре прокатки выше 1000°С (выше  $T_{pekp}$ ) рекристаллизация начинается на самых ранних стадиях пластического течения, и структурная эволюция вырождается в последовательность ИС  $\rightarrow$  ХДС  $\rightarrow$  РС. Основными механизмами упрочнения в такой структуре являются твердорастворное упрочнение азотом и упрочнение большеугловыми границами зерен. При температуре конца прокатки в интервале 900–1000°С структура эволюционирует по схеме ИС  $\rightarrow$  ХДС  $\rightarrow$  ФС  $\rightarrow$  РС, практически минуя ПС. В теле зерна присутствуют дисперсные выделения – нитриды ванадия. Основными механизмами упрочнения является твердорастворное упрочнение и упрочнение малоугловыми и большеугловыми границами. Снижение температуры конца прокатки до 850°С приводит к увеличению стадии формирования полосовых структур (ПС), что и определяет характер конечной структуры. Основными механизмами упрочнения являются твердорастворное, субструктурное и дисперсионное упрочнение стали.

Дальнейшее снижение температуры окончания прокатки до 770°С приводит к резкому повышению прочности, но при этом существенно снижается ударная вязкость и пластические свойства за счет выделения по границам зерен большого количества карбонитридов ванадия и ниобия. Упрочнение обеспечивается суммарной суперпозицией механизмов твердорастворного упрочнения азотом, дислокациями и дисперсными частицами. Однако структурообразование при горячей деформации, как уже упоминалось выше, зависит от многих параметров, а не только от суммарной степени деформации, температуры начала и конца прокатки.

В работе [174] авторы высказывают мнение, что формирование структуры при ВТМО происходит на трех уровнях – атомном, микроуровне и мезоуровне. Первые два уровня адекватно описывают начальные стадии пластической деформации до є<0,1. При больших значениях є необходимо рассматривать структурные превращения, протекающие на

мезоуровне, которые, главным образом, ответственны за формирование окончательной структуры и определяют уровень физико-механических и эксплуатационных свойств стали.

На развитие процессов структурообразования при термомеханической обработке, а, следовательно, и на формирование механических характеристик при многопроходном деформировании также влияет степень дробной деформации, температурный интервал деформирования, а также скорость деформации. В зависимости от реализации различных технологических схем ВТМО, возможно накопление во всем объеме заготовки необходимой степени деформации для начала и развития процессов рекристаллизации или создание условий только для преимущественного протекания деформационного упрочнения за счет формирования дислокационной или фрагментированной структуры. Поэтому при одних и тех же значениях суммарной степени деформации и аналогичном температурном интервале можно получить различную структуру стали, которая не всегда будет обеспечивать требуемые механические свойства.

Опыт изготовления промышленных партий листового проката из стали марки 04X20H6Г11M2AФ, при производстве которых регламентировались только температуры нагрева и конца прокатки, показал, что при приблизительно одинаковых значениях температуры конца прокатки механические свойства листового проката существенно различались. Такая технология не позволяла стабильно обеспечивать получение требуемого уровня механических свойств, что приводило в случае получения пониженных характеристик к отбраковке металла, а в случае получения повышенных характеристик к дополнительной операции при изготовлении – термообработке. Кроме того, листовой прокат, обладавший удовлетворительными механическими свойствами, часто имел разнозернистую структуру, сформировавшуюся в результате прохождения частичной динамической рекристаллизации: наблюдались сильно вытянутые в направлении прокатки крупные зерна, имеющие коэффициент анизотропии 0,25-0,33, а также «ожерельные» структуры по их границам. Была выявлена существенная анизотропия свойств в продольном и поперечном направлениях с коэффициентом анизотропии свойств 0,68. В листовом прокате толщиной менее 10 мм отношение предела текучести к временному сопротивлению составило не менее 0,9–0,95, что указывает на низкий запас пластичности стали и невозможность ее холодной штамповки. Получение только деформированной или смешанной структуры нежелательно, поскольку она отрицательно сказывается на последующей технологичности стали при штамповке и гибке [256, 257] и повышает склонность стали к коррозионному растрескиванию [258], локализация пластической деформации в узких зонах при последующей эксплуатации конструкций и изделий из стали снижает их работоспособность [259].

Таким образом, для обеспечения стабильного достижения высокого комплекса свойств проката из азотсодержащей аустенитной стали необходимо целенаправленно создавать в стали требуемую конечную структуру в результате многопроходной горячей деформации за счет реализации в полной мере процессов рекристаллизации и последующего наклепа. Варьируя степень дробной деформации в определенных температурных интервалах, создавая условия для начала и развития динамической рекристаллизации непосредственно в ходе горячей деформации, метадинамической И статической рекристаллизации в междеформационных паузах и охлаждении после окончания всего цикла деформирования, регулируя образование и морфологию вторичных фаз, возможно формировать необходимую структуру стали и обеспечивать соответствующие ей механические свойства. Кроме того, необходимо учитывать скорость деформации, которая может вносить существенные изменения в процессы упрочнения и разупрочнения при горячей деформации.

Сведения о влиянии основных термодеформационных параметров – степени дробной деформации в сочетании с температурными интервалами деформирования, скорости деформации, междеформационных пауз – для высокопрочной азотсодержащей стали в литературе практически отсутствуют. Поэтому изучение процессов, реализуемых при различных температурах и скоростях деформации, а также проведение исследований по влиянию термодеформационных параметров на формирование структуры и свойств азотсодержащей стали является сложной и необходимой задачей для разработки технологий получения всего наиболее востребованного в промышленности сортамента полуфабрикатов из высокопрочной стали (листового проката толщиной от 4 до 70 мм, профильного проката, поковок).

Для широкого внедрения новых сталей в судостроение необходима разработка технологий обработки деталей, сборки и сварки конструкций, обеспечивающих сохранение высоких прочностных, пластических и специальных свойств сталей, при минимальной трудоемкости производства. Кроме того, корпусные конструкции следует выполнять из материалов, обладающих не только необходимой прочностью и надежностью, но и обеспечивающих выполнение всех необходимых технологических операций изготовления конструкции (гибку, штамповку при изготовлении деталей и др.). В связи с этим, необходимо провести исследование влияния степени холодной деформации при гибке и штамповке стали на изменение ее структуры и свойств в процессе деформации с целью разработки технологии изготовления объемных деталей из листового проката. Также актуальным является проведение исследований влияния предполагаемых условий эксплуатации на изменение

76

структуры и свойств азотсодержащей стали, а также определение критических значений нагружения и деформации, приводящих к потере ее служебных свойств.

В связи с вышеизложенным, **целью работы** являлась разработка научно обоснованных принципов формирования структуры высокопрочной азотсодержащей стали Cr-Ni-Mn композиции легирования на всех стадиях изготовления металлургических полуфабрикатов, обеспечивающих получение заданных физико-механических и эксплуатационных свойств и их реализация в промышленных технологических процессах.

Для достижения указанной цели решены следующие основные задачи:

1. Установлены закономерности формирования структуры стали в процессе кристаллизации и последующего охлаждения в зависимости от содержания легирующих элементов и скорости охлаждения, а также ее изменение при нагреве под деформацию и горячей пластической деформации.

2. Установлено влияние параметров деформирования (температуры, степени и скорости многопроходной деформации) при ВТМО на процессы рекристаллизации, упрочнения и образования вторичных фаз, определяющие формирование структуры стали. Исследована кинетика процессов структуро- и фазообразования, происходящих в стали при последующей термической обработке.

3. Разработаны и внедрены технологии производства полуфабрикатов (листового проката толщиной от 4 до 45 мм, профильного проката и поковок) из стали.

4. Разработаны технологические рекомендации по изготовлению деталей сложной формы из азотсодержащей стали на основе полученных закономерностей формирования структуры при различных видах холодной деформации и распределения деформации по сечению деталей.

5. Изучены особенности формирования структуры металла шва и зоны термического влияния сварных соединений.

6. Установлены закономерности изменения структуры стали в зависимости от скорости, способа и параметров нагружения при эксплуатационных воздействиях.

Разработанные технологические принципы управления структурообразованием высокопрочной азотсодержащей стали на всех стадиях производства полуфабрикатов позволят в рамках одного марочного состава получать стальные полуфабрикаты различного сортамента с широким набором механических и служебных свойств.

77

#### ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ, МЕТОДЫ ИХ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИСПЫТАНИЙ

#### 2.1 Материал для исследования

Материалом для проведения исследований являлась высокопрочная аустенитная коррозионно-стойкая азотсодержащая сталь, основными легирующими элементами которой являются хром, марганец, никель, азот, также сталь легирована молибденом, ниобием и ванадием. Химический состав исследуемой стали в соответствии с техническими условиями приведен в Таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Химический состав азотсодержащей стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ

С	S	Р	Si	Mn + Ni	Cr + Mo	Nb + V	Ν	
не более								
0,04	0,010	0,025	0,10–0,50	15–19	20,3–22,8	0,15–0,35	0,45–0,55	

Исследования процессов структурообразования в стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ при кристаллизации проводили в лабораторных условиях. Слитки азотсодержащей стали, химический состав которых приведен в Таблице 3.5, были получены в открытой индукционной печи емкостью 40 кг. Использовали чистые шихтовые материалы: электротехническую сталь 10880, металлический хром марки Х99Н1, марганец Мн95, никель катодный, ферромолибден FeMo60, феррониобий FeNb70, феррованадий FeV70. В качестве азотсодержащего материала использовали азотированный феррохром ФХН10. Технология выплавки включала расплавление шихтовых материалов (железо, хром, марганец, молибден, никель) и присадку ферросилиция с последующей присадкой феррониобия и феррованадия. Затем после раскисления алюминием и присадки азотированного феррохрома проводили разливку готовой стали через промежуточный ковш в слитки массой 0,7 кг.

Опытно-промышленные плавки выполнялись на ООО «ОМЗ-Спецсталь» в электродуговой печи (выплавка полупродукта) с последующей внепечной обработкой на установке УВРВ. Разливку кузнечных слитков (от 4,5 до 18 тонн) в изложницы выполняли сифоном или «сверху» с защитой струи металла аргоном. Ковка слитков на брамы и поковки производилась на гидравлическом прессе усилием 32 Мн (3200 тс), оснащенном манипулятором грузоподъемностью 30 т. Нагрев слитков проводили в камерных печах с выкатным подом, отапливаемых газом. Изготовление листового проката толщиной 20–70 мм, заготовок под листовой прокат толщиной 4–18 мм, профильный прокат № 7 и № 10 осуществляли на толстолистовом стане «5000» ЛПЦ-3 ЧерМК ПАО «Северсталь» с применением ускоренного охлаждения после горячей пластической деформации в модернизированной установке контролируемого охлаждения (УКО). На стане «2000» АО «ВМК «Красный Октябрь» изготавливали листовой прокат толщиной 4–18 мм с

применением ускоренного охлаждения в закалочной машине стана. Профильный прокат изготавливали на технологической линии сортового стана «630/420» ООО «РМ-стил».

#### 2.2 Исследование структурных и фазовых превращений

Исследование превращений выполнялось на дилатометре DIL805 фирмы BÄHR Thermoanalyse на цилиндрических образцах диаметром 5 мм и длиной 10 мм. Дилатометр обеспечивает исследования в области температур от –150 до 1500°C. Для нагрева образцов в атмосфере инертного газа, воздушной среде и вакууме используется высокочастотная печь. Максимальная скорость нагрева 4000°C/сек, максимальная скорость охлаждения 2500°C/с. Максимальная нагрузка 25 кH, диапазон скоростей деформирования 0,01–125 мм/с [260].

С целью приведения в одинаковое исходное состояние образцы для исследования структурных превращений в стали нагревали до 1200°С и выдерживали при этой температуре 10 минут. Скорость нагрева в установке составляла 5°С/с, охлаждение со скоростью 5°С/с производилось в среде гелия. Деформация сжатием совершалась с линейной скоростью 1 мм/с с использованием кварцевых упоров для образца.

#### 2.3 Оборудование для имитационного моделирования

#### 2.3.1 Имитационное моделирование на комплексе GLEEBLE 3800

Многофункциональный исследовательский комплекс *Gleeble 3800* компании Dynamic Systems Inc., США, представляет собой наиболее современную версию термомеханического симулятора («пластометра»). Основными направлениями использования термомеханического симулятора являются:

 а) Построение базы данных по сопротивлению сталей горячему деформированию в широком диапазоне температур, степеней и скоростей деформации для выявления ограничений и предотвращения чрезмерного износа технологического оборудования при проведении ВТМО.

б) Имитация различных стадий промышленной высокотемпературной ТМО на маломасштабных образцах для получения и последующего исследования промежуточных структурных состояний.

Исследование сопротивления деформации, кинетики процессов динамической, метадинамической и статической рекристаллизации азотсодержащей стали проводили на модуле *Hydrawedge*, предназначенном для проведения испытаний на сжатие. Возможности модуля позволяют реализовывать многостадийные последовательные нагружения при скоростях и температурах, характерных для таких технологических высокотемпературных процессов как ковка на прессе и прокатка стали, имитируя режимы дробной деформации, характерные для реальных условий горячей деформации в промышленности.

Деформирование образцов из азотсодержащей стали проводили в диапазоне скоростей 0,1÷10 с<sup>-1</sup>. Во время испытаний автоматически фиксировались различные параметры процесса деформирования, а затем строились диаграммы «напряжение – деформация» в истинных координатах. По характеру зависимостей проводили оценку процессов, происходящих при деформировании. Пороговую степень деформации для начала процесса динамической рекристаллизации определяли по «пику» истинных напряжений на диаграмме деформирования.

Использование с термомеханического симулятора *Gleeble 3800* позволяет с высокой точностью регистрировать кинетику процессов, происходящих в материале. Одним из методов исследования статической рекристаллизации является метод релаксации напряжений, который заключается в деформировании образца сжатием с последующей изотермической выдержкой, в ходе которой происходит релаксация напряжений. Пластометр *Gleeble 3800* способен фиксировать спад напряжений с высокой точностью, при этом число замеров составляет свыше 100 000 значений (в зависимости от времени выдержки после деформации). По результатам эксперимента строят графики релаксации напряжений, из которых определяют инкубационный период ( $\tau_0$ ) и время завершения ( $\tau_p$ ) процесса статической рекристаллизации.

# 2.3.2 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 2.1). Для горячей прокатки использовали заготовки толщиной 30, 45 и 60 мм размером 450×500 мм, вырезанные из промышленного листового проката.



Рисунок 2.1 – Автоматизированный опытный прокатный комплекс «Стан кварто-800»

#### 2.4 Методы исследования структуры стали

Комплексное исследование структуры азотсодержащей стали после различных испытаний, физического и имитационного моделирования, изготовленных полуфабрикатов проводилось на оборудовании НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей», СПбПУ, ИФМ УрО РАН, ИМЕТ РАН и других организаций. В данном разделе приведено основное оборудование, использованное для проведения исследований.

#### 2.4.1 Оптическая металлография

Исследование структуры азотсодержащей стали в литом состоянии и измерение объемной доли  $\delta$ -феррита проводили на панорамных изображениях, полученных с помощью моторизованного оптического микроскопа Zeiss Axiovert 200 MAT, оснащенного анализатором изображений Thixomet. Для выявления микроструктуры использовали травление реактивом: 10 мл HCl + 90 мл H<sub>2</sub>O + 1 г Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Травление проводили погружением шлифа в раствор указанного выше состава. Для удаления шлама травленый образец полировали в течение 3 секунд на ворсистой ткани с суспензией на основе корунда фракции 0,05 мкм. Параллельно проводили оценку содержания  $\delta$ -феррита объемным методом на полированной поверхности площадью 1 см<sup>2</sup> с помощью ферритометра FMP 30.

Подготовку шлифов в НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» для исследования микроструктуры образцов после проведения испытаний и имитационного моделирования, а также изготовленных полуфабрикатов проводили 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.

Электрохимическое травление проводили при комнатной температуре В 10%-ном растворе щавелевой кислоты при U=5-6B, τ=15-30с, катод – нержавеющая сталь. Металлографические исследования с получением микроструктуры проводили с использованием светового инвертированного металлографического микроскопа AxioObserver (Zeiss), оснащенного цифровой видеокамерой и системой ввода изображений. Оценку размеров зерен осуществляли методами количественной металлографии в соответствии с ГОСТ 5639. Для цифровой оценки использовали анализатор изображения Clemex [260].

### 2.4.2 Метод дифракции обратно-отраженных электронов (EBSD) на основе сканирующей электронной микроскопии (СЭМ)

Метод EBSD заключается в получении дифракционных картин отраженных электронов, он используется при исследовании широкого круга кристаллических микроструктуры материалов и позволяет выполнить анализ стали: статистику распределения зерен фрагментов размерам, вытянутости, И по степени ИХ разориентировкам и др. [261, 262].

Исследование проводили с помощью растрового электронного микроскопа Quanta 3D FEG. Современная техника EBSD анализа обеспечивает скорость поточечного индицирования на уровне 10 определений в секунду, пространственное разрешение – менее 20 нм; точность определения локальных ориентировок и разориентировок порядка 1°, и возможность оперативного анализа структурного состояния на участках общей площадью 1000 мкм<sup>2</sup> и более. Точность определения размеров фрагментов зависит от выбранного шага сканирования и обычно составляет 100–200 нм. Полученная информация затем используется для представления микроструктуры в виде ориентационных или фазовых карт, представляющих полную характеристику микроструктуры образца.

Обычно образцы для EBSD-анализа изготавливаются аналогично образцам для металлографического анализа (вырезка образца; заделка его в полимер; шлифовка; полировка) или возможна перешлифовка образца на исследование микроструктуры с целью снятия травления. Конечной операцией подготовки образцов является электрополировка.

#### 2.4.3 Метод просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ)

Электронно-микроскопические исследования в НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» проводили на просвечивающем электронном микроскопе FEI Tecnai G<sup>2</sup> 30 S-TWIN при ускоряющем напряжении 200 кВ и Philips EM-400T при ускоряющем напряжении 120 кВ. Кристаллическую решетку фазы дисперсных выделений идентифицировали по методу одиночных рефлексов [263]. Для исследования тонкой структуры стали в зависимости от расположения интересующей области исследования изготавливали заготовки двух видов: цилиндры диаметром 3,1 мм или пластины толщиной 1 мм. Нарезка заготовок для фольг толщиной 120–150 мкм производилась в специальной электроискровой установке в дистиллированной воде. Затем отрезанные круглые

пластинки шлифовали и подвергали электролитической полировке в хлорно-спиртовом производства фирмы электролите на установке Tenupol Struers. Электронномикроскопические исследования ИΦМ УрО PAH проводили В с помощью трансмиссионного электронного микроскопа JEM-200CX с анализом микродифракций и темнопольных изображений.

### 2.4.4 Метод растровой электронной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа

Исследования микроструктуры с проведением локального элементного микрорентгеноспектрального анализа выполняли с помощью:

– растрового электронного микроскопа Vega II (Tescan), оснащенного рентгеновским энергодисперсионным спектрометром INCA X-Max-50;

– сканирующего электронного микроскопа Zeiss Supra, оснащенного приставкой Aztec;

– сканирующего электронного микроскопа LEO-1420 с приставкой для микрорентгеноспектрального анализа (MPCA) Oxford Instruments.

Анализ поверхности разрушения проводили с помощью растровых электронных микроскопов SEM-535 фирмы Philips после предварительной очистки образца растворителем в ультразвуковой камере. Методика испытаний приведена в работе [304].

#### 2.5 Методы стандартных механических испытаний

#### 2.5.1 Испытание на растяжение

Испытание на растяжение проводили при температуре  $20^{+10}_{-5}$  °C согласно ГОСТ 1497-84 на цилиндрических образцах тип 3. Испытания образцов осуществляли на напольных разрывных машинах фирмы Instron или на универсальной испытательной машине ZWICK/ROELL Z250 (ФРГ), при этом определяли временное сопротивление разрушению ( $\sigma_{\rm B}$ ), предел текучести ( $\sigma_{0,2}$ ), относительное полное удлинение ( $\delta_{5}$ ), относительное равномерное удлинение ( $\delta_{\rm равн}$ ) и относительное сужение ( $\psi$ ).

Обработку, анализ и оценку результатов испытаний выполняли по ГОСТ 1497. Условный предел текучести  $\sigma_{0,2}$  определяли графическим методом по диаграмме растяжения. Временное сопротивление  $\sigma_{\rm B}$  определяли по величине наибольшей нагрузки перед разрушением образца. Относительное удлинение  $\delta_5$  определяли как процентное отношение разности длины рабочей части образца после испытания и начальной к исходной длине рабочей части образца. Для определения относительного сужения  $\psi$ цилиндрического образца после разрыва измеряли минимальный диаметр d<sub>к</sub> в двух взаимно перпендикулярных направлениях. По среднему арифметическому из полученных значений вычисляли площадь поперечного сечения образца после разрыва F<sub>к</sub>. Относительное сужение  $\psi$  определяли как процентное отношение разности исходной площади поперечного сечения рабочей части образца и площади F<sub>к</sub> после испытания к исходной площади поперечного сечения образца.

#### 2.5.2 Испытания на ударный изгиб

Ударные испытания проводили при температуре  $+20^{+10}_{-5}$  и  $-40^{+10}_{-5}$  °C согласно ГОСТ 9454-78 путем разрушения при ударе маятникового копра (со стороны, противоположной концентратору) по стандартному образцу квадратного сечения  $10\times10$  мм длиной L = 55 мм с острым надрезом V-образной формы с углом при вершине  $45^{\circ}$ , радиусом закругления R = 0,25 + 0,025 мм и глубиной надреза h = 2 мм (тип 11 ГОСТ 9454-78). Испытания на ударный изгиб проводили на маятниковом копре Trebel, 2123 КМК. При испытании отдельных образцов проводилась запись диаграмм. Обработку, анализ и оценку результатов испытаний выполняли по ГОСТ 9454-78.

#### 2.6 Определение магнитной проницаемости

Измерение магнитной проницаемости проводили на цилиндрических образцах диаметром 9 мм и длиной 160 мм индукционно-импульсным методом с использованием дифференциальных индукционно-импульсных установок (баллистическая установка). В качестве измерителя потока в индукционно-импульсных установках используют баллистические гальванометры и чувствительные микровеберметры типа Ф191. В качестве источника постоянного магнитного поля используют соленоиды, представляющие собой длинные катушки с равномерной по длине катушки обмоткой.

Индукционно-импульсный метод заключается в измерении приращений магнитного потока, вызванных скачкообразными изменениями напряженности намагничивающего поля, с использованием ступенчатого или коммутационного режима [264].

Для определения магнитной проницаемости образцов после проведения холодной деформации, статического, циклического или динамического нагружения применяли метод ферритометрии, являющийся методом неразрушающего магнитного контроля. Для проведения измерений применяли переносной ферритометр 1.069 фирмы Institut Dr.Foerster. (Германия), который позволяет проводить контроль содержания ферритной фазы непосредственно в конструкциях, готовых изделиях, полуфабрикатах с достаточной степенью точности. Прибор обеспечивает измерение содержания ферритной фазы в диапазоне от 0 до 80%. Принцип его действия основан на локальном измерении магнитной проницаемости с помощью накладного индукционного преобразователя. Глубина проникновения электромагнитного поля в материал до 10 мм.

#### 2.7 Определение коррозионной стойкости азотсодержащей стали

#### 2.7.1 Определение стойкости стали к межкристаллитной коррозии

Стойкость стали к межкристаллитной коррозии (МКК) определяли на плоских образцах толщиной 3 мм. Испытания проводились по ГОСТ 6032 (метод AM). Провоцирующий нагрев заготовок осуществляли при температуре 700 и 800°С в течение 1 часа.

В ходе испытаний образцы стали выдерживали в кипящем водном растворе сернокислой меди и серной кислоты в присутствии металлической меди в течение 15 часов (продолжительность испытаний, рекомендуемая для высокомарганцевых сталей). По окончании выдержки в растворе образцы изгибали на угол 90°. Отсутствие трещин на изогнутых образцах свидетельствовало о стойкости против МКК.

#### 2.7.2 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.

#### 2.7.3 Оценка стойкости к питтинговой и щелевой коррозии

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 FeCl<sub>3</sub>, РД 5.АЕИШ.3638-2013, РД 5.АЕИШ.3639-2013.

#### 2.8 Методика проведения динамического нагружения

проводили разработанной Динамическое нагружение по методике, В ЦНИИ КМ «Прометей» [300]. Испытания представляют собой импульсное упругопластическое двухосное деформирование (выпучивание) образцов-пластин на матричном основании посредством неконтактного взрыва заряда взрывчатого вещества, погруженного в емкость с водой. Скорость деформирования материала составляет порядка  $10^3 \div 10^4 \text{ c}^{-1}$ .

Для проведения испытаний из листового проката азотсодержащей стали марки 04X20H6Г11М2АФБ толщиной 8, 25 и 45 мм были вырезаны заготовки в виде правильного восьмиугольника. Остаточная пластическая деформация оценивалась по специально нанесенной с двух сторон образца радиальной сетке. После нагружения

образец переворачивали и при помощи штангенциркуля измеряли расстояние между точками. Деформация расчитывалась по следующей формуле:

$$\varepsilon = (l_i - l_0)/l_0 * 100\%$$
 (2.1)

где:  $l_i$  – расстояние между ближайшими точками, находящимися на одной оси после деформации;  $l_0$  – начальное расстояние между ближайшими точками, находящимися на одной оси.

#### Схема нагружения образцов

Схема динамического нагружения представлена на Рисунке 2.2.

К испытанию образец подготавливается следующим образом: на плотно утрамбованный грунт укладывают опорный блок (6). При этом обязательным условием является соблюдение горизонтальности основания. На блок укладывают открытое матричное основание (5) в виде шайбы.

На основание укладывается образец (4). На образец устанавливается емкость с водой (7). Заряд ВВ (1) устанавливается на определенном возвышении. Возвышение заряда ВВ регулируется при помощи специальных установочных блоков (3), изготовленных из бумаги или пенопласта. После всех операций проверяется горизонтальность всей системы и производится подрыв заряда ВВ.

Варьируя массу заряда и расстояние между ВВ и испытываемым образцом, возможно получать различный прогиб образца в центре, а, следовательно, и разные значения деформации на тыльной и лицевой поверхности.



Рисунок 2.2— Общая схема нагружения подготовленного к испытаниям образца (вид сбоку): *1* – заряд взрывчатого вещества (ВВ); 2 – подставка, на которой собирался заряд; 3 – установочные цилиндры, обеспечивающие необходимое возвышение; 4 – испытуемый образец; 5 – матричное основание; 6 – опорный блок; 7 – емкость с водой

#### 2.9 Проведение циклических испытаний

# 2.9.1 Циклическое нагружение с постоянной амплитудой деформации (жесткий цикл нагружения)

Нагружение цилиндрических образцов с диаметром рабочей части 10 мм по СТП90.224-87, № А1, типоразмер 1, с геометрией рабочей части, соответствующей ГОСТ 25.502-79, проводили на машине «Шенк PEZ-5833», имеющей максимальное усиление ±250 кН и соответствующей требованиям ГОСТ 8.425-81 к машинам для испытания металлов на усталость. Для измерения деформаций использовали датчик ДSA10/10 с базой измерения 10 мм. Испытания выполняли в соответствии с ГОСТ 25.502-79.

Для регистрации деформаций и нагрузок во времени и по числу циклов использовали автоматические самопишущие устройства. При записи диаграмм деформирования применяли двухкоординатные приборы.

После установки тензометра на рабочей части образца производили настройку измерительной аппаратуры и пробное нагружение в ручном режиме управления испытательной машины. Регистрацию кривой деформирования в координатах «нагрузка – деформация» и установку параметров режима жесткого нагружения производили по показаниям самопишущего прибора в соответствии с Рисунком 2.3.

Процедуру подготовки к испытаниям заканчивали переводом испытательной машины в автоматический режим с заданной частотой, параметрами деформирования и формой цикла нагружения.



Рисунок 2.3 – Запись диаграммы деформирования при 1-м цикле нагрузки

# 2.9.2 Циклическое нагружение с постоянной амплитудой напряжений (мягкий цикл нагружения)

Испытания осуществляли на оборудовании и образцах, указанных в предыдущем разделе. Испытания проводили при заданном стационарном (не меняющемся в ходе испытаний) режиме нагрузки; регистрируемым параметром являлось количество циклов до образования усталостной трещины *N*<sub>i</sub> или до разрушения.

#### ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 2

Использование при проведении имитационного моделирования, исследований, стандартных и специальных испытаний современного оборудования и методик позволило:

 получить качественно новые результаты по влиянию различных температурных, деформационных и временных параметров на процессы упрочнения и разупрочнения, происходящих в исследованной стали при горячей деформации и последующей термической обработке;

– детально изучить процессы структурообразования, происходящие в исследуемой азотсодержащей стали при кристаллизации, термомеханической и термической обработке по различным режимам, холодной деформации при различных способах нагружения и установить их взаимосвязи, которые учтены при разработке промышленных технологий производства полуфабрикатов из высокопрочной азотсодержащей стали;

 получить фактические данные по изменению структуры и свойств стали в результате динамического нагружения.

Применение стандартных методов испытаний обеспечило получение достоверных результатов по определению механических и служебных свойств исследуемой азотсодержащей стали.

Реализованный комплекс исследований и испытаний высокопрочной азотсодержащей стали позволил выполнить поставленные цели и задачи диссертационной работы.

## ГЛАВА З. ПРОЦЕССЫ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ВЫСОКОПРОЧНОЙ АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ СТАЛИ ПРИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ, ПОСЛЕДУЮЩЕЙ ГОРЯЧЕЙ ДЕФОРМАЦИИ И ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ

Для разработки технологических решений управления формированием структуры и свойствами стали необходимо понимание закономерностей структурообразования на протяжении всего цикла ее производства. Существует множество факторов, оказывающих влияние на формирование однородной структуры стали на всех технологических этапах ее изготовления: от различия растворимости легирующих элементов в разных фазах при кристаллизации, обусловливающее наличие ликваций, до локализации пластической деформации в зернах с наиболее благоприятной ориентировкой, приводящей к одновременной реализации разных релаксационных или деформационных процессов в объеме металла и формирующих неоднородную структуру, наследуемую даже при термической обработке.

Важную роль в процессе структурообразования на последующих технологических этапах производства стальных полуфабрикатов играет металлургическая наследственность структуры, сформированная при кристаллизации и охлаждении стали, которая в свою очередь зависит от ее химического состава. Для управления фазообразованием исследуемой стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ при кристаллизации с целью обеспечения требуемых физико-механических и технологических свойств необходимо определить возможные механизмы ее кристаллизации и температурные интервалы образования и превращения различных фаз при последующем охлаждении.

При изготовлении полуфабрикатов различного сортамента управление структурообразованием при ВТМО осуществляется счет регламентирования за термодеформационных параметров (температуры, степени и скорости деформации, скорости охлаждения после деформации и др.). Все эти параметры влияют на процессы динамической полигонизации, динамической И статической рекристаллизации, растворения и выделения вторичных фаз.

Основополагающим принципом разработки научно обоснованной технологии изготовления стали является изучение влияния всех возможных варьируемых технологических параметров, обусловливающих формирование структуры на каждом этапе производства, и, в конечном итоге, обеспечивающее стабильное получение заданных физико-механических и эксплуатационных свойств материала.

Целью исследований, рассматриваемых в настоящей главе, является установление закономерностей формирования структуры стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ на всех этапах ее изготовления для обеспечения стабильного получения заданных физико-механических характеристик, а также определение оптимальных температурно-деформационных условий при проведении технологических операций ковки и прокатки для разработки технологических режимов изготовления полуфабрикатов.

Для реализации поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

 провести исследование формирования литой структуры высокопрочной азотсодержащей стали в процессе кристаллизации и охлаждения в зависимости от: содержания легирующих элементов и скорости охлаждения;

– определить оптимальные интервалы содержания легирующих элементов для стабилизации аустенита в твердой фазе;

 провести исследование эволюции литой структуры азотсодержащей стали в процессе горячей деформации по различным термодеформационным режимам;

– провести исследование кинетики растворения δ-феррита в литой и деформированной стали при высокотемпературной выдержке;

 определить влияние температурно-скоростных параметров на сопротивление деформации азотсодержащей стали;

– определить влияние термодеформационных параметров на формирование структуры азотсодержащей стали при ВТМО;

 провести исследование процессов структурообразования азотсодержащей стали в зависимости от температуры и времени выдержки при термической обработке;

 систематизировать полученные данные и установить корреляционные зависимости между формируемой структурой и параметрами технологических процессов.

# 3.1 Исследование формирования структуры стали в процессе кристаллизации и последующего охлаждения

Как было сказано в главе 1, механизм кристаллизации аустенитных сталей и, следовательно, литая структура и фазовый состав, получаемые в результате выплавки, разливки и последующего охлаждения, зависят как от их конкретного химического состава, так и от температурно-временных условий кристаллизации и охлаждения.

Для понимания процессов, протекающих при кристаллизации исследуемой стали необходимо определить:

– температуру ликвидус  $T_L$  и солидус  $T_S$ ;

 конечное фазовое состояние стали в соответствии с химическим составом, регламентируемым существующей нормативно-технической документацией (НТД) [265] при помощи модифицированной диаграммы Шеффлера – Шпайделя;

температурные границы существования δ-феррит а;

 – содержание δ-феррита в зависимости от того, когда он образовался, насколько успел раствориться при охлаждении в интервале кристаллизации, а также при снижении температуры твердой стали ниже температуры солидус;

– влияние скорости охлаждения на формирование литой структуры.

Как уже упоминалось, в зависимости от соотношения Cr<sub>экв</sub> / Ni<sub>экв</sub> кристаллизация в аустенитных сталях может, протекать через аустенит или б-феррит с последующим образованием аустенита по разным механизмам [99, 266, 267]. Граница областей, в которых реализуется ЭТИ два типа кристаллизации, рассчитана с помощью термодинамического моделирования в работе [100]. Авторы проводили численный эксперимент с целью поиска областей, в которых реализуются различные механизмы кристаллизации внутри аустенитной области на диаграмме Шеффлера – Шпайделя (Рисунок 3.1). В работе наглядно показано, что для высокоазотистых сталей реализуются только два механизма кристаллизации – либо через аустенит, либо через б-феррит с дальнейшим образованием аустенита. Существуют и другие исследования, в которых прогнозируют количество и природу образующегося б-феррита в зависимости от химического состава стали [268], условий кристаллизации [269], в том числе с учетом конкурентного роста б-феррита и аустенита [270], а также дальнейшего охлаждения твердой стали [121].



Рисунок 3.1 – Усовершенствованная диаграмма Шеффлера – Шпайделя, с областью составов сталей, кристаллизующихся через δ-феррит [100]

#### 3.1.1 Определение температур ликвидус и солидус стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ

Для расчета температур ликвидус T<sub>L</sub> и солидус T<sub>S</sub> сталей обычно используется допущение об комплексном влиянии других элементов на снижение температуры плавления чистого железа.

$$T_{(L,S)} = T_{\Pi \Pi} - \Sigma(\Delta T_{(L,S)i}^{*}[i])$$
 (3.1)

где T<sub>(L,S)</sub> – температура ликвидус/солидус, К; Т<sub>пл</sub> – температура плавления, К; ΔT<sub>(L,S)</sub> – снижение температуры ликвидус/солидус при добавлении 1% i-го компонента в соответствии с бинарной диаграммой Fe-i, K, [i] – содержание i-го компонента, мас. %.

Результаты расчета температур ликвидус и солидус с применением различных программных продуктов приведены в Таблице 3.1.

Для уточнения результатов расчетных исследований в лабораторных условиях СПбПУ проведено экспериментальное определение температур  $T_L$  и  $T_S$  для среднемарочного состава исследуемой стали. Для этого проводили выплавку этой стали в открытой индукционной печи емкостью 20 кг. После расплавления шихты и присадки всех необходимых легирующих металл выпускали в промежуточный ковш, а затем разливали в цилиндрическую песчаную форму диаметров 40 мм и высотой 100 мм. При этом фиксировали температуру в центре получаемого слитка с помощью вольфрамрениевой термопары BP5/20, помещенной в кварцевую трубку, закрепленную на жестком штативе, установленном на опоке. На основе реальной термической кривой (Рисунок 3.2) определяли температуру  $T_L$  и температуру  $T_S$ , как температуры излома термической кривой в начале и конце затвердевания. Результаты эксперимента представлены в Таблице 3.2.

	Программа						
	Fact Sage (базы данных SGTE)	Procast					
		Sheil*	Lever**				
T <sub>L</sub> , °C	1390	1397	1397				
T <sub>S</sub> , °C	1330	1235	1358				

	T T	<b>— — —</b>
1 and $1$ and $3$ $1$ $-$ Pacuetulie temperat	<b>DEI HUKPUNKE L. U COMUNK</b>	Г. ИССПЕЛОРАЦИОИ СТАПИ
1 a O m a	ры ликвидус три солидус	тенсолодованной стали

\* Расчет по модели Шейла – Гулливера (предполагает полное отсутствие диффузии в твердой фазе).

\*\* Расчет по правилу рычага (предполагает полное протекание диффузии в твердой фазе).

Таблица 3.2 – Экспериментальные температуры ликвидус и солидус исследованной стали

T <sub>L</sub> , °C	1436
T <sub>s</sub> , °C	1329



Рисунок 3.2 – Экспериментальная термическая кривая стали марки 04X20H6Г11M2AФБ в центре цилиндрического слитка, полученного в песчаной форме

### 3.1.2 Исследование влияния содержания легирующих элементов в стали на образование δ-феррита в процессе кристаллизации и последующего охлаждения

Для анализа конечного фазового состава исследуемой стали и определения расположения на модифицированной диаграмме Шеффлера – Шпайделя областей, кристаллизующихся через аустенит и через δ-феррит, в соответствии с химическим составом стали, приведенным в Таблице 3.3, рассчитывали Cr<sub>экв</sub> и Ni<sub>экв</sub> по следующим формулам в мас.% [129]:

$$Cr_{_{3KB}} = Cr + 1,5 Mo + 1,5 W + 0,48 Si + 2,3 V + 1,75 Nb + 2,5 Al$$
(3.2)  
$$Ni_{_{3KB}} = Ni + Co + 0,1 Mn - 0,01 Mn^{2} + 18N + 30 C$$
(3.3)

На модифицированной диаграмме Шеффлера – Шпайделя, изображенной на Рисунке 3.3, приведен результат полученных расчетов: пунктирной линией обозначена область, соответствующая интервалам легирования стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ. Серым цветом на диаграмме отмечена область кристаллизации через δ-феррит, рассчитанная для азотсодержащей стали с низким содержанием никеля [100].

Результаты, приведенные на Рисунке 3.3, показывают, что в зависимости от соотношения Cr<sub>экв</sub>/Ni<sub>экв</sub> в рамках регламентируемого химического состава, реализуются абсолютно различные механизмы кристаллизации стали. Кроме того, при среднемарочном и максимальном содержании в химическом составе стали ферритообразующих в сочетании с пониженным содержанием аустенитообразующих элементов сталь может иметь конечную аустенитно-ферритную структуру.

93

Полученные результаты расчетов фазового состояния исследуемой стали в зависимости от содержания легирующих элементов также хорошо согласуются и с расчетами, проведенными по формуле, полученной учеными ИМЕТ РАН [271]. Для сплавов с величиной Сг<sub>экв.</sub> в пределах от 20 до 30 положение границы между аустенитной областью и двухфазной, аустенитно-ферритной областью, можно описать уравнением:

Для определения фазового состава стали была использована закономерность

$$Ni_{3KB} = -11,164 + 1,17 Cr_{3KB}, \qquad (3.4).$$

Аустенитными являются стали, для которых выполняется соотношение

$$1,17 \operatorname{Cr}_{_{3KB}} - \operatorname{Ni}_{_{3KB}} < 11,164 \tag{3.5}.$$

Стали, для которых величина (1,17 Сг<sub>экв</sub> – Ni<sub>экв</sub>) > 11,164 помимо аустенита содержат остаточный δ-феррит.

Результаты расчетов приведены в Таблице 3.3, из которых видно, что при содержании в стали максимального Cr<sub>экв</sub> и минимального Ni<sub>экв</sub> исследуемая сталь имеет двухфазную структуру.



Рисунок 3.3 – Модифицированная диаграмма Шеффлера – Шпайделя с областью кристаллизации через δ-феррит с обозначенным предельным химическим составом стали марки 04X20H6Г11M2AΦБ, выраженном в хромовом и никелевом эквивалентах

Для определения механизмов кристаллизации, прогнозирования и управления фазообразованием в высокопрочной азотсодержащей стали марки 04X20H6Г11M2AФБ в зависимости от содержания легирующих элементов в рамках НТД с помощью программного обеспечения FactSage совместно со специалистами СПбПУ проведено термодинамическое моделирование процессов кристаллизации, затвердевания И ферритоохлаждения твердой стали с варьированием содержания (Cr) И аустенитообразующих (N, Ni) элементов [272].

Таблица 3.3 – Химический состав стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ
в соответствии с НТД и результаты расчета Сг <sub>экв</sub> и Ni <sub>экв</sub> , мас. %

Состав		С	Si	Mn+Ni	S	Cr+Mo	Nb+V	N	Расчетные эквиваленты			
									Сг <sub>экв</sub>	Ni <sub>экв</sub>	Сг <sub>экв</sub> /Ni <sub>экв</sub> [112]	<b>1,17 Сг<sub>'экв</sub>–</b> <b>Ni<sub>'экв</sub> [271]</b>
нтд	min Cr <sub>экв</sub> min Ni <sub>экв</sub>	0,05	0,10	15,0	0,01	20,30	0,15	0,45	21,32	14,60	1,46	10,34
	min Cr <sub>экв</sub> max Ni <sub>экв</sub>	0,05	0,10	19,0	0,01	20,30	0,15	0,55	21,32	18,16	1,17	6,78
	max Cr <sub>экв</sub> max Ni <sub>экв</sub>	0,05	0,50	19,0	0,01	22,80	0,35	0,55	24,66	18,16	1,36	10,69
	max Cr <sub>экв</sub> min Ni <sub>экв</sub>	0,05	0,50	15,0	0,01	22,80	0,35	0,45	24,66	14,60	1,69	14,25

На первом этапе расчетов при проведении моделирования за основу взят базовый состав высокопрочной азотсодержащей аустенитной стали с повышенным содержанием ферритообразующих и пониженным содержанием аустенитообразующих элементов.

В соответствии с результатами термодинамического моделирования (Рисунок 3.4) можно проследить эволюцию δ-феррита в зависимости от того, на какой стадии и в каком температурном диапазоне он образовался, насколько успел раствориться при взаимодействии с жидкой сталью по перитектической реакции, а также при снижении температуры твердой стали ниже температуры солидус или после аустенитизации (тепловой выдержки с целью полиморфного превращения δ-феррита).

На Рисунке 3.4 выделено несколько важных температурных диапазонов, ограниченных соответствующими критическими точками:

Интервал  $\Delta T_{\delta}$ , в котором образовавшийся при кристаллизации  $\delta$ -феррит взаимодействует с жидкой сталью с образованием аустенита по перитектической реакции. Фактически это интервал кристаллизации  $T_L - T_S$ .

Интервал ΔT<sub>техн</sub>, в котором δ-феррит превращается в аустенит при снижении температуры стали ниже температуры солидус. При быстром охлаждении стали возможны кинетические ограничения превращения δ-феррита, поэтому в литой стали можно наблюдать его остаточное содержание.

Интервал  $\Delta T_{aycr}$ , в котором  $\delta$ -феррит, оставшийся после кристаллизации и не успевший полностью претерпеть превращение при охлаждении твердой стали в диапазоне температур  $\Delta T_{Texh}$ , при выдержке должен полностью превратиться в аустенит. Температура аустенитизации для стали данного химического состава выбирается в диапазоне  $\Delta T_{aycr}$  и должна быть достаточно высокой, чтобы обеспечить диффузионную подвижность легирующих элементов в стали, но не настолько высокой, чтобы достигнуть температуры начала образования  $\delta$ -феррита ( $T_{aycr}^{max}$ ).

Интервал  $\Delta T_{\alpha}$ , в котором из аустенита выделяется феррит, участвующий в эвтектоидной реакции образования  $\sigma$ -фазы [112], однако развитие этого процесса кинетически заторможено.

Результаты расчетов, представленные на Рисунке 3.3, показали, что в интервалах легирования, регламентируемых в соответствии с существующей НТД, исследуемая сталь может иметь разные механизмы кристаллизации. Для уточнения этих механизмов проведено термодинамическое моделирование фазообразования в азотсодержащей стали относительно предельного содержания основных легирующих элементов, соответствующих вершинам прямоугольника, приведенного на этом рисунке и обозначенные в Таблице 3.3. Результаты расчетов представлены на Рисунке 3.5.

Полученные результаты свидетельствуют, что при кристаллизации стали с максимальным  $Cr_{3\kappa B}$  и минимальным  $Ni_{3\kappa B}$  (кривая *1* на Рисунке 3.5) в интервале кристаллизации  $T_L-T_S$  образуется до 50% δ-феррита, который полностью не претерпевает превращения при последующем охлаждении и в количестве 7–9% остается в стали при комнатной температуре.



Рисунок 3.4 – Изменение содержания δ-феррита при кристаллизации и последующем охлаждении состава 0,05% C–0,3% Si–10% Mn–21% Cr–5% Ni–0,45% N–1,5% Mo [272]



Рисунок 3.5 – Изменение содержания δ-феррита при кристаллизации и последующем охлаждении стали с предельным по НТД содержанием элементов (термодинамическое моделирование) [272].

Как следует из расчетов, для подобной ситуации отсутствует температурный диапазон аустенитизации ( $\Delta T_{ayct}$ ), поэтому невозможно получить немагнитный материал несмотря на то, что состав соответствует требованиям НТД. В стали с минимальным  $Cr_{3\kappa B}$  и минимальным  $Ni_{3\kappa B}$  при кристаллизации образуется до 70%  $\delta$ -феррита, однако при отсутствии кинетических ограничений при температуре 1240°C он должен полностью превратиться в аустенит (кривая 2 на Рисунке 3.5). Если же такие ограничения существовали и в литой стали обнаружено значительное количество остаточного  $\delta$ -феррита [269, 270], то нагрев и соответствующая выдержка при температуре аустенитизации в диапазоне  $\Delta T_{ayct}$  приведет к его полному превращению. В сталях с оставшимися двумя сочетаниями  $Cr_{3\kappa B}$  и  $Ni_{3\kappa B}$  (кривые 3 и 4 на Рисунке 3.5) при кристаллизации образуется не более 7–12%  $\delta$ -феррита. Причем сталь с максимальным  $Cr_{3\kappa B}$  и максимального  $Ni_{3\kappa B}$  к моменту полного затвердевания стали  $\delta$ -феррит полностью исчезает.

С целью определения влияния основных ферритообразующего – хрома – и аустентообразующих элементов – никеля и азота – на механизм кристаллизации стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ проведено термодинамическое моделирование фазообразования в зависимости от переменного содержания этих элементов. Марганец является аустенитообразующим и вторым по эффективности после хрома элементом, позволяющим повышать растворимость азота в сталях, при расчетах было выбрано его среднемарочное содержание 11%. Более высокая его концентрация (выше 12%) нежелательна в связи с отрицательным влиянием на экологию при производстве и вредном воздействии на персонал на последующих технологических стадиях изготовления сварных конструкций. Содержание марганца менее 10% снижает как растворимость азота, так и стабильность аустенита по отношению к  $\gamma \rightarrow \alpha$ (М) превращению [19].

Для расчетов при варьировании содержания легирующих элементов (Cr, Ni и N) за основу взят среднемарочный базовый состав азотсодержащей стали, приведенный в Таблице 3.3. Кроме того, исследовали влияние содержания никеля выше регламентированного максимума и азота ниже регламентированного минимума на изменение содержания б-феррита при кристаллизации и охлаждении (Рисунок 3.6). На Рисунке 3.7 представлены результаты моделирования образования и превращения δ-феррита при кристаллизации и последующем охлаждении, а также показано влияние содержания в стали Cr, Ni и N на положение приведенных вышетемпературных интервалов, ограниченных соответствующими критическими точками.



Рисунок 3.6 – Фрагмент модифицированной диаграммы Шеффлера – Шпайделя, с нанесенными точками численного эксперимента



Рисунок 3.7 – Влияние Cr, Ni (*a*) и N (*б*) на изменение содержания δ-феррита при кристаллизации, затвердевании и охлаждении твердой стали [272]

Из приведенных диаграмм очевидно, что с увеличением соотношения эквивалентов закономерно происходит увеличение количества  $\delta$ -феррита, образующегося при кристаллизации (Рисунок 3.7 *a*). Повышение в стали концентрации никеля с одновременным снижением концентрации хрома приводит к снижению количества феррита, образующегося в температурном интервале  $\Delta T_{\delta}$ , расширению температурного интервала  $\Delta T_{aycr}$  и сужению интервала  $\Delta T_{rexh}$  (Рисунок 3.4). Кроме того, происходит повышение  $T_s$ , и, следовательно, сужается интервала  $\Delta T_{\delta}$ .

С увеличением содержания азота количество образующегося  $\delta$ -феррита в интервале  $\Delta T_{\delta}$  практически не изменяется. При этом наблюдается тенденция к затруднению его полного превращения в интервале  $\Delta T_{\text{техн}}$  (Рисунок 3.7 *б*)

Как видно из Рисунка 3.6, состав, содержащий 19% Сг и 8 % Ni должен кристаллизоваться через аустенит, однако из Рисунка 3.7 следует, что при содержании азота 0,5 мас.% возможна кристаллизация через δ-феррит.

При содержании 19% Cr и 9% Ni и азота 0,5 мас.% реализуется механизм кристаллизации через аустенит.

Для подтверждения влияния содержания легирующих элементов на образование  $\delta$ -феррита и его количество можно привести результаты термодинамического моделирования, полученные в работе [138] для высокомарганцевой стали (26,3% Mn) с содержанием азота около 1% (Рисунок 3.8), а также примеры расчетов для исследуемой стали с максимальным (Рисунок 3.9 *a*) и минимальным (Рисунок 3.9 *б*) содержанием ферритообразующих элементов (Таблица 3.4).



Рисунок 3.8 – Изменение содержания δ-феррита при кристаллизации и охлаждении твердой стали состава 0,07% С-0,4% Si-26,3% Mn-22,9% Cr-2,73% Ni-1,02% N-0,35% Mo (термодинамическое моделирование) [138]



Рисунок 3.9 – Изменение содержания δ-феррита при кристаллизации и охлаждении твердой стали: *a* – состава 1 и *б* –состава 2 (термодинамическое моделирование)

	Mn+Ni	Cr+Mo	V+Nb	Ν	Si
1	15	22,8	0,15	0,45	0,5
2	17	20,3	0,15	0,55	0,5

Таблица 3.4 – Модельный химический состав стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ

Из приведенных данных видно, насколько сложное влияние на образование δ-феррита имеет комплексное содержание легирующих элементов для конкретной марки стали.

### 3.1.3 Исследование процессов структурообразования в стали в зависимости от механизма кристаллизации

Известно [102, 134], что различные механизмы кристаллизации аустенитных сталей, отражающиеся в последовательности фазообразования, формируют разную конечную структуру литой стали. С целью исследования процессов структурообразования в стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ при кристаллизации и оптимизации химического состава в лабораторных условиях СПбПУ в открытой индукционной печи проведены опытные плавки, химический состав которых приведен в Таблице 3.5. Составы данных слитков, пересчитанные в Сг<sub>экв</sub> и Ni<sub>экв</sub> эквиваленты, расположены на диаграмме Шеффлера – Шпайделя так, что в них реализуются различные механизмы кристаллизации внутри аустенитной области (Рисунок 3.10).

101



Рисунок 3.10 – Диаграмма Шеффлера – Шпайделя и фигуративные точки состава опытных плавок

В главе 1 упоминалось, что существует множество модификаций диаграммы Шеффлера, учитывающих влияние содержания основных легирующих элементов через различные коэффициенты и описывающих конечное структурно-фазовое состояние сталей. Для определения механизма кристаллизации стали типа AISI 316L в работе [134] была использована диаграмма ДеЛонга. Результаты эксперимента показали, что в случае, если отношение Cr<sub>экв</sub>/Ni<sub>экв</sub>≤ 1,5, то кристаллизация происходит через аустенит в следующей последовательности:

$$L \to L + \gamma \to L + \gamma + \delta \to \gamma + \delta \tag{3.6}$$

В этих условиях δ-феррит наблюдается только как вторичная междендритная фаза.

В диапазоне 1,48 ≤ Cr<sub>экв</sub> / Ni<sub>экв</sub> ≤ 1,95 δ-феррит является основной фазой при кристаллизации, при этом аустенит формируется по перитектической реакции, а также при последующем превращении в твердой стали.

$$L \to L + \delta \to L + \delta + \gamma \to \gamma + \delta \tag{3.7}$$

При этом Cr<sub>экв</sub> и Ni<sub>экв</sub> рассчитывали по следующим формулам в мас.% [273]:

$$Cr_{_{3KB}} = Cr + 2Si + 1,5Mo + 5V + 5,5Al + 1,75Nb + 1,5Ti + 0,75W$$
(3.8)

$$Ni_{_{3KB}} = Ni + Co + 30C + 25N + 0,5Mn + 0,3Cu$$
(3.9)

В Таблице 3.5 приведены результаты расчета для стали марки 04Х20Н6Г11М2АБ в соответствии с формулами 3.8 и 3.9, на основании которых можно сделать вывод, что поскольку исследуемая сталь имеет значительно большее содержание азота и марганца, чем сталь AISI 316L, поэтому значение Ni<sub>экв</sub> будет значительно выше и соотношение

Cr<sub>экв</sub>/Ni<sub>экв</sub>, определяющее границу между различными механизмами кристаллизации меньше, чем у стали AISI 316L.

В работе [100], как было упомянуто выше, авторы на модифицированной диаграмме Шеффлера – Шпайделя определили границу областей в аустенитной зоне, в которых реализуются различные механизмы кристаллизации (Рисунок 3.1), но не вычислили зависимость реализуемого механизма от соотношения Cr<sub>экв</sub> / Ni<sub>экв</sub>. По всей видимости, соотношение составляет около 1,15 для высокомарганцевой стали, в случае использования при расчетах значений Cr<sub>экв</sub> и Ni<sub>экв</sub>, приведенным в работе [100].

В случае стали марки 04Х20Н6Г11М2АБ (Рисунок 3.10) граничное соотношение Cr<sub>экв</sub> / Ni<sub>экв</sub> предположительно составляет около 1,20. Это значение уточнено в результате эксперимента, который подтвердил, что в случае кристаллизации через первичный аустенит (согласно термодинамическому моделированию) сталь опытных плавок составов П1 и П5 при комнатной температуре имеет полностью аустенитную структуру (Рисунок 3.11).



Рисунок 3.11 – Результаты термодинамического моделирования (*a* и б) и микроструктура литой стали составов, кристаллизующихся через аустенит (полное соответствие дендритного рисунка зеренной структуре) (*в* и *г*): *a* и *в* – состав П1; б и *г* – состав П5 [272]

												Расчетные эквиваленты			
Состав	C	Si	Mn	S	Cr	Ni	Мо	Nb	V	Ν	Сг <sub>экв</sub>	Ni <sub>экв</sub>	Сг <sub>экв</sub> /Ni <sub>экв</sub> [112]	Сг <sub>экв</sub> /Ni <sub>экв</sub> [273]	
П1	0,04	0,48	9,4	0,001	18,9	8,4	1,35	0,05	0,10	0,55	21,47	19,56	1,10	22,47/28,05=0,80	
П2	0,035	0,32	10,8	0,001	20,0	5,4	1,30	0,08	0,16	0,51	22,62	15,55	1,45	23,53/24,6=0,96	
П3	0,04	0,39	10,3	0,001	22,0	6,6	1,30	0,06	0,14	0,68	24,56	20,07	1,22	25,54/29,95=0,85	
П4	0,035	0,45	12,0	0,001	18,5	6,2	1,32	0,11	0,18	0,45	21,30	15,11	1,41	22,47/24,50=0,92	
П5	0,03	0,39	10,9	0,001	20,5	7,3	1,22	0,07	0,13	0,60	22,94	18,90	1,21	23,88/28,65=0,83	
П6	0,06	0,6	12,3	0,005	17,6	5,5	1,75	0,11	0,17	0,45	21,10	15,11	1,40	24,47/24,60=0,99	

Таблица 3.5 – Химический состав опытных плавок, мас.%

Исследование микроструктуры образцов показали, что их дендритная структура соответствует зеренной микроструктуре: отдельное аустенитное зерно образовано из единого дендрита со свойственной только ему кристаллографической ориентацией. После пленочного травления и последующего анализа в поляризованном свете каждое из таких зерен окрашивается своим цветом. На Рисунке 3.12 приведено изображение и состав дендритных осей и междендритных промежутков в образце состава П5. Оси дендритов обогащены как ферритообразующими – Cr, Si, Mo, так и аустенитообразующими элементами – Ni и Mn.

При кристаллизации сталей через δ-феррит (составы П2, П3, П4 и П6) его остаточные содержания (от 0,3 до 5,6 об. % в зависимости от состава) сосредоточены в центре дендритных осей, а дендритная структура не соответствует зеренной: ось первого порядка одного дендрита проходит по телу нескольки аустенитных зерен, сформировавшихся после затвердевания (Рисунок 3.13 *в* и *г*).

		Межосное	Ось
		Точка 1	Точка 2
		мас.	%
	Si	0,48	0,54
La 2 = 4 928 µm	V	0,12	0,12
Lb 2 = 3 619 µm Lc 2 = 360 0 *	Cr	19,59	21,07
Ld 2 = 17.84 µm <sup>2</sup> Lb 1 = 3.850 µm Lc 1 = 0.0*	Mn	9,84	11,88
1 Ld 1 = 17.20 µm²	Fe	62,34	57,57
	Ni	6,37	7,18
•	Мо	1,25	1,64
•	Суммарное содержание	100	100

Рисунок 3.12 – Изображение и состав дендритных осей и междендритных промежутков в образце состава П5



Рисунок 3.13 – Результаты термодинамического моделирования (*a* и *б*) и микроструктура литой стали составов, кристаллизующихся через δ-феррит (ось дендрита (δ-феррит) проходит через несколько аустенитных зерен) (*в* и *г*): *a* и *в* – состав Пб; *б* и *г* – состав П2 [272]

Состав дендритных осей и междендритных промежутков в образце состава Пб представлен на Рисунке 3.14. В отличие от составов П1 и П5 оси дендритов более четкие, первичная ось обогащена хромом и молибденом, содержание никеля и марганца пониженное. Междендритное пространство содержит повышенное содержание как ферритообразующих – Si, V, Cr, Mo, так и аустенитообразующих элементов – Ni и Mn.

Сравнивая литую структуру образца состава П5 (Рисунок 3.12 – кристаллизация через аустенит) и образца состава П6 (Рисунок 3.14 – кристаллизация через δ-феррит), можно отметить, что, во-первых, структура П6 более сложна с точки зрения морфологии по сравнению со структурой кристаллизации через аустенит.

По всей видимости, этот факт связан с твердофазным превращением δ-феррита в аустенит в процессе охлаждения [274]. Во-вторых, в случае кристаллизации через δ-феррит наблюдается более высокая дендритная химическая неоднородность. Это обусловлено тем, что в результате превращения из-за разной растворимости феррито- и аустенитообразующих элементов в феррите и аустените, процесс сопровождается перераспределением элементов между фазами [116].



		Меж-		
		ОСВ		осное
	1	3		
		ма	c.%	
Si	0,53	0,40	0,41	0,53
V	0,15	0,13	0,14	0,23
Cr	24,22	19,94	20,40	21,42
Mn	8,51	10,11	10,71	13,02
Fe	61,07	63,19	61,94	56,67
Ni	2,31	4,75	5,04	6,01
Мо	3,22	1,48	1,18	2,12
Суммарное содержание	100,00	100,00	100,00	100,00

Рисунок 3.14 – Изображение и состав дендритных осей и междендритных промежутков в образце состава П6

Для более детального понимания отличия формирования структуры при различных механизмах кристаллизации проведено исследование литой структуры образцов состава П5 и П2 методом анализа картин дифракции обратно отраженных электронов (EBSD-анализ). Результаты исследования показали, что сталь состава П5 имеет полностью аустенитную структуру (Рисунок 3.15 *a*), в которой при примененном разрешении не выявляется дендритного строения.

Структура стали, в основном, состоит из зерен, ограниченных большеугловыми границами (БУГ), что соответствует пику 50° на карте углов разориентировки. Зерна, в основном, произвольной формы, каждое имеет свою кристаллографическую ориентацию, в структуре также наблюдаются равноосные зерна.

В микроструктуре литой стали состава П2 наблюдается дендритное строение, в котором в осях первого и второго порядка располагается  $\delta$ -феррит (красный цвет) в объеме 0,13%, а в междендритном пространстве аустенит (зеленый цвет) (Рисунок 3.15 б). Видны протяженные зерна, ограниченные БУГ, причем дендриты пересекают несколько зерен. Преимущественная ориентация зерен при кристаллизации (001) в обоих случаях, однако при кристаллизации через аустенит идентифицируются зерна с ориентировкой близкой к (111).

При сканировании образцов с построением карт распределения элементов установлено, что в составе П2 из всех легирующих элементов наблюдается наибольшая неравномерность распределения никеля на исследуемой поверхности, а в составе П5 – марганца, большая локализация которого наблюдается в области границ зерен. На картах распределения других легирующих элементов (Cr, V и Nb) никакого локального перераспределения элементов не наблюдается.



Рисунок 3.15 – Микроструктура литой стали опытных плавок: a – состав П5; б – состав П2
### 3.1.4 Влияние скорости охлаждения на структурообразование и морфологию δ-феррита в стали в зависимости от механизма кристаллизации

От химического состава аустенитных сталей, прежде всего, зависит механизм кристаллизации, однако существенное влияние на формирование структуры при кристаллизации и охлаждении твердой стали оказывает скорость охлаждения металла на каждом из этапов. При этом важное значение будет иметь скорость диффузии легирующих элементов на каждом из этапов, особенно при наличии δ-феррита в структуре стали, поскольку именно диффузионные процессы управляют полнотой превращения δ-феррита в аустенит. При неравновесных условиях кристаллизации и охлаждения процессы превращения могут пройти не полностью из-за того, что скорость перераспределения элементов между аустенитной и δ-ферритной фазами быстро уменьшается с увеличением скорости охлаждения [134].

Зарубежными исследователями проведены работы по влиянию скорости охлаждения на механизмы кристаллизации и формирование структуры традиционных аустенитных сталей типа AISI 304 и 316 [117, 118, 121], в которых показано, что увеличение скорости охлаждения с 2°С/с до 10°С/с меняет перитектическую реакцию в трехфазной области на эвтектическую. Также в этих работах показано, что в отношении исследованных сталей в зависимости от скорости охлаждения изменяется распределение и морфология  $\delta$ -феррита, с увеличением скорости охлаждения в этой стали его количество уменьшается и  $\delta$ -феррит, в основном, формируется в междендритном пространстве, при этом его вид меняется от «островного» до более грубого «кружевного».

С целью исследования влияния скорости охлаждения на формирование литой структуры стали марки 04Х0Н6Г11М2АФБ проведен сравнительный анализ образцов сталей, кристаллизованных как через δ-феррит, так и через аустенит и охлажденных с разной скоростью (Рисунок 3.16).

Анализируя полученные результаты, можно отметить, что при более высокой скорости охлаждения формируется дисперсная структура с более четко выраженными дендритными ветвями (Рисунок 3.16 *а* и *в*).

## 3.1.5 Исследование литой микроструктуры стали, полученной в промышленных условиях

Для верификации полученных в лабораторных условиях данных по влиянию химического состава и скорости охлаждения на формирование литой структуры стали проведено термодинамическое моделирование трех промышленных плавок, химический состав которых, а также Cr<sub>экв</sub> и Ni<sub>экв</sub> представлены в Таблице 3.6.



Рисунок 3.16 – Микроструктуры литой структуры сталей после различных скоростей охлаждения: *а*–*г* – состав П2; д и *е* – состав П5; *а*, *в* и д – 50°С/с; б, *г*, *е* – 2°С/с

Coc-	С	Si	Mn+	S	Cr+	Nb+	N	Расчетные экі		виваленты
тав			INI		IVIO	v		Сг <sub>экв</sub>	Ni <sub>экв</sub>	Сг <sub>экв</sub> /Ni <sub>экв</sub> [112]
1	0,05	0,14	18,43	0,01	20,23	0,29	0,46	21,59	17,3 3	1,25
2	0,07	0,27	14,92	0,007	21,34	0,20	0,45	22,58	15,4 5	1,46
3	0,04	0,33	17,73	0,004	21,69	0,33	0,38	23,25	14,7 7	1,56
НТД	0,04	0,1– 0,5	15–19	0,010	20,3– 22,8	0,15– 0,35	0,45– 0,55	_	_	_

Таблица 3.6 – Химический состав промышленных плавок, мас. %

Составы выбраны таким образом, чтобы они попадали в заданный НТД марочный состав, а также чтобы в них реализовывались различные механизмы кристаллизации (Рисунок 3.17).





В пересчете на Cr<sub>экв</sub> и Ni<sub>экв</sub> можно отметить следующее:

1) Фигуративные точки составов (ФТС) плавок 2 и 3 лежат вблизи линии, разделяющей аустенитную и двухфазную области;

2) ФТС плавки 3 лежат в двухфазной области;

3) ФТС плавки 1 лежат в аустенитной области.

Однако термодинамический расчет, выполненный для этих составов (Рисунок 3.18), показал, 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 составах 2 и 3 сохраняется также ниже T<sub>s</sub>.

Кроме того, моделирование показало, что:

– во всех трех плавках при соответствующем перегреве над T<sub>L</sub> происходит выделение газообразного азота [275] из расплава;

 – в плавке 2 в виду превышения предела растворимости в жидкой части дендритной ячейки при кристаллизации через δ-феррит, возможно образование газовых азотных пузырей;

 – более высокое содержание в составах 1 и 3 карбонитридообразующих элементов приводит к интенсивному выделению вторичных фаз уже при высоких температурах.

Таким образом, при помощи термодинамического моделирования по составу стали можно предсказать поведение б-феррита при кристаллизации и охлаждении твердой стали для контроля его содержания при последующих технологических переделах (горячая пластическая обработка, сварка).

На Рисунке 3.18 б приведены результаты термодинамического моделирования формирования карбидных и нитридных фаз в исследуемой стали промышленной плавки состава 1, которые показали, что в результате охлаждения при температуре около 1315°C начинается выделение нитридов, обогащенных ниобием NbN, при ~1150°C –  $Cr_2N$ , при ~1130°C – (Cr,V,Nb)N. То есть с понижением температуры происходит эволюция фазообразования: от NbN к (Nb,V)N и затем – к (Cr,V,Nb)N. Начиная с температуры около 900°C из аустенита начинают выделяться карбиды хрома типа  $M_{23}C_6$ . При ~860°C в стали образуется  $\sigma$ -фаза [276]. Результаты экспериментальных исследований, подтверждающие эти данные, приведены в разделе 3.3.4.



Рисунок 3.18 – Фазообразование при кристаллизации и охлаждении азотсодержащей стали, выплавленной в промышленных условиях: *a* – изменение содержания δ-феррита; *б* – температурные интервалы образования вторичных фаз

Вследствие того, что результаты термодинамического моделирования состава 1, расположенного на диаграмме Шеффлера – Шпайделя в области кристаллизации через аустенит, показали возможность при кристаллизации данной стали образования до 10% бферрита, который, однако, весь претерпевает превращение при дальнейшем охлаждении, проведено исследование микроструктуры стали этого состава, а также для сравнения литой микроструктуры состава 3 (Рисунок 3.19) [277]. Образцы для исследования были вырезаны из проб, отобранных при промышленной выплавке.

После травления в микроструктуре стали состава 1 хорошо видны дендритные оси (темные) и междендритные промежутки (светлые) (Рисунок 3.19 *а* и *б*). Микроструктура полностью аустенитная. На цветном изображении, полученном EBSD-методом, выявлено наличие незначительного количества остаточного δ-феррита (0,01%), который не успел полностью пройти превращение при охлаждении с высокой скоростью.

Результаты проведенного рентгеноспектрального микроанализа показали, что дендритные оси состава 1 (Рисунок 3.20) незначительно обогащены хромом, марганцем и никелем (Таблица 3.7) [278].

В случае состава 3 в конечном состоянии наблюдается около 6,5% остаточного бферрита, имеющего дендритную (вермикулярную) морфологию (Рисунок 3.19 *в*). Также выявлена неоднородность химического состава стали (Таблица 3.8) в литом состоянии, которая проявляется в виде светло-серых участков междендритного пространства, не имеющих заметной межфазной границы. Границы зерен выявляются нечетко.

Эпомонт	Ось денд	рита	Междендритное пространство				
Элемент	Точка 1	Точка 3	Точка 2	Точка 4			
Si	0,37	0,37	0,26	0,32			
V	0,22	0,22	0,18	0,19			
Cr	20,43	20,73	19,42	19,33			
Mn	12,10	12,67	10,42	10,31			
Fe	57,23	55,79	61,05	61,54			
Ni	7,92	8,11	7,19	7,16			

Таблица 3.7 – Химический состав металла осей дендритов и междендритного пространства (состав 1), мас. %

Результаты проведенного рентгеноспектрального микроанализа химического состава различных зон литого металла (Рисунок 3.21) показали, что дендритные оси состоят из  $\delta$ -феррита, с повышенным содержанием Cr до 26,4% и Mo до 2,8% и пониженным содержанием Mn до 8,75% и, особенно, Ni до 2,75%. В междендритном пространстве (аустенит) наблюдается химическая неоднородность по Cr (19,1–20,9%), Ni (5,7–8,1%) и Mn (9,0–11,7%).



Рисунок 3.19 – Микроструктура литой азотсодержащей стали: *а* и б – состав 1 (аустенит); *в* и *г* – состав 3 (аустенит+7% δ-феррита) [277]



Рисунок 3.20 – Изображение и состав дендритных осей и междендритных промежутков в образце состава 1. *1*–*4* – точки определения химического состава [278]

Для изучения формирования структуры по объему слитка, ликвации легирующих элементов, состава и распределения неметаллических включений и вторичных фаз совместно со специалистами ООО «ТК «ОМЗ-Ижора», в соответствии с планом, разработанным автором диссертационной работы, проведено исследование макро- и микроструктуры металла опытного кузнечного слитка состава 1 весом 4,65 т,

выплавленного в промышленных условиях ООО «ОМЗ-Спецсталь» [277]. Разливка осуществлялась сифонным способом. Параметры слитка и схема отбора проб по объему слитка приведены на Рисунке 3.22.



Рисунок 3.21 – Изображение и состав дендритных осей и междендритных промежутков в образце состава 3 [278]

			Междендритное						
Drawawa			пространство						
Элемент	Точка	Точка	Точка	Точка	Точка	Точка	Точка	Точка	Точка
	1	2	3	5	6	7	4	8	9
Si	0,25	0,30	0,32	0,29	0,34	0,32	0,30	0,35	0,34
V	0,14	0,16	0,17	0,15	0,16	0,16	0,15	0,14	0,15
Cr	22,91	22,86	23,21	21,53	26,64	25,35	19,55	19,07	20,88
Mn	9,29	9,27	9,52	9,22	8,75	8,90	10,94	11,72	9,03
Fe	61,15	61,93	63,73	63,38	61,66	62,99	63,79	61,15	64,16
Ni	4,57	4,67	3,54	5,86	2,95	2,76	5,72	8,07	5,92
Мо	1,66	1,27	1,56	2,2	2,8	2,7	1,25	1,50	1,30

Таблица 3.8 – Химический состав металла осей дендритов и междендритного пространства (состав 3), мас. %

На Рисунке 3.23 приведены общий вид и макрошлиф опытного слитка. При исследовании макроструктуры металла осевого темплета после травления выявлена плотная литая структура металла с четко выраженными структурными зонами слитка: тонкой корочкой замороженных кристаллов (~1 мм), зоной столбчатых кристаллов протяженностью 80 мм в нижней части слитка и 120–150 мм в средней и верхней частях слитка, зоной различно ориентированных кристаллов и рыхлой осевой зоной шириной до 80 мм и длиной около 910 мм, в которой присутствуют трещины (Рисунок 3.23 *a*) [277].

Для исследования ликвации химических элементов по высоте и ширине слитка на поверхности его продольного осевого темплета проведен химический анализ металла с помощью переносного портативного прибора PMIMASTERUVR в 15 точках, показанных на Рисунке 3.22 *в*. Результаты анализа показали, что распределение химических элементов

в металле слитка достаточно равномерное. Углерод ликвирует наиболее значительно по сравнению с другими элементами и степень его ликвации по оси составляет 21%. При этом в направлении снизу-вверх содержание молибдена, серы и фосфора незначительно увеличивается, а содержание марганца, хрома и никеля незначительно уменьшается.



Рисунок 3.22 – Параметры слитка (*a*) и схема отбора проб (б) от осевого темплета опытного слитка массой 4,65 т (А – подрибыльная часть; Б – середина; В – нижняя часть); *в* – расположение мест определения химического состава слитка (1 – осевая зона; 2 – ½ радиуса; 3 – 50 мм от поверхности); *г* – схема отбора образцов для исследования микроструктуры из поперечных темплетов [277] Исследования микроструктуры стали по объему слитка (Рисунок 3.22 г) выявили, что структура образцов, вырезанных из нижнего темплета (Рисунок 3.24), имеет меньший размер зерна, чем в двух других зонах. Это связано с более высокой скоростью затвердевания нижней части слитка. Причем образцы в середине нижнего темплета имеют более равноосную «размытую» структуру, в то время как ближе к краю структура имеет четкий дендритный рисунок [277].



