

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
**«БЕЛГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**
(Н И У « Б е л Г У »)

ИНСТИТУТ ИНЖЕНЕРНЫХ И ЦИФРОВЫХ ТЕХНОЛОГИЙ
КАФЕДРА МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ И НАНОТЕХНОЛОГИЙ

**МИКРОСТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА
АУСТЕНИТНОЙ КОРРОЗИОННОСТОЙКОЙ СТАЛИ В ПРОЦЕССЕ
МНОГОКРАТНОЙ КОВКИ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ**

Выпускная квалификационная работа
обучающегося по направлению подготовки
22.03.01 Материаловедение и технологии материалов
очной формы обучения,
группы 12001516
Габовой Селены Сергеевны

Научный руководитель
к.ф.-м. н., Тихонова М.С.

БЕЛГОРОД 2019

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ.....	4
ГЛАВА 1 Обзор литературы.....	5
1.1 Аустенитные стали, эксплуатируемые при криогенных температурах ..	5
1.2 Технологические и физико-механические свойства аустенитных хладостойких сталей.....	9
1.3 Способ получения и термообработки аустенитных сталей.....	13
1.4 Способы пластического деформирования.....	18
1.4 Постановка задач исследования	23
ГЛАВА 2 ОПИСАНИЕ МАТЕРИАЛА И МЕТОДИК ИССЛЕДОВАНИЯ ...	25
2.1 Материал исследования.....	25
2.2 Методики исследования	27
2.2.1 Методика многократнойковки.....	27
2.2.2 Методика исследования микроструктуры.....	28
2.2.2.1 EBSD – анализ	28
2.2.2.2 Просвечивающий электронный микроскоп	30
2.2.3 Методика измерения твёрдости по Виккерсу	32
2.2.4 Методика термической обработки	32
2.2.5 Методика проведения испытаний на растяжение	33
2.2.6 Методика проведения рентгеноструктурного анализа	34
ГЛАВА 3 РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ.....	35
3.1 Деформационное поведение стали 03X22H10AG6M2 в процессе многократнойковки при комнатной температуре.....	35
3.2 Исследование микроструктуры стали 03X22H10AG6M2 после многократнойковки.....	36
3.3 Механические свойства стали 03X22H10AG6M2 после многократной ковки	51
3.4 Исследование микроструктуры стали 03X22H10AG6M2 после многократнойковки и отжигов	53
3.5 Механические свойства стали послековки до суммарной истинной степени деформации 2 и отжигов.....	56
3.6 Рентгеноструктурный анализ микроструктуры стали послековки до суммарной степени деформации 2 и отжигов.....	58
3.7 Обсуждение результатов исследований	59
3.8 Обоснование экономической целесообразности проведения работ.....	61

ЗАКЛЮЧЕНИЕ	64
СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	65

ВВЕДЕНИЕ

Тенденция интенсивного освоения Крайнего Севера и разработка крупных месторождений полезных ископаемых (в т.ч. нефти и газа) повлекла за собой необходимость в узкоспециализированных материалах, способных сохранять высокие показатели механических и технологических свойств. Большой процент поломок оборудования и колоссальные убытки из-за ремонта машин при использовании обычных сплавов привели к созданию сталей, носящих название криогенных и эксплуатируемых почти вплоть до абсолютного нуля. Часто такие стали одновременно являются и нержавеющими. Как и для других конструкционных материалов, к криогенным сталям предъявляется основное требование – механическая прочность в широком интервале температур (от комнатной и до температуры кипения жидкого гелия (-269°С)) [1].

Широкое применение в криогенной технике благодаря специфике своих свойств приобрели аустенитные хромоникелевые стали, содержащие 18-25% Cr и 8-25% Ni [2]. Стали этого класса при кристаллизации образуют аустенитную структуру γ -Fe с характерной для него ГЦК решёткой и сохраняют её вплоть до криогенных температур. Хотя такие стали обладают высокой коррозионной стойкостью, ударной вязкостью и пластичностью при низких температурах, им свойственен значительный недостаток – низкая прочность при комнатной температуре. Добиться лучших показателей возможно при комплексном взаимодействии подбора состава стали и механической обработки. В данной работе рассматривается влияние многократнойковки при комнатной температуре и отжигов при разных температурах на прочностные характеристики и микроструктуру аустенитной нержавеющей стали 03X22H10AG6M2.

ГЛАВА 1 Обзор литературы

1.1 Аустенитные стали, эксплуатируемые при криогенных температурах

Аустенитные хромоникелевые нержавеющие стали являются наиболее широко распространенными из класса нержавеющих сталей. Никель и марганец – два основных легирующих элемента, которые отвечают за стабилизацию аустенита (расширение его области на фазовой диаграмме). Аустенитная структура обеспечивает высокую пластичность ($\delta = 40\text{—}50\%$, $\Psi = 50\text{—}60\%$), хорошую свариваемость, вязкость разрушения и возможность использовать стали в широком диапазоне температур [2]. Аустенитные нержавеющие стали из-за высокого содержания в них хрома также обеспечивают устойчивость к коррозии. Однако этим сталям присущ один существенный недостаток – низкие показатели предела текучести и прочности при комнатных температурах. Исправить его можно, прибегнув к механическому упрочнению стали.

Таким образом, среди аустенитных хромоникелевых сталей можно выделить два типа в зависимости от степени легирования: метастабильные и стабильные. Вторые характеризуются большим содержанием никеля и хрома (16-25 % Ni и 18-25 % что Cr), что обеспечивает широкий диапазон аустенитной области на фазовой диаграмме вместе с высокими коррозионностойкими свойствами. Снизить содержание никеля можно за счёт введения других аустенитостабилизирующих элементов (азота, марганца, меди, кобальта).

В данной работе была выбрана стабильная сталь 03X22H10AG6M2. Стабильность стали в основном зависит от содержания в ней γ - стабилизаторов, к которым относятся С, N, Mn, Ni, Co и Cu, однако на неё, в том числе, могут оказывать влияние и внешние факторы, такие как температура или деформация. Следует отметить, что ранее уже проводились испытания высоколегированных аустенитных сталей после значительных

пластических деформаций, которые, однако, претерпевали мартенситное превращение при пониженных температурах. В частности, можно выделить испытания сталей марок 10X18H8ДЗБР, S304H и 316L, которые заключались в большой деформации и выявлении общих закономерностей эволюции микроструктуры аустенитной коррозионностойкой стали.

В работе [3] была исследована аустенитная сталь 10X18H8ДЗБР в процессе многократнойковки при комнатной температуре до суммарной истинной степени деформации $\epsilon \sim 4$. Было показано, что ковка приводит к формированию структуры смешанного типа, состоящей из нанозёрен аустенита и кристаллитов мартенсита деформации. Средний размер зёрен ~ 30 нм. Было установлено, что наноструктура меняется за счёт фрагментации исходных зёрен в процессе образования деформационных полос сдвига и двойников деформационного происхождения, а также за счёт фазового превращения $\gamma \rightarrow \alpha'$ по сдвиговому механизму образования мартенсита деформации. И, наконец, значительная кинетика образования новых зёрен наблюдается при $\epsilon < 2$. При увеличении степеней деформации скорость роста новых нанозёрен падает.

В свою очередь в работе [4] показано, в аустенитной стали 316L как при прокатке, так и многократнойковке при комнатной температуре происходит образование нанокристаллических структур с высокой плотностью дислокаций ($>10^{15} \text{ м}^{-2}$). В стали протекает мартенситное превращение, идущее значительно быстрее при многократнойковке, чем при однонаправленной прокатке. При $\epsilon \sim 4,0$ размеры зёрен при многократнойковке и прокатке соответственно равны 30 и 60 нм.

В работе [5] было выявлено, что многократная ковка аустенитной стали марки S304H до суммарной истинной степени деформации 4 при комнатной температуре приводит к развитию равноосной структуры со средним размером зёрен ≈ 35 нм. Измельчению зерна способствуют одновременные операции двойникования и мартенситного превращения.

В стали марки 03X22H10AG6M2 мартенситное превращение за счёт легирования полностью подавлено, вследствие чего проведение испытаний на ней можно считать принципиально важной задачей.

Легирующие элементы, входящие в состав данной марки стали, рассмотрены далее.

Одним из важнейших элементов, определяющим изначальную структуру стали, является углерод, представляющий собой элемент внедрения. В сталях, в которых его содержание не превышает 0,8 %, структура после медленного охлаждения из аустенитной области представляет собой феррит-перлитную смесь. Чтобы зафиксировать аустенитную структуру, прибегают к закалке в воде выше точки A_{c3} на 30-50°C, что предотвращает полиморфное превращение, выделение избыточных фаз и обеспечивает повышенные показатели твердости и механической прочности [6].

Хром - ключевой элемент, обеспечивающий коррозионную стойкость стали. Он также улучшает прокаливаемость, износостойкость и пластичность при пониженных температурах. Однако хром также способен образовывать карбиды, выделяющиеся по границам зерен и обедняющие их легирующим элементом, что приводит к межкристаллитной коррозии. Охрупчение стали можно предотвратить за счёт введения более сильного карбидообразующего элемента – титана или ниобия [6]. Помимо прочего, введение хрома может привести к возникновению σ -фазы (Fe-Cr) при длительных выдержках при повышенных температурах, что является причиной сильного охрупчивания сталей и уменьшения их пластичности.

Легирование стали молибденом способствует получению лучших показателей коррозионной стойкости [7][8]. Его высокое содержание снижает склонность стали к точечной (питтинговой) коррозии. Кроме того, молибден способствует измельчению зерна и увеличивает усталостную прочность сталей.

Избежать мартенситного превращения позволяет легирование стали аустенитстабилизирующими элементами. Одним из них является никель, обеспечивающий высокие показатели прочности, пластичности, ударной вязкости при криогенных температурах. Стоит учитывать, что в никелевых сталях условию немагнитности отвечает состав, содержащий 28-29% Ni.

Отчасти заменить никель способен марганец, также являющийся аустенитобразующим элементом, при добавлении его в больших количествах (например, в сталях марок 03X13AG19, 10X14Г14Н4Т). Марганец повышает прокаливаемость стали и предел прочности, снижает критическую скорость охлаждения при закалке [7]. Он также способствует удалению из стали серы, благоприятно влияет на ковкость и свариваемость стали. Однако большое содержание марганца (более 2%) может привести к короблению при закалке.

Самым сильным γ -стабилизатором и твёрдорастворным упрочнителем наряду с углеродом является азот. Он также является элементом внедрения. Так, введение азота менее 1% позволяет уменьшить содержание никеля и марганца в полтора-два раза. Нержавеющие стали, легированные азотом, характеризуются большими показателями прочности, вязкости и коррозионной стойкости [9]. Следует учитывать, что азот имеет склонность к ликвации, образует нитриды с железом в сварочной ванне, что ведет к охрупчению шва.

Вследствие легирования сталь приобретает высокие механические свойства (предел прочности ≈ 900 МПа) и технологические свойства. Добиться лучших показателей прочностных характеристик можно при помощи значительных пластических деформаций.

1.2 Технологические и физико-механические свойства аустенитных хладостойких сталей

Аустенитные нержавеющие стали широко используются вплоть до температур -269°C , сохраняя высокое сопротивление хрупкому разрушению. Такие стали носят название криогенных. Они содержат в себе достаточное количество γ -стабилизаторов, чтобы обеспечить наличие ГЦК структуры при охлаждении. Прочность на растяжение хромоникелиевых сталей аустенитных нержавеющих сталей значительно повышается с понижением температуры эксплуатации [10]. Предел текучести также увеличивается, но в меньшей степени. Влияние криогенных температур на свойства аустенитных нержавеющих сталей показаны в таблице 1.

Таблица 1

Механические свойства аустенитных сталей при разных температурах

Марка стали	Температура эксплуатации $[\text{C}]$	Предел текучести $[\text{MPa}]$	Предел прочности $[\text{MPa}]$	Относительное удлинение	Относительное сжатие $[\%]$
304	24	227	586	60	70
304	-195.5	393	1416	43	45
304	-254	439	1685	48	43
304L	24	193	586	60	60
304L	-195.5	241	1340	42	50
304L	-254	233	1516	41	57
310	24	310	658	60	65
310	-195.5	585	1085	54	54
310	-254	796	1223	56	61
347	24	241	620	50	60
347	-195.5	284	1282	40	32
347	-254	313	1450	41	50

В этой таблице перечислены механические свойства четырех аустенитных нержавеющих сталей (типы 304, 304L, 310 и 347),

используемых в криогенных условиях при температурах 24, -195,5 и -254 °С. В таблице наглядно показано, что высокая пластичность аустенитных нержавеющей сталей сохраняется при криогенных температурах. Предел текучести и предел прочности этих сталей возрастает с понижением температуры, причём первый имеет сравнительно больший количественный прирост. Как показывают исследования, ударная вязкость этих сталей является превосходной при криогенных температурах. Результаты испытаний на ударную вязкость по Шарпи с V-образным надрезом на типах 304, 304L, 310 и 347, проведенных при комнатной температуре (24 ° С), -195,5 ° С и -254 °С приведены в таблице 2.

Таблица 2

Ударная вязкость по Шарпи с V-образным надрезом некоторых аустенитных нержавеющей сталей

AISI type	Ударная вязкость, Дж		
	27°C	-195.5°C	-254°C
304	209	118	122
304L	160	91	91
310	192.5	121	117
347	163	89	77

Ударная вязкость этих четырех сталей несколько уменьшается при понижении температуры от комнатной температуры до -195,5 ° С, но при дальнейшем снижении до -254°C сопротивление хрупкому разрушению остается примерно таким же. Следует отметить, что ударная вязкость типов 304 и 310 значительно выше при температуре -254 °С, чем у типов 304L и 347.

Стали типов 304 и 316, как правило, подходят для сварного криогенного оборудования во многих агрессивных средах [10, 11]. Тип 304, который содержит приблизительно 18% Cr и 10% Ni, является обычно

используемым сплавом для сварных конструкций, и эти сплавы могут быть легко сварены с использованием любого из процессов дуговой сварки (TIG, MIG, MMA и SA). Аустенитная нержавеющая сталь легко сваривается, но может произойти растрескивание сварного металла. Трещины при затвердевании металла сварного шва более вероятны в полностью аустенитных структурах, которые более чувствительны к растрескиванию, чем те, которые содержат небольшое количество феррита. Это связано со способностью феррита растворять вредные примеси, которые в противном случае могли бы образовывать сегрегации с низкой температурой плавления. Присутствие 5-10% феррита в микроструктуре позволяет избежать растрескивания сварного шва, поэтому выбор состава материала наполнителя имеет решающее значение для снижения риска образования трещин. Например, при сварке нержавеющей стали типа 304 используется присадочный материал типа 308, который имеет немного другое содержание сплава.

Большое количество хрома в сплаве образует самовосстанавливающийся защитный прозрачный оксидный слой [12]. Он придает нержавеющей стали их коррозионную стойкость. Самовосстанавливающаяся природа оксидного слоя означает, что коррозионная стойкость остается неизменной независимо от методов изготовления. Даже если поверхность материала повреждена, она самовосстанавливается и сохраняет коррозионную стойкость. Коррозия разных марок нержавеющей стали будет отличаться в зависимости от среды. Даже следовые количества некоторых элементов могут заметно изменить коррозионную стойкость. В частности, хлориды могут оказывать неблагоприятное влияние на коррозионную стойкость нержавеющей стали.

Аустенитные стали, как правило, не являются магнитными, хотя магнитный отклик может быть индуцирован в аустенитных сталях при холодной обработке. Марки с высоким содержанием никеля, такие как 316 и

310, останутся немагнитными даже при холодной обработке. Все остальные сорта магнитные.

1.3 Способ получения и термообработки аустенитных сталей

Электрошлаковый переплав представляет собой металлургический процесс получения более чистой и качественной стали, в основу которого заложен процесс плавления расходуемых электродов (заготовок) под слоем шлака в металлическом (медном) водоохлаждаемом кристаллизаторе (изложнице) [13].

Электрошлаковому переплаву подвергается выплавленный в печи и прокатанный на пруток металл. Электрический ток подводится к расходуемому электроду, погруженному в шлаковую ванну. Слитки формируются путём непрерывной наплавки металла. За счёт переноса капель металла через основной шлак происходит удаление из металла нежелательных включений и газов. Получаемый слиток отличается однородностью, плотностью, что обеспечивается за счёт кристаллизации металла в изложнице, направленной снизу вверх.

Основными материалами для ведения процесса электрошлакового переплава являются расходуемые электроды, затравки и флюсы (электропроводные и рабочие).

Одним из преимуществ электрошлакового переплава является его проведение на переменном токе, что обеспечивает возможность контроля скорости процесса наплавления.

