

УДК 620.18:620.17:539.374:669.14.018.8

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЧНОСТИ,
РЕЛАКСАЦИОННОЙ И КОРРОЗИОННОЙ СТОЙКОСТИ
УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 08X18H10T,
ПОЛУЧЕННОЙ МЕТОДОМ РКУ-ПРЕССОВАНИЯ.
I. ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ И ПРОЧНОСТИ¹**

©2023 г. **В.И. Копылов^{1*}, В.Н. Чувильдеев^{1*}, А.В. Нохрин^{1*}, М.Ю. Грязнов^{1*},
С.В. Шотин^{1*}, К.Е. Сметанина^{1*}, Н.Ю. Табачкова^{2*,3*}**

^{1*}Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет
им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород
E-mail: kopylov@nifti.unn.ru

^{2*}Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва

^{3*}Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», Москва

Поступила в редакцию 5 декабря 2022 г.

После доработки 20 апреля 2023 г. принята к публикации 22 мая 2023 г.

Исследована микроструктура и механические свойства при комнатной и повышенной температурах ультрамелкозернистой (УМЗ) стали 08X18H10T, полученной методом равноканального углового прессования (РКУП) при температурах 150 и 450 °С. Установлено, что УМЗ сталь имеет повышенное содержание α' -мартенсита и при ее нагреве происходит выделение наночастиц σ -фазы. Показано, что УМЗ сталь обладает высокими значениями предела прочности и хорошей пластичностью. Отмечено снижение коэффициента Холла—Петча УМЗ стали, что обусловлено фрагментацией частиц δ -феррита при РКУП.

Ключевые слова: аустенитная сталь; мелкозернистая микроструктура; прочность.

Крупнозернистые аустенитные стали системы Fe-Cr-Ni широко используются в атомном машиностроении, нефтяной и химической промышленности. Аустенитные стали применяются для изготовления высокоответственных конструкций, предназначенных для эксплуатации в условиях воздействия коррозионно-агрессивных сред [1, 2].

Одна из ключевых задач металловедения — повышение прочности аустенитных сталей при сохранении их высокой стойкости к межкристаллитной коррозии (МКК). Традиционный подход к повышению прочности, заключающийся в отжиге, приводящем к выделению частиц карбидов хрома по гра-

ницам зерен аустенита, в данном случае неприменим. Необходима разработка новых способов повышения прочности аустенитных сталей.

Одним из популярных вариантов повышения эксплуатационных характеристик коррозионно-стойких сплавов является формирование в них ультрамелкозернистой (УМЗ) микроструктуры. Для метастабильных аустенитных сталей с этой целью традиционно используется холодная пластическая деформация с последующим отжигом [3—6]. В настоящее время для формирования УМЗ структуры применяют разные методы интенсивного пластического деформирования (ИПД): равноканальное угловое прессование (РКУП) [7—11], кручение под квазигидростатическим давлением [12], ротационную ковку [13], экструзию [14] и др. Перспективы применения этих методов обусловлены тем, что оптимальный выбор температуры ИПД позволяет формировать однород-

¹Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант №22-19-00238).

Исследование микроструктуры сталей методом ПЭМ выполнено на оборудовании ЦКП «Материаловедение и металлургия» НИТУ «МИСИС» при финансовой поддержке Минобрнауки России (проект №075-15-2021-696).

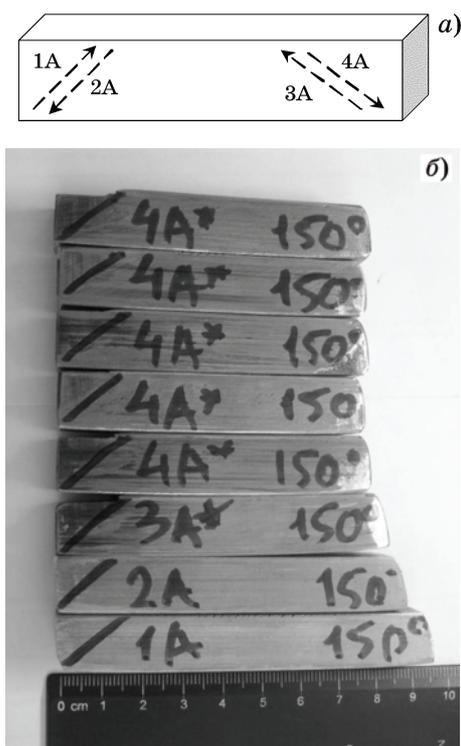
ную аустенитную УМЗ микроструктуру без дополнительной термической обработки [12, 15, 16]. Несмотря на определенные успехи в повышении твердости и прочности аустенитных сталей, следует отметить, что часто применение ИПД приводит к деформационно-стимулированному распаду аустенита [7, 9, 11, 13, 14]. Это может отрицательно сказываться на коррозионной стойкости УМЗ аустенитных сталей. В некоторых случаях с помощью ИПД удастся обеспечить сочетание повышенной прочности и пластичности в УМЗ аустенитных сталях [17—19]. Актуальной является практическая задача выбора оптимальных режимов термомеханической обработки аустенитных сталей, обеспечивающих повышение их прочности без снижения коррозионной стойкости.

Еще более сложная задача — обеспечить высокую релаксационную стойкость аустенитных сталей. Особую важность задача повышения релаксационной стойкости имеет при разработке машиностроительного крепежа, при реализации мер для достижения высоких характеристик усталости, сопротивления ползучести, стойкости против коррозионного растрескивания под напряжением и др. [20, 21]. Высокая релаксационная стойкость определяет возможность крепежа создавать необходимый уровень прижимного усилия в течение длительного времени эксплуатации [22]. Повышение релаксационной стойкости материалов с одновременным обеспечением высокой прочности позволит увеличить прижимное усилие крепежа и сохранить его в течение заметно большего времени эксплуатации. Проблеме исследования механизмов релаксационной стойкости крупнозернистых материалов посвящено множество работ [20—24]. Для крупнокристаллических материалов обычно предполагается, что чем выше уровень внутренних напряжений, тем меньше глубина релаксации (величина снижения напряжения за заданный интервал времени), поэтому традиционный способ повышения их релаксационной стойкости заключается в деформационном упрочнении [23]. С этой точки зрения УМЗ сплавы, полученные с использованием методов ИПД — перспективные кандидаты для применения в качестве базовых материалов для высокопрочного релаксационно-стойкого крепежа.

Цель настоящей работы — изучение влияния ИПД и отжига на релаксационную

стойкость и стойкость к МКК аустенитной стали 08X18H10T. Эта сталь широко применяется в атомном машиностроении и ядерной энергетике для изготовления машиностроительного крепежа, эксплуатирующегося в условиях одновременного воздействия повышенных температур, механических нагрузок и коррозионно-агрессивных сред. В частности, низкая прочность и высокая скорость релаксации напряжений аустенитных сталей приводит к затруднениям в реализации операций сборки—разборки изделий после их длительной эксплуатации. Спецификой исследуемого объекта является повышенное содержание δ -феррита, который, являясь дефектом литья или термической обработки литой заготовки, часто присутствует в массивных заготовках аустенитных сталей. Предполагается публикация материала исследования в трех частях: часть I посвящена исследованию микроструктуры, фазового состава и механических свойств УМЗ стали 08X18H10T; в части II будут приведены результаты исследования релаксационной стойкости и коррозионной стойкости УМЗ сталей, полученных по различным режимам РКУП и отжига. Наконец, в части III будет дано описание особенностей деформационного поведения (сверхпластичности) УМЗ стали при повышенных температурах.

Материалы и экспериментальные методики. Объектом исследования была метастабильная аустенитная сталь 08X18H10T состава Fe-0,08% C-17,9% Cr-10,6% Ni-0,5% Si-0,1% Ti. Формирование УМЗ структуры в стали проводилось методом РКУП с помощью прессы Ficer HF 400L в оснастке с углом пересечения рабочего и выходного каналов $\pi/2$. Заготовки размером 14×14×75 мм подвергались после закалки с температуры нагрева 1050 °С в воду обработке методом РКУП. Схема деформации при РКУП представлена на фиг. 1, а. Используемая схема деформации — модификация режима А при РКУП [25, 26]. Выбранный режим ИПД обеспечивает наибольший ресурс пластичности стали при заданных температурно-скоростных режимах РКУП: скорость деформирования 0,4 мм/с; температура РКУП 150 и 450 °С; число циклов прессования $N = 1—4$; степень деформации за один цикл РКУП $\varepsilon = 0,7$. После каждого цикла РКУП заготовка охлаждается до комнатной температуры, далее ее подгоняют под рабочий канал, сма-



Фиг. 1. Схема деформации при РКУП (а) и общий вид образцов, изготовленных при 150 °С (б)

зывают, устанавливают в рабочем канале РКУП-штампа и прогревают в течение 15 мин перед очередным циклом РКУП. При РКУП использовалась графитовая смазка с добавкой дисульфида молибдена. Фотографии полученных заготовок приведены на фиг. 1, б.