Рисунок 3.23 – Общий вид (*a*) и макрошлиф (*б*) опытного слитка массой 4,65 т состава 1, промышленной выплавки

Известно [279–281], что уровень механических и служебных свойств материала определяется, в том числе содержанием неметаллических включений (сульфидов, силикатов, оксидов и их конгломератов), формирующихся в процессе выплавки, раскисления и кристаллизации стали. Их наличие негативно сказывается как на горячей деформируемости стали, так и на характеристиках прочности, пластичности, особенно в направлении толщины проката (Z-направлении), т.к. включения определенной морфологии и характера распределения зачастую приводят к изменениям свойств металлической матрицы [280, 281], в том числе ударной вязкости металла, коррозионной стойкости; неметаллические включения способствуют образованию трещин [279].

б

С целью оценки качества полученного слитка на нетравленых шлифах выполнена оценка его загрязненности неметаллическими включениями (Рисунок 3.25 б). Содержание неметаллических включений определяли в соответствии с ГОСТ 1778.

В Таблицах 3.9 и 3.10 приведены результаты определения уровня загрязненности стали [277].

	Плониоли		Количество включений по группам									
Марк.	площадь шлифа,	1	2	3	4	5	Крупные					
ооразца	$CM^2$	(0,007-	(0,014–	(0,021–	(0,028–	(0,035–						
	CIVI	0,014 мм)	0,021 мм)	0,035 мм)	0,035 мм)	0,042 мм)	включения					
1-A	7,7	50	23	14	2	1	_					
2-A	7,8	53	21	15	7	2	_					
3-A	6,9	47	20	8	3	1	_					
1-Б	7,7	46	18	14	9	2	_					
2-Б	7,4	54	30	12	12	5	5 вкл. от 0,07 до 0,20 мм					
3-Б	6,9	35	19	6	5	4	5 вкл. от 0,08 до 0,13 мм					
1-B	7,4	28	9	3	2	1	_					
2-B	6,9	35	18	9	4	2	_					
3-B	7,8	32	8	5	2	1						

Таблица 3.9 – Загрязненность металла слитка массой 4,65 т оксидными неметаллическими включениями (ГОСТ 1778, метод К)

Таблица 3.10 – Загрязненность металла слитка массой 4,65 т сульфидными неметаллическими включениями (ГОСТ 1778, метод К)

			Количество включений по группам								
Марк. образца	Площадь шлифа, см <sup>2</sup>	1 (0,007– 0,014 мм)	2 (0,014– 0,021 мм)	3 (0,021- 0,028 мм)	4 (0,028– 0,035 мм)	5 (0,035– 0,042 мм)	Крупные включения				
1-A	7,7	65	33	22	25	15	—				
2-A	7,8	68	62	53	40	37	—				
3-A	6,9	65	63	45	32	27	—				
1-Б	7,7	48	36	28	17	12	—				
2-Б	7,4	68	52	32	26	15	—				
3-Б	6,9	55	45	30	22	13	—				
1-B	7,4	54	43	32	25	12	—				
2-B	6,9	69	47	45	36	25	_				
3-B	7,8	62	43	35	20	18	_				



Рисунок 3.24 – Микроструктура стали опытного слитка состава 1





-
~
6
• • •



В

Спектр	Si	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb
Спектр 1	0.70	2.46	13.97	8.65	32.88	4.76	36.57
Спектр 2	0.30	0.74	18.75	10.54	51.55	7.89	10.22
Спектр 3	0.36	0.84	18.87	11.06	52.05	8.02	8.81
Спектр 4	0.39	1.29	16.24	8.14	34.77	5.11	34.08
Спектр 5	0.22	1.21	18.68	10.04	47.87	7.08	14.91

Сп-р	Si	S	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb
Сп 1	0.92	18.18	1.84	14.82	34.99	9.15	1.01	19.09
Сп 2	0.19	19.39	1.82	13.58	36.50	6.30	0.69	21.52
Сп 3	4.82	5.52	2.75	13.92	31.39	12.08	1.68	27.84
Сп 4	0.13	1.24	2.82	23.51	5.33	17.34	2.28	47.35
Сп 5	0.32	0.62	1.68	19.30	8.88	36.40	5.61	27.19

Рисунок 3.25 – Вид и химический состав неметаллических включений в опытном слитке массой 4,65 т состава 1

В результате исследования загрязненности неметаллическими включениями металла опытного слитка установлено, что наибольший уровень загрязненности оксидными неметаллическими включениями наблюдается в средней части тела опытного слитка. На <sup>1</sup>/2 радиуса в исследованных сечениях тела слитка массой 4,65 т наблюдается увеличение уровня загрязненности оксидными и сульфидными неметаллическими включениями всех размерных групп. Неметаллические включения, расположены одиночно (размеры включений от 15 до 100×10 мкм) или образуют скопления размерами до 260×140 мкм; наиболее крупные включения оксидного типа обнаружены в осевой зоне нижней части тела слитка. По химическому составу все включения многофазные (Рисунок 3.25), основные фазы, составляющие неметаллические включения: шпинели MnO·(Al,Cr)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и MnO·Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> переменного состава, силикатные фазы Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-CaO-CaF<sub>2</sub> и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-Na<sub>2</sub>O, карбонитриды ниобия (NbNC) и сульфокарбонитриды ниобия MnS-NbNC со следами силиката марганца [277].

Согласно полученным результатам можно сделать вывод о достаточно сильной загрязненности металла неметаллическими включениями, в большинстве являющимися продуктами раскисления. Они являются дополнительными концентраторами напряжений и могут служить очагами зарождения трещин при деформационном воздействии.

Исследования морфологии и химического состава вторичных фаз показали, что в основном это выделения карбонитридов ниобия, располагающиеся по границам аустенитных зерен, дополнительно легированные ванадием и молибденом (Рисунок 3.26).



Рисунок 3.26 – Вторичные фазы в стали состава 1 (слиток массой 4,65 т) [278]

Исследования тонкой структуры стали состава 1 в литом состоянии позволили идентифицировать выделения нитридов или карбонитридов ниобия типа Nb(N,C) размером от 100 до 350 нм (Рисунок 3.27 *а* и *б*). Исходя из размера частиц и учитывая результаты термодинамического расчета, можно предположить, что частицы образовались в конце процесса кристаллизации.

Наличие подобных крупных выделений может отрицательно сказываться на механических и эксплуатационных свойствах сталей. Поэтому при выплавке азотсодержащей стали следует применять технологические приемы, исключающие образование крупных высокотемпературных частиц вторичных фаз (температура образования порядка 1310°С), поскольку нагревы на следующих технологических стадиях не приведут к полному их растворению.

Наблюдаются также дисперсные частицы, идентифицированные как нитриды (карбонитриды) ванадия и ниобия размером 2–7 нм, которые равномерно распределены по всему объему зерна (темнопольное изображение на Рисунке 3.27 *в*) [277].



Рисунок 3.27 – Микроструктура стали опытного слитка состава 1: *а* и *б* – светлопольное изображение крупных карбонитридов ниобия; *в* – темнопольное изображение дисперсных карбонитридов в рефлексе (220)<sub>(Nb,V)NC</sub>; *г* – гистограмма распределения дисперсных частиц нитридов по размерам [278]

# 3.1.6 Оптимизация содержания легирующих элементов

#### в азотсодержащей стали

Результаты термодинамического моделирования, подтвержденные исследованиями структуры стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ в литом состоянии показали, что в зависимости от концентрации легирующих элементов в соответствии с НТД аустенитная сталь может содержать остаточный δ-феррит. Кроме того, установлено, что в зависимости от соотношения Cr<sub>экв</sub> к Ni<sub>экв</sub> содержание δ-феррита при кристаллизации и охлаждении в твердом состоянии существенно различается. Немагнитность стали, обеспечивается наличием стабильной аустенитной структуры, которая сохраняется вплоть до криогенных температур, а также при последующих технологических операциях и эксплуатационных воздействиях. Поэтому, если одним из основных требований, предъявляемых к стали, и 04Х20Н6Г11М2АФБ должен быть скорректирован.

Для определения оптимального состава исследуемой стали автором совместно с учеными СПбПУ сформулированы следующие условия:

1. Минимальное соотношение Cr<sub>экв</sub> / Ni<sub>экв</sub> для расширения области существования аустенита и снижения количества остаточного δ-феррита;

2. Снижение температуры начала образования неблагоприятных выделений нитридов хрома T<sub>Cr2N</sub> для снижения их количества и размера;

 Снижение температуры начала образования карбонитридов ниобия и ванадия Т<sub>(Nb,V)(C,N)</sub>, для повышения их дисперсности и дополнительной стабилизации аустенитной матрицы;

4. Обеспечение достаточного перегрева стали выше температуры ликвидус без выделения азота из расплава.

Также при определении оптимальной композиции легирования стали марки 04X20H6Г11M2AФБ необходимо учитывать растворимость азота, обеспечиваемую принятым в расчете содержанием легирующих элементов. Расчет растворимости проводили в соответствии с формулой, полученной Л.Г. Ригиной [283]:

 $lg[N] = -560/T - 1,06 - (2600/T - 0,39) \{-0,048([Cr]+0,5[Mn]-2,45[C]-0,9[Si]-0,23[Ni]+0,27[Mo]+2,04[V]-0,12[Cu]-0,15[S]-[P]+0,41[W])+1/2 \times 3,5 \times 10^{-4}[Cr]+0,5[Mn]-2,45[C]-0,9[Si]-0,23[Ni]+0,27[Mo]+2,04[V]-0,12[Cu]-0,15[S]-(P]+0,41[W])^{2} \} + (700/T - 0,37)$ (3.10)

Расчеты фазообразования для исследуемой стали с различным соотношением  $Cr_{_{3KB}}$  / Ni<sub>3KB</sub>, приведенные ранее (Рисунки 3.11 *а* и *б*, 3.14 *а* и *б*, 3.18 *а*), показали экстремальную зависимость количества выделяющегося газообразного азота от температуры расплава. При соответствующем перегреве над  $T_L$  начинается выделение азота, которое прекращается при снижении температуры. При температуре ниже  $T_L$  происходит выделение азота в двухфазной области, связанного с кристаллизацией через  $\delta$ -феррит, растворимость азота в котором меньше.

Условие 4 автоматически реализуется при выполнении трех других условий, которые и были учтены при решении задачи оптимизации. Поиск оптимального состава осуществлялся в рамках заданного марочного, определяемого НТД (Таблица 3.3), путем варьирования восьми элементов: Si, Mn, Cr, Ni, Mo, Nb, V, N. Элементы C, P, S при этом заданы постоянными. Планирование вычислительного эксперимента проводили методом случайного баланса.

Для определения функциональных зависимостей температур начала образования сложных карбонитридов (Nb,V)(C,N) и нитридов хрома (Cr<sub>2</sub>N) от состава металла

выполнено термодинамическое моделирование в пакете FactSage 6.0 с использованием баз данных Fact и SGTE.

В каждом из расчетов фиксировались значения искомых величин. Обработка результатов вычислительного эксперимента позволила получить следующие уравнения для значений температур:

 $T_{Cr2N} = 370,37 + 540N + 26,75Cr - 13,6Mn + 11,97Ni + 31,27Si - 125,95Nb + 22,28Mo - 24,52V \quad (3.11)$  $T_{(Nb,V)(C,N)} = 1172,48 + 822,67Nb \quad (3.12)$ 

Все полученные зависимости прошли проверку адекватности по критерию Фишера. В уравнении (3.12) влияние всех остальных элементов, кроме ниобия оказалось незначительным.

На следующем этапе осуществлялось решение задачи оптимизации, в которой в качестве целевой функции задавалось отношение  $Cr_{_{3KB}}/Ni_{_{3KB}}$ —min с учетом выполнения неравенств  $T_{Cr2N} \leq 1050^{\circ}C$ ;  $T_{(Nb,V)(C,N)} \leq 1250^{\circ}C$  и условия реализации заданного химического состава.

В результате рекомендован оптимальный состав:

#### Fe-12Mn-1,3Mo-6,3Ni-0,1Si-19Cr-0,095Nb-0,175V-0,45N;

 $Cr_{3KB} = 21,57; Ni_{3KB} = 15,68; Cr_{3KB}/Ni_{3KB} = 1,38$ 

Получены следующие модельные значения параметров оптимизации:  $T_{Cr2N} = 1050^{\circ}C$ ;  $T_{(Nb,V)(C,N)} = 1250^{\circ}C$ . Рассчитанное минимально возможное содержание азота 0,45 мас.% предотвратит проблему азотного кипения расплава.

В результате исследования структуры металла промышленной плавки состава 1 и на основании вычислительного эксперимента для исследуемой стали откорректирована выделенная внутри аустенитной область, кристаллизующаяся через первичный δ-феррит, и рекомендован оптимальный интервал содержания основных легирующих элементов стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ, обеспечивающий стабильность аустенитной структуры при сохранении высокого комплекса механических свойств.

На Рисунке 3.28 представлена модифицированная диаграмма Шеффлера – Шпайделя, на которой нанесены: фигуративная точка оптимального состава; откорректированная область, кристаллизующаяся через δ-феррит, и интервалы соотношения Cr<sub>экв</sub>/Ni<sub>экв</sub> в рамках регламентируемого химического состава (красный многоугольник), которые можно описать уравнением:

$$Ni_{_{3KB}} = (-5,6+0,97Cr_{_{3KB}}) \pm 1$$
(3.13)

при содержании Ni – 6,0÷8,0% и Mn – 11,0÷12,0%.



Рисунок 3.28 – Диаграмма Шеффлера – Шпайделя с нанесенной областью, кристаллизующейся через δ-феррит; фигуративной точкой оптимального химического состава исследуемой стали и интервалами соотношения Cr<sub>экв</sub>/Ni<sub>экв</sub>.

Таким образом, для стабильного получения аустенитной структуры стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ представляется необходимым после проведения дополнительных коррозионных исследований внести соответствующие корректировки по содержанию легирующих элементов в существующую НТД [265].

# 3.2 Исследование изменения литой структуры стали в процессе технологических переделов

# 3.2.1 Исследование кинетики превращения δ-феррита в литой структуре при аустенитизации

Для разработки режимов нагрева и выдержки аустенитных сталей перед последующей горячей деформацией необходимо понимание гомогенизационных процессов, происходящих при этом. Кроме того, при кристаллизации через б-феррит – кинетики его превращения и исключение или минимизация его образования при высокотемпературных выдержках. С этой лабораторных условиях СПбПУ проведено исследование целью В температурнопревращения остаточного δ-феррита кинетических условий В стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ при помощи метода закалки проб. Исследования проводили на образцах лабораторных составов П2 и П6 (Таблица 3.5).

После испытаний из них изготавливали шлифы и определяли объемную долю феррита. На основании проведения серии изотермических выдержек при различных температурах построены зависимости количественного содержания δ-феррита от температуры и времени изотермической выдержки.

Экспериментально полученные результаты и интерпретация термодинамического моделирования термообработки приведены на Рисунке 3.29. С увеличением температуры и времени выдержки происходит снижение количества δ-феррита. Причем для стали состава П2 скорость превращения феррита значительно ниже, чем для стали П6. Это связано не только с более высоким исходным содержанием в этой стали остаточного δ-феррита (5,6% в стали состава П2 и 1,5% в стали состава П6), но и тем, что аустенитизация проводилась при температурах, близких к равновесной температуре существования δ-феррита в этой стали (1340°C для стали П6 и 1200°C для стали П2). В стали П2 δ-феррит полностью превращается при нагреве до температуры 1200°C, а в стали П6 при температуре 1340°C.

При нагреве до одинаковой температуры данные стали оказываются в разных условиях метастабильности, что обусловливает различную скорость превращения [272].

Достоверность оценки количества δ-феррита методами панорамной металлографии, используемой в настоящей работе, подтверждена измерением содержания остаточного δ-феррита при помощи ферритометра.



Рисунок 3.29 – Кинетика растворения δ-феррита (*a*, *б*) и результаты термодинамического моделирования его поведения при кристаллизации и охлаждении твердой стали (*в*, *г*): *a*, *в* и *б*, *г* – для сталей составов П2 и П6 соответственно [272]

Результаты измерений двумя методами, основанными на различных физических принципах, практически совпадают (Рисунок 3.30).



Рисунок 3.30 – Сопоставление результатов определения количества феррита, проведенных ферритометром и методами количественной металлографии [272]

Для исследования влияния тепловой выдержки на изменение структуры и распределения легирующих элементов в стали, кристаллизующейся по различным механизмам, проведена соответствующая термическая обработка составов П1, П5 (кристаллизация через аустенит) и П2, П6 (кристаллизация через δ-феррит).

В результате выдержки при температуре 1060°С в течение 100 мин, достаточной, согласно рисунку 3.29, для превращения остаточного  $\delta$ -феррита, в стали состава Пб, при кристаллизации которой образуется до 7%  $\delta$ -феррита (Рисунки 3.13 *a* и 3.29 *г*), дендритный рисунок сильно размыт (Рисунок 3.31 *a*) и значительно отличается от литого состояния (Рисунок 3.13 *б*). Наличия какого-либо содержания  $\delta$ -феррита методом количественного панорамного металлографического анализа не обнаружено, что свидетельствует о полноте процесса его превращения.

В стали состава П2, при кристаллизации которой образуется до 50% δ-феррита (Рисунки 3.13 *в* и 3.29 *а*), дендритная структура, наблюдаемая в литом состоянии (Рисунок 3.13 *г*), практически утрачена при тепловой выдержке (Рисунок 3.31 *б*). Результаты проведенного исследования структуры методом EBSD после выдержки также подтвердили полное превращение δ-феррита [272].



Рисунок 3.31 – Микроструктура стали составов Пб (*a*), П2 (*б*), П1 (*в*), П5 (*г*) после выдержки при температуре 1060°С в течение 100 мин и последующей закалки в воду [272]

При тепловой выдержке стали состава П1, расположенной на диаграмме Шеффлера – Шпайделя глубоко в аустенитной области (Рисунок 3.10), сохраняется четкая дендритная структура (Рисунок 3.31 в), как и в исходном литом состоянии (Рисунок 3.11 в). Для стали состава П5, находящейся на границе областей с разными механизмами кристаллизации – через аустенит и через δ-феррит (Рисунок 3.10), дендритные ветви все еще хорошо различимы, но можно заметить некоторую размытость рисунка (Рисунок 3.31 г) по сравнению с литым состоянием (Рисунок 3.11 г).

Можно предположить, что изменение дендритного рисунка отражает изменение химической неоднородности в сталях, кристаллизующихся через  $\delta$ -феррит и подвергнутых выдержке в интервале  $\Delta T_{aycr}$ (аустенитизации). Для уточнения этого предположения с помощью рентгеновского микроанализа на растровом электронном микроскопе проведено исследование химической неоднородности в литом состоянии и после аустенитизации.

Ha Рисунках 3.32-3.35 приведены сравнительные результаты изменения содержания легирующих элементов, из которых можно сделать вывод, что в составе стали П1 характер распределения легирующих элементов при тепловой выдержке практически не изменился. В стали состава П5, которая расположена на границе областей кристаллизации через аустенит и через б-феррит (Рисунок 3.10), происходит заметное снижение химической неоднородности (по Mn и особенно по Mo) после аустенитизации по сравнению с литым состоянием (Рисунок 3.32 а). В сталях составов Пб и П2 в литом состоянии выявлена значительная неоднородность распределения Cr и Mo (Рисунки 3.34 *а* и 3.35 а) в зонах, которые соответствуют расположению остаточного б-феррита по сечению литой структуры. При тепловой выдержке происходит превращение б-феррита, при этом концентрационные пики Cr и Mo в зоне расположения δ-феррита, закономерно исчезают (Рисунки 3.34 б и 3.35 б). Характер распределения стабилизирующих аустенит элементов (Ni и Mn) после аустенитизации этих сталей изменяется незначительно.

Таким образом, при высокотемпературной выдержке вследствие увеличения диффузии ферритообразующие элементы (Cr, Mo) из осей дендритов, обогащенных ими при кристаллизации, устремляются в обедненные ими области аустенита, приводя к выравниванию содержания легирующих элементов по сечению [272].



Рисунок 3.32 – Изображение дендритных осей во вторичных электронах и концентрационные профили хрома, марганца, никеля и молибдена вдоль линий сканирования (сталь состава П1): *а* – литое состояние; *б* – выдержка при 1060°С, 100 мин, закалка в воду [272]



Рисунок 3.33 – Изображение дендритных осей во вторичных электронах и концентрационные профили хрома, марганца, никеля и молибдена вдоль линий сканирования (сталь состава П5): *а* – литое состояние; *б* – выдержка при 1060°С, 100 мин, закалка в воду [272]



Рисунок 3.34 – Электронные изображения дендритных осей и концентрационные профили хрома, марганца, никеля и молибдена вдоль линии сканирования (сталь состава Пб): *a* – литое состояние; *б* – выдержка при 1060°С, 100 мин, закалка в воду [272]



Рисунок 3.35 – Электронные изображения дендритных осей и концентрационные профили хрома, марганца, никеля и молибдена вдоль линии сканирования (сталь состава П2): *а* – литое состояние; *б* – выдержка при 1060°С, 100 мин, закалка в воду [272]

# 3.2.2 Эволюция литой структуры в процессе горячей деформации в зависимости от термодеформационных режимов

В главе 1 были приведены сведения о неоднозначном влиянии б-феррита на горячую пластичность аустенитных сталей при горячей деформации И об отрицательном влиянии наличия δ-феррита в структуре аустенитных сталей на горячую пластичность. В то же время существуют современные зарубежные исследования [134, 284], в которых показано, что стали, кристаллизующиеся через первичный аустенит, более чувствительны к образованию сегрегации на границах зерен и горячему растрескиванию. Также приведены сведения о положительном влиянии наличия остаточного δ-феррита в диапазоне от 2 до 6% на сопротивление стали к образованию горячих трещин при термодеформационной обработке. Для исследования влияния остаточного б-феррита на горячую пластичность высокопрочной азотсодержащей стали, а также термодеформационных параметров на эволюцию литых структур, имеющих различный механизм кристаллизации, совместно с учеными из СПбПУ на универсальном пластометре Gleeble 3800, проведено физическое моделирование различных условий термодеформационной обработки исследуемой стали.

Для исследования выбраны составы:

– П5, кристаллизующийся через аустенит;

- П2, кристаллизующийся через б-феррит.

Условия эксперимента задавались таким образом, чтобы из одной плавки получить литой закристаллизованный с различными металл, скоростями, соответствующими скоростям затвердевания различных зон промышленного слитка. Для этого после выплавки стали в открытой индукционной печи разливку проводили в пластины толщиной 12 мм, чтобы смоделировать структуру промышленного слитка у его поверхности (случай быстрой кристаллизации), а также в чугунные изложницы моделирования лиаметром 120 MM лля структуры промышленного слитка предположительно ближе к центру (случай более медленной кристаллизации).

Исходная структура стали состава П2, разлитой в пластину и слиток, до имитационного моделирования представлена на Рисунке 3.16. Из представленных данных видно, что в пластине содержание δ-феррита несколько выше, чем в слитке (4,5% и 3,5% соответственно). Это связано с большими скоростями охлаждения пластины, при которых превращение δ-феррита, образовавшегося при кристаллизации, заторможено. Из-за более высокой скорости охлаждения размер зерна в пластине меньше, чем в слитке (155 и 180 мкм), а дисперсность дендритной структуры больше. Для стали состава П5 наблюдается аналогичная картина по размеру зерна: 190 мкм – в пластине и 415 мкм – в слитке и дисперсности дендритов.

Для определения режима нагрева исследуемой стали перед деформацией на комплексе Gleeble 3800 действовали по схеме: нагрев до температуры аустенитизации 1130°C, выдержка при этой температуре в течение 15 минут для превращения остаточного δ-феррита, последующий быстрый нагрев до температуры 1240°C, имитирующий нагрев под прокатку, и выдержка (5 или 15 минут) для образования вторичного δ-феррита в интервале  $\Delta T_{\text{техн}}$ , затем закалка со скоростью 100°C/c (Рисунок 3.36 *а*). Исследование наличия δ-феррита методом количественной металлографии показало, что независимо от времени выдержки (5 или 15 мин.) его количество примерно одинаково – 2,5 и 2,7 об.% соответственно. Однако отметим, что при выдержке 15 минут происходит коагуляция выделений δ-феррита и их укрупнение: средний размер увеличивается с 4,8 мкм до 5,6 мкм, плотность распределения уменьшается с 1366 до 960 шт/мм<sup>2</sup>.

Для определения условий динамической рекристаллизации азотсодержащей стали, исследования влияния б-феррита на горячую пластичность и выявления

особенностей структурообразования в процессе горячей деформации проводили имитацию ВТМО по режиму, приведенному на Рисунке 3.36 *a*, с выдержкой при температуре 1240°C 15 минут (для создания более «мягких» условий, с точки зрения морфологии δ-феррита).

После выдержки образец подстуживали до температуры деформации (1150°С, 1100°С, 1050°С) со скоростью 5°С/с, выдержка перед деформацией составляла 10 с, деформирование проводили до истинной степени деформации e = 1, со скоростью деформации 1 с<sup>-1</sup>, характерной для прокатки и 0,1 с<sup>-1</sup>, характерной для ковки на прессе. После деформации образцы для фиксации структуры охлаждали с максимально возможной скоростью (Рисунок 3.36 *б*).



Рисунок 3.36 – Режимы имитационного моделирования: *а* – нагрев перед деформацией; *б* – термомеханическая обработка для исследования сопротивления деформации опытных сталей.

Во время деформирования на установке Gleeble 3800 производили запись напряжений и деформации в истинных значениях, на основании которых строилась диаграмма деформирования в координатах «истинные напряжения – истинная деформация». Пороговую степень деформации для начала процесса динамической рекристаллизации определяли по «пику» истинных напряжений на диаграмме деформирования.

Процесс ДР начинается при достижении критической степени деформации е<sub>с</sub> и проявляется в падении напряжения течения на кривых «напряжение – деформация»,

образуя «пик» напряжений при некоторой пороговой  $e = e_p > e_c$ . Пока рекристаллизованные зерна с пониженной прочностью занимают небольшую часть объема металла, еще продолжается рост напряжения течения.

С увеличением суммарного объема рекристаллизованных участков разупрочнение перекрывает деформационное упрочнение, и напряжение течения падает. Таким образом, критическая степень деформации, соответствующая началу ДР, несколько меньше деформации, соответствующей «пику» истинного напряжения течения [142, 144].

По результатам имитационного моделирования построены диаграммы деформации, приведенные на Рисунке 3.37. Следует отметить, что на всех диаграммах имеется «пик» напряжения течения, который может свидетельствовать о прохождении процесса динамической рекристаллизации в ходе горячей пластической обработки. Кроме того, после «пика» напряжений сталь разупрочняется и не достигает стадии установившегося течения.

Полученные зависимости показали, что для всех составов с понижением температуры деформирования сопротивление деформации увеличивается (Таблица 3.11), подобное поведение не противоречит литературным данным [142, 144]. При этом максимум напряжений для стали П2 меньше, чем для стали состава П5 во всех случаях (Рисунок 3.37).

При скорости деформации  $1 c^{-1}$  ход кривых на диаграммах деформирования (Рисунок 3.37 *в*, *г* и *ж*, *з*) для сталей обоих составов практически идентичен. Диаграммы деформирования образцов со скоростью  $0,1 c^{-1}$  показывают большую степень разупрочнения.

Следует отметить, что кривые деформации образцов, вырезанных из пластины состава П2 и продеформированных со скоростью 0,1 с<sup>-1</sup> при температурах 1100 и 1150°C, практически совпадают.

Сравнивая величину максимальных напряжений, соответствующих пороговой степени деформации (Таблица 3.11) можно заметить, что для стали П5 они выше, чем для стали П2. По всей видимости, это можно объяснить наличием δ-феррита в этой стали. При этом максимум напряжений достигается при меньших значениях пороговой степени деформации при скорости 0,1 с<sup>-1</sup>.

Образец	Скорость		П5										
	деформа- ции, с <sup>-1</sup>	1050°C		1100°C		1150°C		1050°C		1100°C		1150°C	
		σ <sub>p</sub> , ΜΠa	ε <sub>p</sub>	σ <sub>p</sub> , МПа	Շր	σ <sub>p</sub> , МПа	Е <sub>р</sub>	σ <sub>p</sub> , ΜΠa	Е <sub>р</sub>	σ <sub>p</sub> , ΜΠa	Е <sub>р</sub>	σ <sub>p</sub> , МПа	Е <sub>р</sub>
Слиток	0.1	174	0,13	132	0,15	96	0,10	220	0,13	183	0,10	152	0,11
Пластина	0,1	165	0,21	115	0,17	115	0,17	234	0,19	186	0,14	139	0,08
Слиток	1	237	0,31	204	0,35	144	0,29	286	0,30	58	0,32	212	0,36
Пластина		244	0,38	206	0,33	159	0,31	274	0,34	242	0,31	170	0,28

Таблица 3.11 – Параметры определения условий динамической рекристаллизации (ДР)



Рисунок 3.37 – Диаграммы деформирования, полученные для разных составов азотсодержащей стали при различных температурах и скоростях деформации

При температуре деформации ( $T_{\text{деф}}$ ) 1050°С можно отметить влияние исходной структуры на параметры начала рекристаллизации, а именно, чем более дисперсная структура, тем большее значение  $e_p$  требуется для инициации процесса рекристаллизации, при других температурах такой зависимости не прослеживается (Рисунок 3.38).



Рисунок 3.38 – Зависимость пороговой степени деформации и максимального напряжения течения от температуры при разных скоростях деформации: *а* и *б* – состав П2; *в* и *г* – состав П5

На Рисунках 3.39–3.42 представлены характерные участки структуры образцов состава П2 и П5 (центр образца, зона максимальной деформации – около 85%) после имитационного моделирования горячей деформации по различным режимам.

Проведенные металлографические исследования стали состава П2 показали, что во всех исследованных образцах на фоне основной аустенитной структуры наблюдаются протяженные полосы δ-феррита, ориентированные перпендикулярно оси приложения нагрузки (Рисунки 3.39 и 3.40).

При этом микроструктура образцов, деформированных со скоростью 1 с<sup>-1</sup>, более мелкозернистая (Рисунки 3.39 и 3.40 *г*, *д* и *е*). Данное обстоятельство можно объяснить сокращением временного интервала при увеличении скорости деформации для роста зерна в процессе деформирования.

В структуре стали, деформированной при температуре 1050°С со скоростью 0,1 с<sup>-1</sup>, присутствуют крупные деформированные зерна, ориентированные перпендикулярно прилагаемой нагрузке, границы зерен «зубчатые».

По границам этих зерен, а также на межфазной границе аустенит/ $\delta$ -феррит видны мелкие равноосные зерна размером порядка 5 мкм (Рисунок 3.43), свидетельствующие о частичном прохождении процесса ДР. С повышением  $T_{\text{деф}}$  объем рекристаллизованной составляющей увеличивается и достигает 100% при 1150°C для образца, вырезанного из пластины (Рисунок 3.44).

При этом структура образца из пластины более равномерная (Рисунки 3.40 *е* и 3.41 *е*) и мелкозернистая (Рисунок 3.45), чем в слитке. В образце из слитка, деформированного при температуре  $1150^{\circ}$ C со скоростью 0,1 с<sup>-1</sup>, размер зерна достигает 15–25 мкм (Рисунок 3.40 *в*).

При увеличении скорости деформации до 1 с<sup>-1</sup> степень рекристаллизации уменьшается (Рисунок 3.44). Повышение температуры деформации до 1100°C также приводит к увеличению объема рекристаллизованных зерен до 50%, а при 1150°C к 70–80%.

При  $T_{ge\phi}=1050^{\circ}C$  в слитке наблюдаются деформированные вытянутые зерна аустенита, ориентированные перпендикулярно прилагаемой нагрузке. Границы зерен аустенита «зубчатые», на межфазных границах аустенит/δ-феррит видны мелкие равноосные зерна размером до 4 мкм, что свидетельствует о начале ДР.

Для более подробного исследования механизма формирования аустенитных зерен на границе между двумя фазами выполнен EBSD-анализ структуры стали.

На Рисунках 3.45 и 3.46 представлены результаты исследований, которые показали, что структурообразование в процессе деформации при температуре выше 1100°C происходит следующим образом: вследствие разного сопротивления деформированию аустенита и δ-феррита появляются локализованные области с сильным напряжением по границам раздела, в крупных аустенитных зернах наблюдается фрагментированная структура предположительно с зародышами новых зерен по границам фрагментов (Рисунок 3.47 *в* и *г*).

Кроме того, горячая деформация стимулирует  $\delta \rightarrow \gamma$  превращение и образование зародышей зерен аустенита. На Рисунке 3.46  $\delta$  хорошо видны зерна аустенита, расположенные в исходной области  $\delta$ -феррита, которые как бы «вытесняют» его, и он, в конечном итоге, локализуется в виде тонких прослоек между границами аустенитных зерен. При температуре 1050°C превращение  $\delta$ -феррита не происходит, при этом формируется фрагментированная структура.



Рисунок 3.39 – Микроструктура стали П2 (с  $\delta$ -ферритом) после деформирования при различных температурах и скоростях деформации. Образцы из пластины, центр образца:  $a - 1050^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $e - 1150^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $c - 1050^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\partial - 1100^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $e - 1150^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>



Рисунок 3.40 – Микроструктура стали П2 (с  $\delta$ -ферритом) после деформирования при различных температурах и скоростях деформации. Образцы из слитка, центр образца:  $a - 1050^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $e - 1150^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $c - 1050^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\partial - 1100^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $e - 1150^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>



Рисунок 3.41 – Микроструктура стали П5 (аустенит) после деформирования при различных температурах и скоростях деформации. Образцы из пластины, центр образца:  $a - 1050^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1150^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1150^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1150^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1150^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1150^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1150^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 0



Рисунок 3.42 – Микроструктура стали П5 (аустенит), после деформирования при различных температурах и скоростях деформации. Образцы из слитка, центр образца:  $a - 1050^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1150^{\circ}$ C, 0,1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1150^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1150^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1150^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1150^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1150^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1100^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1150^{\circ}$ C, 1 c<sup>-1</sup>;  $\delta - 1150$ 



Рисунок 3.43 – Формирование рекристаллизованных зерен аустенита на межфазной границе δ-феррит/аустенит. Образец из слитка состава Π2, деформация при 1050°С, 0,1 с<sup>-1</sup>



Рисунок 3.44 – Зависимость объема рекристаллизованной структуры от температуры деформации для стали состава П2: *а* – пластина; *б* – слиток



Рисунок 3.45 – Зависимость размера зерна в рекристаллизованных областях от температуры деформации для стали состава П2



Рисунок 3.46 – Формирование зерен аустенита на межфазной границе δ-феррит / аустенит. Образец из слитка состава П2, деформация при 1100°С, 0,1 с<sup>-1</sup>: *a* – оптическая металлография; *б* – карта распределения фазового состава; *в* – карта распределения границ; *г* – карта ориентировок зерен

На расстоянии 0,5 мм от центра образца (общая деформация около 65%) наблюдаются те же тенденции, что и в его центре. Однако из-за меньших деформаций формируется значительно меньший объем рекристаллизованных зерен и их большая локализация по сечению.

Результаты исследования структуры образцов состава П2, вырезанных из пластины и продеформированных со скоростью 0,1 с<sup>-1</sup> при температурах 1100 и 1150°С, хорошо согласуются с характером диаграмм деформирования (Рисунок 3.38 *в*). В ходе деформирования при обеих температурах сформировалась рекристаллизованная мелкозернистая структура. Условия начала рекристаллизации были практически идентичные, однако при меньшей температуре процесс рекристаллизации прошел не полностью.



Рисунок 3.47 – Микроструктура образца из пластины состава П2, деформация при 1050°С, 1 с<sup>-1</sup>: *а* – карта распределения фазового состава; *б* – карта кривизны кристалла *в* – карта распределения границ; *г* – карта ориентировок зерен

Определение содержания δ-феррита после деформирования по различным режимам показало его уменьшение по сравнению с исходным состоянием: при температуре деформации 1150°C до 1,0–1,5%, при 1100°C до 2,2–2,5%.

Металлографические исследования стали состава П5 (кристаллизация через аустенит) выявили, что во всех образцах на фоне частично рекристаллизованной аустенитной структуры наблюдаются темные протяженные полосы различной плотности в зависимости от температуры и скорости деформации, ориентированные перпендикулярно оси приложения нагрузки (Рисунки 3.41 и 3.42). Можно предположить, что это деформированные дендриты, которые могут пересекать несколько зерен. Доля рекристаллизованного объема зерен закономерно увеличивается с повышением температуры и уменьшением скорости деформации и составляет при 1150°С около 80% (Рисунок 3.48 *а*). При этом в результате динамической рекристаллизации в образцах,

вырезанных из пластины, сформировалась структура с размером зерна 12–15 мкм (Рисунки 3.41 *в*, *е* и 3.49).

При деформировании образцов, вырезанных из слитка, более высокая скорость деформации способствует затруднению развития процесса ДР при 1150°С (Рисунок 3.48 б). Кроме того, чем выше температура деформации, тем выше пороговая степень начала рекристаллизации (Рисунок 3.38 в). Возможно, при более высокой скорости происходит локализация деформации, при этом на границах наиболее разориентированных между собой зерен создаются сильные искажения (Рисунок 3.50 *а* и б), затрудняющие начало ДР.



Рисунок 3.48 – Зависимость объема рекристаллизованной структуры от температуры деформации для стали состава П5: *а* – пластина; *б* – слиток



Рисунок 3.49 – Зависимость размера зерна в рекристаллизованных областях от температуры деформации (состав П5)
В результате ДР при температурах 1050 и 1100°С формируется неравномерная структура с наличием протяженных деформированных областей, мелкие рекристаллизованные зерна локализуются вдоль границ деформированных зерен и дендритов (Рисунок 3.50 *a*), их рекристаллизованный объем составляет около 65% при температуре 1100°С.

Снижение скорости деформации при температуре 1150°С приводит к увеличению степени рекристаллизации до 80–85%, размер которых составляет 8–10 мкм. При этом пороговая степень начала динамической рекристаллизации е<sub>р</sub> примерно одинакова при всех температурах деформации – 0,10–0,15 (Таблица 3.11 и Рисунок 3.38 *в*). По всей видимости, это связано с большим размером исходного литого зерна около 400 мкм, более крупными дендритами по сравнению со структурой пластины и небольшой скоростью деформации, во время которой обеспечиваются условия как для более равномерного накопления напряжений, так и для их релаксации, путем образования новых зерен. При этом повышение температуры с 1050°С до 1150°С не вносит существенных изменений в эти условия. Это предположение подтверждается результатами исследования структуры методом EBSD, которые показали, что при всех температурах деформации на картах кривизны кристалла преобладает синий цвет, свидетельствующий о слабом искажении кристаллитов.

Исходя из исследования микроструктуры испытанных образцов, можно предположить, что общая схема формирования рекристаллизованной структуры литого металла, кристаллизующегося через аустенит, имеет ряд особенностей. Источником зарождения новых зерен служат в основном оси деформированных дендритов, причем, чем крупнее дендрит и менее искажена область вдоль него, тем более затруднено начало ДР. На Рисунках 3.51 и 3.52 схематично представлено начало зарождения новых зерен и дальнейшее развитие процесса рекристаллизации литого металла.

Ориентировка зерен и дендритов в исходной структуре независимо от механизма кристаллизации, помимо остальных условий, также влияет на возможность зарождения и роста новых зерен. В связи с этим при деформации могут образоваться области, в которых не будет возможности для условий реализации процесса рекристаллизации вообще, и конечная структура будет иметь крупные вытянутые деформированные зерна и дендриты на фоне мелкозернистой аустенитной структуры (Рисунок 3.50 *в*). Наличие подобной структуры может приводить к анизотропии механических свойств в готовом металле. Кроме того, волокнистая структура свидетельствует о присутствии ликваций легирующих элементов.



Рисунок 3.50 – Микроструктура образца из слитка состава П5: a и  $\delta$  – деформация при 1050°С, 1 с<sup>-1</sup>; в – деформация при 1150°С, 1 с<sup>-1</sup>

### Увеличение степени деформации є



Рисунок 3.51 – Схема формирования рекристаллизованных зерен аустенита в стали состава П5 (кристаллизация через аустенит): *а*–*в* – слиток; *г*–*е* – пластина. Исходная структура (*а* и *г*), деформация ~60% (*б* и *д*), деформация ~80% (*в* и *е*)



Рисунок 3.52 – Схема формирования рекристаллизованных зерен аустенита (промышленная плавка состава 1): *а* – литая структура; *б* – деформация 30%; *в* – деформация 60%

Таким образом, исходя из проведенных исследований формирования структуры стали составов с различным механизмом кристаллизации, можно отметить следующие основные тенденции и отличия:

1. В случае кристаллизации через δ-феррит формируется структура с меньшим размером зерна, при этом скорость охлаждения в диапазоне 2–50°С/с практически не влияет на размер зерна. В то же время, при кристаллизации через аустенит размер зерна в зависимости от скорости охлаждения отличается в 2 раза, что может в конечном итоге создавать значительную разнозернистость по сечению слитка и способствовать последующей локализации деформации в узких областях, приводя к формированию неравномерной структуры в полуфабрикате.

2. Литая структура, сформированная через первичный аустенит более склонна к образованию волокнистой структуры в процессе деформации, приводящей к анизотропии свойств.

3. Исследуемая сталь, имеющая в структуре δ-феррит, обладает меньшим сопротивлением деформации (на ~15%), чем чисто аустенитная сталь.

4. Динамическая рекристаллизация в стали с δ-ферритом при температуре выше 1100°С протекает в более полном объеме, при этом формируется однородная зеренная структура.

5. Пороговая степень деформации динамической рекристаллизации зависит как от исходной литой структуры, так и от различного сочетания температурнодеформационных условий.

Результаты сравнительных исследований влияния литой структуры, сформированной по различным механизмам кристаллизации, на технологичность стали при последующей горячей деформации позволяют сделать вывод о положительном влиянии δ-феррита на горячую пластичность исследуемой стали. Косвенным подтверждением этого вывода является факт образования трещин на поверхности стали состава П5 при деформации. В то же время, трещины в образцах состава П2 обнаружены образцах, испытанных при наиболее жестких BTMO только на режимах деформированных при низких температурах и с высокой скоростью деформации. Подобное поведение при деформации стали П5, по всей видимости, связано с тем, что границы аустенитных зерен без перекристаллизации через б-феррит имеют меньшую кроме границам дендритов концентрируются прочность, того. по примеси. затвердевающие последними [285], которые могут служить дополнительными концентраторами для зарождения трещин и вследствие наличия малопрочных границ распространяться с большой скоростью.

## **3.2.3 Исследование кинетики превращения б-феррита в деформированной структуре** при термической обработке (аустенитизации)

В предыдущем разделе были показаны структурные преимущества состава с кристаллизацией через  $\delta$ -феррит. Однако одним из требований, предъявляемым к исследуемой стали является ее немагнитность, обеспечиваемая отсутствием  $\delta$ -феррита в конечной структуре. В связи с этим были проведены исследования кинетики его превращения при нагреве после ВТМО. С этой целью деформированные образцы подвергали нагреву и выдержке. В соответствии с результатами, полученными ранее (раздел 3.1.3), образцы выдерживали при температуре 1060°С в течение 100 минут, затем охлаждали в воде. Проведенные металлографические исследования показали, что после термической обработки все образцы имели полностью рекристаллизация аустенитных зерен. При этом в результате термической обработки образцов, после предварительной деформации со скоростью 0,1 с<sup>-1</sup>, получена более равномерная структура (Рисунки 3.53 *а*–*в*), обусловленная большим объемом рекристаллизованных зерен, сформировавшихся при ВТМО, по сравнению с деформацией при более высокой скорости (Рисунки 3.53 *г*–*е* и 3.54 *г–е*).

Анализ результатов измерения среднего размера зерна до и после термической обработки показывает, что при деформации со скоростью 0,1 с<sup>-1</sup> существует взаимосвязь размера зерна в рекристаллизованных областях после ВТМО и размера зерна после аустенитизирующего отжига. Чем мельче было зерно после ВТМО, тем в меньшей степени оно выросло при аустенитизации. При деформации со скоростью 1 с<sup>-1</sup> подобные тенденции отсутствуют. Исследования показали, что количество остаточного δ-феррита в образцах после аустенитизации составляло от 0,07 до 0,65 %. Таким образом, с помощью термической обработки удалось практически полностью устранить δ-феррит в стали (Рисунок 3.55). Процессы превращения и распада δ-феррита в исследуемой стали при выдержке в интервале температур 900–1200°С рассмотрены в разделе 3.4.2.

Полученные результаты по влиянию температурно-деформационных условий на изменение литой структуры исследуемой стали в процессе ВТМО и после ТО имеют важное значение для разработки технологий изготовления слябов (брам) и поковок из кузнечных слитков, а также прокатки листовых слитков, обеспечивающих формирование оптимальной равномерной рекристаллизованной структуры.



Рисунок 3.53 – Микроструктура стали состава П2 после различных режимов ВТМО и аустенитизации. Образцы из пластины: *a* − 1050°C, 0,1 c<sup>-1</sup>; *b* − 1100°C, 0,1 c<sup>-1</sup>; *b* − 1150°C, 0,1 c<sup>-1</sup>; *b* − 1150°C, 1 c<sup>-1</sup>; *b* − 100°C, 1 c<sup>-1</sup>; *b* − 100°C,



Рисунок 3.54 – Микроструктура стали состава П2, после различных режимов ВТМО и последующей аустенитизации. Образцы из слитка, центр:  $a - 1050^{\circ}$ C,  $0,1 \text{ c}^{-1}$ ;  $\delta - 1100^{\circ}$ C,  $0,1 \text{ c}^{-1}$ ;  $\delta - 1150^{\circ}$ C,  $0,1 \text{ c}^{-1}$ ;  $\delta - 1100^{\circ}$ C,  $1 \text{ c}^{-1}$ ;  $\delta - 1100^{\circ}$ C,  $1 \text{ c}^{-1}$ ;  $\delta - 1150^{\circ}$ C,  $1 \text{ c}^{-1}$ 



Рисунок 3.55 – Эволюция микроструктуры стали состава П2: *а* – литое состояние, *б* – деформированное, *в* – после термической обработки

## 3.3 Влияние термодеформационных параметров на релаксационные процессы и формирование структуры, происходящие в стали при ВТМО

В предыдущем разделе рассмотрены особенности изменения структуры литого металла высокопрочной аустенитной азотсодержащей стали в процессе термомеханической обработки. Основная цель горячей деформации на этом этапе производства – раздробить кристаллиты, которые сформировались в процессе кристаллизации и охлаждения. После горячей пластической деформации литого металла обычно уменьшается структурная неоднородность, а также повышается его плотность, поскольку изменяются формы и размеры зерен, происходит заваривание газовых пузырей и микротрещин, что вызывает уменьшение объема литой заготовки на 1–3% и соответственно такое же увеличение плотности металла [286]. Горячая деформация слитка приводит к вытягиванию зерен по направлению пластического течения металла. Вместе с зернами вытягиваются примеси и неметаллические включения, расположенные по границам зерен, образуя волокнистую структуру и обусловливая анизотропию металла. Как было показано выше, в процессе горячей деформации протекает рекристаллизация, которая формирует равноосную структуру между волокнами и уменьшает внутренние напряжения в металле. Структура и свойства деформированного металла после горячей деформации зависят от температуры, степени и скорости деформации и режима охлаждения. Учитывая эти факторы и управляя ими, при горячей деформации можно обеспечивать такие условия эволюции литого металла, при которых получаемая структура будет наиболее оптимальной для дальнейших технологических переделов. Одним из важнейших технологических этапов при изготовлении заготовок, конечных полуфабрикатов и изделий является ВТМО (прокатка, ковка и т.п.).

Одной из основных технологических характеристик горячей деформации является сопротивление металла деформации, позволяющее судить о его прочности, и, следовательно, о величине нагрузок, которые необходимо приложить, чтобы осуществить пластическую деформацию. Сопротивление деформации зависит от класса деформируемого металла, температуры, степени и скорости деформации, напряженного состояния и истории предварительного деформирования. Как отмечалось выше, при горячей деформации одновременно протекают процессы, действующие на сопротивление деформации в противоположных направлениях: упрочнение (наклеп) И разупрочнение (возврат. рекристаллизация). Оба процесса протекают во времени с различной скоростью и обусловлены параметрами деформации. В зависимости от того, какой из процессов является преобладающим, сформированная в результате деформации структура может быть различна. Степень (полнота) прохождения того или иного процесса структурообразования также во многом зависит от размера исходного зерна. Регулируя термодеформационные параметры, можно управлять формированием зеренной структуры материала за счет реализации различных

релаксационных процессов (возврата, рекристализации), и, соответственно, его структурночувствительными свойствами, такими как, прочность, пластичность, вязкость и др. Структурные превращения, происходящие при горячей деформации, влияют на изменение деформирующего напряжения, поэтому целесообразнее изучать закономерности структурообразования вместе 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. Очевидно, что при разработке научно обоснованных технологических режимов ВТМО необходимо учитывать критические температуры структурных и фазовых превращений каждой конкретной композиции: температурные интервалы рекристаллизации, аустенитизации, растворения и выделения вторичных фаз, а также зависимость критических температур от степени и скорости деформации, структуры и фазового состава исходного слитка или заготовки, соотношение легирующих элементов. Разработка оптимальной технологии горячего леформирования. обусловливающая регулируемое развитие рекристаллизации И необходимость формирования конкретной структуры, обеспечивающей получение заданного комплекса свойств, требует проведения предварительных исследований с использованием имитационного физического моделирования. Поэтому на следующем этапе исследования рассмотрены вопросы по влиянию термодеформационных параметров на протекание процессов упрочнения и разупрочнения, а также формирование структуры исследуемой стали при имитации различных режимов ВТМО.

#### 3.3.1 Влияние термодеформационных параметров на сопротивление деформации

Для оценки влияния температуры и степени деформации, а также содержания δ-феррита исследуемой сопротивление деформации В стали на на установке Gleeble 3800 проведены испытания на сжатие по методике, позволяющей существенно снизить влияние масштабного фактора при деформации образцов. Преимущество испытаний на сжатие состоит в том, что они позволяют проводить моделирование больших интегральных деформаций, присущих прокатке. Моделирование осуществляли на образцах, вырезанных из листового проката трех промышленных плавок, химический состав которых и соотношение Сг<sub>экв</sub> и Ni<sub>экв</sub> представлены в Таблице 3.6. Поскольку, как показано на Рисунке 3.18 *a*, все составы кристаллизуются через б-феррит и могут содержать его остаточное количество (составы 2 и 3), перед моделированием определяли содержание б-феррита в образцах, а также изменение этого значения в результате различных режимов нагрева и времени выдержки перед деформацией.

Согласно результатам термодинамического моделирования (Рисунок 3.18 б) и существующего опыта производства азотсодержащих сталей, установлено, что при температуре более 1200°С происходит растворение большей части выделившихся на

предыдущих стадиях производства вторичных фаз. Однако при этом следует иметь в виду, что растворение частиц может способствовать росту зерен при высоких температурах. В связи с этим проведено исследование влияния температуры нагрева под горячую деформацию и времени выдержки на размер зерна аустенита. При помощи универсального пластометра Gleeble 3800 образцы, имеющие исходную смешанную (рекристаллизованную и субзеренную) структуру в различных соотношениях с наличием выделений вторичных фаз по границам и в теле зерен нагревали до температур T = 1250, 1280°C и осуществляли выдержку  $\tau = 180 \div 600$  с, после которой образцы охлаждали со скоростью 40°C/с до комнатной температуры с целью фиксации высокотемпературного состояния для последующего исследования структуры.

Результаты металлографического исследования показали, что в структуре образцов состава 2 и 3 в исходном состоянии наблюдается 0,8 и 5,5% δ-феррита соответственно, после высокотемпературной выдержки – 0,8–1,1 и 6–7%. Состав 1 является только аустенитным. Выдержка при температуре 1240°C в течение 600 с приводит к формированию более равнозернистой структуры по сечению образца, чем в течение 180 с и практически не оказывает влияния на рост зерен аустенита, средний размер которых составляет 250–300 мкм (Рисунок 3.56).

Увеличение температуры нагрева до 1280°С также не приводит к росту зерен. В составе 3 при времени выдержки 600 с наблюдается незначительная коагуляция δ-феррита. Таким образом, можно сделать вывод, что исследованные параметры не будут иметь значительного влияния на размер зерна и морфологию δ-феррита в результате нагрева перед деформацией.

Для последующего моделирования процессов горячей деформации азотсодержащей стали был выбран следующий режим нагрева:

– скорость нагрева 3°С/с, температура выдержки 1240°С, время выдержки 180 с.

Испытания по определению характеристик сопротивления деформации проводили на цилиндрических образцах размером 10x15 мм. Образцы нагревали по обозначенному выше режиму, после чего деформировали сжатием при температурах 1200, 1100, 1000, 900 и 800°С, с различными скоростями (0,1c<sup>-1</sup>, 1c<sup>-1</sup> и 10 c<sup>-1</sup>, соответствующими скорости деформации при ковке, листовой и профильной прокатке) до степени e = 0,9 (около 60% относительной деформации).

Режимы испытаний представлены на Рисунке 3.57. Во время деформирования производили запись напряжений и деформации в истинных значениях, на основании которых строились диаграммы горячей деформации [287–291]. Сравнивая профиль диаграмм деформации литых образцов (Рисунок 3.37) и образцов, вырезанных из листового проката (Рисунок 3.58), следует отметить, что в случае литой структуры ход всех диаграмм свидетельствует о непрерывно протекающей при деформации ДР.



Рисунок 3.56 – Влияние времени выдержки при температуре 1240°С на структуру исследуемой стали: *а* – состав 1; *б* – состав 3



Рисунок 3.57 – Режим испытаний для определения характеристик сопротивления деформации

Кроме того, свой вклад в снижение сопротивления деформации вносит изменение (разбиение) дендритной структуры. Для второй серии образцов при определенных температурно-скоростных условиях преобладают упрочняющие процессы (например, Рисунок 3.58 б). Полученные зависимости (Рисунок 3.58) показали, что понижение температуры деформации с 1200° до 800°С приводит к увеличению сопротивления деформации в 4–10 раз, при этом влияние скорости деформации зависит от температуры.







Рисунок 3.58 (продолжение) – Диаграммы горячей деформации стали разных составов, полученные при различных температурах и скоростях деформации: *a*, *c*, *ж*, *к*, *н* – скорость деформации 0,1 с<sup>-1</sup>; *б*, *d*, *s*, *n*, *o* – скорость деформации 1 с<sup>-1</sup> *в*, *e*, *u*, *m*, *n* – скорость деформации 10 с<sup>-1</sup> [291]



Рисунок 3.58 (продолжение) – Диаграммы горячей деформации стали разных составов, полученные при различных температурах и скоростях деформации:  $a, c, w, \kappa, H$  – скорость деформации 0,1 c<sup>-1</sup>;  $\delta, d, s, n, o$  – скорость деформации 1 c<sup>-1</sup>; e, e, u, m, n – скорость деформации 10 c<sup>-1</sup> [291]

На основании диаграмм построены зависимости влияния скорости и температуры деформации на пороговую степень деформации  $e_p$  для различных составов (Рисунок 3.59) [287–292]. Анализируя данные, можно отметить, что для стали состава 1, имеющую чисто аустенитную структуру, при всех исследованных скоростях деформации в интервале температур 1200–900°С напряжение течения больше, чем для других составов. Это связано, во-первых, с различным вкладом в упрочнение содержания легирующих элементов, таких как Cr, Mn, V и особенно Nb. Их более высокое содержание в составе 1 (Таблица 3.6) приводит к замедлению процессов деформационного разупрочнения, в основном из-за снижения коэффициента диффузии, что в свою очередь влияет на увеличение напряжения течения. Во-вторых, с наличием в составах 2 и 3  $\delta$ -феррита, являющегося дополнительным центром зарождения зерен. Также следует отметить, что ход кривых деформации для составов 1 и 2, имеющих чисто аустенитную структуру и структуру с незначительным содержание  $\delta$ -феррита (до 1,0 %), практически идентичен, как и значения пороговой степени деформации [291].

При температуре 1200°С, как видно из характера деформационной кривой (Рисунок 3.58 *а–в*), для всех составов при скоростях деформации в исследуемом диапазоне наблюдается слабо выраженный «пик» напряжения течения.

После достижения пороговой степени деформации  $e_p$  протекают процессы динамической рекристаллизации, приводящие к разупрочнению,  $e_p$  при скорости деформации 0,1 с<sup>-1</sup> составляет 0,17–0,18 (Рисунок 3.59). Увеличение скорости до 1 с<sup>-1</sup> приводит к увеличению  $e_p$ , причем более значительно (0,3) в случае составов 1 и 2. Однако при этом напряжение течения для сталей состава 2 и 3 примерно одинаковое. Увеличение скорости деформации до 10 с<sup>-1</sup> приводит во всех случаях к заметной осцилляции кривых деформации, свидетельствующей о циклическом развитии процесса рекристаллизации. В случае деформации со скоростями 0,1 и 1 с<sup>-1</sup> при достижении степени деформации е=0,55–0,70 (чем ниже скорость деформации, тем выше значение е) одновременно с ДР протекают и процессы деформационного упрочнения.

При низкой скорости деформации этот процесс для составов 1 и 2 выражен более слабо, в то время как для состава 3, содержащего до 7%  $\delta$ -феррита, при скорости деформации 0,1 с<sup>-1</sup> и е=0,8 наблюдается стадия установившегося течения, при этом степень разупрочнения составляет порядка 20%. При скорости 1 и 10 с<sup>-1</sup> после е=0,7 наблюдается слабое упрочнение [290, 291]. Исследования микроструктуры образцов после испытаний показали, что при всех скоростях деформации для всех составов при температуре 1200°С происходит ДР. Горячая деформация со скоростями 0,1 и 1 с<sup>-1</sup>, характерными для ковки и листовой прокатки, приводит к формированию разнозернистой структуры.



Рисунок 3.59 – Зависимости пороговой степени деформации исследуемой стали от химического состава, скорости и температуры деформации: *a*, *б*, *в* – зависимость е<sub>р</sub> от температуры деформации; *c*, *д*, *e* – зависимость е<sub>р</sub> от скорости деформации [291]

Наблюдаются зерна со средним размером зерна 15–20 мкм и более крупные зерна размером 30–70 мкм (Рисунок 3.60 *a*). При увеличении скорости деформации до 10 с<sup>-1</sup> формируется более однородная структура с размером зерна 30–50 мкм. Для состава 3 в ходе деформации при этой температуре формируется полностью рекристаллизованная структура аустенита, при этом морфология δ-феррита не изменяется.



Рисунок 3.60 – Микроструктура азотсодержащей стали состава 1 (аустенит) после деформирования при температуре 1200°С: *а* –скорость деформации 0,1 с<sup>-1</sup>;  $\delta$  – скорость деформации 1 с<sup>-1</sup>; *в* – скорость деформации 10 с<sup>-1</sup>

Профиль кривых, соответствующих температурам деформации 1100 и 1000°С (Рисунок 3.58 *г*–*е*) при низкой скорости деформации, свидетельствует о незначительном преобладании релаксационных процессов в ходе деформации. При увеличении скорости, наоборот, после степени деформации e = 0,55 интенсифицируются процессы упрочнения.

Температуре 1100°С при скорости деформации 0,1 с<sup>-1</sup> соответствует значение  $e_p = 0,20-0,25$  (Рисунок 3.59). Увеличение скорости приводит к увеличению  $e_p$ . Ход кривой диаграммы деформации при скорости 10 с<sup>-1</sup> так же, как и при 1200°С носит цикличный характер, амплитуда осцилляции уменьшается.

При температуре 1100°С горячая деформация со скоростью 0,1 и 1 с<sup>-1</sup> способствует формированию в процессе ДР в стали состава 1 и 2 более мелкозернистой структуры со средним размером зерен 10–20 мкм (Рисунок 3.61 *a*, *б*) с незначительной плотностью дислокаций или свободных от них. Объем рекристаллизованной структуры составляет 100% (Рисунок 3.62). При деформации со скоростью 10 с<sup>-1</sup> рекристаллизация проходит не полностью (~ 90–95%), в структуре присутствуют как мелкие рекристаллизованные равноосные зерна с двойниками отжига, так и крупные деформированные зерна размером более 200 мкм, по границам которых наблюдаются группы зерен размером 1–2 мкм (Рисунок 3.61 *в*, *г*), плотность дислокаций выше. В составе 3 объем рекристаллизованной аустенитной структуры составляет 80–100% в зависимости от скорости деформации (Рисунок 3.62). При этом в структуре наблюдается рекристаллизация только аустенита, в δ-феррите формируется субзеренная структура (Рисунок 3.61 *д*, *е*).

Снижение температуры деформации до 1000°С приводит к затруднению релаксационных процессов, и, соответственно, резкому снижению рекристаллизованной составляющей, особенно при более низких скоростях (Рисунок 3.62). Кроме того, увеличение скорости деформации при температуре 1000°С стимулирует развитие процесса деформационного упрочнения, в результате которого формируется грубая структура в виде вытянутых зерен. Общее увеличение сопротивления деформации связано с уменьшением подвижности дислокаций при понижении температуры и увеличением количества дефектов.

При температуре деформации 1000°С при всех скоростях деформации для составов 1 и 2 существует возможность только лишь для зарождения мелких зерен (максимальным размером до 5 мкм при скорости 10 с<sup>-1</sup> и 0,5-3 мкм при более низких скоростях) по границам исходных зерен, многие границы «зубчатые» с явно выраженными «языками» (Рисунок 3.63 а-г). В деформированных исходных крупных зернах наблюдаются полосы деформации, а также фрагментированная структура, о которой свидетельствует преобладание углов разориентировок до 15 и 10° при скоростях деформации 1 и 10 с<sup>-1</sup> говорит о прохождении динамической соответственно, что, В свою очередь, полигонизации (возврата) внутри зерна (Рисунок 3.63 *а–г*).



Рисунок 3.61 – Микроструктура азотсодержащей стали после деформирования при температуре 1100°С:

- I состав 1 (аустенит); II состав 3 (аустенит+7% б-феррита);
- а, в, д, ж оптическая металлография и карта кривизны кристалла;
- б, г, е, з карта распределения границ и карта разориентировок зерен



Рисунок 3.62 – Объем рекристаллизованной структуры и размер рекристаллизованного зерна в зависимости от температуры и скорости деформации: *a*-*e* – объем рекристаллизованной структуры, *г*-*e* – средний размер рекристаллизованных зерен; *a* – состав 1 (аустенит); *б* – состав 2 (аустенит+1% δ-феррита); *e* – состав 3 (аустенит+7% δ-феррита) [291]

Также следует отметить, что для состава 2 объем рекристаллизованной структуры на 10– 15% больше, чем в случае состава 1. Снижение температуры деформации приводит к выделениям вторичных фаз по границам зерен.

В случае состава 3, содержащего до 7%  $\delta$ -феррита, снижение температуры деформации до 1000°С приводит к реализации аналогичных процессов, однако объем рекристаллизованной структуры больше по сравнению с составом 1. По всей видимости, небольшое количество  $\delta$ -феррита стимулирует при этой температуре процесс рекристаллизации. Следует отметить, что наблюдается рекристаллизация только аустенита, в  $\delta$ -феррите формируется субзеренная структура с разориентировками внутренних границ до 15° (Рисунок 3.63 *д*–*з*). Снижение температуры деформации до 900°С приводит к дальнейшему увеличению сопротивления деформации, причем скорость деформации практически не влияет на ее значения (Рисунок 3.58 *к*–*м*).

Для всех составов и скоростей деформации, кроме состава 3 при скорости деформации 0,1 с<sup>-1</sup>, наблюдается слабовыраженный «пик», свидетельствующий о начале ДР. При увеличении степени деформации начинают преобладать процессы упрочнения, в том числе связанные с выделением нитридных и карбонитридных частиц. Для состава 3 при низкой скорости деформации 0,1 с<sup>-1</sup> ДР не происходит, о чем свидетельствует отсутствие «пика» напряжений и наличие площадки текучести на диаграмме деформации. Дальнейшее небольшое повышение напряжения течения, возможно, связано с изменением морфологии нитридных и карбонитридных частиц. [287–292].

Проведенные дополнительно исследования структуры методом ПЭМ показали, что во всех случаях при температуре деформации 900°С в основном формируется полосовая структура с повышенной плотностью дислокаций, что говорит о происходящем в результате горячей пластической деформации упрочнении. Снижение температуры деформации стимулирует выделение вторичных фаз, при этом чем выше скорость деформации, тем меньше выделяется частиц как по границам, так и в теле зерен. Это связано с уменьшением времени деформирования, и, следовательно, периода времени выделение вторичных фаз становится еще меньше, и в структуре их практически не наблюдается. Увеличение скорости деформации приводит и к интенсификации процесса ДР, объемная доля которой составляет около 20% при скорости 10 с<sup>-1</sup> (средний размер новых зерен 2–3 мкм), в то время как при скоростях 0,1 и 1 с<sup>-1</sup>объем рекристаллизованной структуры составляет порядка 1% (средний размер зерен 1–2 мкм) (Рисунок 3.62).



Рисунок 3.63 – Микроструктура азотсодержащей стали после деформирования при температуре 1000°С:

I – состав 1 (аустенит); II – состав 3 (аустенит+7% б-феррита);

а, в, д, ж – оптическая металлография и карта кривизны кристалла;

б, г, е, з – карта распределения границ и карта разориентировок зерен



Рисунок 3.64 – Микроструктура азотсодержащей стали после деформирования при температуре 900°С:

I – состав 1 (аустенит); II – состав 3 (аустенит+7% δ-феррита);

а, в, д, ж – оптическая металлография и карта кривизны кристалла;

б, г, е, з – карта распределения границ и карта разориентировок зерен

Исследования микроструктуры образцов стали состава 3 показали аналогичное формирование развитой субструктуры при всех скоростях деформации. В то же время при деформировании со скоростью  $10 \text{ c}^{-1}$  на фоне слабодеформированных зерен формируются области сильных деформационных искажений (Рисунок 3.64 *ж*). Объем рекристаллизованной структуры при скорости деформации  $10 \text{ c}^{-1}$  составляет менее 2% (Рисунок 3.62). По границам зерен, а также на линиях скольжения наблюдаются плотные цепочки частиц вторичных фаз. Дальнейшее снижение температуры деформации до 800°С приводит к большему сопротивлению деформации для стали, содержащей 7% δ-феррита по сравнению с составами 1 и 2 (Рисунок 3.58). Основным процессом при этих температурах является процесс деформационного наклепа, а также выделение нитридов и карбонитридов V, Nb и Cr, что приводит к дополнительному увеличению сопротивления деформации.

Таким образом, хотя и существует незначительная разница в значениях максимального напряжения течения и пороговой степени деформации для составов 1 и 2, при деформации реализуются одинаковые процессы. Отличие в основном заключается в большем объеме рекристаллизации в стали состава 2. По всей видимости, небольшое количество мелкодисперсных частиц δ-феррита, равномерно распределенных на фоне основной аустенитной структуры, способствует зарождению новых зерен. Наличие в структуре стали δ-феррита в количестве 5–7% оказывает существенное влияние на процессы при горячей деформации и способствует при температурах выше 1000°С и высокой скорости деформации началу и развитию ДР, приводящей к большему объему рекристаллизованной структуры и формированию при 1200°С зерен с меньшим размером по сравнению с составами 1 и 2 (Рисунок 3.62).

Как следует из приведенной на Рисунке 3.59 зависимости пороговой степени деформации исследуемой стали от ее химического состава, скорости и температуры деформации, динамическая рекристаллизация В азотсодержащей стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ происходит при температурах не ниже 900°С. Совместное влияние скорости и температуры деформации носит сложный характер, связанный, как показано выше, с преобладанием процессов зарождения или аннигиляции, а также взаимодействия дислокаций, происходящих при этом в стали. В интервале температур 1200–1000°С влияние скорости деформации на пороговую степень носит монотонный характер, в интервале скоростей от 0,1 до 10 с<sup>-1</sup>она увеличивается с ростом скорости деформации. При температуре 900°С скорость деформации в диапазоне 1–10 с<sup>-1</sup> не влияет на значения пороговой степени деформации, снижение скорости деформации приводит к затруднению ДP процессов преобладанию (полигонизации). И динамического возврата

Наличие δ-феррита в исследуемой стали способствует при температурах 1200–1000°C началу и развитию ДР, приводящим к большему объему рекристаллизованной структуры по сравнению с составами 1 и 2. Последующее снижение температуры деформации приводит к значительному увеличению сопротивления деформации и затруднению ДР, особенно при низких скоростях. В составе 3 при температуре 900°C и скорости деформации 0,1 с<sup>-1</sup> ДР не происходит. При изготовлении различных полуфабрикатов из сталей важное значение имеет оптимальный температурный интервал горячей деформации, в котором значение пороговой степени деформации будет минимальным для соответствующей скорости, что позволит, при соблюдении определенных условий, сформироваться однородной рекристаллизованной структуре.

Из рисунка 3.59 следует, что для исследуемой стали при скорости деформации 0,1 с<sup>-1</sup> (ковка на прессе) в интервале температур 1200–1100°С ДР начинается при степени деформации  $\varepsilon_p$  около 20–25% (что соответствует  $e_p \sim 0,20-0,25$ . Использование значений относительной деформации  $\varepsilon$  при ВТМО является более характерным). Понижение температуры приводит к увеличению значений пороговой степени до 30%. Таким образом, рекомендуемым интервалом ковки на прессе является 1200–1100°С.

При скорости деформации 1 с<sup>-1</sup> (прокатка на листовом стане) наименьшее значение  $\varepsilon_{p}$ около 28-32% достигается при температуре около 1200°С. Однако, в промышленных условиях реализовать подобную температуру достаточно сложно, учитывая технологические схемы и оборудование производства, поэтому реальным оптимальным интервалом горячей деформации, обеспечивающим начало и развитие процессов ДР, является 1050-1150°С при пороговой степени деформации около 30-35%. В промышленных условиях, при многопроходной прокатке стали марки 04X20H6Г11М2АФБ деформацию обычно проводят с обжатиями до 25% за проход. Поэтому реализация процесса динамической рекристаллизации возможна в случае накопления необходимой степени при дробной деформации. При скорости деформации 10 с<sup>-1</sup> (прокатка на сортовом стане) оптимальным является интервал 1200–1100°С с наименьшим значением є около 40%. С целью определения влияния степени деформации на развитие ДP проведено исследование микроструктуры образцов состава 1. продеформированных со скоростью 1 с<sup>-1</sup> со степенями деформации: до достижения  $\epsilon_p - 30\%$ ; около  $\varepsilon_p - 40\%$  и после  $\varepsilon_p - 50\%$  в температурном интервале 950–1150°С [288, 289].

Полученные результаты показали, что в ходе горячей деформации до степени  $\varepsilon$ =30% при температуре 1050 и 1100°С началась ДР. Металлографические исследования выявили наличие незначительного объема рекристаллизованных зерен (Рисунок 3.65 *a*), несмотря на то, что в предыдущем эксперименте (при деформации до  $\varepsilon$ =60%) при анализе

диаграмм деформации установлено, что пороговая степень деформации при температуре 1100°С и скорости деформации 1 с<sup>-1</sup> составляет ~ $\epsilon_p$ =37% (e<sub>p</sub>=0,35). Полученные результаты не противоречат литературным данным [157, 293–296], свидетельствующим о том, что ДР начинается по достижении критической степени деформации e<sub>c</sub>, которая меньше пороговой e<sub>p</sub>. Если e<sub>p</sub> можно определить по «пику» напряжений на диаграмме деформации, то e<sub>c</sub> можно определить только в результате проведения расчетов на основе обработки экспериментальных данных.

В работе [278] для исследуемой стали состава 1 и 3 на основе предварительно полученных экспериментальных данных проведены расчеты критической степени деформации  $e_c$  и соответствующего ей напряжения течения  $\sigma_c$ . Результаты расчета приведены в Таблице 3.13, из которых следует, что ДР при температуре 1100°С начинается при степени деформации  $e_c=0,15$ . Получена количественная взаимосвязь между критической  $e_c$  и пороговой  $e_p$  степенями деформации для двух составов исследуемой стали: состава 1 (аустенит):  $e_c = 0,44 e_p$ ; и состава 3 (аустенит+7% δ-феррита):  $e_c = 0,49 e_p$  [278, 297].

Состав	Скорость деформации, с <sup>-1</sup>	Температура деформации, °С	σ <sub>c</sub> , MΠa	ec	σ <sub>p</sub> , МПа	ep
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
3	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

Таблица 3.13 – Критические параметры динамической рекристаллизации стали 04X20H6Г11M2AФБ [278]



Рисунок 3.65 – Микроструктура исследуемой стали состава 1 после проведения горячей деформации со скоростью 1 с<sup>-1</sup> до различных степеней: *a* – ε =30%, *b* – ε =40%, *b* – ε =50% при температурах деформации 950°C, 1000°C, 1050°C, 1100°C

Увеличение степени деформации є до 40% при 1100 и 1050°С приводит к увеличению объема рекристаллизованной структуры. При температуре 1000°С по границам деформированных зерен наблюдаются цепочки рекристаллизованных зерен размером 1–2 мкм. Дальнейшее увеличение степени деформации в интервале температур 1050–1100°С приводит к существенному увеличению рекристаллизованного объема (Рисунок 3.66).