Процесс электрошлакового переплава производится только после тщательной проверки кристаллизатора и поддона на предмет отсутствия влаги. Небольшие дефекты в них могут привести к течи, что является недопустимым – попадание влаги в шлак или атмосферу над наплавляемым металлом может привести к пересыщению металла водородом.

Расход флюса обеспечивает нормальное проведение процесса. Перед подачей напряжения включается насос, подающий воду для охлаждения кристаллизатора и поддона, затем включается трансформатор.

По извлечении слитка из кристаллизатора слиток очень неоднороден по температуре: низ его почти черного цвета, а верх темно – красного. Направленная снизу вверх последовательная кристаллизация металла в изложнице при постоянном наличии сравнительно небольшого объема жидкого металла и высокого градиента температур в металлической ванне ограничивает развитие в слитке зональной ликвации и исключает образование в нем дефектов усадочного и ликвационного происхождения.

Поиски путей совершенствования дислокационной структуры, получаемой у стали в результате термической обработки, привели к появлению нового вида обработки, сочетающего пластическую деформацию аустенита с проводимой сразу после нее закалкой и последующим низким отпуском. Этот вид обработки получил название термомеханической обработки (ТМО). Существуют две его разновидности: высокотемпературная — ВТМО и низкотемпературная — НТМО. При ВТМО сталь деформируют при температуре несколько выше A_{c3} до степени деформации 20—30 %. При НТМО производится деформация переохлажденного до 400—600 °С аустенита до степени деформации — 75—90 %. Совокупность термической и механической обработки позволяет получить повышенные значения механических свойств, чем после термической обработки, обычно состоящей из закалки и отпуска.

Выбор температуры при использовании ТМО ведётся исходя из скоростей упрочняющих и разупрочняющих процессов, зависящих от внешних условий (температура, скорость и степень деформации) и от природы материала.

Для получения исходной структуры стали 03X22H10AG6M2 применяли протяжку – термомеханическую операцию, заключающуюся в увеличении длины заготовки за счёт уменьшения её площади поперечного сечения.

На прессах эта операция может быть выполнена тремя способами [13].

Первый способ заключается в протяжке на плоских бойках с кантовкой заготовки на 90° после каждого удара пресса с одной и с другой стороны

(рис. 1.1, а). Однако при этом не обязательно после каждого удара переворачивать заготовку: это можно сделать и после ряда следующих друг за другом подач и ударов. Первый способ наиболее распространён при ковке крупных заготовок и слитков.

Второй способ. Протяжку на плоских бойках выполняют с непрерывной кантовкой на 90° , и после четырёх ударов заготовку продвигают вперёд на ширину или лучше на часть ширины бойка, так что ковка осуществляется как бы по винтовой линии (рис. 1.1, б). Этот способ применяют при ковке твёрдых инструментальных сталей.

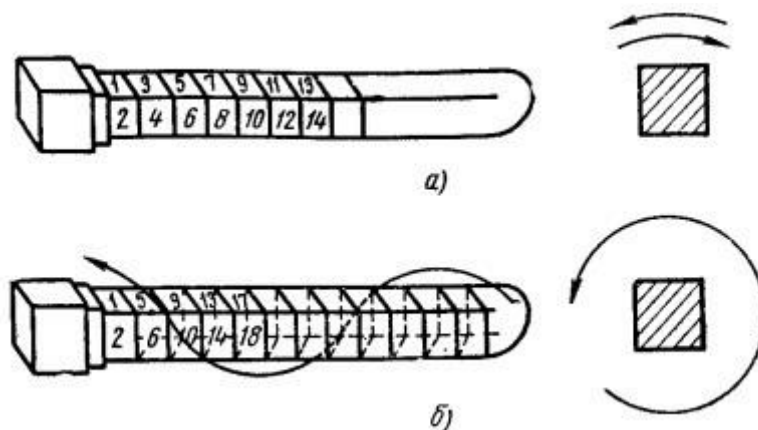


Рис. 1.1 Схема способов протяжки:

а) – при ковке крупных заготовок, б) – при ковке инструментальных сталей

Третьим способом является протяжка на вырезанных или комбинированных бойках, которую применяют при ковке легированных сталей, обладающих пониженной пластичностью.

Протяжку заготовки начинают от её конца или от середины. Короткие заготовки протягивают от конца к середине, при этом постепенно приближаясь к месту, по которому наносятся удары бойком. Протянутая таким образом заготовка с одной стороны впоследствии подвергается повторной протяжке с другой.

Протяжку слитков на прессе начинают с середины и ведут так, чтобы вытеснить усадочную раковину в сторону прибыльной части. При этом заготовка охлаждается неравномерно, т.е. сторона, лежащая на нижнем бойке, охлаждается быстрее, чем верхняя, соприкасающаяся с верхним бойком только при контакте. В результате наличия градиента температур заготовка несколько искривляется (рис. 1.2), поэтому её трудно удержать при кантовке на 90° . В этом случае заготовку поворачивают на противоположную сторону, и продолжают протяжку, при которой заготовка выравнивается. После этого заготовку поворачивают на 90° и продолжают ковку.

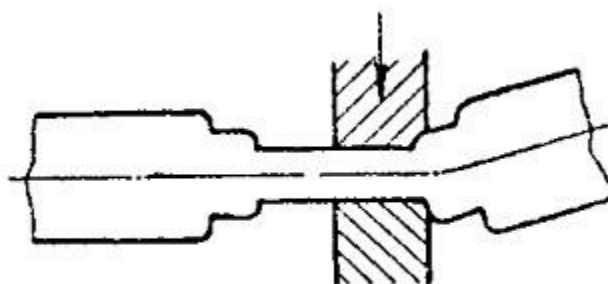


Рис. 1.2 Выравнивание заготовки при протяжке.

При протяжке слитков на плоских бойках получают заготовки и поковки прямоугольного сечения [13]. Чтобы обеспечить достаточно гладкую поверхность и глубокую высококачественную проработку металла для улучшения макроструктуры и заготовки внутренних дефектов усадочного происхождения, подача при протяжке под прессом должна составлять не более 0,5-0,8 ширины бойка.

По одной из классификаций деформация может быть горячей, тёплой и холодной.

При горячей деформацией происходит полное разупрочнение материала, и рекристаллизация в нём успевает произойти полностью. В результате горячей деформации в металле получается полностью рекристаллизованная и равноосная микроструктура при отсутствии каких-либо следов упрочнения.

Тёплая деформация сопровождается неполным разупрочнением. Это объясняется прохождением в материале механизмов неполного разупрочнения. Таким образом, конечная структура состоит одновременно из рекристаллизованной с равноосными зёрнами и нерекристаллизованной с деформированными зёрнами. Одновременное наличие этих двух структур приводит к увеличению неравномерности деформации, которая способствует уменьшению пластичных характеристик материала. Металл, подвергнутый тепловой деформации, имеет значительные по величине остаточные напряжения, которые могут при недостаточной пластичности вызвать его разрушение.

Холодная деформация сопровождается полным упрочнением за счёт отсутствия механизмов возврата и рекристаллизации. При этом металл после холодной деформации характеризуется повышенными показателями прочностных характеристик, таких как: твердость, предел прочности и текучести наряду с падением характеристик пластичности. Проводится холодная деформация при температурах, меньших температуры начала возврата. Таким образом, температурно-скоростные условия отказывают существенное влияние на строение деформированного металла [14].

1.4 Способы пластического деформирования

В настоящее время пластическая деформация является одним из основных механизмов получения субмикроструктурной и нанокристаллической микроструктуры материалов. Такая структура обеспечивает получение уникальных механических свойств, таких как высокие показатели прочностных и пластических характеристик металлов и сплавов, что позволяет применять их в промышленности в широком диапазоне [15].

Эффективное измельчение зерна происходит при больших пластических деформациях. В тех случаях, когда их достижение происходит в условиях относительно низких температур ($0,3 - 0,4 T_{пл}$) и высоком давлении, применим термин интенсивной пластической деформации (ИПД). Этот метод позволяет получать объёмные беспористые металлические наноматериалы. При использовании методов ИПД происходит формирование однородной наноструктуры материала по всему объёму. Наиболее распространёнными представителями этого метода являются равноканальное угловое прессование (РКУ), кручение под высоким давлением, многократная ковка, винтовое прессование и т.д.

Более «традиционные» методы деформации (такие как прокатка, волочение, осадка) относятся к методам больших пластических деформаций. При их применении происходит уменьшение поперечного сечения заготовки, а достигнуть больших степеней измельчения зерна не представляется возможным [15].

Формирование микроструктуры в процессе деформации происходит за счёт измельчения структурных элементов, повышения плотности дислокаций, точечных и дефектов упаковки. В общем случае формирование деформированной структуры зависит от исходной структуры материала, условий при деформации и схемы нагружения. Однако же при прочих равных условиях формирование микроструктуры материала описывается

механикой деформационного процесса. Если он обеспечивает однородность напряжённого и деформируемого состояния по всему объёму тела, то процесс деформации будет наиболее эффективным. Именно к таким процессам и относятся методы ИПД [16]. Так, кручение под давлением и РКУ-прессование позволяют получить заданных степеней деформации и размеров зерна без изменения конечных геометрических размеров тела и разрушения образцов. Эти методы основаны на многократной интенсивной пластической деформации сдвига вплоть до суммарных истинных степеней деформации $\varepsilon = 4-7$. Схемы методов приведены на рис. 1.3.

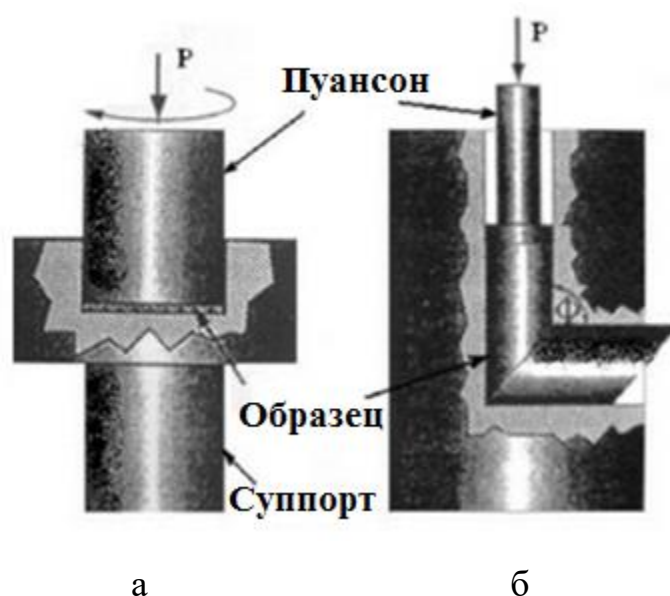


Рис. 1.3 Схемы основных методов интенсивной пластической деформации: а — кручение под высоким давлением; б — равноканальное угловое прессование

РКУ – прессование было разработано в 80-е годы Сегалом В. и заключается в продавливании материала через два равных канала, пересекающихся под углом. Сдвиговая деформация материала происходит при его прохождении через пересечение каналов. Увеличение степеней деформации происходит при каждом повторении процесса и ведёт к разориентировке и измельчению зёрен. Такая обработка приводит к формированию субмикронной структуры, что обеспечивает повышение

пределов прочности и текучести. Формула, согласно которой можно рассчитать степень деформации одного цикла РКУ:

$$\Delta\varepsilon = \frac{2}{\sqrt{3}} \operatorname{ctg} \varphi \quad (1)$$

Другим широко распространённым методом ИПД является сдвиг под давлением, известный также как кручение под гидростатическим давлением [17] [18]. Деформация образца при данном методе ИПД происходит за счёт прилагаемого соосно давления, вызывающего кручение образца. При этом в центральной области возникает гидростатическое сжатие, препятствующее разрушению, а в зоне контакта между бойками увеличивается сила трения, благодаря которой крутящий момент передаётся от подвижного бойка к образцу. Метод гидростатического давления, также как и остальные методы ИПД позволяет достигать больших значений степеней деформации, значения которых регулируются углом поворота бойка [18]. Непосредственно образцы представлены в форме дисков с толщиной до 1 мм и диаметром до 20 мм, которые помещаются внутрь полости в нижнем бойке образец подвергается гидростатическому давлению величиной от 1 до 10 ГПа.

Широко распространённым среди методов больших пластических деформаций является метод всестороннейковки, предложенный Салищевым Г.А. [19]. Он позволяет получить мелкозернистую структуру материала, обеспечивающую уникальную совокупность механических свойств. Суть метода (рис. 1.4) заключается в проведении многоэтапной деформации в изотермических условиях.

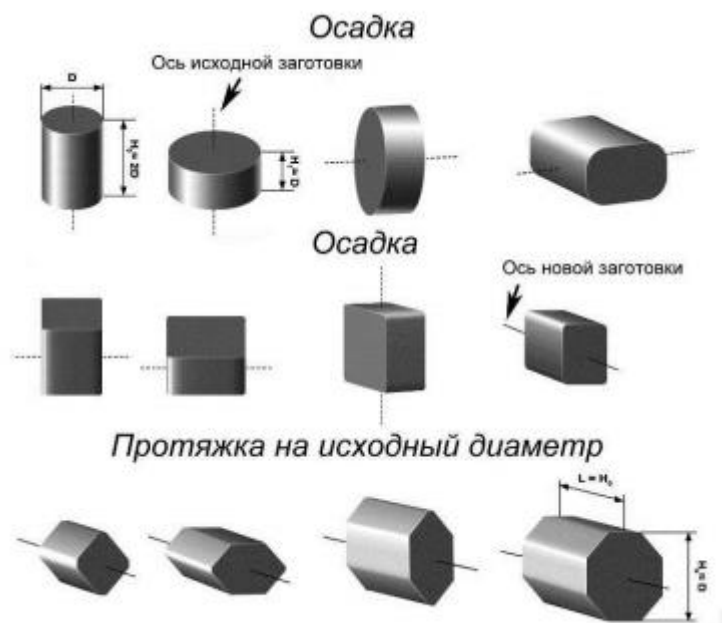


Рис. 1.4 Схема всесторонней ковки.

Обработка проводится многоэтапно, при этом при каждом проходе заготовка деформируется до степени 40-60 %, после чего она подвергается протяжке на исходный размер. При каждом проходе заготовка поворачивается на 90° по отношению к оси предыдущего цикла. Всесторонняя ковка обеспечивает возможность проработать все плоскости заготовки и существенно измельчить структуру материала. Из недостатков следует отметить, что структура после всесторонней ковки не является полностью равномерно проработанной, что связано с неравномерным течением металла в краевых областях материала, а вносить можно лишь ограниченную степень деформации за один проход, что связано с необходимостью сохранения изначальных геометрических размеров тела. Исходя из этого, был предложен иной способ внесения большой пластической деформации - метод многократной осадки, или «abc» деформация [19]. Данный метод заключается в многократной осадке заготовки с поворотом заготовки на 90° относительно оси приложения нагрузки (рис. 1.5).

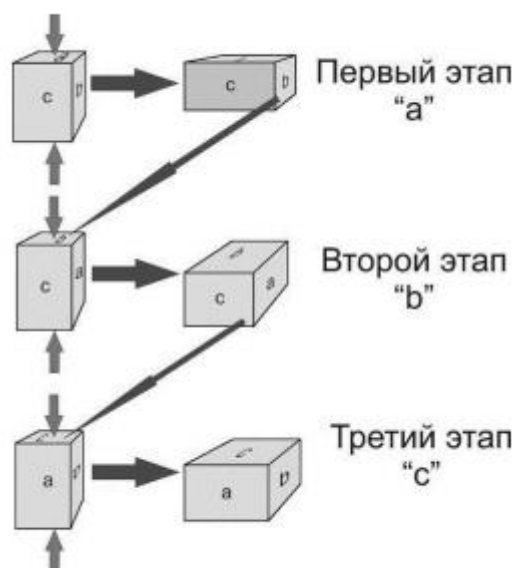


Рис. 1.5 Схема abc деформации

При этом размер образцов выбирается таким образом, чтобы соотношение размеров сторон образца составляло 1,5:1,22:1,0, что позволяет проводить деформацию осадкой с поворотом образца на 90° без изменения геометрических размеров в процессе обработки.

1.4 Постановка задач исследования

Как уже было отмечено ранее, отечественные предприятия по добыче и переработке полезных ископаемых активно участвуют в развитии Крайнего Севера. Климат за Северным Полярным кругом разительно отличается от умеренного, что и приводит к принципиальным различиям в приёмах и методах эксплуатации оборудования и машин. Вопрос об эффективности работы при криогенных температурах крупных инфраструктурных объектов – таких, как газо- и нефтепроводы, линии электропередач – основан на повышении хладостойкости материалов, ужесточении требований по вязкости и пластичности.