Микроструктуру сталей исследовали на растровых электронных микроскопах (РЭМ) Jeol JSM-6490 и Tescan Vega 2, а также на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) Jeol JEM-2100F. Рентгенофазовый анализ (РФА) сталей проводился с использованием рентгеновского дифрактометра Shimadzu XRD-7000. Для определения параметров кристаллической решетки и расчета массовой доли фаз применили метод Ритвельда.

Для механических испытаний электроискровой резкой изготавливались плоские образцы в форме двойной лопатки, размеры рабочей части которой составляли 2×2×3 мм. Испытания на растяжение проводились с использованием машины Tinius Olsen H25K-S со скоростью $3,3 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (скорость растяжения 10^{-2} мм/с). В процессе испытаний фиксировали зависимость напряжение (σ)—деформация (ϵ), по которой определяли величину предела прочности σ_b и удлинение δ до

разрушения. Фрактографический анализ изломов после испытаний на растяжение проводили с помощью РЭМ Jeol JSM-6490.

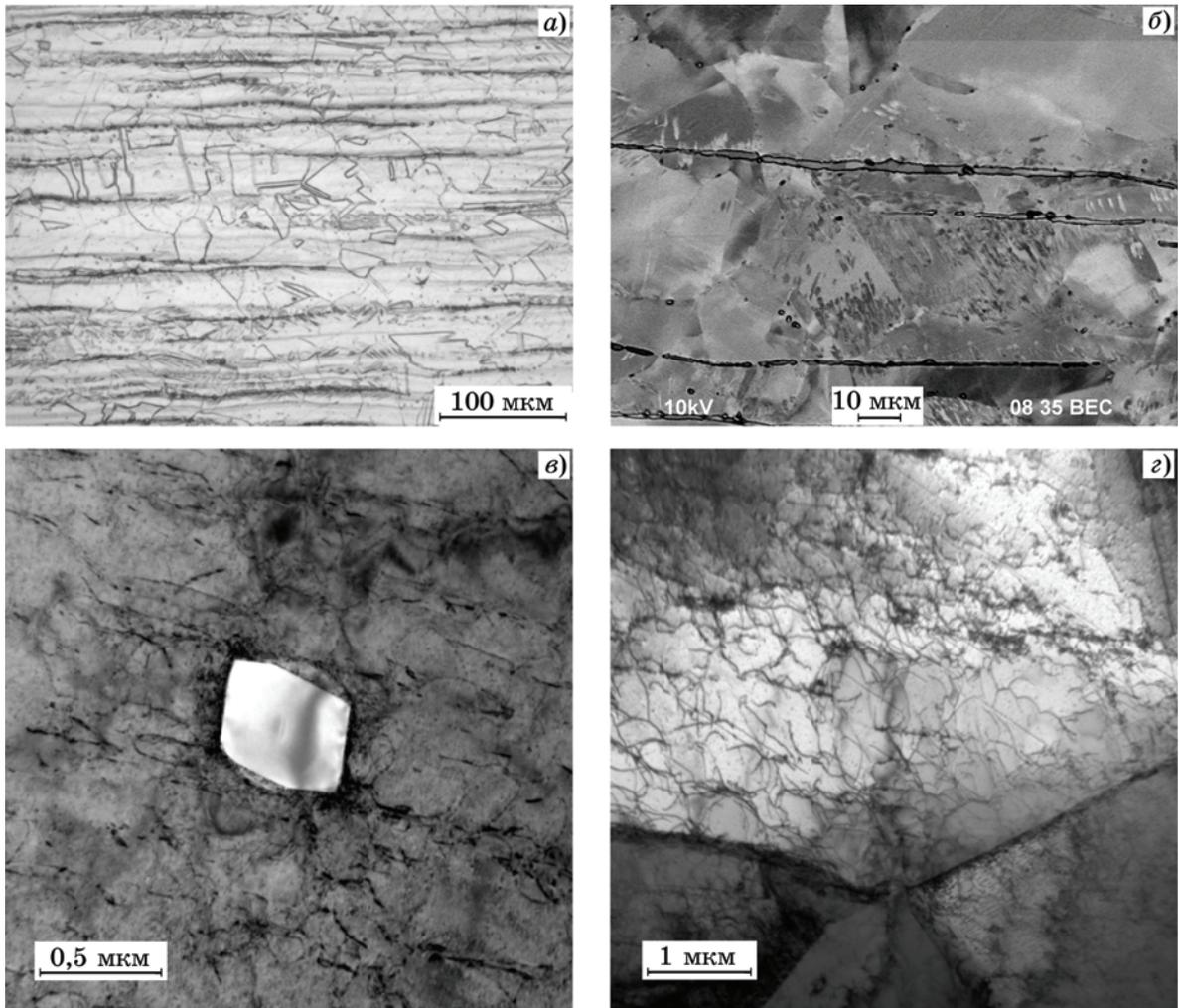
Для исследования термической стабильности структуры и свойств УМЗ стали проводились отжиги образцов в воздушной печи в интервале температур от 100 до 900 °С с охлаждением в воду. Длительность изотермической выдержки составляла 60 мин.

Результаты экспериментов. Исследование микроструктуры. В состоянии поставки сталь 08X18H10T имеет однородную микроструктуру аустенита (фиг. 2, а, б). Средний размер аустенитного зерна ~20 мкм. В микроструктуре крупнозернистой стали наблюдаются тонкие (толщиной до 10 мкм) полосы ферритной δ -фазы, вытянутые вдоль направления деформации (см. фиг. 2, а, б). Длина полос δ -феррита 500 мкм. В зернах аустенита наблюдаются решеточные дислокации (фиг. 2, в), а также единичные микро- и субмикроразмерные частицы карбида и карбонитрида титана (фиг. 2, г).

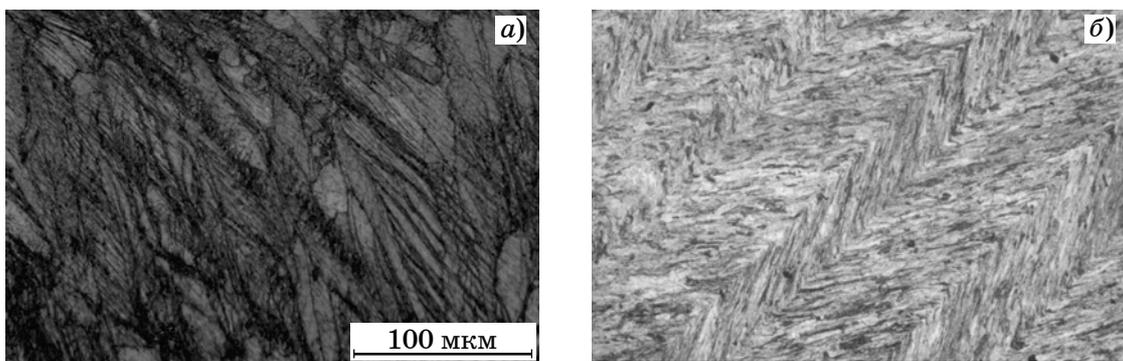
После первого цикла РКУП макроструктура стальной заготовки представляет собой чередующиеся макрополосы локализованной деформации (фиг. 3, а). После четвертого цикла РКУП макроструктура становится более однородной, но макрополосы локализации деформации по-прежнему видны достаточно отчетливо (фиг. 3, б).