Рисунок 3.66 – Объем рекристаллизованной структуры в зависимости от температуры и степени деформации [289]

С увеличением степени и температуры деформации стимулируется процесс ДР, что проявляется в полноте прохождения данного процесса в объеме образца.

В промышленных условиях, как уже было упомянуто выше, достаточно трудно реализовать высокие степени деформации за один проход, поэтому реальные схемы прокатки представляют собой многопроходную деформацию с варьированием степени обжатия на каждом проходе и продолжительности междеформационных пауз, следовательно, важным условием формирования конечной структуры будут являться процессы, успевающие пройти в междеформационных паузах [146].

## 3.3.2 Определение условий реализации релаксационных процессов в азотсодержащей стали в междеформационных паузах

Релаксационные процессы, оказывающие влияние на разупрочнение стали во время междеформационных пауз или при охлаждении после окончания деформации и, в итоге, на формирование структуры, могут осуществляться за счет статического возврата (СВ), статической (СР) и метадинамической рекристаллизации (МДР). Реализация того или иного процесса разупрочнения в паузах зависит от того, на какой стадии была прервана горячая

деформация. Если деформация прошла с небольшими обжатиями и в деформированном металле сформировалась невысокая плотность дислокаций, то после горячей деформации получает развитие только СВ. Увеличение степени деформации приводит к увеличению плотности дислокаций, что обусловливает порождение в паузах одновременно СВ и СР. При прерывании деформации после достижения степени деформации больше е<sub>с</sub>, как было показано выше, в паузах могут развиваться как СВ и СР, так и МДР.

# 3.3.2.1 Определение параметров статической рекристаллизации после горячей деформации

Для определения условий, необходимых для начала и развития СР после горячей деформации по методу релаксации напряжений, предложенному в работах [162, 298, 299], проведены исследования постдеформационных процессов после небольших степеней деформации в диапазоне температур 1100–850°С со скоростью 1 с<sup>-1</sup> [288, 289, 292], время постдеформационной выдержки задавали 300 и 1000 с.

Построенные на основании полученных результатов зависимости напряжения течения от времени в процессе релаксации после окончания деформации для состава 1 (аустенит) приведены на Рисунке 3.67.



Рисунок 3.67 – Диаграммы релаксации напряжения исследуемой стали состава 1 после деформации с различными степенями:  $a - \varepsilon = 10\%$ ,  $\delta - \varepsilon = 20\%$ ,  $e - \varepsilon = 30\%$  [292]

Анализ диаграмм показал, что:

1. чем выше температура деформации, тем больше скорость разупрочнения при последеформационных выдержках или охлаждении;

2. чем ниже степень горячей деформации, тем выше температура начала СР;

3. чем ниже степень горячей деформации, тем больше время инкубационного периода и время завершения СР.

По диаграммам релаксации напряжений (Рисунок 3.67) определены основные параметры СР для стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ:

 инкубационный период т<sub>0</sub> составляет интервал 0,6–2 с в зависимости от температуры и степени деформации;

– нижний температурный порог рекристаллизации  $T_{n.p.}$  при  $\epsilon = 10\%$  составляет 1000°С, при  $\epsilon = 20$  и 30% – 950°С;

– время завершения  $\tau_p$  СР составило около 1000 с при  $\varepsilon < 30\%$ .

Проведенные металлографические исследования показали, что после деформации 10% статическая рекристаллизация наблюдается при выдержке при температуре 1000°С и выше (Рисунок 3.68 *б–г*). При 1000°С по границам деформированных зерен наблюдаются отдельные мелкие рекристаллизованные зерна. Увеличение температуры выдержки приводит к увеличению рекристаллизованного объема, который при 1100°С составляет 100%, время завершения СР при этом составило порядка 300 с.

Увеличение степени деформации до 20%, согласно полученной диаграмме (Рисунок 3.67 б), приводит к снижению температурного порога начала СР до 950°С, однако металлографические исследования показали, что при этой температуре наблюдается только небольшая «зубчатость» (выгибание) границ исходных деформированных зерен, рекристаллизованных зерен не наблюдается (Рисунок 3.68 d). При увеличении температуры выдержки до 1000°С рекристаллизованный объем незначителен ~ 2–3%. Повышение температуры приводит к 100% реализации СР.

Для подтверждения начала СР при температуре  $950^{\circ}$ С проведены более детальные исследования микроструктуры методом EBSD-анализа, которые показали наличие новых рекристаллизованных зерен размером до 5 мкм, образовавшимися в процессе статической рекристаллизации (Рисунок 3.69 б), зерна окрашены в синий цвет, что свидетельствует о минимальном искажении кристаллической решетки), объем рекристаллизации составил не более 1%.

Остальная структура состоит из исходных крупных деформированных зерен, внутри которых присутствует большое количество полос деформации с малоугловыми разориентировками (Рисунок 3.69 *в*, *д*).

На карте кривизны кристалла (Рисунок 3.69 б) можно наблюдать границы зерен, окрашенные в красный цвет, и тело зерен, окрашенное в зеленый цвет, что говорит о высоких искажениях в решетке кристалла и в совокупности с наличием крупных зерен свидетельствует о том, что процессы СР при данной температуре выдержки завершиться не успевают.

Увеличение степени деформации до 30% не приводит к снижению температуры начала СР. Наличие мелких рекристаллизованных зерен на границах деформированных зерен можно наблюдать при более высоком увеличении оптическим методом (Рисунок 3.68 *u*) при температуре 950°С. В случае более высоких температур выдержки, следует учесть, как было показано выше, что в интервале 1000–1100°С начинается ДР (Рисунок 3.66), поэтому вместе с СР при последующей изотермической выдержке может развиваться процесс МДР, который, возможно, обусловливает дополнительное незначительное увеличение рекристаллизованного объема по сравнению с меньшими степенями деформации.

Кроме того, при увеличении степени и снижении температуры деформации наблюдается увеличение количества выделений по границам зерна, что приводит к дополнительному замедлению процессов рекристаллизации [288, 289, 292]

Анализ графиков релаксации напряжений, построенных для стали состава 3, содержащей 7% δ-феррита, показал, что при температурах выше 1000°C имеет место аналогичное поведение кривых при выдержке 1000 с (Рисунок 3.70) и практически одинаковые параметры CP: τ<sub>0</sub> порядка 0,5–1,5с, τ<sub>p</sub> около 1000 с [300].

Кривая релаксации напряжения после деформации со степенью 10% при последующей выдержке 1000°С показывает наличие процесса разупрочнения. Исследования структуры методами оптической металлографии и EBSD-анализа показали, что в этом случае выявляется наличие выгнутых границ аустенитных зерен и очень мелких зародышей новых рекристаллизованных зерен (Рисунок 3.71 *a*). По всей видимости, в результате выдержки преобладают процессы статического возврата, затрудняющие начало СР.



Рисунок 3.68 – Микроструктура стали состава 1 (аустенит) после деформации со степенью 10% (*a*–*г*), 20% (*д*–*з*), 30% (*u*–*м*) и последующей изотермической выдержки в течение 1000 с при температурах 950°С, 1000°С, 1050°С, 1100°С



Рисунок 3.69 – Микроструктура стали состава 1 (EBSD-анализ) после деформации ε=20% и последующей выдержки при температуре 950°С в течение 300 с [292]



Рисунок 3.70 – Графики релаксации напряжения стали состава 3 после деформации:  $a - \varepsilon = 10\%, \ \delta - \varepsilon = 20\%$  [300]

Увеличение деформации до 20% приводит к интенсификации CP, о чем свидетельствует увеличение «пика» на  $60^{\circ}$  на карте разориентировок (Рисунок 3.71 б). Карта

границ зерен показывает наличие по границам деформированных зерен равноосных зерен аустенита с двойниками отжига, а также локализованные области мелкодисперсных карбидов и нитридов хрома в местах, соответствующих максимальным искажениям кристаллической решетки. Следует отметить, что происходит только рекристаллизация в аустенитной структуре, в б-феррите формируется развитая субструктура. Повышение температуры выдержки незначительно увеличивает объем рекристаллизованной структуры [300]. Снижение температуры выдержки до 900°С, являющейся, согласно литературным данным [192, 301]. критической температурой превращения остаточного δ-феррита в σ-фазу, приводит после выдержки 300 с к изменению хода кривой релаксации (Рисунок 3.70), изменяется угол наклона и появляется осцилляция, особенно после деформации со степенью 20%, что может указывать на происходящее превращение в процессе выдержки.

Исследования микроструктуры при помощи EBSD-анализа показали, что при температуре 900°С в процессе выдержки происходит распад δ-феррита с образованием смеси (γ+σ)-фазы (Рисунок 3.72), также происходит интенсификация выделений карбидов и нитридов хрома.

Таким образом, проведенные исследования условий реализации СР после горячей деформации показали, что для развития и завершения процесса СР в исследуемой стали требуется длительное время около 1000 с. Подобные междеформационные паузы невозможно реализовать в промышленных условиях. Кроме того, такая выдержка неизбежно приведет к существенному охлаждению листового проката и нецелесообразности дальнейшего проведения горячей деформации. Обычно при промышленном изготовлении проката междеформационные паузы длятся в среднем 10–15 с.

Поэтому основными процессами структурообразования при ВТМО стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ должны быть ДР, протекающая непосредственно при горячей деформации, и МДР, реализующаяся в междеформационных паузах. Вклад СР при этом может быть минимален, поскольку МДР протекает с высокой скоростью, и могут быть случаи, когда СР вообще не успевает развиться и разупрочнение во время пауз между проходами происходит за счет СВ и МДР.

Чем выше температура деформации, тем больше скорость разупрочнения в паузах или охлаждении после горячей деформации. Скорость протекания процессов разупрочнения после окончания деформации в существенной мере зависит от характера легирования стали. На развитие релаксационных процессов значительное влияние оказывают выделения вторичных фаз.



Рисунок 3.71 – Микроструктура стали состава 3 (EBSD-анализ) после деформации и последующей выдержки при температуре 1000°С в течение 1000 с: *a* – ε=10%; *б* – ε=20%



Карта границ зерен

Карта фазового состава

Рисунок 3.72 – Микроструктура стали состава 3 (EBSD-анализ) после деформации со степенью ε=20% и последующей выдержки при температуре 900°С в течение 1000 с [300]

## 3.3.2.2 Исследование влияния степени дробной деформации на развитие метадинамической рекристаллизации

Для изучения процессов, происходящих в коротких междеформационных паузах, соответствующих реальным условиям проведения прокатки, а также влияния дробности деформации на протекание этих процессов, на установке Gleeble 3800 проведены экспериментальные исследования по методу релаксации напряжений для стали состава 1 (аустенит) в соответствии со схемами, представленными на Рисунке 3.73, и режимами, указанными в Таблице 3.14. Скорость деформации составляла 1 с<sup>-1</sup>. Для моделирования была выбрана усредненная температура 1080°С, характерная для промышленных условий изготовления листового проката. Варьирование значений степени попроходной деформации задавались, исходя из условий накопления необходимой для начала ДР пороговой степени деформации 40% (Рисунок 3.73 б). Для фиксации структуры, полученной в процессе моделирования, охлаждение осуществляли со скоростью 15°С/с.

Для более полного изучения кинетики процессов, происходящих в междеформационных паузах, проведены исследования микроструктуры стали методом оптической металлографии, зафиксированной сразу поле деформации и после изотермических выдержек 15 и 60 с (Рисунок 3.74).

Для сравнительного анализа реализована однократная деформация со степенью 40% с последующими выдержками при температуре деформации (Рисунок 3.73 *a*), режим 1 Таблица 3.14). Проведенное исследование микроструктуры стали после деформирования (однократное нагружение) показало, что в результате деформации произошла частичная рекристаллизация, сформировалась «ожерельная» структура с мелкими рекристаллизованными зернами размером 1–5 мкм, занимающими объем около 40%, по границам деформированных зерен. В теле деформированных зерен наблюдаются полосы скольжения и наличие субструктуры (Рисунок 3.74 *a*). Последующая изотермическая выдержка приводит к развитию процесса МДР, который практически полностью осуществляется за 15 с, о чем свидетельствует ход
кривых релаксации напряжений (Рисунок 3.74 *a*), показывающих начало разупрочнения без инкубационного периода. Металлографические исследования подтверждают эти результаты, в течение выдержки 15 с формируется полностью рекристаллизованная аустенитная структура со средним размером зерен 25–40 мкм. Дальнейшая выдержка приводит к росту рекристаллизованных зерен [297].



Рисунок 3.73 – Схемы моделирования ВТМО азотсодержащей стали: *а* – однократная деформация со степенью 40%; *б* – двукратная деформация с суммарной степенью 40%

Наименование	Режим є	Относительная степень є	Междеформа- ционная пауза, с	Изотермическая выдержка после є, с	
Режим 1	Однократная	40% –		15	30
Режим 2	ная	$\begin{array}{c} \epsilon_1 = 15\% \\ \epsilon_2 = 25\% \end{array}$	10	15	60
Режим 3	крат	$\begin{array}{c} \epsilon_1=20\%\\ \epsilon_2=20\% \end{array}$	10	15	60
Режим 4	Дву	$\begin{array}{c} \epsilon_1=25\%\\ \epsilon_2=15\% \end{array}$	10	15	60
Режим 5	Четырехкратная	$\epsilon_1 = \epsilon_2 = \epsilon_3 = \epsilon_4$ = 10%	10	15	60

Таблица 3.14 – Режимы проведения горячей деформации

Известно, что уровень накопленной энергии деформации определяет последующие релаксационные процессы [144]. Мерой накопленной энергии может служить величина деформирующего напряжения. Одним из преимуществ установки Gleeble 3800 является возможность построения в реальном времени диаграмм зависимостей друг от друга различных параметров. Для оценки влияния степени дробной деформации на кинетику процесса разупрочнения построены «двойные» диаграммы, по которым можно оценить изменение напряжения течения после первого нагружения  $\sigma_1$  и последующих нагружений в сравнении с диаграммой деформации при однократном нагружении (Рисунок 3.75).



Рисунок 3.74 – Микроструктура стали состава 1 (аустенит) после деформации по различным режимам и последующей изотермической выдержки в течение 15 и 60 с [278, 297]



Рисунок 3.74 (продолжение) – Микроструктура стали состава 1 (аустенит) после деформации по различным режимам и последующей изотермической выдержки в течение 15 и 60 с [278, 297]



Рисунок 3.75 – Диаграммы деформации исследуемой стали при различных режимах: *а* – режим 2; *б* – режим 3; *в* – режим 4; *г* – режим 5 [278, 297]

Полученные результаты измерений напряжения течения при каждом акте деформирования представлены в Таблице 3.15.

Porcess Johonwowe	Относительная	Достигаемое напряжение течения, МПа			
т ежим деформации	степень деформации	$\sigma_1$	$\sigma_2$	σ3	σ4
Однократная	40%	235	_	_	_
Двукратная	$\begin{array}{c} \epsilon_1 = 15 \\ \epsilon_2 = 25\% \end{array}$	219	235	_	_
	$ \begin{aligned} \epsilon_1 &= 20\% \\ \epsilon_2 &= 20\% \end{aligned} $	227	229	_	—
	$ \begin{aligned} \epsilon_1 &= 25\% \\ \epsilon_2 &= 15\% \end{aligned} $	229	222	_	_
Четырехкратная	$\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = \varepsilon_3 = \varepsilon_4 = 10\%$	217	226	225	216

Таблица 3.15 – Значения напряжения течения при различных режимах нагружения

Совместный анализ диаграмм деформации и полученной микроструктуры для режима 2 показал, что в результате деформации формируется структура, состоящая из деформированных зерен с «зубчатыми» границами и мелкими рекристаллизованными

зернами размером 1–10 мкм, локализующимися преимущественно в тройных стыках (Рисунок 3.74б). Объем рекристаллизованной структуры составляет не более 3%.

По всей видимости, при данной температуре деформации после нагружения со степенью деформации 15% в междеформационной паузе 10 с происходит разупрочнение за счет процессов статического возврата, при следующем нагружении со степенью 25% плотность дислокаций возрастает, следовательно, увеличивается движущая сила для последующего развития процессов разупрочнения. Напряжение течения увеличивается до 235 МПа (Таблица 3.15).

Последующая выдержка 15 с приводит к увеличению рекристаллизованного объема до 53%. Размер рекристаллизованных зеренварьируется от 5 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 3.74 б).

Увеличение степени деформации в первом проходе до 20% (режим 3) приводит к началу ДР, поскольку необходимая для начала ДР критическая степень деформации соответствует при температуре 1080°С  $e_c = 0,15$  (Таблица 3.11). Поэтому при относительной степени деформации 20% могут образовываться зародыши новых зерен с последующим незначительным развитием процесса МДР при изотермической выдержке, приводящие при последующем нагружении к уменьшению напряжения течения (224 МПа) по сравнению с режимом 2 (Таблица 3.15). В результате накопленной деформации по режиму 3 формируются новые зерна размером 10–30 мкм, которые располагаются скоплениями по границам деформированных зерен, рекристаллизованный объем увеличивается до 20%.

В процессе последующей выдержки 15 с в стали, испытанной по режиму 3, развивается МДР (рекристаллизованный объем составляет порядка 42%), которая приводит к формированию разнозернистой структуры с размером деформированных зерен – 20–50 мкм и рекристаллизованных – 5–10 мкм, которые образуют «ожерельные» структуры. Увеличение выдержки до 60 с приводит к развитию и завершению рекристаллизационных процессов. Также наблюдается неравномерность распределения зерен по размеру, наряду со скоплениями в 5–20 мкм, в результате собирательной рекристаллизации формируются крупные зерна размером 50–100 мкм (Рисунок 3.74 *в*). Изменение угла наклона кривой релаксации, которая становится более пологой по истечении 10 с, свидетельствует о протекании собирательной рекристаллизации и замедлении процесса разупрочнения.

Еще большее увеличение степени деформации на первом этапе деформирования (режим 4) до 25% должно приводить к началу ДР и ее развитию в большем объеме, чем при режиме 3 на первом проходе, вследствие этого наблюдается падение напряжения течения при

втором проходе до 222 МПа (Рисунок 3.75 *в*, Таблица 3.15). Последующее нагружение с относительной степенью деформации 15% не приводит к достижению необходимой степени деформации для развития процессов ДР. Рекристаллизованный объем уменьшается по сравнению с режимом 3 (Рисунок 3.74 *г*).

Исследование микроструктуры стали после деформации по режиму 4 показало, что в результате реализации такого сочетания степени дробной деформации формируется неоднородная структура, состоящая из структурных элементов разного размера и морфологии:

 – рекристаллизованные зерна размером 15–20 мкм, образовавшиеся при первом проходе и выросшие в междеформационной паузе;

 крупные деформированные зерна (200 мкм) с «зубчатыми» границами, на которых располагаются мелкие равноосные зерна размером до 5 мкм, сформировавшиеся в результате ДР при втором проходе;

– деформированные зерна размером около 40 мкм (Рисунок 3.74 г). Объем рекристаллизованной структуры составляет около 11%.

Выдержка в течение 15 с приводит к развитию МДР и началу процесса СР ( $\tau_{инк} < 1$  с), приводящих как к увеличению объема рекристаллизованной структуры до 40%, так и к более разнозернистой структуре. При увеличении времени выдержки до 60 с наблюдается формирование в результате МДР крупных зерен, а при СР – мелких равноосных, а также рост динамически рекристаллизованных зерен (Рисунок 3.74 *г*). Такая разнозернистость свидетельствует о разной интенсивности прохождения процессов рекристаллизации в исследуемой стали. Кроме того, в структуре наблюдаются крупные вытянутые зерна размером около 200 мкм, без видимых признаков субструктуры, что может указывать на прохождение процессов возврата.

Также был реализован режим 5 с четырехкратным нагружением с є =10% при каждом проходе. Анализ диаграммы деформации (Рисунок 3.75 г) показал, что при первых трех проходах происходит накопление необходимой степени деформации для начала ДР, поэтому последующая деформация не приводит к увеличению значений напряжений, в результате последнего нагружения наблюдается снижение напряжения течения до 216 МПа (Таблица 3.15). Исследование микроструктуры выявило формирование в процессе реализации четырехкратной дробной деформации, в основном, деформированной зеренной структуры с «зубчатыми» границами. Также по границам деформированных зерен наблюдаются как мелкие зерна размером 5–10 мкм, так и более крупные зерна до 50 мкм. Полученная

структура свидетельствует о преимущественной реализации ДР за счет накопления деформации при последовательных нагружениях, причем в междеформационных паузах существенного разупрочнения практически не происходит, что и подтверждается диаграммами деформирования. При последующей выдержке 15 и 60 с объем рекристаллизованной структуры увеличивается до 60 и 95% соответственно. При этом размер некоторых рекристаллизованных зерен увеличивается до 50–70 мкм (Рисунок 3.74 *д*), что может быть связано с началом собирательной рекристаллизации.

Полученные результаты позволяют сделать вывод, что чем меньше на первом этапе горячей деформации (около 40% суммарной степени деформации) будут происходить процессы разупрочнения в междеформационных паузах, соответственно, при этом накопленная энергия деформации будет выше, тем более равномерная структура сформируется после окончания горячей деформации. Увеличение постдеформационной изотермической выдержки до 60 с приводит к формированию наиболее равномерной структуры после режимов 2, 3 и 5 по сравнению с режимом 4. Данные режимы можно рекомендовать на начальных проходах ВТМО для получения равномерной мелкозернистой структуры [297].

# 3.3.3 Формирование зародышей рекристаллизации в процессе динамической рекристаллизации стали

В главе 1 сказано о существовании в опубликованных работах различных мнений о механизмах зарождения новых рекристаллизованных зерен как в процессе СР после холодной деформации, так и в процессе ДР. Также было отмечено, что разная степень совершенства рекристаллизованных зерен может свидетельствовать о том, что в процессе рекристаллизации реализуется не один, а несколько механизмов зарождения. При этом преобладание определенного механизма (или его разновидности) для конкретной стали будет зависеть от многих факторов – температуры, скорости, степени деформации, схемы напряженного состояния и фазового состава.

С целью определения возможного механизма образования зародышей рекристаллизации в исследуемой азотсодержащей стали проведен подробный анализ структур, полученный методом EBSD-анализа образцов состава 1 и 2, после деформации одноосным и двуосным сжатием по различным термодеформационным режимам на установке Gleeble 3800 [302–304].

Полученные результаты показали, что при температуре выше 1100°С при одноосном сжатии, по всей видимости, преимущественно реализуется механизм зарождения,

предложенный Бейли и Хиршем, согласно которому образование зародышей новых зерен происходит по границам исходных деформированных зерен. Также данный вид рекристаллизации известен как прерывистая динамическая рекристаллизация (ПДР). При достижении некоторой критической степени при горячей деформации на границах зерен за счет градиента плотности дислокаций по обе стороны от нее происходит локальная миграция и образуются «выступы». Далее, согласно предположениям, высказанным авторами работ [157, 294], формируются субграницы со среднеугловыми ориентировками или двойниковые границы, отсекающие выпуклые участки от исходного деформированного зерна (Рисунок 3.76 *а*).

В процессе дальнейшей деформации большеугловые границы способны к миграции на большие расстояния, а среднеугловые границы – увеличивать угол разориентировки, тем самым формируя зародыш рекристаллизации. Новые зерна могут расти, поглощая при этом деформированную матрицу, до столкновения друг с другом или до тех пор, пока внутренняя энергия растущих зерен не увеличится [157] за счет увеличения плотности дефектов кристаллического строения, главным образом, дислокаций, при этом сформируются новые зародыши рекристаллизации, способные к росту. Идея о преобладании при температурах выше  $1100^{\circ}$ С этого механизма основана на двух предположениях: во-первых, при высоких температурах локальная миграция БУГ и последующий рост зародышей происходит легче, о чем свидетельствует наличие большого количества двойников отжига (Рисунок 3.76  $\delta$ ) [305], во-вторых, не происходит формирование развитой субструктуры (Рисунок 3.76 a).

Снижение температуры деформации до 1000°С приводит к одновременному действию двух механизмов образования зародышей рекристаллизации: прерывистой ДР в соответствии с алгоритмом, приведенным выше, и непрерывной ДР.

Образование зародышей по этому механизму происходит в исследуемой стали следующим образом: на начальном этапе деформации около БУГ и границ тройных стыков одновременно с «выгибанием» БУГ формируются границы деформационного происхождения (обычно с углом разориентировки до 5°) (Рисунок 3.77 *a*), дальнейшее увеличение степени деформации приводит к постепенному увеличению угла разориентировки вплоть до формирования БУГ (Рисунок 3.77 *б*).

Этот механизм ДР похож на механизм фрагментации, сформулированный Рыбиным В.В. [215], и реализуемый при больших пластических деформациях в сталях, в основном при низких температурах.

Известно, что миграция малоугловых границ (МУГ) затруднена, поэтому размер рекристаллизованных по этому механизму зерен ограничивается сформированными в процессе горячей деформации субструктурными границами [144].

При увеличении скорости деформации до 10 с<sup>-1</sup> исходные зерна вытягиваются по направлению течения материала, внутри зерен формируется сетка МУГ, субзерна также вытянуты вдоль направления течения материала (Рисунок 3.80  $\delta$ ), что, по всей видимости, способствует формированию более мелкой структуры и большего рекристаллизованного объема (Рисунок 3.63 *a*).

При температуре деформации 900°С динамическая рекристаллизация также проходит по смешанному механизму (Рисунок 3.79). Кроме того, наличие большого количества полос сдвига при этой температуре приводит к дополнительному образованию «выступов» на границе (Рисунок 3.79 *a*), полосы сдвига также являются дополнительными потенциальными местами поэтапного формирования БУГ.



Рисунок 3.76 – Формирование рекристаллизованной структуры в стали по механизму Бейли – Хирша (Т<sub>деф</sub>=1100°С, 1 с<sup>-1</sup>, е=0,9, состав 2): *а* – карта границ зерен; *б* – карта границ специального типа

Увеличение скорости деформации до  $10 \text{ c}^{-1}$  приводит к увеличению рекристаллизованного объема (Рисунок 3.63 *a*) за счет формирования в некоторых зернах мелкой сетки субграниц (Рисунок 3.79 *б*) и значительного количества полос деформации (Рисунок 3.64 *в*, *г*), приводящих к увеличению внутренней энергии зерен, что способствует началу ДР.

Наличие  $\delta$ -феррита при температурах выше 1000°С не влияет на механизмы зародышеобразования при ДР (Рисунки 3.61  $\partial$ , *e* и 3.62  $\partial$ , *e*), деформирование при температуре 900°С со скоростью 1 с<sup>-1</sup> интенсифицирует процессы динамического возврата и затрудняет начало ДР. Увеличение скорости до 10 с<sup>-1</sup> способствует формированию полос деформации (Рисунок 3.64  $\mathcal{H}$ , 3) и началу ДР.



«выгиоание» БУГ и формирование МУГ

б

Рисунок 3.77 – Формирование рекристаллизованной структуры в стали по смешанному механизму (T<sub>деф</sub>=1000°С, 1 с<sup>-1</sup>, е=0,9, состав 1): *а* – фрагмент структуры с границами деформационного происхождения; *б* – фрагменты структуры с наличием МУГ и БУГ



Рисунок 3.78 – Формирование рекристаллизованной и субзеренной структуры в стали состава 1 ( $T_{ae\phi}$ =1000°С, e=0,9, состав 1):  $a - 1 c^{-1}$ ;  $\delta - 10 c^{-1}$ 



Рисунок 3.79 – Формирование рекристаллизованной структуры в стали состава 1 по смешанному механизму ( $T_{aeb}$ =900°C, e=0,9, состав 1):  $a - 1 c^{-1}$ ;  $\delta - 10 c^{-1}$ 

Исследование структуры после многократного двухосного сжатия со скоростью  $6 c^{-1}$  при температуре 1000°С показали, что увеличение истинной степени деформации с 0,9 до 2,2 приводит к формированию развитой субструктуры, о чем свидетельствует появление пика  $8-12^{\circ}$  на гистограмме, соответствующего среднеугловым разориентировкам (Рисунок 3.80 *в*).

Анализ микроструктуры, проведенный методом EBSD, показал, что в процессе деформации реализуются оба приведенных выше механизма зародышеобразования. При увеличении степени деформации формируется мелкая сетка мало- и среднеугловых границ, обусловливающая формирование динамически рекристаллизованных зерен в результате постепенной эволюции МУГ за счет увеличения разориентировки. В результате 100-кратной деформации при температуре 1000°С формируется рекристаллизованная структура со средним размером зерна 2–3 мкм. Также в структуре наблюдается незначительное количество выделений вторичных фаз (Рисунок 3.81 *в*).

Снижение температуры деформации до 900°С приводит к формированию при однократной деформации в основном отдельных деформационных границ, небольшого количества рекристаллизованных зерен, преимущественно на «зубчатых» границах (Рисунок 3.80 *a*), наблюдается разнозернистая структура, в крупных зернах практически отсутствует субструктура. Увеличение кратности деформации приводит к более развитой субструктуре и незначительному увеличению объема рекристаллизованной структуры, о чем говорит увеличение пиков на гистограмме, соответствующих БУГ (Рисунок 3.80).

Небольшое несоответствие распределения углов разориентировки при 50-кратной деформации связано с проведением исследования структуры на поверхности со значительно меньшей площадью.



Рисунок 3.80 – Изменение распределения углов разориентировок при многократной деформации в интервале температур 900–1000°С исследуемой стали состава 2: *а* – однократная деформация; *б* – 50-кратная деформация; *в* – 100-кратная деформация



Рисунок 3.81 – Изменение структуры исследуемой стали состава 2 при многократной деформации при температуре 1000°С: *а* – однократная деформация; *б* – 50-кратная деформация; *в* – 100-кратная деформация. Во врезках – гистограммы распределения зерен по размерам.



Рисунок 3.82 – Изменение структуры исследуемой стали стали состава 2 при многократной деформации при температуре 900°С: *а* – однократная деформация;

б – 100-кратная деформация. Во врезках – гистограммы распределения зерен по размерам.

## 3.3.4 Исследование условий образования вторичных фаз в высокопрочной азотсодержащей стали

Процессы разупрочнения при деформировании могут быть затруднены, если в структуре присутствуют дисперсные выделения. Образование дисперсных выделений непосредственно в процессе горячей деформации существенно тормозит релаксационные процессы (динамический возврат и рекристаллизация) в стали [306–308]. Наиболее благоприятными местами для образования частиц вторичных фаз являются участки с наибольшей плотностью дефектов кристаллического строения: дислокации, полосы

сдвига, ячейки и МУГ, границы зерен. Выделившиеся на дефектах частицы могут затруднять миграцию большеугловых границ и препятствовать росту зерна, сформировавшегося при ДР, а также замедлять развитие процессов МДР и СР.

В разделе 3.1.4 на Рисунке 3.18 б приведены результаты термодинамического расчета температурных интервалов образования вторичных фаз в исследуемой стали состава 1 при кристаллизации, выполненные совместно с коллегами из ИМЕТ РАН. При помощи программы Thermo-Calc построена равновесная фазовая диаграмма для исследуемой стали среднемарочного состава с переменным содержанием азота, указывающие температурные области образования различных фазовых выделений (нитридов и карбидов): NbN (~1315°C), Cr<sub>2</sub>N (~1150°C), (Cr,V,Nb)N (~1130°C), карбиды хрома типа  $M_{23}C_6(~900°C)$  [276].

Для подтверждения полученных расчетных данных по температурным интервалам образования различных вторичных фаз выполнен ряд исследований для азотсодержащей стали при помощи установки Gleeble 3800.

#### 3.3.4.1 Определение температурного и временного интервалов начала и окончания выделения вторичных фаз в зависимости от степени деформации

С целью определения влияния степени деформации до достижения пороговой степени  $\varepsilon_p$  и начала ДР (10–30%) на образование дисперсных частиц вторичных фаз проведены эксперименты для стали состава 1 [300, 309, 310] по схеме, представленной на Рисунке 3.83. Деформирование образцов при температурах 1100–900° осуществляли со скоростью 1 с<sup>-1</sup> и затем ускоренно охлаждали для фиксации структурного состояния.



Время, с

Рисунок 3.83- Схема проведения эксперимента

Металлографические исследования структуры образцов после испытаний показали, что с увеличением степени деформации с 10 до 30% происходит увеличение количества частиц вторичных фаз как в теле, так и по границам зерен. Уменьшение температуры деформации с 1100 до 900°С приводит также к увеличению количества дисперсных частиц (~ на 10%), в основном по границам зерен (Рисунок 3.84 *a*).

Проведенный анализ структуры методом электронной микроскопии показал, что в образцах, деформированных при температуре 1000°С наблюдаются частицы (Cr,Nb,V)<sub>2</sub>N размером 100–200 нм, которые располагаются как в теле, так и по границам зерен и на двойниках отжига (Рисунок 3.84  $\delta$ ), мелкодисперсные частицы типа нитрида ванадия (V)N размером 5–20 нм, располагающиеся в теле зерна на дислокациях и частицы типа Nb(C,N) размером около 50 нм. Снижение температуры деформации до 900°С приводит к дополнительному формированию крупных частиц карбидов хрома Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> размером порядка 300 нм и сложных карбидов (Рисунок 3.84 *в* и *г*).



Рисунок 3.84 – Микроструктура образцов исследуемой стали после деформации 30%: *а* – выделение частиц по границам зерен при 1000°С;

*б* – светлопольное изображение нитридов (Cr,V,Nb)<sub>2</sub>N на границе двойника отжига *в*, *г* – светлопольное изображение сложных карбидов На следующем этапе исследования деформацию проводили с более высокими степенями 40–60% при температурах 950 и 1000°С с последующей выдержкой 10 с, характерной для длительности междеформационных пауз. Деформация при температурах менее 950°С приводит к увеличению количества выделений частиц [300, 310] и затруднению рекристаллизации.

При увеличении температуры деформации до 1000°С после є=40% разупрочнение происходит без инкубационного периода. В результате выдержки после деформации 50 и 60% при 950°С степень разупрочнения увеличивается

Металлографические исследования показали, что в результате выдержки 10 с после деформирования со степенями 40–60% при температуре 950°С происходит увеличение количества выделений частиц вторичных фаз по границам деформированных зерен, а также по линиям скольжения и деформированным двойникам отжига. Цепочки частиц наблюдаются и в теле зерен. По всей видимости, эти частицы выделились по границам субзерен (Рисунок 3.85 *б*, *г*, *е*).

В результате выдержки 10 с после деформации со степенью  $\varepsilon = 40\%$  по границам деформированных зерен можно наблюдать новые мелкие зерна размером около 1– 5 мкм, в то время как при  $\varepsilon = 60\%$  новых рекристаллизованных зерен не наблюдается, плотность частиц повышена (Рисунок 3. 85 *е*, *м*). Исходя из анализа микроструктуры, можно сделать вывод, что увеличение степени деформации приводит к интенсификации процесса образования частиц и затруднению развития процесса рекристаллизации в междеформационной паузе.

При увеличении температуры деформирования до 1000°С (Рисунок 3. 85 *ж*–*м*) при последующей выдержке образование небольшого количества частиц при ε=40% происходит в основном по границам субзерен, увеличение степени деформации приводит к дополнительному образованию частиц по границам деформированных зерен (Рисунок 3.85 *м*), которые не вносят существенный вклад в замедление процессов рекристаллизации [278, 300, 310].



Рисунок 3.85 – Микроструктура стали состава 1 после деформации 40, 50 и 60% и последующей изотермической выдержки в течение 10 с и без выдержки: *a*–*e* – 950°С; *ж*–*м* – 1000°С [278, 300]

#### 3.3.4.2 Определение температурных интервалов начала и окончания выделения вторичных фаз при охлаждении

Одним из параметров термической и термодеформационной обработки является скорость охлаждения после окончания процесса, а также максимальное значение температуры окончания ускоренного охлаждения. Ранее в работе [311] проводили исследование влияния скорости охлаждения азотсодержащей стали в интервале 1100–800°С на интенсивность образования дисперсных частиц. В результате было рекомендовано при проведении термомеханической обработки проводить охлаждение со скоростью выше 5°С/мин в интервале температур 1100–800°С. Однако эти исследования были выполнены для металла электрошлакового переплава после высокотемпературной термообработки.

Для изучения влияния степени предварительной деформации на образование частиц в исследуемой стали проводили исследования при помощи дилатометра DIL805 фирмы BÄHR-Thermoanalyse. Образцы нагревали до 1200°С, выдерживали в течение 10 мин, затем часть образцов охлаждали без деформации или со скоростью 5°С/с до температуры 1000 или 1050°С, деформировали при заданной температуре до степени 10, 20 и 30%, после испытаний все образцы охлаждали со скоростью 5°С/с до температуры 400°С и далее до комнатной без регламентации скорости охлаждения. Исследования показали (Рисунок 3.86 *a*), что температура начала образования предположительно нитридов ванадия и ниобия (Nb,V)N составила ~1015–1020°С, температуры начала образования ~850–860°С. Деформирование приводит к повышению температуры начала образования частиц до 1040°С, а также к расширению температурного интервала их выделения до ~410–450°С в зависимости от степени деформации. (Рисунок 3.86 *б*). По всей видимости, ниже температуры 700°С происходит слабо выраженное образование карбидов хрома типа  $M_{23}C_6$ , стимулированное деформацией [276].



Рисунок 3.86 – Дилатометрические кривые, полученные для высокопрочной азотсодержащей стали с последующим охлаждением со скоростью 5°С/с: *а* – без деформации; *б* – после деформации 30% при температуре 1050°С

Проведенные металлографические исследования (Рисунок 3.87) показали, что повышение степени деформации от 10 до 30% приводит к увеличению среднего содержания вторичных фаз на 10 и 20% соответственно. В образцах без деформации наблюдается незначительное количество дисперсных выделений.



Рисунок 3.87 – Микроструктура азотсодержащей стали после деформации и последующего охлаждения со скоростью 5°С/с: *а* – после деформации 20%; *б* – после деформации 30%

Следует отметить, что проведенные подобные исследования для стали состава 3, содержащего δ-феррит, показали аналогичные температурные интервалы образования вторичных фаз при медленном охлаждении, исследование микроструктуры также не выявило особенностей формирования дисперсных карбонитридов и других вторичных фаз.

Из вышесказанного следует, что для минимизации образования частиц, которые могут отрицательно сказаться на механических и коррозионных свойствах исследуемой стали, необходимо проводить ускоренное охлаждение до температуры не выше 400°С.

#### 3.4 Исследование процессов структурообразования, происходящих в стали при термической обработке

#### 3.4.1 Влияние степени предварительной деформации и температуры выдержки при термической обработке на процессы, происходящие в стали

Для определения температурных интервалов растворения вторичных фаз (нитридов, карбидов и карбонитридов) при нагреве проведены соответствующие исследования при помощи высокоскоростного дилатометра DIL 805. Образцы нагревали со скоростью 3°С/с до температуры 1200°С, по полученным данным построены дилатометрические кривые

нагрева образцов, анализ которых показал, что основной температурный интервал растворения выделившихся частиц лежит в диапазоне 970–1200°С [309, 310].

С целью исследования влияния степени предварительной горячей деформации на релаксационные процессы, происходящие при последующей термической обработке (TO) на универсальном пластометре Gleeble 3800 проведено моделирование технологических режимов для стали состава 1. При этом для имитации деформированной структуры, последних проходах. образцы ИЗ азотсодержащей формирующейся на стали предварительно деформировали со степенями деформации 15 и 30% со скоростью 1 с<sup>-1</sup> при температуре 1000°С, после чего охлаждали с скоростью 15°С/с для фиксации структуры и затем повторно нагревали со скоростью 3°C/с до необходимой температуры. Проводили выдержку в соответствии с режимами, представленными в Таблице 3.16, после этого также осуществляли ускоренное охлаждение со скоростью 15°С/с.

Температура ТО, °С	Время изотермической выдержки, с
000	300
900	600
050	300
930	600
1000	300
1100	300
1200	300

Таблица 3.16 – Режимы имитационной термической обработки

Исследование микроструктуры стали показали, что выдержка при температуре 900 и 950°С в течение 300 с (0,5 мин/мм) приводит к выделению цепочек частиц вторичных фаз, располагающихся преимущественно по границам зерен, причем количество частиц при увеличении температуры выдержки до 950°С уменьшается незначительно. Увеличение времени выдержки до 600 с (1 мин/мм) и степени предварительной деформации с 15 до 30% приводит к увеличению количества выделений вторичных фаз и дополнительному их образованию в теле зерен и на линиях деформации.

Увеличение температуры выдержки до 1000°С после деформации 15% приводит к формированию мелких рекристаллизованных зерен размером 1–5 мкм по границам исходных деформированных зерен, при этом объем рекристаллизованной структуры не превышает 1%. Увеличение степени деформации до 30% способствует увеличению объема рекристаллизованной структуры до 10%. Частиц вторичных фаз как в теле зерна, так и по границам зерен и двойников не наблюдается.

Выдержка при температуре 1100°С после деформации 15% приводит к увеличению объема рекристаллизованных зерен до 10%. Увеличение степени предварительной деформации до 30% способствует развитию и завершению СР в течение 300 с. Кроме того, в структуре наблюдается разнозернистость, связанная, по всей видимости, с началом собирательной рекристаллизации: одновременно с рекристаллизованными зернами размером 5–50 мкм наблюдаются крупные зерна (~200 мкм) с ровными тонкими границами и двойниками отжига в теле зерен.

При температуре испытания 1200°С формируется структура, состоящая из крупных равноосных зерен размером более 200 мкм с двойниками отжига. В теле зерен наблюдается незначительное количество дисперсных частиц.

Дополнительные исследования структуры стали методом EBSD-анализа и электронной микроскопии показали, что в результате изотермической выдержки при 1000°С в структуре наряду с зернами с практически совершенной кристаллической структурой наблюдаются зерна с высоким уровнем наклепа, в которых значение GAM (Grain Average Missorientation – средняя разориентация в зерне – является разориентацией между каждой соседней парой точек данных в пределах зерна) составляет несколько градусов, что указывает на начало процесса рекристаллизации при температуре 1000°С (Рисунок 3.88 *a*).

Исследования структуры методом ПЭМ стали выявили наличие вытянутых субзерен шириной 150 нм (Рисунок 3.88  $\delta$ ), в которых наблюдается высокая плотность дислокаций порядка 4<sup>·10<sup>10</sup></sup> см<sup>-2</sup>, соответствующая состоянию наклепа, а также рекристаллизованные зерна размером от 2 до 5 мкм, окруженные деформированной структурой (Рисунок 3.88  $\epsilon$ ).

В структуре наблюдаются дисперсные частицы, идентифицированные как VN и Cr<sub>2</sub>N, размер которых составляет менее 10 нм, располагающиеся как отдельными частицами, так и в виде цепочек внутри полосовой структуры или по границам ячеек. По границам деформированных зерен наблюдаются более крупные частицы VN размером около 1–1,5 мкм [278, 309, 310].

Анализ карты GAM для выдержки при температуре 1100°С показал наличие однородной структуры, характерной для состояния реализации полного процесса СР (Рисунок 3.88 *г*). Исследования тонкой структуры позволили обнаружить на фоне рекристаллизованной структуры (Рисунок 3.88 *д*) наличие участков полигонизованной структуры (Рисунок 3.88 *е*).



Рисунок 3.88 – Микроструктура исследуемой стали состава 1 после предварительной деформации 30% и последующей выдержки при различных температурах: *a*–*e* – 1000°C; *г*–*e* – 1100°C

Анализируя полученные результаты, можно сделать вывод, что при температурах выше 1000°С осуществляется процесс статической рекристаллизации. Увеличение степени предварительной деформации и температуры выдержки приводит к интенсификации этого процесса. Выдержка при температуре 1200°С приводит к реализации СР в полном объеме и последующему росту зерна [309, 310].

## 3.4.2 Исследование влияния температуры выдержки при термической обработке на изменение содержания и морфологии δ-феррита

В разделе 3.2.3 приведены результаты проведения термической обработки модельной стали П2 после горячей деформации образцов, изготовленных из лабораторного слитка. В результате выдержки при 1060°C в течение 100 мин (10 мм/мин) количество δ-феррита уменьшилось с максимальных 5,6% до минимальных 0,07%. Однако процессы, происходящие в стали при выдержке, не уточнялись.

С целью изучения процессов превращения δ-феррита в исследуемой стали состава 3 при высокотемпературной выдержке в диапазоне температур 900–1200°С совместно с учеными ИФМ УрО РАН [312] проведены исследования изменения удельной намагниченности образцов стали состава 3 в процессе нагрева, а также микроструктуры после выдержки. Время выдержки составляло 1 час (6 мм/мин), кроме того, для создания условий полной реализации процесса, охлаждение проводили на воздухе.

Полученные результаты изменения удельной намагниченности представлены в Таблице 3.17, из них видно, что резкое снижение магнитности происходит при температурах 900 и 1000°C в условиях полного превращения δ-феррита.

Таблица 3.17 – Изменение удельной намагниченности M<sub>S</sub> и содержание δ-феррита в образцах исследуемой стали в результате выдержки при 900–1200°С

Температура отжига, °С	900	1000	1100	1200
Ms, Гс см <sup>3</sup> г <sup>-1</sup>	0,02	0,025	5,9	6,6
% б-фазы	0,011	0,014	3,3	3,7

Электронно-микроскопические исследования микроструктуры стали показали, что 1200 1100°C выдержка при приводит к частичному И распаду δ-феррита, при этом внутри него образуются частицы (пластины) неферромагнитной фазы (Рисунок 3. 89 а и б). Образование у-фазы сопровождается развитием диффузионных процессов, вызывающих перераспределение легирующих элементов и искривление межфазных границ б-феррит/аустенит (Рисунок 3.89 б). Частичное превращение б-феррита подтверждается уменьшением его содержания ДО 3,7 и 3,3% соответственно (Таблица 3.17).

Снижение температуры выдержки до 900–1000°С приводит к полному распаду  $\delta$ феррита в течение выдержки и последующего охлаждения (Таблица 3.17) с образованием смеси  $\gamma$ - и  $\sigma$ -фаз с примерно равным соотношением объемов (Рисунок 3. 89 *в*, *г*). Превращение  $\delta$ -феррита при этих температурах выдержки происходит по прерывистому механизму, в результате которого происходит образование перлитоподобных колоний чередующихся пластин  $\gamma$ - и  $\sigma$ -фаз (Рисунок 3. 89 *в*, *г*). Необходимое перераспределение хрома (с обогащением  $\sigma$ -фазы и обеднением аустенита) усиливается ускоренной диффузией по границам растущих колоний [312].

Кроме того, наряду с протекающими превращениями δ-феррита в стали состава 3, выдержка и последующее охлаждение при 1200–1100°С в течение указанных выше условий приводит практически к полному завершению процесса рекристаллизации. При выдержке 1000°С в стали частично сохраняется субзеренная структура с высокой плотностью дислокаций.



Рисунок 3.89 – Электронно-микроскопические изображения структуры исследуемой стали состава 3 после выдержки при различных температурах: *a* – 1200°С, поперечное сечение вытянутых ограненных частиц γ-фазы внутри δ-феррита; *б* – 1100°С, пластины γ-фазы видманшетова типа внутри δ-феррита; *в* – 1000°С, пластины γ- и σ-фаз; *г* – 900°С, пластины γ- и σ-фаз [312]

#### ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 3

1. Сравнительные исследования механизмов кристаллизации исследуемой азотсодержащей стали, выявили следующие особенности:

– в случае кристаллизации через δ-феррит в структуре слитка наблюдается более высокая (в 2–3 раза) химическая неоднородность как феррито- (хром и молибден), так и аустенитообразующих (никель и марганец) элементов, чем в стали, кристаллизующейся через аустенит, которая обусловлена разной растворимостью и диффузионной подвижностью этих элементов в аустените и δ-феррите;

 – дендритная структура при кристаллизации через аустенит имеет следующие особенности: единый дендрит со свойственной только ему кристаллографической ориентацией располагается внутри отдельного аустенитного зерна. При кристаллизации через δ-феррит в центре дендритных осей наблюдается феррит, при этом ось первого

порядка одного дендрита проходит по телу нескольких аустенитных зерен, сформировавшихся после кристаллизации;

– в случае кристаллизации через  $\delta$ -феррит формируется структура с меньшим размером зерна (150–200 мкм), при этом скорость охлаждения в диапазоне 2–50°С/с практически не влияет на их размер. При кристаллизации через аустенит размер зерна в зависимости от скорости охлаждения отличается в 2 раза (415 мкм при 2°С/с и 180 мкм при 50°С/с).

2. Установлено, что сталь марки 04Х20Н6Г11М2АФБ в рамках марочного состава:

– кристаллизуется по механизму Феррит/Аустенит (ФА): Ж  $\rightarrow$  Ж+ $\delta$ -Ф  $\rightarrow$  Ж+ $\delta$ -Ф+А  $\rightarrow$   $\delta$ -Ф+А  $\rightarrow$  А;

в зависимости от концентрации легирующих элементов может содержать остаточный δ-феррит при комнатной температуре вследствие того, что в четверти всех возможных композиций легирования невозможно достичь полного превращения δ-феррита при охлаждении твердой стали.

3. Показано, что в зависимости от соотношения  $Cr_{3KB}$  и  $Ni_{3KB}$  содержание  $\delta$ -феррита при кристаллизации и последующем охлаждении существенно различается. Увеличение соотношения эквивалентов  $Cr_{3KB}$  и  $Ni_{3KB}$  приводит к увеличению количества  $\delta$ феррита, образующегося при кристаллизации. При этом уменьшение содержания азота с 0,45 до 0,38% не влияет на количество образующегося  $\delta$ -феррита при кристаллизации. Повышение в стали концентрации Ni с 5 до 8% при одновременном снижении концентрации Cr с 21 до 19% приводит к:

– снижению количества б-феррита, образующегося в температурном интервале  $T_L\!-\!T_S;$ 

– повышению  $T_S$ , и, соответственно, сужению интервала  $T_L - T_S$  ( $\Delta T_\delta$ ).

4. На основании расчетов и исследования микроструктуры составов азотсодержащей стали с различным содержанием основных легирующих элементов уточнены границы области на модифицированной диаграмме Шеффлера – Шпайделя, с кристаллизацией через δ-феррит, и оптимизированы интервалы соотношения Cr<sub>экв</sub>/Ni<sub>экв</sub> в рамках регламентируемого химического состава, которые можно описать уравнением:

 $Ni_{_{3KB}} = (-5,6+0,97Cr_{_{3KB}}) \pm 1$ , при содержании  $Ni - 6,0 \div 8,0\%$  и  $Mn - 11,0 \div 12,0\%$ .

5. Установлено влияние механизмов кристаллизации на изменение дендритного рисунка и гомогенизацию азотсодержащей стали в литом состоянии при нагреве и выдержке перед горячей деформацией:

 при кристаллизации через аустенит в результате выдержки сохраняется четкая дендритная структура, как и в исходном состоянии;

 при кристаллизации через б-феррит дендритная структура практически не сохраняется в процессе выдержки.

Чем выше соотношение Cr<sub>экв</sub> и Ni<sub>экв</sub>, тем больше изменяется дендритная структура вследствие изменения химической неоднородности в стали:

 в случае кристаллизации через аустенит характер распределения легирующих элементов практически не изменился;

– в случае кристаллизации через δ-феррит в процессе выдержки происходит перераспределение ферритообразующих элементов (хрома и молибдена) в зоне расположения δ-феррита, характер распределения аустенитообразующих элементов (Ni и Mn) изменяется незначительно. Вследствие большего коэффициента диффузии в δ-феррите, хром и молибден из обогащенных ими при кристаллизации осей дендритов устремляются в обедненные области аустенита, приводя к выравниванию содержания легирующих элементов по сечению.

6. Установлено, что наличие δ-феррита (менее 7%) при температурах горячей деформации 1150–1050°С в стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ в литом состоянии способствует началу динамической рекристаллизации при меньших значениях максимального напряжения течения, необходимых для достижения пороговой степени деформации, чем в стали без δ-феррита. Динамическая рекристаллизация в стали с δ-ферритом протекает в более полном объеме, благодаря наличию дополнительных центров рекристаллизации, при этом формируется однородная зеренная структура.

Влияние наличия δ-феррита в исследуемой стали в литом состоянии на характеристики сопротивления деформации, а также сами зависимости между этими характеристиками однозначно не выявлены. Можно отметить только некоторые тенденции:

 при температуре деформации 1050°С чем более дисперсной является исходная структура, тем большее значение е<sub>р</sub> требуется для инициации процесса рекристаллизации, при других температурах такой зависимости не прослеживается;

– при увеличении скорости деформации до 1 с<sup>-1</sup> доля кристаллизованного объема уменьшается.

7. Показана обобщенная схема формирования рекристаллизованной структуры исследуемой стали при деформировании азотсодержащей стали в литом состоянии в зависимости от механизма кристаллизации и фазового состава:

 при кристаллизации через аустенит источником зарождения новых зерен служат в основном оси деформированных дендритов, причем чем крупнее дендрит и менее искажена область вдоль него, тем более затруднено начало динамической рекристаллизации; – при кристаллизации через  $\delta$ -феррит вследствие разного сопротивления деформированию аустенита и  $\delta$ -феррита формируются локализованные области с сильным напряжением по границам раздела, на которых образуются зародыши новых зерен аустенита. Кроме того, при температуре 1100°C деформация стимулирует  $\delta \rightarrow \gamma$ -превращение и образование зародышей зерен аустенита.

8. Результаты сравнительных исследований влияния литой структуры, сформированной по различным механизмам кристаллизации, на технологичность стали при последующей горячей деформации позволяют сделать вывод о положительном влиянии δ-феррита на горячую пластичность исследуемой стали. Кроме того, литая структура, сформированная через аустенит более склонна к образованию волокнистой структуры, приводящей к анизотропии свойств.

9. Установлено, что понижение температуры деформации в деформированной заготовке (образцы из листового проката) с 1200° до 800°С для составов 1 и 2 приводит к увеличению сопротивления деформации в 4–10 раз. Динамическая рекристаллизация происходит при температурах не ниже 900°С, при этом увеличение скорости деформации с 0,1 до 10 с<sup>-1</sup> приводит к увеличению пороговой деформации в интервале температур 1200–1000°С. При температуре 900°С скорость деформации в диапазоне 1–10 с<sup>-1</sup> не <sup>°</sup>влияет на значения пороговой степени, снижение скорости приводит к затруднению ДР и преобладанию процессов динамического возврата.

10. Определены оптимальные температурно-деформационные условия начала динамической рекристаллизации в зависимости от скоростей деформации, соответствующих технологическим операциям ковки и прокатки:

– при скорости деформации 0,1 с<sup>-1</sup> (ковка на прессе) в интервале температур 1200–1100°С динамическая рекристаллизация начинается при наименьшей пороговой деформации: около 10–15% для стали в литом состоянии (образцы из слитка) и 20–25% для деформированном (образцы из листового проката);

– при скорости деформации  $1 \text{ c}^{-1}$  (прокатка на листовом стане) для начала динамической рекристаллизации для литого состояния оптимальной температурой является  $1100^{\circ}$ С, при которой степени пороговой деформации динамической рекристаллизации внутри и на поверхности слитка примерно одинаковы и составляют около 30-35%. В случае прокатки предварительно деформированной заготовки оптимальным интервалом является  $1200-1100^{\circ}$ С, в котором пороговая деформация имеет наименьшие значения 25-35%;

– при скорости деформации 10 с<sup>-1</sup> (прокатка на сортовом стане) рекомендуемым температурным интервалом является 1200–1100°С с минимальной пороговой степенью деформации динамической рекристаллизации 35–37%.

В промышленных условиях, исходя из возможностей оборудования обработки металлов давлением, начальную стадию горячей деформации стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ обычно проводят с обжатиями 5–20% за проход в зависимости от технологической операции, поэтому реализация процесса динамической рекристаллизации возможна в случае накопления необходимой степени  $\varepsilon_p$  при дробной деформации.

11. Определено влияние термодеформационных параметров на реализацию постдеформационной статической рекристаллизации для стали марки 04X20H6Г11M2AФБ и установлены основные параметры статической рекристаллизации:

– инкубационный период τ<sub>0</sub> составляет интервал 0,6–2 с в зависимости от температуры и степени деформации;

– нижний температурный порог рекристаллизации  $T_{n.p.}$  при  $\varepsilon = 10\%$  составляет 1000°С, при  $\varepsilon = 20$  и 30% – 950°С;

– время завершения статической рекристаллизации  $\tau_p$  составило около 1000 с при  $\epsilon < 30\%.$ 

Кроме того, при увеличении степени и снижении температуры деформации наблюдается увеличение количества выделений вторичных фаз (типа (Cr,Nb,V)<sub>2</sub>N, Nb(C,N)) по границам зерен при постдеформационной выдержке, что приводит к дополнительному замедлению процессов рекристаллизации.

12. Показано, что наличие  $\delta$ -феррита в структуре исследуемой стали не влияет на параметры статической рекристаллизации при температурах выше 1000°С. При выдержке происходит рекристаллизация только в аустенитной структуре, в  $\delta$ -феррите формируется развитая субструктура. При температуре 900°С в процессе выдержки происходит распад  $\delta$ -феррита с образованием смеси ( $\gamma$ + $\sigma$ )-фаз и интенсификация выделений карбонитридов хрома.

13. Определен температурный интервал образования выделений вторичных фаз при охлаждении, который составляет  $1020-850^{\circ}$ С. Деформация приводит к повышению температуры начала образования вторичных фаз до  $1040^{\circ}$ С, а также к расширению температурного интервала их выделения до  $410-450^{\circ}$ С в зависимости от степени деформации. Рекомендовано проводить ускоренное охлаждение после окончания горячей деформации до температуры не выше  $400^{\circ}$ С и далее на воздухе для уменьшения термических напряжений.

14. Показано влияние температуры, степени и дробности деформации на прохождение релаксационных процессов. Установлено, что деформирование со степенью дробной деформации 10% затрудняет динамическую рекристаллизацию, но способствует интенсивному развитию постдеформационных процессов после накопления деформации свыше 40%. Интенсивное выделение вторичных фаз при этом наблюдается при

температурах ниже 950°С. Увеличение степени дробной деформации до 20% приводит к развитию динамической рекристаллизации и к интенсивному образованию дисперсных частиц даже при температуре выше 1000°С.

15. В зависимости от схемы дробного деформирования динамическая рекристаллизация проходит с различной степенью и приводит к разной интенсивности прохождения постдеформационных процессов при последующей выдержке. При этом чем менее интенсивно на первом этапе (около 40% суммарной степени горячей деформации) будут происходить процессы разупрочнения в междеформационных паузах, тем выше будет накопленная энергия и сформируется более равномерная структура при последующей междеформационной паузе.

16. Показано, что формирование рекристаллизованной структуры в стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ при многопроходной деформации происходит преимущественно за счет динамической и метадинамической рекристаллизации, вклад статической рекристаллизации минимален.

17. Высказано предположение о механизме образования рекристаллизованных зерен в зависимости от температуры деформации. При температуре выше 1100°C образование зародышей новых зерен происходит только по границам исходных деформированных зерен за счет выгибания и последующей миграции исходных границ. Снижение температуры деформации приводит к образованию зародышей также за счет формирования субзерен (обычно с углом разориентировки до 5°) и последующим увеличением угла разориентировки вплоть до формирования БУГ.

18. Установлены закономерности формирования структуры стали при термической обработке и рекомендованы температурные интервалы ее проведения, позволяющие целенаправленно получать заданную структуру и соответствующие свойства стали за счет:

- статического возврата при температуре 1000°С;

- статической рекристаллизации в температурном интервале 1050-1100°С;

– собирательной рекристаллизации при температуре выше 1100°С.

Исследование влияния температуры выдержки при термической обработке на превращение δ-феррита показало, что выдержка при 1200–1100°С приводит к частичному распаду δ-феррита и образованию γ-фазы. Снижение температуры выдержки до 900–1000°С обусловливает полный распад δ-феррита с образованием смеси γ- и σ-фаз с примерно равным соотношением объемов.

#### ГЛАВА 4. РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА ПОЛУФАБРИКАТОВ ИЗ ВЫСОКОПРОЧНОЙ АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ СТАЛИ

Одной из важных задач создания надежных изделий и металлических конструкций является разработка контролируемых технологических процессов производства сталей, которые обеспечивают стабильное получение механических свойств в серийном производстве. В работах [177, 248, 251, 255] представлены результаты исследований влияния режимов горячей прокатки, проведенной в лабораторных условиях, на структуру и упрочнение азотсодержащей стали 04Х20Н6Г11М2АФБ. При этом в основном показано влияние температуры начала и окончания прокатки и общей суммарной деформации. В работах [248, 255] установлены зависимости формируемой микроструктуры (плотность дислокаций и частиц, тип субструктуры) от температуры конца прокатки. Однако при больших значениях е (более 0,1), реализуемых при горячей деформации, необходимо рассматривать процессы структурообразования на мезоуровне [174, 215], которые и отвечают за формирование конечной структуры и свойств стали.

Настоящая глава посвящена разработке технологических режимов изготовления различных полуфабрикатов из исследуемой стали с учетом имитационного моделирования и особенностей существующего промышленного оборудования металлургических заводов. Необходимо учитывать энергосиловые параметры промышленного оборудования, которые позволяют реализовать конкретное сочетание температуры, скорости и максимальной степени дробной деформации, а также обеспечить необходимые условия охлаждения после окончания горячей деформации.

Как было упомянуто в главе 1, ВТМО зависит от многих параметров, и регламентация только температуры начала и окончания прокатки, а также суммарной степени деформации не позволяет стабильно обеспечить полное протекание процессов рекристаллизации и получать необходимую однородную изотропную структуру. При реализации различных технологических схем ВТМО можно создавать условия для начала, развития и завершения рекристаллизации или осуществлять только наклеп исходной структуры за счет формирования дислокационной или фрагментированной структуры. Поэтому при одних и тех же значениях суммарной степени деформации и аналогичном температурном интервале можно получить различную структуру стали, которая не всегда будет обеспечивать требуемые механические свойства. Как было отмечено выше, изготовление опытных партий листового проката из стали марки 04X20H6Г11M2AФ показало, что при приблизительно одинаковых значениях температуры начала и конца прокатки механические свойства листового проката существенно различаются и существующая технология не позволяет стабильно обеспечивать получение требуемого уровня механических свойств, что приводит в случае получения пониженных характеристик к отбраковке металла, а в случае получения повышенных характеристик к дополнительной операции при изготовлении – термообработке. Кроме того, листовой прокат, обладавший удовлетворительными механическими свойствами, часто имеет разнозернистую структуру, сформировавшуюся в результате прохождения частичной динамической рекристаллизации, обусловливающую анизотропию свойств в продольном и поперечном направлениях.

В главе 3 на основании проведенных исследований влияния различных термодеформационных параметров (скорости, температуры, степени дробной деформации и др.) на формирование структуры высокопрочной азотсодержащей аустенитной стали установлены конкретные закономерности, сформулированы научно-технологические принципы управления структурообразованием, происходящим в стали при горячей деформации и последующей термической обработке, и даны рекомендации по обоснованию и выбору оптимальных технологических режимов изготовления полуфабрикатов, позволяющих создавать заданную структуру за счет:

– накопления пороговой деформации, необходимой для начала ДР и развития МДР (не менее 40%), при этом дробная деформация ~10–15% затрудняет начало динамической рекристаллизации, но способствует развитию последующих постдеформационных процессов. Увеличение степени дробной деформации до 20% на этом этапе приводит к более раннему началу ДР (раздел 3.3.2.2);

 – развития и завершения рекристаллизации преимущественно по механизму МДР, при этом обеспечивается формирование однородной структуры с размером зерна 15–30 мкм.

Также показано положительное влияние содержания δ-феррита до 6–7% в исследуемой стали на ее технологичность и реализацию процесса рекристаллизации при горячей деформации. Однако наличие δ-феррита снижает значения ударной вязкости и трещиностойкость стали.

Таким образом, целью работы, поставленной в главе 4, является разработка рациональных режимов ВТМО и последующей ТО высокопрочной азотсодержащей стали, обеспечивающих стабильное получение требуемых механических свойств, и их адаптация к промышленным условиям на основе полученных закономерностей формирования структуры в процессе технологических переделов.

Для реализации поставленной цели необходимо было решить следующие задачи:

 провести имитационное моделирование на лабораторном оборудовании и разработать режимы горячей деформации применительно к конкретным промышленным условиям получения полуфабриката;

 опробовать оптимальные режимы термомеханической обработки при изготовлении полуфабрикатов из стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ в промышленных условиях;

 систематизировать полученные данные и установить корреляционные зависимости между различными параметрами технологических процессов, формируемой структурой стали и свойствами полуфабрикатов;

 – разработать технологии изготовления поковок, листового и профильного проката из высокопрочной азотсодержащей стали.

Подтверждение ценности практических рекомендаций по технологическим режимам производства листового проката из азотсодержащей стали представлено в главе 6, посвященной анализу влияния эксплуатационных нагружений на изменение свойств.

#### 4.1 Разработка технологии производства листового проката из азотсодержащей стали в толщинах от 20 до 45 мм

Технология изготовления листового проката состоит из нескольких этапов. Первым этапом после выплавки и разливки стали является операция ковки слитков на брамы, которые далее подвергаются горячей деформации на прокатном стане. Целью проведения ковки является формирование в процессе деформации рекристаллизованной однородной структуры. Ковка стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ на брамы обычно проводится на прессе усилием 3200 тн. Следующим этапом производства листового проката является прокатка брам, которая осуществляется со скоростью порядка 1 с<sup>-1</sup>. В зависимости от требуемого сортамента прокатка может проходить в несколько этапов с изготовлением промежуточной заготовки для последующего изготовления листового проката.

## 4.1.1 Имитационное моделирование отдельных стадий термомеханической обработки применительно к оборудованию стана «5000» ПАО «Северсталь»

Технологическая линия стана оснащена следующим основным оборудованием:

– автоматизированным комплексом термического оборудования, состоящего из пяти камерных печей и одной проходной печи, которые позволяют нагревать металл перед деформацией в температурном диапазоне 750–1300°С;

 – камерой гидросбива, предназначенной для удаления с поверхности слитков и слябов печной окалины водой под высоким давлением;

автоматизированной реверсивной клетью кварто, оснащенной компьютерной моделью прокатки. По энергосиловым параметрам стан характеризуется большим моментом прокатки 2x5,82 МН\*м и усилием 90 МН;

– установкой контролируемого охлаждения – УКО и другим оборудованием

При разработке термодеформационных режимов изготовления листового проката необходимо учитывать при каких режимах деформации заготовки можно производить прокатку, при этом не превышая максимально допустимые значение энергосиловых параметров стана (усилия и момента прокатки). Проведенные расчеты допустимых обжатий для широкого спектра марок сталей, а также многолетний опыт эксплуатации стана «5000» показали, что при температурах деформации 1050–1200°С максимальные обжатия на первых проходах не должны превышать 6–8% для исследуемой стали.

С учетом этих условий и экспериментальных данных, представленных в главе 3, при помощи симулятора Gleeble 3800 на стали состава 2 (аустенит+ 1% δ-феррита) проведено имитационное моделирование первой стадии прокатки для изучения процессов, происходящих в междеформационных паузах, соответствующих реальным условиям проведения прокатки по режимам, представленным на Рисунке 4.1 *a* [313].

Металлографические исследования микроструктуры образцов после моделирования показали, что за 4 прохода при дробном деформировании 7% с общей накопленной деформации ~25% при температуре 1100°C начинается ДР (Рисунок 4.2 *a*), при постдеформационной паузе 10 с происходит незначительная МДР (Рисунок 4.2 *б*).

На основании полученных результатов для дальнейшего эксперимента для первой стадии в качестве исходной выбрана температура 1100°С, обеспечивающая формирование необходимой структуры.

Снижение температуры деформации до 1050°С на первой стадии приводит к образованию «зубчатых» границ, формированию небольшого количества (~5%) мелких рекристаллизованных зерен с размером до 5 мкм по границам исходных зерен размером 70–150 мкм (Рисунок 4.2 в) и развитой субструктуры, обусловленной развитием динамического возврата. При последующей выдержке 10 с объем рекристаллизованных зерен незначительно увеличивается (Рисунок 4.2 г), в нерекристаллизованных зернах происходит коалесценция границ субзерен.



Рисунок 4.1 – Режимы имитационного моделирования: *а* – имитация первой стадии прокатки («черновая» стадия); б и *в* – имитация «черновой» стадии + «чистовая» стадия [313]



Рисунок 4.2 – Микроструктура стали состава 2 после моделирования «черновой» стадии прокатки: *а* и *б* – 1100°С; *в* и *г* – 1050°С Степень деформации – 4 прохода по 7% [313]

Обычно при производстве толстолистового проката количество проходов при ВТМО в зависимости от толщины исходной заготовки и требуемой конечной толщины листа может составлять от 15 до 40. Поскольку возможности универсального комплекса Gleeble 3800 и геометрия испытуемых образцов имеет ряд ограничений и не позволяют в полной мере провести имитацию полного технологического режима, для имитации второй стадии прокатки проводили дробную деформацию со степенями 10 и 20% (являющимися допустимо возможными и характерными обжатиями) при температуре 1050°С и междеформационной паузе 10 с. Общая степень деформации на I и II стадиях составила ~52–53% (Рисунок 4.1 б и в).

Металлографические исследования показали, что на второй стадии дробная деформация 10% в каждом проходе приводит к дальнейшему накоплению деформации, обусловливающее развитие преимущественно процесса МДР. Объем рекристаллизованных зерен размером 3–20 мкм составляет ~ 40% (Рисунок 4.3 *a*), при последующей выдержке в течение 10 с объем рекристаллизованных зерен увеличивается до 85%, размер зерен составляет 3–30 мкм. Также в структуре наблюдаются исходные деформированные зерна размером около 100–150 мкм (Рисунок 4.3 *б*).

Увеличение дробной деформации до 20% при сохранении общей деформации на I и II стадиях ~52–53% приводит к началу и развитию преимущественно ДР и большему объему рекристаллизованной структуры (~ 70%), в результате формируются зерна со средним размером 5–40 мкм (Рисунок 4.3 *в*), последующая выдержка незначительно увеличивает объем рекристаллизованной структуры (до 80%) (Рисунок 4.3 *г*). Таким образом, дробная деформация 10% приводит к формированию структуры с меньшим размером зерна (3–30 мкм), обусловленную наличием большего количества центров рекристаллизации, созданных в результате деформации.

Моделирование температурно-деформационных режимов последних проходов перед уходом в УКО, осуществляли в температурном интервале 1000–900°С Режимы испытаний представлены на Рисунке 4.4.

Последующие металлографические исследования показали, что деформация в интервале температур 1000–950°С с дробной деформации 5% (суммарная деформация ~14%) и выдержка 15 с приводит, в основном, к формированию развитой субструктуры и незначительному выделению дисперсных частиц по границам субзерен.


Рисунок 4.3 – Микроструктура азотсодержащей стали состава 2 после моделирования I и II стадий прокатки: *а* и *б* – 4 прохода по 10% ( $\varepsilon_{\text{общ}} \sim 53\%$ ); *в* и *г* – 2 прохода по 20% ( $\varepsilon_{\text{общ}} \sim 53\%$ ) [313]





Наблюдаются мелкие рекристаллизованные зерна, свидетельствующих о начале рекристаллизации. Увеличение времени выдержки до 60 с способствует развитию статической рекристаллизации и полигонизации, в результате которых снижается искажение зерен (Рисунок 4.5  $\delta$ ). При дробной деформации 3% количество выделений вторичных фаз снижается. При выдержке 60 с развивается небольшая СР (Рисунок 4.5 c), а также полигонизация и возврат, которые практически не влияют на искажение. Снижение

температуры деформации до 950–900°С приводит образованию большего объема крупных дисперсных выделений по границам зерен и субзерен, рекристаллизация не происходит. Выдержка 60 с после деформации способствует развитию полигонизации и возврата.



Выдержка 15 с



Выдержка 60 с



Выдержка 15 с



Выдержка 60 с

Рисунок 4.5 – Микроструктура стали состава 2 после моделирования температурного интервала окончания термодеформационной обработки: *а* и *б* – 3 прохода по 5%; *в* и *г* – 5 проходов по 3%, температура 1000–950°С; *а*, *в* – выдержка после деформации 15 с; *б*, *г* – выдержка после деформации 60 с [313]

### 4.1.2 Реализация различных режимов термомеханической обработки стали на оборудовании стана «5000» ПАО «Северсталь»

Исходя из полученных результатов имитационного моделирования, учитывая предыдущий опыт изготовления азотсодержащей стали, а также реальные возможности оборудования стана «5000» ЛПЦ-З ПАО «Северсталь» при последующей разработке технологических режимов изготовления листового проката основывались на следующих положениях:

– горячую деформацию условно можно разделить на три стадии: начальную («черновую»), основную («чистовую») и заключительную.

– при скорости деформации 1 с<sup>-1</sup>, соответствующей скорости деформации при прокатке на толстолистовых прокатных станах, наименьшее сопротивление деформации стали наблюдается при 1200°С; с понижением температуры сопротивление возрастает, сталь становится менее пластичной. При существующем на стане «5000» ПАО «Северсталь» расположении оборудования температура начала прокатки обычно составляет для аустенитной стали 1080–1130°С в зависимости от толщины заготовки.