Анализ литературных данных показывает, что, несмотря на большой объём исследований, посвящённых механизмам пластических деформаций материалов с ГЦК структурой, слабо изученной остаётся область больших пластических деформаций при комнатной температуре. Исследованию закономерностей формирования нанокристаллических структур после больших пластических деформаций в данной области температур посвящено небольшое количество работ. Кроме того слабо изучено влияние отжигов при разных температурах после значительных суммарных степеней деформации.

В соответствии с темой работы, объектом исследований и изученной литературой были поставлены следующие задачи и цель.

Цель работы: изучить влияние многократнойковки при комнатной температуре и отжигов на микроструктуру и механические свойства аустенитной стали 03X22H10AG6M2.

Задачи:

1. Исследование деформационного поведения стали 03X22H10AG6M2 в процессе многократнойковки при комнатной температуре.
2. Исследование микроструктуры и механических свойств стали 03X22H10AG6M2, подвергнутой многократнойковки до суммарной степени деформации 2 при комнатной температуре.

3. Исследование микроструктуры и механических свойств стали 03X22H10AG6M2, подвергнутой многократной ковке до суммарной степени деформации 2 при комнатной температуре и отжигам при 500, 600 и 700°C.

ГЛАВА 2 ОПИСАНИЕ МАТЕРИАЛА И МЕТОДИК ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Материал исследования

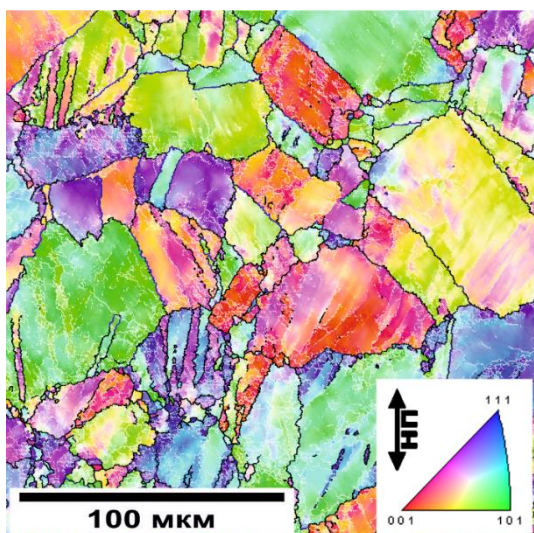
Для исследования микроструктуры и механических свойств была выбрана аустенитная коррозионностойкая сталь 03X22H10AG6M2. Сталь отлита в федеральном государственном унитарном предприятии «Центральный научно-исследовательский институт машиностроения» методом электрошлакового переплава. Химический состав стали 03X22H10AG6M2 приведен в таблице 2.1.

Таблица 2.1

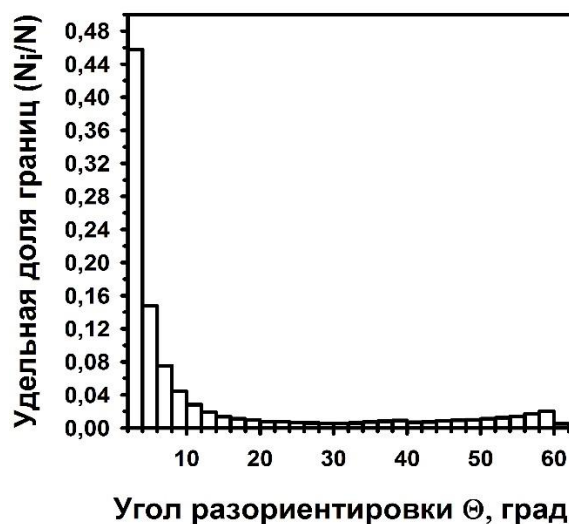
Химический состав стали 03X22H10AG6M2

Fe	C	Cr	Ni	Mo	N	Mn	Si
Баланс	0,025%	22%	10,2%	1,9%	0,36%	6,2%	0,34%

Материал исследования был подвержен гомогенизационному отжигу при температуре 1100°C в течение 1 часа и последующей протяжке при 1100°C с суммарным обжатием 60% с охлаждением в воде. Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 03X22H10AG6M2 после протяжки при 1100°C была принята за исходную (рис. 2.1).



а)



б)

Рис. 2.1 Микроструктура стали 03Х22Н10АГ6М2 после протяжки при температуре 1100°С: а) дифракция обратно-рассеянных электронов; б) распределение границ зёрен по углам разориентировки

Полученная микроструктура в результате протяжки при температуре 1100°С характеризуется средним размером зёрен 11 ± 1 мкм, долей малоугловых границ = 0,8, долей специальных границ $\Sigma 3 = 0,02$ и плотностью дислокаций $1,4 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$.

Далее сталь подвергли многократной ковке до суммарных степеней деформации 0,4; 0,8; 1,2; 2, и с помощью просвечивающего и растрового электронных микроскопов были получены изображения деформированной микроструктуры.

2.2 Методики исследования

2.2.1 Методика многократнойковки

Деформационную обработку стали 03X22H10AG6M2 методом многократнойковки (или мультиосевой осадки) со сменой оси деформации проводили на универсальной испытательной машине Instron 300 LX с усилием 30 тонн при комнатной температуре. При работе с прессом надлежит использовать индивидуальные средства защиты (СИЗ): халат, защитные очки; во время работы машины запрещается вводить руки в пространство между бойками, а также производить ковку материала толщиной большей, чем разрешено паспортом оборудования. В процессе многократнойковки используются призматические образцы с размерами $15 \times 12,2 \times 10$ мм³ (соотношение сторон 1,5:1,22:1,0), которые обеспечивают возможность проведенияковки со сменой оси деформации на 90 градусов при каждом проходе без изменения геометрических размеров. При проведенииковки регистрируется диаграмма деформационного поведения материала. За каждый проход в материал вносилась истинная степень деформации 0,4 со скоростью деформации 10^{-3} с⁻¹ (рис. 2.2).

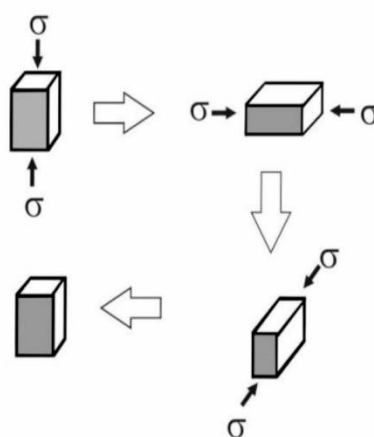


Рис. 2.2 Многократнаяковка с поворотом образца на 90°

Для исследования последовательности структурных изменений в процессе всестороннейковки несколько призматических образцов деформировали до истинных степеней деформации 0,4; 0,8; 1,2; 2.

Надо отметить, что данный способ внесения пластической деформации обеспечивает возможность контроля изменения механического поведения материала, необходимость только в стандартном испытательном оборудовании. При этом остановить ковку можно в любой момент, что позволяет контролировать процесс внесения деформации на протяжении всего процесса.

2.2.2 Методика исследования микроструктуры

2.2.2.1 EBSD – анализ

После многократнойковки образцов были вырезаны пластины толщиной ~ 300 мкр. Затем они были механически утонены до толщины ~100-120 мкм. Механическая обработка образцов была осуществлена на шлифовальном станке фирмы Struers для ручной шлифовки и полировки LaboPol-5, с использованием шлифовальных кругов с абразивностью 320, 500, 800, 1000.

Далее из образцов при помощи панчера формировался диск диаметром 3 мм, который окончательно утончался методом струйной электрохимической полировки на установке TenuPol-5 в электролите состава: 90% СНЗСООН и 10% НСІ. Готовые фольги тщательно промывались в воде.

При работе с кислотами согласно правилам техники безопасности надлежит использовать СИЗ: халат, защитные очки, перчатки. Перед началом работы убедиться, что вытяжка работает исправно, помещение проветривается, есть постоянный доступ к воде.

Микроструктура после деформации была изучена с использованием дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD - Electron Backscatter Diffraction). Исследования выполняли с помощью растрового электронного

микроскопа Nova Nano SEM 450 при ускоряющем напряжении 20 кВ. При работе с РЭМ необходимо соблюдать правила электробезопасности по [20] межотраслевые правила по охране труда при эксплуатации электроустановок и требования по обеспечению безопасности на рабочих местах по ГОСТ 12.2.061 [21].

Методика EBSD-анализа заключается в следующем: образец, наклоненный на угол 70° , помещается в растровый электронный микроскоп (РЭМ). Микроскоп переводится в режим работы с минимальным размером пучка электронов, и исследуемая поверхность подвергается автоматическому пошаговому сканированию с шагом 0,05 мкм. Дифрагированные электроны, обратно рассеянные от каждой точки сканирования, формируют дифракционную картину Кикучи на флуоресцентном экране, установленном внутри камеры микроскопа, с которого в свою очередь изображение передается на цифровую видеокамеру. Дифракционные картины с каждой из точек сканирования усредняются, оцифровываются и автоматически индуцируются. Процесс повторяется до тех пор, пока не будет отсканирована заданная площадь. Таким образом, воспроизводится пространственное распределение ориентировок кристаллитов на исследуемой поверхности шлифа.

Средний размер зерна D определялся по формуле:

$$D = \sum d_i / n \quad (1)$$

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

Среднюю плотность дислокаций определяли по формуле:

$$\rho = 1,15 * \Theta / (b * h), \quad (2)$$

где Θ - среднее искажение решетки, b – вектор Бюргерса, h – шаг сканирования.

Обработка полученных изображений осуществлялась с использованием программного обеспечения TSL OIM Analysis 6.

2.2.2.2 Просвечивающий электронный микроскоп

Подготовка образцов схожа для ПЭМ и для РЭМ с той лишь разницей, что для просвечивающего электронного микроскопа фольга подвергается электрохимической полировке вплоть до образования отверстия в центре. Правила безопасности при работе с ПЭМ аналогичны правилам при работе с РЭМ.

Просвечивающая электронная микроскопия предполагает изучение тонких фольг с помощью пучка электронов, проходящий сквозь них и взаимодействующих с ними. Электроны, прошедшие сквозь образец, фокусируются на устройстве формирования изображения: флуоресцентном экране или фотопластинке.

Перед началом работы на ПЭМ установить параметры увеличения ускоряющего напряжения от 160 до 200 кВ, так чтобы общее время подъема напряжения составляло около 1 часа. Запустить выполнение программы. Убедиться, что ток пушки составляет около 101,5 μ А при ускоряющем напряжении 200 кВ. Поместить держатель с образцом в колонну микроскопа.

После подготовки к работе провести юстировку микроскопа, выбрать интересующий участок образца, увеличение, резкость, и при помощи соответствующей кнопки на пульте сделать фотографию. Для получения изображения дислокаций на поверхности следует использовать специальные педали, отвечающие за угол наклона образца.

Большое практическое значение имеет метод микродифракции, при котором дифракционная картина формируется в ограниченной области образца. Отсечь электронный пучок можно при помощи введения селекторной диафрагмы определённого размера. Вследствие этого получается дифракционная картина, которая содержит яркое центральное пятно и дифракционные максимумы (рефлексы), полученные от рассеянных

электронов. Селекторная диафрагма подбирается таким образом, чтобы двойники оказалась в теле одного зерна.

Селекторную диафрагму используют для получения светлопольного или темнопольного изображение. Объектной диафрагмой в задней фокальной плоскости объективной линзы выбирается либо прямой пучок (центральное пятно), либо один из отраженных рефлексов. В первом случае изображение называют светлопольным, во втором – темнопольным.

Для того, чтобы определить наличие двойников в зерне, отсекается предполагаемая область при помощи селекторной диафрагмы и с неё снимается дифракционная картина.

Дислокации представляют собой линейный дефект кристаллической решетки. Наблюдать выход дислокаций на поверхность можно при помощи электронного просвечивающего микроскопа в виде характерных линий или точек (рис. 2.3):

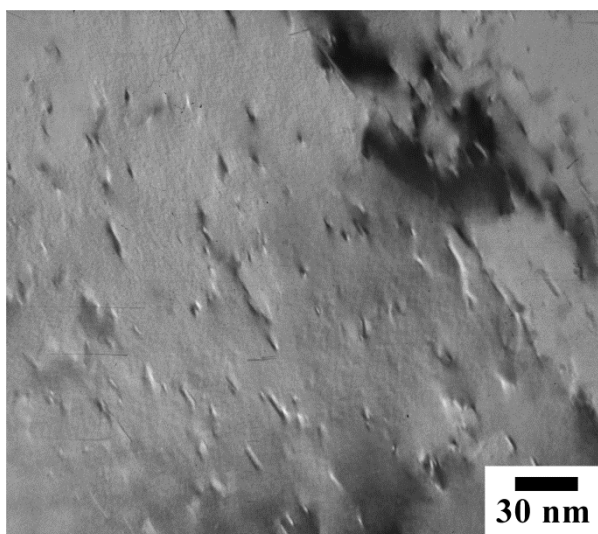


Рис. 2.3 Выход на поверхность образца дислокаций

Подсчет дислокаций проводился методом точек выхода. Методика заключается в выделении нескольких прямоугольных областей без посторонних дефектов, подсчёте внутри них количества вышедших на поверхность дислокаций и вычислении плотности по формуле:

$$\rho = n/(b*a) \quad (2),$$

где n – число дислокаций, приходящихся на площадь выделенной области, a , b – ширина и длина прямоугольной области соответственно.

2.2.3 Методика измерения твёрдости по Виккерсу

При стандартном измерении твердости по Виккерсу (ГОСТ 2999-75) [22] в поверхность образца вдавливается алмазный индентор в форме четырехгранной пирамиды с углом при вершине $\alpha=136^\circ$. После удаления нагрузки (выдержка 10-15 секунд) измеряют диагональ отпечатка d , оставшегося на поверхности образца:

$$HV = \frac{2P \sin \alpha / 2}{d^2} = 0,189 \frac{P}{d^2} \text{ [ГПа]} \quad (3)$$

Где P - приложенная нагрузка.

Минимальная толщина образца должна превышать диагональ отпечатка в 1,2 раза (для сталей). Расстояние между центром отпечатка и краем образца или краем соседнего отпечатка принимают не менее $2,5d$. Произведено не менее 10 вдавливаний на каждом образце в самой проработанной области (центре).

2.2.4 Методика термической обработки

Образцы стали 03Х22Н10АГ6М2, деформированные до суммарной истинной степени деформации $\varepsilon = 2$, в дальнейшем были подвергнуты отжигу. Он производился в печи Nabertherm.

Образцы помещались в нагретую печь. После выравнивания температуры отводилось время на прогрев образца, исходя из соотношения: на 1 мм толщины приходится 1 минута нагрева. После этого проводился

отжиг при температурах 500, 600, 700 °С в течение 30 минут с последующим охлаждением в воде.

При обслуживании электрических печей основное внимание должно быть обращено на выполнение правил электробезопасности. Все токонесущие части электрических печей должны быть изолированы или ограждены. Ограждения и другие металлические токонесущие части должны быть заземлены. Все электропечи должны быть снабжены автоблокировочным устройством, отключающим питание печи при открывании окон и заслонок.

2.2.5 Методика проведения испытаний на растяжение

Механические испытания образцов проводились на универсальной испытательной машине Instron 5582 при комнатной температуре. Соотношения размеров рабочей части составили 0,5*1*4 мм и были приняты в соответствии с расчётными формулами, приведёнными в ГОСТ 1497-84 [23]:

$$l = 5,65 * \sqrt{F} \quad (4)$$

где F – площадь поперечного сечения.

Скорость деформации равна 10^{-3} мм/мин. В результате испытаний оценивали полученные значения предела текучести $\sigma_{0,2}$, прочности σ_B и относительное удлинение δ .

Вырезка образцов проводилась вдоль продольной оси поковки на проволочно-вырезном станке SODICK AQ300L. Подготовка образцов заключалась в шлифовке на шкурках зернистостью 320, 500, 800, 1000 и полировке на полировальном кругу с помощью алмазной пасты 6 мкм. Для этого был задействован шлифовальный станок Labo-Pol 5.

Подготовленные образцы закреплялись в захватах испытательной машины, после чего подвергались растяжению под действием нагрузки с заданной скоростью деформации вплоть до разрыва. В результате испытаний

при помощи программы Bluehill строилась диаграмма зависимости удлинения от нагрузки, по которой определялись пределы текучести текучести $\sigma_{0,2}$ и прочности σ_B в МПа и относительное удлинение δ в %.

Общие требования безопасности к конструкции машины должны соответствовать ГОСТ 12.2.003 [24]. Общие требования безопасности к электрооборудованию машин в зависимости от конструкции должны соответствовать ГОСТ 12.2.007.0 - 75. Значения шумовых характеристик должны устанавливаться в технических условиях и соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.003 [24].