На фиг. 4, а представлены рентгеновские дифрактограммы образцов стали 08X18H10T в исходном состоянии и после РКУП. На дифрактограмме крупнозернистой стали отчетливо виден рентгеновский пик (111) δ -феррита (PDF №00-006-0696) на угле дифракции $2\theta \approx 45$ град., расположенный вблизи высокоинтенсивного пика (110) γ -Fe (PDF №01-071-4649). Результаты РФА свидетельствуют о том, что средняя массовая доля δ -фазы в стали 08X18H10T в исходном состоянии составляет ~1,5—3%. В данной стали δ -фаза имеет параметр решетки 2,8869 Å, а γ -фаза — 3,5875 Å.

В результате РКУП в структуре появляется α' -мартенсит деформации. Поскольку параметры кристаллической решетки α' - и δ -фаз близки, на дифрактограммах УМЗ образцов пики, соответствующие α' - и δ -фазам, накладываются один на другой. В связи с этим на дифрактограммах УМЗ образцов рентгеновский пик при угле дифракции $2\theta \approx 45$ град. обозначен как относящийся одновре-



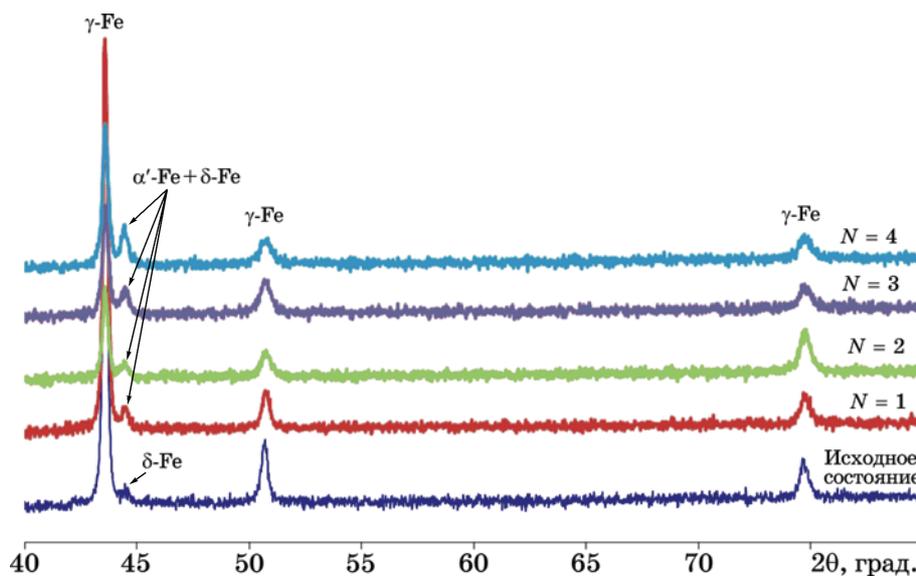
Фиг. 2. Микроструктура стали 08X18N10T в исходном состоянии: *a, б* — выделения δ -фазы в стали в исходном состоянии (*a* — металлография; *б* — РЭМ); *в, г* — микроструктура зерен аустенита (ПЭМ)



Фиг. 3. Макроструктура образцов стали 08X18N10T после первого (*a*) и четвертого (*б*) цикла РКУП при температуре 150 °С

менно к α' - и δ -фазам. После первого цикла РКУП ($N = 1$) при температуре 150 °С суммарное содержание ($\alpha' + \delta$)-фаз повышается до ~6%, а после числа циклов РКУП $N = 4$ — до 7–8%. Таким образом, можно утверждать, что после четырех циклов РКУП ($t = 150$ °С) содержание α' -мартенсита возрастает от 0 до 5–6%. Рентгеновские исследования образцов,

подвергнутых РКУП при температуре 450 °С, также свидетельствуют об образовании α' -мартенсита. На фиг. 4 отчетливо видно, что на дифрактограммах образцов после РКУП при 450 °С присутствует рентгеновский пик ($2\theta \approx 45$ град.), интенсивность которого превышает интенсивность аналогичного пика в исходном состоянии. Это позволяет сделать



Фиг. 4. Результаты РФА образцов стали 08X18N10Т в исходном состоянии и после числа циклов $N = 1$ —4 РКУП при температуре 450 °С

вывод, что повышенная интенсивность пика при угле дифракции $2\theta \approx 45$ град. после РКУП обусловлена присутствием α' -фазы (PDF №00-006-0696)².

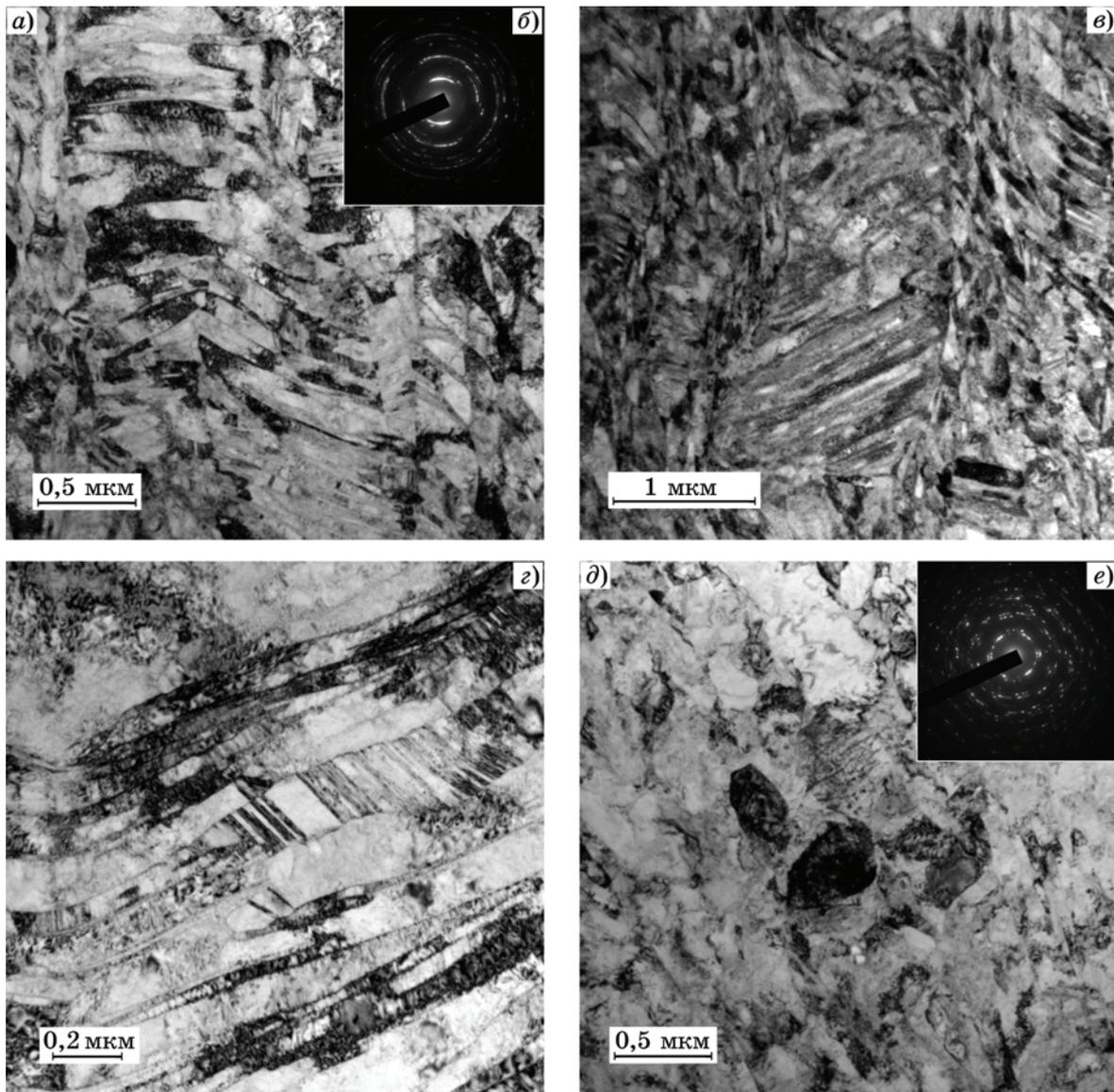
Обработка методом РКУП приводит к уширению рентгеновских пиков. Полуширина на полувывсоте пиков (111) δ -Fe и (110) γ -Fe для крупнозернистой стали составляет 0,196 и 0,193 град. соответственно. В УМЗ стали после четырех циклов РКУП при температуре 150 °С полуширина пиков (111) (α' + δ)-Fe и (110) γ -Fe составляет соответственно 0,300 и 0,277 град., а для образцов УМЗ стали после четырех циклов РКУП при температуре 450 °С — соответственно 0,407 и 0,289 град. При этом параметры кристаллической решетки α' -Fe и γ -Fe для УМЗ стали после четырех циклов РКУП ($a_{\alpha'} = 2,8718$ Å, $a_{\gamma} = 3,5863$ Å при $t_{\text{РКУП}} = 150$ °С; $a_{\alpha'} = 2,8780$ Å, $a_{\gamma} = 3,5897$ Å при $t_{\text{РКУП}} = 450$ °С) близки к параметрам решетки феррита и аустенита в крупнозернистой стали. Это позволяет предположить, что после четырех циклов РКУП основной вклад в уширение рентгеновских пиков определяется малым размером зерна (малый размер ОКР (область когерентного рассеяния)).