– дробность деформации со степенью обжатия до 10% при температуре 1100–1050°С на первой стадии прокатки в сочетании с междеформационными паузами обеспечивает накопление необходимой пороговой степени деформации для начала динамической, и последующее развитие метадинамической рекристаллизации;

– в интервале 1000–900°С на последней стадии прокатки при небольших степенях дробной деформации (до 5%) в стали формируется развитая субструктура; последующая выдержка приводит к небольшой релаксации, предположительно, за счет рекристаллизации и полигонизации при температурах выше 950°С, и полигонизации и возврата при более низкой температуре. Снижение температуры деформации до 900°С также приводит к образованию большего количества дисперсных выделений по границам зерен и субзерен;

– температурный интервал образования дисперсных выделений вторичных фаз после горячей деформации составляет 1040–400°С.

С целью оценки влияния термодеформационных параметров на структуру и свойства азотсодержащей стали на основании проведенных предварительных исследований, на стане «5000» была осуществлена опытная прокатка листов толщиной 20–30 мм по режимам, приведенным в Таблице 4.1.

Горячая деформация была осуществлена для стали состава 1 с аустенитной структурой без остаточного б-феррита.

В ходе проведения прокатки фиксировали ряд переменных во времени параметров, из которых формировали карты прокатки, позволяющие контролировать соблюдение заданных термодеформационных режимов.

Заготовки толщиной 170–180 мм помещали в предварительно нагретую печь, проводили нагрев заготовок до температуры 1250±10°С, осуществляли выдержку при этой температуре для получения гомогенной рекристаллизованной структуры.

Далее проводили горячую деформацию в соответствии с заданной схемой обжатий в определенном интервале температур (междеформационная пауза составляла 10–15 с) с последующим охлаждением в УКО с максимальной скоростью до температуры не выше 400°С.

Реализованные режимы A1 и A2, приведенные в Таблице 4.1, имеют практически одинаковые термодеформационные параметры на I и II стадиях. Температура окончания прокатки при режиме A2 была выше и составляла около 1000°С.

Сравнительные исследования микроструктуры стали, сформированной в результате ВТМО, проводили при помощи EBSD-анализа. Результаты исследования свидетельствуют о том, что в ходе горячей деформации по режимам A1 и A2 сформировалась равнозернистая структура с большим количеством двойников отжига и размером зерна 10–20 мкм (Рисунок 4.6). Формирование преимущественно БУГ (карта границ зерен – синий цвет) свидетельствует о преобладании при заданных режимах деформации процессов рекристаллизации.

Карта кривизны кристалла для A2 (Рисунок 4.6 б) показывает меньшее искажение в кристаллической решетке по сравнению с прокатом A1. Это связано с более высокой температурой окончания прокатки. Наличие областей, окрашенных в синий цвет внутри зерен, говорит о том, что при данных режимах окончания прокатки частично прошли релаксационные процессы за счет возврата. Подобная структура обеспечивает получение стали с пределом текучести около 660–710 МПа в сочетании с высокими значениями пластичности и вязкости (Таблица 4.2).

Полученные данные по формированию структуры при ВТМО в промышленных условиях хорошо коррелируют с результатами имитационного моделирования по аналогичным режимам.

N⁰	Оборудование	I стадия				II стадия			III стадия					
режима		T, ℃	Кол-во	ε,	ε <sub>Σ1+2</sub> ,	T, ℃	Кол-во	ε, %	<b>ε</b> <sub>Σ1+2</sub> ,	T, ℃	Кол-во	Е,	ε <sub>Σ1+2+3</sub> ,	Время
			прохо-	%	%		прохо-		%		прохо-	%	%	перед
			дов				дов				дов			УКО, с
•	Gleeble 3800	1100	4	7	25	1050	4	10	53	1000-	3	5	14*	30
A										950				
A 1	Стан «5000»	1110-	8	6–	50	1070-	8	10-13	81	1050-	4	4–	86	35
AI		1090		10		1050				970		7		
4.2	Стан «5000»	1100-	9	5–	55	1060-	7	10-14	80	1050-	3	3–	83	40
AZ		1070		10		1050				1000		7		
р	Gleeble 3800	1050	4	7	25									
В														
B1	Стан «5000»	1070-	8	5–	48	1050-	7		80	1000-	3	5	82	30
		1050		7		1030				970				

Таблица 4.1 – Режимы термодеформационной обработки исследуемой стали

Таблица 4.2 – Механические свойства листового проката из азотсодержащей стали, полученный по различным термодеформационным режимам

Режим прокатки	σ <sub>в</sub> , МПа	σ <sub>0,2</sub> , МПа	δ5, %	ψ, %	КСV <sup>+20</sup> , Дж/см <sup>2</sup>
A1	930	700	35	64	115
A2	930	660	45	66	160
B1	980	750	32	61	190



Распределение границ зерен по разориентировкам





Распределение зерен по размерам





Карта двойниковых границ зерен



Рисунок 4.6 – Структура стали состава 1 после ВТМО по режиму А1 и А2 (шаг сканирования 1 мкм): *а* – режим А1; *б* – режим А2





Рисунок 4.6 (продолжение) – Структура стали состава 1 после ВТМО по режиму А1 и А2 (шаг сканирования 1 мкм): *а* – режим А1; *б* – режим А2

Проведенные исследования структуры просвечивающей методом электронной микроскопии (ПЭМ) показали, что основную объёмную долю составляет рекристаллизованная компонента. Рекристаллизованные зерна имеют, преимущественно, прямолинейные границы и низкую плотность дислокаций – около (2-2,5)×10<sup>9</sup> см<sup>-2</sup> (Рисунок 4.7). Кроме рекристаллизованной составляющей в образце содержится деформированная компонента, характеризующаяся наличием отдельных фрагментов и повышенной по сравнению с рекристаллизованной составляющей плотностью дислокаций. Размер фрагментов составляет ~1 мкм, плотность дислокаций в деформированной компоненте (0,9–1,2)×10<sup>10</sup> см<sup>-2</sup>. В структуре зерен обнаружено небольшое количество частиц вторичных фаз, которые располагаются как в теле зерна, так и по границам зерен. Химический состав частицы, являющейся карбонитридом ниобия, легированного ванадием, и матрицы рядом с ней представлен в Таблице 4.3. Проведенные исследования тонкой структуры подтверждают результаты, полученные методом оптической металлографии и EBSD-анализа.



Плотность частиц 1,5х10<sup>12</sup> см<sup>3</sup> Светлопольное изображение частицы (V,Nb)N

200 нм



Элемент	Матрица		Частица			
	Bec.%	Ат.%	Bec.%	Ат.%		
C(K)	3,43	13,99	0,00	0,00		
Si(K)	0,36	0,62	0,17	0,43		
V(K)	0,00	0,00	5,37	7,20		
Cr(K)	20,.56	19,33	12,15	15,98		
Mn(K)	10,68	9,51	5,86	7,30		
Fe(K)	57,80	50,60	23,62	28,91		
Ni(K)	7,09	5,90	3,05	3,55		
Nb(K)	0,04	0,02	49,74	36,60		

Таблица 4.3 – Химический состав частицы

При реализации режима B1 температура деформирования на I и II стадии около 1050°С приводит к тому, что ДР не завершается. Увеличение интенсивности дробной деформации при этой температуре приводит к развитию ДР, о чем говорит сформировавшаяся смешанная структура с размером зерен 20-40 мкм, ориентированных вдоль направления прокатки, и зерна размером 40-70 мкм (~15-20%) с «зубчатыми» границами, свидетельствующие, что процесс ДР в этих зернах не завершился (Рисунок 4.8). По всей видимости, накопленная суммарная деформация была недостаточной для завершения процесса рекристаллизации. Вследствие того, что температура окончания деформации была около 970°С, в теле и по границам зерен наблюдаются дисперсные выделения нитридов ниобия, ванадия и хрома. В теле отдельных зерен наблюдается рельеф, возможно, выход линий скольжения.

В результате прокатки по вышеуказанному режиму, благодаря, реализации процесса динамической полигонизации, листовой прокат имеет высокий комплекс механических свойств: σ<sub>в</sub>= 980 МПа, σ<sub>0,2</sub>= 750 МПа, δ<sub>5</sub>=32%, KCV<sup>+20</sup>= 190 Дж/см<sup>2</sup>.





Рисунок 4.8 – Микроструктура и размер зерна листового проката состава 1 после деформации по режиму В1

## 4.1.3 Технологические схемы изготовления листового проката толщиной 20–45 мм на стане «5000» ПАО «Северсталь»

Как показали результаты опытной прокатки, основной задачей на первой стадии горячей деформации, помимо получения заданной ширины проката, является формирование во всем объеме металла рекристаллизованной изотропной структуры. Поэтому целесообразно проводить прокатку на I стадии при температурах выше 1050°C. На II стадии происходит основное формирование конечной структуры, гарантирующее стабильное получение механических свойств.

Для более полного понимания этих процессов и установления взаимосвязи с получаемыми свойствами на стане «5000» по различным режимам (Рисунок 4.9) изготовлена опытная партия листового проката в толщинах 20–45 мм. В Таблице 4.4 приведена сводная информация по листовому прокату азотсодержащей стали толщиной 20–45 мм.

Анализируя данные, можно проследить влияние параметров деформирования на формирование структуры и свойств азотсодержащей стали.

№ проката	Темпер тура нач прокатк °С	а- ала :и,	Темпера- тура конца прокатки, °С			Суммарная степень деформаци и, ε <sub>Σ</sub> %		Количе- ство проходов	
A201	1125			910		86		21	
A202	1115			895		8	38	18	
A303	1125			970		8	32	18	
A304	1115			820		8	33	23	
A405	1120			930		8	31	23	
A406	1130		1000			8	32	23	
A407	1110		1030		(7	78	23		
No	Механические свойства								
л <u>∘</u> проката	σ <sub>0,2,</sub> МПа	σ <sub>в</sub> ΜΓ	<sup>s,</sup> Ia	δ5, %		ψ, %	KCV	<sup>+20</sup> , Дж/см <sup>2</sup>	
A201	880	103	30	28		62		110	
A202	920	108	30	27		61		160	
A303	820	101	10	35		64		205	
A304	1000	1110		24		50		80	
A405	720	950		40		63		215	
A406	800	99	0	32		60		130	
A407	560	83	0	44		67		195	

Таблица 4.4 – Темодеформационные режимы и механические свойства листового проката толщиной 20–45 мм



Рисунок 4.9 – Изменение температуры и степени деформации в ходе прокатки

Температурный режим деформации на черновой стадии прокатов А201 и А202 примерно идентичен (Рисунок 4.9 *a*). Температура начала прокатки составляла выше 1100°С. Температура деформации проката А202 на чистовой стадии была ниже 30-50°С. Однако температуры проката А201 на при этом деформирование осуществлялось большими обжатиями, с ЧТО позволило сформироваться рекристаллизованной структуре со средним размером зерна 7–17 мкм (Рисунок 4.10 б).

Металлографические исследования прокатов A201 и A202 показали, что в структуре наблюдаются зерна, ориентированные вдоль направления прокатки. Наряду с зернами, сформировавшимися в процессе ДР и МДР, небольшой объем (~10–20%) занимают крупные вытянутые зерна длиной порядка 100 мкм (Рисунок 4.10).



Рисунок 4.10 – Микроструктура и размер зерна листового проката состава 1, изготовленного на стане «5000» ПАО «Северсталь»: *а* – режим A201; *б* – режим A202

Как видно из представленных данных, деформирование при температурах ниже 1000°С приводит к выделениям дисперсных частиц, предположительно нитридов и карбонитридов ванадия, ниобия и хрома, в основном по границам зерен. Причем, чем выше степень дробной деформации (~10%), тем интенсивнее происходит образование вторичных фаз (прокат A201), что снижает значение ударной вязкости до 110 Дж/см<sup>2</sup>.

Поскольку метод оптической металлографии позволяет в случае аустенитной структуры провести только общую оценку с определением размера зерна и наличия текстуры, а также дисперсных выделений, для выявления в структуре более детальных отличий проведен EBSD-анализ, который показал, что в результате деформации на трех последних проходах в интервале 940–900°С сформировалась субзеренная

структура (Рисунок 4.11), причем вследствие более полного протекания процесса рекристаллизации в прокате A202 и формирования меньшего размера зерна наблюдается большее искажение кристаллической решетки. Формирование подобной структуры обеспечило получение наиболее высокой прочности проката A202. Из Таблицы 4.4 видно, что этот прокат обладает не только высокими прочностными характеристиками ( $\sigma_{0,2}$ = 910–940 МПа), но и достаточно высокой пластичностью ( $\delta_5$ =27%,  $\psi$ =61%).



Рисунок 4.11 – Структура листового проката (шаг сканирования 1 мкм), изготовленного на стане «5000» ПАО «Северсталь»: *а* – режим A201; *б* – режим A202

Прокатку листа A303 на первой стадии также проводили при температуре около 1100°С, на второй стадии температуру постепенно понизили до 1020°С. В результате горячей деформации в объеме металла сформировалась рекристаллизованная структура со средним размером зерна 10–25 мкм. Полученные механические свойства составляют:  $\sigma_{0,2}$ =810–830 МПа,  $\sigma_{\rm B}$ =1010 МПа;  $\delta_5$ =35%,  $\psi$ =64%, KCV<sup>+20</sup>= 205 Дж/см<sup>2</sup>.

Увеличение степени обжатий на последних проходах привело к формированию в приповерхностных слоях разнозернистой структуры с размером зерен от 8 до 70 мкм. Кроме того, это приводит к интенсивному образованию вблизи поверхности по границам и в теле зерна дисперсных выделений нитридов и карбонитридов, при смещении к осевой зоне проката их количество и размер уменьшаются, и они преимущественно располагаются в теле зерен. При исследовании микроструктуры по сечению проката в приповерхностном слое толщиной до 10 мм обнаружены участки, в которых помимо мелких рекристаллизованных зерен наблюдались области с очень крупными вытянутыми деформированными зернами, а также зоны пониженной травимости с множественными выделениями дисперсных частиц по границам зерен (Рисунок 4.12).



Рисунок 4.12 – Микроструктура и размер зерна листового проката, изготовленного на стане «5000» ПАО «Северсталь»: *а* – режим А303; *б* – режим А304

Проведенный EBSD-анализ этих зон показал, что они представляют собой зерна с хорошо развитой субструктурой (Рисунок 4.13 *а* и *в*), сформировавшейся в результате динамической полигонизации и возврата, о чем свидетельствуют меньшие искажения решетки (преобладание желтого и коричневого цвета на карте кривизны кристалла) по сравнению с остальным объемом металла, рекристаллизованные зерна которого подверглись деформационному упрочнению на последних проходах (Рисунок 4.13 *г*).





При горячей деформации листа A304 была применена схема, при которой температурные условия деформирования были идентичны условиям A303, но деформирование проводили с меньшими обжатиями. Последующие металлографические исследования показали, что накопленной на «черновой» и в начале «чистовой» стадии деформации было недостаточно для полного прохождения процесса ДР и МДР; продолжительное деформирование с дробной деформацией 5% в

интервале температур 900–820°С приводит к формированию разнозернистой сильно текстурированной структуры (Рисунки 4.12 б и 4.14). По границам деформированных зерен видны «ожерелья» мелких зерен, образовавшихся в результате ДР. Кроме того, низкая температура конца прокатки способствует выделению большого количества крупных нитридов и карбонитридов по границам зерен (Рисунок 4.12б).

Подобная структура предопределяет более низкую пластичность и вязкость стали, в отличие от предыдущих режимов:  $\sigma_{\rm B}$ =1110 МПа,  $\sigma_{0,2}$ =960–1000 МПа,  $\delta_5$ =24%,  $\psi$ =50%, KCV<sup>+20</sup>=80 Дж/см<sup>2</sup>. Полученные свойства стали находятся на нижнем пределе ( $\delta_5$  – не менее 20%,  $\psi$  – не менее 50%, KCV<sup>+20</sup> – не менее 80 Дж/см<sup>2</sup>). Высокие значения прочностных свойств обеспечиваются за счет сильного деформационного упрочнения, о чем свидетельствует преобладание красного цвета на карте кривизны кристалла (Рисунок 4.14).





Режимы деформирования проката A405 задавалась из условий проведения на второй стадии равномерной дробной деформации (7–10%) относительно каждого прохода, на последних 2–3 проходах обжатия понижались до 4–5%. Температура основной деформации поддерживался на уровне 1100–1030°С, а на последних проходах была снижена до 950°С. Подобный режим обеспечивает прохождение

релаксационных процессов (возврата), при незначительном снижении прочности и при сохранении пластичности.

Исследования микроструктуры проката A405 показали, что в процессе деформации сформировались ориентированные вдоль направления прокатки зерна с размером 10–25 мкм, (Рисунок 4.15 *a*). В теле и по границам зерен наблюдается небольшое количество вторичных фаз, предположительно, сложных нитридов и карбонитридов типа (V,Nb,Cr)N, поскольку часть горячей деформации проводилась в интервале температур 1030–930°C, характерных для выделения указанных выше частиц.

Карта кривизны кристалла (Рисунок 4.15 *a*) показывает, что около 60% зерен окрашены в красный цвет, характерный для сильного искажения решетки. Наряду с этим имеются зерна, окрашенные от середины к границам от зеленого к красному, что свидетельствует о прохождении процессов релаксации от середины зерна. БУГ составляют 93,6% от исследованной поверхности шлифа. Кроме того, во время прокатки образовались МУГ, о чем говорит рельеф в теле некоторых зерен в виде линий деформации и карта границ зерен.

Исходя из совместного анализа карт прокатки, результатов металлографических исследований и EBSD, можно предполагать, что поскольку большая часть деформирования проходила при температурах выше 1050°С, то при прокатке протекал процесс рекристаллизации с последующим наклепом при последних проходах рекристаллизованных зерен. Полученные при такой схеме прочностные свойства составляют  $\sigma_{0,2}$ =710–730 МПа,  $\sigma_{\rm B}$ =950 МПа, пластичность и ударная вязкость составляют  $\delta_5$ =40%,  $\psi$ =63%, KCV<sup>+20</sup>= 215 Дж/см<sup>2</sup> соответственно.

Листовой прокат A406 деформирован по режиму, целью которого являлось обеспечение деформационного упрочнения сформировавшейся ранее рекристаллизованной структуры на последней стадии прокатки. В результате применения неравномерной схемы деформирования: на I стадии деформацию проводили с малой степенью ~ 7% в температурном интервале 1070–1040°С. Подобное сочетание степени деформации и температуры на этой стадии позволяет поддерживать прохождение ранее начавшихся ДР и преимущественно МДР. Последующее резкое увеличение дробной деформации до 12–18% при температуре около 1020°С должно привести к деформационному наклепу.



Карта ориентировок

Рисунок 4.15 – Структура листового проката, изготовленного на стане «5000» ПАО «Северсталь»: *а* – режим А405; *б* – режим А406; *в* – режим А407 (шаг сканирования 1 мкм)

Однако проведенные металлографические исследования показали результаты, отличные от ожидаемых. Вследствие меньшей степени дробных обжатий на I стадии, накопленной деформации было недостаточно для полного прохождения ДР, в прокате

А406 сформировалась частично рекристаллизованная структура с вытянутыми вдоль направления проката зернами размером от 3,7 мкм до 62 мкм, некоторые зерна длиной ~500 мкм. В деформированных зернах наблюдаются линии деформации и размытые границы зерен (Рисунок 4.15 б). Кроме того, высокая степень деформации стимулирует образование вторичных фаз даже при температуре выше 1000°С, поэтому в теле и по границам зерен наблюдается большое количество дисперсных выделений. Поскольку прокатка проводилась в интервале температур 1130–1000°С, можно предполагать, что это нитриды ниобия и ванадия (NbN, VN). Анализ структуры показал, что наряду с БУГ, доля которых составляет 83,8% поверхности шлифа, имеются и МУГ (16,2%), наличие которых, а также искаженность структуры может свидетельствовать о формировании субструктуры в теле зерна. Можно предполагать, что в процессе деформации начался процесс ДР, который не успел завершиться, что привело к образованию разнозернистой структуры, а сформировавшиеся зародыши рекристаллизации снова были подвергнуты деформации. Таким образом, увеличение степени обжатия на последних проходах до порядка 20% с последующим снижением до 10% и очередным повышением до 15% на последнем проходе формирует неравномерную структуру с сильными искажениями вдоль границ и ухудшает пластичность и вязкость стали.

Следует отметить, что в структуре встречаются светлые бездефектные равноосные зерна, которые окрашены в синий цвет. По всей видимости, в промежутке времени до начала охлаждения частично прошла статическая рекристаллизация. Прокат А406 имеет высокую прочность  $\sigma_{0,2} = 800-820$  МПа, но более низкую пластичность по сравнению с прокатом А405 (Таблица 4.4). Ударная вязкость также снижается до  $KCV^{+20} = 130$  Дж/см<sup>2</sup>.

Технологический режим проката A407 на II стадии представлял реализацию основной дробной деформации в пределах 10–15% при температуре выше 1050°С (фактически температура прокатки была около 1080°С) с последующим постепенным снижением температуры до 1030°С и степени дробной деформации до 5% (Рисунок 4.9 e). В результате прокатки по заданному режиму сформировалась практически однородная структура с зернами правильной равноосной формы с прямыми границами со средним размером 15–23 мкм, с двойниками отжига в количестве 59,1% от исследованной поверхности шлифа (Рисунок 4.15 e). В теле зерна присутствуют дисперсные выделения вторичных фаз. Поскольку прокатка проводилась в интервале температур выше 1030°С, можно предполагать, что это нитриды ниобия и ванадия (NbN, VN). Анализ карты кривизны кристалла подтверждает завершение процесса

235

рекристаллизации на последних проходах прокатки и входа листа в УКО (Рисунок 4.15 *в*). Гистограмма распределения границ зерен по разориентировкам показывает, что границы являются большеугловыми (с разориентировками более 12°) и составляют 99% поверхности шлифа. Полученная в результате указанного режима деформации структура обеспечивает предел текучести σ<sub>0.2</sub>=550–580 МПа (Таблица 4.4).

Таким образом, подводя итог, можно сказать, что для формирования конечной однородной равнозернистой структуры в стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ первая стадия прокатки должна проходить при температурах выше 1050°С; оптимальным является интервал 1150–1080°С, в котором ДР начинается при меньшей степени деформации и протекает в полном объеме. Накопление необходимой для начала и развития ДР деформации обусловлено степенью дробной деформации не более 10%.

В результате последующего деформирования на второй стадии в интервале 1100-1060°С продолжается развитие процессов ДР и МДР; интенсивности их протекания способствует дробная деформация со степенью 12–18% за проход. Снижение температурного интервала деформирования в первой половине чистовой стадии до 1050-1000°С приводит к тому, что рекристаллизация протекает не в полном объеме. Деформирование на последних проходах в интервале температур выше 1020°С при дробной деформации, не превышающей 5%, не приводит к деформационному наклепу; 1000–950°C температурах деформационное упрочнение преобладает при над релаксационными процессами, формируется субзеренная структура. При температурах ниже 950°С происходит только деформационное упрочнение, степень которого усиливается с понижением температуры. Увеличение дробной деформации на заключительных проходах, а также ее неравномерное распределение на II этапе прокатки приводит также к формированию неравномерной структуры и снижению пластичности и вязкости стали. Таким образом, в результате исследования установлено, что формирование рекристаллизованной структуры стали, обеспечивающей получение предела текучести около 500-550 МПа, происходит за счет прохождения при прокатке процессов ДР и МДР, начало и развитие которых стимулируются высокой температурой около 1100°С и постепенным накоплением деформации от прохода к проходу. Снижение интенсивности обжатий на заключительной стадии при температуре выше 1000°С приводит к завершению ДР и образованию однородной структуры. Образование вторичных фаз при высоких температурах незначительно.

Для гарантированного получения предела текучести 650–770 МПа необходимо большую часть прокатки проводить в интервале температур 1150–1080°С, обеспечивая на последней стадии снижение температуры до 950–970°С. При этом после

завершения ДР происходит небольшой деформационный наклеп, сопровождающийся релаксационным процессом возврата, в результате которого в стали формируется слаборазориентированная субструктура. Чем ниже температура окончания прокатки, тем выше прочностные свойства. Выделений вторичных фаз за счет понижения температуры образуется больше, что вносит дополнительный вклад в упрочнение.

Снижение температуры деформирования на последних проходах II стадии прокатки до 900°С позволяет обеспечить более высокие прочностные свойства ( $\sigma_{0,2}$ =810–840 МПа). При такой температуре процесс рекристаллизации остается незавершенным, в структуре наблюдаются как крупные зерна, вытянутые вдоль направления прокатки, так и образовавшиеся по их границам мелкие зерна. Выделений нитридов и карбонитридов происходит больше. При повышении интенсивности прокатки на II стадии возможно получение значения предела текучести до 900 МПа. Обеспечить получение предела текучести около 1000 МПа возможно, если в конце второй стадии реализовать деформирование с небольшой степенью (около 5%) в интервале температур 900–800°С, при которой происходит сильное деформационное упрочнение, а также интенсивное выделение карбонитридов и нитридов ванадия, хрома и ниобия. В результате формируется структура с крупными зернами, вытянутыми вдоль направления прокатки, с «ожерельем» мелких зерен по границам, обеспечивающая высокие прочностные свойства, но более низкие пластичность и ударную вязкость.

Увеличение степени дробной деформации на последних проходах даже при высоких температурах прокатки (1020°С) приводит к интенсивному образованию дисперсных частиц, причем, чем ниже температура, тем больше этих выделений.

Полученные корреляционные связи термодеформационых параметров, структуры и свойств позволили рекомендовать технологические режимы ВТМО для формирования необходимой конечной структуры за счет развития и завершения процессов рекристаллизации и последующего наклепа с целью обеспечения требуемого уровня свойств за счет реализации различных механизмов упрочнения в аустенитной азотсодержащей стали [276, 313].

По рекомендованной технологии был изготовлена опытно-промышленная партия листового проката состава 1. Результаты испытаний показали, что разработанные режимы термомеханической обработки за счет регламентации термодеформационных параметров на каждом этапе ВТМО обеспечивают получение стабильного уровня высоких механических свойств (Рисунок 4.16), соответствующих формируемой конечной структуре (Таблица 4.5).

Таблица 4.5 – Механические свойства и микроструктура листового проката из азотсодержащей стали состава 1: *а* – карта границ зерен; *б* – карта кривизны кристалла; *в* – карта ориентировок

No	Тол-		N	Іеханичес	ские свой	ства		<u>17.7-411</u>		
	щина, мм	$\sigma_{0,2,}$	$\sigma_{\rm B,}$	$\delta_5,$	Ψ,	$\operatorname{KCV}^{+20}$ ,	$\text{KCV}^{-40}$ , $\Pi_{\text{W}/\text{CM}^2}$	Микро	оструктура	
1	1/1/M	670	010	70 30_40	70 64 66	200 230	<u>Д</u> м/СМ 160 180			
1	43	690	930	39-40	04-00	200–230	100-180		$ \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} $	
2	45	700– 710	940– 950	37–41	63–64	210–225	180–185		35 28 36 36 37 36 36 37 37 37 37 37 37 37 37 37 37 37 37 37	
3	30	720– 740	950– 970	35–37	62–65	210–230	160–170		$\left  \begin{array}{c} \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\$	

	Табл	пица 4.5 (п	родолжен	иие) – Мех <i>а</i> – карта	анически	е свойства и срен; <i>б</i> – кар	и микростр ота кривизн	уктура листового проката из азот ы кристалла; <i>в</i> – карта ориентир	содержащей овок	стали соста	ва 1:
4	45	730– 760	940– 970	34–37	60–62	195–215	150–165		30 24 (%) 18 15 0 2 3 4 6 0 2 3 4 6	8 12 17 23 Length (µm)	
5	30	770– 780	980– 1000	35–37	63–66	200–230	155–165			Tom	<i>B</i>
6	20	800– 830	990– 1010	30-32	58-60	140–150	80–100	diamond in the second s		$\delta$	6

	Табл	пица 4.5 (п	родолжен	иие) – Мех <i>а</i> – карта	анически п границ за	е свойства и ерен; б – кај	и микростру ота кривизн	уктура листового проката из азот ны кристалла; <i>в</i> – карта ориентир	содержащей овок	і стали сост	ава 1:
7	30	850– 870	1010– 1030	31–34	61–63	170–190	130–150			δ δ	Image: displayed black with the second black with
8	20	890– 920	1060– 1080	25–29	60–63	145–165	100–120	Transformed a second se	a a	δ Γ	e B
9	30	960– 1000	1110– 1150	23–26	50–53	75–85	40–50		Bigan a	Der 6	6



Рисунок 4.16 – Механические свойства опытно-промышленной партии листового проката стали состава 1

241

Для определения влияния наличия δ-феррита на структурообразование в азотсодержащей стали при горячей деформации проведена опытная прокатка двух листов толщиной 20 мм из заготовок состава 3. Температурные условия прокатки изначально задавались аналогично режимам для прокатов А201 и А202, однако в силу технологических причин, температурный интервал прокатки был ниже запланированного и не превышал на основной стадии горячей деформации 1060–1040°С и 1040–990°С для листа D201 и D202 соответственно.

В связи с этими обстоятельствами было принято решение об увеличении степени дробной деформации с целью интенсификации процесса рекристаллизации. Суммарная степень деформации состав ила около 90%. Схемы прокатки приведены на Рисунке 4.17.

В Таблице 4.6 представлены механические свойства листового проката из стали 04X20H6Г11M2AФБ. Проведенные металлографические исследования структуры образцов, показали, что содержание  $\delta$ -феррита составляет 1–3% (Рисунок 4.18 *a* и *д*), в зависимости от места вырезки образца. Поскольку горячая деформация проката D201 осуществлялась при более высокой температуре, то в результате сформировалась однородная рекристаллизованная аустенитная структура, на фоне которой наблюдаются протяженные полосы  $\delta$ -феррита.

Кроме того, в результате вынужденной выдержки перед охлаждением, по всей видимости, прошла собирательная рекристаллизация, которая привела к росту зерна до размеров 60 мкм, а также выделениям вторичных фаз по границам зерен (Рисунок 4.18 *в*).



Рисунок 4.17 – Изменение температуры и степени деформации в ходе прокатки

	Механические свойства									
№ проката	σ <sub>0,2</sub> ,МПа	σв, МПа	δ5, %	ψ, %	KCV <sup>+20</sup> , Дж/см <sup>2</sup>					
D201	680–710	910–920	35–36	61–65	91–114					
D202	740–760	950–970	31–35	62–65	87–92					

Таблица 4.6 – Механические свойства прокатов D201 и D202



Рисунок 4.18 – Микроструктура и размер зерна листового проката стали состава 3, изготовленного на стане «5000» ПАО «Северсталь»: режим D201 (*a*–*г*) и режим D202 (*д*–*з*)

В микроструктуре проката D202 наблюдается небольшая разнозернистость, обусловленная неполным протеканием рекристаллизации в процессе BTMO, вследствие низкой температуры деформации (Рисунок 4.18 *ж*). Выделений вторичных фаз значительно больше по сравнению с прокатом D201 как в теле и по границам зерен, так и внутри δ-феррита, что явилось причиной снижения ударной вязкости (Таблица 4.6).

Исследование тонкой структуры проката D201 показали наличие смешанной структуры: вытянутые субзерна с повышенной плотностью дислокаций и аустенитные зерна, свободные от дислокаций (Рисунок 4.19 *а* и *б* соответственно), по границам видны цепочки выделений вторичных фаз (Рисунок 4.19 *в*). Толщина протяженных образований малодислокационного  $\delta$ -феррита, ориентированных вдоль направления прокатки, составляет 1–5 мкм.  $\delta$ -феррит хорошо выявляется на темнопольных изображениях в рефлексе фазы с ОЦК решеткой (Рисунок 4.19 *г*).









Рисунок 4.19 – Микроструктура листового проката стали состава 3, изготовленного на стане «5000» ПАО «Северсталь» по режиму D201: *a* – светлопольное изображение субзерна (обзорное фото); *б* – светлопольное изображение аустенитного зерна свободного от дислокаций; *в* – темнопольное изображение в рефлексе (111)<sub>γ</sub> частицы вторичной фазы; *г* – темнопольное изображение в рефлексе (011)<sub>α</sub> δ-феррит

Для проведения сравнительных исследований по влиянию содержания δ-феррита в количестве до 1% на механические свойства в промышленных условиях изготовлен листовой прокат толщиной 20-35 MM ИЗ стали состава 2. Термодеформационные условия прокатки выбрались аналогичными для стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ состава 1. Механические свойства приведены в Таблице 4.7.

Металлографические исследования показали, что в процессе ВТМО сформировалась равномерная рекристаллизованная структура с размером зерна 15–25 мкм, обеспечивающая получение заданного высокого комплекса механических свойств (Таблице 4.7).

№ проката	Механические свойства										
	σ <sub>в</sub> , МПа	σ <sub>0,2</sub> ,МПа	δ <sub>5</sub> , %	ψ, %	КСV <sup>+20</sup> , Дж/см <sup>2</sup>	КСV <sup>-40</sup> , Дж/см <sup>2</sup>					
2–21	950–960	700–750	40,2–41,5	63,2–63,5	147–162	119–123					
2–22	980–1000	790-800	32,5–36,2	61,2–64,7	129–141	102–108					
2–25	925–930	660–670	46,3–48,0	67,1–70,6	153–169	129–131					
2–35	850-890	590–640	47,2–49,0	66,2–68,1	204–216	-					

Таблица 4.7 – Механические свойства листового проката из стали состава 2

Анализируя полученные результаты, можно отметить, что содержание δ-феррита в количестве до 1% не влияет на механические свойства исследуемой стали. Большее содержание δ-феррита снижает ударную вязкость.

#### 4.2 Разработка технологии производства листового проката в толщинах от 4 до 18 мм

# 4.2.1 Имитационное моделирование отдельных стадий термомеханической обработки применительно к оборудованию стана «2000» АО «ВМК «Красный Октябрь»

Стан «2000» АО «ВМК «Красный Октябрь» предназначен для производства листов толщиной от 4 до 35 мм, шириной 1000–1700 мм, длиной 2000–6000 мм из углеродистых, низколегированных, легированных, нержавеющих, жаропрочных марок стали и сплавов с пределом прочности в холодном состоянии до 1500 МПа,

а также листов с термомеханическим упрочнением толщиной от 6 до 20 мм, шириной 1000–1600 мм, длиной 2000–6000 мм.

Технологическая линия стана оснащена следующим основным оборудованием:

– две печи методические, четырехзонные, толкательные с торцевой загрузкой и выдачей, двухрядные – для нагрева слябов;

– две печи роликовые, трехзонные – для нагрева подката.

– 3 рабочих клети:

- душирующее устройство.

Последующая обработка листового проката (термообработка, травление, правка, резка, приемка и отгрузка) производятся в отдельно расположенных цехах.

Обычно на стане «2000» прокатка заготовок из аустенитных сталей осуществляется в два этапа через промежуточный подкат. Однако, как показал предыдущий изготовления опыт листового проката ИЗ стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ, толщины подката и суммарной степени деформации порядка 50-55% на втором этапе прокатки для получения равнозернистой структуры недостаточно, особенно для листов толщиной менее 10 мм, вследствие невозможности обеспечения высокой температуры и степени деформации в основной части прокатки, необходимых для начала и развития процессов рекристаллизации из-за высокой скорости охлаждения проката в процессе горячей деформации. Энергосиловые параметры стана «2000» позволяют, в отличие от стана «5000», осуществлять обжатия на первых проходах 15–20% в зависимости от толщины подката, что, во-первых, позволяет поддерживать необходимую высокую температуру прокатки и обеспечивать более полную реализацию процесса рекристаллизации и, во-вторых, увеличить толщину исходного подката, следовательно, и суммарную степень деформации.

С учетом этих возможностей, проведено имитационное моделирование на универсальном пластометре Gleeble 3800 по режимам, представленным на Рисунке 4.20 (a,  $\delta$ ). Моделирование проводили для стали состава 1 [314].

Деформирование проводили в три этапа, на первых двух этапах варьировали степень дробной деформации при сохранении суммарной с целью определения оптимальных режимов ВТМО для формирования равномерной рекристаллизованной структуры в процессе ДР при деформации и МДР в междеформационных паузах. Третий этап необходим для получения заданного уровня свойств. Охлаждение до температуры 950°С имитировало проход листа после прокатки до душирующего устройства. В результате эксперимента были построены диаграммы деформации (Рисунок 4.20 *в* и *г*) и кривые релаксации напряжений в междеформационных паузах (Рисунок 4.20 *д* и *е*). После имитации всех деформационных циклов проводили исследование микроструктуры образцов (Рисунок 4.21).

Сопоставляя полученные данные, можно отметить, что деформация с меньшей интенсивностью на первом проходе (режим 2) приводит в основном к развитию процессов статического возврата, о чем свидетельствует увеличение напряжения течения на втором проходе (Рисунок 4.20 e), но способствует развитию процессов МДР в последующих междеформацонных паузах (Рисунок 4.20 e). В результате формируется структура с меньшим размером зерна (около 5–10 мкм) (Рисунок 4.21  $\delta$ ), при этом объем рекристаллизованной структуры меньше, чем при реализации режима 1 – 40 и 75% соответственно. Также в структуре после деформации по обоим режимам наблюдаются вытянутые вдоль направления прокатки зерна размером от 100 до 300 мкм, имеющие «зубчатые» границы.

Ход кривых деформации также показывает, что деформирование на последних проходах при температуре 1000°С с небольшой степенью деформации приводит к упрочнению.

Последующее снижение температуры до 950°С, имитирующее этап ухода проката на ускоренное охлаждение, привело в обоих случаях к формированию преимущественно равномерной рекристаллизованной структуры (около 95–100%) (Рисунок 4.22). В результате выдержки после деформации по режиму 1 сформировалась более мелкозернистая структура с размером зерна 15-25 мкм (Рисунок 4.22 а), по всей видимости, за счет изначально большего объема рекристаллизованной структуры и наличия центров рекристаллизации В результате горячей деформации. Структура стали после выдержки при реализации режима 2 состоит из более крупных зерен со средним размером 35-40 мкм полиэдрической формы с двойниками отжига, сформировавшихся в основном за счет протекания процессов МДР и СР (Рисунок 4.22 б). Также следует отметить, что по границам и в теле зерен практически отсутствуют частицы вторичных фаз.



Рисунок 4.20 – Схемы проведения эксперимента для имитации ВТМО на стане «2000» АО «ВМК «Красный Октябрь (*a*, *б*). Диаграммы деформации (*в* и *г*) и кривые релаксации напряжений в междеформационных паузах (*д* и *е*): *a*, *b*, *д* – режим 1; *б*, *г*, *e* – режим 2 [278, 314]



Рисунок 4.21 – Микроструктура азотсодержащей стали после имитационного моделирования горячей деформации по различным режимам: *а* – режим 1; *б* – режим 2 [278, 314]



Рисунок 4.22 – Микроструктура стали после имитационного моделирования полного цикла BTMO: *a* – режим 1; *б* – режим 2 [278, 314]

Для косвенной оценки (по причине отсутствия однозначной корреляции между твердостью и пределом прочности аустенитных сталей) изменения упрочнения стали в результате выдержки после горячей деформации провели измерения твердости образцов, результаты измерений представлены в Таблице 4.8. Из приведенных данных видно, что сформированная в результате деформации по режиму 1 структура обеспечивает получение твердости 261 HV<sub>5</sub>, при этом после режима 2 значения твердости незначительно ниже – 257 HV<sub>5</sub>. В результате выдержки и протекания разупрочняющих процессов происходит снижение значения твердости при этом после режима 1 разупрочнение происходит в меньшей степени.

Режим горячей деформации	Стадия ВТМО	Твердость, $HV_5$		
Downey 1	ГК	261		
Режим 1	ГК+выдержка	239		
Downey 2	ГК	257		
гежим 2	ГК+выдержка	229		

## 4.2.2 ВТМО азотсодержащей стали на автоматизированном опытном прокатном комплексе «Стан кварто-800»

Основываясь на результатах анализа влияния исходной толщины заготовки и режимов прокатки ранее изготовленных промышленных листов толщиной 4-18 мм на формирование структуры азотсодержащей а также стали. имитационного моделирования при помощи пластометра Gleeble 3800 принципиальных режимов BTMO, опробованы разработаны И В лабораторных условиях НПЭК НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» на опытном прокатном комплексе «Стан кварто-800» различные режимы горячей прокатки [314]. При этом толщина исходных заготовок была увеличена для обеспечения суммарной степени деформации порядка 67-75%.

С целью определения основных этапов формирования структуры при горячей прокатке на заготовке толщиной 60 мм реализован режим, имитирующий первую стадию – формирование однородной рекристаллизованной структуры. Поскольку программное обеспечение стана не позволяет производить расчет средней температуры по сечению раската, а только фиксировать показания пирометра, замеряющего температуру поверхности раската, то реальная температура внутри может быть на 50-100°C выше, чем на поверхности в зависимости от толщины подката. В данном случае основной температурный интервал прокатки относительно поверхности составлял 1050–980°С. Деформация проводилась за 4 прохода со степенью дробной деформации 20-15%. Проведенные металлографические исследования показали, что реализованные условия горячей прокатки позволили сформироваться равномерной по сечению рекристаллизованной структуре со средним размером зерна 30-40 мкм (Рисунок 4.23 а и б). Это подтверждают результаты EBSDанализа: кристаллическая решетка обладает слабым искажением, свидетельствующем о полном прохождении рекристаллизации и отсутствии последующего наклепа (Рисунок 4.23 в). Механические свойства проката приведены в Таблице 4.9.

На следующем этапе проведено исследование влияния параметров деформирования на второй стадии на формирование конечной структуры и соответствующих механических свойств. В связи с этим при горячей деформации заготовок №№15-3 и 15-4 основная стадия была аналогична прокату №15-6, следующие 3 прохода осуществляли со степенью деформации 10 и 5% в температурном интервале 980–820°С. В результате в листовом прокате получена структура со средним размером зерен 20–40 мкм, причем рекристаллизованные зерна вытянуты в направлении прокатки (Рисунок 4.23 *д* и *е*). Результаты EBSD–анализа показывают на большую искаженность решетки по сравнению с прокатом №15-6 (Рисунок 4.23 в), что подтверждается и более высоким уровнем механических свойств (Таблица 4.9). Для прокатов №№15-3 и 15-4 механические свойства в продольном и поперечном направлениях отличаются незначительно.

Прокаты №№15-1 и 15-2 изготовлены из исходной заготовки толщиной 45 мм, суммарная степень деформации составила 67%. Из-за меньшей толщины заготовки дробная деформация в середине основной стадии проводилась менее интенсивно.

По всей видимости, подобная схема способствовала развитию и завершению рекристаллизации после первых проходов со степенью деформации 20%, на последних проходах происходит незначительный деформационный наклеп, которого достаточно только для реализации процессов возврата, в результате которого в стали формируется слаборазориентированная субструктура со средним размером зерна 20–30 мкм (Рисунок 4.24 *б* и *в*).

EBSD-анализ показал, что наименьшая искаженность решетки наблюдается в теле зерна, в то время как по границам сосредоточена концентрация напряжений (зеленый и желтый цвета на карте разориентировок: Рисунок 4.24 e). Это указывает на прохождение процессов возврата после последних проходов, в отличие от проката №15-4, в котором на последних прохода сформировалась субструктура.

Формирование подобной структуры в прокате №№15-1 и 15-2 позволяет получать высокий уровень прочностных характеристик (Таблица 4.8), который на 20–30 МПа ниже, чем в прокате №№15-3 и 15-4.

Прокат №15-5 также получен из заготовки толщиной 45 мм, при этом деформацию в данной схеме проводили со средней степенью 11–16% за проход в температурном интервале 1000–900°С.

В результате ВТМО сформировалась смешанная структура, состоящая из крупных деформированных зерен размером более 200 мкм, декорированных по границам рекристаллизованными зернами со средним размером 20–50 мкм, имеющими вследствие последующего наклепа повышенную плотность дислокаций.

Объем рекристаллизованной структуры составил не более 20%. Сочетание низкой температуры и невысокой степени дробной деформации затрудняет развитие ДР и МДР и приводит к значительному деформационному наклепу. Также наблюдается существенная анизотропия по ударной вязкости (коэффициент анизотропии 0,63).



Рисунок 4.23 – Микроструктура листового проката после имитации ВТМО на опытном прокатном комплексе «Стан кварто-800»: *a*−*e* – прокат № 15-6; *г*−*e* – прокат № 15-4; *a*, *б*, *г*, *д* – оптическая металлография, *б* и *e* – карта границ зерен и карта кривизны кристалла [314]
Таблица 4.9 – Параметры ВТМО и механические свойства листового проката, изготовленного на опытном прокатном комплексе «Стан кварто-800»

Nº	Исходная толщина подката, мм	Тол- щина прока- та, мм	Сумм. степень дефор- мации, %	Темпер. интер. горячей деформ., °С		Механические свойства					Место вырезки		
				Т <sub>н.п.</sub>	Тк.п.	σ <sub>в</sub> , МПа	σ <sub>0,2</sub> , МПа	δ5, %	δ <sub>p</sub> , %	ψ, %	КСV <sup>+20</sup> , Дж/см <sup>2</sup>	КСV <sup>-40</sup> , Дж/см <sup>2</sup>	образца
10-1	20	10	67	7 1040	800	1075,4 1091,7	929,6 956,9	28,9 31,0	16,3 17,1	56,2 57,4	124,5 150,2	89,7 104,2	поперек
	50	10	07			1111,2 1127,0	953,4 980,3	28,5 31,3	15,61 6,4	56,1 57,0	124,1 149,8	88,7 105,4	ВДОЛЬ
15 1			67	1050	860	1028,1 1032,2	857,1 833,7	35,6 33,6	17,3 18,9	62,5 66,8	151,0 161,1	120,7 110,0	поперек
13-1	45	15				1029,2 1042,3	831,8 852,0	33,2 36,1	18,41 9,2	66,3 68,1	164,5 176,0	126,2 130,4	ВДОЛЬ
15.2	45			1053	1053 880	1007,9 1016,3	814,5 826,4	33,6 37,6	19,1 20,6	65,3 62,1	175,3 164,1	123,4 128,9	поперек
13-2						1040,2 1045,4	818,7 824,3	36,4 39,1	19,02 0,2	65,2 67,1	180,0 182,3	129,2 134,4	вдоль
15.3		60 15	15 75	1057 990	7 840	1044,4 1055,1	875,4 879,6	33,8 30,1	17,5 18,6	64,0 57,6	135,8 143,8	103,1 106,0	поперек
15-5	60					1085,6 1092,0	893,2 900,6	33,5 34,2	18,2 18,5	64,2 64,5	150,2 151,3	100,2 99,8	вдоль
15 /	00					1021,5 1043,3	817,5 843,7	37,9 36,5	17,1 17,8	62,6 61,6	129,1 142,2	102,3 104,8	поперек
13-4					990	820	1055,5 1063,0	846,1 866,2	32,5 33,1	16,9 18,0	62,2 64,3	146,2 152,0	99,5 100,0
15-5	45	15	67	1000	000	1010,7 1016,8	860,6 849,0	40,9 35,4	20,2 21,3	55,7 55,4	134,9 124,7	_	поперек
	45	15	07	1000	900	1100,5 1098,1	935,2 949,2	35,2 36,6	15,5 16,2	60,1 62,8	195,2 192,4	—	
15-6	60	27	55	1050	960	906,2 901,1	554,7 558,1	49,5 52,5	_	70,7 70,8	209,0 210,0	_	поперек





Рисунок 4.24 – Микроструктура листового проката после имитации ВТМО на опытном прокатном комплексе «Стан кварто-800»: *a*−*e* – прокат № 15-2; *c*−*e* – прокат № 15-5; *a*, *б*, *c*, *d* – оптическая металлография, *б* и *e* – карта границ зерен и карта кривизны кристалла [278, 314]

Горячая деформация листового проката толщиной 10 мм проводилась из заготовки с исходной толщиной 30 мм по режиму аналогичному прокату №15-4. Суммарная степень деформации составила 67%.

Основную деформацию проводили в температурном диапазоне 1040–980°С, затем по мере уменьшения толщины заготовки и интенсивности обжатий температура снизилась до 800°С.

Структура проката №10-1 (Рисунок 4.25) состоит из крупных исходных деформированных зерен, ориентированных в направлении прокатки (размер зерен в направлении деформации достигает 600 мкм). По границам наблюдаются новые рекристаллизованные и в результате последующей прокатки деформированные зерна размером 25–50 мкм. Доля исследованной поверхности шлифа, занятая более мелкими зернами, составляет 60%. По границам и в теле зерен наблюдаются выделения вторичных фаз.

Сформировавшаяся в процессе ВТМО структура обусловливает получение высоких прочностных свойств: предел текучести 940 МПа, временное сопротивление – 1100 МПа, при этом остальные характеристики остаются на достаточно высоком уровне: относительное удлинение 30%, ударная вязкость 138 Дж/см<sup>2</sup> (Таблица 4.9).



Рисунок 4.25 – Микроструктура листового проката № 10-1 после имитации ВТМО на опытном прокатном комплексе «Стан кварто-800» [314]

Совместный анализ реализованных термодеформационных параметров, структуры и свойств стали показал, что в течение первых 4-х проходов дробная деформация со степенью 20–15% за проход позволяет поддерживать температуру деформации в интервале 1050–1000°С (по поверхности) и накопить необходимую пороговую степень деформации для реализации процессов ДР и МДР. Дальнейшая деформация со степенью 10–5% за проход при монотонно понижающейся температуре способствуют завершению процесса рекристаллизации и наклепу рекристаллизованных зерен, обеспечивая получение высоких механических свойств. Формирование однородной мелкозернистой структуры способствует снижению анизотропии свойств.

# 4.2.3 Технологические схемы изготовления листового проката толщиной 4–18 мм на стане «2000» АО «ВМК «Красный Октябрь»

Полученные результаты влияния параметров ВТМО и ТО (глава 3) на формирование структуры и свойств стали позволили рекомендовать технологические схемы изготовления опытно-промышленной партии листового проката толщиной 4–18 мм на промышленном оборудовании АО «ВМК «Красный Октябрь», включая при необходимости последующую термическую обработку. Для изготовления листов толщиной 10–18 мм были использованы подкаты толщиной 30–60 мм из стали состава 1, изготовленные на ООО «ОМЗ-Спецсталь». Листовой прокат толщиной до 10 мм изготавливался из заготовок 14–20 мм.

Термодеформационные параметры ВТМО для изготовления листов толщиной 10–18 мм назначали исходя из условия получения равномерной мелкозернистой структуры, обеспечивающей достижение требуемых механических свойств, наилучшего качества поверхности, уменьшения количества трещин и возможностей стана «2000». На начальной стадии прокатки относительные значения обжатий задавали таким образом, чтобы на первых проходах суммарная деформация достигала значений 40–45% с целью обеспечения пороговой степени деформации е<sub>р</sub> для начала процессов ДР и МДР, с последующим постепенным уменьшением интенсивности обжатий, поддерживая таким образом условия для развития и завершения этих процессов, на последних проходах степень деформации должна составлять 8–4% за проход. Данная схема позволила сохранить необходимую высокую температуру (1100–1050°С) на начальных этапах горячей прокатки.

Нагрев заготовок перед деформацией проводили по стандартной схеме в роликовой нагревательной печи листопрокатного цеха по режиму:

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

Температура начала прокатки, измеренная по поверхности заготовки, составила  $1150^{\pm 10^{\circ}}$ С. На первых проходах применяли гидросбив. Прокатку проводили в высоком темпе, подстуживание для двух листов конечной толщины 15 мм осуществляли на воздухе перемещением раската по рольгангу для снижения температуры до 970–1000°С. Температура конца прокатки составила 900 – 960°С. По окончании горячей деформации листовой прокат охлаждали с максимально возможным расходом воды в закалочной машине до температуры не выше 350°С.

После ВТМО проведены испытания механических свойств и исследование микроструктуры листового проката толщиной 10–18 мм. Результаты испытаний показали, что разработанные режимы термомеханической обработки за счет регламентации термодеформационных параметров на каждом этапе горячей деформации обеспечивают получение стабильного уровня высоких механических свойств (Рисунок 4.26), соответствующих формируемой конечной структуре (Рисунок 4.27).

В результате прокатки в листах толщиной 15-18 мм сформировалась равномерная по сечению листа мелкозернистая структура со средним размером зерна, соответствующим 9-10 баллу (11-16 мкм) (Рисунок 4.27). В листах толщиной 10 мм рекристаллизация прошла не в полном объеме. В результате в структуре наблюдаются вытянутые в направлении прокатки крупные исходные деформированные зерна длиной 200 и более мкм (Рисунок 4.27 *ж*-и). Объем рекристаллизованной структуры составляет не более 50%. Получение подобной смешанной структуры в листовом прокате толщиной 10 мм, по – видимому, связано с высокой скоростью теплоотвода из-за малой толщины подката (30 мм), не обеспечивающей необходимую температуру завершения процесса для После ВТМО получены достаточно рекристаллизации. высокие значения механических свойств: временное сопротивление 940–1080 МПа, предел текучести 660–910 МПа, относительное удлинение 29–47%, ударная вязкость – 90–145 Дж/см<sup>2</sup> (Рисунок 4.26).

257



Рисунок 4.26 – Механические свойства горячекатаного листового проката толщиной 10–18 мм, изготовленного на стане «2000» АО «ВМК «Красный Октябрь»



Рисунок 4.27 – Микроструктура горячекатаного листового проката, изготовленного на стане «2000» АО «ВМК «Красный Октябрь»: *а*–*в* – прокат толщиной 18 мм; *г*–*е* – прокат толщиной 15 мм; *ж*–*u* – прокат толщиной 10 мм [278, 314]

Следует отметить, что четкая реализация прецизионных регламентируемых технологических режимов на стане «2000» является сложной задачей, поскольку управление процессом прокатки происходит в ручном режиме и зависит, в том числе от оперативных действий и реакции операторапрокатчика. Вследствие этого могут возникать отклонения от заданных режимов, которые приводят, например, к ускоренному охлаждению заготовки во время прокатки из-за большей длительности междеформационных пауз или перед уходом в закалочную машину.

Анализируя фактические режимы ВТМО, полученные механические свойства и структуру листового проката следует отметить, что при изготовлении листов толщиной 18 мм температура конца прокатки составила выше 1000°С, что позволило завершиться процессу рекристаллизации и обеспечить незначительное деформационное упрочнение и предел текучести порядка 660 МПа, а также высокие пластические свойства – относительное удлинение ~47%, и ударную вязкость ~145 Дж/см<sup>2</sup>.

При изготовлении листового проката толщиной 15 мм, как показал анализ, важное значение имеет температура конца прокатки  $T_{\kappa n}$ . Если  $T_{\kappa n}$  составляет около 950°С, то формируемой в процессе ВТМО структурой обеспечивается предел текучести порядка 840 МПа, относительное удлинение 32%, и ударная вязкость 131 Дж/см<sup>2</sup>. Снижение  $T_{\kappa n}$  приводит к значительному наклепу и увеличению предела текучести до 900 МПа при относительном удлинении 29%, при этом в сочетании с высокой интенсивностью прокатки на последних проходах происходит снижение ударной вязкости до 100 Дж/см<sup>2</sup>.

Как было сказано выше, для листов толщиной 10 мм при выбранной толщине заготовки 30 мм невозможно получить полностью рекристаллизованную структуру, что приводит к значительному деформационному упрочнению и получению механических свойств, аналогичных прокату толщиной 15 мм (Рисунок 4.26), а также выделению частиц вторичных фаз по границам и в теле зерен, существенно снижающих ударную вязкость. Кроме того, значительный наклеп тонколистового проката может приводит к наличию остаточных напряжений и связанным с этим технологическим трудностям, возникающим при резке, холодной деформации и сварке деталей из стали.

Изготовление листового проката толщиной до 10 мм, обладающего высокими пластическим свойствами и ударной вязкостью, при использовании

только горячей деформации, невозможно из-за ускоренного охлаждения заготовки в процессе прокатки вследствие малой толщины. В связи с этим горячая деформация на основной стадии должна осуществляться при максимально возможной температуре с высокой интенсивностью и последующим снижением степени обжатий для минимизации выделения вторичных фаз при охлаждении. После охлаждения проводится соответствующая термическая обработка для получения заданных механических свойств.

### Термическая обработка листового проката

На основании полученных в главе 3 закономерностей влияния температуры и времени выдержки на реализацию релаксационных процессов и растворение вторичных фаз разработаны и реализованы в промышленных условиях режимы ТО, обеспечивающие формирование необходимой структуры и соответствующих заданных механических свойств листового проката толщиной 4-15 мм. Реализованы две температуры выдержки – 1100 и 1200°С. Время выдержки в печи составило 2-3 мин/мм толщины листа, охлаждение осуществляли в воде в закалочной машине. Температура выдержки 1100°С приводит в зависимости от времени выдержки к снижению временного сопротивления  $\sigma_{\rm B}$  до 950 МПа и предела текучести  $\sigma_{0,2}$  до 650 МПа, повышению относительного удлинения  $\delta_5$  и относительного сужения у до 43% и 62% соответственно, ударная вязкость повышается до 180–225 Дж/см<sup>2</sup>. Проведенные металлографические исследования показали, что в результате выдержки при температуре 1100°С происходит растворение вторичных фаз и формируется равномерная по сечению листа структура, состоящая из равноосных зерен с двойниками отжига и средним размером 12-16 мкм (9-10 балл) (Рисунок 4.28 а-е).

Увеличение температуры выдержки до 1200°С приводит к формированию зерен размером до 30–40 мкм (7 балл) и, в зависимости от времени выдержки, началу собирательной рекристаллизации, в результате которой наблюдается небольшая разнозернистость с размером зерен до 100 мкм (Рисунок 4.28  $\mathcal{K}-u$ ). Такая струкура обеспечивает значение предела текучести  $\sigma_{0,2}$  ~490 МПа и повышение характеристик пластичности  $\delta_5$  и  $\psi$  до 56 и 70% соответственно. Ударная вязкость также повышается до 225 Дж/см<sup>2</sup>.





Рисунок 4.28 – Микроструктура листового проката после ВТМО на стане «2000» АО «ВМК «Красный Октябрь» и последующей ТО: *а–в* – листовой прокат толщиной 15 мм. Выдержка при температуре 1100°С в течение 30 мин; *г–и* – листовой прокат толщиной 10 мм. Выдержка при температуре 1100°С в течение 30 мин; *ж–и* – листовой прокат толщиной 10 мм. Выдержка при температуре 1200°С в течение 20 мин [314]

# 4.3 Разработка технологии производства несимметричного профильного проката из высокопрочной азотсодержащей стали на стане «630/420» ООО «РМ-стил»

Для производства несимметричного полособульбового профиля применяются специальные станы сортовой прокатки. Технологическая линия сортового стана «630/420» ООО «РМ-стил» состоит из следующего оборудования:

– нагревательной печи – газовая проходная роликовая печь длиной 18 м.

– трех клетей стана горячей прокатки 630/420: первая клеть – реверсивная, вторая и третья клети – нереверсивные.

Высокие энергосиловые параметры и большая жесткость прокатных клетей обеспечивают получение геометрически точной формы и заданных механических свойств готового профильного изделия за минимальное количество проходов.

Удаление окалины с верхней и нижней поверхности раската производится в процессе прокатки в первой клети стана форсунками со сжатым воздухом и водой, установленными до и после первой клети стана.

Температуру раската контролируют перед последним проходом в 3-й клети спектральным пирометром DES 10.000.00 ПС и регистрируют записью диаграммы. При превышении заданной температуры раската, загорается сигнальная лампа красного цвета, прокат останавливают и задают в клеть только по достижению требуемой температуры (лампа погасла).

Охлаждение проката – на холодильнике с дополнительным обдувом воздухом с помощью 4-х аэраторов.

Кроме прокатного оборудования при изготовлении профильного проката применяются печи для термообработки в защитной атмосфере, ролико-правильные и правильно-растяжные машины, другое специализированное оборудование.

## 4.3.1 Исследование влияния термодеформационных параметров при изготовлении профильного проката на формирование структуры и свойств стали

Обычно прокатка профилей производится за 5–7 проходов в 3-х клетях стана 630/420: в первой клети осуществляют 3–5 проходов и по одному проходу во второй и третьей клетях. Деформация в первой клети составляет 15–40%. Деформация при последнем проходе около 15–25%. Скорость деформации в первой клети 5–10 с<sup>-1</sup>, второй и третьей –12 с<sup>-1</sup>.

Результаты исследований по совместному влиянию температуры и скорости деформации на формирование структуры, приведенные в главе 3, показали, что оптимальный температурный интервал горячей деформации со скоростью 10 с<sup>-1</sup>, примерно соответствующей скорости прокатки на сортовом стане 630/420, составляет 1100–1200°С, в этом диапазоне объем рекристаллизованной структуры составляет 80–100%. Для инициации процесса ДР при этих температурах необходима е<sub>р</sub> ~ 0,4.

Оборудование стана 630/420 имеет ограниченные возможности в части как варьирования параметров горячей деформации, так и обеспечения их стабильной реализации, поскольку комплекс оснащен минимальным программным обеспечением, позволяющим только фиксировать температуру поверхности перед первой и третьей клетью. Междеформационная пауза обычно составляет около 5 с. Кроме того, технологическая линия стана не оснащена специальной установкой охлаждения, поэтому при замедленном охлаждении после достаточно высоких степеней деформации возможно интенсивное выделение вторичных фаз. С учетом этих условий изготовлены две партии полособульбового проката азотсодержащей стали состава 1 из заготовок квадратного сечения. Заготовки перед горячей деформацией нагревали и выдерживали в печи при температуре 1250±10°С и затем проводили прокатку по заданным деформационным режимам. В процессе прокатки дополнительно осуществлялся контроль температуры при помощи переносного пирометра.

Реализованы две схемы деформации: первая – степень дробной деформации составляла не более 20%, суммарная степень составила около 75%; вторая – деформацию в первой клети осуществляли с обжатиями не менее 20%, суммарная степень деформации – 80% (Рисунок 4.29 *в* и *u*).

Как видно из приведенных данных (Рисунок 4.29 *а*, *б* и *ж*, *з*), температура начала деформации в первой клети в обоих случаях составляла ~1100–1180°С, перед последним проходом в третьей клети – 950–1000°С.

При этом наблюдается разница в температурах по сечению профиля (между полкой и стенкой). В случае более интенсивной деформации (схема 2) эта разница меньше. Также можно отметить, что в случае реализации схемы 2, чем выше температура конца прокатки, тем ниже прочностные свойства проката. При другой схеме такой зависимости не наблюдается.

Анализируя температурно-деформационные условия, полученные механические свойства и результаты металлографических исследований можно сделать вывод, что в процессе деформации по схеме 1 формируется более мелкозернистая структура в результате прохождения в основном МДР (Рисунок 4.30). Преимущественно размер зерна составляет 5–25 мкм. Полученные результаты согласуются с результатами исследования, приведенными в главе 3.



Рисунок 4.29 – Температурно-деформационные условия и механические свойства полособульбового проката, изготовленного по различным режимам на стане «630/420» ООО «РМ-стил»: *a*–*e* –схема 1; *ж*–*м* – схема 2; *a*–*e* и *ж*–*u* – температурно-деформационные условия; *г*–*e* и *к*–*м* – механические свойства профильного проката



Рисунок 4.29 (продолжение) – Температурно-деформационные условия и механические свойства полособульбового проката, изготовленного по различным режимам на стане «630/420» ООО «РМ-стил»: *a*–*e* – схема 1; *ж*–*м* – схема 2; *a*–*e* и *ж*–*u* – температурно-деформационные условия; *г*–*e* и *к*–*м* – механические свойства профильного проката

266

Исследование профиля  $\mathbb{N}$  1 показало наличие неоднородной разнозернистой структуры по сечению. Микроструктура стенки профиля имеет текстуру деформации (Рисунок 4.30 б), также можно отметить наличие областей, в которых прошла частичная рекристаллизация (край стенки профиля), при этом размер отдельных деформированных исходных зерен достигает в направлении прокатки более 50 мкм (Рисунок 4.30 *в*).

Получение неравномерной структуры по сечению профиля связано как с градиентом температур между полкой и стенкой, так и, предположительно, с калибровкой валков прокатного стана, в которых деформация между зонами распределяется неодинаково.

В аустенитных зернах наблюдаются полосы деформации, зерна имеют блочную структуру, на основании этого можно предполагать наличие развитой субструктуры, которая обуславливает получение высоких прочностных свойств (Рисунок 4.29 *г*).

Границы зерен, блоков и двойников декорированы многочисленными выделениями вторичных фаз (Рисунок 4.30 *а–в*), образование которых, по всей видимости, связано с более низкой температурой деформации в последней клети и последующим охлаждением.

Вторичные фазы вносят дополнительный вклад в упрочнение, но не снижают пластичность и вязкость стали, кроме профиля №6, который охлаждался с более низкой скоростью (без вентилятора), в результате по границам зерен образовались крупные выделения вторичных фаз.

Горячая деформация по схеме 2 обуславливает получение предела текучести около 600–700 МПа в основном за счет начала и развития ДР и протекания статических релаксационных процессов после окончания деформации. В результате меньшего градиента температур формируется более однородная структура.

Металлографические исследования профиля № 8 показали, что размер зерна составляет 15–40 мкм. Вследствие высокой температуры деформации на последнем проходе полос скольжения и выделений вторичных фаз не наблюдается.

Подводя итог, можно сказать, что, задавая различные схемы деформирования, возможно получать профильный прокат с пределом текучести в диапазоне 600–1000 МПа, при этом чем выше прочностные характеристики проката, тем больше разница в формируемой структуре и свойствах по сечению профиля.



50 мкм

50 мкм

e

стенка профиля (край)

В

Рисунок 4.30 – Микроструктура профильного проката, изготовленного по различным схемам на стане «630/420» ООО «РМ-стил»: *а*–*в* – схема 1; *г*–*е* – схема 2



Рисунок 4.31– Механические свойства образцов профильного проката производства ООО «РМ-стил» после горячей деформации (ГК) и в термически обработанном состоянии (ТО)

### 4.3.2 Разработка режимов термической обработки профильного проката

Для обеспечения получения профильного проката с пределом текучести менее 600 МПа, а также формирования однородной структуры по сечению после горячей деформации разработаны режимы термической обработки. Основываясь на результатах лабораторных исследований и проведенной ТО листового проката, назначен следующий режим, обеспечивающий в полной мере растворение в твердом растворе избыточных вторичных фаз: температура нагрева и выдержки –1200°С, время выдержки – 3 мин/мм сечения с последующим охлаждением в воде.

Полученные механические свойства (Рисунок 4.31) И результаты металлографических исследований показали (Рисунок 4.32), что при реализованном режиме ТО сформировалась однородная по сечению профиля практически бездефектная крупнозернистая микроструктура с размером зерна 50-200 мкм. В присутствуют отдельные крупные выделения структуре вторичных фаз (Рисунок 4.32), которые не растворились в течение выдержки при достаточно высокой температуре. По всей видимости, эти частицы образовались при выплавке стали и унаследованы из литой структуры. Полученная структура профильного проката обеспечивает предел текучести в диапазоне 400-450 МПа.

Исходя из полученных результатов, можно рекомендовать проводить термическую обработку при более низких температурах 1150–1170°С, учитывая, что 1200°С является предельно возможной температурой для термического оборудования. Для незначительного снижения прочностных свойств термообработку профильного проката следует проводить аналогично ТО листового проката.



Рисунок 4.32 – Микроструктура профильного проката после термической обработки: *а* – полка профиля; *б* – стенка профиля

### 4.4 Оптимизация технологии производства поковок различного сортамента из азотсодержащей стали

Операцию ковки азотсодержащей стали применяют при получении брам для последующей прокатки, а также при изготовлении поковок различного сортамента. Ковка стали марки 04X20H6Г11M2AФБ обычно проводится в условиях ООО «ОМЗ-Спецсталь» в цехе №20 на прессе усилием 3200 тс, для небольших поковок в виде труб на прессе усилием 1250 тс. Для производства кольцевых поковок также применяют раскатку заготовок, изготовленных на ООО «ОМЗ-Спецсталь» на кольцепрокатном стане фирмы «SMS Meer» RAW 400(500)/400(500)-6000-1200 ПАО «Русполимет».

### 4.4.1 Анализ причин повышенного трещинообразования и технологических схем изготовления брам и поковок на ковочном прессе усилием 3200 тс ООО «ОМЗ-Спецсталь»

На гидравлическом прессе усилием 3200 тс изготавливаются поковки из углеродистых, легированных, инструментальных, нержавеющих, валковых марок стали. Развес слитков от 5,0 до 30 т. Температура нагрева металла в камерных печах с выкатным подом, отапливаемых газом, составляла 1050–1260°С. Пресс оснащен манипулятором грузоподъемностью 30 т.

При производстве поковок выполняются следующие технологические операции: биллетировка, вырубка блока, осадка биллетов и блоков, протяжка на оправке, раскатка на дорне, отрубка отходов с 2-х сторон, шлихтовка, правка, штамповка, разгонка дисков на поворотном столе.

При изготовлении брам толщиной от 350 до 600 мм в зависимости от толщины прокатываемых из них листов использовали слитки развесом 7,5–13 т. Нагрев и выдержку слитков по заданному режиму производили при температуре 1250 ±10°C перед каждым выносом. Ковку начинали с операции биллетировки с минимальными потерями тепла при температуре 1100–1150°C, которую выполняли в вырезных бойках для улучшения схемы деформации, учитывая высокое сопротивление деформации азотсодержащей стали.

Обжатия при биллетировке составляли 30–50 мм за проход. Температура металла по окончании операции составляла 1000–1020°С. После биллетировки слиток подогревали в соответствии с требованиями технологической документации. В последующих выносах слиток ковали до требуемых размеров брамы. Количество

выносов доходило до 6–10, в зависимости от требуемой толщины. Обжатия составляли 50–100 мм за проход. Температура металла в конце каждого выноса была не ниже 980°C.

При изготовлении сплошных и кольцевых поковок различного диаметра из слитков весом 5–7 т процесс ковки начинался также с биллетировки, которую проводили с обжатиями 10–50 мм. Количество выносов в ряде случаев доходило до 20. Технологические этапы изготовления поковок в зависимости от сортамента состояли из: протяжки, вырубки блоков, осадки по высоте, прошивка отверстия, раскатка на оправке (для поковок типа «раскатное кольцо») или вытяжка на оправке для поковок типа «труба») (Рисунок 4.33).

Несмотря на небольшие степени обжатий при каждом выносе и достаточно высокой температуре начала горячей деформации, в процессе ковки образовались многочисленные трещины и надрывы (особенно при протяжке на оправке) (Рисунок 4.34). Образовавшиеся дефекты удалялись, как правило, в горячем состоянии с помощью газовой горелки. Крупные трещины удалялись механической обработкой после охлаждения поковок (недоковов) на воздухе.



Рисунок 4.33 – Изготовление поковок из стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ в условиях ООО «ОМЗ-Спецсталь» в цехе № 20 на прессе усилием 3200 тс





б



а



Трещины являются наиболее часто встречающимся дефектом поковок. Причинами образования трещин могут служить:

1) низкое качество заготовки;

- 2) неверно подобранный режим ковки;
- 3) несоблюдение технологии нагрева заготовки;

4) неверное выполнение операций ковки;

5) неравномерное охлаждение заготовки после ковки.

При анализе причин повышенного трещинообразования исследуемой стали при ковке выявлены наиболее опасные операции в отношении трещинообразования:

- протяжка;
- осадка с последующей прошивкой;
- осадка с последующей прошивкой и раскаткой на оправке.

Осадка – операция, требующая наибольшего усилия. Во время данной операции деформация протекает неравномерно в связи с влиянием трения бойков о поверхность слитка. Осадка сама по себе не приводит к образованию глубоких трещин в отличие от протяжки. На боковой поверхности появляются незначительные инициаторы (концентраторы), которые при дальнейшем воздействии (прошивка, раскатка на оправке) раскрываются в глубокие трещины.

Имеющиеся данные о влиянии отдельных легирующих элементов на трещиноустойчивость чаще всего не позволяют достаточно правильно и точно оценить её у высоколегированных сталей. Введение в сталь, например, никеля, вызывает значительное снижение трещиноустойчивости. Еще одним из факторов влияния состава стали на склонность к образованию горячих трещин является воздействие на характер и распределение неметаллических включений, на состояние границ и размера зерен [282].

В главе 3 приведены результаты металлографических исследований металла промышленного слитка весом 5 т и оценка его загрязненности неметаллическими включениями, которые показали высокий уровень загрязненности оксидными и сульфидными неметаллическими включениями всех размерных групп, расположенных как одиночно, так и скоплениями.

Также причиной трещинообразования может являться наличие в прикорковой зоне слитка δ-феррита из-за более высокой скорости охлаждения при кристаллизации и/или вторичного δ-феррита, образующегося при гомогенизационном отжиге слитка и нагреве под деформацию, из-за выгорания химических элементов, таких как марганец и азот, с поверхности.

Для определения влияния атмосферы, скорости нагрева и температуры выдержки под ковку на структуру поверхности заготовки из азотсодержащей стали проведены исследования на дилатометре DIL 805 по следующим режимам:

Режим 1: – нагрев до T<sub>1</sub>=1240°C со скоростью 1°C/с, выдержка при данной температуре 60 с; – среда – воздух/вакуум;

– охлаждение до  $T_2$ =550°C со скоростью 15°C/с, далее свободно.