2.2.6 Методика проведения рентгеноструктурного анализа

Для анализа фазового состава образцов стали 03X22H10AG6M2 после многократнойковки при комнатной температуре до истинной суммарной степени деформации 2 и отжигов при 500, 600 и 700°C применяли рентгеноструктурные исследования. Образцы перед исследованием механически шлифовали на приборе Laborol 5 при помощи шлифовальных кругов различной зернистости. Далее образцы подвергли полировке, используя алмазную пасту с размером дисперсных частиц 6 мкр.

Рентгеноструктурный анализ проводили на дифрактометре Rigaku Ultima IV в медном (Cu) K α -излучении. Рабочее напряжение для рентгеновского дифрактометра составляло 40 кВ, ток составлял 30 мА, а диапазон сканирования и размер шага составляли 35–120° и 0,02° соответственно. В результате сканирования были получены спектры, по характерным пикам которых можно судить о фазовом составе материала.

ГЛАВА 3 РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

3.1 Деформационное поведение стали 03X22Н10АГ6М2 в процессе многократной ковки при комнатной температуре

На рис. 3.1 представлены графики из серии истинных кривых деформация-напряжение в течение десяти последовательных проходов осадки образцов стали 03X22Н10АГ6М2.

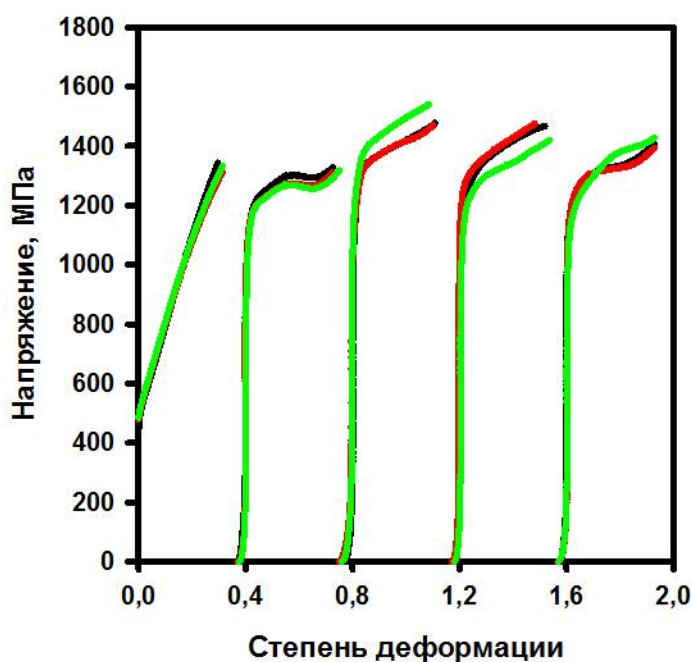


Рис. 3.1 Зависимость напряжения от накопленной истинной степени деформации стали 03X22Н10АГ6М2 при многократной ковке при комнатной температуре.

Первая осадка образцов сопровождается значительным упрочнением до 1370 МПа. При дальнейшем продолжении многократной ковки наблюдается сначала подъём, а затем спад пиковых напряжений. Следует отметить, что предел текучести каждого последующего образца практически сопоставим с напряжениями течения предшествующих проходов. При достижении истинной степени деформации 0,8 и 1,2 наблюдается устойчивое поведение напряжений.

3.2 Исследование микроструктуры стали 03X22H10AG6M2 после многократной ковки

Образцы из стали 03X22H10AG6M2, полученные после протяжки при 1100°C, были в дальнейшем подвергнуты многократной ковке при комнатной температуре. Микроструктура стали марки 03X22H10AG6M2 при осадке до степени деформации 0,4, полученная с помощью растрового электронного микроскопа и метода EBSD анализа, представлена на рис. 3.2.

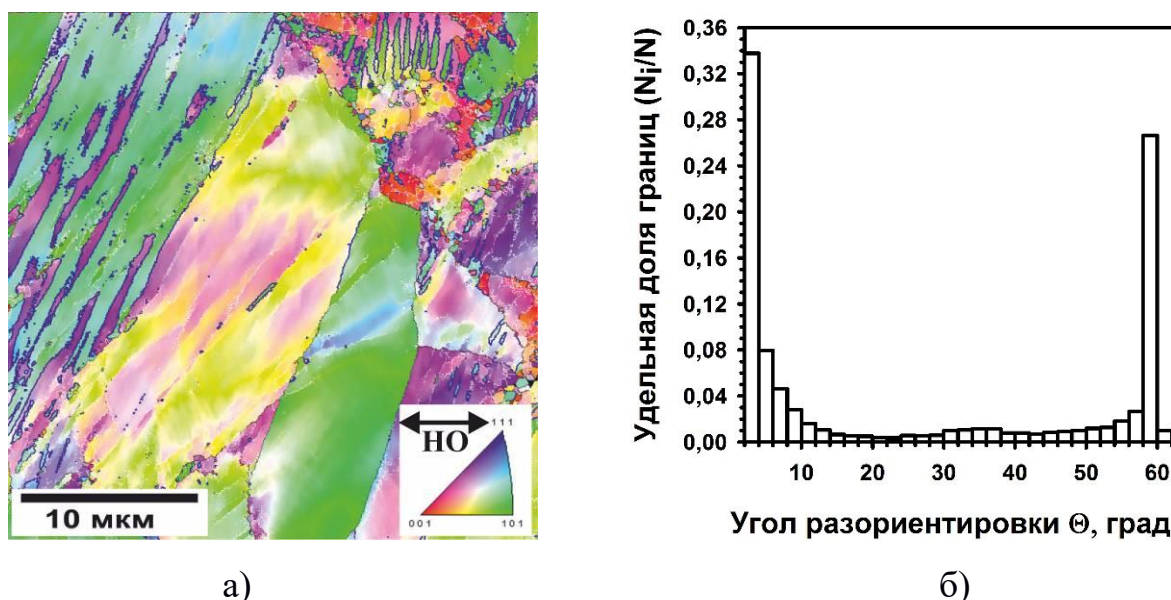


Рис. 3.2 Микроструктура стали 03X22H10AG6M2 после ковки до степени деформации 0,4: а) дифракция обратно – рассеянных электронов; б) распределение границ зерен по углам разориентировки

Микроструктура стали после осадки характеризуется деформированными перпендикулярно направлению ковки зёрнами и измельчёнными структурными элементами вдоль границ. Наблюдается образование двойников. Доли малоугловых и специальных границ $\Sigma 3$ составляют 0,5 и 0,3, соответственно.

Изображение микроструктуры аустенитной коррозионностойкой стали 03X22Н10АГ6М2 послековки на суммарную степень деформации 0,8, полученное с помощью РЭМ и метода EBSD анализа, представлено на рис. 3.3.

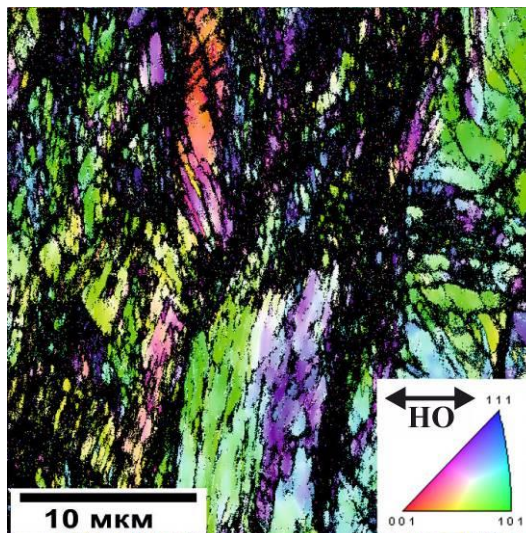


Рис. 3.3 Микроструктура стали 03X22Н10АГ6М2 послековки до суммарной степени деформации 0,8, полученная при помощи дифракции обратно – рассеянных электронов.

Микроструктура стали после осадки до суммарной истинной степени деформации 0,8 характеризуется сильно деформированными и вытянутыми зёрнами перпендикулярно направлению осадки. На рис. 3.2 чёрным цветом выделены области, индекс достоверности которых меньше 0,1.

Далее сталь подвергли осадке до суммарной степени деформации 1,2. При помощи РЭМ и метода EBSD анализа был получен снимок микроструктуры (рис. 3.4).

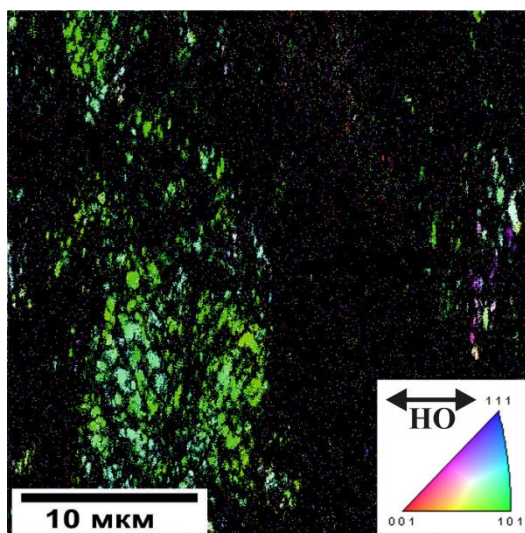


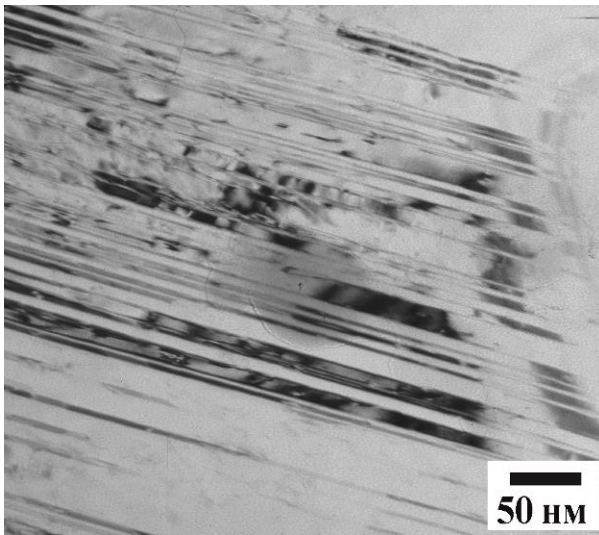
Рис. 3.4 Микроструктура стали 03X22N10AG6M2 послековки до суммарной степени деформации 1,2, полученная при помощи дифракции обратно – рассеянных электронов.

Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 03X22N10AG6M2 послековки до суммарной степени деформации 1,2 характеризуется наличием большей доли структурных элементов, индекс достоверности которых меньше 0,1.

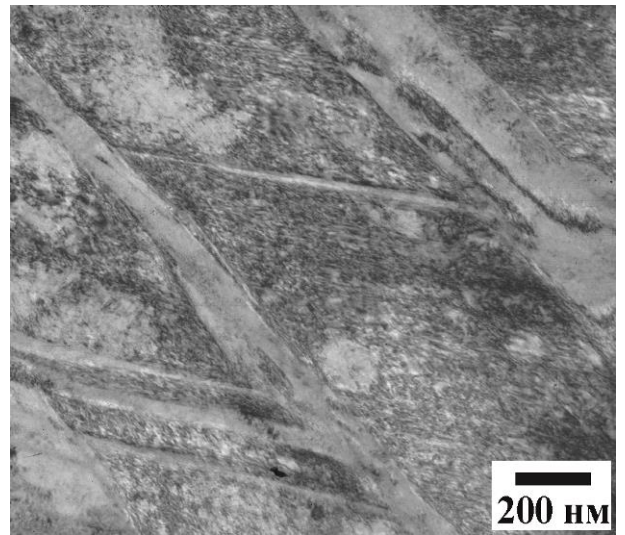
Образцы из стали 03X22N10AG6M2 были также подвергнуты ковке до суммарной степени деформации 2, однако при такой степени почти во всём объёме образца наблюдаются структурные элементы, индекс достоверности которых меньше 0,1. Из этого следует вывод, что метод EBSD анализа не позволяет индцировать данную структуру, и нужно использовать метод просвечивающей электронной микроскопии.

В ходе исследований микроструктуры аустенитной стали 03X22N10AG6M2 при помощи просвечивающей микроскопии были получены фотографии микроструктуры для степеней осадки 0,4; 0,8; 1,2; 2.

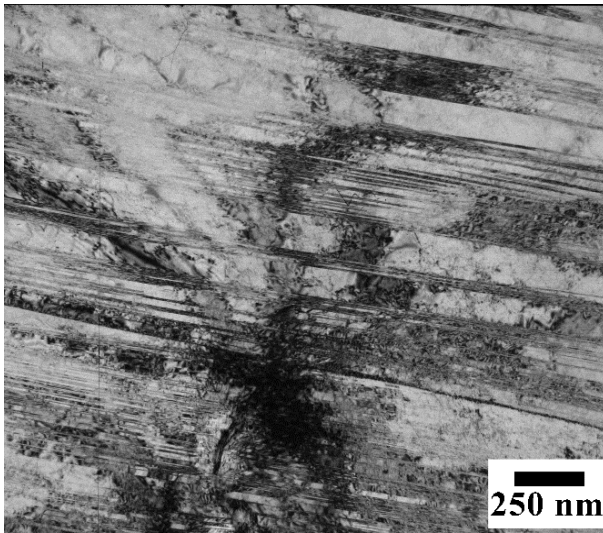
Микроструктура стали марки 03X22N10AG6M2 при достижении истинной степени деформации 0,4, полученная с помощью просвечивающего электронного микроскопа, представлена на рис. 3.5.



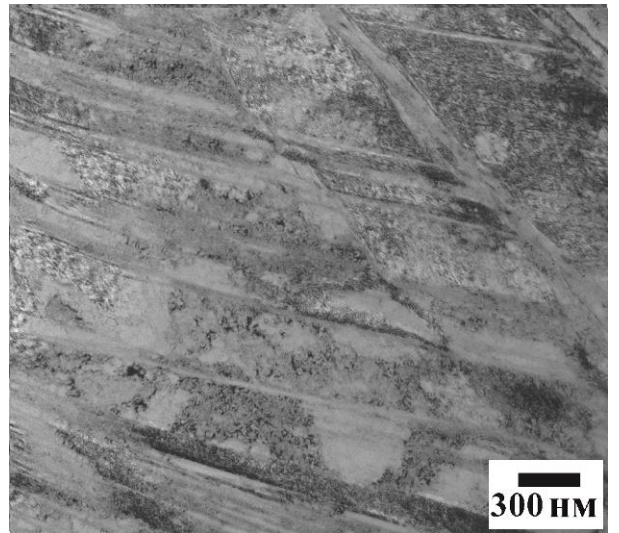
а)



б)



в)



г)

Рис. 3.5 Микроструктура стали после осадки на степень деформации 0,4 при разных увеличениях: а) $\times 200$, б) $\times 50$, в) $\times 40$, г) $\times 30$

В данном случае была выбрана 3 диафрагма диаметром 300 нм. Наличие двойных пар рефлексов на полученном изображении свидетельствует о двойниковании кристалла (рис. 3.5).

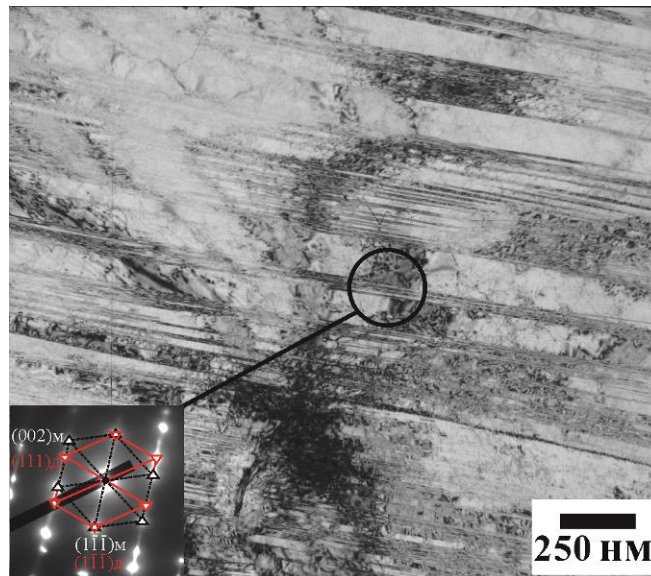
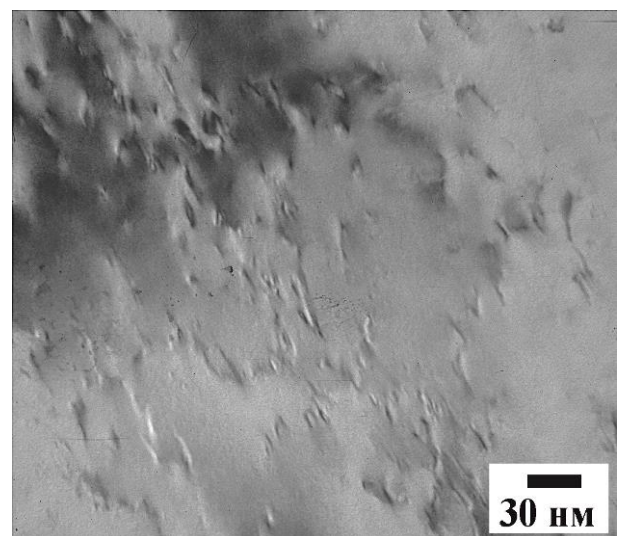
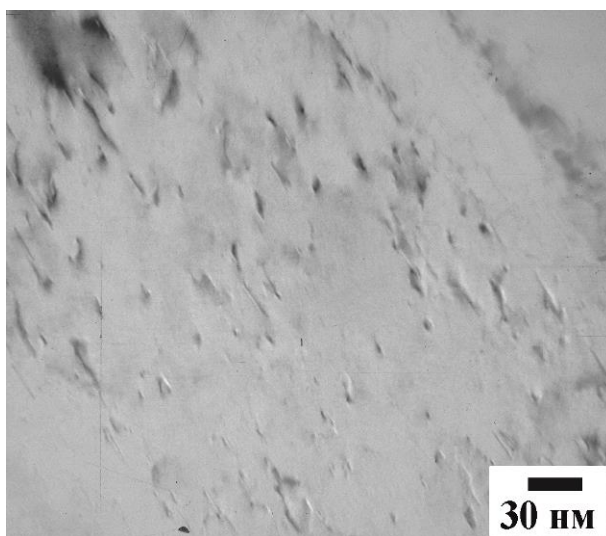


Рис. 3.6 Микроструктура стали после осадки на степень деформации 0,4 и дифракция электронов. Рефлексы матрицы выделены черным, двойника - красным

Центральный рефлекс имеет индексы (000), общий для матрицы и двойника – (11 $\bar{1}$). Индексы матрицы и двойника – (002) и (111) соответственно.