Одновременно с распадом аустенита при РКУП наблюдается измельчение зеренной

²Отметим также, что образцы фольг, изготовленные для проведения ПЭМ исследований, проявляют намагниченность, что косвенно подтверждает наличие α' -мартенсита в образцах УМЗ стали после РКУП. См. также приложение А к данной статье.

микроструктуры стали. После четырех циклов РКУП при 150 и 450 °С в стали 08X18N10Т формируется УМЗ микроструктура со средним размером зерна соответственно 0,3 и 0,5—0,7 мкм (фиг. 5). Для образцов стали, полученных методом РКУП при температуре 150 °С, на микроуровне видны пересекающиеся микрополосы локализации деформации, которые приводят к разной ориентации зерен аустенита (фиг. 5, а, в, г). Микроструктура образцов после РКУП при температуре 450 °С более однородная, явно выраженных микрополос сдвига не выявлено (фиг. 5, д). В некоторых зернах аустенита видны нанодвойники (см. фиг. 5, г). Выделений частиц карбидов хрома в микроструктуре стали после РКУП обнаружено не было. При металлографических и электронно-микроскопических исследованиях наличие полос δ -фазы в УМЗ микроструктуре не выявлено, что позволяет сделать вывод об их сильной фрагментации при РКУП. Наличие отдельных точечных рефлексов на кольцевых электронограммах свидетельствует о присутствии большеугловых границ в микроструктуре УМЗ стали, полученной методом РКУП при температуре 450 °С (см. фиг. 5, д). Электронограммы для образцов УМЗ стали после РКУП при температуре 150 °С более размыты (см. фиг. 5, б).

Исследования термической стабильности УМЗ микроструктуры при отжиге показывают, что температура начала рекристаллизации в УМЗ стали ($N = 4$, $t_{\text{РКУП}} = 450$ °С)

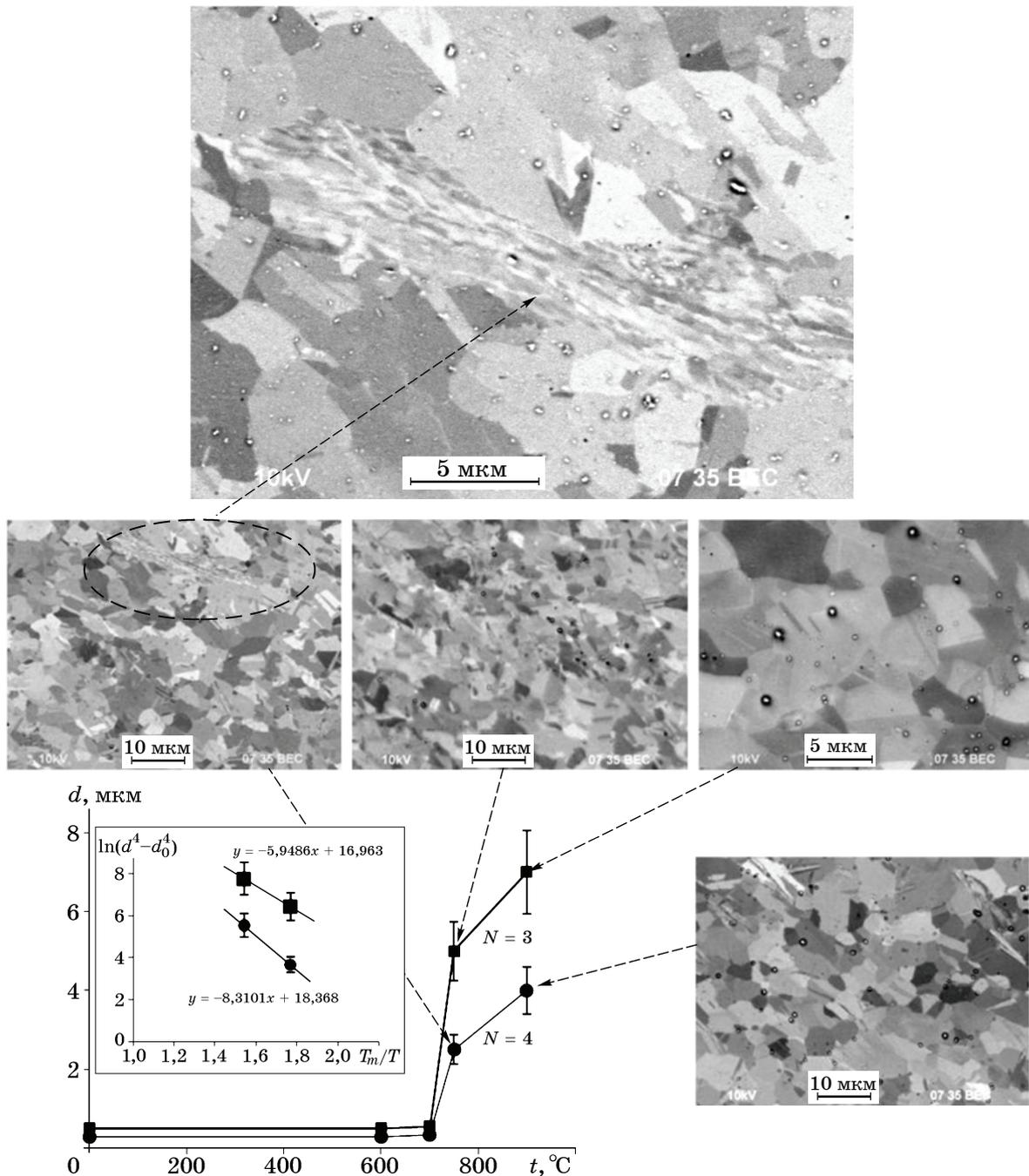


Фиг. 5. Микрофотографии (а, в–д) и картины дифракции (б, е) микроструктуры стали 08X18N10Т в состоянии после РКУП ($N = 4$) при температурах 150 (а–с) и 450 °С (д, е)

составляет $t_1 = 750$ °С, а процессы рекристаллизации имеют ярко выраженный аномальный характер, сопровождающийся формированием разнотельной структуры. После отжига при 750 °С, 1 ч в микроструктуре УМЗ стали наблюдаются области рекристаллизованного металла со средним размером зерна $d = 5–7$ мкм, объемная доля которых не превышает 3–10%. При повышении температуры отжига отмечено увеличение как объемной доли рекристаллизованного металла, так и среднего размера зерна. После отжига при температуре 900 °С в течение 1 ч в стали 08X18N10Т формируется равноосная аустенитная микроструктура с $d = 8–12$ мкм (фиг. 6). Увеличение числа циклов РКУП до $N = 4$ при $t_{\text{РКУП}} = 450$ °С не приводит к из-

менению температуры начала рекристаллизации t_1 , но сопровождается уменьшением размера зерна d (фиг. 6). В полностью рекристаллизованной структуре после отжига при 900 °С видны скопления микро- и субмикроразмерных частиц, образовавшихся на месте исходных вытянутых частиц δ -феррита, длиной до 0,5 мкм.

Обобщение результатов РФА показывает, что с повышением температуры нагрева до 600 °С (1 ч) наблюдается уменьшение массовой доли ($\alpha' + \delta$)-фазы, которая после отжига при температуре 800 °С не превышает ошибки измерения ($\pm 1\%$) вне зависимости от режима РКУП (интенсивность рентгеновских пиков ($\alpha' + \delta$)-фазы не превышает интенсивности фона).