Режим 2: – нагрев до T<sub>1</sub>=1240°C со скоростью 5°C/с, выдержка при данной температуре 60 с; – среда – воздух/вакуум;

– охлаждение до  $T_2=550^{\circ}C$  со скоростью 15°C/с, далее свободно.

Металлографические исследования показали, что при нагреве в воздушной атмосфере в приповерхностном слое наблюдается окисление границ и выделение вторичных фаз по границам зерен. Причем, при увеличении скорости нагрева количество выделений уменьшается (Рисунок 4.35 в). Поскольку время выдержки было незначительно, то последующего растворения выделений вторичных фаз не произошло. При нагреве в вакууме подобных явлений практически не наблюдается (Рисунок 4.35 б и *г*).



режим 2, среда – воздух в

г Г

Рисунок 4.35 – Микроструктура стали после различных режимов нагрева под ковку в воздушной среде и в вакууме

Таким образом, во время многократных нагревов перед ковкой в воздушной атмосфере происходит обеднение легирующими элементами γ-твердого раствора в поверхностных слоях заготовок, вызывающее образование δ-феррита, окисление границ и выделение вторичных фаз что, в свою очередь, может служить одной из причин образования глубоких поверхностных трещин во время ковки.

С учетом узкого температурного интервала горячей пластичности азотсодержащей стали и её чувствительности к высокотемпературному нагреву в окислительной среде целесообразными являются следующие технологические мероприятия: - обмазка слитков коалином или жидким стеклом перед нагревом под ковку;

- протяжка в вырезных бойках;

 промежуточная механическая обработка поверхности недоковов до полного удаления дефектов;

исключение операции «прошивка» за счет расточки отверстия в холодном состоянии.

## 4.4.2 Технологические схемы изготовления поковок на оборудовании ООО «ОМЗ «Спецсталь»

В главе 3 определены оптимальные температурно-деформационные условия начала динамической рекристаллизации при ковке на прессе: интервал температур 1200–1100°С, ε<sub>p</sub> около 10–15% для стали в литом состоянии.

Для проведения исследований по влиянию температуры и степени деформации на последних двух-трех выносах на формирование конечной структуры и свойств поковок в промышленных условиях реализовано несколько технологических схем горячей деформации на прессе 3200 тс для трех типоразмеров поковок.

Деформирование 2 поковок типа «раскатное кольцо» внешним диаметром 540 мм на двух предпоследних выносах (раскатка) проводили в интервале температур 1240–1100°С со степенью деформации 15–30%. На последнем выносе температурный интервал ковки для поковки № КМ-1 составил 1250–985°С с общей степенью деформации 35%, для № КМ-2 1050–840°С с общей степенью 60%. Также для данной поковки температура нагрева и выдержки перед последним выносом составила 1050°С.

Исследование микроструктуры и свойств поковок показали, что в случае окончания ковки при высокой температуре частично проходит ДР в совокупности с МДР и СР, поскольку время деформирования составило порядка 10 мин. В результате формируется разнозернистая структура с размером зерен от 50 до 500 мкм (Рисунок 4.36 *a*), обеспечивающая значения прочностных характеристик:  $\sigma_{\rm B}$ =800 МПа и  $\sigma_{0,2}$ =530 МПа в сочетании с высокими пластическими свойствами:  $\delta_5$ =45%,  $\psi$ =61% (Таблица 4.10). В теле и по границам зерен наблюдаются цепочки выделений вторичной фазы, по всей видимости, нитридов и карбонитридов ниобия и ванадия. Температура нагрева до 1050°С и длительное время выдержки после невысокой общей степени деформации на предыдущем выносе (15%) приводит к существенному росту

зерна до 800 мкм (Рисунок 4.36 б), формированию сильнодеформированной структуры, при этом прочностные свойства и ударная вязкость имеют практически одинаковые значения со свойствами для поковки № КМ-1, значения относительного сужения низкие – около 37% (Таблица 4.10). Поскольку интенсивное деформирование осуществлялось в течение 20 мин в температурном интервале, наиболее выгодном для выделения вторичных фаз по границам зерен сформировалось их значительное количество.

Анализ полученных структуры и свойств поковок большего внешнего диаметра, но с аналогичной толщиной стенки, как и в поковках №№КМ-1 и 2, показал, что в случае проведения ковки на последнем выносе в интервале температур 1250–950°С и суммарной степени деформации не более 20% формируется слабодеформированная крупнозернистая структура с размером зерен до 700–800 мкм, обеспечивающая невысокий уровень прочностных свойств:  $\sigma_{в}$ =770 МПа и  $\sigma_{0,2}$ =470 МПа в сочетании с высокими пластическими свойствами:  $\delta_{5}$ =48%,  $\psi$ =65% (Таблица 4.10 поковка №КБ-1). Снижение температуры выдержки перед последним выносом, а также самого температурного интервала деформирования приводит к формированию структуры с размером зерен до 600 мкм, с большим количеством выделений как в теле зерна на субструктурных границах, так и на БУГ.



Рисунок 4.36 – Микроструктура и размер зерна поковок типа «раскатное кольцо», изготовленных по различным технологическим режимам на прессе 3200 тн ООО «ОМЗ «Спецсталь»: *a* – поковка № КМ-1 (Т<sub>пв</sub>=1250–985°С); *б* – поковка № КМ-2 (Т<sub>пв</sub>=1050–840°С)

В зависимости от интенсивности деформации на последнем выносе формируется структура с разной степенью наклепа, обеспечивающая соответствующие прочностные свойства (Таблица 4.10 поковки №№КБ-2 3), при этом значения пластических свойств ниже требуемого уровня –50%. Также вклад в упрочнение вносят выделения вторичных фаз, количество которых увеличивается с увеличением суммарной степени деформации на последнем выносе.

Поковка	σ <sub>в</sub> , ΜΠа	σ <sub>0.2</sub> , МПа	δ <sub>5</sub> , %	ψ, %	КСV <sup>+20</sup> ,
	_/			• •	Дж/см <sup>2</sup>
KM-1	800-810	520-530	44,0–46,0	58,0-61,0	245-255
КМ-2	780-800	540-550	29,0–36,0	37,0–37,0	265-270
КБ-1	760–770	460-470	47,0–48,0	58,0-65,0	260-270
КБ-2	820-830	500-510	41,0–45,0	48,0–49,0	185–195
КБ-3	890–930	660–700	34,0–35,0	46,0-48,0	115-120
B-1	910–920	690–700	29,0–34,0	50,0-51,0	119–127
B-2	1060-1070	920–930	21,5–31,0	46,0-47,0	60–75
B-3	900–920	680–700	35,0–39,0	64,0–66,0	276-280
ВБ-1	860-880	600–610	41,0–43,0	66,0–67,0	180–192
ВБ-2	860-870	595-610	41,0-43,0	66,0–67,0	175–185

Таблица 4.10 – Механические свойства поковок

Деформирование поковок типа «вал» диаметром 220–250 мм проводили по трем схемам:

1. Для №В-1:

– температурный интервал на предпоследнем выносе 1250–940°C с общей степенью 100%, суммарное время деформации 45 мин;

- нагрев и выдержка при 1050°С;

- деформация при 1040-850°С, ε<sub>Σ</sub>=25%.

2. Для №В-2:

– температурный интервал на предпоследнем выносе 1250–940°С с общей степенью 25%;

- нагрев и выдержка при 1070°С;

- деформация при 1050–980°С, ε<sub>Σ</sub>=120%.

3. Для №В-3:

– температурный интервал на предпоследних двух выносах составлял 1080–1000°С с общей степенью 16 и 8% соответственно;

- нагрев и выдержка между выносами – 1080–1050°С;

– деформация на последнем выносе при 1050–890°С,  $\varepsilon_{\Sigma}$ =40%, суммарное время деформации 45 мин.

Формирование структуры поковки №В-1 на последних этапах ковки, по всей видимости, происходило следующим образом: во время предпоследнего выноса в результате высокой температуры и степени обжатия около 100% сформировалась частично рекристаллизованная структура, при последующей выдержке прошла статическая рекристаллизация, о чем свидетельствуют «ровные» границы зерен, средний размер зерен составляет около 170 мкм, на последнем выносе реализовалось упрочнение формирования слаборазориентированой незначительное за счет субструктуры (Таблица 4.10). Также дополнительный вклад в упрочнения вносят образовавшиеся как на предпоследнем выносе и дисперсные частицы, не растворившиеся при последующем нагреве, так и образовавшиеся на последнем этапе деформации при температуре ниже 900°С (Рисунок 4.37 *а*). Для поковки №В-2 особенностью является значительная суммарная степень деформации 120% на последнем выносе при низкой температуре около 1000°С. В результате по границам исходных деформированных зерен сформировались мелкие рекристаллизованные зерна (Рисунок 4.37 б), границы исходных зерен и двойников отжига «зубчатые», на границах также сосредоточено значительное количество выделений вторичной фазы, приводящие совместно с сильнодеформированной структурой к получению низких пластических свойств и ударной вязкости (Таблица 4.10).

Формирование поковки №В-3 на последних трех этапах происходило в температурных интервалах 1080–1000°С и 1050–890°С. В результате сформировалась смешанная «ожерельная» структура, состоящая из крупных деформированных зерен со средним размером порядка 150 мкм, окруженных мелкими рекристаллизованными зернами средним размером 17,5 мкм (Рисунок 4.37 *в*), обеспечившая получение высокого комплекса свойств (Таблица 4.10).

Поковки №№ВБ-1 и 2 типа «вал» ковались за 8 проходов с высокой интенсивностью, общий уков составил около 4,7. Последний этап осуществляли в температурном интервале 1050–950°С степень деформации – 15%. В результате высокого темпа и интенсивности деформации на предпоследних этапах сформировалась рекристаллизованная в основном мелкозернистая структура с невысокой степенью наклепа (Рисунок 4.37 *г*), обеспечившая предел текучести на уровне 600 МПа и высокие пластические свойства (Таблица 4.10).

Подводя итог, можно отметить, что производство поковок из стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ на прессе усилием 3200 тс ООО «Спецсталь» представляет существенные технологические сложности, связанные как С повышенным так трещинообразованием, промышленного оборудования. И ВОЗМОЖНОСТЯМИ Формирование крупнозернистой структуры вследствие получения металлом критических значений степени пластической деформации и разнозернистой структуры по причине частичного прохождения рекристаллизации может приводить к снижению уровня механических свойств и ресурса конструкций и изделий в сложных условиях эксплуатации.



Рисунок 4.37 – Микроструктура и размер зерна поковок типа «вал», изготовленных по различным технологическим режимам на прессе 3200 тн ООО «ОМЗ «Спецсталь»: *a* – поковка № В-1; *б* – поковка № В-2; *в* – поковка № В-3; *г* – поковка № ВБ-2 В связи с этим для предотвращения критических значений деформации, необходимо проводить регламентацию величины накопленной степени деформации на каждом этапе изготовления, учитывающем процессы упрочнения при деформации и разупрочнения в междеформационных паузах, в которых происходит частичная рекристаллизация, снимающая часть деформационного упрочнения.

## 4.4.3 Технологические схемы изготовления раскатных колец на стане RAW 400(500)/400(500) - 6000-1200 ПАО «Русполимет»

Изготовление четырех раскатных колец проводили на стане RAW 400(500)/400(500)-6000-1200 ПАО «Русполимет» из кованных заготовок производства ООО «ОМЗ-Спецсталь». По традиционной схеме раскатку осуществляют за несколько непрерывно-повторяющихся циклов, которые включают операции раскатки и подогрева. Во время подогрева заготовки под раскатку возможен рост зерна. Преимуществами горячей раскатки заготовок из сложнолегированных сталей по сравнению со свободной ковкой являются: получение квазиизотропной структуры, сокращение расходов на механическую обработку, высокая производительность, высокая размерная точность заготовки, высокая трещностойкость за счет более равномерного распределения температуры и деформации, чем при ковке [315]. На Рисунке 4.38 приведено схематичное изображение стана RAW 400(500)/400(500)-6000-1200 ПАО «Русполимет» (максимальное радиальное усилие – 500 т; скорость прокатки – 600÷1000 мм/с; скорость сведения валков – 8 мм/с).



Рисунок 4.38 – Схема кольцераскатного стана

Усилие на стане зависит от диаметра второго неприводного валка. Выбор неприводного валка определяется внутренним диаметром исходной заготовки.

Температура выдержки перед прокаткой составляла 1180<sup>±10</sup>°С, время выдержки – 1,5 мин/мм. Температурно-деформационные условия изготовления раскатных колец приведены в Таблице 4.11. Охлаждение после раскатки осуществляли в баке с водой. Трещин на поверхности и на кромках колец не наблюдалось. В Таблице 4.12 приведены полученные механические свойства раскатных колец.

Таблица 4.11 – Температурно-деформационные параметры изготовления раскатных колец из стали

№ заготовк	Размер раскатного мм	ы кольца,	Суммарная степень деформации,	Попроходная степень деформации,	Температура конца прокатки, Т <sub>кп</sub> , °С	
И	Ø <sub>нар</sub>	Ø <sub>вн</sub>	ε,%	%		
К-1	$590^{\pm7}$	$420^{\pm 7}$	30	11–10	1050-1000	
К-2	$800^{\pm 7}$	$680^{\pm 7}$	50	14–43	1050-1000	
К-3	$1070^{\pm 7}$	$820^{\pm 7}$	45	7-14-17	1000–950	
К-4	$1265^{\pm 7}$	$1065^{\pm 7}$	55	4-9-13-28-18	1000–950	

№ заготовки	<b>σ</b> <sub>в</sub> , МПа	σ <sub>0,2</sub> , ΜΠa	δ <sub>5</sub> , %	ψ, %	КСV <sup>+20</sup> , Дж/см <sup>2</sup>
К-1	850	520	57	62	176
К-2	848	528	52	56	133
К-3	884	523	51	48	155
К-4	857	562	41	45	134

Таблица 4.12 – Механические свойства раскатных колец из стали (средние значения)

Исследование микроструктуры показало, что горячая деформация с невысокой степенью суммарной и попроходной деформации (кольцо №К-1) приводит к 50-150 формированию субструктуры В исходных зернах размером мкм, обусловливающей небольшой деформационной наклеп. Увеличение степени суммарной и попроходной деформации (кольцо №К-2) способствует началу ДР, в результате чего формируется смешанная структура, состоящая из исходных деформированных зерен размером 50-100 мкм и новых рекристаллизованных зерен размером 15-30 мкм, объем которых составляет 70%. Подобная смешанная структура стали обеспечивает прочностные свойства, как и в случае поковки №К-1 (Таблица 4.12), однако оказывает отрицательное влияние на значения ударной вязкости.

Увеличение количества проходов с обеспечением равномерного распределения степени дробной деформации от 7 до 17% (кольцо №К-3) приводит к формированию «ожерельной» структуры в результате прохождения частичной ДР. Размер рекристаллизованных зерен составляет 10–15 мкм, объем рекристаллизации – 40%. Деформация с большей интенсивностью в конце раскатки (кольцо №К-4) приводит к развитию динамической рекристаллизации, объем рекристаллизованных зерен размером 15–30 мкм составляет 80%. Формирование данной структуры снижает пластичность и вязкость.

## 4.4.4 Рекомендации по оптимизации технологических схем изготовления листового проката и поковок из стали марки 04X20H6Г11M2AФБ

Как было сказано выше, сталь марки 04Х20Н6Г11М2АФБ в условиях промышленного оборудования ООО «ОМЗ-Спецсталь» при изготовлении брам и поковок проявила склонность к повышенному трещинообразованию.

Исходной заготовкой для изготовления листового проката на стане «5000» ПАО «Северсталь» помимо кованной брамы может служить листовой слиток, использование которого в технологическом процессе позволит избежать подобных технологических трудностей, связанных с изготовлением брам для последующей прокатки.

Для определения принципиальной возможности изготовления проката из исследуемой стали из листового слитка в промышленных условиях ООО «ОМЗ-Спецсталь» проведен эксперимент с целью сравнительного исследования формируемой структуры и свойств листового проката в зависимости от типа исходного заготовки (кованная или литая).

Два листовых слитка массой 10 т прокатаны следующим образом: из первого слитка изготовлен лист толщиной 70 мм, из второго – в два этапа через промежуточный подкат (170 мм) – листовой прокат толщиной 23 мм. Аналогичные схемы были применены к брамам. ВТМО листов осуществлялась по максимально возможным идентичным режимам для каждой толщины листа. При ВТМО листов толщиной 70 мм основную деформацию проводили в интервале 1150–1050°С, температура окончания прокатки составила около 1020°С, обжатия на последних этапах не превышали 8% для исключения наклепа в приповерхностных слоях.

Сравнительные исследования показали, что в процессе горячей прокатки в обоих случаях сформировалась равномерная рекристаллизованная структура с размером зерна 50–80 мкм (Рисунок 4.39 *a*, *б*). Кроме того, в результате реализованного режима получена равномерная рекристаллизованная структура по всему сечению листа (Рисунок 4.39 *в*), обеспечившая предел текучести  $\sigma_{0.2}$ =580–600 МПа (Таблица 4.13).

№ проката	Временное сопротив- ление, σ <sub>в</sub> , МПа	Предел текучести, σ <sub>0,2</sub> , МПа	Относит. удлинение, δ₅, %	Относит. сужение, ψ, %	Ударная вязкость, KCV <sup>+20</sup> , Дж/см <sup>2</sup>
C-70	830-850	560–580	46,0–48,2	61,2–64,3	209–221
Б-70	830-855	570–600	44,5–48,2	65,1–66,5	241–259
C-23	990–1020	820-850	29,2–33,4	55,8–60,9	105–115
Б-23	1010–1040	840-870	32,1–34,9	57,2–64,1	120–140

Таблица 4.13 – Механические свойства листового проката из стали марки 04X20H6Г11M2AФБ, изготовленные из литой и кованной заготовки

Анализ листового проката толщиной 23 мм показал аналогичные результаты (Таблица 4.13). Также следует отметить лучшее состоянии поверхности при прокатке из листового слитка: меньшее количество и глубина трещин на поверхности раската, меньшая протяжённость трещин со стороны боковой кромки.

Преимущество горячего деформирования литой структуры прокаткой над ковкой заключается в обеспечении более высокой температуры и степени попроходной деформации. Как было показано в главе 3, при деформировании литой структуры в оптимальном температурном диапазоне наблюдается непрерывная рекристаллизация, обеспечивающая формирование равномерной структуры, что и обусловливает получение высокого комплекса свойств.

Для получения качественных поковок различного сортамента также требуется корректировка существующих технологических схем. Во-первых, при изготовлении поковок тип «вал» и «труба» в условиях ООО «ОМЗ-Спецсталь» с учетом имеющихся возможностей технологического оборудования для обеспечения высоких значений предела текучести (более 600 МПа) при сохранении высоких пластических свойств и ударной вязкости необходимо на последних трех выносах снизить температуру нагрева заготовок перед выносами до 1070°С (на последнем выносе до 1050°С).



Рисунок 4.39 – Микроструктура листового проката, изготовленного из различных исходных заготовок на стане «5000» ООО «ОМЗ-Спецсталь»: *а* – прокат № С-70 толщиной 70 мм из листового слитка; *б* – прокат № Б-70 толщиной 70 мм из брамы;

в – панорамное изображение структуры проката № С-70 по толщине

При этом длительность выдержки должна быть оптимальной для обеспечения минимальной реализации процессов возврата (полигонизации) при нагреве под деформацию.

Для изготовления раскатных колец представляется оптимальной схема с применением полых литых заготовок для последующей раскатки на стане, в том числе полученных при помощи метода электрошлакового переплава. Такая технология не требует наличия сложного оборудования и обеспечивает получение полых заготовок больших размеров как простой, так и сложной конфигурации [316].

#### ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 4

1. Комплексный анализ термодеформационных параметров, структуры и свойств листового проката толщиной 20-45 мм, изготовленного в условиях стана «5000» ЛПЦ-З ПАО «Северсталь», позволил установить, что формирование рекристаллизованной структуры азотсодержащей стали происходит за счет реализации при прокатке процессов динамической и метадинамической рекристаллизации, которые стимулируются высокой температурой около 1100°C и постепенным накоплением деформации от прохода к проходу. Снижение интенсивности деформации на последних проходах в сочетании с температурой выше 1000°С приводит к завершению рекристаллизации И образованию однородной рекристаллизованной структуры, обеспечивающей предел текучести около 500–550 МПа. Выделение вторичных фаз при этих температурах минимально.

Получение более высокого предела текучести (650–770 МПа) возможно при проведении большей части деформации в интервале температур 1150–1080°С с обеспечением на последних проходах снижение температуры до 950–970°С, что приводит к завершению рекристаллизации и последующему деформационному наклепу, обусловливающему формирование слаборазориентированной субструктуры. Чем ниже температура окончания прокатки, тем значительнее наклеп и, следовательно, выше прочностные свойства. Выделений вторичных фаз за счет понижения температуры образуется больше, что вносит дополнительный вклад в упрочнение.

Снижение температуры деформирования на последних проходах до 900°C приводит к затруднению завершения рекристаллизации, что обусловливает формирование смешанной структуры, состоящей из больших деформированных зерен, вытянутых вдоль направления прокатки и образовавшихся мелких рекристаллизованных зерен. Подобная структура позволяет обеспечить еще более высокую прочность ( $\sigma_{0,2}$ =810–840 МПа). Выделений нитридов и карбонитридов

происходит больше. При повышении интенсивности прокатки на чистовой стадии возможно получение предела текучести до 900 МПа.

Получение значений предела текучести около 1000 МПа возможно, если в конце «чистовой» стадии обеспечить небольшую (около 5%) равномерную деформацию в интервале температур 900–800°С, при которой происходит сильное деформационное упрочнение, а также интенсивное выделение карбидов и нитридов ванадия, хрома и ниобия. В результате формируется структура с крупными зернами, вытянутыми вдоль направления прокатки, с «ожерельем» мелких зерен по границам, обеспечивающая высокие прочностные свойства, но более низкие пластические и вязкие свойства. При этом они остаются на требуемом уровне и сравнимы с заданными свойствами для низколегированных высокопрочных сталей.

Увеличение степени дробной деформации на последних проходах даже при высоких температурах прокатки (1020°С) приводит к образованию дисперсных частиц, причем, чем ниже температура, тем больше этих выделений.

Таким образом, при изготовлении листов толщиной 20–45 мм из стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ следует соблюдать общие рекомендации для получения качественного листового проката с требуемыми свойствами, а именно:

– для формирования конечной однородной равномерной структуры первая стадия прокатки должна проводиться при температуре 1150–1080°С в высоком темпе с максимально возможными обжатиями; в указанном интервале начало динамической рекристаллизации обусловлено меньшей степенью пороговой деформации и протекает в полном объеме;

– на «чистовой» стадии в интервале 1100–1060°С продолжается развитие процессов ДР и МДР, интенсивности их протекания способствует степень дробной деформации 15–18%;

– на заключительной стадии проходы должны осуществляться в интервале температур 1020–850°С, в зависимости от требуемых механических свойств;

– на последних 2–3 проходах необходимо проводить деформирование со степенью деформации не более 5%, чтобы избежать поверхностного наклепа и более интенсивного выделения нитридов и карбидов, поскольку получение подобной структуры может отрицательно повлиять на некоторые технологические и эксплуатационные свойства.

2. На основании проведенного имитационного моделирования разработана и реализована в промышленных условиях АО «ВМК «Красный Октябрь» технология изготовления листового проката толщиной 10–18 мм, позволяющая стабильно

обеспечивать заданные квазиизотропные механические свойства за счет формирования равномерной мелкозернистой структуры по сечению листа.

Получение подробной структуры обеспечивается накоплением на первых проходах суммарной степени деформации порядка 40–45%, необходимой для начала процессов ДР и МДР и сохранения высокой температуры (1100–1050°С) на начальных этапах горячей прокатки, с последующим постепенным уменьшением интенсивности обжатий до 10–15%, поддерживая таким образом условия для развития и завершения этих процессов. На последних проходах степень деформации должна составлять 8–4% за проход для обеспечения наклепа и минимальной возможности образования вторичных фаз. Суммарная степень деформации должна составлять не менее 65–75%.

Окончание прокатки при температуре выше 1000°С обусловливает получение предела текучести порядка  $\sigma_{0,2}$ =660 МПа, за счет незначительного деформационного упрочнения, а также высокие пластические свойства – относительное удлинение имеет значение порядка 47%, и ударную вязкость 145 Дж/см<sup>2</sup>. Снижение температуры конца прокатки до 950–900°С увеличивает наклеп рекристаллизованной структуры, формируемой в процессе ВТМО, соответственно, прочность увеличивается до  $\sigma_{0,2}$ =840–900 МПа.

3. Установлено, что изготовление листового проката толщиной до 10 мм в промышленных условиях АО «ВМК «Красный Октябрь», обладающего высокими пластическим свойствами и ударной вязкостью только с применением ВТМО, невозможно из-за ускоренного охлаждения заготовки в процессе прокатки вследствие малой толщины. Основной задачей при горячей деформации является обеспечение максимально возможной температуры в течение всей прокати для минимизации образования вторичных фаз. После охлаждения листового проката необходимо проводить соответствующую термическую обработку для получения заданных механических свойств.

4. Рекомендован температурный интервал 1100–1200°С для проведения термической обработки лстового проката толщиной 4–15 мм, необходимый для прохождения процессов возврата и рекристаллизации и обеспечения растворения дисперсных частиц на границах зерен.

Температура выдержки при 1100°С приводит в зависимости от времени выдержки к снижению временного сопротивления  $\sigma_{\rm B}$  до 950 МПа и предела текучести  $\sigma_{0,2}$  до 650 МПа, повышению значений относительного удлинения  $\delta_5$  и сужения  $\psi$  до 43% и 62% соответственно, ударная вязкость повышается до 180–225 Дж/см<sup>2</sup>.
Увеличение температуры выдержки до 1200°С приводит к росту зерен, обеспечивая значение предела текучести  $\sigma_{0,2}$  порядка 490 МПа и повышение характеристик пластичности  $\delta_5$  и  $\psi$  до 56 и 70% соответственно. Ударная вязкость также повышается до 225 Дж/см<sup>2</sup>.

5. Установлено, что содержание б-феррита в количестве до 1% не влияет на механические свойства исследуемой стали, содержание б-феррита более 1% снижает ударную вязкость.

6. Показано, что, реализуя различные схемы деформирования, возможно получать профильный прокат с пределом текучести 600–1000 МПа.

При степени дробной деформации менее 20% преобладающим механизмом структурообразования является метадинамическая рекристаллизация, обусловливающая формирование более мелкозернистой структуры (размер зерна составляет 5–25 мкм) и обеспечивающая значения предела текучести порядка  $\sigma_{0,2}$ =950–1000 МПа.

Деформация с обжатиями не менее 20% приводит к развитию динамической рекристаллизации. В результате меньшего градиента температур формируется более однородная структура с размером зерна порядка 15–40 мкм.

7. Установлены причины повышенного трещинообразования исследуемой стали при ковке на прессе в промышленных условиях. Предложены рекомендации по оптимизации технологических схем изготовления листового проката и поковок из стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ, заключающиеся в:

 изготовлении листового проката толщиной 20–70 мм непосредственно из слитка с применением промежуточного подката для листов толщиной до 45 мм.

– при изготовлении поковок типа «вал» и «труба» необходимо на последних трех выносах снизить температуру нагрева заготовок перед выносами до 1070°С (на последнем выносе до 1050°С). При этом длительность выдержки должна быть оптимальной для обеспечения минимальной реализации процессов возврата (полигонизации) при нагреве под деформацию.

### ГЛАВА 5. ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИЧНОСТИ ВЫСОКОПРОЧНОЙ АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ СТАЛИ ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ ИЗДЕЛИЙ И КОНСТРУКЦИЙ

При создании стальных конструкций и изделий, особенно крупногабаритных, применяются различные технологические операции, связанные с изготовлением отдельных деталей и заготовок из полуфабрикатов (листового и профильного проката, поковок), а также их последующего соединения. Основными операциями при изготовлении конструкций из исследуемой стали являются: механическая обработка, листовая штамповка, гибка, сварка, правка и др. Поведение материала при его обработке (технологические свойства) имеет большое влияние на конечное качество и надежность изделий, производительность труда и себестоимость изготовления.

Штампуемость. При изготовлении различных конструкций и изделий значительное место в производственном процессе занимает штамповка, в том числе глубокая вытяжка и гибка. Эти технологические операции позволяют получать детали сложной формы с наименьшими затратами металла и трудоемкости. Однако изготовление деталей штамповкой предъявляет довольно высокие требования к качеству и свойствам исходного металла. Чем сложнее профиль детали, тем выше эти требования. Специфические, при изготовлении деталей давлением, дефекты (образование фестонов, неравномерное утонение, трещины, разрывы металла) возникают также при использовании для этой технологической операции специальных марок сталей.

При разработке новых материалов для определения возможности изготовления из листового проката изделий сложнопрофильной формы проводят исследование технологической деформируемости стали, которое состоит из определения штампуемости и формоизменения, т.е. способности листового допустимого материала принимать необходимую форму детали при пластическом деформировании без нарушения сплошности и потери устойчивости при заданном уровне механических свойств и качестве поверхности [256, 317].

Для оценки штампуемости используются следующие механические характеристики металла: временное сопротивление  $\sigma_{\rm B}$ , предел текучести  $\sigma_{0,2}$ , относительное удлинение  $\delta_5$ , равномерное относительное удлинение  $\delta_{pagh}$ , относительное сужение  $\psi$ , отношение предела текучести к временному сопротивлению. Кроме того, определяется коэффициент нормальной пластической анизотропии R. Штампуемость ухудшается по мере повышения прочностных свойств стали, особенно предела текучести. Способность стали к вытяжке характеризуется отношением  $\sigma_{0,2}/\sigma_{\rm B}$ , которое у металла для глубокой вытяжки должно быть

в пределах 0,65–0,7. Крупнозернистые стали (1–3 балл) и стали с неоднородным зерном дают шероховатую поверхность и склонны к образованию разрывов при штамповке. Стали с очень мелким зерном (8–10 балл) обнаруживают пружинящий эффект и сильно изнашивают штампы. Разнозернистость также оказывает существенное влияние на штампуемость материала, приводя к снижению допустимой степени деформации при вытяжке деталей из-за неравномерности распределения деформации между крупным и мелким зерном, которая может привести к появлению трещин и разрывов [317, 318].

Штампуемость является основной характеристикой пригодности металла к штамповке или к глубокой вытяжке. Она зависит от многих факторов, таких как вид операции, скорость деформации, качества и исходного состояния металла и отражает возможность пластической обработки металла по допустимому формоизменению. За образование фестонов, неравномерного утонения и складок несет ответственность способ выполнения технологической операции и конструкция штамповой оснастки, но особенно анизотропия исходного металла [318].

Свариваемость. Свариваемость стали зависит от ee химического состава, кристаллической решетки, физических свойств и других факторов. Важными критериями также являются: чувствительность к тепловому воздействию сварки и образованию пор, сопротивляемость к образованию горячих и холодных трещин. Как показано в главе 1, к числу основных трудностей, возникающих при сварке аустенитных сталей, относится склонность металла шва и околошовной зоны к образованию трещин. Вероятность появления кристаллизационных трещин определяется характером изменения пластичности сплавов при деформировании металла В твердожидком состоянии. Чем шире температурный интервал кристаллизации, тем легче образуются горячие трещины.

Металл сварных швов аустенитных сталей может иметь структуру двух типов аустенитную, или однофазную, и аустенитно-ферритную, или двухфазную. Швы с однофазной структурой по стойкости против горячих трещин и межкристаллитной коррозии в значительной степени уступают швам с двухфазной структурой [319]. Согласно результатам, приведенным в работе [320], для уменьшения склонности к образованию горячих трещин в аустенитных хромоникельмолибденовых сталях при сварке необходимо обеспечить содержание не менее 2% б-феррита в сварочном материале. В то же время в случае требования обеспечения специальной служебной характеристики сварной конструкции \_ низкой магнитной проницаемости необходимо применение глубокоаустенитных сварочных материалов.

<u>Механическая обработка</u>. Аустенитные стали относятся к категории труднообрабатываемых материалов. По обрабатываемости резанием коррозионно-стойкие

аустенитные стали уступают в 1,5–2 раза коррозионно-стойким мартенситным и ферритным сталям. Низкая обрабатываемость аустенитных сталей обусловлена рядом причин:

 – склонность этих сталей к наклепу – незначительная деформация приводит к сильному упрочнению металла;

высокими значениями вязкости, приводящими к образованию длинной стружки,
 что также ухудшает условия обработки;

– усиленное истирание ими режущего инструмента. Износ такого инструмента связан не только с истиранием его режущей кромки стружкой, но и с большим количеством выделяющегося тепла. В результате нагрева понижаются механические свойства инструментального материала и его стойкость к истиранию [321].

Обрабатываемость резанием аустентных сталей в значительной мере определяется их структурой. Условия механической обработки в значительной степени изменяются в зависимости от типа сталей и должны быть выбраны в соответствии со свойствами каждой марки.

В связи с вышеизложенным, **целью работы, поставленной в главе 5**, является исследование основных технологических свойств высокопрочной азотсодержащей стали для определения возможности изготовления из нее сварных конструкций и изделий различного назначения. Для реализации поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

установить закономерности формирования структуры стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ при различных видах холодной деформации и исследовать распределение деформаций по сечению деталей, определить допустимое формоизменение;

– разработать технологические рекомендации по изготовлению деталей сложной формы;

 – определить особенности формирования структуры металла шва, зоны термического влияния сварных соединений из высокопрочной азотсодержащей стали;

 определить физико-механические и коррозионные свойства сварных соединений после различных режимов сварки;

 провести исследование влияния скорости и глубины резания на износ инструмента при механической обработке (токарная и фрезерная) азотсодержащей стали.

#### 5.1 Исследование технологичности стали при изготовлении гнутых и штампованных деталей

Достаточно часто при изготовлении конструкций различного назначения, таких как изделия морской техники, цистерны для хранения жидкости и др., используют гнутые и

штампованные детали, изготавливаемые из листовых заготовок. Как показали предварительные исследования, сталь марки 04Х20Н6Г11М2АФБ имеет большой запас пластичности при высоких прочностных характеристиках, что позволяет предположить возможность изготовления из листового проката данной стали гнутых и штампованных деталей.

Для обеспечения эксплуатационной надежности элементов конструкций определяют, во-первых, граничные значения деформаций для гнутых и сферических деталей и, вовторых, максимальное утонение заготовки в зависимости от получаемой деформации, соотношение геометрических размеров заготовки По результатам И детали. экспериментальных и расчетных данных дают рекомендации по технологическим режимам и последовательности формообразования деталей с оптимальным уровнем получаемых деформаций и минимальным утонением при требуемых допусках на форму. При этом важное значение также имеет сокращение трудоемкости, энергозатрат и, следовательно, снижение себестоимости продукции.

Влияние горячего и холодного деформирования при штамповке обычных аустенитных сталей хорошо изучено, однако эти стали имеют предел текучести около 250 МПа, в то время как исследуемая сталь марки 04Х20Н6Г11М2АФБ обладает пределом текучести выше 500 МПа. В литературе [322] существуют данные, касающиеся изменения структуры и свойств при холодной деформации, в том числе и при штамповке обычных аустенитных сталей типа 08Х18Н10 (AISI 306), 03Х17Н14М2 (AISI 316) и 08Х18Н10Т (AISI 321). Много внимания уделено вопросам  $\gamma \rightarrow \alpha$ `(M) превращения при холодной деформации и связанным с этим процессом деформационным упрочнением. Гораздо меньше результатов исследований представлено для аустенитных сталей с пределом текучести 400–450 МПа. Для сталей этого класса с более высоким пределом текучести данные о влиянии холодной деформации на структуру и свойства практически отсутствуют.

В работе [323] проведено исследование влияния содержания азота на интенсивность деформационного упрочнения стали в процессе холодной прокатки и установлено, что увеличение содержания азота от 0,12% до 0,45% способствует более раннему включению в механизм деформации двойникования, что приводит к увеличению деформационного упрочнения аустенита благодаря созданию тонкой двойниковой субструктуры и образованию планарных дислокационных ансамблей.

Проведенные исследования [24] влияния холодной деформации при прокатке стали 04Х20Н6Г11М2АФБ (заготовка толщиной 20 мм) показали, что однократная деформация до 15% приводит к существенному увеличению прочностных свойств стали, пластические характеристики понижаются, но остаются на достаточно высоком уровне ~27%.

Образующиеся в процессе прокатки сплетения и скопления дислокаций формируют систему параллельных дислокационных субграниц с небольшим количеством двойников деформации. Однако следует отметить, что холодная деформация проводилась после высокотемпературной закалки стали (выдержка при 1150°С с последующим охлаждением в воде), т.е. изначально плотность дислокаций в структуре была невысокой.

Таким образом, для определения процессов структурообразования, происходящих при холодной деформации при одноосном растяжении, гибке (трехточечный изгиб, гибка в вальцах) и штамповке, а также влияния этих процессов на изменение физико-механических свойств исследуемой стали необходимо:

 провести исследование влияния степени холодной деформации на изменение структуры и свойств азотсодержащей стали, на основании которого определить предельную степень деформирования азотсодержащей стали;

 определить характер распределения деформации по площади заготовки при различных способах ее деформирования и установить взаимосвязь с формируемой при этом структурой;

 провести контроль изменения магнитных свойств стали в результате деформирования;

 – определить возможность и рекомендовать способ, а также технологический режим изготовления деталей сферической и торосферической формы.

#### 5.1.1 Влияние степени холодной деформации на изменение структуры и физикомеханических свойств стали при гибке

<u>Холодная деформация пластин (трехточечный изгиб) в лабораторных условиях.</u> Влияние степени холодной деформации при гибке на изменение структуры и свойств азотсодержащей стали определяли на трех пластинах размером 25x130x400 мм, вырезанных из листового проката состава 2 толщиной 25 мм.

Испытания проводили при комнатной температуре на испытательной машине фирмы SCHENCK тип PEZ4371 максимальным усилием 2500 kH, скорость деформации составляла 0,01 с<sup>-1</sup>. Пластины были подвергнуты трехточечному изгибу на оправке пуансоном диаметром от 60 до140 мм.

Конечную степень деформации определяли, проводя замеры расстояния между противоположными точками предварительно нанесенного кернения (разметка в виде окружности диаметром 100 мм, поделенная на 8 равных частей) (Рисунок 5.1). Степень деформации в зоне растяжения рассчитывалась по формуле:

$$\varepsilon = \frac{d_1 - d_{\text{HCX}}}{d_{\text{HCX}}} \cdot 100\%.$$
(5.1)

Максимальная деформации  $\varepsilon_{max}$  пластины № 2 составила 8%, пластины № 3 – 17,5%, пластины № 4 – 32%.

До и после деформирования при помощи ультразвукового толщиномера A1208 проводили замеры толщины по площади пластины для определения утонения при деформации. С увеличением степени деформации происходит уменьшение толщины, особенно в наиболее деформированной области. Максимальное утонение пластины №2 составило 0,3 мм, пластины № 3 – 0,6 мм, пластины № 4 – 1,1 мм.

Для контроля изменения магнитной проницаемости в процессе деформации и образования новых магнитных фаз в тех же точках методом магнитного неразрушающего контроля проведен замер значений магнитной проницаемости до и после деформирования. Результаты измерений показали, что значения магнитной проницаемости  $\mu$  не изменились в результате деформирования и составили  $\mu$ =1,001 Гс/Э, что свидетельствует о стабильности аустенитной структуры азотсодержащей стали и об отсутствии фазовых превращений в процессе деформации.



Рисунок 5.1 – Разметка пластины перед деформацией (*a*) и карта измерений расстояний после деформирования (б)

Вид пластин № 3 и 4 после испытаний представлен на Рисунке 5.2. При визуальном осмотре после гибки на поверхности и боковых кромках пластин трещин не выявлено.



Пластина № 3, ε=17,5%

Пластина № 4, ε=32%

Рисунок 5.2 – Вид пластин после испытаний

Из деформированных пластин вырезаны образцы для механических испытаний. В Таблице 5.1 приведены механические свойства исследованной стали после холодной деформации с различными степенями (трехточечный изгиб).

Номер	Место	Механические свойства								
пластины, степень деформации	вырезки образца	$ σ_{\rm B}, M\Pi a $		δ <sub>5</sub> , %	δ <sub>равн</sub> , %	ψ, %	КСV <sup>+20</sup> , Дж/см <sup>2</sup>	σ <sub>0,2</sub> / σ <sub>в</sub>		
Исходное	Середина	925–930	660–670	46,3–48,0	30,2– 31,1	67,1– 70,6	153–169	0,72		
<u>№</u> 2 ε <sub>max</sub> =8 %	Область растяжения	960–970	700–725	43,0–43,9	27,2– 27,5	68,9– 69,9	124–126	0.75		
	Область сжатия	998–1001	743–751	37,5–40,2	24,1– 24,8	63,4– 65,2	110–113	0,75		
№ 3 ε <sub>max</sub> =17,5 %	Область растяжения	985–1030	845-895	37,5–40,7	17,1– 23,1	71,2– 72,4	88–100	0.95		
	Область сжатия	1014–1038	831-882	35,7–39,1	18,7– 21,4	70,0– 72,7	125–130	0,85		
№ 4 ε <sub>max</sub> =32 %	Область растяжения	1128–1135	1040– 1050	26,7–27,0	7,4–7,5	66,4– 67,9	121–130	0.02		
	Область сжатия	1160–1165	1070– 1075	24,3–25,2	3,3–4,2	67,6– 67,9	101–110	0,92		

Таблица 5.1 – Механические свойства стали после холодной деформации

Проведенные испытания показали, что в процессе холодной гибки до деформации 8% происходит незначительное (около 5–8%) повышение прочностных и снижение пластических свойств стали, деформирование до 17,5% приводит к более существенному (около 20%) повышению предела текучести и снижению пластических характеристик в среднем приблизительно на 20%, дальнейшее увеличение степени деформации до 32% приводит к значительному увеличению значений предела текучести (около 30%). Получение большого разброса значений связано, по всей видимости, с трудностью вырезки заготовок из определенной области гнутой пластины и возможностью попадания в сечение

испытуемого образца нескольких зон: растяжения, переходной и сжатия. Данное предположение говорит, в свою очередь, о наличии по сечению пластины неравномерной структуры.

Анализируя зависимость влияния степени деформации при холодной гибке на механические свойства (Рисунок 5.3), можно отметить следующее: с увеличением степени деформации увеличиваются прочностные характеристики, причем начиная со степени 8% упрочнение происходит более интенсивно. При деформации ЭТОМ значения относительного сужения практически не изменяются, полное  $\delta_5$ И равномерное относительное удлинение монотонно уменьшаются. Запас пластичности,  $\delta_{\text{равн}}$ характеризуемый отношением значений предела текучести К временному сопротивлению  $\sigma_{0.2}/\sigma_{\rm B}$ , с увеличением деформации интенсивно уменьшается (Рисунок 5.4).



Рисунок 5.3 – Влияние степени деформации при холодной гибке на механические свойства азотсодержащей стали состава 2



Рисунок 5.4 – Влияние степени деформации при холодной гибке на запас пластчности азотсодержащей стали состава 2

Исследование структуры стали (Рисунок 5.5) показало, что с увеличением степени деформации до 32% в образце формируются макроскопические зоны локализованной деформации, в которых наблюдается пониженная травимость границ (Рисунок 5.5 б), что свидетельствует о сильных искажениях у границ зерен, которые ответственны за существенную неоднородность деформации.



Рисунок 5.5 – Микроструктура азотсодержащей стали состава 2 после деформации: *a* – ε=8%; *б* – ε=32%

Исследования исходной структуры после ВТМО и после гибки до степени деформации 32%, выполненные методом ПЭМ показали, что основную (95%) объемную долю структуры исследуемой стали в исходном состоянии составляет рекристаллизованная компонента образце (Рисунок 5.6 *a*). Также В содержится деформированная составляющая, характеризующаяся наличием отдельных фрагментов и повышенной по сравнению с рекристаллизованной составляющей плотностью дислокаций (Рисунок 5.6 в). В объеме этих зерен в результате холодной деформации происходит образование деформационных петель и скоплений, в структуре наблюдается небольшое количество слабовыраженных МУГ. В некоторых областях наблюдаются двойники деформации (Рисунок 5.6 г).

В рекристаллизованной составляющей в процессе деформации, в основном, образуются двойники деформации. Формирование подобной структуры при холодной деформации (Рисунок 5.6 б), обусловливает интенсивное деформационное упрочнение, которое приводит к резкому увеличению прочности и уменьшению запаса пластичности.

Таким образом, азотсодержащая сталь, наряду с высокими прочностными характеристиками, обладает большим запасом пластичности при холодном деформировании гибкой. Даже при высокой степени деформации для сталей подобного класса ~32%, одновременно с происходящим деформационным упрочнением ее пластические свойства остаются на высоком уровне. При визуальном осмотре в микроструктуре не наблюдалось зарождения дефектов и трещин.





рекристаллизованная

a

в

субзеренная

Г

б

Рисунок 5.6 – Микроструктура азотсодержащей стали состава 2 до (*a* и *в*) и после деформации 32% (б и *г*): *a*, *в* – рекристаллизованная составляющая; б, *г* – субзеренная составляющая

<u>Гибка пластины в трехвалковых вальцах</u>. При изготовлении сварных конструкций часто применяют гнутые детали в виде полуколец и обечаек. Предыдущие исследования показали хорошую деформируемость стали при комнатной температуре при непрерывной гибке и возможность сохранения требуемых пластических характеристик после деформации. Для разработки технологии гибки деталей из азотсодержащей стали с целью получения данных по распределению деформации при гибке по всей площади изогнутой поверхности и определение ее взаимосвязи со структурой и физико-механическими свойствами выполнена работа по изготовлению на трехвалковых вальцах в условиях НПЭК ЦНИИ КМ «Прометей» гнутой заготовки из стали состава 2 толщиной 25 мм.

На пластину размером 25х120х1080 мм в трех местах по длине: в центре и в 200 мм справа и слева от центра, предварительно нанесена сетка, аналогичная при трехточечном изгибе. Гибка проводилась в 20 проходов на наименьший радиус, возможный для имеющейся длины пластины. Радиус гиба составил 172 мм. Вид пластины после гибки представлен на Рисунке 5.7.



Рисунок 5.7 – Вид пластины азотсодержащей стали состава 2 после гибки в трехвалковых вальцах

Аналогично предыдущим испытаниям до и после деформирования проведены измерения расстояния между кернами, толщины и магнитной проницаемости. Максимальная деформация, рассчитанная по формуле (5.1), в центре составила 8%, по бокам 7%. Максимальное утонение в центре – 0,5 мм. Значения магнитной проницаемости µ не превышали показаний 1,002 Гс/Э. После деформирования из двух зон – центральной и боковой – вырезаны образцы для определения механических свойств. Результаты испытаний приведены в Таблице 5.2.

	Место	Механические свойства								
Состояние	вырезки образца	σв, МПа	σ <sub>0,2</sub> , МПа	δ5, %	δ <sub>равн</sub> , %	ψ, %	КСV <sup>+20</sup> , Дж/см <sup>2</sup>			
Исходное	Середина	925–930	660– 670	46,3– 48,0	30,2– 31,1	67,1– 70,6	153–169			
Центральная зона	Область растяже- ния	1008– 1014	797– 814	38,3– 38,5	21,9– 22,3	69,0– 69,6	137–141			
	Область сжатия	1030 1031	838– 841	36,8– 37,8	20,2– 20,8	71,0– 72,7	129–135			
Боковая зона	Область растяже- ния	997– 1003	784– 811	38,4– 40,0	21,7– 23,1	71,2– 71,9	136–147			
	Область сжатия	1018– 1032	824– 857	37,6– 38,5	20,6– 21,5	68,7– 70,8	132–148			

Таблица 5.2 – Механические свойства стали после холодной гибки на трехвалковых вальцах

В результате дробной деформации с небольшими степенями (~0,5% за проход) происходит упрочнение стали, причем в области сжатия более существенное ( $\sigma_{0,2}$  увеличивается на ~26%); относительное полное и равномерное удлинение снижаются

(~на 21%). Деформация распределяется практически равномерно по площади пластины, поэтому изменение механических свойств примерно одинаковое в обеих зонах.

Сравнивания полученные значения механических свойств для одинаковой степени деформации 8% при различных схемах гибки (Таблицы 5.1 и 5.2), можно отметить, что гибка в вальцах приводит к более высоким значениям прочностных свойств ( $\sigma_{0,2} = 800-840$  МПа по сравнению с 725–750 МПа и к большему деформационному упрочнению (~0,8).

Исследование микроструктуры образца стали, вырезанного из зоны максимальной деформации 8% (Рисунок 5.8), выявило в отдельных зернах, по всей видимости, благоприятно ориентированных к оси деформации, параллельные полосы скольжения, некоторые из которых пересекают зерно. Также при многократной холодной деформации с невысокой степенью (~0,5% за проход) одновременно с полосами скольжения образовались обрывающиеся в теле зерна двойники деформации. Доля таких зерен составляет около 20% от всего объема исследуемых образцов, что и обуславливает более высокие прочностные свойства и снижение пластических свойств.



Рисунок 5.8 – Микроструктура образца азотсодержащей стали состава 2, вырезанного из зоны максимальной деформации 8 % в области растяжения

# 5.1.2 Влияние холодной деформации на изменение структуры и свойств стали при одноосном растяжении

С целью исследования влияния степени холодной деформации при одноосном растяжении на изменение структуры и свойств высокопрочной азотсодержащей стали из листового проката состава 2 толщиной 25 мм вырезаны образцы натурной толщины для испытаний на одноосное растяжение (Рисунок 5.9). Крупногабаритные образцы вырезались вдоль и поперек направления прокатки.

Образцы деформировали до заданной степени – 4, 8, 13% и до образования «шейки» (~25%) в соответствии с ГОСТ 1497 и стандартом организации СТО-07516250-255-2009 «Методика испытаний на статическое растяжение полнотолщинных плоских образцов металла листового проката и его стыковых и крестообразных сварных соединений» на испытательной машине PEZ-4371 SCHENCK с усилием до 2500 кН. Испытания проводили со скоростью 10-3с-1. После этого вырезали стандартные образцы для проведения механических испытаний и испытаний на малоцикловую усталость. Механические свойства крупногабаритных образцов, деформированных с различной степенью холодной деформации, приведены в Таблице 5.3 и на Рисунке 5.10.



 $\begin{array}{lll} b = 2t & B = 4t & l = 4t \\ R_{e} = t & L = 6t & H_{1} \geq 0.95t \\ L_{1} = 2H + L & s \geq 0.05t \\ t_{1} \leq 0.9t \end{array}$ 

Рисунок 5.9 – Вид образца натурной толщины для испытания на одноосное растяжение

N⁰	0	Степень		,	Твер-					
п/п	Ориентация образца	дефор- мации, ε,%	<b>σ</b> <sub>в</sub> , МПа	σ <sub>0,2</sub> , МПа	δ5, %	δ <sub>равн</sub> , %	ψ, %	КСV <sup>+20</sup> , Дж/см <sup>2</sup>	σ <sub>0,2</sub> / σ <sub>в</sub>	дость, НВ
1	вдоль		950	660	46,5	27,0	68,0	200	0,70	260
2	поперек	исходное	930	670	47,0	28,0	67,0	170	0,72	260
3	вдоль	4	990	730	41,0	24,0	69,0	195	0,74	280
4	поперек		990	760	40,5	24,0	66,0	160	0,77	290
5	вдоль	0	1040	865	35,0	20,0	67,0	160	0,83	300
6	поперек	0	1020	865	35,0	20,0	65,0	130	0,85	310
7	вдоль	13	1090	1000	28,0	14,0	65,0	130	0,92	320
8	поперек		1060	980	30,0	15,0	64,0	100	0,92	330
9	вдоль	25	1250	1220	19,0	0,4	60,0	75	0,98	360
10	поперек	23	1180	1160	22,0	0,4	58,0	68	0,98	350

Таблица 5.3 – Механические свойства стали после холодной деформации



Рисунок 5.10 – Влияние степени деформации при одноосном растяжении образцов натурной толщины 25 мм из стали состава 2 на механические свойства

Анализ изменения механических свойств в зависимости от степени холодной деформации (8–25%) показал, что прочностные характеристики увеличиваются, причем значения предела текучести более значительно (в 1,85 раза), временное сопротивление в 1,3 раза, твердость в 1,4 раза. Значения относительного удлинения и ударной вязкости уменьшаются в 2,5 и 2,9 раза соответственно.

Исследование микроструктуры образцов методом оптической металлографии после деформации до заданной степени деформации 4% не выявили значительных видимых отличий от исходной структуры. В отдельных зернах наблюдаются полосы скольжения, с увеличением степени холодной деформации до 13% их количество увеличивается (Рисунок 5.11 *a*). При степени деформации, предшествующей началу образования «шейки» (25%), в структуре наблюдается несколько пересекающихся систем полос скольжения (Рисунок 5.11 *б*). Исследования при помощи ПЭМ показали, что на стадии равномерной деформации, непосредственно предшествующей локализации пластического течения, во внутреннем объеме зерен формируются каркасы из пересекающихся двойников типа  $\{111\}<12>$ .



Рисунок 5.11 – Микроструктура стали после одноосного растяжения образцов натурной толщины 25 мм из стали состава 2 до различной степени холодной деформации:  $a - 13\%; \, \delta - 25\%$ 

Толщина двойниковых прослоек достигает 0,1–0,2 мкм, а характерные расстояния между ними варьируются от 0,3 до 1 мкм (Рисунок 5.12). Формирование таких структур объясняет как высокие значения деформирующего напряжения, так и существенное упрочнение на стадии развитой пластической деформации исследуемого материала.

На Рисунке 5.13 приведены сравнительные результаты влияния способа деформирования на изменение механических свойств азотсодержащей стали. Как видно из приведенных данных, способ деформирования (схема напряженного состояния), а также дробность деформации вносят существенный вклад в формирование структуры и изменение механических свойств при холодной деформации.

Так же, как и при горячей деформации, процесс накопления необходимой степени холодной деформации может быть непрерывным или дробным, поэтому в междеформационной паузе даже при комнатной температуре могут проходить процессы

упругой релаксации и заметно влиять на конечную дефектную структуру и свойства материала, подвергнутого определенной степени деформации [324].



светлопольное изображение

темнопольное изображение

Рисунок 5.12 – Электронно-микроскопические изображения микроструктуры стали после одноосного растяжения образцов до степени деформации 25%

Проведенный анализ показал, что непрерывное одноосное растяжение образцов исследуемой стали способствует большему деформационному упрочнению, увеличению внутренних напряжений и интенсивному снижению запаса пластичности за счет формирования нескольких пересекающихся систем двойников деформации.

При данном виде нагружения относительное сужение образцов, вырезанных после деформирования с различными степенями, монотонно уменьшается с увеличением деформации.

При ε=25% уменьшение достигает ~15%. При других способах деформирования снижение существенно меньше.

При трехточечном изгибе условия деформации, по всей видимости, менее «жесткие», в результате существует возможность для реализации внутренних релаксационных процессов, что в свою очередь приводит к меньшему упрочнению. Однако достигнутые в ходе эксперимента степени деформации являются очень высокими, и обычно не используются в традиционных промышленных схемах производства.



Рисунок 5.13 – Влияние способа холодной деформации образцов из стали натурной толщины 25 мм из стали состава 2 на механические свойства

## 5.1.3 Исследование изменения структуры и свойств стали при холодной штамповке на промышленном оборудовании АО «Адмиралтейские верфи»

В ходе проведения предварительных исследований деформируемости листовой стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ показано, что, наряду с происходящим деформационным упрочнением, сталь обладает высоким запасом пластичности. Анализ механических свойств образцов, вырезанных вдоль и поперек листового проката, изготовленного по разработанной технологии, приведенной в главе 4, показал, что неравномерность прочностных и пластических свойств материала в поперечном и продольном направлениях составляет порядка 10%, что свидетельствует о получении квазиизотропной структуры.

Еще одним важным параметром при разработке технологий гибки и штамповки является пружинение, от которого зависит точность заданных геометрических размеров готового изделия. Пластический изгиб, как любое пластическое деформирование, сопровождается упругими деформациями, величина которых пропорциональна напряжениям. При разгрузке пластически деформированный элемент частично восстанавливает свою форму. Это явление называют упругим последействием или пружинением.

Результаты исследований при гибке высокопрочной азотсодержащей стали [325] показали ее значительное пружинение ввиду высоких значений предела текучести и меньшего по сравнению с традиционными сталями модулем упругости *E*.

Для разработки технологических режимов изготовления штамповок сферической и торосферической формы с учетом полученных в лабораторных условиях данных проведены опытные работы по изготовлению штамповки из листовой заготовки толщиной 25 мм из исследуемой стали состава 2. Целью эксперимента являлась оценка изменения физикомеханических свойств стали по сравнению с недеформированным состоянием (состояние поставки), а также определение максимально возможной деформации и утонения металла в процессе формоизменения и другие, необходимые для разработки технологии изготовления штамповок параметры.

Штамповку проводили на прессе усилием 30 МН (3000 тс) фирмы CARBOX в цехе № 6 АО «Адмиралтейские верфи» с применением имеющейся на заводе штамповой оснастки (Рисунок 5.14 *a*). Пресс имеет специальные каретки (манипуляторы) для манипулирования заготовкой в процессе выполнения технологической операции



Рисунок 5.14 – Пресс фирмы CARBOX усилием 3000 тс с манипуляторами (*a*) и гнутая листовая деталь (сферическое донышко) толщиной 25 мм из стали состава 2 (*б*)

Перед штамповкой на внутреннюю и наружную поверхность заготовки лазерным маркером наносили координатную сетку (Рисунок 5.15), по которой до и после штамповки определяли основные параметры для расчета конечной деформации, утонения, а также и значения магнитной проницаемости.

Гибку заготовки проводили методом последовательного локального деформирования (ПЛД). Изготовление штамповки выполняли за несколько переходов (Рисунок 5.16): сначала на конической матрице радиусом 650 мм пуансоном с радиусом рабочей поверхности 650 мм, а затем на сферической радиусом 550 мм пуансоном с радиусом

рабочей поверхности 500 мм. Усилие гибки составило 5 МН (500 тс) при нажимах по краям переборки, 6 МН (600 тс) в средней части (между кромкой и центром) и 7 МН (700 тс) при нажимах в центре переборки.



Рисунок 5.15 – Координатная сетка, нанесенная на заготовку толщиной 25 мм из стали состава 2



Рисунок 5.16 – Процесс гибки опытных листовых деталей

После проведения штамповки при помощи электронного тахеометра TDRA6000. (погрешность измерений ± 0,1 мм) произведены измерения диаметров окружностей до штамповки. Вычисленная по результатам измерений деформация на наружной и внутренней поверхности штамповки приведена в таблице 5.4.

T 7	- 1	TT 1		0				
	) 4 -	Леформани	ія на наружі	нои и вну	треннеи по	верхности	опытнои	штамповки
таолица с		дефортиці	m ma mapy m	non n birg	ipennen no	Deprinderni	ombrinon	шıщшıовки

Номер точки	1	4	7	10	13
Максимальная деформация на наружной поверхности, %	13,7	11,2	8,4	9,4	7,6
Минимальная деформация на наружной поверхности, %	13,3	7,1	-7,0	8,1	-6,7
Деформация на внутренней поверхности напротив максимальной на наружной, %	9,8	7,1	1,8	5,7	2,8
Деформация на внутренней поверхности напротив минимальной на наружной, %	9,2	3,4	-10,4	5,0	-9,5

В Таблице 5.5 приведены результаты замеров толщин опытной штамповки, выполненных методом ультразвукового контроля (УЗК) при помощи прибора DM4E № 17493 (погрешность измерений ± 0,1 мм), до и после гибки на промежуточный наружный диаметр заготовки 1235 мм, а также после завершения штамповки заготовки с требуемым наружным диаметром 1182 мм. Изменение утонения от середины к кромке штамповки вдоль осей 1–7 и 1–13 носит равномерный характер (Рисунок 5.17). В центральной части штампованной заготовки оно максимально и составляет около 20% от исходной толщины листа. Утонение монотонно уменьшается вдоль обеих осей при удалении от центра.

Таблица 5.5 – Результаты измерений утонения опытной штамповки толщиной 25 мм после гибки на промежуточный (1235 мм) и требуемый (1182 мм) диаметр

Номер окружности	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Толщина до штамповки, мм	25,0	25,0	25,0	24,9	25,0	25,0	24,9	25,1	25,2	24,7	24,7	24,9	24,9
Толщина после промежуточной штамповки, мм	21,1	21,1	22,0	22,5	23,7	24,8	26,0	21,2	22,5	22,2	23,7	24,8	26,0
Толщина после штамповки, мм	20,1	20,2	21,1	21,7	23,4	24,4	25,9	20,2	21,5	21,5	23,0	24,3	25,7

Анализ результатов измерений остаточных деформаций и толщины заготовки показывает, что деформация от центра к кромкам распределяется неравномерно. В центре и середине штамповки утонение металла составляет 4,9 и 3,2 мм соответственно, а на краях заготовки образовалось, наоборот, утолщение около 0,8–1,0 мм. По-видимому, это связано с формирование тем, что штамповки методом последовательного локального (ПЛД) осуществляется деформирования хаотично при ручном позиционировании достаточно тяжелой заготовки, поэтому распределение остаточных деформаций в штамповке происходит неравномерно.



Рисунок 5.17 – Изменение утонения по радиусу, от середины к кромке штамповки, после штамповки на требуемый наружный диаметр 1182 мм

Из изготовленной штамповки вырезаны пробы, согласно схеме, приведенной на Рисунке 5.18, и изготовлены образцы для проведения механических и коррозионных испытаний. Результаты испытаний (Таблица 5.6) показали, что в процессе холодного деформирования происходит деформационное упрочнение, которое приводит в центре штамповки (максимальная деформация) к существенному уменьшению пластичности.

Существенное уменьшение величины относительного равномерного удлинения (в 6 раз) является негативным фактором, поскольку металл после штамповки обладает пониженным деформационным ресурсом и, соответственно, пониженным сопротивлением зарождению трещины. Однако следует отметить, что полученные результаты по характеру пластичности стали являются высокими, особенно учитывая большую степень деформации 13,6%, по сравнению с мартенситными сталями.

No	Степень	Место	Механические свойства							
л <u>е</u> пластины	деформа- ции, %	вырезки образца	σ <sub>в</sub> , МПа	σ <sub>0.2</sub> , МПа	δ5, %	δ <sub>равн</sub> , %	ψ, %	КСV <sup>+20</sup> , Дж/см <sup>2</sup>		
Исходное	0	Середина	925–930	660– 670	46,3 - 48,0	30,2– 31,1	67,1– 70,6	153–169		
	9.5	Внутренняя	1086	987	26,0	10,2	65,6			
Nº1	),5	поверхность	1089	990	25,2	10,5	64,7	_		
12.4		Наружная	1083	1021	24,3	9,4	65,8	64,0		
	13,4	поверхность	1086	1017	23,9	9,1	64,1	78,0		
<u>№</u> 2	9,7	Внутренняя	1120	1037	25,6	7,4	67,8			
		поверхность	1124	1039	27,3	7,1	66,8	_		
	12.6	Наружная	1134	1082	25,5	4,6	66,0	82,2		
	15,0	поверхность	1138	1085	24,1	5,4	67,3	73,3		
	2.0	Внутренняя	985	809	36,8	20,4	68,5	160,2		
<u>№</u> 3	2,0	поверхность	984	818	37,7	19,8	68,4	163,7		
	0.2	Наружная	994	837	35,0	18,9	67,6	154,3		
	8,5	поверхность	987	830	35,5	18,3	68,2	146,0		
	2.5	Внутренняя	982	792	36,2	20,5	71,4			
Nº 4	2,5	поверхность	985	798	36,7	20,8	71,6	_		
	7.2	Наружная	987	805	36,5	20,1	71,9	99		
	1,5	поверхность	979	795	36,0	19,8	72,6	110		

Таблица 5.6 – Механические свойства азотсодержащей стали после холодной штамповки методом ПЛД

Проведенные опытные работы по холодной деформации высокопрочных легированных сталей типа 10ХНЗМД и 09ХН2МД, обладающих в исходном состоянии значениями  $\delta_5 \sim 5\%$ , показали, что деформация при штамповке ~4–5% приводит к уменьшению  $\delta_{\text{равн}}$  до 1,5%. При холодной деформации ~6% в объеме металла образуются микротрещины.

Результаты испытаний исследуемой стали на МКК показали, что образцы после холодной пластической деформации ~14% не склонны к МКК.

Металлографические исследования образцов, вырезанных из разных областей штампованной детали, выявили наличие в области максимальной деформации ~13% (Рисунок 5.19) линий скольжения и микрополос деформации (Рисунок 5.19 *a*), а также двойники деформации. В некотором объеме зерен образовались разориентированные области (рисунок 5.19 *б*), отличающиеся своими системами скольжения.



Рисунок 5.18 – Эскиз вырезки образцов из опытной штамповки [324]



Рисунок 5.19 – Характерные участки структуры образцов из стали состава 2, вырезанных после холодной штамповки из области максимальной деформации (центральная зона штамповки, ~ 13%)

Результаты металлографических исследований свидетельствуют о неоднородности прохождения пластической деформации в объеме заготовки и ее локализации на отдельных участках, приводящей к формированию различной дислокационной структуры и текстуры по сечению изделия. На Рисунке 5.20 представлены характерные участки микроструктуры образца, вырезанного из краевой области штамповки с остаточной деформацией ~8%. По сравнению с центральной областью в микроструктуре, в основном, наблюдаются зерна без заметных при данном увеличении следов деформации и образования разориентированных областей. В отдельных зернах присутствуют двойники деформации и линии скольжения.



Рисунок 5.20 – Характерные участки структуры образцов из стали состава 2, вырезанных после холодной штамповки из краевой области штамповки (~8%)

Исследование микроструктуры образцов, вырезанных из двух других заготовок, показало неравномерное по сечению образцов распределение как сильно деформированных областей, так и наличие в них «бездефектных» зерен.

Исследование методом ПЭМ образца, вырезанного из области максимальных растягивающих деформаций, показало, что в результате формоизменения заготовки до заданной конфигурации за несколько проходов в структуре сформировались области, в которых образование последующей дефектной структуры «наложилось» на предыдущее, уже дефектное, состояние. В результате образовалась наклепанная структура, состоящая, в основном, из пересекающихся дефектов упаковки и двойников типа  $\{111\}<112>$ . Толщина двойниковых прослоек достигает 0,1–0,2 мкм, а характерные расстояния между ними варьируются от 0,3 до 1 мкм (рисунок 5.21).

В зависимости от кристаллографической ориентации, в каждом конкретном зерне наблюдается либо одна система параллельных планарных дефектов, либо две взаимодействующие системы таких дефектов. Также наблюдаются полосы сдвига (сброса),

образовавшиеся на самой последней стадии деформирования (Рисунок 5.21 *a*). Образовавшиеся в ходе предыдущего акта деформирования планарные дефекты свободно пересекают МУГ с углом разориентировки менее 1° и образуют на этих границах небольшие ступеньки микросдвига (Рисунок 5.21 *б*).

Формирование каркасов пересекающихся планарных дефектов приводит к значительному деформационному упрочнению и локализации деформации в узком объеме материала, что в результате приводит к наличию неравномерного распределения деформации по площади и сечению заготовки.



Рисунок 5.21 – Микроструктура стали состава 2 после холодной штамповки (область максимальной деформации растяжением, ~13%), выполненная методом ПЭМ

Проведенные сравнительные фрактографические исследования изломов образцов в исходном состоянии и из различных областей штамповки показали, что в результате холодной деформации значительных изменений в характере излома не происходит. Разрушение по типу чашечного происходит вязко, транскристаллитно. Размеры вязких чашек составляют 1-5 мкм. В центральной зоне и краевых областях наблюдаются множественные расслои по границам раздела матрицы и неметаллических включений вытянутой формы (рисунок 5.22) Результаты испытаний и фрактографические исследования показали, что неметаллические включения отрицательно влияют на ударную вязкость образцов при холодном деформировании, поскольку являются дополнительными концентраторами напряжений; при приложении дополнительной нагрузки увеличиваются в размерах старые и образуются новые расслоения, которые могут приводить к преждевременному разрушению.



Рисунок 5.22 – Характерные участки поверхности разрушения стали состава 2 после ударных испытаний:; *a*, *б*, *в* – центральная часть штамповки; *г* – краевая область штамповки (пластина № 3); *д*, *е* – краевая область штамповки (пластина № 4)

Одним из решений проблемы обеспечения большей однородности распределения деформации при холодной штамповке, особенно при изготовлении сферических и торосферических изделий, является изготовление специальной штамповой оснастки, состоящей из объемного штампа, съемного пуансона и комплекта матриц для доводки геометрии заготовки.

Объемный штамп обеспечит более равномерную деформацию заготовки, тем самым позволяя исключить многократные нажатия пуансоном одних и тех же участков. Применение объемного штампа позволит избежать резкого снижения относительного равномерного удлинения, получить сравнительно небольшое снижение ударной вязкости за счет обеспечения стабильной структуры по толщине.

## 5.1.4 Практическая реализация технологии изготовления штампованных деталей на оборудовании АО «Адмиралтейские верфи»

На основании анализа полученных результатов изменения структуры и механических свойств стали, распределения деформации по объему заготовки при изготовлении штамповки методом ПЛД, ограничения допустимой предельной деформации совместно со специалистами АО «Адмиралтейские верфи» и АО «ЦТСС» предложены технологические схемы изготовления штампованных деталей из высокопрочной азотсодержащей стали. Для опытной штамповки выбраны наиболее востребованные в судостроении детали сферической и торосферической формы из листового проката толщиной 15, 20 и 45 мм азотсодержащей стали состава 1. Штамповка производилась в условиях производства АО «Адмиралтейские верфи» в основном с применением имеющейся на заводе штамповой оснастки. Для изготовления торосферических деталей толщиной 45 мм на начальных этапах применяли специально изготовленный объемный штамп. После достижения необходимой конфигурации из штампованных деталей вырезались заготовки для определения микроструктуры.

На каждую заготовку перед началом формования наносили круговую сетку диаметром 85 мм для торосферической («лепесток») и 95 мм для сферической формы («донышко») (Рисунок 5.23). После штамповки фиксировали изменение диаметров сетки с внутренней и наружной поверхностей детали и производили расчет возникающей деформации на этих поверхностях (Рисунок 5.24).

Исходя полученных исследований ИЗ результатов микроструктуры, механических свойств, а также деформаций и распределения утонения по площади заготовки, можно предположить, что при реализованном в данном эксперименте на АО «Адмиралтейские верфи» холодном формовании заготовки методом ПЛД деформация как по площади, так и по толщине заготовки распределяется неравномерно. Это связано с существующей на заводе технологией и зависит от схемы, которая реализуется при формовании. Возможны различные варианты проведения штамповки. В том числе схема, когда сначала деформируется средняя область по окружности, затем края, и в конце – центральная часть, и так несколько этапов до получения требуемой формы. Подобная схема деформирования позволяет снизить остаточную деформацию в центральной части штамповки, однако при этом невозможно обеспечить равномерное деформирование, поскольку всегда будут существовать области, подвергнутые большей деформации как дробной, так и общей

Полученные результаты говорят о том, что для обеих заготовок характерно наибольшее утонение и деформация в центральной части, средняя величина утонения металла в которой составляет 0,3–0,4 мм, на наружной поверхности значение деформации находится в пределах 4–5%, на внутренней 0,2–0,5%.



Рисунок 5.23 – Схема нанесения круговой сетки на плоские листовые заготовки толщиной 15 мм, предназначенной для изготовления торосферической (*a*) и сферической (*б*) детали



Рисунок 5.24 – Распределение утонений и деформаций по площади заготовки толщиной 15 мм стали состава 1: *a*–*в* – «лепестка»; *a* – утонений, б и *в* – деформаций на наружной (б) и внутренней (в) поверхностях; *г*, *д* – «донышка»

Подобное распределение деформации на внутренней и наружной поверхностях штамповки обусловлено действием растягивающих и сжимающих напряжений. На наружной поверхности действуют только растягивающие напряжения, в то время как на внутренней и растягивающие, и сжимающие, которые компенсируют друг друга и, тем самым дают меньший процент деформации на внутренней поверхности, чем на наружной.

Схема вырезки пластин для определения механических свойств и структуры в различных зонах деталей приведена на Рисунке 5.25.

Исходя из полученных данных, можно сделать вывод о том, что в результате изготовления деталей заданной геометрии максимальная остаточная деформация составила не более 6% в центральной части, где торовая часть переходит в сферическую, и не привела к существенному деформационному упрочнению, значения прочностных и пластических характеристик распределяются равномерно по всей площади деталей (Рисунок 5.26).

В микроструктуре штампованных деталей в зоне максимальных деформаций наблюдаются зерна без заметных при данном увеличении следов деформации и образования разориентированных областей.

По аналогичной схеме были изготовлены штамповки «лепесток» и «донышко» из листового проката толщиной 20 мм. Для детального определения распределения утонения и деформаций по площади «лепестка» перед началом формирования на плоской листовой заготовке (плазменным разметчиком IM-252) с двух сторон была нанесена координатная сетка, предложенная АО «ЦТСС», для последующего проведения замеров толщин до и после штамповки, а также для подсчета возникающих деформаций. Результаты замеров представлены на Рисунке 5.27. В отношении сферической заготовки диаметром 870 мм схему нанесения сетки не меняли.