Дислокационные картины стали послековки на степень деформации 0,4 представлены на рис. 3.7. Хорошо заметны места выхода дислокаций на поверхность в виде линий и точек. Их плотность составила $1,3 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$.



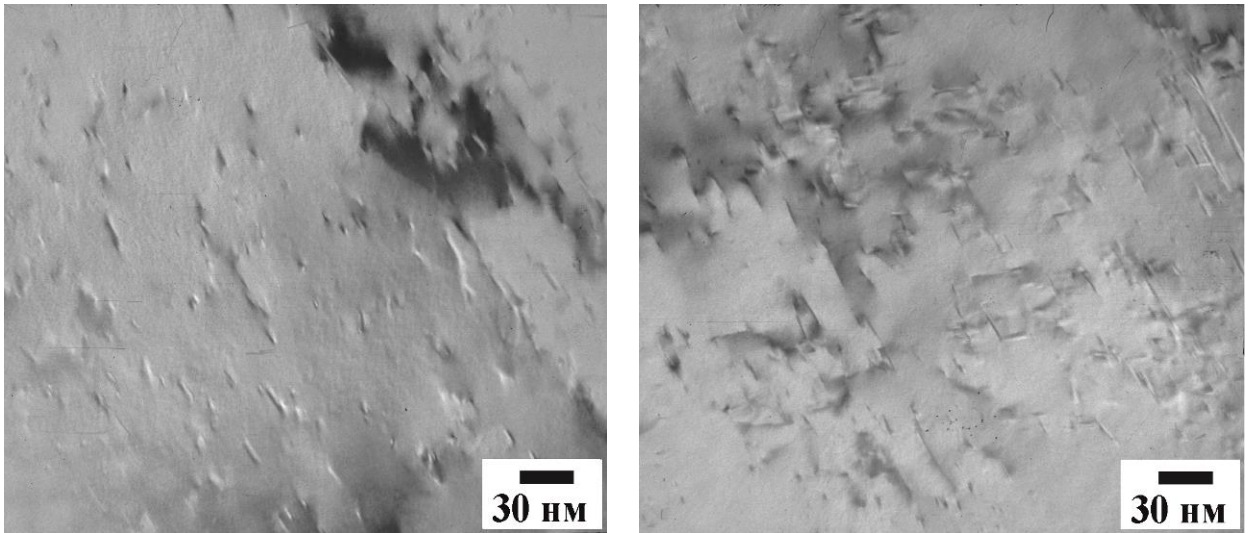


Рис. 3.7 Дислокационные картины. Увеличение $\times 300$

Панорамное изображение микроструктуры стали, деформированной в процессе многократнойковки на степень 0,4, приведено на рис. 3.8.



Рис. 3.8 Панорамное изображение микроструктуры стали после осадки на степень деформации 0,4

На фотографии изображены два зерна, разделённые межзёрной границей. При этом в верхнем зерне наблюдается большое количество

образовавшихся в процессе деформации двойников в характерной форме игл, а также скопления дислокаций (выглядят как участки черного цвета). Двойникование в соседнем зерне происходит в меньшей степени. Двойники имеют наноразмеры.

Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 03X22Н10АГ6М2 при достижении истинной суммарной степени деформации 0,8, полученная с помощью ПЭМ, представлена на рис. 3.9.

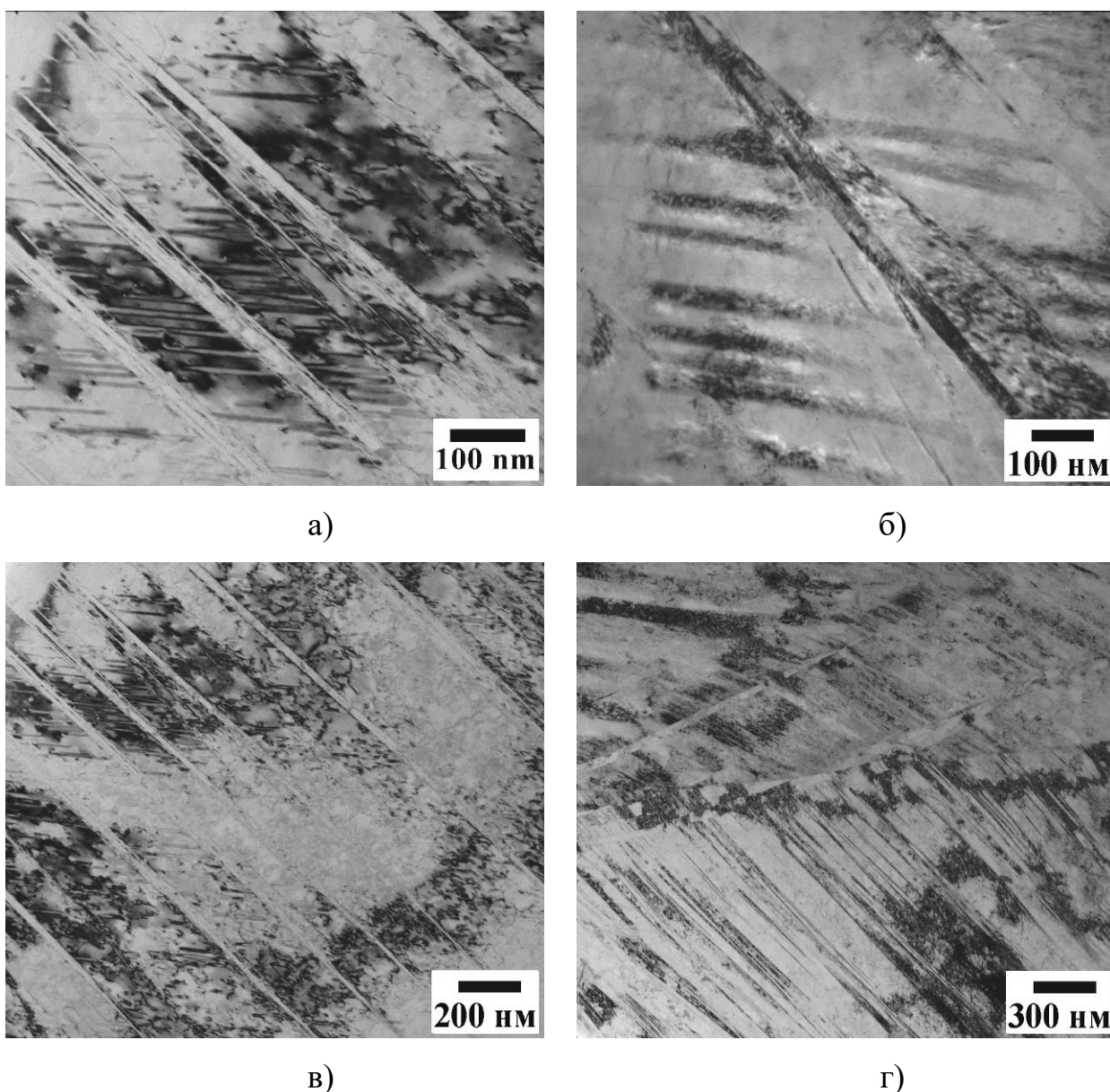


Рис. 3.9 Микроструктура стали после осадки на суммарную степень деформации 0,8 при разных увеличениях: а) $\times 120$, б) $\times 100$, в) $\times 50$, г) $\times 30$

Для снятия дифракции была выбрана 3 диафрагма диаметром 300 нм. Дифракционная картина стали послековки на суммарную степень деформации 0,8 представлена на рисунке 3.10. Можно наблюдать двойные рефлексы, свидетельствующие о двойниковой структуре материала. Индексы: центральный рефлекс – (000), общий - ($\bar{1}11$), от матрицы – (002), от двойника – (111).

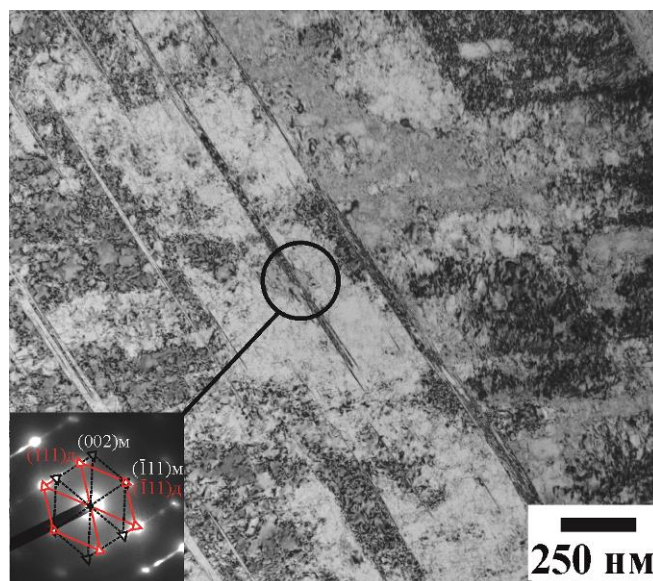


Рис. 3.10 Микроструктура стали после осадки на степень деформации 0,8 и дифракция электронов. Рефлексы матрицы выделены черным, двойника - красным

На рис. 3.11 представлены дислокационные картины стали после осадки на суммарную степень деформации 0,8. В процессе многократнойковки при комнатной температуре плотность свободных дислокаций повысилась до $2 * 10^{15} \text{ м}^{-2}$.

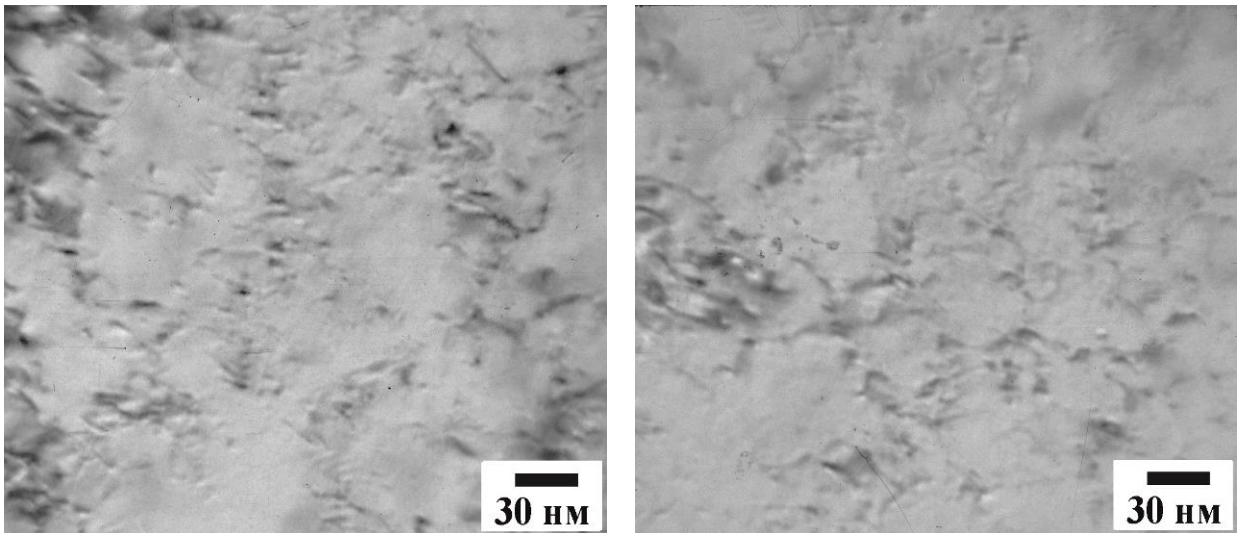


Рис. 3.11 Дислокационные картины. Увеличение $\times 300$

Панорамное изображение микроструктуры стали после многократнойковки при комнатной температуре на суммарную степень деформации 0,8 представлено на рис. 3.12.

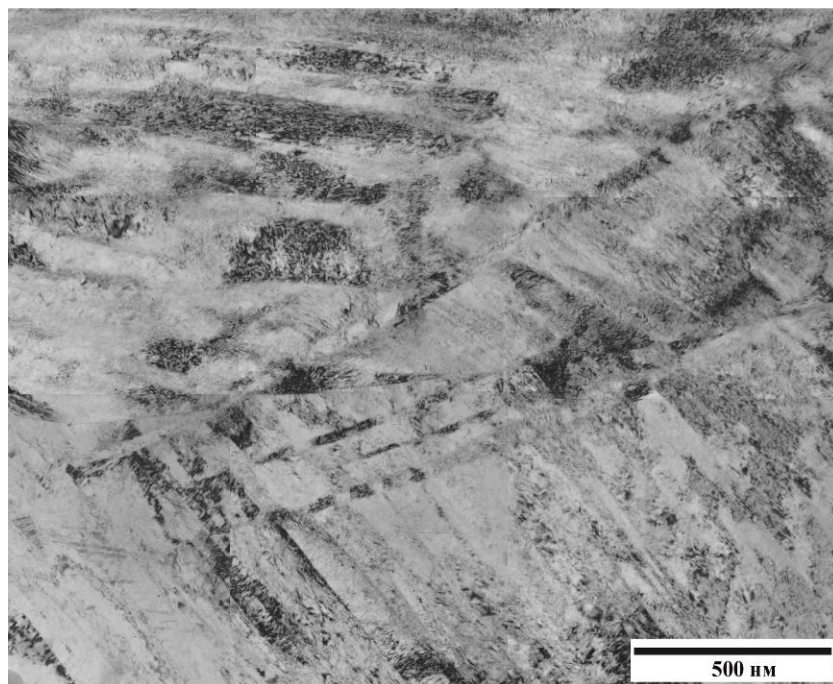


Рис. 3.12 Панорамное изображение микроструктуры стали после осадки на степень деформации 0,8

На панорамном изображении можно наблюдать несколько границ крупных зёрен, разориентированных относительно друг друга. По сравнению со степенью осадки 0,4, при суммарной степени 0,8 наблюдается большая деформация структурных элементов. В нижнем зерне наблюдается большая степень двойникования. Двойники также подвергаются постепенной фрагментации.

Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 03X22Н10АГ6М2 послековки до суммарной степени деформации 1,2, полученная с помощью просвечивающего электронного микроскопа, представлена на рис. 3.13.