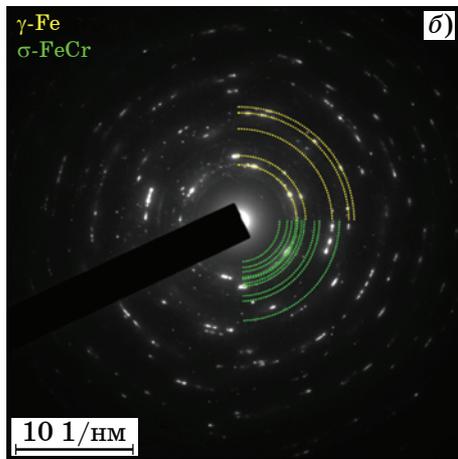
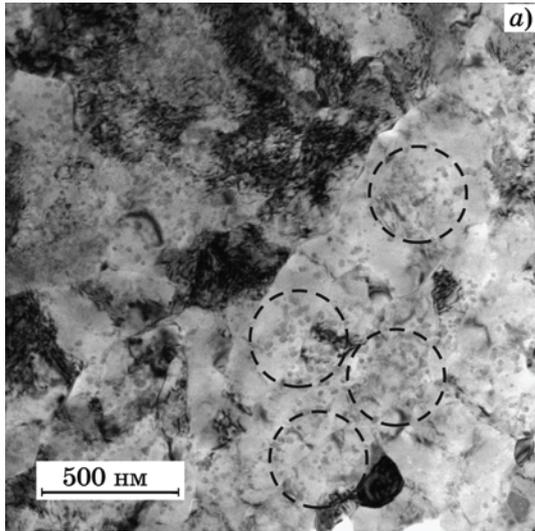


Фиг. 6. Зависимости размера зерна d от температуры отжига образцов УМЗ стали 08X18N10Т, подвергнутых РКУП при 450 °С

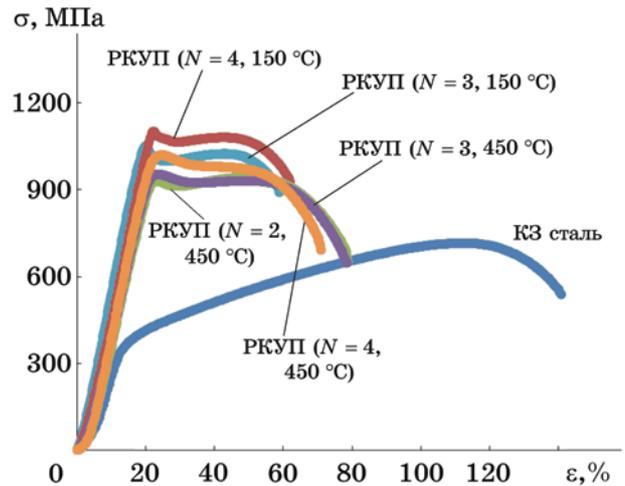
Проведенные электронно-микроскопические исследования в режиме *in situ* показали, что при нагреве до 600 °С в структуре УМЗ стали наблюдается выделение светлых нанодисперсных частиц. Средний размер и объемная доля частиц увеличиваются с повышением температуры нагрева. После нагрева до температуры 800 °С и при выдержке в течение 0,5 ч средний размер частиц близок к 50 нм (фиг. 7, а). По результатам электронно-микроскопических исследований выделяю-

щиеся частицы являются σ -фазой (интерметаллид Fe-Cr) (фиг. 7, б). Пики σ -фазы на рентгеновских дифрактограммах отожженных образцов отсутствуют, что, видимо, обусловлено малостью размеров выделяющихся частиц. Ранее уже сообщалось о возможности выделения частиц σ -фазы при отжиге УМЗ стали 08X18N10Т [8, 9]. Частицы σ -фазы равномерно расположены в объеме зерен УМЗ стали.

Испытания на растяжение. Кривые растяжения $\sigma(\epsilon)$ образцов крупнозернистой и



Фиг. 7. Выделения частиц второй фазы при нагреве УМЗ стали 08X18H10T ($N = 4$, $t = 450$ °C) до температуры 800 °C и выдержке в течение 60 мин: *a* — общий вид (области интенсивного выделения частиц выделены штриховыми линиями); *b* — кольцевая электронограмма

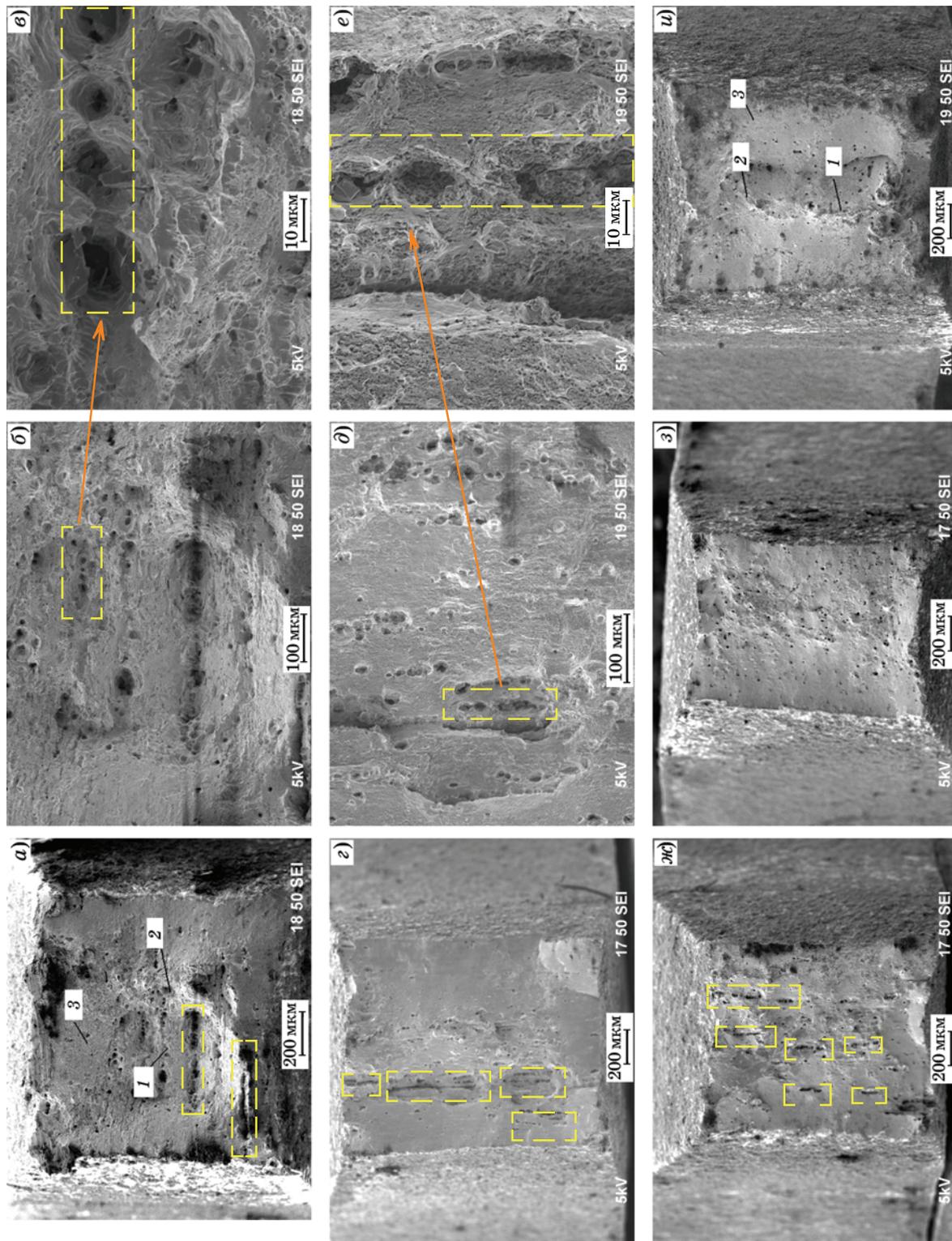


Фиг. 8. Диаграммы растяжения образцов крупнозернистой (КЗ) и УМЗ стали при комнатной температуре