После изготовления детали были вырезаны пробы аналогично Рисунку 5.25 для проведения механических испытаний, результаты которых представлены на Рисунке 5.28.

Исходя из полученных данных, можно сделать вывод о достаточно равномерном распределении деформации и соответствующих утонений по площади заготовки, а также о невысокой степени деформационного упрочнения. Максимальные деформации в центральной части «лепестка» и «донышка» достигали 6–8%.









*а* – торосферическая деталь («лепесток»); *б* – сферическая деталь («донышко»)



Рисунок 5.27 – Распределение утонений (*a*) и деформаций по наружной поверхности (*б*) по площади «лепестка»



Рисунок 5.28 – Изменение механических свойств по площади торосферической штампованной детали, изготовленной из листовой заготовки толщиной 20 мм стали состава 1: *а* – по внутренней поверхности; *б* – по наружной поверхности

Изготовление торосферической детали из листа толщиной 45 мм после выполнения первого этапа формообразования (гибка «лепестка» на сферу с внутренним радиусом 1550 мм), осуществляли с применением специального объемного штампа (Рисунок 5.29). Подготовительные операции, замеры и испытания после штамповки осуществляли аналогично предыдущим этапам. Максимальное утонение составило 2,5 мм, максимальная деформация – 7%.



Рисунок 5.29 – Конструкция штампа для формообразования торосферического лепестка толщиной 45 мм

Определение механических свойств образцов, вырезанных из различных мест штампованной детали, показали незначительное увеличение прочностных свойств по сравнению с исходным состоянием (состояние поставки листового проката) с 720 до 890 МПа, максимальное увеличение составило около 20% в зоне перехода торовой части в сферическую (зона максимальной деформации), при этом пластические свойства и ударная вязкость снижаются незначительно (~10%), значения равномерного удлинения остаются на высоком уровне порядка 17%.

По результатам изготовления опытных деталей из листовых заготовок толщиной 15, 20 и 45 мм совместно со специалистами АО «ЦТСС» разработаны технологические рекомендации по штамповке деталей сферической и торосферической формы, в соответствии с которыми изготовлена опытная партия штампованных деталей (60 штук): сферической и торосферической формы толщиной 15–45 мм.

Учитывая опыт изготовления сферического «донышка» диаметром 1100 мм, выполненного из листового проката толщиной 25 мм, совместно со специалистами AO «ЦТСС» для определения компонентов напряженно-деформированного состояния сферических деталей при локальном нажатии в штампе при помощи пакета конечноэлементного анализа ANSYS проведено моделирование процессов деформирования высокопрочной азотсодержащей стали, на основании которого предложена схема ЛПД. Однако в ходе изготовления детали на втором этапе была применена некорректная штамповая оснастка, что в конечном итоге не позволило получить требуемую геометрию сферического «донышка» и привело к неравномерному распределению деформации по объему заготовки (от 2 до 17%), значительному утонению (до 6 мм, ~25% от исходной толщины) и исчерпанию деформационной способности вследствие многократного наложения деформации в локальных местах вплоть до разрушения.

Подводя итоги проведенных работ по изготовлению гнутых и штампованных изделий можно отметить, что:

 – схема холодного деформирования (способ и дробность деформации) вносит существенный вклад в формирование структуры и свойств исследуемой азотсодержащей стали;

– при реализации деформирования листовой заготовки с максимальной низкой степенью остаточной деформации (до 8%) наблюдается равномерное распределение деформации и механических свойств по площади штампованной детали без существенного наклепа. При более высоких степенях остаточной деформации наблюдается неоднородность ее распределения по площади детали, приводящая к локальному деформационному упрочнению и снижению пластических свойств;

– исследуемая сталь обладает высоким запасом пластичности, значительно превышающим показатели для низколегированных сталей, что позволяет при применении соответствующей штамповой оснастки и технологических схем деформирования изготавливать из нее цельноштампованные детали большого радиуса;

– вследствие существенного деформационного упрочнения стали при холодной деформации штамповкой одним из решений получения близких значений прочностных свойств штампованных и нештампованных деталей при строительстве крупногабаритных сварных конструкций является использование при изготовлении штамповок исходного листового проката с меньшим значением прочностных характеристик.

#### 5.2 Исследование формирования структуры металла шва, зоны термического влияния сварных соединений из азотсодержащей стали

Тепловое состояние шлака и других компонентов, взаимодействующих в процессе образования сварного соединения, в значительной мере обусловливает характер, направление и скорость протекания всех физико-химических и металлургических процессов. Величина и характер деформаций и напряжений, возникающих в конструкциях при сварке, зависит, главным образом, от цикла нагрева и охлаждения изделия, от характера температурных полей. С тепловыми процессами непосредственно связаны такие важнейшие характеристики сварки, как скорость нагрева металла, скорость расплавления, производительность сварки и ее техникоэкономическая эффективность [326].

Высоколегированные аустенитные стали обладают высоким комплексом свойств, поэтому одна и та же марка стали может применяться для изготовления изделий различного назначения, удовлетворяющих соответствующим требованиями к эксплуатационным свойствам (коррозионно-стойкие, немагнитные, хладостойкие или жаропрочные). В связи с этим требования к свойствам сварных соединений различны, что определяет технологию сварки и сварочные материалы, соответствующие аналогичным требованиям [327].

Исходя из предыдущего опыта изготовления сварных конструкций из высокопрочной азотсодержащей стали и изучения литературных данных [319, 326] следует отметить, что при сварке подобных сталей основными проблемами являются предотвращение порообразования и образование горячих трещин, обеспечение хорошего формирования металла шва и его прочностных свойств, коррозионной стойкости сварных соединений. Высокие прочностные свойства аустенитного металла шва могут быть получены при суммарном содержании ферритообразующих элементов: хрома, молибдена, ванадия более 22–24%, а также небольшом содержании азота до 0,15%. Для обеспечения требуемой магнитной проницаемости  $\mu$ <1,01 Гс/Э при таком содержании ферритообразующих элементов потребуется легирование металла шва никелем более 14%.

### 5.2.1 Особенности сварочных материалов и технологии сварки аустенитных сталей, легированных азотом

Аустенитные сварочные материалы подразделяются на глубокоаустенитные и аустенитно-ферритные В зависимости ОТ соотношения аустенито-И ферритообразующих элементов (соотношения Cr<sub>экв</sub> И  $Ni_{3\kappa B}$ ), определяющего возможность образования в металле шва б-феррита, аналогично процессам, изложенным в главе 3. В зависимости от области применения сварного изделия и требований к его эксплуатационным и специальным свойствам применяются соответствующие сварочные материалы. Кроме того, сварочные материалы должны обладать высокой технологичностью: обеспечивать минимальное разбрызгивание, хорошую отделимость шлаковой корки, отсутствие дефектов, а также пригара, опасность образования которого может возникнуть при сварке высоколегированных сталей из-за сложной системы легирования и т. п. [319].

При сварке азотсодержащих коррозионно-стойких сталей применяют сварочные материалы, которые по своему химическому составу могут значительно отличаться от основного металла.

Ранее проведенные специалистами НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» П.В. Мельниковым и В.В. Гежой работы по адаптации для сварки азотсодержащей стали отечественных сварочных материалов аустенитного (проволока ЭП-868 флюсом, покрытые марки для сварки под электроды марки **ЭА-981/15** ЭА-868/20 ручной сварки, проволоки ПП-16/25 И для для механизированной сварки в газах) и аустенитно-ферритного (проволока марки ЭП 647 для механизированной сварки) классов (Рисунок 5.30), обычно применяющихся для сварки ответственных соединений из низколегированных сталей высокой прочности, показали перспективность их применения [328].


Рисунок 5.30 – Диаграмма Шеффлера – Шпайделя с нанесенными точками, соответствующих химическим составам сварочных материалов

Химический состав сварочных материалов и механические свойства металла шва приведены в Таблице 5.7, из которой видно, что, все сварочные материалы как аустенитные, так и аустенитно-ферритные обеспечивают высокий уровень прочностных свойств металла шва при достаточно высокой его пластичности и ударной вязкости.

Основной задачей для обеспечения качества сварки является предотвращение образования горячих трещин. Литературный анализ [21, 320, 326, 327, 329] показал, что при содержании феррита в пределах 2–6% риск развития трещин существенно снижается. Кроме того, наличие δ-феррита измельчает зерно и уменьшает концентрацию примесей в межкристаллитных областях за счет большей растворимости этих примесей в δ-феррите, уменьшая при этом опасность образования легкоплавких эвтектик. Количество ферритной фазы в наплавленном металле после его охлаждения зависит от состава этого металла и скорости охлаждения в области высоких и средних температур. Химический состав основного аустенитного металла также может снижать склонность к образованию горячих трещин при сварке. Ускоренное охлаждение, реализуемое при сварке, в случае аустенитных сталей, кристаллизующихся через первичный δ-феррит, может приводить к его фиксации в структуре, тем самым способствуя предотвращению образования горячих трещин [327].

Manza	Механические свойства металла шва															
марка сварочного материала	С	Si	Mn	Cr	Ni	Мо	V	Ti	Ν	S не бо	Р олее	σ <sub>в</sub> , МПа	σ <sub>0,2</sub> , МПа	δ5, %	Ψ, %	КСV <sup>+20</sup> , Дж/см <sup>2</sup>
ЭА-981/15 (09X16H25M6AФ)	0,07– 0,11	н.б 0,4	1,0– 2,0	15– 17	24– 26	5,5– 7,0	0,70– 1,0	-	0,10– 0,20	0,018	0,018	790–810	550– 570	35,5– 38,2	52,3– 54,8	95–110
ЭА-868/20 (10Х19Н23 Г2М5ФАТ)	0,08– 0,12	н.б. 0,5	1,5– 2,5	18– 20	22– 24	4,5– 5,8	1,0– 1,3	0,20– 0,40	0,20– 0,35	0,015	0,020	800-820	570– 590	34,5– 37,5	51,7– 53,7	85–100
А2 + ЭП-868 (Св-10Х19Н23 Г2М5ФАТ)	0,08– 0,12	н.б. 0,4	1,5– 2,0	18– 20	22– 24	4,5– 5,8	1,0 – 1,3	0,20– 0,45	0,20– 0,35	0,015	0,020	770–790	580– 590	30,4– 37,2	40,1– 50,4	80–93
ПП-16/25 (Св-09Х16Н25 М6АФС)	0,07– 0,11	н.б 0,4	1,0– 2,0	15– 17	24– 27	5,5– 7,0	0,7– 1,0	_	0,1–0,2	0,018	0,018	775–785	520– 540	28,8– 30,9	45,5– 47,8	95–110
Св-10Х20Н18 МЗАФС	0,07– 0,12	0,6– 0,9	2,5– 3,1	19– 21	16– 18	2,0– 3,0	0,7– 1,0	_	0,1–0,2	0,007	0,015	770–790	530– 550	33,3– 35,8	52,3– 55,2	100–107
ЭП-647(Св- 10Х19Н11М4Ф) +Ar+CO <sub>2</sub>	0,07– 0,12	0,6– 1,0	3,8– 4,3	18– 20	10,0– 11,5	3,8– 4,0	0,7– 1,1	_	н.б 0,07	0,025	0,020	750–770	575– 605	31,0– 34,3	44,1– 51,3	70–75

Таблица 5.7 – Химический состав аустенитных и аустенитно-ферритных сварочных материалов и механические свойства металла шва сварных соединений из высокопрочной азотсодержащей стали

## Способ сварки:



РДС– ручная сварка покрытыми электродами; АСФ – автоматическая сварка под флюсом 48-ОФ-6М;

МГ – механизированная сварка в защитном газе

## 5.2.2 Исследование структуры и химического состава различных зон сварного соединения

Термический цикл, т. е. изменение температуры в данной точке металла шва или зоны термического влияния (ЗТВ) во время сварки, является основой для оценки влияния параметров режима сварки на изменения структуры в основном металле или металле шва. К структуре ЗТВ и к свойствам сварного соединения предъявляют разнообразные требования, зависящие от вида металла, технологии изготовления, типа конструкции и ее служебного назначения.

Для получения качественного сварного соединения следует учитывать особенности вида сварки: однопроходная или многопроходная, термический цикл (ТЦ) которых имеет существенные различия. При однопроходной сварке основными параметрами ТЦ являются максимальная температура, скорость нагрева и скорость пребывания охлаждения. а также длительность материала выше заданной температуры. При многопроходной сварке или наплавке тепловые воздействия отдельных слоев (соседних валиков) складываются и создают сложный термический цикл для точек ЗТВ. Каждый слой успевает почти полностью охладиться ко времени нанесения следующего слоя. В связи с этим термические циклы отдельных слоев практически не зависят друг от друга. Однако повторное тепловое воздействие последующих слоев может изменить структуру металла шва и ЗТВ, обусловливая формирование неоднородной структуры и механических свойств [326, 330].

С целью определения особенностей формирования структуры и распределения химических элементов в сварном соединении из исследуемой азотсодержащей стали совместно со специалистами СПбПУ проведены металлографические и рентгеноспектральные исследования четырех сварных соединений, изготовленных с применением различных сварочных материалов и способов сварки (Таблица 5.8).

Детальное исследование полированного шлифа сварного соединения, выполненного проволокой ПП-16/2,5 показало, что в зависимости от локализации по сечению сварного соединения литая структура аустенита обладает различной дисперсностью (Рисунок 5.31 *a*). Это связано с различными скоростями охлаждения при кристаллизации и последующем охлаждении для нижнего шва, центра сварного соединения и облицовочного шва.



Рисунок 5.31 – Панорамное изображение структуры сварного соединения при сварке проволокой ПП-16/25 после травления реактивом Марбле с микроструктурой участков, расположенных в различных зонах шва (*a*) и химическая неоднородность по сечению сварного соединения (*б*)

Сварное соединение	Тип сварки
P2	Сварка ручная дуговая, электродами марки ЭА-868/20 Icв = 140–160 A; Uд = 24–28 B
ПА16/25	Полуавтоматическая сварка проволокой ПП-16/25 в защитном газе Iсв = 180–280 A; Uд = 24–28 B; скорость сварки 16 м/ч
АСФ	Автоматическая сварка проволокой ЭП-868 под флюсом 48А-2 Ісв = 400–550 А; Uд = 28–34 В; скорость сварки 20–25 м/ч
ПА647	Полуавтоматическая сварка проволокой ЭП-647 в защитном газе Ісв = 180–220 А; Uд = 24–28 В; скорость сварки 16 м/ч

Таблица 5.8 – Параметры сварки исследованных сварных соединений

Для сварного соединения ПА16/25 из исследуемой азотсодержащей стали можно выделить следующие характерные области (Рисунок 5.32):

- 1. основной металл;
- 2. зона частичного оплавления ОМ;

3. зона начала смешивания ОМ и металла шва (МШ) (светлая полоса, примыкающая к зоне 2;

- 4. зона смешивания (градиентная серая полоса, примыкающая к зоне 3);
- 5. металл шва.

Рентгеноспектральный микроанализ изменения концентрации основных элементов (хром, никель, молибден, марганец, ванадий) вдоль линии сканирования при переходе от основного металла к металлу шва показал, что концентрация всех элементов изменяется скачкообразно в начале зоны оплавления основного металла. Содержание хрома снижается с 20,5% в основном металле (ОМ) до 19% в металле шва (МШ), концентрация марганца снижается с 12% в ОМ до 3,5% в МШ. Концентрации ванадия и кремния возрастают с 0,4% до 1% и с 0,6 до 0,8%, соответственно. 8 молиблена повышаются 22% Концентрации никеля И с ЛО И 1,5 до 5%, соответственно (Рисунок 5.33 а и б).

При этом меняется не только концентрации элементов, но и характер этого изменения. При переходе к металлу шва изменение концентраций для разных легирующих элементов происходит на разном расстоянии от линии сплавления (Рисунок 5.33 *г*). Концентрация никеля выравнивается на расстоянии примерно 20 мкм от зоны сплавления, концентрация ванадия и молибдена – на расстоянии 30 мкм. По всей видимости, это связано с различной диффузионной подвижностью этих элементов. На основании полученных результатов следует, что интенсивного растворения основного металла в металле шва не происходит и глубина вовлечения основного металла в процессы формирования шва не превышает 20–30 мкм.



Рисунок 5.32 – Характерные области сварного соединения при сварке проволокой ПП-16/25: *а* – оптическая металлография; *б* – РЭМ в обратно-отраженных электронах

Из представленных на рисунке 5.33 б данных РСМА зона термического влияния достаточно узкая, ее ширина не превышает 100 мкм, размер зерна в ЗТВ немного больше, чем в ОМ – 92 и 77 мкм соответственно.

Исследование макро- и микрострукутры сварного шва также показало наличие макро- (Рисунок 5.33 *a*) и микротрещин и пор (рисунок 5.34), что может свидетельствовать о сильно развитых процессах усадки при кристаллизации вследствие недостаточного питания затвердевающего металла новыми порциями жидкого расплава.



Рисунок 5.33 – Изменение содержания элементов при сварке проволокой ПП-16/25 в окрестности линии сплавления

Одной из причин образования микротрещин в сварном шве является высокая разница в температуре солидус основного металла и металла шва в зоне сплавления и перемешивания, из-за которой могут возникать сильные термические напряжения, вызванные различными условиями усадки для кристаллизующихся переплавленных объемов основного металла, с одной стороны, и для кристаллизующегося металла шва, с другой [91].

331



Рисунок 5.34 – Микротрещины по границам литых зерен и поры в металле шва

Для сравнения температуры ликвидус и солидус сварочной проволокой марки ПП-16/25 и основного металла с использованием коммерческого программного обеспечения Fact Sage, оснащенного базами данных SGTE, проводили расчет этих температур, результаты которых представлены в Таблице 5.9.

Таблица 5.9 – Результаты расчета температур ликвидус и солидус для металла шва и основного металла\*

Материал	T <sub>L</sub> , <sup>o</sup> C	T <sub>S</sub> , °C
ПП-16/25 (МШ)	1390	1310
Сталь марки 04X20H6Г11M2AФБ (OM)	1436	1329

\* определение  $T_L$  и  $T_S$  для OM выполнено в главе 3

Полученные данные показали, что OM обладает существенно более высокой  $T_L$ , что требует перегрева сварочного материала при сварке, а также  $T_S$  OM на 20°C превышает  $T_S$  MШ, что может приводить к усадке и вызывать микронадрывы при кристаллизации.

Аналогичные исследования, выполненные для сварных соединений: ручной дуговой сваркой Р2 и автоматической сваркой под флюсом АСФ, показали практически те же результаты (Рисунок 5.35). При этом размер зерна в ОМ и ЗТВ образца Р2 составил 25 и 27 мкм соответственно, и 44 и 52 мкм для образца АСФ.



Рисунок 5.35 – Сквозной рост дендритов в сварном шве (*a*, *б*) и изменение содержания элементов в окрестности линии сплавления (*в*, *г*): *a*, *в* – образец Р2 (ручная дуговая сварка); *б*, *г* – АСФ (автоматическая сварка под флюсом)

Для исследования формирования металла шва с применением аустенитоферритного сварочного материала проводили наплавку проволокой марки ЭП-647. Микроструктура наплавки представлена на Рисунке 5.36. Для определения типа δ-феррита в исследуемой стали могут быть использованы такие параметры, как плотность распределения N<sub>A</sub> (1/мм<sup>2</sup>) и вытянутость частиц (El).

В образце исследуемой наплавки обнаружено 15% (об) остаточного  $\delta$ -феррита, плотность распределения частиц которого составляет 20 000 частиц/мм<sup>2</sup>, а средний диаметр частиц 3,8 мкм. Остаточный  $\delta$ -феррит в структуре наплавки в зависимости от условий охлаждения встречается в трех основных морфологиях: кружевообразный (Рисунок 5.36 *a*), глобулярный (рисунок 5.36 *б*), вермикулярный (Рисунок 5.36 *в и г*). С учетом диффузионного растворения остаточного  $\delta$ -феррита при аустенитизирующем отжиге, наиболее благоприятна его вермикулярная морфология [138].

Определение T<sub>L</sub> и T<sub>S</sub> показали результаты (Таблица 5.10), позволяющие предполагать положительные результаты применения данного сварочного материала для обеспечения минимальной усадки металла шва при кристаллизации и устранения термических напряжений.

Таблица 5.10 – Результаты расчета температур ликвидус и солидус для металла шва и основного металла\*

Материал	T <sub>L</sub> , °C	T <sub>S</sub> , °C
ЭП-647(МШ)	1430	1360
Сталь марки 04X20H6Г11M2AФБ (OM)	1436	1329

\* определение T<sub>L</sub> и T<sub>S</sub> для ОМ выполнено в главе 3

Однако полученное содержание остаточного δ-феррита в металле наплавки, вопервых, возможно является избыточным для предотвращения образования горячих трещин, во-вторых, не обеспечивает требуемые значения магнитной проницаемости, а также может отрицательно влиять на ударную вязкость сварного соединения из-за образования замкнутой ферритной сетки при быстрой кристаллизации и σ-фазы при охлаждении [329].



Рисунок 5.36 – δ-феррит различной морфологии, выявленный в металле наплавки (проволока ЭП-647)

### 5.2.3 Исследование структуры зоны термического влияния сварных соединений

ЗТВ сварного соединения представляет особый интерес для исследования свариваемости основного металла, поскольку именно в ней происходят наиболее резкие изменения его структуры и свойств. Сварочный нагрев в различных зонах теплового влияния может приводить к протеканию процессов, неблагоприятно влияющих на качество, свойства и работоспособность сварных соединений [123, 329].

Для исследования влияния химического состава сварочных материалов и режимов сварки на формирование структуры ЗТВ были выбраны сварные соединения из азотсодержащей стали толщиной 10 и 20 мм с пределом текучести 550 МПа, изготовленные в соответствии с режимами, представленными в Таблице 5.11.

Металлографические исследования, проведенные совместно со специалистами ИМЕТ РАН [331], показали, что для образца СС-3/10, изготовленного из листового

проката толщиной 10 мм (режим сварки 2 – ручная дуговая сварка электродами ЭА-868/20) характерно отсутствие ярко выраженной ЗТВ в виде зоны рекристаллизованных зерен основного металла около линии сплавления (Рисунок 5.37 *a*). Непосредственно к линии сплавления примыкает зона шириной 100–200 мкм относительно мелких зерен (10–40 мкм).

Марка сварочного материала	Маркировка сварного соединения	Способ и режим сварки				
ПП-16/25	CC-1/20	Режим 1				
		Сварка проволокой Ø1,2 мм				
		в защитной газовой смеси M21				
Св-10Х20Н18М3АФС	CC-2/20	Сила сварочного тока $I_{cb} = 200-220$ А				
[332]		Напряжение дуги $U_{I} = 24 - 28$ В				
		Разделка кромок под сварку – Х-образная				
		Режим 2				
	$CC_{2/10}$	Сварка ручная дуговая электродами Ø4 мм				
JA-000/20	CC-3/10	Сила сварочного тока $I_{CR} = 110-140$ А				
		Разделка кромок под сварку – Х-образная				

Таблица 5.11 – Режимы сварки, вид сварного соединения





*a* – в различных зонах; *б* – темнопольное изображение в рефлексе (330) ОЦК частицы χ-фазы; *в* – микроэлектронограмма ось зоны [111] ОЦК; *г* – круглые включения в аустенитной матрице; *д* –трещина в аустените, стрелкой показана частица χ-фазы Электронно-микроскопические исследования показали, что в структуре основного металла и металла шва присутствуют крупные частицы  $\chi$ -фазы (Рисунок 5.37  $\delta$ ,  $\epsilon$ , d), частицы Cr<sub>2</sub>N, CrN, M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, а также крупные сфероидальные темные частицы, которые, судя по их морфологии и размерам, являются неметаллическими включениями (HB) типа алюмосиликатов и оксидов кальция.

Наблюдения, сделанные при изучении в колонне ПЭМ на просвет тонких фольг данного сварного соединения, дают возможность предположить, что частицы  $\chi$ -фазы выделяются на подложке из частиц НВ. Параметры фаз, имеющихся, по данным ПЭМ, в составе сварного соединения, приведены в Таблице 5.12 (по данным [189]).

Фаза	Химическая формула	Кристаллическая решетка	Параметр кристаллической решетки, нм	Температурный интервал образования, °С
γ	—	ГЦК	0,358–0,362	-
χ	$Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$	ОЦК	0,892	700–900
Cr <sub>2</sub> N	Cr <sub>2</sub> N	Гексагональная	a = 0,4795, c = 0,4469	700–900
CrN	CrN	Кубическая	0,413–0,447	_
$M_{23}C_6$	М <sub>23</sub> С <sub>6</sub> ГЦК		1,056-1,065	600–950

Таблица 5.12 – Фазы, идентифицированные в исследованных сварных соединениях [189, 331]

Исследование структуры образцов СС-1/20 и СС-2/20 толщиной 20 мм (режим 1 – механизированная сварка проволокой в защитной газовой смеси) показало, что в ЗТВ образцов СС-2/20 наблюдается небольшое количество дефектов и частиц вторичных фаз, как в теле зерна, так и по границам зерен; в МШ встречаются крупные включения размером до 10–12 мкм (Рисунок 5.38).

На линии сплавления в СС-1/20 были обнаружены микротрещины по границам зерен и поры размером 20–100 нм, в том числе образовавшиеся в местах присутствия частиц избыточных фаз. Протяженность зоны пористости достигает 7–10 мкм. Микротрещины, зародившиеся на ЛС, распространяются вглубь сварного шва на ~100 мкм. Непосредственно у ЛС, по границам крупных зерен, прошедших собирательную рекристаллизацию, поры от частиц сливались в цепочки, представляя собой зародыши трещин в основном металле (Рисунок 5.38 *в*). По всей видимости, получение подобной дефектной структуры связано в совокупности как с качеством сварочной проволоки, так и с выбранными режимами.

Зона термического влияния образцов СС-1/20 и СС-2/20 в результате выдержки при повышенных температурах цикла сварки имеет две выраженные зоны: 1 – в которой прошла первичная рекристаллизация с образованием мелких равноосных зерен, 2 – непосредственно около линии сплавления, в которой прошла собирательная

рекристаллизация. В этой части ЗТВ сформировались более крупные равноосные зерна аустенита (Рисунок 5.38 *а* и *г*). Размеры структурных элементов ЗТВ (ширина, размер зерен) приведены в Таблице 5.13.



Рисунок 5.38 – Микроструктура сварных образцов: *а* – различные зоны сварного шва образца CC-1/20; *б* – 3ТВ образца CC-1/20; *в* – поры и частицы на ЛС и в 3ТВ; *г* – различные зоны сварного шва образца CC-2/20 [331]

Таблица 5.13 – Ширина ЗТВ и размеры зерен в различных ее частях

Сварное соединение	Ширина ЗТВ, мкм	Размер мелких рекристаллизованных зерен в ЗТВ, мкм	Размер крупных зерен в ЗТВ около линии сплавления, мкм
CC-1/20	~450	5–10	30–50
CC-2/20	~300	7–25	20–50

В CC-1/20 около ЛС наблюдаются наноразмерные частицы нитридов CrN и/или сложных нитридов (Cr,V)N размером 15–20 нм, фиксирующие дислокации, а также скопления размером до нескольких микрон мелких бездефектных частиц карбида  $Cr_{23}C_6$  или  $M_6C$  размером 200–300 нм и одиночные крупные вытянутые и равноосные бездефектные выделения  $\chi$ -фазы  $Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$  размером до 2 мкм.

В СС-2/20 так же, как и в СС-1/20 обнаружены нитриды CrN размером 10–30 нм, выделения карбида  $M_{23}C_6$  (или  $M_6C$ ) и  $\chi$ -фазы. Выделений частиц Cr<sub>2</sub>N по границам зерен не наблюдалось; полностью отсутствовала пористость. По сравнению с СС-1/20 частицы карбида и  $\chi$ -фазы присутствовали в значительно меньшем количестве.

Результаты исследования распределения химических элементов в различных зонах сварных соединений подтвердили предыдущие исследования образцов Р2, ПА-16/25 и АСФ и в обобщенном виде приведены в Таблице 5.14.

В ОМ содержание основных легирующих элементов на расстоянии 8-10 мкм от линии сплавления неизменно И соответствует марочному составу стали 04Х20Н6Г11М2АФБ. Для некоторых участков металла оплавленных зерен, примыкающих непосредственно к линии сплавления, характерны небольшие изменения в концентрации хрома, марганца и никеля. На расстоянии, превышающем размер одного зерна (10–30 мкм от линии сплавления), начинается постепенное приближение химического состава металла шва к составу сварочной проволоки (снижается содержание Mn, растет содержание Ni и Мо, в CC-1/20 также снижается содержание Cr). На расстояниях ~130 и ~240 мкм от линии сплавления соответственно для СС-1/20 и СС-2/20 зафиксировано соответствие состава металла сварного соединения химическому составу использованной сварочной проволоки.

Таблица 5.14 – Обобщенные данные по изменению содержания основных легирующих элементов в металле сварного соединения

Сварное соединение	Особенности на участке	содержания ЛЭ металла в СС	Расстояние от ЛС, мкм, в начале (1) и конце (2) зоны	
	участок ОМ (8–10 мкм от ЛС)	участки ОМ, примыкающие к ЛС	переходного химического состава от ОМ к металлу сварочной проволоки	
CC-1/20	Содержание легирующих	Содержание Cr и Mn понижено примерно на 0,5%	~10 мкм (1); ~ 130 мкм (2)	
CC-2/20	элементов соответствует марочному составу	Содержание Mn понижено, Ni – повышено	~ 40 мкм (1); ~240 мкм (2)	

Микротвердость металла шва обоих сварных соединений на 20–25% ниже микротвердости основного металла. При этом в ЗТВ и на ЛС отмечались в среднем более высокие значения микротвердости, чем в основном металле, что косвенно свидетельствует о выделении частиц избыточных фаз на ЛС и в ЗТВ.

## 5.2.4 Определение температурного интервала выделения вторичных фаз в азотсодержащей стали в диапазоне характерных скоростей охлаждения при сварке

Как показано в Таблице 5.12, согласно существующим литературным данным и результатам исследований условий образования вторичных фаз в азотсодержащей стали, представленным в главе 3 (раздел 3.3.4), основной температурный интервал

выделения дисперсных частиц, обнаруженных в металле шва сварных соединений из исследуемой стали составляет 600–950°С.

Согласно имеющимся сведениям, скорость охлаждения сварного шва, в зависимости от режимов сварки и толщины листового проката составляет в ЗТВ порядка 20–100°С [91, 333, 334].

Для исследуемой стали методом конечных элементов на основании полученной температурной теплофизических свойств НИЦ зависимости специалистами «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» проведен расчет скорости охлаждения в ЗТВ. Моделирование проводили для условий сварки только корневого прохода для пластины шириной 50 мм. Моделировалось движение сварочной ванны со скоростью 10 мм/с. Тепловложение подбиралось таким, чтобы обеспечить изотерму 1500°С по линии сплавления. Расчетная модель и результаты расчетов поля температур представлены на Рисунке 5.39. Результат расчета скорости охлаждения для двух точек в ЗТВ в диапазоне температур 800-500°C 0,5 на расстоянии MM показал значение 60±20°C/c (Рисунок 5.40).

При исследовании кинетики выделения вторичных фаз в основном металле проведен эксперимент на дилатометре DIL 805 по режимам, представленным в Таблице 5.15. Скорость охлаждения составляла 25°С/с, значение которой практически совпадает с минимальной скоростью охлаждения при сварке.

Скорость нагрева, °С/с	Температура аустенитизации,	Время изотермической выдержки, с	Скорость подстуживания до температуры изотермической выдержки, °C/с	Температура изотермической выдержки, °С	Время изотермической выдержки, с	Скорость охлаждения, °С/с
				1050		
				1000		
				950		
50	1200	900	35	900	900	25
				850		
				800		
				750		

Таблица 5.15 – Режим проведения эксперимента



Рисунок 5.39 – Расчетная модель (а) и результаты расчета поля температур (б)



Рисунок 5.40 – Расчетная диаграмма изменения температуры для двух точек ЗТВ Для сравнительного анализа изменения структуры стали в результате высокотемпературной выдержки проведен нагрев образцов до 1200°С с последующим

341

ускоренным охлаждением с целью определения состояния микроструктуры в исходном состоянии. Сравнительные металлографические исследования показали, что как исходная, так и микроструктура образцов после всех изотермических выдержек состоит из крупных равноосных зерен аустенита средним размером 250 мкм с двойниками отжига. В исходной структуре и после выдержки в интервале температур 1000–1050°C по границам и в теле зерен наблюдается незначительное количество выделений вторичных фаз. В результате анализа дилатометрических исследований установлено, что в течение выдержки не происходит структурных изменений, показывающих существенный объемный эффект.

Анализ дилатометрических данных показал, что на начальном этапе выдержки (до 10 с) в интервале температур 750–900°С начинается выделение вторичных фаз. Период интенсивного выделения продолжается в течение 50 с, полностью образование дисперсных частиц заканчивается в течение 650 с. Исследования микроструктуры показали наличие по границам зерен плотных цепочек частиц, предположительно  $M_{23}C_6$ ,  $Cr_2N$ , поскольку этот температурный интервал является характерным для их образования (Рисунок 5.41).



Рисунок 5.41 – Микроструктура стали после изотермической выдержки, имитирующей условия охлаждения ЗТВ после цикла сварки: *a*, *б* – 900°С, *в*, *г* – 750°С [278] Подводя итог проведенных исследований, можно отметить, что при сварке азотсодержащей стали в ЗТВ могут образовываться дисперсные выделения вторичных

фаз. Чем ниже скорость охлаждения, тем образуется их большее количество, что подтверждает приведенные выше результаты металлографических исследований металла сварного шва, которые выявили наличие вторичных фаз типа  $Cr_2N$ , CrN,  $M_{23}C_6$  в различных зонах соединения, причем часть из них унаследована из горячекатаного металла

#### 5.2.5 Определение физико-механических свойств металла сварного соединения

Предел текучести разрывных образцов, изготовленных из CC-3/10, выше предела текучести как основного металла проката толщиной 10 мм, так и сварочной проволоки Cв-10X20H18M3AФС (Таблица 5.16). Причиной высокой прочности металла сварного соединения является, очевидно, упрочнение зоны линии сплавления и ЗТВ выделяющимися наноразмерными частицами нитридов. Как показали измерения микротвердости образца CC-3/10 по сечению шва, наиболее высокая твердость наблюдается у металла на линии сплавления (HV50 = 330–360), затем она убывает в ряду:  $3TB \rightarrow OM (305-315) \rightarrow (270-290)$ . Самой меньшей твердостью обладает металл шва (HV50 = 250–270).

Таблица 5.16 – Механические свойства сварных соединений, сварочной проволоки и основного металла

Материал	σ₀,2, МПа	σ <sub>в</sub> , МПа	δ, %	ψ, %	КСV, Дж/см <sup>2</sup>
CC-3/10	560-570	780–790	23–24	30–33	86–110
Проволока Св- 10Х19Н23Г2М5ФАТ	530–550	770–780	33–35	54–56	100–110
Прокат 10 мм	475–490	840-860	55–57	68–70	200-230

Пластические свойства образцов, изготовленных из СС-3/10, ниже свойств образцов из листового проката и сварочной проволоки. Это может быть связано с наличием значительного числа включений, прежде всего – крупных частиц в металле шва. При растяжении зона сосредоточенной пластической деформации («шейки») начинает формироваться в сварном шве, начиная с ЛС с обеих сторон сварного соединения.

Результаты определения работы удара и ударной вязкости приведены в Таблице 5.17. В Таблице 5.18 приведены значения твердости различных зон сварного соединения.

Тол-		II	шов		ЛС		C+2	ЛС+5		
щина проката, мм	Т <sub>исп</sub> , °С	KV, Дж	КСV, Дж/с м <sup>2</sup>	KV, Дж	КСV, Дж/см 2	KV, Дж	КС <b>V,</b> Дж/см <sup>2</sup>	KV, Дж	KCV, Дж/см <sup>2</sup>	
10	+20	52– 67	86– 110	72– 100	120– 165	120– 145	195–237	134–142	220–234	
10	-40	46– 55	76–90	71–78	117– 128	100– 128	165–210	114–125	190–205	

Таблица 5.17 – Работа удара различных зон сварного соединения СС-3/10

Таблица 5.18 – Твердость различных зон сварного соединения

No		Твердость HV <sub>10</sub>												
JNg	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11			
Линии	OM	3TB	3TB	3TB	ΜШ	ΜШ	ΜШ	3TB	3TB	3TB	OM			
1	216	232	237	236	206	199	198	327	247	253	232			
2	231	266	280	253	249	246	251	273	260	262	224			
3	230	279	287	290	269	270	263	267	269	273	232			

Фрактографические исследования показали, что все изломы образцов имеют волокнистое строение с ямочным микрорельефом, что свидетельствует о вязком характере разрушения.

Исходя из результатов испытаний, можно отметить, что твердость различных зон сварного соединения не имеет резких перепадов по сечению шва (в вертикальном и поперечном направлении).

Магнитная проницаемость μ всех сварных соединений, выполненных с применением глубокоаустенитных материалов, не превышает 1,003 Гс/Э, что позволяет считать их маломагнитными. Сварные соединения с применением проволоки ЭП-647 имеют магнитную проницаемость μ от 2,3 до 3,6 Гс/Э.

Также проведены испытания сварных соединений азотсодержащей стали на коррозионную стойкость. Все коррозионные исследования проведены на оборудовании ЦКП «Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов» НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей», в лаборатории коррозионных и коррозионно-механических испытаний.

В Таблице 5.19 приведены результаты измерения стационарного потенциала различных зон сварных соединений, выполненных разными видами сварки.

Из таблицы очевидно, что стационарные потенциалы всех зон сварных соединений различаются незначительно и находятся в интервале значений потенциалов коррозионно-стойких сталей в морской воде.

Способ сварки	Интервал значений стационарного потенциала, В (н.в.э)						
_	Металл шва	3TB	Основной металл				
Ручная электродуговая сварка	0,17–0,19	0,16–0,23	0,16–0,23				
Ручная аргонодуговая сварка	0,17–0,19	0,16–0,23	0,16–0,23				
Автоматическая сварка под флюсом	0,17–0,19	0,17–0,23	0,17–0,23				

Таблица 5.19 – Результаты измерения стационарного потенциала различных зон сварочных соединений

Значения потенциалов питтингообразования E<sub>no</sub> и репассивации E<sub>pn</sub>, определенные на анодных кривых приведены в Таблице 5.20. Полученные данные свидетельствуют о высокой питтингостойкости металла шва в 3,5% NaCl при всех способах сварки.

Таблица 5.20 – Значения потенциалов питтингообразования  $E_{no}$  и репассивации  $E_{pn}$  различных зон сварных соединений

Crocof apopur	Метал	л шва	31	ſB	Основной металл		
Спосоо сварки	Е <sub>по</sub> ,	E <sub>pп</sub> ,	Е <sub>по</sub> ,	Е <sub>рп</sub> ,	Е <sub>по</sub> ,	Е <sub>рп</sub> ,	
	В	B	В	B	В	B	
Ручная дуговая сварка	1,32	1,28	1,10	0,08	1,30	0,08	
Ручная аргонодуговая сварка	1,37	1,30	1,05	0,10	1,30	0,08	
Автоматическая сварка	1,25	1,25	1,25	0,80	1,54	0,15	

Стойкость сварных соединений к межкристаллитной коррозии определяли по ГОСТ 6-32 (метод AM). Образцы всех сварных соединений не имели трещин при загибе, что свидетельствует об отсутствии МКК.

На основании проведенных испытаний можно сделать вывод, что испытанные сварные соединения из высокопрочной азотсодержащей стали обладают высокой коррозионной стойкостью ко всем видам коррозии.

Подводя итог, можно сказать, что высокопрочная азотсодержащая сталь марки 04X20H6Г11М2АФБ сваривается всеми видами сварки и не требует последующей термообработки.

#### 5.3 Оптимизация параметров механической обработки стали

Обрабатываемость резанием коррозионно-стойких сталей в значительной мере определяется их структурой. Дисперсионно-твердеющие стали после закалки и отпуска обрабатываются хуже, если в их структуре присутствуют дисперсные частицы. Эти частицы препятствуют деформации сдвига в процессе резания легированных сталей и повышают их истирающую способность. Лучше обрабатываются резанием аустенитные стали после термической обработки из-за меньшего упрочнения аустенита [321]. В литературе содержится мало сведений, посвященных механической обработке сталей Cr-Ni-Mn композиции легирования с содержанием азота более 0,4%. В работе [335] приведены сведения по обрабатываемости резанием близкой по химическому составу к исследуемому материалу стали марки 06X22AГ15H8M2Ф (в мас.%: 0,06C, 0,27Si, 14,17%Mn, 22,68%Cr, 8,06%Ni, 2,02%Mo, 0,18%V, 0,51%N, 0,005%S 0,011%P, 0,002%Ca) [336]. Эта сталь содержит большее количество марганца, углерода, хрома, молибдена и по обрабатываемости резанием может представлять бо́льшую сложность.

Выполненные ИМЕТ РАН исследования показали, что в процессе резания пластическая деформация распределяется неравномерно как по сечению заготовки (слоями), так и внутри самих слоев. Наибольшей деформации подвергаются поверхностные слои стали марки 06Х22АГ15Н8М2Ф глубиной около 5 мкм, в которых наблюдали текстурированную структуру, состоящую из полос скольжения, ориентированных относительно движения резца. Для шероховатой поверхности металла после точения характерно наличие регулярно повторяющихся гребней из сильно наклепанного деформированного металла. В более глубоких слоях (от 5 до 20 мкм) обнаружены аустенитные зерна с большим количеством тонких двойников деформации. Твердость этого слоя, по сравнению с поверхности.

Скорость резанием влияет на наклеп стали, самая высокая твердость наблюдается после средней скорости резания; самый низкий наклеп и самая низкая твердость – после резания с минимальной скоростью. Однако механическая обработка стали  $06X22A\Gamma15H8M2\Phi$  при низкой скорости резания (v=9,5м/мин) затруднительна из-за образования большого нароста на режущей кромке резца, приводящего к его поломке. Стойкость резцов значительно повышается при увеличении скорости резания до 21-74 м/мин, при глубине резания 0,25-0,75 мм и подаче 0,15-0,60 мм/об. При таких режимах точения отсутствует налипание металла на инструмент. При скорости резания 169 и 186 м/мин обрабатываемость стали резко снижается из-за повышения температуры в зоне резания. Кроме того, чем меньше глубина точения при одинаковой скорости резания и одинаковой подаче, тем выше твердость металла в приповерхностном слое [335].

Для изучения обрабатываемости резанием стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ проведено исследование влияния скорости и глубины резания на износ инструмента для механической обработки. Исследуемая сталь по сравнению со сталью марки 06Х22АГ15Н8М2Ф имеет меньшее содержания хрома, марганца, азота и никеля. В Таблице 5.21 представлены геометрические параметры и режимы механической обработки горячедеформированных заготовок из высокопрочной азотсодержащей стали.

n,	m	L,	Σ, mm <sup>3</sup>	D,	d,	dcp,	Vd <sub>cp</sub> ,	V <sub>cp</sub> ,	S,	t,	<b>Р</b> , мм <sup>2</sup>	Примечания		
об/мин		MM		MM	MM	MM	м/мин	м/мин	мм/об	мм/Ø				
800							103	103	0,15	0,25		стойкость резца: шесть секунд		
200	6,6	300	172296,72	52,5	45,0	48,75	30,62	30	0,47	1	<0,001	При точении образуется твердый		
												нарост на резце из сточенной стали.		
												Невозможна точная обработка.		
												Можно использовать только для		
												получистовой обработки		
400	13,5	300	94247,78	52,0	48,0	50,00	62,80		0,47	0,25	0,055	Н		
400	13,5	300	265602,02	48,5	35,0	41,75	52,44	55	0,47	1	0,141	Н		
400	4,2	300	90654,58	45,0	40,5	42,75	53,69	55	0,15	1	0,049	Н		
400	4,2	300	28451,05	41,0	39,5	40,25	50,55		0,15	0,25	0,006	Н		
800	26,0	300	101787,61	39,0	33,0	36,00	90,43		0,47	0,25	0,611	Н		
800	9,0	300	39171,73	34,5	32,0	33,25	83,52		0.15	0,25	0,171	Н		
630	2,5	230	84946,71	45,5	40,0	42,75	84,57		0,15	0,15 1 1,729		температура сходящей стружки		
								86				≥900°С, заготовка с середины работы		
												имеет цвета побежалости		
630		230							0,47	1	3,752	только для очень быстрого		
												чернового точения		
370	3,0	270	13783,74	33,0	32,0	32,50	37,76		0,15	0,25	0,043	Н		
370	10,0	235	14477,11	32,0	29,5	30,75	35,73	26	0,47	0,25	0,006	Н		
370	3,25	250	35931,96	32,0	29,0	30,50	35,44	50	0,15	1	0,037	Н		
370	15.0	215	159573.27	39.0	24.0	31.50	36.60	1	0.47	1	0.031	Н		

Таблица 5.21 – Обрабатываемость резанием горячедеформированных заготовок из стали 04Х20Н6Г11М2АФБ

Н =стружка сходит нормально, «лентой» («сливная стружка»)

V<sub>ср</sub>, м/мин – средняя линейная скорость резания (среднее значение для интервала опробованных скоростей резания Vd<sub>ср</sub>);

Vd<sub>cp</sub>, м/мин –линейная скорость резания, оцененная для усредненного диаметра заготовки: Vcp = ((D-d)/2)+d)\* n s, мм/об – подача резца; t, мм/Ø – глубина резания; P, мм<sup>2</sup>– износ резца – площадь изношенной (сточенной) части резца D, мм – начальный диаметр заготовки; d, мм – конечный диаметр заготовки; dcp, мм – средний диаметр заготовки; n, об/мин – скорость вращения патрона; m – количество проходов за 20 мин; L, мм – длина одного прохода; Σ, мм<sup>3</sup> – объем снятого металла

На Рисунках 5.42–5.44 показано влияние средней линейной скорости резания, подачи резца и глубины резания при точении на износ резца. Увеличение скорости резания примерно в два раза при увеличении подачи резца и глубины резания от s =0,15 до 0,47 мм/об и от t=0,25 до 1 мм/Ø, соответственно, увеличивают износ резца примерно на порядок.

Оптимальными с точки зрения минимизации износа резца можно считать значения скорости резания в интервале 30–40 м/мин (область, выделенная красным штрих-пунктиром на рисунке 5.42 б), при соответствующих этой области значениях подачи резца и глубины резания.



Рисунок 5.42 – Влияние средней линейной скорости точения на износ резца при различных значениях подачи резца (s) и глубины резания (t): *a* – в интервале износа резца 0–4 мм<sup>2</sup>; *б* – в интервале минимальных значений износа резца (до P = 0,2 мм<sup>2</sup>)









#### ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 5

1. При проведении экспериментальных работ по холодной деформации показано, что:

– азотсодержащая сталь, наряду с высокими прочностными характеристиками, обладает большим запасом пластичности при холодном деформировании. Даже при высокой степени деформации для сталей подобного класса ~32%, одновременно с происходящим деформационным упрочнением ее пластические свойства остаются на высоком уровне.

С повышением степени деформации при непрерывной гибке увеличиваются прочностные характеристики, причем, начиная со степени деформации 8%, деформационное упрочнение стали носит более интенсивный характер. При степени деформации 8% прочностные характеристики стали повышаются на 5–8% по сравнению с исходным состоянием, при 17,5% – на 20%, при 32% на 30%. Соответственно, в этих же пределах снижаются пластические характеристики.

- деформация вплоть до ее высоких значений 32% не приводит к образованию других, в том числе и магнитных фаз в исследуемой стали. Проведенные структурные исследования не выявили образования мартенсита деформации, а также є-мартенсита, являющегося немагнитной фазой. Полученные результаты свидетельствуют о высокой стабильности аустенитной структуры азотсодержащей стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ;

 – разрушение образцов при ударных испытаниях происходит по типу чашечного вязко, носит транскристаллитный характер.

2. Способ нагружения (схема напряженного состояния) влияет на формирование структуры и интенсивность упрочнения при холодной деформации.

Показано, что непрерывное одноосное растяжение образцов стали способствует большему деформационному упрочнению, увеличению внутренних напряжений и интенсивному снижению запаса пластичности за счет формирования нескольких пересекающихся систем двойников деформации. При данном виде нагружения относительное сужение образцов, вырезанных после деформирования с различными степенями, монотонно уменьшается с увеличением деформации. При  $\varepsilon = 25\%$  уменьшение достигает ~15%. При других способах деформирования снижение запаса пластичности существенно меньше. Данный результат

свидетельствует об анизотропном упрочнении стали и высокой внутренней энергии, обусловленной генерацией дефектных структурных элементов.

3. На основании лабораторных и опытно-промышленных экспериментов разработаны технологические схемы изготовления штампованных деталей из высокопрочной азотсодержащей стали. По разработанным рекомендациям в условиях АО «Адмиралтейские верфи» изготовлена опытная партия штампованных деталей сферической и торосферической формы.

Вследствие существенного деформационного упрочнения стали при холодной деформации штамповкой одним из решений получения близких значений прочностных свойств штампованных деталей и нештампованных при строительстве крупногабаритных сварных конструкций является использование при изготовлении штамповок исходного листового проката с меньшим значением прочностных характеристик.

4. Высокопрочная азотсодержащая сталь марки 04Х20Н6Г11М2АФБ сваривается всеми видами сварки и не требует последующей термообработки.

5. Установлено, что концентрация основных элементов (хром, никель, молибден, марганец, ванадий) по сечению сварного шва (от основного металла к металлу шва) изменяется скачкообразно на разном расстоянии от линии сплавления для различных легирующих элементов.

Содержание хрома снижается с 20,5% в основном металле (ОМ) до 19% в металле шва (МШ), концентрация марганца снижается с 12% в ОМ до 3,5% в МШ. Концентрации ванадия и кремния возрастают с 0,4% до 1% и с 0,6 до 0,8%, соответственно. Концентрации никеля и молибдена повышаются с 8 до 22% и 1,5 до 5%, соответственно. Концентрация никеля выравнивается на расстоянии примерно 20 мкм от зоны сплавления, концентрация ванадия и молибдена – на расстоянии 30 мкм. По всей видимости, это связано с различной диффузионной подвижностью этих элементов. На основании полученных результатов следует, что интенсивного растворения основного металла в металле шва не происходит и глубина вовлечения основного металла в процессы формирования шва не превышает 20–30 мкм.

6. Установлено, что исследованные сварные соединения из азотсодержащей стали имеют относительно узкую зону термического влияния, которая в зависимости от режимов сварки и толщины исходного проката составляет 300-450 мкм.

7. Показано, что при сварке азотсодержащей стали в ЗТВ могут образовываться дисперсные выделения вторичных фаз. Чем ниже скорость охлаждения, тем образуется их большее количество. Металл исследованных сварных соединений, содержит частицы вторичных фаз (нитриды и карбонитриды хрома,  $\chi$ -фаза – Fe<sub>36</sub>Cr<sub>12</sub>Mo<sub>10</sub>), которые, в основном, образуются в температурном интервале 600–950°С. Частицы вторичных фаз, неметаллических включений и цепочки пор могут являться центрами зарождения микротрещин при воздействии внешних напряжений.

8. При исследовании обрабатываемости высокопрочной азотсодержащей стали установлены оптимальные сочетания параметров резания (скорости и глубины резания, подачи резца) для обеспечения минимального износа режущего инструмента: скорость резания в интервале 30 м/мин, подача резца – 0,47 мм/об, t=0,25 мм/Ø и 35 м/мин, подача резца – 0,47 мм/об, t=1 мм/Ø.

# ГЛАВА 6. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ СВОЙСТВ АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ СТАЛИ

В главе 4 показано, что благодаря варьированию температурно-деформационных параметров при прокатке и температурно-временных условий при термической обработке можно управлять процессами структурообразования в азотсодержащей стали. За счет этого может быть получен материал с широким спектром прочностных характеристик, с сохранением высоких пластических свойств стали. В зависимости от области применения и условий эксплуатации конструкций и изделий из стали марки 04X20H6Г11M2AФБ регламентируется необходимый комплекс физико-механических свойств. Например, для изделий, используемых в нефтедобывающей промышленности, основными условиями являются высокая прочность ( $\sigma_{0,2}$  более 800 МПа) и немагнитность; для научно-исследовательских судов, изучающих геомагнитное поле Земли, достаточно применения стали с пределом текучести 500 МПа.

Сталь марки 04Х20Н6Г11М2АФБ обладает высокой хладостойкостью до температуры минус 80°С, что в сочетании с высокой прочностью и хорошей свариваемостью позволяет применять ее в крупногабаритных конструкциях, предназначенных для эксплуатации в условиях Арктики. Азотсодержащая сталь является перспективным материалом для строительства морской техники, в том числе и глубоководной, технических сооружений, средств бурения, включая подводное, может быть использована как плакирующий или гомогенный материал для ледовых поясов ледоколов и стационарных платформ и др. Во время эксплуатации эти конструкции могут подвергаться статическим, циклическим и динамическим нагрузкам.

В связи с этим **задачей настоящей главы** является определение закономерностей изменения структуры исследуемой стали под действием статического, динамического и циклического нагружений.

Для достижения поставленной цели необходимо:

1. Определить предельную деформационную способность и исследовать особенности изменения структуры и свойств стали при воздействии динамического нагружения;

2. Установить влияние скорости деформации при статическом и динамическом нагружении на изменение механических свойств и характера деформирования в азотсодержащей стали;

3. Установить влияние циклического нагружения на усталостные характеристики и характер разрушения стали при мало- и многоцикловом нагружении;

4. Исследовать влияние упругопластической деформации на магнитные свойства стали.

#### 6.1 Влияние динамического нагружения на изменение структуры и свойств стали

Высокоскоростные (динамические) воздействия способствуют изменению характера деформирования стали за счет резкого сокращения характеристик запаса пластичности и вязкости разрушения, что в свою очередь может привести к катастрофическим последствиям. В связи с этим возникает необходимость исследования влияния повышенной скорости нагружения  $(10^3-10^4c^{-1})$  на изменение механических свойств стали, связанного с особенностями формирования структуры, характера деформирования и разрушения азотсодержащей стали.

# 6.1.1 Влияние динамического нагружения на изменение механических свойств стали

С целью исследования влияния исходной структуры на деформационную способность и изменение свойств стали в соответствии с методикой, представленной в главе 2, проведено однократное динамическое нагружение пластин состава 2 (аустенит+1% δ-феррита) (A25) и 3 (аустенит+7% δ-феррита) (D25) до степени остаточной деформации 20% в центре образца. Утонение в полюсе воздействия составило 1,5 мм. Общий вид пластины после испытаний представлен на Рисунке 6.1. Также проведено однократное динамическое нагружение пластины толщиной 8 мм состава 1 (100% аустенит) (A10) после высокотемпературной термической обработки (рекристаллизованная структура без наклепа) до степени деформации 10%.



Рисунок 6.1 – Характерный вид образца после динамических испытаний

Для определения изменения свойств стали в результате динамического нагружения ИЗ зоны максимальной деформации (выпуклая поверхность) деформированных пластин вырезаны образцы для механических испытаний. Результаты механических испытаний исследуемой стали до и после динамического нагружения представлены в Таблице 6.1 и на Рисунке 6.2.

Показано, что в результате динамического нагружения происходит упрочнение стали, причем чем выше ее исходные прочностные характеристики, тем больше упрочнение. Значения предела текучести увеличиваются на 26–40%, временного сопротивления в пластине A10 практически не изменяются, в пластинах A25 и D25 увеличиваются на 20%. Относительное удлинение при этом снижается на 74 и 66% соответственно, значения относительного сужения уменьшаются на 15 и 20%. Стоит отметить отрицательное влияние δ-феррита в количестве 7% на ударную вязкость, которая в этом случае после динамического нагружения снижается на 60%, в то время как для пластины A25 (1% δ-феррита) значения ударной вязкости, наоборот, увеличились на 30%.

#### 6.1.2 Эволюция структуры стали при динамическом нагружении

Оптическая металлография образцов после динамического нагружения показала, что в некоторых зернах наблюдаются полосы скольжения и двойники деформации.

Для более детального изучения изменения структуры азотсодержащей стали в процессе динамического нагружения для пластин A25 и D25 проведено исследование микроструктуры методом EBSD. На Рисунках 6.3–6.5 приведены результаты исследований микроструктуры стали в исходном состоянии и после динамического нагружения.

Сравнительный анализ показал, что в процессе динамического нагружения в структуре происходит образование субзеренной структуры, о чем свидетельствует наличие на карте распределения границ зерен около 27% МУГ (Рисунок 6.3 *e*).

В локальных зонах, образование которых, по всей видимости, связано с выделением тепла при деформировании и, следовательно, возникновением в них повышенной температуры, наблюдаются мелкие рекристаллизованные зерна (~27% исследованной поверхности образца) (Рисунок 6.3 ж). Помимо температурного фактора, также немаловажную роль играет высокая степень деформации в этих областях, способствующая интенсивному процессу зародышеобразования за счет более раннего достижения критической степени деформации.

Марк-			ε, %*	Механические свойства					
ка пласти ны	Исходное состояние	Нагружение		σ <sub>в</sub> , МПа	σ <sub>0,2</sub> , ΜΠa	δ5, %	ψ, %	КСV <sup>+20</sup> , Дж/см <sup>2</sup>	
A10	100% аустенит	до	_	870-875	500-510	54,9–56,2	66,3–68,7	_	
	(рекристаллизованная структура без наклепа)	после	10	910–920	680–690	40,2–42,5	60,262,4	_	
A25	аустенит+1% б-феррита	до	_	960–970	675–690	47,5–50,5	70,3–71,0	143–160	
	(рекристаллизованная +деформированная структура)	после	18	1215–1235	1130–1150	12,3–12,7	60,1–61,1	208–215	
D25	аустенит+7% б-феррита	до	_	925–930	600–610	48,5–49,2	66,5–67,5	87–92	
	(рекристаллизованная +деформированная структура)	после	20	1150–1160	910–920	19,5–20,8	52,8–53,9	33–37	

Таблица 6.1 – Механические свойства азотсодержащей стали (средние значения)

\*- фактическая степень деформации на тыльной стороне пластины



Рисунок 6.2 – Механические свойства азотсодержащей стали до и после динамического нагружения (средние значения)



Рисунок 6.3 – Структура азотсодержащей стали состава 2 (1% б-феррита) в исходном состоянии (*a*–*d*) и после динамического нагружения (*e*–*к*) (шаг сканирования 1 мкм)

357



Карта ориентировок

Исходное состояние

После динамического нагружения

Рисунок 6.3 (продолжение) – Структура азотсодержащей стали состава 2 (1% δ-феррита) в исходном состоянии (*a*–*d*) и после динамического нагружения (*e*–*κ*) (шаг сканирования 1 мкм)

На картах кривизны кристалла значительный объем (69%) исследованной поверхности образца занимают области, окрашенные в красный цвет (Рисунок 6.3 *u*), что говорит о высоких искажениях в решетке кристалла.

EBSD-анализ поверхности образца (Рисунок 6.4), проведенный с меньшим шагом сканирования, показал, что в исходной структуре при однократном динамическом нагружении с  $e_{дин} \approx 0.2$  ( $\varepsilon_{дин} \approx 20\%$ ) в результате динамической рекристаллизации, обусловленной совместным воздействием температуры и высокой локальной степени деформации, происходит образование новых более мелких зерен.

На линиях скольжения и вдоль границ крупных зерен с новыми мелкими рекристаллизованными наблюдается образование структур с малоугловыми разориентировками. В исходных крупных зернах структура сильно деформирована, наблюдается большое количество грубых линий скольжения.

На картах кривизны кристалла больший объем занимает область, окрашенная в зеленый цвет. Присутствие локальных областей, окрашенных в синий цвет, и карта ориентировок (Рисунок 6.4 *в*), на которой видно формирование слаборазориентированных структур в объеме зерен, свидетельствуют о прошедшем процессе статического возврата.

Изменение структуры образца D25 имеет аналогичные тенденции, из особенностей стоит отметить более значительную искаженность решетки вдоль границ зерен и пластин δ-феррита (Рисунок 6.5).



Карта ориентировок

Рисунок 6.4 – Структура образца пластины А25 стали состава 2 (1% б-феррита) после динамического нагружения (шаг сканирования 0,2 мкм)



Рисунок 6.5 – Структура образца пластины D25 стали состава 3 (7% б-феррита) после динамического нагружения (шаг сканирования 0,2 мкм)

Методами просвечивающей электронной микроскопии выполнено исследование структуры образцов пластин А10 и А25, подвергнутых динамическому нагружению.

Проведенные исследования пластины A10 (исходный средний размер зерен 40–60 мкм) показали, что динамическое нагружение до степени деформации  $e_{дин} \approx 0,1$  ( $\varepsilon_{дин} \approx 10\%$ ) (исходя из расчетных данных по результатам испытаний) приводит к появлению в исходной рекристаллизованной структуре множества планарных дефектов в виде плоских скоплений и небольшого количества дефектов упаковки (Рисунок 6.6).

Расстояние между соседними дефектами варьируется от 0,1 до 0,5 мкм. Двойников деформации не обнаружено. Это позволяет предположить, что новая деформационная мода – механическое двойникование – появляется только по достижении некоторого критического значения степени деформации е ≥0,1.



Рисунок 6.6 – Структура образца пластины А10 стали состава 1 после динамического нагружения ε<sub>дин</sub> ≈10%

Исходная структура пластины А25 приведена в главе 5 на Рисунке 5.6 а и в. При динамическом нагружении до степени деформации е<sub>лин</sub>≈0,2 (ε<sub>лин</sub> ≈20%) (исходя из расчетных данных по результатам испытаний) в рекристаллизованной структуре стали происходит интенсивное образование дефектов упаковки и тонких микродвойников деформации (Рисунок 6.7 *а*). Расстояние между соседними дефектами составляет от 0,1-0,3 мкм. В зависимости от кристаллографической ориентации, в каждом конкретном наблюдется система зерне либо одна параллельных двойников, либо две пересекающиеся системы таких дефектов (Рисунок 6.7 б).

В субзеренной составляющей также формируются двойники деформации и ячеистая субзеренная структура. Взаимное расположение дефектов в соседних субзернах определяется относительным разворотом этих субзерен. На МУГ с углом разориентировки менее 1° наблюдается образование небольших ступенек микросдвига (Рисунок 6.7 *в*).


Рисунок 6.7 – Микроструктура образца пластины А25 после динамического нагружения ε<sub>дин</sub> ≈20%: *a* – светлопольное изображение тонких параллельных микродвойников; *б* – дефекты упаковки; *в* – взаимодействие планарных дефектов с малоугловыми субзеренными границами в исходной субзеренной структуре

Вследствие динамической рекристаллизации с одновременным протеканием деформационного упрочнения и формированием дефектов упаковки и двойников деформации, в результате динамического нагружения происходит образование смешанной структуры, состоящей из мелких рекристаллизованных зерен, ячеистой субструктуры и пересекающихся двойников деформации, которые формируют фрагменты, окруженные большеугловыми границами, что приводит к существенному свойств, увеличению прочностных а также к уменьшению пластичности азотсодержащей стали.

Следует отметить, что в настоящем эксперименте не зафиксировано образования в условиях динамического нагружения ни мартенситных игл, ни дисперсных выделений мартенситной фазы.

361

Проведенные исследования при помощи растровой микроскопии показали, что образцы от пластин A10 и A25, испытанные на ударный изгиб при 20°C, разрушаются вязко транскристаллитно, по механизму роста и слияния микропор (Рисунок 6.8).

Характерные размеры вязких чашек варьируются от 1 до 5 мкм, а отдельные крупные ямки, связанные с зарождением микротрещин на неметаллических включениях, достигают 10 и более мкм (Рисунок 6.8 *г*).

Слияние микропор на близко расположенных включениях приводит к появлению поперечных вторичных трещин расслоя по границам полос проката. Длина таких трещин может варьироваться от 100 мкм до 1 мм.



Рисунок 6.8 – Характерные участки поверхности разрушения образцов пластин после динамического нагружения: *а*, *б* – пластина A10; *в*, *г* – пластина A25

Разрушение стали с содержанием 7% δ-феррита происходит, в основном, по границам раздела матрица / δ-феррит (Рисунок 6.9).



Рисунок 6.9 – Характерные участки поверхности разрушения образца пластины D25 стали состава 3 (7% δ-феррита) после динамического нагружения

## 6.1.3 Фрактографический анализ мест разрушения пластин из стали после динамического нагружения

С целью проведения исследования особенностей разрушения стали в результате динамического нагружения одна из пластин толщиной 25 мм (состав 2) была специально продеформирована до разрушения в ее полюсе.

Достигнутые при этом деформации (25%) существенно превышают требования, предъявляемые к материалам при данном виде испытаний. Общий вид пластин после разрушения представлен на Рисунке 6.10.



Рисунок 6.10 – Общий вид изломов после разрушения исследуемых пластин из азотсодержащей стали

Разрушение образца носит, в основном, вязкий транскристаллитный характер и происходит по механизму роста и слияния микропор (Рисунок 6.11 *a*). Размер вязких чашек варьируется от 1,5 до 5 мкм. Помимо вязкого чашечного разрушения, в изломе обнаружены

гладкие участки вязкого среза (Рисунок 6.11 б), а также поперечные вторичные трещины, раскрывающиеся по границам полос проката и связанные с расположенными там цепочками неметаллических включений (Рисунок 6.11 в).



Рисунок 6.11 – Характерные участки поверхности разрушения образца из азотсодержащей стали состава 2

Исходя из полученных данных, можно сделать вывод о высоком запасе пластичности стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ, позволяющем допускать возможность нештатного динамического нагружения. Наличие в изломе разрушенных пластин вторичных трещин расщепления, связанных с неметаллическими включениями, является негативным фактором и может отрицательно сказаться на ударной вязкости исследуемого материала при возникновения более жестких условий нагружения.

### 6.1.4 Определение предельной деформационной способности стали и сварных соединений при динамическом нагружении

Исследования проводили на заготовке <u>из листового проката</u> стали состава 1 (аустенит) толщиной 45 мм в соответствии с методикой эксперимента, приведенной в работе [337]. Скорость деформирования материала находилась в интервале от 10<sup>3</sup> до

 $10^4$ с<sup>-1</sup>. Для проведения испытаний из листового проката вырезаны заготовки в виде правильного восьмиугольника, вписывающегося в квадрат с длиной стороны, равной  $1500\pm10$  мм. Остаточная пластическая деформация оценивалась по специальной радиальной сетке, нанесенной с двух сторон образца. В общей сложности образец нагружали 14 раз. В результате проведения динамического нагружения визуально определяемых дефектов выявлено не было, не зафиксировано также отколов со стороны поверхности образца, тыльной относительно расположения заряда.

В результате испытаний построена профилограмма распределения деформации и прогиба по площади образца. На Рисунке 6.12 приведены значения  $\varepsilon_r$ , определенные на лицевой и тыльной поверхностях. После испытаний изготовлены образцы из различных зон пластины после динамического нагружения для исследования изменения структуры и механических свойств.



Рисунок 6.12 – Распределение деформации є<sub>г</sub> и прогиба по профилю образца [337]

Результаты механических испытаний показали, что во всем объеме металла реализуется существенное деформационное упрочнение как следствие накопленной пластической деформации, которое сопровождается резким снижением деформационной способности материала, особенно со стороны тыльной поверхности (равномерная деформация снижается до 1,5%) (Рисунок 6.13). Деформирование приводит к значительному снижению ударной вязкости стали – более чем в 3 раза в центре с тыльной стороны – и снижению относительного сужения  $\psi$  – с 70% до 53% в той же зоне.

Металлографические исследования показали, что в результате динамического нагружения структура образца изменяется неравномерно по толщине, наибольшие искажения наблюдаются вблизи лицевой и тыльной поверхностей образца по сравнению с серединой толщины. Это связано с различием в интенсивности пластической деформации  $\varepsilon_i$  в различных зонах [337]. По площади образца наиболее деформированная структура наблюдается в центральной зоне, что и обусловливает значительное деформационное упрочнение в этой зоне и существенное снижение пластических свойств стали: предел текучести увеличивается на 73%, значение равномерного удлинения снижается до 17 раз и указывает на исчерпание материалом запаса пластичности.



Рисунок 6.13 – Изменение механических свойств азотсодержащей стали в различных зонах после динамического нагружения: *a*, *б* – предел текучести; *в*, *г* – относительное удлинение; *д*, *e* – равномерное удлинение; *ж*, *з* – ударная вязкость [337]

Исследование методом EBSD-анализа позволило установить, что в результате многократного динамического нагружения в центральной зоне вблизи лицевой и тыльной поверхностей формируется субзеренная структура (с размером субзерен менее 6 мкм), о чем свидетельствуют пики, соответствующие малоугловым границам (до  $10^{\circ}$ ) на гистограмме распределения углов разориентировки (Рисунок 6.14 *б*, *е*). Наиболее дефектная структура наблюдается вблизи тыльного участка (Рисунок 6.14 *в*), в котором МУГ составляют порядка 60% от исследуемой площади. Со стороны лицевой части исследуемого фрагмента (Рисунок 6.14 *а*) микроструктура менее искажена, на гистограммах распределения углов разориентировок наблюдаются пики МУГ, но их процентное соотношение ниже – до 30%. В рассматриваемой части (лицевой) произошло упрочнение в меньшей степени (~55%).



# Рисунок 6.14 – Изменение микроструктуры по толщине центральной зоны после воздействия динамического нагружения: *a*, *б* – лицевая поверхность, *в*, *г* – тыльная поверхность *a*, *в* – карты границ зерен, *б*, *г* – карты разориентировок [337]

Таким образом, исследуемая сталь обладает большим запасом пластичности, подтвержденным многократными динамическими нагружениями без разрушения. По всей видимости, релаксация микронапряжений происходит за счет формирования субзеренной структуры, что позволяет сохранять высокую деформационную способность.

При проведении исследований микроструктуры не было обнаружено формирования мартенситных игл или образования дисперсных выделений мартенситной фазы в местах пересечения двойников деформации. Контроль магнитной проницаемости образцов азотсодержащей стали после динамического нагружения методом магнитного неразрушающего контроля также не выявил изменений – µ≤1,01 Гс/Э, что свидетельствует о высокой стабильности аустенитной структуры стали в процессе деформации.

Фрактографические исследования поверхности разрушения ударных образцов, вырезанных из разных зон деформированного образца показали, что разрушение проходит вязко транскристаллитно, на поверхности наблюдаются многочисленные микротрещины расщепления параллельные надрезу, в этом же направлении наблюдаются следы микрошиферности. В зоне максимальной деформации наблюдается наибольшее количество трещин расщепления длиной 70–150 мкм, в периферийных зонах их значительно меньше, однако длина отдельных трещин достигает 500 мкм.

Исследование деформационной способности <u>сварного соединения</u> из азотсодержащей стали проводили на образце аналогичного размера, изготовленного из того же листового проката. Для изготовления сварного соединения применяли автоматическую сварку проволокой ЭП-868 (Св-10Х19Н23Г2М5ФАТ) под флюсом 48А-2. Испытания осуществляли за два нагружения до достижения деформации не менее 6%.

После испытаний проводили исследование струкутры и определяли механические свойства металла сварного шва в различных зонах динамически деформированного сварного соединения аналогично несварному образцу.

Исследования структуры образцов показали, что во всех зонах сварного соединения присутствуют трещины различной протяженности. Результаты измерения количества трещин, их протяженность, а также величина максимального раскрытия трещины в области максимальной деформации представлены в Таблице 6.2.

Обнаруженные трещины, в основном, проходят по границам аустенитного зерна, в том числе по протяженным границам кристаллов, образованных эпитаксиально. Наибольшее количество трещин расположено в центральной части – 27. По мере удаления к периферии, число трещин монотонно снижается: на расстоянии половины радиуса от центра – 20 трещин, в области начала образования купола – 11, в недеформированной области – 10.

Наиболее протяженные и глубокие трещины обнаружены в центре пластины. В этой зоне и в середине радиуса купола большое количество трещин наблюдается как в верхних слоях сварного шва, так и в корневом шве. В образцах, отобранных с периферии и из недеформированной области, значительное количество трещин обнаружено в корневом шве.

Таблица 6.2 – Результаты измерения количества трещин в образцах после динамического испытания, вырезанные из области с максимальной деформацией

Место вырезки образца	Маркировка образца	Количество трещин	Протяженность трещин, мкм	Величина максимального раскрытия трещины, мкм
Центр купола	Ц32	нет		
(максимальная леформация)	Ц31	7	От 40 до 660	130
деформация)	Ц22	10	От 110 до 1500	190
	Ц21	5	От 50 до 490	30
	Ц1	5	От 25 до 240	7

Характерные участки сварного шва в различных зонах деформированного образца представлены на Рисунке 6.15.



Образец Ц22







Результаты механических испытаний показали (Рисунок 6.16), что значения временного сопротивления металла шва незначительно увеличиваются, предел текучести в верхней части середины купола увеличивается на 18%. Образцы, вырезанные поперек сварного шва, имеют высокие механические свойства: временное сопротивление 950–1010 МПа, предел текучести 715–840 МПа (в зависимости от места вырезки образцов), а также высокие пластические свойства – δ<sub>5</sub> – 35–44%, ψ – 64–69%.

Зависимость значений ударной вязкости образцов, вырезанных из различных зон деформированной пластины, корректно установить не представлялось возможным по причине наличия расслоев на более 50% испытанных образцов.