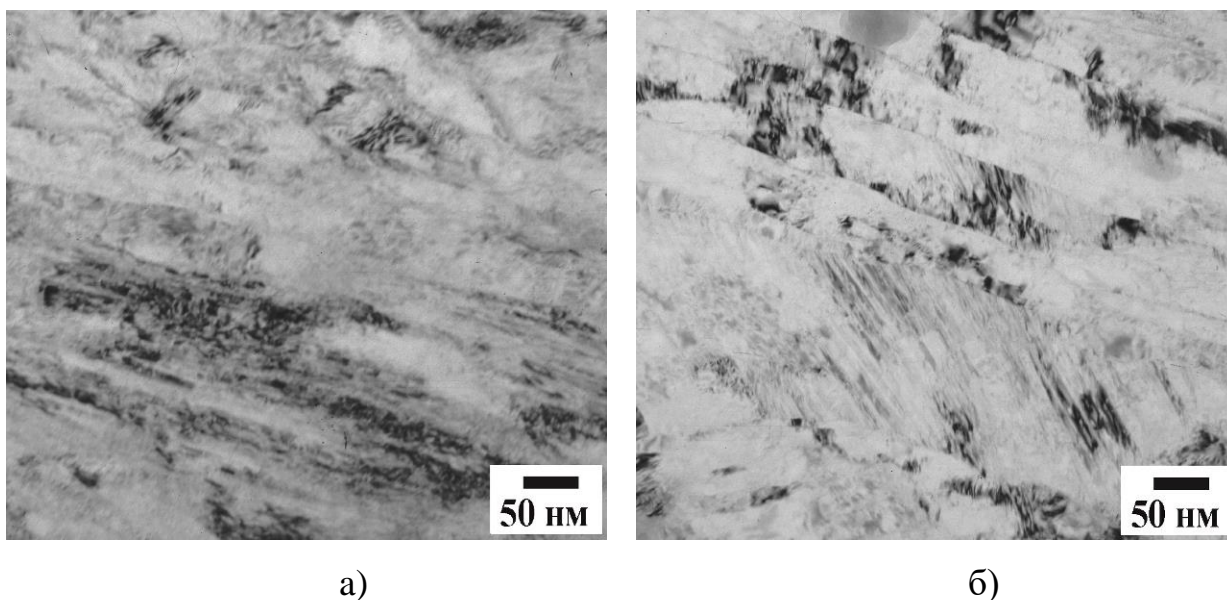


Рис. 3.13 Микроструктура стали после осадки на суммарную степень деформации 1,2 при разных увеличениях: а) $\times 150$, б) $\times 150$

На рис. 3.14 приведена дифракционная картина стали, которая подверглась многократной ковке при комнатной температуре на суммарную степень деформации 1,2.

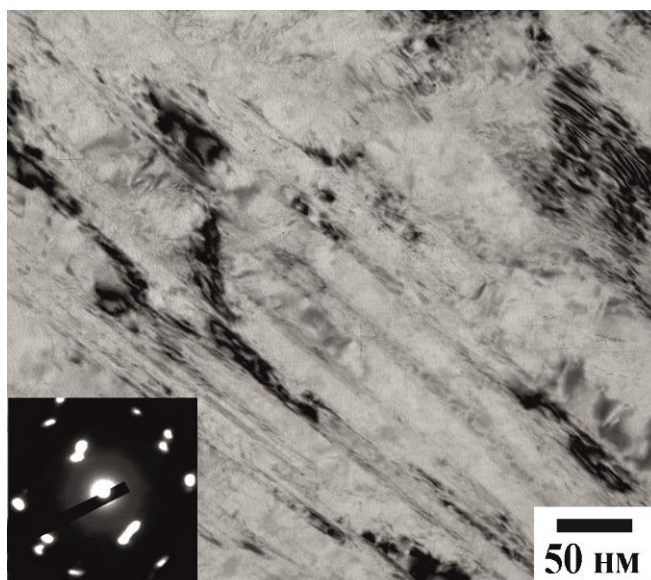


Рис. 3.14 Микроструктура стали после осадки на степень деформации 1,2 и дифракция электронов.

На рис. 3.15 представлена дислокационная картина стали после осадки на суммарную степень деформации 1,2. Плотность свободных дислокаций увеличилась и составила $2,4 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$.

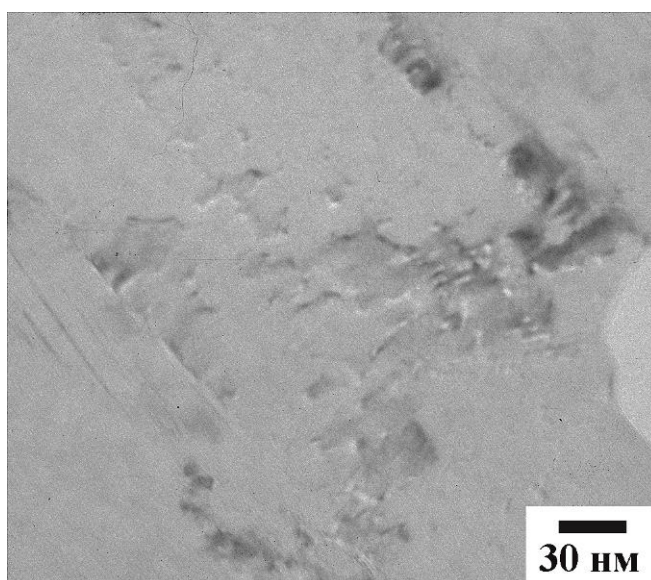


Рис. 3.15 Дислокационная картина. Увеличение $\times 300$

Панорамное изображение микроструктуры стали после осадки на суммарную степень деформации 1,2 представлено на рис. 3.16.

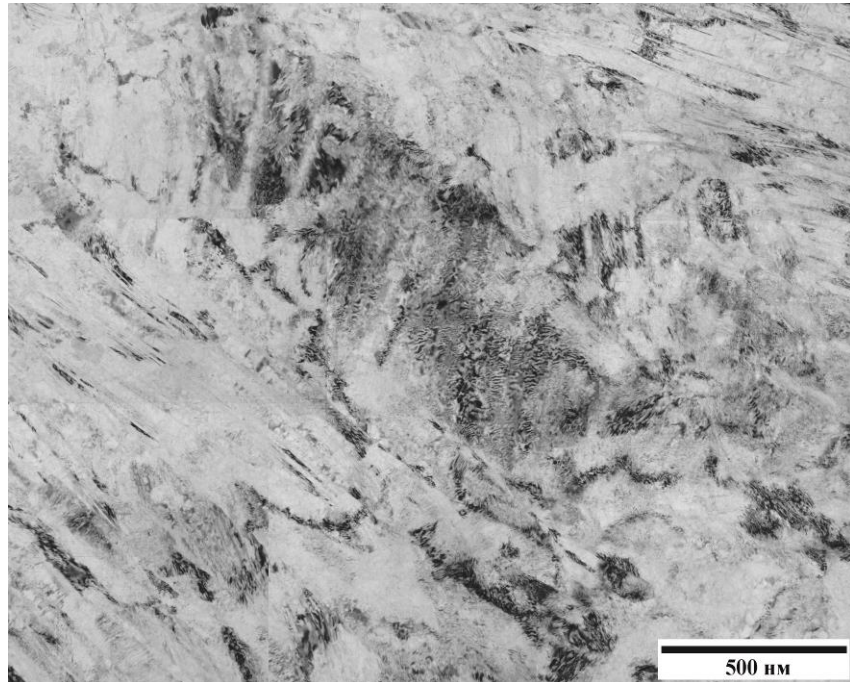


Рис. 3.16 Панорамное изображение микроструктуры стали после осадки на суммарную степень деформации 1,2

На панораме наблюдаются беспорядочно разориентированные зёрна неправильной формы, структурные элементы сильно деформированы. В центре фотографии расположено массивное скопление дислокаций. Видно, что в связи со сменой осей деформации включаются всё больше благоприятно ориентированных систем двойникования. Ширина двойников продолжает уменьшаться.

Микроструктура аустенитной коррозионностойкой стали 03X22Н10АГ6М2 послековки до суммарной степени деформации 2, полученная с помощью просвечивающего электронного микроскопа, представлена на рис. 3.17.

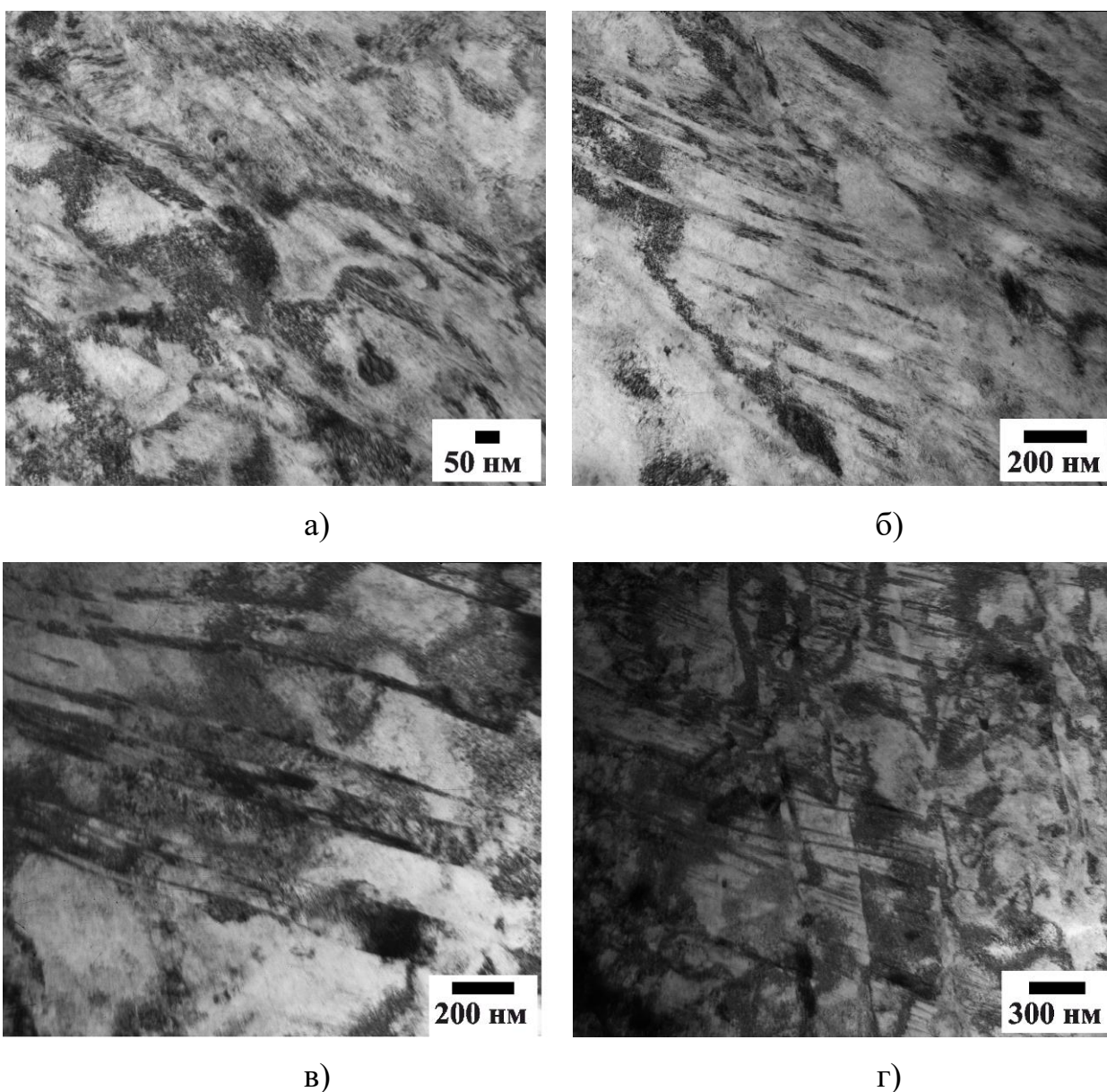


Рис. 3.17 Микроструктура стали после осадки на суммарную степень деформации 2 при разных увеличениях: а) $\times 80$, б) $\times 50$, в) $\times 50$, г) $\times 30$

В результате многократнойковки при комнатной температуре до суммарной степени деформации 2 была получена сильно деформированная двойниковая структура с измельченными структурными элементами. Повышение степени деформации привело к росту плотности дислокаций – их плотность составила $4,2 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$. Дислокационные картины представлены на рис. 3.18.

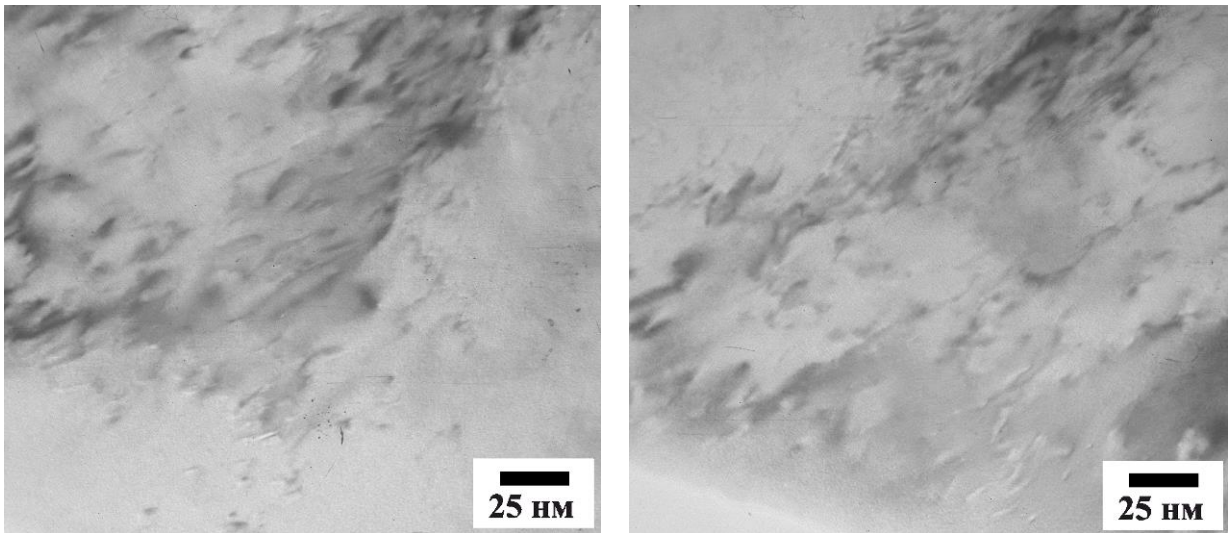


Рис. 3.18 Дислокационные картины. Увеличение x400

Дифракция электронов, полученная при помощи просвечивающей электронной микроскопии, изображена на рисунке 3.19. Для получения дифракции была выбрана 3 диафрагма диаметром 300 нм.

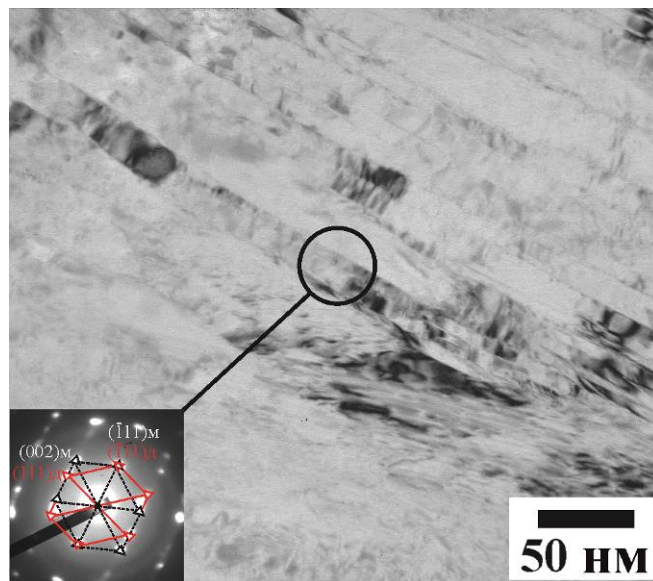


Рис. 3.19 Микроструктура стали после осадки на степень деформации 2 и дифракция электронов. Рефлексы матрицы выделены черным, двойника – красным

Центральный рефлекс имеет индексы (000), общим для матрицы и двойника является рефлекс с индексами $hkl = (\bar{1}11)$. Индекс матрицы - (002), двойника – (111).

Панорамное изображение стали после осадки на суммарную степень деформации представлено на рис. 3.20.

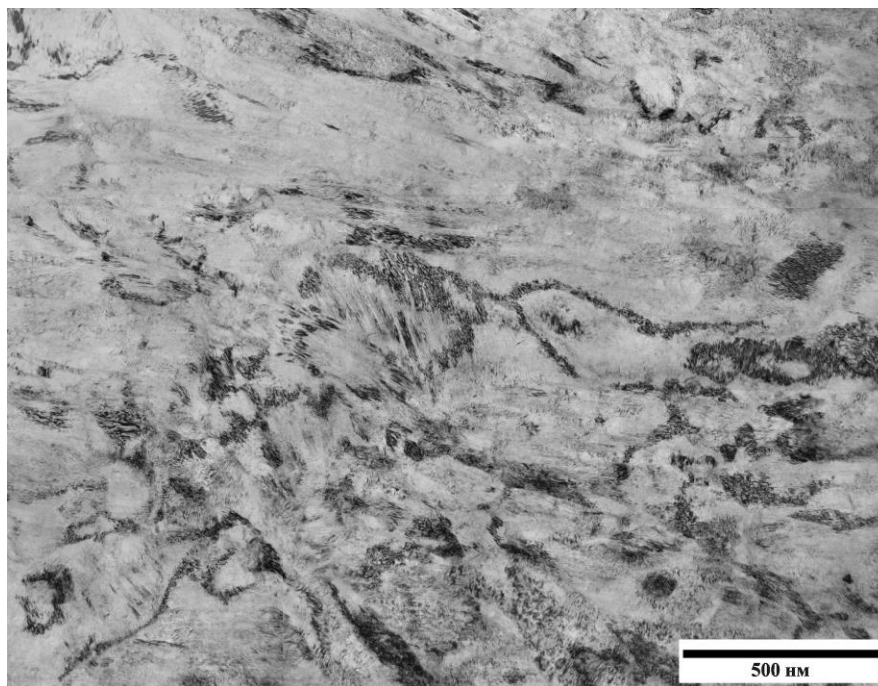


Рис. 3.20 Панорамное изображение микроструктуры стали после осадки на суммарную степень деформации 2

На панорамном снимке представлены беспорядочно разориентированные зерна, сильно измельченные по краям. В центре изображения в теле одного зерна можно наблюдать скопления тонких двойников деформации в виде иголок. Также двойники можно наблюдать в верхней части изображения.