УМЗ стали при комнатной температуре представлены на фиг. 8. Кривая $\sigma(\epsilon)$ крупнозернистой стали имеет классический вид, с протяженной стадией деформационного упрочнения. Величина предела прочности крупнозернистой стали $\sigma_b = 720$ МПа. Это весьма высокое значение, которое обусловлено, вероятно, наличием частиц δ -феррита и относительно малым размером зерна аустенита (~20 мкм) в горячедеформированной стали. На диаграммах растяжения $\sigma(\epsilon)$ образцов УМЗ стали явно выражено наличие «верхнего предела текучести», после которого следуют уменьшение напряжения на 30—50 МПа и непродолжительная стадия устойчивого пластического течения, которая переходит в стадию локализации пластической деформации. Повышение температуры РКУП

**Результаты механических испытаний:
предел прочности (σ_b , МПа) и относительное удлинение до разрушения (δ , %) образцов стали 08X18H10T при разных температурах испытания $t_{исп}$ на растяжение**

$t_{исп}$, °C	КЗ сталь		Сталь после циклов РКУП									
			N = 2		N = 3				N = 4			
			$t_{РКУП} = 450$ °C		$t_{РКУП} = 150$ °C		$t_{РКУП} = 450$ °C		$t_{РКУП} = 150$ °C		$t_{РКУП} = 450$ °C	
			σ_b	δ	σ_b	δ	σ_b	δ	σ_b	δ	σ_b	δ
20	720	125	950	70	1100	40	950	65	1100	45	1020	60
450	420	65	800	40	870	35	720	20	920	22	760	30
600	350	65	650	50	600	50	600	48	630	45	640	45
750	250	70	—	—	120	250	290	105	240	185	290	120
800	220	75	250	110	150	200	200	150	152	220	205	160
900	—	—	—	—	—	—	98	190	—	—	—	—



Фиг. 9. Данные фрактографического анализа (РЭМ) изломов образцов КЗ (а—в) и УМЗ (г—и) стали после испытаний на растяжение: на г—е — изломы образцов УМЗ стали после РКУП при 150 °С (N = 4); на ж—и — изломы образцов УМЗ стали после РКУП при 450 °С и разным числе циклов: ж — N = 1; з — N = 3; и — N = 4; характерные зоны: 1 — волокнистая зона; 2 — радиальная; 3 — зона среза

от 150 до 450 °С приводит к незначительному увеличению длительности стадии равномерной деформации. Наличие верхнего предела текучести на диаграммах $\sigma(\epsilon)$ для УМЗ сталей может быть связано с эффектом деформационного старения [27—29] или с прерывистой деформацией Людерса, которая также может приводить к такой форме кривых $\sigma(\epsilon)$ [3, 30].

Приведенные в таблице результаты испытания образцов крупнозернистой (КЗ) и УМЗ стали 08X18H10T на растяжение показывают, что сформированная методом РКУП ($N = 4$, $t = 150$ °С) УМЗ структура характеризуется уменьшенным от 125 до 45% относительным удлинением δ до разрушения образца стали и увеличенным пределом прочности σ_b от 720 до 1100 МПа. В результате РКУП при более высокой температуре (450 °С) отмечается незначительное уменьшение достигнутого значения предела прочности до 1020 МПа и повышение пластичности до $\delta \approx 60\%$.

По данным фрактографического анализа в изломах образцов крупнозернистой и УМЗ стали после испытаний на растяжение выявлены три характерные зоны — волокнистая, радиальная и зона среза (фиг. 9). Важно при этом отметить, что в крупнозернистой стали зона среза занимает ~50% общей площади излома. В УМЗ стали после РКУП ($N = 4$, $t_{\text{РКУП}} = 150, 450$ °С) зона среза занимает ~70%. Таким образом, формирование УМЗ структуры приводит к увеличению площади излома, приходящейся на зону среза, и, как следствие, к уменьшению вязкой составляющей в изломе.

На изломах КЗ образцов желтой штриховой линией отмечены протяженные пустоты длиной до 0,5 мм, которые, по-видимому, образовались в области расположения δ -феррита (фиг. 9, а—в). Также на изломах образцов отчетливо видны единичные пустоты размером до 10—20 мкм, вероятной причиной их образования служат неметаллические включения (см. фиг. 2). На поверхности излома образцов УМЗ сталей после числа циклов РКУП $N = 3$ и 4 при 450 °С преимущественно встречаются единичные пустоты размером 5—10 мкм (фиг. 9, ж—и). На поверхности изломов УМЗ образцов после РКУП при 150 °С иногда наблюдаются области, в которых присутствуют частицы фрагментированного δ -феррита (фиг. 9, з—е). На фиг. 9, з такие области выделены штриховой

линией. Вероятно, температуры нагрева 150 °С при РКУП недостаточно для полной и эффективной фрагментации частиц δ -феррита, изначально присутствующих в микроструктуре КЗ стали (см. фиг. 2).

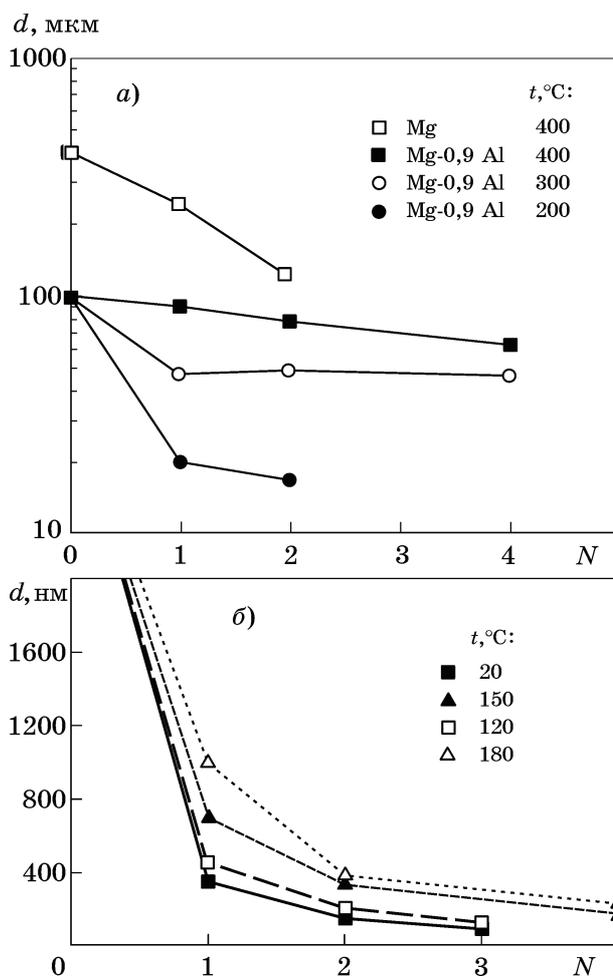
Обсуждение результатов. *Эволюция микроструктуры стали при РКУП.* Как известно, в процессе пластической деформации метастабильной аустенитной стали происходит деформационно-стимулированное образование мартенсита ($\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$) [3, 4]. В ходе нагрева развитие получает обратная трансформация α' -мартенсита в аустенит [3—6]. При этом средний размер зерна аустенита уменьшается и в результате обеспечивается получение повышенной прочности стали. В целом данная картина эволюции микроструктуры сохраняется и при обработке аустенитной стали 08X18H10T методом РКУП.

Важно отметить ряд специфических особенностей микроструктуры УМЗ стали 08X18H10T, учет которых важен для дальнейшего анализа полученных результатов. Во первых, обращает на себя внимание присутствие мартенсита в УМЗ стали после РКУП при температуре 450 °С. На приведенных на фиг. 4 дифрактограммах образцов, полученных методом РКУП при 450 °С, наблюдается повышенная интенсивность пика при угле дифракции $2\theta \approx 45$ град. Отметим также, что интенсивности пиков при таком угле дифракции для образцов, полученных при 150 и 450 °С, сопоставимы между собой. Поскольку содержание δ -феррита при РКУП изменяться не может, полученный результат свидетельствует о высоком содержании α' -фазы после РКУП при 450 °С. Это достаточно неожиданно, поскольку обычно предполагается, что повышение температуры деформации приводит к уменьшению содержания мартенсита в деформированной стали [3, 4]. В результате были проведены дополнительные исследования, которые подтвердили наличие α' -мартенсита в структуре стали после РКУП при повышенных температурах (полученные данные приведены в приложении А).