#### 6.2 Влияние статического нагружения на структуру и свойства стали

#### 6.2.1 Особенности изменения механических свойств стали

#### при статическом нагружении

Исследование влияния скорости деформации в интервале  $10^{-4}$ ÷1с<sup>-1</sup> на механические свойства азотсодержащей стали при одноосном статическом растяжении проводили для образцов состава 1 и 2, согласно ГОСТ 1497 на универсальной испытательной машине ZWICK/ROELL Z250 (Германия) при температуре +20°C с определением временного сопротивления разрушению ( $\sigma_{\rm B}$ ), предела текучести ( $\sigma_{0,2}$ ), относительного полного удлинения ( $\delta_5$ ), относительного равномерного удлинения ( $\delta_{\rm равн}$ ) и относительного сужения ( $\psi$ ). Проведенные исследования показали, что сталь является чувствительной к изменению скорости деформации: увеличение скорости деформации с  $10^{-4}$  до  $1c^{-1}$  приводит к увеличению предела текучести на ~15% и снижению пластичности на ~25%. До скорости  $10^{-2}c^{-1}$  происходит интенсивное снижение относительного полного и равномерного удлинения, далее эти характеристики практически не изменяются (Рисунок 6.17 и Таблица 6.3).



Рисунок 6.17 – Влияние скорости деформации на механические свойства азотсодержащей стали состава 1 и 2

По всей видимости, исходя из характера влияния скорости деформации на прочность и пластичность исследуемой стали, при скорости деформации свыше 10<sup>-3</sup>c<sup>-1</sup> происходит смена механизма деформации, что приводит к понижению пластичности.

Скорость	Исследуемый	Механические свойства				
деформации, ε, с <sup>-1</sup>	материал	σв, МПа	σ <sub>0,2</sub> , МПа	δ5, %	δ <sub>равн</sub> , %	ψ, %
10-4	состав 1	940	648	46,7	33,7	63,2
10	состав 2	934	640	51,1	35,5	69,2
10-3	состав 1	948	670	45,5	31,4	63,1
10	состав 2	937	665	48,6	32,6	68,3
10-2	состав 1	937	705	37,0	26,6	62,9
10	состав 2	925	695	37,2	25,0	67,8
10-1	состав 1	960	744	37,5	25,5	60,5
	состав 2	948	733	36,6	23,8	63,5
1.0	состав 1	1007	751	37,0	26,3	57,4
1,0	состав 2	1003	765	36,7	22,5	62,4

Таблица 6.3 – Механические свойства азотсодержащей стали после растяжения с различными скоростями (средние значения)

#### 6.2.2 Исследование изменения структуры стали при статическом нагружении

Для исследования изменения структуры стали при статическом нагружении проводили одноосное растяжение со скоростью  $10^{-3}$  с. Метод оптической металлографии показал, что при увеличении степени деформации зерна вытягиваются вдоль оси деформации; при этом во внутреннем объеме зерен наблюдаются параллельные либо пересекающиеся полосы скольжения. В зоне локализованной деформации на расстоянии 2 и менее мм от излома наблюдаются несплошности вытянутой формы, ориентированные вдоль оси растяжения. На расстоянии 1-1,5 мм от поверхности разрушения характерная длина этих образований ~100 мкм, а непосредственно под изломом достигает ~200 мкм (Рисунок 6.18). Появление этих несплошностей, по всей вероятности, связано с зарождением микротрещин на неметаллических включениях.



Рельеф на боковой поверхности образца за «шейкой»

Рисунок 6.18 – Характерный участок микроструктуры стали состава 1 после одноосного растяжения со скоростью деформации 10<sup>-3</sup>с<sup>-1</sup>

Проведенные исследования микроструктуры образцов стали состава 2 методом ПЭМ в исходном состоянии (Рисунок 5.6 в главе 5) и после одноосного растяжения показали, что в структуре на самых ранних стадиях пластического течения (е≈0,02) появляются плоские скопления дислокаций и дефекты упаковки, плотность которых увеличивается по мере увеличения степени деформации.

При дальнейшем развитии деформации (е $\approx$ 0,17) во внутреннем объеме зерен наблюдается формирование параллельных, равноудаленно расположенных тонких двойников. Толщина двойниковых прослоек составляет 0,01–0,03 мкм, а среднее расстояние между ними - ~0,5 мкм (Рисунок 6.19 *a*).

В зоне, предшествующей локализации деформации ( $e_{crar} \approx 0,29$ , «шейка»), в зернах формируются каркасы из пересекающихся двойников толщиной 0,1–0,2 мкм, характерные расстояния между ними варьируются от 0,3 до 0,8 мкм (Рисунок 6.19 б).

При дальнейшем увеличении степени деформации расстояние между соседними двойниками уменьшается и достигает непосредственно перед разрушением (е<sub>кр</sub>≈1,2) величины 0,1–0,2 мкм.



Рисунок 6.19 – Микроструктура азотсодержащей стали состава 2 после испытания на одноосное растяжение: *a* − е≈0,17, темнопольное изображение двойников деформации; *б* − е<sub>стат</sub>≈0,29, светлопольное изображение пересекающихся каркасов дефектов упаковки

Сравнительные исследования образцов из стали состава 1 показали, что исходная структура представляет собой совокупность практически равноосных рекристаллизованных зерен размером от 20 до 70 мкм, сформировавшуюся в результате термической обработки (выдержка при 1200°С). Во внутреннем объеме зерен наблюдаются системы эквидистантно расположенных плоских дислокационных

скоплений, расстояние между параллельными скоплениями составляет порядка 1 мкм. Появление дислокационных структур, соответствующих ранним стадиям деформационно-индуцированной самоорганизации дислокаций, связано, по всей вероятности, с пластической релаксацией термических напряжений технологического характера.

Помимо дислокационных скоплений, в теле зерен встречаются двойники отжига и частицы карбонитридов ванадия и ниобия размером от 20 до 70 нм. Объемная плотность внутризеренных выделений не превышает 10<sup>19</sup>м<sup>-3</sup>, по границам зерен выделений вторичных фаз не обнаружено. Это позволяет сделать вывод о том, что практически весь введенный азот находится в твердом растворе.

Статическое нагружение стали состава 1, имеющей только рекристаллизованную структуру, приводит к ее эволюции, аналогично стали состава 2, при этом толщина двойниковых прослоек при  $e_{crar} \approx 0.3$  составляет 0.08–0.12 мкм, а характерные расстояния между ними варьируются от 0.4 до 1.3 мкм (Рисунок 6.20 *a*).

При дальнейшем увеличении степени деформации, доля зерен, охваченных двойникованием, закономерно увеличивается, а расстояние между соседними двойниками уменьшается и достигает непосредственно перед разрушением ( $e_{kp}\approx1,2$ ) величины 0,1–0,2 мкм, сопоставимой с толщиной двойниковых прослоек (Рисунок 6.20 б).

Следует специально отметить, что вплоть до разрушения в структуре исследуемой стали не зафиксировано ни формирования мартенситных игл, ни образования дисперсных выделений мартенситной фазы.



Рисунок 6.20 – Микроструктура стали состава 1 после испытания на одноосное растяжение:  $a - e_{crar} \approx 0,3; \ \delta - e_{kp} \approx 1,2,$  пересекающиеся каркасы дефектов упаковки

Исследование изломов образцов методом растровой электронной микроскопии показало, что после статического растяжения с разными скоростями все образцы азотсодержащей стали разрушаются с образованием ярко выраженной «шейки», по типу «чашка – конус» по механизму зарождения, роста и слияния микропор. Поверхность разрушения представляет собой совокупность ямок, характерные размеры которых варьируются 1 до 5 мкм (Рисунок 6.21 *а*).

В структуре также наблюдаются отдельные, более глубокие и крупные ямки, на дне которых, как правило, расположены сферические либо вытянутые выделения сульфидов или силикатов марганца.

Сравнительный фрактографический анализ изломов показал, что после деформации со скоростью  $10^{-4}c^{-1}$  разрушение, в основном, проходит по телу зерен, при этом «чашки» имеют малый диаметр и незначительную высоту стенок (Рисунок 6.21  $\delta$ ). Крупные «чашки» формируются только около неметаллических включений. Вязкий зернограничный излом занимает до 10% общей площади образца. Увеличение скорости деформации до  $10^{-2}c^{-1}$  приводит к увеличению диаметра «чашек» и высоты стенок. Вязкий зернограничный излом в образце занимает до 7% его общей площади (Рисунок 6.21  $\epsilon$ ).

При скорости деформации 1с<sup>-1</sup> вязкий чашечный характер изломов по телу зерен сохраняется, при этом диаметр чашек и высота стенок еще увеличиваются. Самые крупные чашки формируются также вокруг неметаллических включений. Вязкий зернограничный излом в образце присутствует в незначительном объеме (Рисунок 6.21 *г*).

Также для этих составов азотсодержащей стали проведено исследование структуры стали после предшествующего динамического нагружения и последующего одноосного растяжения методами оптической металлографии и ПЭМ с целью оценки возможности эксплуатации стали в конструкции после аварийной ситуации.



Скорость деформации 1 с<sup>-1</sup>

Рисунок 6.21 – Характерные участки поверхности разрушения стали состава 2 после статического нагружения при разных скоростях

Влияние динамического нагружения на изменение структуры стали при последующем статическом нагружении

Для определения влияния предварительного динамического нагружения на упрочнение стали в результате последующего статического растяжения построены истинные диаграммы растяжения, приведенные на Рисунке 6.22.



Рисунок 6.22 – Истинная диаграмма деформирования азотсодержащей стали состава 1 и 2 при статическом нагружении: *а* – общий вид; *б* – фрагмент диаграммы (до стадии локализованного течения)

На диаграмме можно выделить 4 стадии деформирования образца. Из анализа диаграмм растяжения для стали состава 2 после динамического нагружения с  $e_{дин}\approx 0,2$  следует, что до  $e_{cтат}\approx 0,025$ , соответствующего максимуму нагрузки на диаграмме растяжения, происходит равномерное удлинение. После этого значения наступает стадия локализованного течения вплоть до  $e_{\kappa p}\approx 0,9$ . Относительное удлинение образца, при котором происходит его разрушение, составляет ~ 12,5 %.

Из сравнительного анализа истинных диаграмм следует, что в стали после динамического нагружения с деформацией е<sub>дин</sub>≈0,2 локализация деформации наступает при существенно меньшем значении (в 10 раз) е<sub>стат</sub> по сравнению с состоянием без предварительного динамического нагружения.

Металлографические исследования образцов стали состава 2 показали, что при увеличении значений е (при приближении к излому образца) наблюдается вытянутость зерен вдоль оси растяжения образца, причем, чем выше значение е, тем больше неравноосность зерен. При более значительном увеличении (в 400 и 1000 раз) внутри зерен наблюдаются планарные дефекты.

Исследования структуры образца методом ПЭМ показали, что уже при малой степени деформации е<sub>стат</sub>~0,025 во внутренних объемах рекристаллизованных зерен формируются каркасы пересекающихся двойников деформации типа {111}<112>.

Толщина двойниковых прослоек достигает 0,1–0,3 мкм, характерные расстояния между ними варьируются от 0,2 до 1,5 мкм. Аналогичную картину можно наблюдать и в субзеренной составляющей.

Тип и морфологические параметры описанной выше структуры соответствуют основным характеристикам критического структурного состояния начала локализации пластического течения в образцах, не подвергнутых предварительному динамическому нагружению ( $e_{crar} \approx 0,29$ ). Это позволяет сделать вывод о том, что предварительное динамическое нагружение до степеней деформации  $e_{дин}$  приводит к образованию критических структур, соответствующих началу образования «шейки», уже при степени  $e_{crar} \approx 0,025$  при последующей деформации одноосным растяжением.

На стадии локализованной деформации, непосредственно предшествующей макроскопическому разрушению (е<sub>кр</sub>≈0,9), расстояние между соседними двойниками уменьшается до 0,2 мкм.

Из истинной диаграммы для стали состава 1 с «бездефектной» рекристаллизованной структурой следует, что в результате динамического нагружения до степени деформации е<sub>дин</sub>≈0,1 и последующего одноосного растяжения до е<sub>стат</sub>≈0,22, соответствующего

максимуму нагрузки на диаграмме растяжения, происходит равномерное удлинение. Разрушение образца наступает при е<sub>кр</sub>≈1,1 Относительное удлинение образца, при котором происходит его разрушение, составляет ~45 %.

Металлографические исследования показали, что во внутреннем объеме зерен наблюдаются системы параллельных либо пересекающихся полос деформационного происхождения (грубых следов скольжения или тонких двойников деформации). В зоне локализованной деформации на расстоянии 2 и менее мм от излома (е более 0,35) при увеличении в 100 раз на фоне рекристаллизованной структуры наблюдаются грубые полосы скольжения, ориентированные вдоль оси растяжения. Причем чем выше значение истинной деформации, тем плотность этих полос и их толщина больше.

Методами просвечивающей электронной микроскопии установлено, что в этом случае после одноосного растяжения до степени е<sub>стат</sub>≈0,22 (т.е. на стадии равномерной деформации, непосредственно предшествующей локализации пластического течения), во внутренних объемах зерен формируются каркасы из пересекающихся двойников, толщина которых составляет 0,08–0,15 мкм, а характерные расстояния между ними – от 0,3 до 1 мкм. Формирование подобной структуры В данном случае соответствует основным характеристикам критического структурного состояния начала локализации пластического течения в образцах, не подвергнутых предварительному динамическому нагружению (e<sub>стат</sub>≈0,3). Можно сделать вывод, что динамическое нагружение до е<sub>дин</sub>≈0,1, практически не влияет при последующем одноосном растяжении на значения локализации деформации и критического разрушения е<sub>кр</sub>≈1,1 (Рисунок 6.22).

В Таблице 6.4 представлена сводная информация по толщине двойников и расстояния между ними в зависимости от состояния материала и степени деформации.

Фрактографический анализ изломов образцов, изготовленных из деформированной пластины и испытанных на одноосное растяжение, показал, что материал разрушается с образованием выраженной «шейки», по типу «чашка – конус» (Рисунок 6.23 *a*). В изломе присутствуют две зоны: центральная волокнистая зона, которая соответствует «чашке» отрыва и занимает основную площадь поверхности разрушения, и зона радиального среза. Микрорельеф центральной зоны соответствует вязкому чашечному транскристаллитному разрушению по механизму зарождения, роста и слияния микропор. Поверхность разрушения представляет собой совокупность ямок, характерные размеры которых варьируются от 1 до 5 мкм (Рисунок 6.23 *б*).

Состав	Состояние материала	Степень деформации, е	Толщина двойников,	Расстояние между двойниками, мкм
			МКМ	
1 -	до ДН*	0,30	0,08–0,12	0,4–1,3
		1,18	0,1–0,2	0,1–0,2
	после ДН	0,22	0,08–0,15	0,3–1,0
		1,1	0,1–0,2	0,1–0,2
2	до ДН	0,17	0,01–0,03	~0,5
		0,29	0,1–0,3	0,2–1,5
		1,2	0,1–0,2	0,1–0,2
	после ДН	0,025	0,1–0,3	0,2–1,5
		0,9	0,1–0,2	0,1–0,2

Таблица 6.4 – Параметры деформированной структуры стали после одноосного статического растяжения

\* ДН – динамическое нагружение

Также наблюдаются отдельные, более глубокие и крупные ямки, на дне которых расположены неметаллические включения (Рисунок 6.23 *в*). Слияние микропор на близко расположенных включениях приводит к появлению поперечных вторичных трещин расслоя по границам полос проката, длина таких трещин может варьироваться от 100 до 300 мкм.

Для радиальной зоны также характерно вязкое чашечное транскристаллитное разрушение, характеризующееся как более мелким (по сравнению с центральной зоной) размером ямок, так и их вытянутостью в радиальном направлении (Рисунок 6.23 *г*). Помимо областей ямочного рельефа в изломе присутствуют абсолютно гладкие участки вязкого среза, а также крупные ямки, на дне которых расположены, как правило, расколотые хрупкие неметаллические включения. Слияние микропор на близко расположенных включениях приводит к появлению поперечных вторичных трещин длиной до 100 микрон (Рисунок 6.23 *г*).

Проведенные фрактографические исследования позволяют сделать вывод о высокой работе разрушения предварительно динамически деформированной исследуемой стали в условиях одноосного статического растяжения.

Таким образом, подводя итог сравнительных исследований можно отметить, что перед разрушением в результате одноосного статического растяжения вне зависимости от исходного размера зерна и степени предварительной динамической деформации в объеме зерен формируется критическая структура, состоящая из систем пересекающихся двойников толщиной и расстоянием между ними 0,1–0,2 мкм.



Рисунок 6.23 – Характерные участки поверхности разрушения азотсодержащей стали после динамического нагружения и последующего одноосного растяжения

#### 6.3 Влияние циклического нагружения на структуру и свойства стали

При исследовании эксплуатационных свойств конструкционных материалов также важным является определение усталостных характеристик материала, их способность к накоплению повреждений и рассеянию энергии при знакопеременном нагружении. В работе [338] представлены результаты исследования сопротивления азотсодержащей стали после различных режимов ВТМО и ТО малоцикловому нагружению. Предел текучести исходного листового проката составлял 540–920 МПа. При этом авторы не учитывали особенности структуры исследованных образцов и ее изменения в процессе циклического нагружения. Однако, как уже было сказано выше, одному и тому же пределу текучести может соответствовать различная структура. Поэтому исследование влияния циклического нагружения на работоспособность стали является актуальной задачей.

#### 6.3.1 Влияние малоцикловой усталости на изменение структуры и свойств стали

#### 6.3.1.1 Определение эффекта Баушингера

Для исследования влияния величины предварительной пластической деформации одного знака на величину предела текучести  $\sigma_{0,2}$  при последующей деформации другого знака, т.е. эффекта Баушингера (Э.Б.) испытания проводили по методике, описанной в главе 2 и работе [338] на цилиндрических образцах с диаметром рабочей части 10 мм. Результаты определения эффекта Баушингера для стали состава 2 ( $\sigma_{\rm B}$ =960 МПа,  $\sigma_{0,2}$ =700 МПа) приведены в Таблице 6.5, исходная структура стали представлена на Рисунке 5.6.

Таблица 6.5 – Результаты определения эффекта Баушингера на образцах из азотсодержащей стали

№ п/п	Амплитуда деформации, ε, %	Значение эффекта Баушингера, β,%
1	±1,00	50,0
2	±1,00	45,0
3	±1,00	40,5

Результаты показали, что значение Э.Б. находится в пределах  $\beta$ =40,5–50,0%. Значение параметра  $\beta$  (Э.Б.) для высокопрочных легированных сталей типа 10ХНЗМД и 09ХН2МД близкой прочности, при амплитуде деформации  $\varepsilon$ =±1,0% находится в пределах  $\beta$ =35,8–40,0%. В высокопрочной низколегированной стали, испытанной в аналогичных условиях, Э.Б. существенно меньше и составляет около 20%.

Таким образом, в азотсодержащей стали происходит более существенное снижение по сравнению с высокопрочными легированными и низколегированными сталями предела упругости при смене знака упругопластической деформации материала. Значение эффекта Баушингера является служебной характеристикой, необходимой при разработке конструкции, и ее необходимо учитывать при анализе упругопластического поведения материала.

## 6.3.1.2 Исследование малоцикловой усталости азотсодержащей стали при жестком цикле нагружения

Испытания проводили в условиях и на образцах, приведенных в предыдущем разделе. Размах упруго-пластической деформации задавался в пределах от  $\varepsilon = \pm 0,4\%$  до  $\varepsilon = \pm 1,0\%$ , частота нагружения составляла  $f = 0,1\Gamma$ ц. Испытания проводили при симметричном синусоидальном цикле нагружения.

Результаты показали, что сопротивление зарождению усталостной трещины для азотсодержащей стали в 2 раза выше, чем для высокопрочной низколегированной стали [260] (Рисунок 6.24). При циклическом нагружении происходит уменьшение сопротивления деформированию с увеличением количества циклов, то есть наблюдается циклическое разупрочнение стали (Рисунок 6.25).



Рисунок 6.24 – Сопротивление малоцикловой усталости азотсодержащей стали при жестком режиме нгружения



Рисунок 6.25 – Диаграмма деформирования азотсодержащей стали при жестком цикле нагружения (ε = ± 1 %)

Разупрочнение происходит с разной скоростью по мере циклического нагружения. Так, на первые 100 циклов из 1000 циклов приходится половина разупрочнения, на 1000 циклов из  $10^4$  циклов – 70–80%. В целом разупрочнения достигали 25–30% от значения предела текучести  $\sigma_{0,2}$ .

Для более подробного изучения полученного эффекта циклического разупрочнения азотсодержащей стали проведено исследование влияния амплитуды деформаций при циклическом нагружении на изменение механических свойств стали. В диапазоне амплитуды деформации  $\varepsilon_a$ =0,2–0,4% механические свойства (предел пропорциональности  $\sigma_{nil}$ , предел текучести  $\sigma_{0,2}$  и временное сопротивление  $\sigma_{B}$ ) определяли после 10<sup>4</sup> циклов нагружения; при  $\varepsilon_a$  = 1% – после 700 циклов нагрузки, поскольку дальнейшая нагрузка при указанном уровне  $\varepsilon_a$  приводит к разрушению.

Анализ зависимостей (Рисунок 6.26) показал, что амплитуда деформации не влияет на значения временного сопротивления  $\sigma_{\rm B}$  во всем диапазоне испытаний, при этом значения предела пропорциональности  $\sigma_{\rm nu}$ , и предела текучести  $\sigma_{0,2}$  монотонно снижаются при увеличении амплитуды циклической деформации. Аналогичные результаты были получены для азотсодержащей стали после различных режимов ТО [338].



Рисунок 6.26 – Влияние предварительного циклического нагружения при жестком цикле на механические свойства азотсодержащей стали

Металлографические исследования структуры стали после циклического нагружения при жестком цикле ( $\varepsilon = \pm 1$ ) вдоль оси растяжения-сжатия непосредственно от излома и до исходного недеформированного состояния показали, что зарождение трещин происходит на поверхности образца и распространяются вглубь на 10-100 мкм, причем распространение происходит как между зерен, так и внутри зерна.

Вблизи поверхности разрушения наблюдаются грубые полосы скольжения, количество которых уменьшается при удалении от излома (Рисунок 6.27).

Методом ПЭМ исследован участок рабочей части образца, непосредственно примыкающей к излому после испытаний на малоцикловую усталость (N=7,5x10<sup>3</sup>).

При циклическом нагружении в стали наряду со слабо разориентированными (на углы ~0,1-0,2°) ячеистыми структурами с размером ячеек от 0,2 до 0,5 мкм (Рисунок 6.28 а), формируются участки локализованной деформации, содержащие каркасы разнонаправленных и пересекающихся дефектов упаковки и двойников деформации (Рисунок 6.28 б).

Плотность дислокаций во внутреннем объеме ячеек варьируется от 2x10<sup>13</sup> до 10<sup>14</sup> м<sup>-2</sup>. Образования магнитных фаз при циклическом нагружении в исследуемой структуре не обнаружено.



Общий вид структуры вдоль оси деформирования

Трещины уходящие от поверхности вглубь образца



2,5 мм от излома



385



Рисунок 6.28 – Микроструктура рабочей части образца, непосредственно примыкающей к излому, стали состава 2 после циклического нагружения (ε=±1%)

Фрактографические исследования образца после испытаний по жесткому циклу ( $\epsilon = \pm 1$ ) показали, что зарождение и распространение трещины происходит ступенчато по типично усталостному механизму разрушения с образованием бороздок (Рисунок 6.29 *в*, *г*).

Поверхность разрушения состоит из трех зон: зарождения трещины, распространения и вязкого долома. Зарождение трещины происходит на неметаллических включениях у поверхности рабочей части образца (Рисунок 6.29 *a*, *б*).

Области распространения занимают около 37% общей площади излома. Большую часть излома занимает область вязкого разрушения по типу ямочного или чашечного с образованием бороздок (Рисунок 6.29 *д*, *е*).

На поверхности образца по границам раздела матрицы с неметаллическими включениями видны расслои, ориентированные в направлении прокатки и вглубь излома перпендикулярно поверхности разрушения (Рисунок 6.29, *б*).



Рисунок 6.29 – Характерные участки поверхности разрушения образца азотсодержащей стали состава 2 после циклических испытаний (ε = ± 1)

e

д

387

# 6.3.1.3 Исследование малоцикловой усталости азотсодержащей стали при мягком цикле нагружения

Для определения уровня допустимых циклических напряжений и построения диаграмм деформирования при номинально-упругом нагружении растяжением или сжатием проводили циклическое нагружение при амплитудах напряжений отнулевого цикла растяжением или сжатием  $\sigma_{max} = (0,8-1,1)\sigma_{0,2}$ .

Кроме того, проводили оценку остаточных деформаций при количестве циклов N=10,  $300, 5x10^3$  и  $1,4x10^4$ . Результаты показали, что циклическое нагружение в упругопластической области приводит к появлению в образце остаточной деформации удлинения или сжатия, которая интенсивно нарастает в первые 10 циклов (примерно треть от суммарной остаточной деформации, накопленной за  $5x10^3$  циклов), затем скорость нарастания уменьшается. Процесс накопления остаточной деформации непрерывен вплоть до разрушения.

Поведение материала при мягком цикле нагружения существенно зависит от размаха напряжений  $\sigma_a$  и от вида нагружения (Рисунок 6.30).



Рисунок 6.30 – Зависимость накопления остаточной деформации от количества циклов при различных уровнях нагружения

Максимальное значение остаточной деформации составляет 5% при N=5x10<sup>3</sup> для растяжения и 4,2% при N=1,4x10<sup>4</sup> для сжатия. Снижение уровня нагружения до равного пределу текучести приводит к уменьшению остаточной деформации, которая составляет 2% при N=1,4x10<sup>4</sup> для растяжения и 0,83% при N=5x10<sup>3</sup> для сжатия. Можно сделать вывод, что при отнулевом цикле при нагружении растяжением остаточная деформация накапливается больше при максимальном нагружения до 0,9 $\sigma_{0,2}$  и 0,8 $\sigma_{0,2}$  отличие в накоплении деформации при разном знаке нагружения наблюдается незначительное. Значения остаточной деформации еще больше уменьшаются и при 0,8 $\sigma_{0,2}$  практически равны нулю. Таким образом, проведенные испытания показали, что при циклическом нагружении менее 0,8 $\sigma_{0,2}$  в стали не происходит накопления остаточной деформации. Этот уровень является достаточно высоким для реальных эксплуатационных нагрузок, что позволяет говорить о хороших эксплуатационных циклических свойствах азотсодержащей стали.

Аналогично испытаниям, проведенным при жестком цикле нагружения, проведено исследование влияния максимального напряжения при нагружении мягким циклом на изменение механических свойств стали, которое показало, что уровень нагружения не влияет на прочностные свойства, уменьшается только предел пропорциональности при  $\sigma_{max}$ > 0,7  $\sigma_{0,2}$  (Рисунок 6.31). Аналогичные результаты были получены для азотсодержащей стали после различных режимов ТО [338].



Рисунок 6.31 – Влияние предварительного циклического нагружения при «мягком» цикле на механические свойства азотсодержащей стали

Таким образом, циклическое нагружение по-разному влияет на механические характеристики азотсодержащей стали. Значение временного сопротивления  $\sigma_{\rm B}$  не зависит от уровня мягкого или жесткого нагружения. Значения предела текучести  $\sigma_{0,2}$  при мягком нагружении не изменяются вплоть до  $\sigma_{\rm max} = \sigma_{0,2}$ . Значение предела пропорциональности  $\sigma_{\rm nu}$  начинает уменьшаться при  $\sigma_{\rm max} > 0,7\sigma_{0,2}$  – предельном значении напряжений для реальной конструкции. Жесткое нагружение приводит к уменьшению как  $\sigma_{0,2}$ , так и  $\sigma_{\rm nu}$  в исследованных пределах амплитуд деформации от  $\varepsilon = \pm 0,2\%$  до  $\varepsilon = \pm 1\%$ .

В условиях циклического нагружения в азотсодержащей стали формируются неразориентированные, либо слабо разориентированные ячеисто-сетчатые и ячеистые структуры с размером ячеек от 0,2 до 0,5 мкм. Эти структуры приводят к разупрочнению стали, которое в момент разрушения достигает примерно 26%.

Фрактографические исследования поверхности разрушения образца после циклического нагружения показали, что размер усталостной зоны у азотсодержащей стали незначителен и составляет ~0,5 мм. Для этих сталей характерно меньшее количество циклов между зарождением трещины и разрушением образца по сравнению с обычными более аустенитными сталями, т.е. высокопрочные стали обладают бо́льшей долговечностью, но плохо сопротивляются развитию усталостной трещины. Сравнительные исследования стали марки 04X20H6Г11М2АФБ и аустенитных сталей различных композиций легирования приведены в работе [339].

# 6.3.1.4 Влияние предварительной холодной деформации на характеристики малоцикловой усталости

В главе 5 приведены результаты влияния степени холодной деформации при одноосном растяжении на изменение структуры и свойств высокопрочной азотсодержащей стали (Таблица 5.3). После проведения растяжения до различных степеней деформации были изготовлены образцы для испытаний на малоцикловую усталость. Испытания по мягкому циклу показали, что предварительное одноосное растяжение не влияет на остаточную деформацию стали при последующем циклическом нагружении. При  $\varepsilon_{nped}=25\%$ ,  $\sigma_a=0,4\sigma_{0,2}$  и N=1,2x10<sup>4</sup>;  $\varepsilon_{nped}=4\%$ ,  $\sigma_a=0,4\sigma_{0,2}$  и N=3,2x10<sup>4</sup> наибольшая остаточная деформация в результате испытаний составила 0,05%. Испытания по жесткому циклу в диапазоне амплитуд деформаций от  $\varepsilon=\pm0,4\%$  до  $\varepsilon=\pm1\%$  также не выявили существенного влияния на характеристики сопротивления зарождению усталостной трещины.

Фрактографические исследования поверхности образцов после испытаний по жесткому циклу с амплитудой деформации от  $\varepsilon = \pm 1\%$  после предварительной холодной деформации показали, что в образце после  $\varepsilon_{\text{предв.}} = 8\%$  количество и суммарная

протяженность трещин расщепления деформационной природы значительно больше, чем в образце после  $\varepsilon_{предв.}$ =4%. Также на поверхности разрушения наблюдаются полосы грубого скольжения и межзеренные микротрещины длиной до 10 мкм (Рисунок 6.32).



Рисунок 6.32 – Электронно-микроскопические изображения изломов образцов после циклического нагружения с предварительным одноосным растяжением  $\varepsilon_{\text{предв.}}=8\%$  (*a* и *б*) и  $\varepsilon_{\text{предв.}}=4\%$  (*в* и *г*). Трещины расщепления (*a* и *в*) и фасетки локализованного сдвига (*б* и *г*)

Следует также отметить влияние  $\delta$ -феррита на сопротивление усталостным характеристикам. Проведенное циклическое нагружение по мягкому и жесткому циклу образцов стали состава 3 (с 7%  $\delta$ -феррита) показало, что поведение при нагружении с амплитудой деформации  $\varepsilon = \pm 0,43 \div \pm 0,6\%$  аналогично стали состава 2 (с 1%  $\delta$ -феррита) (Рисунок 6.24). При нагружении по мягкому циклу наблюдается снижение долговечности,

нагружение с амплитудой  $\sigma_a=0.7\sigma_{0,2}$  приводит к разрушению при N=8,4x10<sup>4</sup> циклов, в то время как для состава 2 это отношение составляет 0,85. На рисунке 6.33 представлена структура образцов после циклических испытаний образцов стали состава 3.



Рисунок 6.33 – Микроструктура образца азотсодержащей стали состава 3 после циклического нагружения: *a* – трещина, пересекающая пластину δ-феррита, ε =±0,6%; *б* – трещина, образовавшаяся на поверхности образца и распространяющаяся вглубь, σ<sub>a</sub>=0,8σ<sub>0.2</sub>

#### 6.3.2 Исследование многоцикловой усталости азотсодержащей стали

Определение характеристик многоцикловой усталости азотсодержащей стали проводили на образцах состава 2 при помощи испытательной машины МУИ-6000 согласно ГОСТ 25.502 в условиях чистого изгиба с вращением при комнатной температуре и на базе 5х10<sup>7</sup> циклов с частотой нагружения 50 Гц. Механические свойства исследуемой азотсодержащей стали в исходном состоянии представлены в Таблице 5.1. На основании полученных результатов испытаний построена усталостная кривая, представленная на Рисунке 6.34.



Рисунок 6.34 – Усталостная кривая азотсодержащей стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ

Результаты испытаний показали, что исследуемая сталь обладает высокими значениями предела выносливости около 550 МПа, что составляет ~ 0,8 о 0.2. После многоциклового нагружения по различным режимам методами растровой микроскопии проведено исследование поверхности усталостного разрушения образцов, которое показало, что во всех случаях трещина зарождалась у поверхности образца, при этом вид изломов для каждого уровня напряжений имеет характерные особенности.

На поверхности разрушения образца, разрушившегося при N = 124 циклах в результате приложенного циклического напряжения 600 МПа, можно выделить две зоны: зона усталостного зарождения трещины и зона вязкого распространения (Рисунок 6.35 a-d).







 $\sigma_a = 600$  МПа , N=124, место зарождения трещины



σ<sub>a</sub>= 600 MΠa, N=124, область вязкого распространения трещины





 $\sigma_a = 550 \text{ M}\Pi a$ , N=800200, вязкое распространение трещины, бороздки смазаны



Рисунок 6.35 – Характерные участки поверхности разрушения образцов азотсодержащей стали состава 2 после многоциклового нагружения

На Рисунке 6.35 *а*–*в* показано место ступенчатого зарождения усталостной трещины и ее развитие с характерными бороздками на плоских участках излома (Рисунок 6.35 *в*). ~45% общей площади излома образца занимает вязкое разрушение с ямочным рельефом, внутри ямок циклический характер разрушения слабо выражен и смазан.

При циклическом нагружении с напряжением близким к пределу выносливости (550 МПа), около 70% излома образца занимает вязкое разрушение (Рисунок 6.35 *е*, *ж*). Усталостные бороздки внутри ямок также слабо выражены и смазаны.

В работах [340, 341] приведены результаты исследования характеристик многоцикловой усталости стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ с различной структурой. В данном случае испытания проводились в условиях повторного растяжения. Результаты исследований показали, что самой высокой циклической прочностью обладает сталь с пределом текучести 765–832 МПа, имеющая смешанную частично рекристаллизованную структуру после ВТМО. Высокая долговечность стали, по всей видимости, обеспечивается за счет большой плотности дислокаций и явно выраженной текстуры. Образцы стали после высокотемпературной закалки и с дополнительным последующим старением имеют предел текучести порядка 600–650 МПа, предел выносливости 530–540 МПа. При этом по сравнению со сталью после горячей деформации поверхность их разрушения более вязкая.

#### 6.4 Влияние упругопластической деформации на магнитные свойства стали

Одной из эксплуатационных характеристик исследуемой стали является стабильность структуры и магнитных характеристик при силовом воздействии. В связи с этим возникает необходимость диагностики фазовых изменений, происходящих в материале в процессе его технологического передела и эксплуатации.

Совместно с учеными ИМАШ УрО РАН проведены исследования влияния приложенных напряжений на структуру, фазовый состав и магнитные свойства однофазной стали состава 1 и стали состава 3 с 7% δ-феррита. Исследования проводились в соответствии с методикой, приведенной в работе [342].

На рисунке 6.36 приведены изменения магнитных характеристик стали состава 3 под действием нормальных и сдвиговых напряжений. В упругой области деформирования до  $\sigma \approx 200$  МПа магнитные характеристики стали с  $\delta$ -ферритом практически не изменяются. С увеличением напряжений выше 200 МПа наблюдается снижение значений коэрцитивной силы H<sub>c</sub> на ~40%, остаточная индукция  $B_r$  и максимальная магнитная проницаемость  $\mu_{\text{макс}}$  возрастают в 2,5 раза, причем наиболее интенсивный рост наблюдается по мере приближения нагрузки к значению, соответствующему пределу текучести стали.



Рисунок 6.36 – Зависимости магнитных характеристик исследуемой стали состава 3 с δ-ферритом от приложенных нормальных и сдвиговых напряжений: *a* – одноосное растяжение; *б* – кручение [342]

образец, вырезанный поперек направления прокатки исходного листа;

о – образец, вырезанный вдоль направления прокатки исходного листа

Намагниченность в максимальном приложенном поле в пределах погрешности измерений сохраняет свои значения на исходном уровне во всем диапазоне приложенных нормальных напряжений. Это означает, что в процессе деформирования не происходит фазовых превращений с образованием  $\alpha'$ -мартенсита деформации. Направление вырезки образцов незначительно сказывается на величине магнитных характеристик (Рисунок 6.36 *a*).

Различия в магнитных параметрах продольных и поперечных образцов, по всей видимости, вызваны особенностями распределения остаточных напряжений в листовом прокате, из которого вырезаны образцы [342].

При комбинированном нагружении (растяжение (сжатие)–кручение) характер зависимостей магнитных характеристик в упругой области подобен одноосному нагружению: коэрцитивная сила H<sub>c</sub> монотонно снижается, а остаточная индукция B<sub>r</sub> и максимальная магнитная проницаемость µ<sub>макс</sub> увеличиваются с повышением напряжений, изменяется только наклон кривых. Результаты экспериментов являются дополнительным свидетельством того, что касательные упругие напряжения оказывают слабое влияние на значения измеренных магнитных параметров.

Для чисто аустенитной стали значения намагниченности в максимально приложенном поле не превышают 5 А/см. Начальная магнитная проницаемость составила  $\mu$ =0,99, это значение сохраняется во всем диапазоне приложенных растягивающих напряжений (рисунок 6.37 *a*, *б*).

Исследование изменения магнитных характеристик при одноосной деформации и кручении выполнено также для сварного соединения, изготовленного ручной дуговой сваркой электродами ЭА-868 из листового проката состава 1 [343].

Установлено, что при упругопластическом деформировании образования каких-либо ферромагнитных фаз не происходит. Магнитная проницаемость остается на уровне, не превышающем 1,007.

В металле шва наблюдается большое количество крупных частиц округлой формы, идентифицированных как χ-фаза (Fe<sub>36</sub>Cr<sub>12</sub>Mo<sub>10</sub>), однако они не оказывают существенного влияния на значение магнитной проницаемости.



Рисунок 6.37 – Зависимости магнитных характеристик исследуемой стали состава 1 при различных приложенных растягивающих напряжениях [342]
# 6.5 Коррозионная стойкость стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ

Такая эксплуатационная характеристика, как высокие коррозионные свойства стали, является одним из ключевых факторов перспективного применения высокопрочной азотсодержащей стали для строительства изделий морской техники, в том числе и арктического применения. Сталь марки 04Х20Н6Г11М2АФБ обладает высокой коррозионной стойкостью ко всем видам коррозии [344], однако, помимо ее химического состава, существенное влияние на эти эксплуатационные свойства оказывает структура стали, сформированная при изготовлении полуфабрикатов, и ее эволюция в процессе различных технологических операций (гибка, штамповка, сварка, правка и др.).

Авторами работы [345] показано, что наличие в этой стали нитридов хрома значительно повышает ее склонность к питтинговой коррозии. Исследуемая сталь обладает высокой стойкостью к коррозионному растрескиванию (КР) в 3,5% растворе NaCl, причем как при потенциале свободной коррозии, так и при значительной катодной поляризации. Однако, при «существенном структурном изменении, связанном с низкой температурой окончания прокатки» стойкость стали против КР снижается [255]. Приводятся также сведения о том, что наличие в стали нитридов сложного состава приводит к появлению КР при наводораживании, поскольку они являются концентраторами напряжений и «ловушками» водорода, что приводит к охрупчиванию стали в водородосодержащей среде. Кроме того, частично рекристаллизованная структура стали снижает критическую температуру коррозионного растрескивания в 25% растворе CaCl<sub>2</sub>.

Безусловно, вопрос коррозионной стойкости азотсодержащей стали является предметом отдельного исследования. Приведенные факты еще раз подтверждают важность создания квазиизотропной структуры в листовом прокате стали марки 04X20H6Г11M2AФБ.

# ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 6

1. Установлено, что в процессе динамического нагружения азотсодержащей стали происходит ее значительное упрочнение, причем, чем выше ее исходные прочностные характеристики, тем больше упрочнение. При этом, увеличение значений прочностных характеристик зависит как от исходной структуры, так и от степени остаточной деформации. Интенсивность снижения пластических свойств, особенно значений равномерного удлинения и ударной вязкости, зависит от количества нагружений и формирующейся структуры.

 Исследования микроструктуры азотсодержащей стали после однократного динамического нагружения со скоростью ~ 10<sup>3</sup>-10<sup>4</sup>c<sup>-1</sup> показали, что: – нагружение до степени деформации  $e_{дин}\approx0,1$  ( $\varepsilon_{дин}\approx10\%$ ) приводит к появлению в исходной структуре множества планарных дефектов в виде плоских скоплений и дефектов упаковки, расстояние между которыми составляет 0,1–0,5 мкм. Отсутствие образования при этой степени деформации двойников позволяет сделать вывод, что механическое двойникование появляется только по достижении некоторого критического значения степени деформации  $e_{kp}^{2}\geq0,1$ ;

– при нагружении со степенью деформации  $e_{дин}\approx0,2$  ( $\epsilon\approx20\%$ ) в объеме материала происходит динамическая рекристаллизация с одновременным протеканием деформационного упрочнения и образованием дефектов упаковки и двойников деформации, приводящие к формированию смешанной структуры, состоящей из мелких рекристаллизованных зерен, ячеистой субструктуры и пересекающихся двойников деформации, что приводит к существенному увеличению прочностных свойств, а также к уменьшению пластичности азотсодержащей стали.

 – наличие δ-феррита вносит дополнительное искажение решетки и приводит к увеличению внутренних напряжений в объеме зерен.

3. Показано, что в результате многократного динамического нагружения крупногабаритного образца вследствие различной интенсивности пластической деформации є<sub>i</sub> в различных зонах структура изменяется неравномерно как по толщине (наибольшая деформация видна вблизи лицевой и тыльной поверхностей образца по сравнению с серединой), так и по его площади (наиболее деформирована центральная зона). Нагружение металла приводит к искажению зерен и формированию субзеренной структуры.

4. Установлено, что характер разрушения азотсодержащей стали как в исходном состоянии, так и после динамического нагружения, носит вязкий транскристаллитный характер, разрушение происходит по механизму зарождения, роста и слияния микропор, что демонстрирует высокую работу разрушения и большой запас пластичности, Наличие 7% δ-феррита в структуре стали снижает ее ударную вязкость, при этом разрушение происходит, в основном, по границам раздела матрица/ δ-феррит.

5. Установлено, что при статическом нагружении сталь является чувствительной к изменению скорости деформации: увеличение скорости деформации с  $10^{-4}$  до  $1c^{-1}$  приводит к увеличению предела текучести на ~15% и снижению пластичности на ~25%. До скорости  $10^{-2}c^{-1}$  происходит интенсивное снижение относительного полного и равномерного удлинения, далее эти характеристики практически не изменяются в диапазоне скоростей.

6. Показано, что в результате квазистатического нагружения со скоростью деформации  $10^{-3}$ с<sup>-1</sup> эволюция дефектной структуры азотсодержащей стали в условиях одноосного растяжения протекает следующим образом: в структуре на самых ранних стадиях пластического течения (е $\approx$ 0,02) появляются плоские скопления дислокаций и дефекты упаковки, плотность которых увеличивается по мере увеличения степени деформации. При дальнейшем развитии деформации по достижении критического значения в структуре образуются двойники деформации, плотность которых повышается с увеличением степени деформации. В зоне, предшествующей локализации деформации ( $e_{crar}\approx0,29$ , «шейка»), в зернах формируются каркасы из пересекающихся двойников толщиной 0,1–0,2 мкм, характерные расстояния между ними варьируются от 0,3 до 0,8 мкм. При дальнейшем увеличении деформации расстояние между соседними двойниками уменьшается и достигает непосредственно перед разрушением ( $e_{sp}\approx1,2$ ) величины 0,1–0,2 мкм.

7. Установлено, что сформированная в результате динамического нагружения с  $e_{дин} \approx 0,2$  высокая плотность планарных дефектов в виде дефектов упаковки и двойников деформации является мощным препятствием для латентных («скрытых») ранее систем скольжения и двойникования и активизирующихся в условиях последующего одноосного растяжения. Взаимодействие дислокаций и двойников этих новых систем с упомянутыми выше препятствиями приводит к резкому повышению деформирующего напряжения и макромасштабной локализации пластического течения (образованию «шейки») при малых степенях деформации.

8. Показано, что азотсодержащая сталь в результате статического нагружения разрушается с образованием ярко выраженной «шейки», по типу «чашка – конус». После деформации со скоростью 10<sup>-4</sup>c<sup>-1</sup> разрушение, в основном, проходит по телу зерен, при этом «чашки» имеют малый диаметр и незначительную высоту стенок. Увеличение скорости деформации до приводит к увеличению диаметра чашек и высоты стенок. Предварительное динамическое нагружение не влияет на характер разрушения стали в условиях последующего статического одноосного растяжения.

9. При проведении малоциклового нагружения установлено, что азотсодержащая сталь:

 имеет высокую циклическую долговечность на воздухе, в 2 раза превышающую долговечность высокопрочной низколегированной судостроительной стали;

– относится к классу циклически разупрочняемых сталей. Циклическое нагружение в упруго-пластической области приводит к появлению в стали остаточной деформации, которая интенсивно нарастает в первые 10 циклов, затем скорость нарастания уменьшается. Процесс накопления остаточной деформации непрерывен вплоть до разрушения. При циклическом нагружении менее 0,8σ<sub>0,2</sub> накопления остаточной деформации не происходит;

уровень нагружения при мягком цикле не влияет на прочностные свойства стали,
уменьшается только предел пропорциональности при σ<sub>max</sub>> 0,7 σ<sub>0.2</sub>.

10. В условиях циклического нагружения В стали формируются неразориентированные, либо слабо разориентированные ячеисто-сетчатые и ячеистые структуры с размером ячеек от 0,2 до 0,5 мкм, а также при жестком цикле нагружения деформации, содержащие участки локализации системы разнонаправленных И накладывающихся друг на друга дефектов упаковки и двойников деформации. Дисперсных выделений мартенсита деформации не обнаружено.

11. Установлено, что предварительное одноосное растяжение до степени деформации 25% при комнатной температуре не влияет на значения остаточной деформации стали при последующем циклическом нагружении.

12. Показано, что зарождение и распространение усталостной трещины при малоцикловом нагружении происходит ступенчато по типично усталостному механизму разрушения с образованием систем усталостных бороздок на плоских поверхностях транскристаллитных фасеток.

13. Показано, что исследуемая сталь обладает высокими значениями предела выносливости ~550 МПа, что составляет примерно 0,8σ<sub>0,2</sub>. При многоцикловом нагружении трещина зарождается у поверхности образца.

14. Контроль магнитной проницаемости показал, что в результате статического, динамического и циклического нагружения значения магнитной проницаемости не изменяются и образования магнитных фаз не происходит.

15. В условиях приложенных нормальных и сдвиговых напряжений, не превышающих значение предела текучести при одноосном растяжении и кручении, такие магнитные характеристики как коэрцитивная сила, остаточная индукция, максимальная магнитная проницаемость и намагниченность в максимальном приложенном поле стали с содержанием до 7% δ-феррита возрастают с увеличением напряжения выше 200 МПа. Для стали, имеющей аустенитную структуру без δ-феррита, значения намагниченности в максимально приложенном поле не превышают 5 А/см. Значение магнитной проницаемости не изменяется во всем диапазоне приложенных растягивающих напряжений и составляет μ~0,99–1,001.

# ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

На базе современных научных подходов, взаимодополняющих методик исследования и анализа большого объема известных теоретических и экспериментальных данных решены задачи по совершенствованию химического состава стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ и разработке технологий ее производства и обработки на всех возможных технологических этапах изготовления изделий и конструкций из нее. Проведено исследование влияния эксплуатационных нагрузок на изменение структуры и свойств высокопрочной азотсодержащей стали.

I. Экспериментальные исследования формирования структуры стали при кристаллизации, горячей деформации, термической обработке и разработка технологических режимов изготовления полуфабрикатов (листового и профильного проката, поковок)

1. Установлено влияние механизма кристаллизации азотсодержащей стали на распределение химических элементов и формирование структуры при кристаллизации, последующем охлаждении, а также при нагреве и выдержке перед горячей деформацией:

- при кристаллизации стали через δ-феррит наблюдается более высокая (в 2–3 раза) химическая неоднородность по хрому, молибдену, марганцу и никелю, чем при кристаллизации через аустенит. После высокотемпературной выдержки (гомогенизации) химическая неоднородность по хрому и молибдену при кристаллизации через δ-феррит исчезает, при кристаллизации через аустенит характер распределения легирующих элементов практически не изменяется;

- кристаллизация через δ-феррит приводит к формированию аустенитной структуры с размером зерна 150-200 мкм, при этом скорость охлаждения в диапазоне 2-50°С/с практически не влияет на размер зерна. При кристаллизации через аустенит при низкой скорости охлаждения 2°С/с структура обладает большим в 2 раза размером зерна (до 415 мкм), чем при скорости 50°С/с, что может приводит к формированию неоднородной зеренной структуры по сечению крупногабаритного слитка.

2. Установлено, что исследуемая азотсодержащая сталь в рамках марочного состава в зависимости от содержания легирующих элементов и соотношения хромового ( $Cr_{3\kappa B}$ ) и никелевого ( $Ni_{3\kappa B}$ ) эквивалентов может содержать  $\delta$ -феррит при комнатной температуре вследствие его неполного превращения в аустенит, что не обеспечивает требуемое значение магнитной проницаемости  $\mu$  менее 1,01Гс/Э. Для получения однофазной аустенитной структуры стали необходимо обеспечить соотношение

 $Cr_{_{3KB}}$  / Ni<sub>экв</sub> в пределах (-5,6+0,97Cr<sub>экв</sub>) ± 1, при содержании Ni - 6,0÷8,0% и Mn - 11,0÷12,0%.

3. Установлено, что наличие δ-феррита (менее 7%) при температурах горячей деформации 1150-1050°С в стали в литом состоянии приводит к реализации рекристаллизации в более полном объеме чем в стали без δ-феррита, благодаря наличию дополнительных центров рекристаллизации, при этом формируется однородная зеренная структура. Кроме того, динамическая рекристаллизация происходит при меньших значениях максимального напряжения течения, необходимых для достижения пороговой степени деформации.

4. Предложена обобщённая схема образования рекристаллизованных зерен при динамической рекристаллизации металла слитка из азотсодержащей стали в зависимости от механизма кристаллизации и фазового состояния:

- при кристаллизации через аустенит образование новых зерен происходит, в основном, вдоль деформированных дендритов. Затруднению начала динамической рекристаллизации способствует наличие крупных дендритов;

- при кристаллизации через δ-феррит образование новых зерен аустенита происходит по границам раздела «аустенитная матрица/δ-феррит», при температуре выше 1100°C также в результате δ—у превращения, стимулированного деформацией.

5. Показано, влияние механизма кристаллизации азотсодержащей стали на ее технологичность горячей деформации. Наличие при последующей δ-феррита (менее 7%) положительно сказывается на горячей пластичности исследуемой стали. Литая сформированная структура, через аустенит более склонна к образованию межкристаллитных трещин при горячей деформации и волокнистой структуры, приводящей к анизотропии свойств.

6. Установлено, что понижение температуры деформации в деформированной заготовке (образцы из листового проката) с 1200° до 800°С для всех составов приводит к увеличению сопротивления деформации в 4-10 раз. При этом наличие δ-феррита (~ 7%) оказывает существенное влияние на процессы при горячей деформации и способствует при температурах выше 1000°С и высокой скорости деформации началу и развитию ДР, приводящей к большему объему рекристаллизованной структуры и формированию при 1200°С зерен с меньшим размером по сравнению с составом без δ-феррита.

7. Показано, что при температуре деформации выше 1100°С образование зародышей новых зерен при динамической рекристаллизации происходит лишь за счет

402

выгибания исходных границ и их последующей миграции. При снижении температуры до 950°С реализуется вышеприведенный механизм, а также образование зерен за счет формирования субзерен с углом разориентировки до 5° с последующим его увеличением вплоть до формирования большеугловой границы.

8. Показано, что формирование рекристаллизованной структуры в исследуемой стали при многопроходной деформации происходит преимущественно за счет динамической и метадинамической рекристаллизации, вклад статической рекристаллизации минимален, поскольку время ее начала и завершения в температурном интервале 1000-1150°C составляет более 1000 с. Наличие δ-феррита в структуре исследуемой стали не влияет на параметры статической рекристаллизации в указанном температурном диапазоне.

9. Установлены закономерности формирования структуры, происходящие при термической обработке, в зависимости от температуры выдержки:

 в интервале температур 1200–1050°С происходит статическая рекристаллизация, приводящая к полному снятию наклепа, при этом при температуре выше 1100°С начинается собирательная рекристаллизация;

 при температуре выдержки не выше 1000°С происходят процессы статического возврата, приводящие к частичному снятию наклепа;

– в интервале температур 900–950°С активно формируются и коагулируют вторичные фазы типа Cr<sub>2</sub>N, Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, также происходит распад δ-феррита с образованием смеси (γ+σ-фазы). Образование подобных фаз отрицательно сказывается на пластичности и ударной вязкости стали.

10. Ha основании анализа термодеформационных режимов, взаимосвязи структуры и свойств листового проката толщиной 20-45 мм, изготовленного на стане «5000» ЛПЦ-З ПАО «Северсталь», установлено, что формирование структуры стали происходит за счет реализации динамической и метадинамической рекристаллизации, которые стимулируются на первой стадии высокой температурой прокатки 1150–1100°С и постепенным накоплением деформации от прохода к проходу. Последующее снижение температуры до 1100-1050°С при степени дробной деформации 15-18% способствует развитию и завершению рекристаллизации. Последние проходы должны осуществляться в интервале температур 1020-850°С в зависимости от требуемых механических свойств, при этом деформирование на последних 2-3 проходах необходимо проводить со степенью деформации не более 5%, чтобы избежать поверхностного наклепа и выделения нитридов и карбидов. Реализуемые схемы позволяют получать листовой прокат с пределом текучести 500–800 МПа при сохранении высокой пластичности и ударной вязкости.

11. Показано, что при изготовлении листового проката толщиной 10–18 мм на стане «2000» АО «ВМК «Красный Октябрь» получение рекристаллизованной структуры происходит за счет накопления на первых проходах суммарной деформации около 40–45%, необходимой для начала динамической и метадинамической рекристаллизации и обеспечения на этом этапе высокой температуры (1100–1050°С) горячей прокатки, последующее постепенное снижение интенсивности обжатий до 10–15% приводит к развитию и завершению этих процессов. На последних проходах степень деформации должна составлять 8–4% за проход для обеспечения наклепа. Снижение температуры конца прокатки до 950–900°С увеличивает наклеп рекристаллизованной структуры. Суммарная степень деформации при этом должна составлять не менее 65–75%. Листовой прокат после термомеханической обработки по указанным режимам обладает пределом текучести 650–900 МПа.

Для изготовления листового проката толщиной менее 10 мм, обладающего высокими пластическими свойствами и ударной вязкостью, необходимо применение последующей термической обработки для реализации процессов статического возврата И рекристаллизации, а также растворения дисперсных частиц по границам зерен. При этом температура выдержки при 1100°C приводит к снижению предела текучести σ<sub>0.2</sub> до 650 МПа, повышению относительного удлинения  $\delta_5$  до 43% относительного сужения у до 62% и ударной вязкости до 225 Дж/см<sup>2</sup>. Увеличение температуры выдержки до 1200°С приводит к собирательной рекристаллизации, обеспечивая значение предела текучести  $\sigma_{0.2}$ 490–520 МПа и повышение характеристик пластичности δ<sub>5</sub> и ψ до 56 и 70% соответственно.

12. Разработаны технологические схемы изготовления профильного проката с пределом текучести 600-1000 МПа на стане «630/420» ООО «РМ-стил». Показано, что дробная степень деформации до 20% и преобладание метадинамической рекристаллизации приводит к формированию мелкозернистой структуры (размер зерна составляет 5–25 мкм) и обеспечивает получение предела текучести 950–1000 МПа. Увеличение степени дробной деформации способствует развитию преимущественно динамической рекристаллизации и реализации постдеформационных процессов после окончания деформации. В результате меньшего градиента температур формируется более изотропная структура с размером зерна порядка 15–40 мкм.

13. Проведен анализ технологических режимов, структуры и свойств поковок различного сортамента из стали марки 04X20H6Г11М2АФБ, изготовленных на прессе усилием 3200 тс ООО «Спецсталь». Установлены основные причины формирования крупнозернистой и разнозернистой структуры стали и предложены рекомендации по оптимизации технологических схем изготовления поковок из азотсодержащей стали, учитывающие процессы упрочнения при деформации И разупрочнения в междеформационных паузах, обеспечивающие прохождение частичной рекристаллизации или наклепа получения значений предела лля текучести более 600 МПа при сохранении высокой пластичности и ударной вязкости за счет снижения температуры нагрева заготовок перед последними тремя выносами до 1070°С (на последнем выносе до 1050°С). При этом длительность выдержки должна быть оптимальной для обеспечения минимальной реализации процессов возврата (полигонизации) при нагреве под деформацию.

### II. Исследование технологичности азотсодержащей стали

14. При проведении экспериментальных работ по холодной деформации показано, что:

– высокопрочная сталь марки 04Х20Н6Г11М2АФБ обладает большим запасом пластичности при холодном деформировании. Даже при высокой степени предварительной пластической деформации для сталей подобного класса ~32%, одновременно с происходящим увеличением прочностных характеристики (на ~30%) ее пластичность остается на высоком уровне ( $\delta_5$ =25% и  $\psi$  =67%);

– распределение деформации по объему заготовки оказывает существенное влияние на изменение структуры и свойств по площади и толщине заготовки. При неравномерном распределении деформации при штамповке в объеме заготовки формируются локализованные области с более высокой степенью деформации, способствующие значительному деформационному упрочнению за счет формирования областей с дефектной структурой, обусловливающей существенное снижение запаса пластичности и ударной вязкости. При обеспечении равномерного распределения деформация протекает более однородно во всем объеме материала.

15. Выявлено и обобщено влияние способа нагружения (схемы напряжённого состояния) при холодной деформации на формирование структуры и изменение механических свойств исследуемой стали. Показано, что предел текучести при одноосном растяжении предварительно продеформированного образца при двухосном нагружении изгибом (трехточечный изгиб ~32%) меньше, чем значение предела текучести образца

после предварительной деформации при одноосном растяжении до пластической деформации ~25% (стадия равномерной деформации). Полученный результат свидетельствует о возникновении в исследуемой стали при холодной деформации микронапряжений в объеме заготовки и об анизотропном упрочнении стали. В результате холодной деформации в стали накапливается высокая внутренняя энергия, связанная с генерацией дефектов упаковки и пересекающихся двойников деформации. Возникновение при деформировании тензора микронапряжений обусловливает возможность оптимизации последовательности деформирования и управление распределением деформации при штамповке.

16. Разработаны технологические схемы изготовления штампованных деталей из высокопрочной азотсодержащей стали, в том числе с применением специальных объемных штампов, в соответствии с которыми в условиях АО «Адмиралтейские верфи» изготовлена опытная партия штампованных деталей сферической и торосферической формы. Рекомендовано для изготовления сферических деталей с диаметром более 1000 мм использовать исходный листовой прокат с меньшим значением прочностных характеристик для получения близких значений прочностных свойств штампованных деталей и нештампованных при строительстве крупногабаритных сварных конструкций.

17. Установлено, что холодная деформация менее 32% не приводит к образованию других, в том числе магнитных фаз в исследуемой стали, что свидетельствуют о высокой стабильности ее аустенитной структуры.

18. При исследовании свариваемости стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ установлено, что:

 исследуемая сталь сваривается всеми видами сварки. Сварные соединения из стали обладают высоким комплексом механических и коррозионных свойств;

– при сварке не происходит интенсивного растворения основного металла в металле шва, глубина вовлечения основного металла в процессы формирования шва не превышает 20–30 мкм. Изменение концентраций основных легирующих элементов (хрома, никеля, молибдена, марганца, ванадия) по сечению сварного шва (от основного металла к металлу шва) носит скачкообразный характер, при этом для каждого элемента изменение происходит на разном расстоянии от линии сплавления;

 сварные соединения из азотсодержащей стали имеют относительно узкую зону термического влияния (300–450 мкм);

в зоне термического влияния происходит образование вторичных фаз (нитридов и карбонитридов хрома, χ-фазы – Fe<sub>36</sub>Cr<sub>12</sub>Mo<sub>10</sub>), которые, в основном, образуются в

температурном интервале 600–950°С. Частицы вторичных фаз могут являться центрами зарождения микротрещин при воздействии внешних напряжений.

19. При исследовании обрабатываемости высокопрочной азотсодержащей стали определено оптимальное сочетание параметров резания (скорости и глубины резания, подачи резца) для обеспечения минимального износа режущего инструмента: скорость резания - 30 м/мин, подача резца – 0,47 мм/об, t=0,25 мм/Ø и 35 м/мин, подача резца – 0,47 мм/об, t=0,25 мм/Ø и 35 м/мин, подача резца – 0,47 мм/об, t=1 мм/Ø.

# III. Исследование влияния внешних воздействий на изменение структуры, характера разрушения и свойства высокопрочной азотсодержащей стали

20. При исследовании влияния динамического нагружения стали марки 04X20H6Г11M2AФБ на изменение структуры и свойств установлено, что:

– происходит значительное упрочнение стали, причем интенсивность изменения прочностных характеристик зависит от исходной структуры и степени пластической деформации: чем выше исходные прочностные характеристики стали, тем больше упрочнение. Снижение пластичности, особенно значений равномерного удлинения и ударной вязкости, зависит от количества нагружений и формирующейся структуры.

При однократном нагружении предел текучести увеличивается на 26–40%, временное сопротивление при динамической деформации  $\varepsilon_{\text{дин}} \approx 10\%$  практически не изменяется, при деформации  $\varepsilon_{\text{дин}} \approx 20\%$  увеличивается на 20%. Относительное удлинение при этом значительно снижается на 74 и 66% соответственно, значения относительного сужения уменьшаются на 15 и 20%. Наличие δ-феррита в количестве ~7% отрицательно влияет на ударную вязкость, которая снижается на 60%, в то время как для пластины с однофазной структурой значения ударной вязкости, наоборот, увеличились на 30%.

Многократное динамическое нагружение приводит к неоднородному изменению исходной структуры в объеме образца стали вследствие неодинакового накопления пластической деформации в его различных зонах. Практически во всем объеме деформируемого металла происходит деформационное упрочнение. Наиболее существенное увеличение предела текучести (на 43%) наблюдается в центральной зоне с тыльной стороны, являющейся зоной с наибольшей накопленной деформацией. Упрочнение сопровождается резким снижением запаса пластичности исследуемой стали.

Достигнутый уровень накопленной динамической деформации ε<sub>дин</sub>≈40% является очень высоким даже для аварийного нагружения. Полученные результаты свидетельствуют о

большом запасе пластичности азотсодержащей стали. При этом разрушение в стали происходит по механизму зарождения, роста и слияния микропор.

21. Показано, что при статическом одноосном нагружении азотсодержащей стали увеличение скорости деформации в диапазоне  $10^{-4} \div 1c^{-1}$ :

– приводит к увеличению предела текучести на ~15% и снижению пластичности на ~25%. Основное снижение значений относительного полного и равномерного удлинения происходит при увеличении скорости деформации с  $10^{-4}$  до  $10^{-2}$ с<sup>-1</sup>, далее эти характеристики практически не изменяются.

– не приводит к изменению характера разрушения, который носит вязкий чашечный характер и происходит по телу зёрен, однако, приводит к увеличению диаметра чашек и высоты стенок. Предварительное динамическое нагружение не влияет на характер разрушения стали в условиях последующего статического одноосного растяжения.

22. Показано, что при статическом одноосном растяжении со скоростью деформации  $10^{-3}$ с<sup>-1</sup> на ранних стадиях пластического течения в структуре появляются плоские скопления дислокаций, плотность которых закономерно увеличивается по мере увеличения степени деформации, при дальнейшем развитии деформации по достижении критического значения в структуре появляется и развивается двойникование. На стадии равномерной деформации е<sub>лок</sub> $\approx$ 0,29, непосредственно предшествующей локализации пластического течения, во внутренних объемах зерен формируются каркасы из пересекающихся двойников толщиной 0,1–0,2 мкм, расстояния между ними составляют 0,3–0,8 мкм. При дальнейшем увеличении степени деформации толщина и расстояние между соседними двойниками уменьшается и непосредственно перед разрушением достигают величины 0,1–0,2 мкм. Формирование таких структур объясняет высокие значения деформирующего напряжения.

23. При проведении малоциклового нагружения установлено, что:

– исследуемая сталь относится к классу циклически разупрочняемых сталей, что не характерно для традиционных аустенитных сталей. Остаточная деформация при амплитуде нагружения, превышающей  $0,4\sigma_{0,2}$ , интенсивно нарастает в первые 10 циклов, затем скорость нарастания уменьшается. Процесс накопления остаточной деформации непрерывен вплоть до разрушения. Уровень напряжений  $0,8\sigma_{0,2}$  является достаточно высоким для реальных эксплуатационных нагрузок, и свидетельствует о высокой работоспособности стали при циклических нагрузках;

– циклическое нагружение по-разному влияет на механические характеристики азотсодержащей стали. Значение временного сопротивления  $\sigma_{\rm B}$  не зависит от уровня мягкого или жесткого нагружения. Значения предела текучести  $\sigma_{0,2}$  при мягком нагружении не изменяются вплоть до  $\sigma_{\rm max} = \sigma_{0,2}$ . Значение предела пропорциональности  $\sigma_{\rm nu}$  начинает уменьшаться при  $\sigma_{\rm max} > 0.7 \sigma_{0,2}$ . Жесткое нагружение приводит к уменьшению как  $\sigma_{0,2}$  так и  $\sigma_{\rm nu}$  в исследованных пределах амплитуд деформации от  $\varepsilon = \pm 0.2\%$  до  $\varepsilon = \pm 1\%$ ;

 предварительное одноосное растяжение до степени деформации 25% при комнатной температуре не влияет на значения остаточной деформации стали при последующем циклическом нагружении;

– длина зоны усталостного разрушения составляет около 0,5 мм. Количество циклов между зарождением трещины и разрушением образца меньше по сравнению с традиционными аустенитными сталями, т.е. азотсодержащая сталь имеет большую долговечность, но слабо сопротивляется развитию усталостной трещины.

24. Контроль магнитной проницаемости μ после проведенных эксплуатационных нагружений показал, что ее значение не изменяется в процессе технологического передела и эксплуатационных нагрузок и не превышает значения 1,01Гс/Э. Проведенные исследования структуры стали подтвердили, что в результате эксплуатационных нагружений аустенит проявляет высокую стабильность без образования мартенситной фазы.

25. Показано, что при приложении напряжений, не превышающих значение предела текучести магнитные характеристики (коэрцитивная сила, остаточная индукция, максимальная магнитная проницаемость и намагниченность) в максимальном приложенном поле для стали:

– с содержанием менее 7%  $\delta$ -феррита в упругой области деформирования до  $\sigma \approx 200$  МПа практически не изменяются. С увеличением напряжений выше 200 МПа наблюдается снижение значений коэрцитивной силы H<sub>c</sub> на ~40%, остаточная индукция  $B_r$  и максимальная магнитная проницаемость  $\mu_{\text{макс}}$  возрастают в 2,5 раза, причем наиболее интенсивный рост наблюдается по мере приближения нагрузки пределу текучести стали. Намагниченность сохраняет свои значения на исходном уровне во всем диапазоне приложенных нормальных напряжений.

 – для стали без δ-феррита, значения намагниченности в максимально приложенном поле не превышают 5 А/см. Значение магнитной проницаемости не изменяется во всем диапазоне приложенных растягивающих напряжений и составляет μ~1,001 Гс/Э.

409

26. Показано, что наличие б-феррита (до 7%) в стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ:

 повышает горячую пластичность и уменьшает склонность к образованию горячих трещин при деформации;

 повышает степень динамической рекристаллизации в интервале температур 1000-1200°С, при этом снижается напряжение течения по достижению пороговой степени деформации;

 не влияет на образование зародышей и кинетику статической рекристаллизации, а также интервалы образования вторичных фаз при выдержке и охлаждении;

при содержании более 1% δ-феррит снижает ударную вязкость, при этом разрушение происходит, в основном, по границам раздела «аустенитная матрица/ δ-феррит», снижает долговечность стали при циклическом нагружении.

#### \*\*\*

Результаты выполненных лабораторных исследований и опытно-промышленных работ по созданию новых высокопрочных азотсодержащих сталей существенно уточняют и дополняют предшествующие научные и практические знания в этой области материаловедения и обеспечивают возможности их широкого внедрения.

Впервые изучены процессы кристаллизации исследуемой стали, всесторонне проанализированы температурно-деформационный и временные параметры рекристаллизации, использованные для разработки и внедрения оптимальных технологий производства азотсодержащей стали: листового проката толщиной 4–18 мм с пределом текучести в диапазоне от 475 до 900 МПа на АО «ВМК «Красный Октябрь», толщиной 20–45 мм с пределом текучести в диапазоне от 500 до 800 МПа на стане «5000» ЧерМК ПАО «Северсталь» по кооперации с ООО «ОМЗ-Спецсталь», поковок различного сортамента, профильного проката с пределом текучести в диапазоне от 450 до 1000 МПа на ООО «РМ-стил», а также при изготовлении штамповок для сварных конструкций морской техники на АО «Адмиралтейские верфи».

Разработанные технологии позволят в рамках одного марочного состава получать стальные полуфабрикаты различного сортамента в широком диапазоне механических и служебных свойств и обеспечить потребности ключевых отраслей промышленности перспективными материалами.

Проведена полномасштабная оценка технологичности стали и изучено влияние внешних воздействий при различных видах эксплуатационных нагружений, подтвердивших высокую работоспособность стали.

# СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Stainless Steels: An Introduction and their Recent Developments / Ki Leuk Lai, J., Kin Ho Lo, Chan Hung Shek (Eds.). Bentham Science Publishers, 2012. DOI: 10.2174/97816080530561120101. – 168 p.

2. Грачев Г.В., Калинин Г.Ю., Фомина О.В., Цуканов В.В. Современные маломагнитные стали для основных элементов судового машиностроения // Морские интеллектуальные технологии. – 2008. – № 1. – С. 70–72.

3. Малышевский В.А., Калинин Г.Ю., Цуканов В.В., Фомина О.В., Современные маломагнитные стали для судостроения // Судостроение. – 2009. – № 5. – С. 19–21.

4. Бородулин Г.М., Мошкевич Е.И. Нержавеющая сталь // Металлургия. – 1973. – 319 с.

5. Химушин Ф.Ф. Нержавеющие стали // Металлургия. – 1967. – 800 с.

6. Гольдштейн М.И., Грачев С.В., Векслер Ю.Г. Специальные стали / 2-е изд., перераб. и дополн. – М.: МИСИС, 1999. – 408 с.

7. Бабаков А.А., Приданцев М.В. Коррозионно-стойкие стали и сплавы. – М.: Металлургия. – 1971. – 319 с.

8. Гудремон Э. Специальные стали. – М.: Металлургия. – 1966. – Т. 1. – 736 с.

9. Приданцев М.В., Талов Н.П., Левин Ф.Л. Высокопрочные аустенитные стали // Металлургия. – 1969. – 248 с.

10. Гольдштейн М.И., Литвинов В.С., Бронфин Б.М. Металлофизика высокопрочных сплавов: уч. пособие для вузов. – М.: Металлургия. – 1986. – 312 с.

11. Дюлье Д., Наттинг Дж. Влияние легирующих элементов на энергию дефектов упаковки в железоникелехромистых сплавах с аустенитной структурой // Высоколегированные стали. – М., 1989. – С. 287–291.

12. Банных О.А., Блинов В.М. Дисперсионно-твердеющие немагнитные ванадийсодержащие стали // Наука. – 1980. – 190 с.

13. Петров Ю. О влиянии легирования на энергию дефекта упаковки аустенита в сталях // Металлофизика. – 1984. – № 4. – С. 53–57.

14. Максимкин О.П. Дефекты упаковки, их энергия и влияние на свойства облученных металлов и сплавов. – Алматы, 2010. – 70 с.

15. Павлов В.А., Носкова Н.И, Кузнецов Р.Н. Влияние ДУ на механические свойства металлов // Физика металлов и металловедение. – 1967. – Т. 24. – № 5. – С. 947–965.

16. Соколов Д.Д. и др. К вопросу о роли ЭДУ в механическом поведении материалов // Изв. вузов: Сер. Физика. – 1970. – № 3. – С. 62–68.

17. Вишняков Я.Д. Дефекты упаковки в кристаллической структуре // Металлургия. – 1970.

18. Petrov Y.N., Yakubtsov I.A. Thermodynamic calculation of stacking fault energy for multicomponent alloys with f.c.c. lattice based on iron // Phys. Met. Metall. -1986. -V. 62. -P. 34 -38.

19. Богачев И.Н., Еголаев В.Ф. Структура и свойства железомарганцевых сплавов. – М.: Металлургия – 1973. – С. 171–295.