Также следует отметить, что на снимках ПЭМ не было замечено характерных признаков второй фазы даже при больших степенях деформации, что говорит о том, что сталь марки 03X22H10AG6M2 способна подвергаться двойникованию и фрагментации структурных элементов, сохраняя аустенитную структуру вплоть до разрушения.

3.3 Механические свойства стали 03Х22Н10АГ6М2 после многократнойковки

Испытания на растяжение проводились на аустенитной коррозионностойкой стали 03Х22Н10АГ6М2, которая подверглась ковке до истинных степеней деформации 0,4; 0,8; 1,2; 2. Были получены кривые Инженерное напряжение – Относительное удлинение, на основании которых оценивались изменения механических свойств. Кривые растяжения представлены на рис. 3.21 и в таблице 3.1.

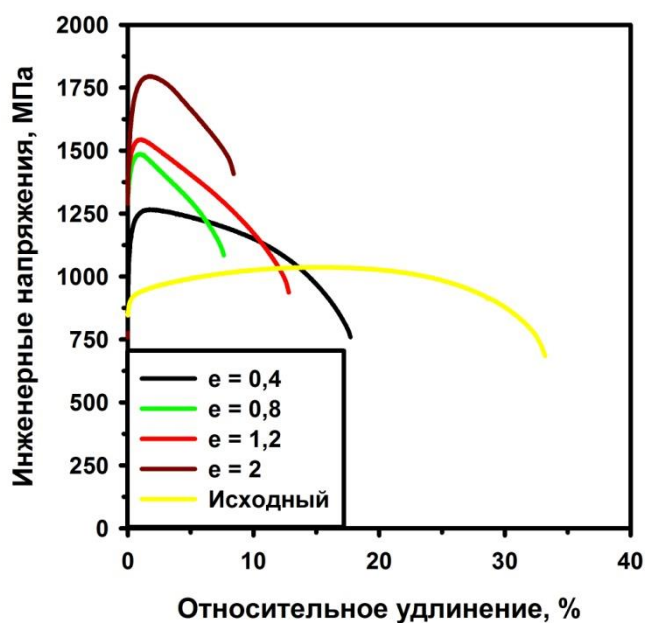


Рис. 3.21 Кривые растяжения стали 03Х22Н10АГ6М2 при комнатной температуре после ковки до различных суммарных степеней деформации

Таблица 3.1

Механические свойства стали 03X22H10AG6M2 послековки до истинных степеней деформации 0,4, 0,8, 1,2, 2.

Степень деформации	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	Микро-твёрдость HV
Исходный образец	1040	890	33	343±4
0,4	1270	1140	18	432±4
0,8	1490	1340	8	463±4
1,2	1540	1410	13	491±4
2	1800	1580	9	553±4

В процессековки с увеличением истинной суммарной степени деформации наблюдается постоянный рост прочностных характеристик (предела прочности и текучести) с одновременным снижением относительного удлинения.

После осадки на степень деформации 0,4 наблюдается резкое увеличение предела прочности σ_B на 230 МПа, предела текучести $\sigma_{0,2}$ – на 250 МПа с падением пластичности на 15%. Твёрдость стали возросла на 89 HV.

Ковка на суммарную степень деформации 0,8 характеризуется повышением предела прочности σ_B и предела текучести $\sigma_{0,2}$ на 450 МПа, твёрдости – на 120 HV. Относительное удлинение упало на 25 %.

Ковка на суммарную степень деформации 1,2 ведёт к увеличению предела прочности σ_B на 500 МПа, предела текучести $\sigma_{0,2}$ – на 520 МПа, твёрдости – на 148 HV.

Сталь, кованная до степени деформации 2, показывает наиболее значительные изменения механических свойств по сравнению с исходным состоянием. Предел прочности σ_B увеличился на 665 МПа, предел текучести

$\sigma_{0,2}$ – на 700 МПа, твёрдость – на 210 НV, но наряду с этим пластичность резко снизилась на 24 %.

3.4 Исследование микроструктуры стали 03X22Н10АГ6М2 после многократнойковки и отжигов

Микроструктура стали, полученная при помощи растрового электронного микроскопа и EBSD-анализа, представлена на рис. 3.22.

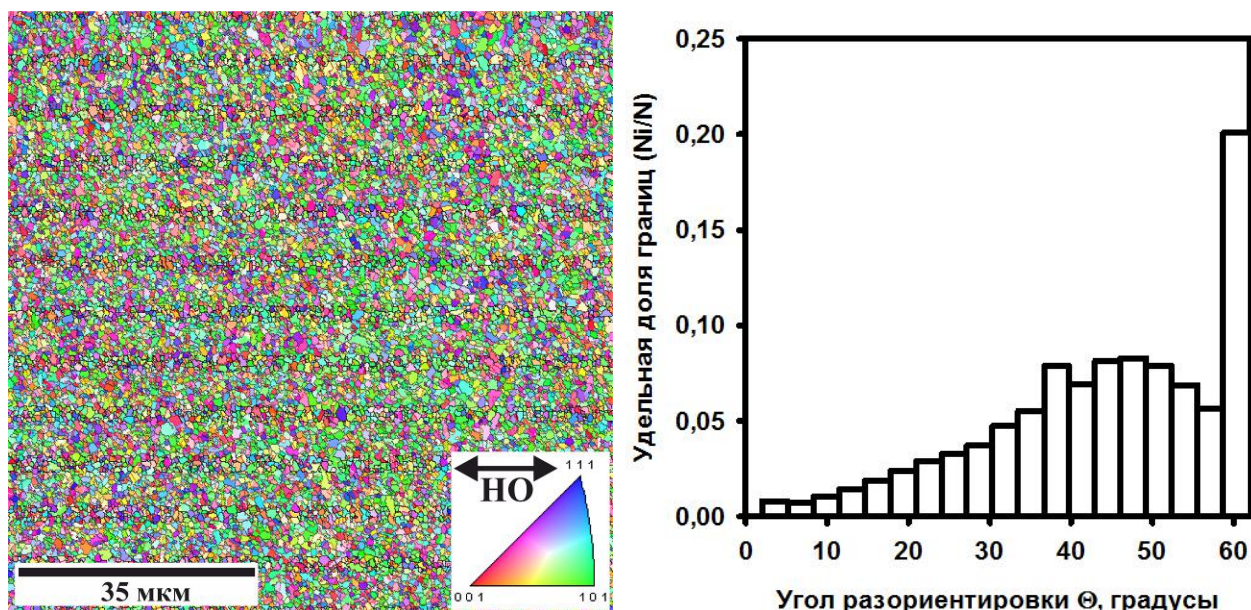


Рис. 3.22 Микроструктура стали 03X22Н10АГ6М2 послековки до суммарной степени деформации 2 и отжига при 700 °С: а) дифракция обратно – рассеянных электронов; б) распределение границ зерен по углам разориентировки

После отжига при температуре 700°С наблюдается рекристаллизованная структура стали 03X22Н10АГ6М2, состоящая из равноосных зёрен со средним диаметром $0,6 \pm 0,1$ мкм. Плотность дислокаций составляет $1,4 * 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Доля большеугловых границ – 0,96. Доля специальных границ $\Sigma 3$ равна 0,2.

Микроструктура стали 03X22Н10АГ6М2 после отжигов при температурах 500 и 600°C будет исследована при помощи просвечивающего электронного микроскопа, т.к. размер структурных элементов не позволяет использовать для изучения РЭМ и метод EBSD анализа.

В ходе исследований микроструктуры аустенитной стали 03X22Н10АГ6М2 при помощи просвечивающей микроскопии были получены фотографии микроструктуры послековки до $\epsilon = 2$ и отжигов при 500, 600 и 700°C.

Микроструктура стали марки 03X22Н10АГ6М2 после отжига при 500°C, полученная с помощью просвечивающего электронного микроскопа, представлена на рис. 3.23.

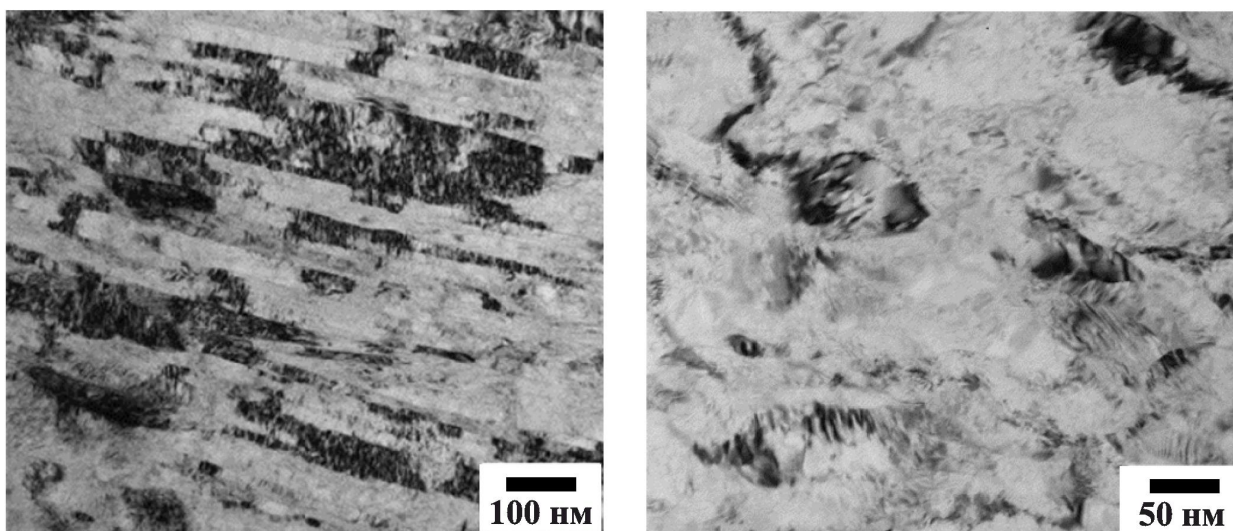


Рис. 3.23 Микроструктура стали после осадки до суммарной степени деформации 2 и отжига при 500°C

На снимках представлена сильно деформированная двойниковая структура стали. Видно, что после отжига при 500°C она не претерпела значительных изменений.

Микроструктура стали марки 03X22Н10АГ6М2 после отжига при 600°C, полученная с помощью просвечивающего электронного микроскопа, представлена на рис. 3.24.

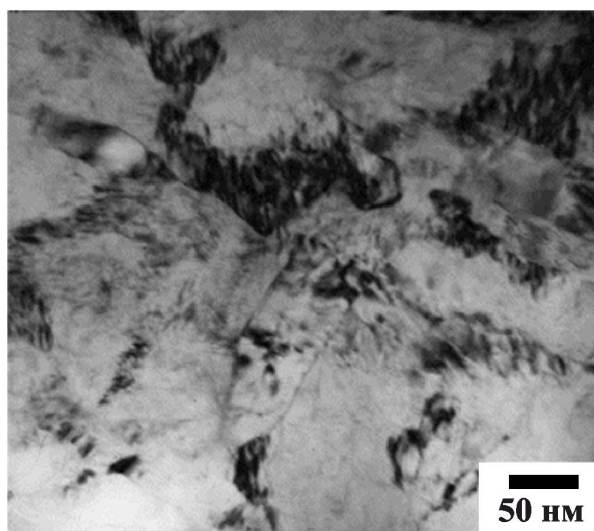
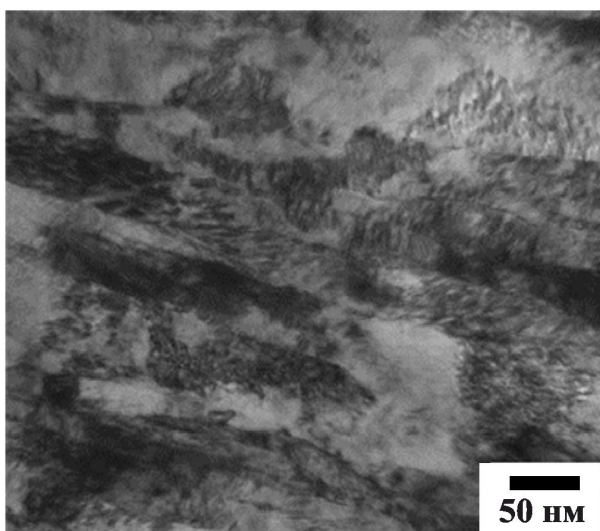


Рис. 3.24 Микроструктура стали после осадки до суммарной степени деформации 2 и отжига при 600°C

После отжига при 600°C также не наблюдается существенных изменений в микроструктуре стали.

Микроструктура стали марки 03X22Н10АГ6М2 после отжига при 600°C, полученная с помощью просвечивающего электронного микроскопа, представлена на рис. 3.25.

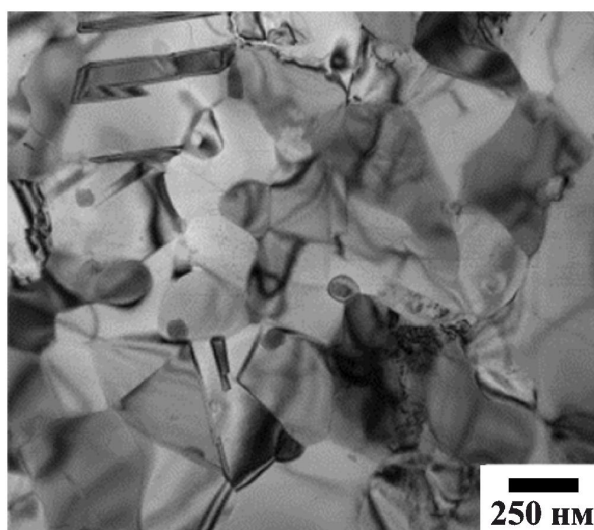
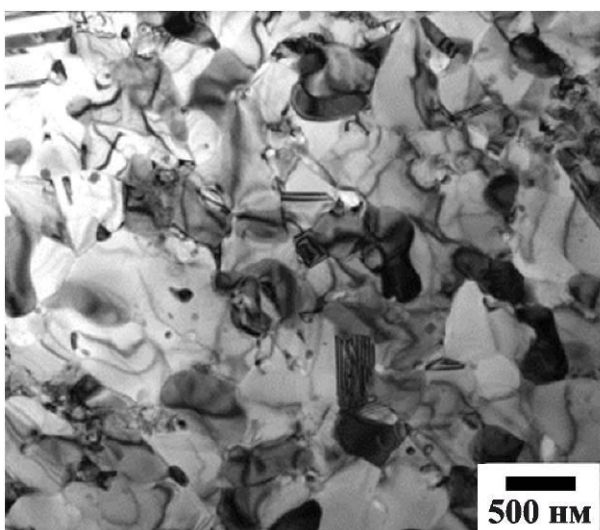


Рис. 3.25 Микроструктура стали после осадки до суммарной степени деформации 2 и отжига при 700°C

На снимках представлена рекристаллизованная структура стали с равноосными зёрнами со средним размером 0,3 мкм. По границам зёрен в процессе отжига происходит выделение частиц второй фазы.

3.5 Механические свойства стали послековки до суммарной истинной степени деформации 2 и отжигов

В результате испытаний на растяжение стали 03X22H10AG6M2, которая подверглась ковке до истинной степени деформации 2 и отжигам при 500, 600 и 700°C были получены кривые Инженерные напряжения – Относительное удлинение, на основании которых оценивались изменения механических свойств. Кривые растяжения представлены на рис. 3.26 и в таблице 3.2.