По нашему мнению, есть две основные причины формирования значительного количества α' -мартенсита в образцах стали после РКУП при 450 °С. В качестве первого фактора следует отметить, что скорость образования α' -мартенсита существенно зависит от среднего размера зерна аустенита [4, 31]. В

обзоре [4] отмечается, что даже незначительное уменьшение среднего размера зерна аустенита может привести к сильному снижению скорости образования α' -мартенсита. Согласно данным [26, 32—34] повышение температуры ИПД приводит к экспоненциальному увеличению среднего размера зерна металла. Как показано выше, в стали 08X18H10T после РКУП при температурах 150 и 450 °С средний размер зерна составляет ~0,3 и 0,5—0,7 мкм. Наблюдаемое различие может быть причиной некоторого увеличения содержания α' -мартенсита в образцах стали 08X18H10T после РКУП при 450 °С. Различие может быть достаточно существенным при многоцикловом РКУП, когда каждый последующий цикл увеличения количества мартенсита зависит от параметров исходной микроструктуры, сформированной на предыдущем цикле деформирования. В работе [4] показано, что интенсивность изменения среднего размера зерна от степени деформации существенно зависит от температуры ИПД. Из фиг. 10 видно, что при малом числе циклов РКУП может наблюдаться существенное различие в среднем размере зерен (d_1, d_2, d_3) для материалов, деформированных при разных температурах ИПД (соответственно t_1, t_2, t_3). С увеличением степени деформации различие в размерах зерен $d_1(t_1), d_2(t_2), d_3(t_3)$ уменьшается. Мы полагаем, что в случае РКУП в более крупнозернистом материале зависимость содержания α' -мартенсита от степени деформации может быть сопоставима с аналогичной зависимостью для более мелкозернистого материала, несмотря на заметное различие в температуре ИПД.

Вторым фактором, способствующим отсутствию существенных различий в содержании мартенсита после ИПД при 150 и 450 °С, может быть изменение напряженно-деформированного состояния в области деформации при РКУП. При повышенной температуре РКУП зона деформации может увеличиваться. Это приводит к уменьшению эффективной скорости деформации при РКУП, которая обычно рассчитывается как ширина зоны деформации, деленная на длительность нахождения материала в зоне деформации. Как известно, уменьшение скорости деформации приводит к увеличению содержания мартенсита в аустенитной стали [4, 37, 38]. Таким образом, влияние температуры



Фиг. 10. Зависимость среднего размера зерна d от степени ИПД при разных температурах: а — магниевые сплавы [35]; б — сплавы Al-Zn [36]

РКУП может проявляться косвенным образом, через изменение скорости деформации материала при изменении температуры РКУП.

По нашему мнению, в данном случае следует рассматривать синергетическое влияние сразу нескольких факторов, в числе которых: начальный размер зерна; циклический (step-by-step) характер деформации; изменение эффективной скорости деформации при РКУП. Одновременное влияние сразу всех факторов приводит к появлению заметного количества мартенсита после РКУП при 450 °С.

Обращает на себя внимание еще ряд специфических особенностей УМЗ стали 08X18H10T, полученной методом РКУП. Во-первых, в процессе РКУП пластическая деформация протекает в объеме материала неравномерно, ее локализация проявляется в виде макрополос деформации (см. фиг. 3).

Макрополосы локализованной деформации ориентированы в соответствии с ориентацией главных осей деформации при РКУП ($22,5^\circ$ по отношению к оси заготовки) [25, 26]. Обычно предполагается, что локальная степень деформации внутри полос деформации много больше, чем средняя степень деформации заготовки. Это приводит к тому, что содержание мартенсита в макрополосах локализованной деформации будет намного выше среднего в образце. В процессе последующего отжига это вызовет формирование разнотермической бимодальной микроструктуры. Как видно на фиг. 6, в отожженном материале наблюдаются области с нерекристаллизованной мелкозернистой структурой. По нашему мнению, такие непротравленные области являются фрагментами превращенного мартенсита. При повышении температуры отжига (более 800°C) формируется однородная рекристаллизованная микроструктура аустенита (см. фиг. 6).

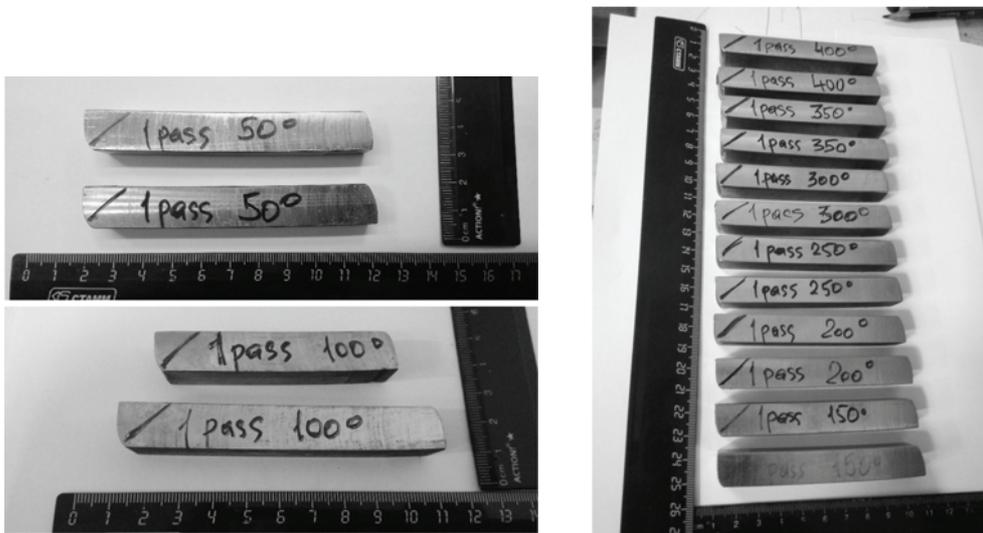
Вторая специфика микроструктуры УМЗ стали после РКУП — это наличие сильно фрагментированных частиц δ -феррита. На фиг. 2, а, б видно, что в микроструктуре стали в исходном состоянии присутствуют сильно вытянутые частицы δ -феррита, длина которых достигает 0,5 мм. В УМЗ стали после РКУП крупные частицы δ -феррита отсутствуют. Следует подчеркнуть, что для превращения δ -феррита в частицы карбидов (Fe_3C , Me_{23}C_6) и σ -фазы требуются более высокие температуры, чем температура РКУП ($150, 450^\circ\text{C}$) [39—41]. Это позволяет предположить, что при РКУП происходит сильная фрагментация прочных частиц δ -феррита, средний размер которых в УМЗ стали становится сопоставим со средним размером зерна аустенита ($0,3—0,5$ мкм). Мы предполагаем, что после ИПД частицы δ -феррита относительно равномерно распределены в объеме заготовки. Объемная доля таких прочных частиц в микроструктуре стали не очень велика ($1,5—3\%$), но их наличие может влиять на коррозионную стойкость стали. Частицы δ -феррита, имеющие ОЦК решетку и химический состав, отличный от химического состава аустенита с ГЦК решеткой, могут приводить к развитию питтинговой коррозии в стали.

И, наконец, третья специфика изучаемого объекта исследования состоит в выделении частиц σ -фазы при нагреве УМЗ стали.