20. Горобченко С.Л., Кривцов Ю.С. О механизме хладноломкости литых сталей и сплавов (К разработке теории легирования сталей для криогенных температур). – [Электронный текст]. CD ROM. – СПб., 2012.

21. Липпольд Д., Котески Д. Металлургия сварки и свариваемость нержавеющих сталей. – СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2011. – 467 с.

22. Меськин В.С. Основы легирования стали. Л.: Гос. научно-техн. изд-во лит-ры по черной и цветной металлургии, 1959. – 689 с.

23. Фельдгандлер Э.Г., Сорокина Н.А., Свистунова Т.В., Левин Ф.Л. Современные коррозионно-стойкие стали и сплавы для сред различной агрессивности // Проблемы современной металлургии: сб. трудов / под ред. Лякишева Н.П. – 1983. – С. 160–168.

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

25. Гаврилюк В.Г. Физические основы азотистых сталей // Перспективные материалы: Структура и методы исследования. – Тольятти: ТГУ, МИСиС. 2007. – С. 5–74.

26. Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В. Азот как легирующий элемент в сплавах на основе железа: сб. трудов второй научной школы-семинара // Магнитогорск, 2000. – С. 157–192.

27. Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В., Блинов Е.В. О возможности экономии никеля в стали типа 0Х17Н12М2 (AISI 316) за счет легирования азотом // Металлы. – 2006. – № 5. – С.7–14.

28. Устиновщиков Ю.И., Рац А.В., Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В., Морозова Е.И. Структура и свойства высокоазотистых аустенитных сплавов Fe-18%Cr, содержащих до 2% Ni // Металлы. – 1998. – № 2. – С. 38–43.

29. Ефименко С.П., Зюзин В.И., Клековкина Н.А. Разработка состава экономнолегированной аустенитной стали и технологии получения из нее метизов в условиях Белорецкого металлургического комбината: сб. научных трудов. – Вып. 2. – С. 400–413.

30. Березовская В.В. Система легирования высокоазотистых аустенитных сталей, структура, механические и коррозионные свойства // Инновации в материаловедении и металлургии: материалы I междунар. интерактив. науч.-практ. конф. [13–19 дек. 2011 г., г. Екатеринбург]. Ч. 1. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та. – 2012. – С. 257–266.

31. Proceedings of 9th International Conference on High Nitrogen Steels / Dong H., Su J., Speidel V.O. (Eds). HNS 2006, Beijing, China. – Beijing: Metallurgical Industry Press, 2006. – 486 p.

32. Колпишон Э.Ю. Высокоазотистая сталь (часть I) // Электрометаллургия. – 2005. – № 2. – С. 41–46.

33. Колпишон Э.Ю. Высокоазотистая сталь (часть I) // Электрометаллургия. – 2006. – № 12. – С. 39–43.

34. Колпишон Э.Ю. Высокоазотистая сталь (часть II) // Электрометаллургия. – 2007. – № 1. – С. 34–43.

35. Колпишон Э.Ю., Шитов Е.В. Высокоазотистые стали 2009 // Электрометаллургия. – 2010. – № 4. – С. 42–47.

36. Гаврилюк В.Г. Углерод, азот и водород в сталях: пластичность и хрупкость // Изв. вузов: Черная металлургия. – 2015. – Т. 58. – № 10. – С. 761–768.

37. Gavriljuk V. Nitrogen in Iron and Steel // ISIJ International. – 1996. – V. 36. – No 7. – P. 738–745.

38. Козлов Э.В., Теплякова Л.А., Конева Н.А., Гаврилюк В.Г. и др. Роль тврдорастворного упрочнения и взаимодействий в дислокационном ансамбле в формировании напряжения течения азотсодержащей аустенитной стали // Изв. вузов. Сер.: Физика. – 1996. – № 3. – С. 33–56.

39. Gavriljuk V., Berns H. High Nitrogen Steels. – Berlin: Springer, 1999. – 378 p.

40. Медведев М.Г. Структурообразование и формирование функциональных свойств при термомеханическом упрочнении азотсодержащих сталей: дисс. на соиск. степ. канд. техн. н. – М., 2010. – 248 с.

41. Капуткина Л.М., Сумин В.В., Базалеева К.О. Влияние азота на склонность к образованию дефектов упаковки и температурную зависимость термоэлектродвижущей силы в сплавах Fe-Cr // Письма в ЖТФ. – 1999. – Т. 25. – Вып. 24. – С. 50–54.

42. Ritzenhoff R., Hahn A. Corrosion Resistance of High Nitrogen Steels // Corrosion Resistance / ed. by H. Shih. – Rijeka: InTech, 2012. – 481 p. DOI: 10.5772/33037 (Open Access, reference date 12/08/2018) http://www.intechopen.com/books/corrosion-resistance/corrosion-resistance-of-high-nitrogen-steels

43. Королев М.Л. Азот как легирующий элемент стали // М.: Гос. Научно-техническое издательство по черной и цветной металлургии, 1961. – 163 с.

44. Фельдгандлер Э.Г., Савкина Л.Я. Азот в коррозионно-стойких сталях // Черная металлургия. – 1990. – Вып. 11(1099). – С. 24–34.

45. Зуев Л.Б., Дубовик Н.А., Пак В.Е. О природе упрочнения высокоазотистых сталей на основе железохромомарганцевого аустенита // Черная металлургия. – 1997. – № 10. – С. 61–64.

46. Лякишев Н.П., Банных О.А. Новые конструкционные стали со сверхравновесным содержанием азота // Перспективные материалы. – 1995. – № 1. – С. 73–82.

47. Шпайдель М.О., Новые азотсодержащие аустенитные нержавеющие стали с высокими прочностью и пластичностью // МиТОМ. – 2005. – №11. – С. 9–14.

48. Рашев Ц., Высокоазотистые стали. Металлургия под давлением // Изд-во БАН. Проф. Марин Дринов. – 1995. – 268 с.

49. Baba H., Katada Y., Role of nitrogen the corrosion behavior of austenitic stainless steels // Corrosion Science. – V. 44. – P. 2393–2407.

50. Ригина Л.Г., Васильев Я.М., Дуб В.С. и др. Легирование стали азотом // Электрометаллургия. – 2005. – № 2. – С. 14–21.

51. Тонышева О.А., Вознесенская Н.М. Перспективные высокопрочные коррозионностойкие стали, легированные азотом (сравнительный анализ) // Авиационные материалы и технологии. – 2014. – № 3. – С. 27–32.

52. Костина М.В., Банных О.А., Блинов В.М., Дымов А.В. Легированные азотом хромистые коррозионно-стойкие стали нового поколения // Материаловедение. – № 2(47). – С. 35–44.

53. Капуткина Л.М., Медведев М.Г., Прокошкина В.Г. и др., Влияние легирования азотом на упрочнение и стабильность аустенита стали типа X18H10 // Известия ВУЗов. Черная металлургия. – 2014. – Т. 57. – № 7. – С. 43–50.

54. Капуткина Л.М., Смарыгина И.В., Капуткин Д.Е. и др. Влияние добавки азота на физико-химические свойства и сопротивление коррозии коррозионно-стойких сталей // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2015. – № 7(721). – С. 29–35.

55. Baboian Ed.R. Corrosion Test and Stanolarts: Application and Interpretation // USA: ASTM. – 1995. – 730 p.

56. Kasahara K., Maruhiko A. Влияние высокого содержания азота на механические свойства и питтинговую коррозию // Тэцу то хаганэ. – 1986. – Т. 72. - № 13. – 1444 с.

57. Шапиро М.Б., Барсукова И.М. Влияние азота на коррозионную стойкость низкоуглеродистой аустенитной стали // Защита металлов. – 1984. – Т. 20, № 2. – С. 250–254.

58. Науменко В.В., Шлямнев А.П., Филиппов Г.А. Азот в аустенитных нержавеющих сталях различных систем легирования // Металлург. – 2011. - № 6. - С. 46-53.

59. Базалеева К.О. Механизмы влияния азота на структуру и свойства сталей // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2005. – № 10(604). – С. 17–24.

60. Катада Э., Ванишцу Н., Бабак Х. Стали с повышенным содержанием азота, разработанные в национальном институте материаловедения // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2005. – № 11(605). - С. 14–16.

61. Костина М.В., Банных О.А., Блинов В.М. Особенности сталей, легированных азотом // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2000. – № 12. – С. 3–6.

62. Шабалов И.П., Шлямнев А.П., Щукина Л.Е. Структура, механические свойства и коррозионная стойкость нержавеющих сталей с азотом // Проблемы черной металлургии и материаловедения. – 2016. – № 1. – С. 41–47.

63. Конева Н.А. Физика прочности металлов и сплавов // Соросовский образовательный журнал. – 1997. – № 7. – С. 95–102.

64. Эфрос Н.Б., Лоладзе Л.В., Заика Т.П., Шишкова Н.В. и др. Структура и механизмы упрочнения высокоазотистых аустенитных сталей. // Физика и техника высоких давлений. – 2007. – Т. 17. – № 1. – С. 141–146.

65. Портной В.К. Дефекты кристаллического строения и методы их анализа // Учебник. - Изд. ДомМИСиС. – 2015. – 508 с.

66. Полухин П.И., Гун Г.Я., Галкин А.М. Сопротивление пластической деформации металлов и сплавов // Металлургия. – 1976. – 488 с.

67. Трефилов В.И., Моисеев В.Ф., Печковский Э.П. и др. Деформационное упрочнение и разрушение поликристаллических металлов / под ред. Трефилова В.И. – Наукова думка / 2-е изд., перераб. и доп. – 1989. – 256 с.

68. Максимкин О.П. Дефекты упаковки, их энергия и влияние на свойства облученных металлов и сплавов. – Алматы. – 2010. – 70 с.

69. Pickering F.B. Physical Metallurgy and the Design of Steels // London: Applied Science Publishers, 1978.

70. Терещенко Н.А., Уваров А.И., Яковлева И.Л. Влияние деформационных двойников на упрочнение хромомарганцевых аустенитных сталей // Деформация и разрушение материалов. – 2010. – № 3. – С. 1-6.

71. Римкевич В.С., Буцкий Е.В., Курасов В.И. и др. О возможности легирования металла азотом из газовой фазы // Электрометаллургия. – 2000. – № 2. – С. 14–16.

72. Линчевский Б.В., Ригина Л.Г, Тахиров А.А. Поведение азота в хромомарганцовистой стали, легированной азотом, при плавке ЭШП // Электрометаллургия. – 2010. - № 9. - С. 7-10.

73. Милюц В.Г., Цуканов В.В., Калинин Г.Ю. Освоение технологии выплавки высокопрочной аустенитной коррозионностойкой азотсодержащей стали с применением оборудования большой вместимости // Металлург. – 2014. - № 9. - С. 93–97.

74. Калинин Г.Ю. Получение листового проката азотсодержащей высокопрочной коррозионно-стойкой стали с применением электрошлакового переплава // Электрометаллургия. – 2008. - № 8. - С. 6-20.

75. Ригина Л.Г., Берман Л.И., Лебедев А.Г. Выплавка высокохромистых сталей и сплавов с низким содержанием азота // Тяжелое машиностроение. – 2016. - № 11-12. – С. 19–22.

76. Свяжин А.Г., Капуткина Л.М. Стали, легированные азотом // Известия вузов. Черная металлургия. – 2005. – № 10. – С. 36–46.

77. Мурадян О.С., Галикеев И.А. Опыт выплавки высокоазотистых немагнитных коррозионно-стойких сталей // Черные металлы. – 2013. – Май. – С. 10–13.

78. Гуляев А.П. Нержавеющие хромомарганцевоникельазотистые стали с титаном, ниобием и молибденом // МиТОМ. – 1962. - № 2. – С. 21.

79. Карнаухов М.М., Морозов А.Н. Кинетика растворения азота в жидком железе и сплавах его с кремнием // Известия АН СССР: ОТН – 1947. - № 6. - С. 735–747.

80. Siwka J. Equilibrium constants and nitrogen activity in liquid metals and iron alloys // Czestochowa University of Technology. - 2008. - No. 4. – P. 385-394.

81. Блинов В.М., Банных О.А., Костина М.В., Ригина Л.Г., Блинов Е.В. Влияние легирования на предельную растворимость азота в коррозионно-стойких низкоуглеродистых сплавах Fe-Cr-Mn-Ni-Mo // Металлы. – 2004. - № 4. - С. 42–49.

82. Свяжин А.Г., Баженов В.Е., Капуткина Л.Г., Сивка Е., Киндоп В.Э. Критическая концентрация азота в высокоазотистых сталях, обеспечивающая получение плотного слитка // Металлург. – 2014. - № 11. - С. 41-46.

83. Jang J., Seo S., Jiang M. et al. Nitrogen Solubility in Liquid Fe-C Alloys // ISIJ International. – 2014. – V. 54. – No 1. - P. 32-36.

84. Колпишон Э.Ю., Иванова М.В., Шитов Е.В. Азотсодержащие стали эквивалентного состава // Черные металлы. – 2007. – Февраль. - С. 10-12.

85. Аверин В.В. Растворимость кислорода, азота и активность элементов – раскислителей в расплавах на основе железа, кобальта, никеля и хрома: автореф. дисс. – М., 1960.

86. Прокошкина В.Г., Капуткина Л.М., Свяжин А.Г., Кристаллизация и условия получения плотного слитка высокоазотистых сталей // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2002. - № 10. - С. 9–10.

87. Капуткина Л.М., Свяжин А.Г., Прокошкина В.Г. Растворение и выделение избыточных фаз и распределение азота между твердым раствором и нитридами в коррозионностойкой стали // Металлы. – 2006. - № 5. – С. 88–94.

88. Свяжин А.Г., Капуткина Л.М., Баженов В.Е. и др. Фазы и дефекты при кристаллизации легированных азотом нержавеющих сталей // Физика металлов и металловедение. – 2013. – Т. 116. – № 6. – С. 585–594.

89. Медовар Б.И. Сварка хромоникелевых аустенитных сталей. – М.: Машгиз, 1954. – 175 с.

90. Гривняк И.Г. Свариваемость сталей / пер. со словац. Гончаренко Л.С.; под ред. Э. Л. Макарова. – М.: Машиностроение. - 1984. – 216 с.

91. Сварка и свариваемые материалы. Справочник в 3-х томах / под общ. ред. Волченко В.Н. Т. 1: Свариваемость материалов. – М., 1991. – 528 с.

92. Каховский Н.И. Сварка нержавеющих сталей // Киев: Техніка, 1968. – 312 с.

93. Малышевский В.А., Создание высокопрочных корпусных сталей – от первых экспериментов до наших дней // Вопросы материаловедения. – 2011. - № 1(65). - С. 1-27.

94. Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В., Блинов Е.В., Мурадян С.О. О возможности применения в российском арматуростроении аустенитных азотистых сталей // Арматуростроение. – 2014. – № 89. – С. 67-76.

95. Калинин Г.Ю., Харьков А.А., Фомина О.В., Голуб Ю.В. К вопросу о перспективах широкого внедрения аустенитных сталей, легированных азотом журнал // Морской вестник. – 2010. - № 4 (36). - С. 82-83.

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

97. Lippold J.C., Savage W.F. Solidification of austenitic stainless steel weldments, I: A proposed mechanism // Welding Journal. - 1979. – V. 58(12). – P. 362-374.

98. Allan G., Castability solidification mode and residual ferrite distribution in highly alloyed stainless steels // European Commission, EUR 13941 Steelmaking. – 1997. - P. 85.

99. Petrovič D.S., Klančnik G., Pirnat M., Medved J. Differential scanning calorimetry study of solidification sequence of austenitic stainless steel // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. -2011. - V. 105. - Issue 1. - P. 251-257.

100. Казаков А.А., Шахматов А.В., Колпишон Э.Ю. Литая структура и наследственность высокохромистой стали с азотом // Тяжелое машиностроение. – 2015. - №1-2.

101. Семенова Л.М., Аустенитная наследственность в конструкционных сталях. – Волгоград: ВолгГТУ. – 2004. - 136 с.

102. Металлография железа. С атласом микрофотографий / под ред. акад. Тавадзе Ф.Н.; пер. с англ. Херодинашвили З.Ш., Даниленко Л.П. – Т. 3: Кристаллизация и деформация сталей. – М., 1972

103. ГОСТ 5632-72. Стали высоколегированные и сплавы коррозионно-стойкие жаростойкие и жаропрочные. Марки. / Введен 1975-01-01. / Издательство стандартов. –1994. – 60 с.

104. Gross M. R. Magnetic permeability of so-called "non-magnetic" metallic materials // Journal of the American Society for Naval Engineers. – 1954. – February. – V. 66. – Issue 1. – P. 215–245.

105. Olson D.L. Prediction of austenitic weld metal microstructure and properties // Welding Journal. – 1985. – No 64(10). – P. 281–295.

106. Balmforth M.M.S. Thesis. Ohio State University, 1988.

107. Schaffler A.I. Constitution diagram for stainless steel weld metal // Metal Progress. – 1949. – No 56.

108. Delong W.T., Ostorm G.A., Szumachowski E.R Measurement and calculation of ferrite in stainless steel weld metal // Welding Journal. – 1956. – No 35(11). – P. 521–528.

109. Long C.J., DeLong W.T. The ferrite content of austenitic stainless steel weld metal // Welding Journal. – 1973. – No 52(7). – P. 281-297.

110. Hull F.C. Delta Ferrite and Martensite Formation in Stainless Steels // Welding Journal. – 1973. - V. 52(5), Res. Suppl. – P. 193–203.

111. Linnert G. E. Welding Research Council Bulletin Series. – 1958. – No. 43.

112. Speidel M. High Nitrogen Steels, HNS 2009 // Proceedings of the 10th International Conference. – 2009. – P. 121.

113. Uggowitzer P.J., Magdowski R., Speidel M.O. Nickel Free High Nitrogen Austenitic Steels // ISIJ International. – V. 36(1996). – No. 7, P. 901–908.

114. Флемингс М. Процессы затвердевания / пер. с англ. – М.: Мир. - 1977. – 423 с.

115. Емельянов К.И., Голод В.М. Влияние структурной микронеоднородности на развитие дендритной ликвации при кристаллизации стали // Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. – 2013. – No 3(178). – С. 163–168.

116. Fu J.W., Yanga Y.S, Guo J.J., Ma J.C., Tong W.H. Formation of two-phase coupled microstructure in AISI 304 stainless steel during directional solidification // J. Mater. Res. - 2009. - V. 24. - No 7. - P. 2385-2390.

117. Padilha A.F., Tavares C.F., Martorano M.A. Delta Ferrite Formation in Austenitic Stainless Steel Castings // Materials Science Forum. – 2013. – V. 730–732. – P. 733–738. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.730-732.733

118. Congfeng Wu, Shilei Li, Changhua Zhang, Xitao Wang Microstructural evolution in 316LN austenitic stainless steel during solidification process under different cooling rates // Journal of Materials Science. – 2016. – February – P. 2529–2539.

119. Miettinen J., Louhenkilpi S., Kytönen H., Laine J. IDS: Thermodynamic kinetic empirical tool for modelling of solidification, microstructure and material properties // Mathematics and Computers in Simulation 80 (2010). – P. 1536–1550.

120. Шахматов А.В., Колпишон Э.Ю., Казаков А.А. Исследование морфологии δферрита по сечению слитка литой высокоазотистой стали // Тяжелое машиностроение. – 2016. -№ 7-8. – С. 9–11

121. Fu J.W., Yang Y.S., Guo J.J. and Tong W.H. Effect of cooling rate on solidification microstructures in AISI 304 stainless steel, Materials Science and Technology. – 2008. – V. 24. – No 8. – P. 941–944.

122. Stainless Steel World (ISSN 1383 7184): URL: http://www.stainless-steel-world.net/pdf/11022.pdf

123. Лившиц Л.С. Металловедение для сварщиков. – М.: Машиностроение, 1979 – 253 с.

124. Пикеринг Ф.Б. Физическое металловедение и разработка сталей. – М.: Металлургия, 1982. – 184 с.

125. Ljungstrom L.G. The Influence of Trace Elements on the Hot Ductility of Austenitic 17CrI3NiMo-Steel // Scand. J. Metall. – 1977. – V. 6. – P. 176–184.

126. Demk H. Deformation under Hot Working Conditions. – London: The Iron and Steel Institute, 1968. – P. 135.

127. Brooks J.A., Thompson A.W., Williams C.A Fundamental Study of the Beneficial Effects of Delta Ferrite in Reducing Weld Cracking // Supplement to the welding journal. -1984. – March. – P. 71–83.

128. Kane R.H. The Hot Deformation of Austenite. New York, Balance J.B. (Ed.). – 1977. - P. 457–498.

129. Brooks J.A. Weldability of High N, High Mn Austenitic Stainless Steel // Welding Research Supplement. – June, 1975 – P. 189–195.

130. Priceputu I.L., Moisa B., Chiran A., Nicolescu G., Bacinschi Z. Delta Ferrite Influence in AISI 321 Stainless Steel Welded Tubes // The Scientific Bulletin of Valahia University: Materials and Mechanics. -2011. - No 6 (year 9) - P. 87-96.

131. Kujanpaa V.P., David S.A., White C.L., Formation of Hot Cracks in Austenitic Stainless Steel Welds – Solidification Cracking // Welding Research Supplement. – 1986. – August. – P. 203–212.

132. Lundin C.D., Lee C.H., Menon R. Hot Ductility and Weldability of Free Machining Austenitic Stainless Steel // Welding Research Supplement. – 1988. – June. – P. 119–130.

133. Robino C.V., Michel J.R., Maguire M.C. The solidification and weld metallurgy of galling resistant stainless steels // Welding Journal. – 1998. – V. 77(11). – P. 446–457.

134. Tehovnik F., Vodopivec F., Kosec L., Godec M. Hot ductility of austenite stainless steel with a solidification structure, materiali in tehnologije. – 2006. – V. 40. – P. 129–137.

135. Saied M. Experimental and numerical modeling of the dissolution of delta ferrite in the Fe-Cr-Ni system: application to the austenitic stainless steels. URL: https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01337983

136. Sung Yu Kim, Hyuk Sang Kwon, Heesan Kim. Effect of delta ferrite on Corrosion Resistance of Type 316L Stainless Steel in Acidic Chloride Solution by Micro-droplet Cell // Solid State Phenomena. – 2007. – V. 124–126. – P. 1533–1536.

137. Kazakov A.A., Shakhmatov A., Badrak R., Kolpishon E. Metallurgical Nature of the As-Cast Microstructure of High-Nitrogen, High-Manganese Stainless Steels // Materials Performance and Characterization. – V. 6. – No 3. – P. 272–280. URL: https://doi.org/10.1520/MPC20160026. ISSN 2165-3992.

138. Шахматов А.В. Выбор состава и прогнозирование свойств высокопрочных азотсодержащих коррозионно-стойких сталей для немагнитных бурильных труб: дисс. на соиск. степ. канд. техн. наук. – СПб., 2017

139. Грачев С.В., Бараз В.Р., Богатов А.А. и др. Физическое металловедение // Екатеринбург: Изд-во УГТИ-УПИ, 2001. - 534 с.

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

141. Дзугутов М.Я. Пластическая деформация высоколегированных сталей и сплавов. М.: Металлургия. – 1977. – 2-е изд., перераб. и доп. - 480 с.

142. Рахштадт А.Г., Капуткина Л.М., Прокошкин С.Д., Супов А.В. Металловедение и термическая обработка стали и чугуна: Справочник. Т. 3: Термическая и термомеханическая обработка стали и чугуна. – М.: Интермет Инжиниринг, 2007. – 920 с.

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

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

145. Hardwick D., Tegart W.J. Structural Changes during the Deformation of Copper, Aluminum and Nickel at High Temperatures and High Strain Rates // J. Inst. Metal. – 1961. – V. 90. – P. 17–23.

146. Коджаспиров Г.Е., Рудской А.И., Рыбин В.В. Физические основы и ресурсосберегающие технологии изготовления изделий пластическим деформированием. – М.: Наука, 2006. – 350 с.

147. Рекристаллизация металлических материалов / ред. Хесснер Ф. - Металлургия. – 1982. – 352 с.

148. Rios P.R, Siciliano Jr F.S., Sandim H.C., Plaut R.L., Padilha A.F. Nucleation and Growth During Recrystallization // Materials Research. – V. 8. – No 3. – 2005/ – P. 225–238.

149. Кан Р. Физическое металловедение / пер. с англ. – Мир. – 1968. – Т. 3. – 484 с.

150. Бернштейн М.Л. Структура деформированных металлов // Металлургия. – 1977. – 431 с.

151. Koh P.K., Dunn C.G. Cold-rolled textures of silicon-iron crystals // J. of Metals. – 1955. – V. 7. – No 2. – P. 401–406.

152. Hu H. Recovery and Recrystallization // Interscience. – 1963. – P. 311.

153. Fujita H. Direct observation subgrain-growth of cold-worked aluminium by means of electron microscopy // Journal of the Physical Society of Japan. – 1961. – V.16. – No 3. – P. 397-406.

154. Doherty R.D., Hughes D.A, Humphreys F.J., Jonas J.J. et al. Current issues in recrystallization: a review. // Materials Science and Engineering. – A238 (1997). – P. 219–274

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

156. Иванов Ю.Ф., Коваленко В.В., Козлов Э.В., Громов В.Е. Градиентные структурно-фазовые состояния в сталях // Новосибирск: Наука. – 2006. – 280 с.

157. Sakai T.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.

158. Бернштейн М.Л., Займовский В.А., Капуткина Л.М. Термомеханическая обработка стали. – М.: Металлургия. – 1983. – 480 с.

159. Ponge D., Gottstein G. Necklace formation during dynamic recrystallization: mechanisms and impact on flow behavior // Acta mater. – 1998. – V. 46. – No 1. – P. 69–80

160. Roberts W., Boden H., Ahlblom B. Metal Sci. - 1979. - No 13. - P. 195-205.

161. Olasolo M., Uranga P., Rodriguez-Ibabe J.M., Lopez B. Effect of austenite microstructure and cooling rate on transformation characteristics in a low carbon Nb–V microalloyed steel // Materials Science and Engineering. – 2011. – A528. – P. 2559–2569.

162. Garcia-Mateo C., Lopez B., Rodriguez-Ibabe J.M. Static recrystallization kinetics in warm worked vanadium microalloyed steels // Materials Science and Engineering. – A303. – 2001. – P. 216–225.

163. Hoseini Asli, Zarei-Hanzaki A. Dynamic Recrystallization Behavior of a Fe–Cr–Ni Super-Austenitic Stainless Steel // J.Mater. Sci. Technol. – V. 25. – No.5. – 2009. – P. 603–606.

164. Sobotova J. The study of kinetic recrystallization of hot formed austenitic Ti stabilized stainless steel // Materials Engineering. - 2009. - V.16. – No 4. –P. 15-16.

165. Belyakov A., Sakai T., Miura H., Kaibyshev R., Tsuzaki K. Continuous recrystallization in austenitic stainless steel after large strain deformation // Acta Materialia. – No 50. – 2002. – P. 1547–1557.

166. Dehghan-Manshadi, Barnett M.R., Hodgson P.D. Recrystallization in AISI 304 austenitic stainless steel during and after hot deformation // Materials Science and Engineering. – A485. – 2008. - P. 664–672.

167. Куницкая И.Н., Спектор Я.И., Ольшанецкий В.Е., Тумко А.Н. Термокинетические диаграммы и механизмы рекристаллизации при многопроходной горячей деформации // Нові матеріали і технології в металлургії та машинобудуванні. – 2009. – № 1. – С. 11–17.

168. Куницкая И.Н., Спектор Я.И., Ольшанецкий В.Е., Ноговицын А.В. Об энергетике структурообразования при горячей деформации прокаткой аустенитной стали // Нові матеріали і технології в металлургії та машинобудуванні. – 2009. – № 2 – С. 17–22.

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

170. Разуваев Е.И., Капитаненко Д.В., Влияние термомеханической обработки на структуру и свойства аустенитных сталей // Труды ВИАМ, эл. журнал. – 2013. – № 5. http://viam-works.ru/ru/articles?art\_id=32 171. Викторов Н.А. Горячая пластичность стали 08Х18Н10Т // Металловедение и термическая обработка металлов. - 2011. – № 6. – С. 8–9.

172. Тарасенко Л.В., Шалькевич А.Б. Образование фазы Лавеса в жаропрочной аустенитной стали при длительных нагревах // МиТОМ. – 2011. - № 3. – С. 21–24.

173. Супов А.В., Канев В.П., Одесский П.Д. Металловедение и термическая обработка стали и чугуна. Термическая и термомеханическая обработка стали и чугуна: Справочник. // М.: Интермет Инжиниринг. – 2007. – С. 137–145.

174. Коджаспиров Г.Е., Рыбин В.В., Апостолопоулос Х. Роль мезоструктуры при термомеханической обработке металлических материалов // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2007. – № 1(619). – С. 30–34.

175. Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В. Исследование эволюции структуры азотистой коррозионно-стойкой аустенитной стали 06Х21АГ10Н7МФБ при термодеформационном и термическом воздействии // Вопросы материаловедения. – 2006. – №1(45). – С. 9–22.

176. Блинов В.М., Пойменов И.Л. и др. Влияние горячей деформации на структуру и механические свойства высокоазотистых немагнитных сталей // Структура и физикомеханические свойства немагнитных сталей. – Наука. – 1986. – С. 30-33.

177. Калинин Г.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.

178. Капуткина Л.М., Прокошкина Д.Г., Свяжин А.Г. Влияние высокотемпературной термомеханической обработки на механические свойства конструкционных азотсодержащих сталей // МиТОМ. – 2010. – № 7. – С. 46-49.

179. Капуткина Л.М., Прокошкина Д.Г., Хадеев Г.Е., Диаграммы горячей и теплой деформации и деформационное старение аустентных азотсодержащих сталей // МиТОМ. – 2013. – № 6. – С. 38–43.

180. Блинов Е.В., Хадыев М.С. Исследование структуры и механических свойств коррозионно-стойких высокоазотистых сталей 04Х22АГ15Н8М2Ф и 05Х19АГ10Н7М2ФБ после горячей деформации // Металлы. – 2012. – №2. – С. 93–99.

181. Блинов В.М., Вознесенская Н.М., Банных И.О., Тонышева О.А. Влияние температуры прокатки на структуру и механические свойства высокоазотистых аустенитных сталей 05Х21Г9Н7АМФ и 04Х22Г12Н4АМФ // Деформация и разрушение материалов. – 2015. – № 2. – С. 26–30.

182. Арзамасов Б.Н., Сидорин И.И., Косолапов Г.Ф. Материаловедение // Учебник под общ. ред. Арзамасова Б.Н. – М.: Машиностроение. – 1986. – 2-е изд. – 384 с.

183. Беляков А.Н. Динамическая и статическая рекристаллизация в металлических материалах, подвергнутых большим пластическим деформациям: дисс. на соиск. степ. д-ра физ.-мат. наук. – М., 2013. – 265 с.

184. Medina S.F., Quispe A. Improved Model for Static Recrystallization Kinetics of Hot Deformed Austenite in Low Alloy and Nb/V Microalloyed Steels // ISIJ International. – 2001. – V. 41. – No. 7. – P. 774–781.

185. Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В., Чорнаморян С.А. Структура и свойства высокоазотистых аустенитных сталей для высоконагруженных сварных конструкций // Металлы. – 2001. – № 5. – С. 79–89.

186. Банных И.О., Бочарова И.О, Зверева Т.Н. Об особенностях формирования структуры высокоазотистых аустенитных сталей при закалке // Металлы. – 2011. – № 5. – С. 49–53

187. Банных И.О. О влиянии режимов закалки на формирование зеренной структуры и механические свойства высокоазотистых аустенитных сталей 02Х20АГ14Н8МФ и 02Х20АГ12Н4 // Металлы. – 2015. – № 6. – С. 20–24.

188. Банных И.О., Севостьянов М.А., Пруцков М.Е., Исследование влияния термической обработки на механические свойства и структуру высокоазотистой аустенитной стали 02Х20АГ10Н4МБФ // Металлы. – 2016. – № 4. – С. 39–44.

189. Lo K.H., Shek C.H., Lai J.K.L. Recent developments in stainless steels // Materials Science and Engineering R. – 2009. – V. 65. – P. 39–104.

190. Мурадян С.О. Структура и свойства литейной коррозионностойкой стали, легированной азотом : дисс. ... канд. техн. наук: 05.16.01 / Мурадян Саркис Ованесович [Место защиты: Ин-т металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН]. – Москва, 2016. – 132 с.; ил.

191. Лашко Н.Ф., Заславская Л.В., Козлова М.Н., Морозова Г.И., Сорокина К.П., Яковлева Е.Ф. Физико-химический фазовый анализ сталей и сплавов. Изд. 2-е. – М., Металлургия. – 1978. – 336 с.

192. Chih Chun Hsieh, Weite Wu. Overview of Intermetallic Sigma ( $\sigma$ ) Phase Precipitation in Stainless Steels // ISRN Metallurgy. V. 2012. – 16 p. doi:10.5402/2012/732471

193. Padilha A.F., Rios P.R. Decomposition of austenite in austenitic stainless steels // ISIJ International. – 2002. – V.42. – No 4. – P.325–337.

194. Жуховицкий А.А., Шварцман Л.А. Физическая химия. – М.: Металлургия. – 1976. – 687 с.

195. Сайфуллин Р.С. Неорганические композиционные материалы. М.: Химия, 1983. – 304с.

196. Банных О.А., Бецофен С.Я., Блинов В.М и др. Исследование фазовых превращений в азотсодержащих сталях методом высокотемпературной рентгенографии // Металлы. – 2006. – № 5. – С. 15–22.

197. Ikegami Y., Nemoto R. Effect of Thermo-mechanical Treatment on Mechanical Properties of High-nitrogen Containing Cr–Mn–Ni Austenitic Stainless Steels // ISIJ International. – 1996. – V. 36, N 7. – P. 855–861.

198. Эфрон Л.И. Металловедение в большой металлургии. Трубные стали. М.: Металлургиздат, 2012. – 696 с.

199. Голод В.М., Савельев К.Д. Вычислительная термодинамика в материаловедении: учеб. пособие. – СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2010. – 217 с.

200. Suehiro M., Sato K., Tsukano Y., Yada H., Senuma T., Matsumura Y. Computer modeling of microstructural change and strength of low carbon steel in hot strip rolling // Trans. Iron Steel Inst. Jpn. 1 987. Vol. 27. P. 439–445.

201. Beynon J.H., Sellars C.M. Modelling microstructure and its effects during multipass hot rolling // ISIJ Intern. – 1992. – V. 32. No 3. – P. 359–367.

202. Militzer M., Hawbolt E.B., Meadowcroft T.R. Microstructure Model for Hot Strip Rolling of High Strength Low Alloy Steels // Metall. Mater. Trans. – 2000. – V. 31A. – P. 1247–1259.

203. Siciliano F., Jr., Minami K., Maccagno T.M., Jonas J.J. Mathematical Modeling of the Mean Flow Stress, Fractional Softening and Grain Size during the Hot Strip Rolling of C-Mn Steels // ISIJ Intern. – 1996. – V. 36. – P. 1500–1506.

204. Колмогоров А.Н. К статистической теории кристаллизации металлов // Изв. АН СССР. Сер. Матем. – 1937. № 1(3). – С. 355–359

205. Johnson W.A., Mehl R.F. Reaction kinetics in processes of nucleation and growth // Trans. AIME. – 1939. – V. 135. – P. 416

206. Zurob H.S., Hutchinson C.R., Brechet Y., Purdy G. Modeling recrystallization of microalloyed austenite: effect of coupling recovery, precipiation and recrystallization // Acta Metall Mater. – 2002. – V. 50. – Issue 12. – P. 3075–3092.

207. Рудской А.И., Колбасников Н.Г. Управление структурой и свойствами сталей при горячей деформации // Заготовительные производства в машиностроении. – 2012. – № 10. – С. 22–30.

208. Зисман А. А., Сошина Т. В., Хлусова Е. И. Построение и использование карт структурных изменений при горячей деформации аустенита низкоуглеродистой стали 09ХН2МДФ для оптимизации промышленных технологий // Вопросы материаловедения. – 2013. – № 1(73). – С. 37–47.

209. Райнхарт Дж.С., Пирсон Дж. Поведение металлов при импульсивных нагрузках / пер. с англ. Ленского В.С. – М.: Изд-во Иностранной литературы, 1958. – 295 с.

210. Эпштейн Г.Н., Кайбышев О.А. Высокоскоростная деформация и структура металлов. – М.: Металлургия, 1971. – 256 с.

211. Ващенко А.П., Степанов Г.В., Токарев В.М., Леонов В.П., Мотовилина Г.Д., Эглит А.С. Влияние скорости нагружения на механические свойства сталей разного уровня прочности // Проблемы прочности. – 1989. – № 10. – С. 42–48.

212. Семичев А.Н., Проскурин В.В., Рыбачев А.С. Механические свойства стали 12Х18Н10Т при различных температурах и скоростях деформации // Машиностроитель. – 2004. – № 4. – С. 41–42.

213. Мейер JI.В., Кунце Х.Д., Сейферт К. Динамические свойства высокопрочных сталей при растяжении/ Ударные волны и явления высокоскоростной деформации металлов – М.: Металлургия, 1984. – С. 61–67.

214. Рыбин В.В. Структурно-кинетические аспекты развитой пластической деформации // Известия вузов. Физика. – 1991. – №3. – С. 7–22.

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

216. Рубцов А.С., Рыбин В.В. Структурные особенности пластической деформации на стадии локализованного течения // ФММ. – 1977. – Т. 44. – Вып.3. – С. 611–672.

217. Трощенко В.Т., Лебедев А.А., Стрижало В.А. и др. Механическое поведение материалов при различных видах нагружения. – Киев: Логос, 2000. – 571 с.

218. Nesterova E.V., Bacroix B., Teodosiu C. Microstructure and texture evolution under strain-path changes in low carbon interstitial-free steel // Metall. and Mater. Trans. -2001. - V. 32A. - P. 2527-2538.

219. Бубнов В.А., Костенко С.Г. Механизм упрочнения аустенитных сталей при пластическом деформировании // Известия вузов. Машиностроение. – 2008. – № 6. – С. 63–70.

220. Крупин А.В., Соловьев В.Я., Попов Г.С., Кръстев М.Р. Обработка металлов взрывом. – М.: Металлургия, 1991. – 496 с.

221. Ударные волны и явления высокоскоростной деформации металлов /под ред. Мейерса М. А., Мурра Л. Е. – М.: Металлургия, 1984. – 512 с.

222. Трощенко В.Т. и др. Прочность материалов и конструкций. – Киев: Академпериодика, 2005. – 1088 с.

223. Дерибас А.А. Физика упрочнения и сварки взрывом. – Новосибирск: Наука, 1980. – 221 с.

224. Эпштейн Г.Н. Строение металлов, деформированных взрывом / Эпштейн Г.Н. –2е изд., перераб. и доп. // Металлургия. – 1988. – 280 с.

225. Гаврильев И.Н., Дерибас А.А., Зельдович В.И. и др. Структура и механические свойства аустенитной хромомарганцевой стали после нагружения ударными волнами // ФММ. – 1988. – Т. 65. – Вып. 4. – С. 801–808.

226. Терещенко Н.А., Зельдович В.И., Уваров А.И., Фролова Н.Ю. Влияние давления при ударно-волновом нагружении на развитие прерывистого распада в аустенитной азотсодержащей стали при последующем нагреве // ФММ. – 2006. – № 6. – С. 618–625.

227. Блинов В.М., Черногорова О.П., Дроздова Е.И., Афанасьев И.А. Влияние ударно-

волновой обработки на структуру и упрочнение аустентных сталей // Металлы. – 2006. – № 2. – С. 77–88.

228. Остапчук В.В., Исследование структуры и свойств нержавеющих сталей после высокоскоростного деформирования // Вопросы проектирования и производства конструкций летательных аппаратов: сб. научн. тр. Харьков: М-во образования и науки Украины, 2011. – Вып. 2(66). – С. 93–97.

229. Батьков Ю.В., Глушак Б.Л., Новиков С.А. Сопротивление материалов пластической деформации при высокоскоростном деформировании в ударных волнах. (Обзор). М.: ЦНИИатоминформ. – 1990. – 97 с.

230. Хлусова Е.И. Создание хладостойких сталей и технологии их производства для морских сварных конструкций, эксплуатирующихся в экстремальных условиях: диссертация доктора технических наук : 05.16.01 / Хлусова Елена Игоревна [Место защиты: ЦНИИ КМ «Прометей»]. – Санкт-Петербург, 2008. – 407 с.

231. Блинов Е.В., Терентьев В.Ф., Просвирнин Д.В. Механические свойства при статическом и циклическом деформировании азотсодержащей аустенитной стали // Металлы. – 2016. – № 5. – С. 22–26.

232. Григорьев Е.Г., Перлович Ю.А., Соловьев Г.И., Удовский А.Л., Якушин В.Л. Физическое материаловедение: уч. для вузов / под общ. ред. Калина Б.А. – Т. 4: Физические основы прочности. Радиационная физика твердого тела. Компьютерное моделирование. – М.: МИФИ, 2008. – 696 с.

233. Панин В.Е., Гриняев Ю.В., Данилов В.И. и др. Структурные уровни пластической деформации и разрушения. – Новосибирск: Наука, 1990, – 255 с.

234. Иванова В.С., Терентьев В.Ф. Природа усталости металлов. – М.: Металлургия. – 1975. – 456 с.

235. Фридман Я.Б. Механические свойства металлов. – М: Машиностроение, 1974. – Т. 2. – 368 с.

236. Дронов В.С., Дубенский Г.Г., Троицкий И.В. Механика разрушения. –Тула: Издво ТулГУ, 1999. – 272 с.

237. Грачев С.В. Термическая обработка и сопротивление сплавов повторному нагружению. – М.: Металлургия. – 1976. – 153 с.

238. Коцаньда С. Усталостное растрескивание металлов, 3-е изд., перераб. и доп. – пер. с польск./ под ред. Яремы С.Я. – М.: Металлургия. – 1990. – 623 с.

239. Воробьев С.В, Громов В.Е., Иванов Ю.Ф., Сизов В.В, Софрошенко А.Ф. Формирование нанокристаллической структуры и усталостная долговечность нержавеющей стали // Известия ВУЗов, Черная металлургия. –2012, №4, С. 51–53.

240. Этерашвили Т.В. Изучение усталостных процессов в аустенитных сталях, происходящих в пластической зоне перед вершиной микротрещины (I) // ФММ. – 2006. – № 2. – С. 200–207.

241. Терентьев В.Ф, Колмаков А.Г., Блинов В.М., Блинов Е.В. Влияние содержания азота на усталость коррозионно-стойких сталей. Ч. 1. Аустенитные стали // Деформация и разрушение материалов. – 2007. – № 2. – С. 2–13.

242. Блинов Е.В., Терентьев В.Ф., Просвирнин Д.В., Блинов В.М., Бакунова Н.В. Циклическая прочность коррозионно-стойкой аустенитной азотсодержащей стали 05Х22АГ15Н8МФ в условиях повторного растяжения // Металлы. – 2012. – № 1. – С. 80–86.

243. Соснин О.В. Изменение зеренной структуры и фазового состава аустенитной стали при усталостном нагружении // Материаловедение. – 2003. – № 1. – С.27–32.

244. 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

245. Шлямнев А.П., Углов В.А., Филиппов Г.А., Шабалов И.П., Мухатдинов Н.Х. Нержавеющие стали с азотом: структура, свойства, вопросы технологии производства // Бюлл.: «Черная металлургия». – 2013. – № 2. – С. 42–57.

246. Горынин И.В., Рыбин В.В., Малышевский В.А., Калинин Г.Ю., Мушникова С.Ю., Малахов Н.В., Ямпольский В.Д. Создание перспективных принципиально новых коррозионностойких корпусных сталей, легированных азотом // Вопросы материаловедения. – 2005. – № 2(42). – С. 40–55.

247. Горынин И.В., Малышевский В.А., Голуб Ю.В., и др. Коррозионно-стойкая высокопрочная немагнитная сталь и способ ее термодеформационной обработки, патент РФ № 2392348 от 20.08.2008 г. Бюл. № 17 от 20.06.2010 г.

248. Калинин Г.Ю., Мушникова С.Ю., Нестерова Е.В., Харьков А.А. Исследование структуры и свойств высокопрочной коррозионно-стойкой азотистой стали 04Х20Н6Г11М2АФБ // Вопросы материаловедения. – 2006. – № 1(45). – С. 45–54.

249. Кузьмина Е.В., Калинин Г.Ю., Исследование влияния углерода, ванадия и ниобия на структуру, механические и коррозионные свойства аустенитной азотсодержащей стали 04Х20Н6Г11М2АФБ // Труды конференции молодых ученых и специалистов. – 2007. – С. 5–11.

250. Вихарева Т.В., Калинин Г.Ю. Исследование аустенитообразующих элементов на механические свойства и склонность к межкристаллитной коррозии аустенитной азотсодержащей стали 04Х20Н6Г11М2АФБ // Труды конференции молодых ученых и специалистов. – 2006. – С. 5–11.

251. Сагарадзе В.В., Уваров А.И., Печеркина Н.Л., Калинин Г.Ю., Мушникова С.Ю. Влияние упрочняющей обработки на структуру и механические свойства закаленной азотсодержащей аустенитной стали 04Х20Н6Г11М2АФ // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2008. – № 10 (640). – С. 33–38.

252. 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 05Х19Н5Г12АМ2БФ // Вопросы материаловедения, 2003, №4 (36), С. 5–11.

253. Калинин Г.Ю., Ямпольский В.Д. Влияние режимов горячей прокатки на структуру и упрочнение высокоазотистой коррозионно-стойкой маломагнитной стали 05Х19АГ10Н6МФБ // Вопросы материаловедения. – 2008. – № 1 (53). – С. 45–51.

254. Малышевский В.А., Калинин Г.Ю., Харьков А.А., Немтинов А.А. и др. Освоение производства листового проката из новых высокопрочных коррозионно-стойких азотистых сталей аустенитного класса // Черная металлургия: Бюллетень института «Черметинформация». – 2011. – № 1. – С. 50–54.

255. Мушникова С.Ю., Костин С.К., Сагарадзе В.В., Катаева Н.В. Структура, свойства и сопротивление коррозионному растрескиванию азотсодержащей аустенитной стали, упрочненной термомеханической обработкой // ФММ. – 2017. – Т. 118. – № 11. – С. 1123–1235.

256. Михеев В.А. Деформация листовой заготовки при формообразовании обтяжкой оболочек сложных форм с учетом технологической наследственности // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. – 2004. – Т. 6. – №2. – С. 414–422.

257. Михеев В.А., Зайцев В.М. Анизотропные материалы: Электронное учеб. пособие по практическим занятиям. – Самара, 2010. – 95 с.

258. Костин С.К. Коррозионное растрескивание в морской воде высокопрочных сталей различного структурно-фазового состава, дисс. на соиск. степ. канд. техн. наук. – СПб., 2018.

259. Радченко А.В., Радченко П.А. Ударно-волновые процессы и разрушение в анизотропных материалах и конструкциях. – Томск: Изд-во Том. гос. архит.-строит. ун-та, 2015. – 204 с.

260. Материалы для судостроения и морской техники. Справочник в 2-х т. / под ред. Горынина И.В. – СПб: НПО «Профессионал», 2009. – Т. 1. – 776 с.

261. Даниленко В.И., Миронов С.Ю., Беляков А.И., Жиляев А.П. Применение EBSD анализа в физическом материаловедении (обзор) // Заводская лаборатория, Диагностика материалов. – 2012. – Т. 78. – № 2. – С. 28–46.

262. Метод дифракции отраженных электронов в материаловедении / под ред. Шварца А., Кумара М., Адамса Б., Филда Д. – СПб.: ТЕХНОСФЕРА, 2014. – 544 с.

263. 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.

264. Барахтин Б.К., Немец А.М., Калинкин И.П. Металлы и сплавы. Анализ и исследование. Физико-аналитические методы исследования металлов и сплавов. Неметаллические включения. – СПб.: Профессионал, 2006. – 490 с.

265. Технические условия ТУ 5.961-11837-2004 «Прокат листовой горячекатаный из коррозионно-стойкой азотсодержащей аустенитной стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ»

266. Brooks J. A., Thompson A. W. Microstructural development and solidification cracking susceptibility of austenitic stainless steel welds // Int. Mater. Rev. – 1991. – V. 36. – No 16.

267. Siegel U., Spies H. J., Eckstein H. J. Effect of solidification conditions on the solidification sequence of austenitic chromium–nickel stainless steels // Steel Res. – 1986. – V. 57, N 25.

268. Martorano M. A., Tavares C. F. Padilha A. F. Predicting Delta Ferrite Content in Stainless Steel Castings // ISIJ International. – 2012. – V. 52, No 6. – P. 1054–1065.

269. 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.

270. Shen L. J., Ma Y. L., Xing S. Q. The Morphology and Content of  $\delta$  Ferrite in Non-Equilibrium Solidified 0Cr18Ni9 Austenitic Stainless Steel // Advanced Materials Research. – 2012. – V. 535–537. – P. 666–669.

271. Банных О.А., Блинов В.М., Блинов Е.В. Костина М.В., Мурадян С.С., Ригина Л.Г., Солнцев К.А. Высокопрочная литейная немагнитная коррозионностойкая сталь и изделие, выполненное из нее. Патент РФ № 2445397 от 23.06.2010, бюл. № 8 от 20.03.2012 г..

272. Казаков А.А., Орыщенко А.С., Фомина О.В., Житенев А.И., Вихарева Т.В., Управление природой δ-феррита в азотосодержащих хромоникельмарганцевых сталях // Вопросы материаловедения. – 2017. – №1(89). – С. 7–21.

273. Joseph R. D. Stainless Steels. – ASM International, 1994. – P. 576.

274. Elmer J.W., Allen S.M., Eagar T.W. Microstructural Development during Solidification of Stainless Steel Alloys // Met Trans. –1989. – V.20A. – P. 2117–2131.

275. Морозов А.Н. Водород и азот в стали / Морозов А.Н. – Изд. 2-е, перераб. М.: Металлургия. – 1968. – 284 С.

276. Фомина О.В., Костина М.В. Исследование влияния температурнодеформационных параметров при ВТМО на образование избыточных фаз в высокопрочной аустенитной азотсодержащей стали // Вопросы материаловедения. – 2017. – № 2 (90). – С. 17–28

277. Фомина О.В., Вихарева Т.В., Калинин Г.Ю., Грибанова В.Б. Исследование механизмов кристаллизации и структуры высокопрочной аустенитной азотсодержащей стали в литом состоянии // Металлург. – 2018. – № 6. – С. 22–27.

278. Вихарева Т.В. Управление структурой и свойствами маломагнитной стали при термической и термомеханической обработке на основе исследования кинетики выделения вторичных фаз и процессов рекристаллизации: автореф. дис. канд. техн. наук: 05.16.01 / Вихарева Т.В. [Место защиты: ФГУП «Центральный научно-исследовательский институт

конструкционных материалов «Прометей» имени И.В. Горынина Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»], 2018

279. Барахтин Б.К., Немец А.М. Металлы и сплавы. Анализ и исследование. Физикоаналитические методы исследования металлов и сплавов. Неметаллические включения: справочник/ под ред. Калинкина И.П. – СПб.: Профессионал, 2006. – 486 с.

280. Гудков А.А. Трещиностойкость стали / Гудков А.А. // Металлургия. – 1989. – 375 с.

281. Шпис Х.-И. Поведение неметаллических включений в стали при кристаллизации и деформации / пер. с нем. Еланского Г.Н. под ред. Кудрина В.А. – М.: Металлургия. – 1971. – 125 с.

282. Нехендзи Ю.А. Стальное литье // М.: Гос. научно-техн. изд-во лит. по черной и цветной металлургии, 1948. – 757 с.

283. Ригина Л.Г. Исследование и разработка технологии ЭШП и ЭШПД хромомарганцевых сталей, легированных азотом: дисс. канд. техн. наук. – ЦНИИТМАШ, 2005. – 143 с.

284. Tehovnik F., Petrovi D.S., Vode F., Burja J., Influence of molybdenum on the hot-tensile properties of austenitic stainless steels // Materials and Technology. – V. 46 (2012). – Is. 6. – P. 649–655.

285. Мовчан Б.А. Границы кристаллитов в литых металлах и сплавах. – Киев: Техніка, 1970. – 212 с.

286. Биронт В.С. Теория термической обработки металлов // Отжиг: учеб. пособие. – СФУ: ИЦМи3. – Красноярск, 2007. – 234 с.

287. Фомина О.В. Формирование структуры высокопрочной азотсодержащей стали в процессе горячей деформации // Известия ВУЗов. Черная металлургия. – 2017. – Т.60. – № 3. – С. 216–222

288. Фомина О.В., Калинин Г.Ю., Вихарева Т.В., Грибанова В.Б. Исследование эволюции структуры высокопрочной азотсодержащей стали в процессе термомеханической обработки // Молодежная научно-техническая конференция «Инновации молодых», СПб., 11 ноября 2014. – С. 81–90.

289. Вихарева Т.В., Калинин Г.Ю., Фомина О.В. Исследование формирования структуры азотсодержащей стали марки 04Х20Н6Г11М2АФБ в процессе горячей деформации: Тезисы докладов XII Международной конференции молодых ученых и специалистов. Санкт-Петербург, 17–19 июня 2013 г. – 24 с.

290. Фомина О.В., Вихарева Т.В., Сагарадзе В.В., Катаева Н.В. Формирование структуры азотсодержащей аустенитной стали 04Х20Н6Г11М2АФБ при горячей деформации. Часть І: Влияние температуры и скорости деформации на процесс динамической рекристаллизации // Вопросы материаловедения. – 2018. – № 2 (94). – С. 7–21.

291. Фомина О.В., Вихарева Т.В. Формирование структуры азотсодержащей аустенитной стали 04Х20Н6Г11М2АФБ при горячей деформации. Часть II: Влияние фазового состава и условий горячей деформации на процесс динамической рекристаллизации // Вопросы материаловедения. – 2018. – № 2 (94). – С. 22–29.

292. Фомина О.В, Калинин Г.Ю., Вихарева Т.В., Грибанова В.Б. Исследование динамической и статической рекристаллизации в аустенитной азотсодержащей стали в процессе ВТМО // Металлург. – 2016. – № 3. – С. 60–65.

293. Рекристаллизация металлических материалов / под ред. Ф. Хеснер. М.: Металлургия. – 1982. – 352 с.

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

295. 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. 39A. - P. 1359-1370

296. 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

297. Фомина О.В., Вихарева Т.В., Грибанова В.Б., Маркова Ю.М. Исследование кинетики метадинамической рекристаллизации в процессе термомеханической обработки азотсодержащей стали // Материаловедение. – 2018. – № 9. – С. 3–11.

298. 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.

299. Pertula J.S., Karjalainen L.P. Recrystallization rates in austenite measured by doublecompression and stress relaxation methods // Materials science and technology. -1998. - V. 14. - Issue 7. - P. 626-630.

300. Фомина О.В., Вихарева Т.В. Исследование формирования структуры аустенитной азотсодержащей стали при ВТМО // Сб. тезисов международной научно-практической конференции «Инновации и перспективы развития горного машиностроения и электромеханике: IPDME-2018", 12–13 апреля 2018.– С. 50.

301. Паршин А.М. Структура, прочность и радиационная повреждаемость коррозионно-стойких сталей и сплавов. – Челябинск: Металлургия. – 1988. – 656 с.

302. Вихарева Т.В., Калинин Г.Ю., Мушникова С.Ю., Фомина О.В. Формирование ультрадисперсной структуры в аустенитной азотсодержащей стали, Материалы II Международной конференции «Нанотехнологии и наноматериалы в металлургии», М., 25–26 мая 2011, С. 32–33.

303. Фомина О.В., Мушникова С.Ю., Зотов О.Г., Соколов С.Ф. Изменение структуры азотсодержащей стали в условиях двухосевой деформации при помощи комплекса GLEEBLE– 3800, Сб. трудов XVI международной научно-технической конференции «Проблемы ресурса и безопасной эксплуатации материалов». – СПб., 2011. – С. 136–140.

304. Калинин Г.Ю., Мушникова С.Ю., Тепленичева А.С., Зотов О.Г., Соколов С.Ф. Физическое моделирование процессов термодеформационной обработки высокопрочной азотсодержащей аустенитной стали и исследование их влияния на микроструктуру и свойства // Металлы. – 2011. – № 2. – С. 40–47.

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

306. 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

307. Silva M.B.R., Gallego J., Cabrera J.M., Balancin O., Jorge A.M. 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

308. Ebrahimi G.R., Momeni A., Eskandari H. Interaction between Precipitation and Dynamic Recrystallization in HSLA-100 Microalloyed Steel // IJMF, Iranian Journal of Materials Forming, 2015, Vol. 2, No 1, P. 43 – 50

309. Вихарева Т.В., Фомина О.В., Рыбин В.В., Петров С.Н., Зисман А.А. Исследование влияния вторичных фаз на процессы структурообразования при ВТМО и последующей термической обработке азотсодержащей стали, V Международная конференция-школа по химической технологии XT'16: сб. тез. докл., 16–20 мая 2016 г., Волгоград: ВолгГТУ, 2016, т. 2, С. 145–147

310. Фомина О.В., Вихарева Т.В., Калинин Г.Ю., Петров С.Н. Исследование кинетики выделения и распределения вторичных фаз в азотсодержащей стали при ВТМО и термической обработке, XX Менделеевский съезд по общей и прикладной химии,26–30 сентября 2016г. В 5 т. Т. З: Физико-химические основы металлургических процессов. – Екатеринбург: ДжиЛайм, 2016, 225 с.

311. Сагарадзе В.В., Печеркина Н.Л., Завалишин В.А., Филиппов Ю.И., Калинин Г.Ю. Влияние скорости охлаждения в интервале 1100–800°С на механические свойства и структуру азотсодержащей аустенитной стали // Вопросы материаловедения, 2011, № 3(67), С. 5–12

312. 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 // ФММ. – 2018. – Т. 119. – № 3. –С. 296–302.

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

314. Фомина О.В., Вихарева Т.В. Формирование структуры листового проката из высокопрочной азотсодержащей аустенитной стали 04Х20Н6Г11М2АФБ при многопроходной горячей деформации // Тяжелое машиностроение. – 2018. – № 6. – С. 2–8.

315. Костышев В.А., Гречников Ф.В. Методы формоизмерения профильных кольцевых заготовок раскаткой. – Самара: изд-во Самар. гос. аэрокосм, ун-та, 2007. – 71 с.

316. Скрипник С.В., Чернега Д.Ф. Прогрессивная технология изготовления полых заготовок для раскатных колец и обечаек // Процессы литья. – 2009. – № 5. – С. 56–61.

317. Килов А.С., Килов К.А. Производство заготовок. Листовая штамповка: Книга 2; Получение заготовок из листового материала и гнутые профили. – Оренбург, 2004. – 179 с.

318. Аверкиев А.Ю. Методы оценки штампуемости листового металла. М.: Машиностроение, 1985. – 176 с.

319. Калинин Г.Ю., Бишоков Р.В., Мельников П.В., Березовская Л.А., Могильников В.А., Волков С.А. Разработка и исследование материала для механизированной сварки корпусных конструкций из немагнитной высокопрочной азотистой стали // Вопросы материаловедения. – 2010. – № 2(62). – С. 121–128.

320. Иванова Т.И., Николаев Ю.К. Влияние ферритной фазы на технологическую прочность металла корня шва стыковых соединений из аустенитной хромоникельмолибденовой стали // Вопросы судостроения. – Л.: Судостроение, 1972. – Вып.1(15): Сварка. – С. 58–61.

321. Шифрин А.Ш., Резницкий Л.М. Обработка резанием коррозионностойких, жаропрочных и титановых сталей и сплавав. – М.: Машиностроение, 1964. – 440 с.

322. Матвеев Н.И., Бороздина Н.Г., Петрова Г.Г. Механические свойства и штампуемость листовых коррозионностойких сталей (анализ результатов зарубежных исследований // Производство проката. – 2008. – №12. – С. 35–39.

323. Афанасьев Н.Д., Гаврилюк В.Г, Дузь В.А и др. Структурные изменения при холодной пластической деформации азотсодержащих нержавеющих сталей // Физика металлов и металловедение. – 1990. – № 8. – С. 121–127.

324. Козлов Э.В., Глейзер А.М., Конева Н.А., Попова Н.А., Курзина И.А Основы пластической деформации наноструктурированных материалов /под ред. Глейзера А.М. – М.: Физматлит, 2016. – 304 с.

325. Попов В.И., Куклин О.С. Современные технологии и оборудование для изготовления судокорпусных профильных деталей из новых азотсодержащих сталей и легких сплавов // Морские интеллектуальные технологии. – 2009. – № 3 (5). – С. 8–12.

326. Лившиц Л. С., Хакимов А. Н. Металловедение сварки и термическая обработка сварных соединений. – 2-е изд., перераб. и доп. // Машиностроение, 1989. – 336 с.

327. Акулов А.И. Технология сварки высоколегированных аустентных сталей и сплавов: уч. пособие, М: МГИУ, 2002. – 40 с.

328. Бишоков Р.В., Барышников А.П., Гежа В.В., Мельников П.В. Сварочные материалы и технологии сварки высокопрочных сталей // Вопросы материаловедения. – 2014. – № 2(78). – С. 128–137.

329. Шоршоров М.Х., Ерохин А.А., Чернышова Т.А. и др., Горячие трещины при сварке жаропрочных сплавов. – М.: Машиностроение, 1973. – 224 с.

330. Кархин В.А., Тепловые процессы при сварке. – СПб.: Изд–во СПбГПУ, 2013. – 646 с.

331. Костина М.В., Фомина О.В., Мурадян С.О., Калинин Г.Ю., Блинова Е.Н., Костина В.С., Шаталов А.В. Структура и свойства толстолистовых сварных соединений новой

аустенитной азотсодержащей стали для работы в условиях высоких статических и знакопеременных нагрузок, коррозионной среды // Вопросы материаловедения. – 2015. – № 1(81). – С. 95–107.

332. Орыщенко А.С., Малышевский В. А., Бишоков Р. В., Мельников П. В., Березовская Л. А., Могильников В. А. Состав проволоки для механизированной сварки. Патент РФ № 2437746 от 22.09.2010г., бюл. № 36. от 27.12.2011.

333. Zhiling T., Yun P., Lin Z., Hongjun X., Chengyong M. Study of Weldability of High Nitrogen Stainless Steel // *Advanced Steels*, DOI: 10.1007/978-3-642-17665-4\_46, Springer-Verlag Berlin Heidelberg and Metallurgical Industry Press, 2011. – P. 465–473

334. Круглова А.А., Орлов В.В., Шарапова Д.М. Моделирование тепловых воздействий на зону термического влияния высокопрочной трубной стали К70 при двухпроходной дуговой сварке под флюсом // Металлур. – 2014. – № 9. – С. 98–104.

335. Блинов Е.В., Блинов В.М., Костина М.В., Банных И.О. Об обрабатываемости резанием высокопрочной коррозионно-стойкой высоковязкой аустенитной стали 06Х22АГ15Н8М2Ф // Металлы. – 2008. – № 2. – С. 44–48.

336. Блинов В.М., Банных О.А., Ильин А.А., Соколов О.Г, Костина М.В., Блинов Е.В., Ригина Л.Г., Зверева Т.Н. Высокопрочная и высоковязкая немагнитная свариваемая сталь, Патент РФ. № 2303648 от 21.11.2005, бюл. № 21 от 27.07.2007 г.

337. Ильин А.В, Фомина О.В., Глибенко О.В., Вихарева Т.В. Исследование изменения структуры и механических свойств высокопрочной азотсодержащей аустенитной стали после динамического нагружения // Проблемы черной металлургии и материаловедения. – 2017. – № 4. – С. 1–10.

338. Данилов Г.И., Ильин А.В., Калинин Г.Ю., Федорова Т.А. Особенности деформирования и разрушения азотсодержащей стали аустенитного класса в условиях малоциклового нагружения // Вопросы материаловедения. – 2013. – № 2(74). – С. 107–117.

339. Данилов Г.И., Ильин А. В., Калинин Г. Ю., Федорова Т. А. Исследование долговечности сталей аустенитного класса различного уровня прочности при малоцикловом нагружении // Вопросы материаловедения. – 2014. – № 4(80). – С. 195–200.

340. Терентьев В.Ф., Блинов Е.В., Мушникова С.Ю., Просвирнин Д.В., Харьков О.А, Фомина О.В., Блинов В.М. Механические свойства аустенитной коррозионно-стойкой стали с повышенным содержанием азота // Деформация и разрушение материалов. – 2011. – № 5. – С. 30–37.

341. Терентьев В.Ф., Блинов Е.В., Мушникова С.Ю., Просвирнин Д.В., Харьков О.А, Фомина О.В. Статическая и усталостная прочность аустенитной коррозионно-стойкой стали с повышенным содержанием азота // Нові матеріали і технологіі в металлургіі та машинобудуванні». – 2011. – № 1. – С. 47–56.

342. Горкунов Э.С., Путилова Е.А., Задворкин С.М., Макаров А.В., Печеркина Н.Л., Калинин Г.Ю., Мушникова С.Ю., Фомина О.В. Особенности поведения магнитных характеристик перспективных азотосодержащих сталей при упругопластической деформации // Физика металлов и металловедение. – 2015. – Т. 116. – № 8. – С. 884–896.

343. Горкунов Э.С., Путилова Е.А., Задворкин С.М., Макаров А.В., Печеркина Н.Л., Калинин Г.Ю., Мушникова С.Ю., Фомина О.В. Исследование структуры и свойств материала различных зон сварного соединения аустенитной азотосодержащей стали при упругопластической деформации // Физика металлов и металловедение. – 2016. – Т. 117. – № 11. – С. 1196–1206.

344. Мушникова С.Ю., Калинин Г.Ю., Харьков А.А. Проблемы обеспечения коррозионной стойкости маломагнитных судостроительных сталей // Вопросы материаловедения. – 2015. – № 2(82). – С. 151–160.

345. Мушникова С.Ю., Калинин Г.Ю., Легостаев Ю.Л., Харьков А.А. Исследование влияния азота на стойкость к питтинговой коррозии аустенитных сталей // Вопросы материаловедения. – 2004 – №2(38) – С. 126–135.

Приложение (справочное) Акты внедрения

«УТВЕРЖДАЮ» KAN OF Технический директор ОМЗ-Спецстал 000

AKT

# внедрения результатов диссертационной работы кандидата технических наук О.В. Фоминой на тему: «Создание технологических принципов управления структурой и физико-механическими свойствами высокопрочной аустенитной азотсодержащей стали»,

представленной на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16.01 – "Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов"

На основании проведенных Фоминой О.В. комплексных исследований по влиянию параметров горячей деформации (температуры, скорости и степени дробной деформации) на формирование структуры и свойств высокопрочной азотсодержащей стали определены и научно обоснованы между термодеформационными схемами, структурой взаимосвязи И свойствами стали. Установленные закономерности позволили рекомендовать технологические режимы производства листового проката ИЗ азотсодержащей стали для оборудования стана "5000" ЛПЦ-3 ЧерМК ПАО «Северсталь» для обеспечения стабильного получения требуемых свойств стали в широком диапазоне прочностных свойств.

В результате предложенной технологии высокотемпературной термомеханической обработки высокопрочной азотсодержащей стали разработаны технологические указания № 11-12 от 24.08.2012г., № 17-12 от 20.09.2012г., № 4-13 от 20.02.2013г., в соответствии с которыми на стане «5000» изготовлена опытно-промышленная партия листового проката толщиной 20-45 мм в объеме 100 тонн в условиях ООО "ОМЗ-Спецсталь" в кооперации с ЧерМК ПАО «Северсталь».

Реализованные технологические режимы изготовления листового проката из высокопрочной коррозионностойкой аустенитной азотсодержащей стали позволили стабильно получить заданный уровень значений предела текучести в диапазоне 500–800 МПа одновременно с высокими пластическими свойствами, обеспеченными формированием равномерной мелкозернистой структурой по сечению листа.

Результаты освоения производства листового проката ИЗ высокопрочной азотсодержащей стали толщиной 20-45 мм с применением предложенных Фоминой О.В. технологических режимов позволяют гарантированно получать высокий комплекс механических И эксплуатационных свойств и обеспечить такие отрасли промышленности как судостроение, нефтегазодобывающая промышленность, целлюлознобумажная промышленность и др. уникальным материалом для изготовления конструкций и изделий, к которым предъявляются повышенные требования по надежности, работоспособности и специальным свойствам.

Главный специалист УНВПТ

Tobecof -22.05.2018

А.Г. Павлова



### АКТ внедрения результатов диссертационной работы Фоминой О.В. на тему:

«Создание технологических принципов управления структурой и физикомеханическими свойствами высокопрочной аустенитной азотсодержащей стали», представленной на соискание ученой степени доктора технических наук

В итоге проведенных Фоминой Ольгой Владимировной исследований по влиянию схемы напряженного состояния и степени холодной деформации, выполненных в рамках диссертационной работы на соискание ученой степени доктора технических наук, разработана технология производства штамповок из листового проката высокопрочной азотсодержащей стали. Предложенные технологические рекомендации по штамповке деталей сферической и торосферической формы TP-37/14-2013 от 06.09.2013г., а также технологические указания по проведению гибки использованы в условиях цеха № 6 АО "Адмиралтейские верфи" при изготовлении опытных гнутых и штампованных деталей толщиной от 10 до 45 мм для сварных конструкций.

Разработанные технологические процессы применены в промышленных условиях при изготовлении крупногабаритных сварных конструкций для проведения статических, динамических и циклических испытаний.

Полученные положительные результаты апробации технологий позволяют сделать вывод о целесообразности применения высокопрочной азотсодержащей стали для изготовления гнутых и штампованных деталей различной толщины, а также перспективном их внедрении при строительстве корпусных конструкций.

И.О. заместителя начальника ИЦ К.Т.Н

В.А.Рогозин

**УТВЕРЖДАЮ** ООО «РМ -стил» Генеральный директор А.Б.Славкинский 2018 г.

внедрения результатов диссертационной работы О.В. Фоминой на тему: «Создание технологических принципов управления структурой и физико-механическими свойствами высокопрочной аустенитной азотсодержащей стали», представленной на соискание ученой степени доктора технических наук

При освоении производства профильного проката из высокопрочной азотсодержащей стали Фоминой О.В. на основании проведенных исследований по влиянию температурно-деформационных параметров при горячей прокатке и температурно-кинетических параметров последующей термической обработки на развитие процессов структурообразования высокопрочной азотсодержащей стали предложены технологические режимы производства несимметричного профильного проката из азотсодержащей стали, позволяющие получить стабильные механические свойства.

По разработанной технологии в соответствии с ТУк-548 от 17.09.2013 г в промышленных условиях ООО «РМ-стил» изготовлена партия профильного проката – полособульбовых профилей № 7 и № 10 из высокопрочной коррозионностойкой аустенитной азотсодержащей стали с гарантированным уровнем значений предела текучести 600-1000 МПа и высокими пластическими свойствами за счет формирования равномерной мелкозернистой структуры по сечению профиля.

Разработанные Фоминой О.В. и опробованные в условиях ООО «РМ-стил» технологические режимы изготовления профильного проката, наиболее востребованного при изготовлении сварных конструкций сортамента, позволит применять высокопрочную азотсодержащую сталь для строительства заказов судостроения, обеспечивая требуемый при этом высокий комплекс эксплуатационных свойств, а также повышенные требования по надежности и работоспособности.

Начальник КТБ
**УТВЕРЖДАЮ** АО «ВМК «Красный Октябрь» Директор по технологии и качеству с.В. Петров 2017 г. >> АКТ

внедрения результатов диссертационной работы О.В. Фоминой на тему: «Создание технологических принципов управления структурой и физико-механическими свойствами высокопрочной аустенитной азотсодержащей стали», представленной на соискание ученой степени доктора технических наук

На основании проведенных Фоминой О.В. исследований по влиянию параметров деформирования (температуры, степени дробной деформации, длительности междеформационных пауз) температурно-кинетических И параметров последующей термической обработки на формирование структуры высокопрочной азотсодержащей стали определены и научно обоснованы взаимосвязи между технологическими схемами производства, структурой и свойствами стали. Установленные корреляционные зависимости легли в основу разработанных технологических режимов производства листового проката толщиной 4-18 мм из азотсодержащей стали, позволяющие получить стабильные механические свойства. Разработанные режимы переданы на АО «ВМК «Красный Октябрь» на безвозмездной основе и внесены в технологическую документацию: протокол поставки № 132-109-2014 и технологические распоряжения 06/ТУ-777 от 08.05.2014г.

По разработанной технологии освоено производство и в соответствии с ТУ 0985-087-07516250-2012 изготовлена опытная партия листового проката из высокопрочной коррозионностойкой аустенитной азотсодержащей стали со гарантированным уровнем значений предела текучести 500 – 800 МПа и высокими пластическими свойствами, обеспеченными формированием равномерной мелкозернистой структурой по сечению листа.

Освоение производства листового проката ИЗ высокопрочной азотсодержащей стали толщиной 4-18 мм с применением предложенных Фоминой О.В. технологических режимов позволяет обеспечить такие отрасли промышленности как судостроение, нефтегазодобывающая промышленность, целлюлозно-бумажная промышленность др. уникальным И материалом, обладающим высоким комплексом свойств, в том числе немагниямостью.

Заместитель директора по технологии и качеству

Р.Ю. Писарев