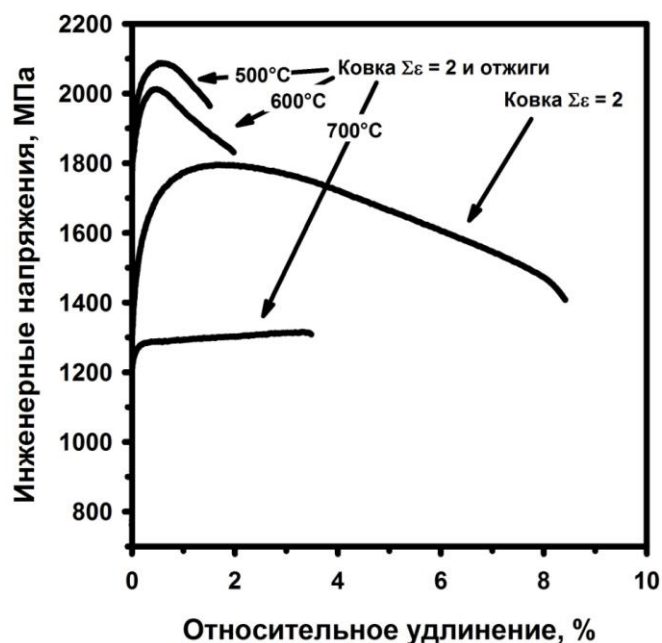


Рис. 3.26 Кривые растяжения стали 03X22H10AG6M2 при комнатной температуре послековки до суммарной степени деформации 2 и отжигов при 500, 600 и 700°C

Механические свойства стали 03X22H10AG6M2 послековки до истинной степени деформации 2 и отжигов

	Исх. состояние, e = 2	e = 2 отжиг 500°C	e = 2 отжиг 600°C	e = 2 отжиг 700°C
$\sigma_{0,2}$, МПа	1580	1990	1940	1280
σ_b , МПа	1800	2090	2010	1320
удлинение, %	9	1,6	2	3,5
твёрдость, HV	553±4	614±4	588±4	407±4

В процессековки до суммарной степени деформации 0,2 после отжигов при 500, 600, 700°C наблюдается сначала рост прочностных характеристик, а затем их падение.

После отжига на 500°C наблюдается резкое увеличение предела прочности σ_b на 290 МПа, предела текучести $\sigma_{0,2}$ – на 410 МПа вместе с падением пластичности на 7,4%. Твёрдость возросла на 61 HV.

Отжиг на 600°C характеризуется повышением предела прочности σ_b на 210 МПа и предела текучести $\sigma_{0,2}$ на 360 МПа по сравнению с исходным образцом. Относительное удлинение упало на 7 %. Твёрдость составила 588 HV.

Отжиг при температуре 700°C по сравнению с исходным образцом ведёт к резкому спаду предела прочности σ_b на 480 МПа, предела текучести $\sigma_{0,2}$ – на 300 МПа. Относительное удлинение упало на 5,5 %. Произошло резкое падение твёрдости на 146 HV. Характерной особенностью является отсутствие стадии разупрочнения материала.

3.6 Рентгеноструктурный анализ микроструктуры стали послековки до суммарной степени деформации 2 и отжигов

Рентгенограмма исходного образца стали 03Х22Н10АГ6М2 и образцов, подверженных отжигам при разных температурах, представлена на рис. 3.27. Сталь, не подверженная отжигам, и после отжигов при 500 и 600°C имеет один тип кристаллической структуры – γ -фазу с гранцентрированной кубической структурой (аустенит). При этом наиболее интенсивным является пик $\{110\}_\gamma$. На рентгенограмме стали после отжига при 700°C отмечается появление пиков, характерных для σ -фазы (Fe-Cr), среди которых наибольшей интенсивностью отличаются $\{002\}_\sigma$, $\{410\}_\sigma$ и $\{301\}_\sigma$.

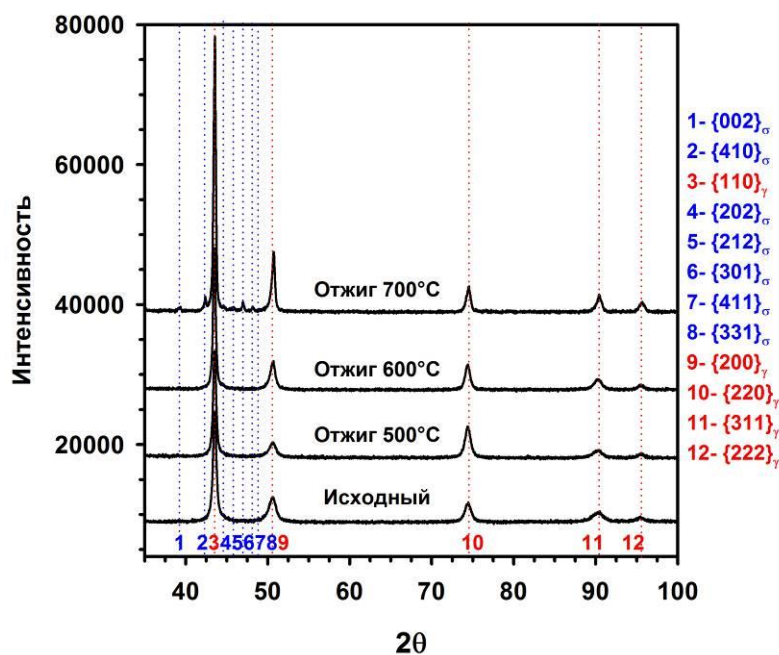


Рис. 3.27 Рентгенограмма стали послековки до истинной суммарной степени деформации 2 и отжигов

3.7 Обсуждение результатов исследований

Механическая обработка аустенитной коррозионностойкой стали 03X22Н10АГ6М2, заключающаяся в ковке при комнатной температуре, при низких истинных степенях деформации приводит к вытягиванию зёрен перпендикулярно направлению осадки. Увеличение суммарной степени деформации приводит к дальнейшему измельчению структурных элементов стали. Такая структура является сложной для изучения на РЭМ, вследствие чего был использован ПЭМ и получены изображения тонкой структуры, дислокационных картин и картин дифракции, свидетельствующих о том, что в процессе деформации происходит образование двойников деформации.

В процессе многократнойковки со сменой оси деформации при комнатной температуре происходит формирование дислокационной субструктуры. С увеличением суммарной степени деформации происходит постепенный рост плотности дислокаций вплоть до $4,2 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$ (рис. 3.28).

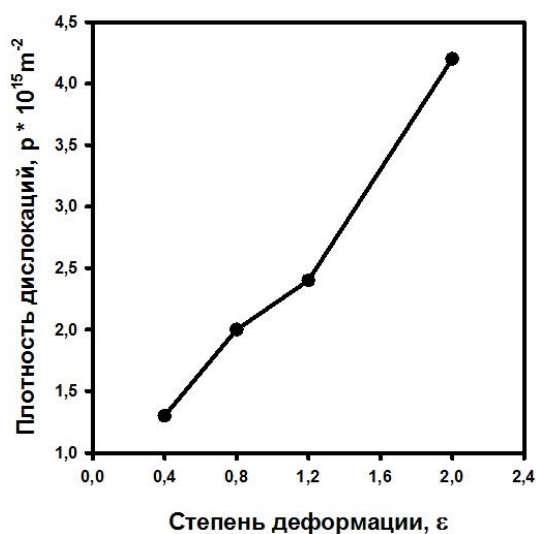


Рис. 3.28 Зависимость плотности дислокаций от степени деформации.

Кроме того, в стали 03X22Н10АГ6М2 происходят процессы двойникования. Впоследствии как зерна, так и двойники подвергаются всё большему измельчению.

Такие структурные изменения способствуют резкому увеличению предела текучести $\sigma_{0,2}$ до 1140 МПа, предела прочности σ_B до 1270 МПа при степени деформации 0,4, а твёрдости – до 432 ± 4 НV. С последующим деформированием прочностные характеристики растут с одновременным спадом относительного удлинения. Наилучшими характеристиками обладает сталь, которая подверглась ковке на $\epsilon = 2$. Её предел текучести $\sigma_{0,2} = 1580$ МПа, предел прочности $\sigma_B = 1800$ МПа, а твёрдость = 553 ± 4 НV.

Результаты исследований после отжигов при температурах 500, 600 показывают, что в стали не происходит значительных изменений в микроструктуре. Однако отжиг при 700 °С приводит к формированию рекристаллизованной мелкозернистой структуры с выделением σ -фазы (Fe-Cr), охрупчающей материал [26, 27, 28]. Кривые растяжения свидетельствуют о том, что отжиги при 500 и 600 °С приводят к резкому увеличению прочностных характеристик вместе с падением относительного удлинения с 9 % до 2%. Механические свойства после отжига при 700 °С значительно уступают исходному материалу в связи с выделением охрупчающей фазы.

3.8 Обоснование экономической целесообразности проведения работ

Ковка аустенитной коррозионностойкой стали 03X22Н10АГ6М2, до суммарной степени деформации 2 позволяет решить основные проблемы этого класса сталей – низкие показатели прочностных характеристик при комнатной температуре. Затраты на производство стали и её термическую и механическую обработку обуславливают экономическую целесообразность работ. Учитывая динамику цен на легирующие элементы стали на мировом рынке и падение курса рубля в последние несколько лет, была составлена таблица стоимости элементов, входящих в сталь, на 2019 год (таблица 3.3).

Таблица 3.3

Стоимость элементов, входящих в состав стали 03X22Н10АГ6М2

Элемент	Коэффициент относительной стоимости	Содержание в стали, %	Стоимость за тонну, руб
Fe	1	58,97	13500
C	1	0,025	8500
Cr	25	22	73000
Ni	17	10,2	300000
N	1	0,36	35000
Mn	10	6,2	77000
Mo	170	1,9	400000
Si	3,5	0,34	140000

Таким образом, цена за 1 тонну продукции без учета затрат на производство составит:

$$(\text{Fe}): 1 * 13500 * 0,5897 = 7961$$

$$(\text{C}): 1 * 8500 * 0,00025 = 8500$$

$$(\text{Cr}): 25 * 0,22 * 73000 = 401500$$

$$(\text{Ni}): 17 * 0,102 * 300000 = 520200$$

$$(\text{N}): 1 * 0,0036 * 35000 = 126$$

$$(\text{Mn}): 10 * 0,062 * 77000 = 47740$$

$$(\text{Mo}): 170 * 0,019 * 400000 = 1292000$$

$$(\text{Si}): 3,5 * 0,0034 * 140000 = 1666$$

Сумма: 2279693. Цена за 1 килограмм продукции \approx 2280 рублей.

Для более корректных результатов в расчетах также следует учитывать стоимость используемого предприятием оборудования и прочие нужды (таблица 3.4).

Таблица 3.4

Затраты на оборудование и прочие нужды

Наименование статьи расходов	Расходы, руб
Установка электрошлакового переплава	16500000
Печь Nabertherm	1000000
Пресс Instron 300LX	1500000
Контрольно-измерительные приборы и инструменты	850000
Установка оборудования	900000
Контроль качества продукции и сертификация	1000000
Затраты на электроэнергию	1300000
Всего	23050000

Покупка необходимого оборудования проводится единовременно, и в расчётах на следующий период работы предприятия не участвует (таблица 3.5).

Таблица 3.5

Расчёт окупаемости проекта

Показатели	За предыдущий месяц	За отчётный месяц	Изменение
1. Чистая прибыль	- 22630000	420000	23050000
2. Выручка от продаж	2700000	2700000	-
2. Стоимость основных материальных оборотных средств	23050000	-	- 23050000
3. Стоимость материальных оборотных средств	2280000	2280000	-
4. Итого стоимость производственных фондов	25330000	2280000	23050000
5. Рентабельность производства, %	-0,89 %	0,18%	

Таким образом, окупаемость предприятия составит 5 месяцев, а доход предприятие начнёт приносить через полгода работы.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Объектом исследований была аустенитная коррозионностойкая сталь 03X22H10AG6M2. В процессе работы была исследована эволюция дислокационной микроструктуры. Было установлено, что:

- Деформационное поведение аустенитной коррозионностойкой стали 03X22H10AG6M2 при степени деформации 0,4 характеризуется значительным упрочнением до 1370 МПа, дальнейшее деформирование до $\epsilon = 0,8; 1,2; 2$ приводит к устойчивому поведению пиковых напряжений.
- Ковка при комнатной температуре приводит к формированию деформированной структуры, состоящей из вытянутых зёрен перпендикулярно направлению осадки и двойников деформации. Увеличение суммарной степени деформации до $\epsilon = 2$ приводит к росту плотности дислокаций до $4,2 * 10^{15} \text{ м}^{-2}$. Многократная ковка при комнатной температуре до $\epsilon = 2$ приводит к увеличению прочностных характеристик на 760 МПа при падении пластичности до 9%.
- Отжиг при 700°C приводит к формированию мелкозернистой рекристаллизованной структуры со средним размером зерна 0,6 мкм с выделением σ -фазы по границам зерен. Отжиг при $T = 500-600^\circ\text{C}$ приводит к росту предела прочности на 290 и 210 МПа соответственно, в то время, как отжиг при 700°C приводит к его резкому снижению на 480 МПа.

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. McHenry H. I., Austenitic steels at low temperatures. - 388 p.- 2006.
2. McGuire M.F., Stainless steels for design engineers. - 296 p.- 2008.
3. Тихонова М.С, Рекристаллизационные процессы в аустенитной коррозионностойкой стали после больших пластических деформаций. - 138 с. – 2015.
4. Odnobokova M. Kipelova A., Belyakov A., Kaibyshev R., Microstructure evolution in a 316L stainless steel subjected to multidirectional forging and unidirectional bar rolling // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. - 2014. - Vol.63. – 41-49 p.
5. Belyakov A., Tsuzaki K., Kaibyshev R., Nanostructure Evolution in an Austenitic Stainless Steel Subjected to Multiple Forging at Ambient Temperature // Materials Science Forum. – 2011. - Vol. 667. - 553-558 p.
6. Terence B., Alloying elements in steel. - 2014. – 10 p.
7. Totten G. E., Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies. – 2006. - 280 p.
8. Fedorikova A., Effect of plastic deformation on mechanical properties of austenitic stainless steel under cryogenic condition // METALLURGY JUNIOR, Proceedings. - 2018. – Vol. 31. - 10. – 11p.
9. Angelo P.C., Introduction to Steels: Processing, Properties, and Applications. – 2019. - 154 p.
10. Jyoti P. D., Material for Cryogenic Applications. -2016. - 104 p.
11. Kyung J., Min S., Myung H., A new constitutive model of austenitic stainless steel for cryogenic applications. - 2009. - 10 p.
12. McHenry H. I., Materials for cryogenic service. Engineering properties of austenitic stainless steels. – 2015. - 36 p.
13. Roger C. R., The Superalloys: Fundamentals and Applications. - 2016. – 362 p.

14. Hosseinia A. J., Kishawya H.A., Effects of broaching operations on the integrity of machined surface // Procedia CIRP. - 2016. – Vol. 45. – 163–166 p.
15. Валиев Р.З., Александров И.В., Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства. – 2007. - 398 с.
16. Segal V. M., Materials processing by simple shear. - 2005. - 157-164 p.
17. Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications // Progr. Mater. Sci. – 2008. - V. 53. - 893-979 p.
18. Terada D., Inoue S., Tsuji N., Microstructure and mechanical properties of commercial purity titanium severely deformed by ARB process // J. Mater. Sci. Forum. – 2007. - Vol.42. – 1673-1681 p.
19. Salishchev G.A., Zherebtsov S.V., Development of submicrocrystalline titanium alloys using abc isothermal forging // Mater. Sci. Forum., – 2004. – vol. 447- 448. – 459-464 p.
20. Приказ Минтруда России от 24.07.2013 N 328 (ред. от 15.11.2018) "Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок".
21. ГОСТ 12.2.061-81 ССБТ. Оборудование производственное. Общие требования безопасности к рабочим местам.
22. ГОСТ 2999-75 Государственный стандарт союза ССР, Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу.
23. ГОСТ 1497-84. Металлы. Методы испытаний на растяжение (с Изменениями N 1, 2, 3).
24. ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Оборудование производственное. Общие требования безопасности.
25. ГОСТ 12.2.007.0-75 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Изделия электротехнические. Общие требования безопасности (с Изменениями N 1, 2, 3, 4).

26. Hsieh C. C., Lin D. Y., Wu W., Precipitation behavior of σ phase in 19Cr-9Ni-2Mn and 18Cr-0.75Si stainless steels hot-rolled at 800°C with various reduction ratios // Materials Science and Engineering. – 2007. - vol. 467. - 181–189 p.
27. Priscila S. N., Mendes M.S., Sigma Phase: Nucleation and Growth // Metals. - 2019. – Vol. 9. – 9-34 p.
28. Hsieh C. C., Lin D. Y., Chang T. C., Microstructural evolution during the $\delta/\sigma/\gamma$ phase transformation of the SUS 309LSi stainless steel after aging under various nitrogen atmospheric ratios // Materials Science and Engineering. - 2008. - Vol. 475. - 128–135 p.