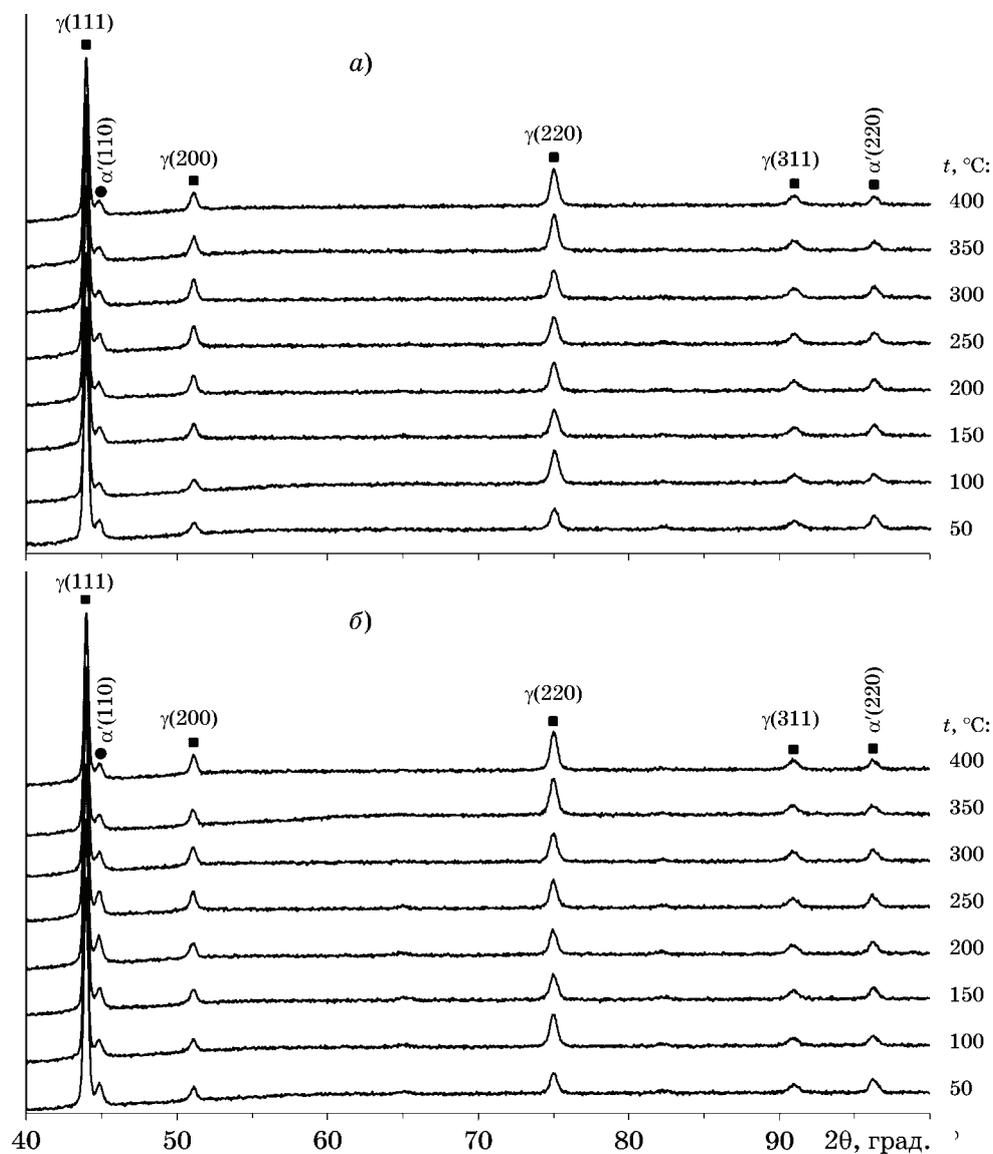
Анализ результатов электронно-микроскопических исследований показывает, что выделение частиц σ -фазы происходит при нагреве УМЗ стали до температуры 600°C . Как известно, формирование неравновесной структуры в материалах приводит к заметному снижению температуры, при которой начинаются диффузионные процессы и фазовые превращения [42, 43]. Мы предполагаем, что ИПД может приводить к усилению неравновесности решетки δ -феррита и при нагреве сильнодеформированные частицы δ -феррита начинают трансформироваться при более низких температурах, чем это наблюдается в обычных крупнозернистых сталях.

Исследование термической стабильности микроструктуры. Проанализируем кинетику роста зерен аустенита при нагреве мелкозернистой стали. Как было показано выше, процесс роста зерен начинается при температурах более 700°C . При этих температурах полностью завершается обратное преобразование мартенсита в аустенит, т.е. его влияние на рост зерен аустенита можно не учитывать. Вместе с тем следует отметить, что образующиеся наночастицы σ -фазы могут оказывать влияние на миграцию границ зерен аустенита при отжиге УМЗ стали 08X18H10T.

Анализ процесса роста зерен показывает, что его энергия активации Q_R , определенная по углу наклона зависимости $\ln(d^n - d_0^n) - T_m/T$, составляет $(6,0—8,3)k_B T_m$ ($\sim 90—125$ кДж/моль, см. фиг. 6). Точность определения энергии активации Q_R составляла $\pm 1k_B T_m$ (при определении энергии активации T_m — температура плавления, К; T — температура процесса, К; k_B — постоянная Больцмана). Рассчитанная энергия активации слабо зависит от числа циклов РКУП или температуры РКУП. В расчетах принято: величина коэффициента $n = 4$, что соответствует случаю миграции границ зерен с выдвинувшимися на них частицами [44]; температура плавления стали $T_m = 1810$ К. Отметим, что энергия активации рекристаллизации оказывается на $20—30\%$ ниже, чем равновесная энергия активации зернограничной диффузии в аустените $Q_b \approx 10,6k_B T_m$ (159 кДж/моль [45]). По нашему мнению, это свидетельствует о том, что неравновесные границы зерен УМЗ стали содержат повышенную концентрацию дефектов: дислокаций ориентационного несоответствия (ДОН) и продуктов их делока-



Фиг. А1. Общий вид образцов стали 08Х18Н10Т после одного цикла РКУП при разных температурах (указаны на образцах, °С)



Фиг. А2. Дифрактограммы образцов стали 08Х18Н10Т после одного цикла РКУП при разных температурах: а — поперечное сечение заготовки; б — продольное сечение заготовки

лизации (скользящих компонент вектора Бюргерса делокализованных дислокаций) [42]. Повышенная плотность дефектов в границах зерен приводит к увеличению свободного объема границ зерен УМЗ материала и, как следствие, к уменьшению энергии активации зернограницной диффузии [42].

Выводы. 1. Методом равноканального углового прессования (РКУП) получены образцы ультрамелкозернистой (УМЗ) стали 08X18H10T с повышенными механическими свойствами: после четырех циклов РКУП при температуре 150 и 450 °С величина предела прочности стали составила 1100 и 1020 МПа соответственно. Основной вклад в повышение прочности стали при РКУП обусловлен увеличением плотности дислокаций и измельчением зеренной структуры до субмикроразмерного уровня. На кривых растяжения $\sigma(\varepsilon)$ образцов УМЗ стали при комнатной температуре присутствует стадия равномерного пластического течения. Изломы образцов имеют вязкий характер, разрушение образцов при испытаниях на растяжение начинается на частицах δ -феррита.

2. Методом рентгенофазового анализа (РФА) выявлено образование α' -мартенсита при РКУП. Установлено, что оно происходит в том числе и при повышенных температурах РКУП (400—450 °С).

3. Отжиг УМЗ стали при температурах выше 700 °С приводит к началу процессов рекристаллизации, который сопровождается уменьшением объемной доли мартенсита деформации и выделением наноразмерных частиц σ -фазы. Энергия активации процесса миграции границ зерен ($(6,0-8,3)k_B T_m$) оказывается на 20—30% ниже, чем энергия активации диффузии по границам зерен аустенита. Снижение энергии активации обусловлено присутствием на неравновесных границах зерен избыточной плотности дефектов.

Приложение А. Для подтверждения возможности образования α' -мартенсита при повышенных температурах интенсивной пластической деформации были изготовлены образцы стали 08X18H10T при разных температурах РКУП. Образцы подвергались одному циклу РКУП при температурах от 50 до 400 °С. Все остальные условия эксперимента были полностью идентичны условиям, описанным в разделе «Материалы и экспериментальные методики». Фотографии заготовок после РКУП приведены на фиг. А1.

Образцы для рентгеновских исследований вырезались вдоль и поперек оси заготовки.

Дифрактограммы на фиг. А2 получены при анализе образцов, изготовленных при разных температурах РКУП. Съемку проводили в интервале углов 2θ от 40 до 100 град. На дифрактограммах всех образцов отчетливо видны пик (110) α' -мартенсита при угле дифракции $2\theta \approx 44,4-44,7$ град., а также пик (220) α' -мартенсита при угле дифракции $2\theta \approx 96,4-96,6$ град. Высота и полуширина на полувывоте пиков α' -мартенсита практически не зависят от температуры РКУП. Отметим также, что высота и полуширина пиков α' -мартенсита для образцов, вырезанных вдоль и поперек оси заготовки, различаются, что свидетельствует о существенном влиянии текстуры образцов на результаты рентгеновских исследований. Пиков, соответствующих ε -мартенситу, не обнаружено.

Таким образом, можно сделать вывод о подтвержденном образовании α' -мартенсита при достаточно высоких температурах РКУП.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Сагарадзе, В.В. Коррозионное растрескивание аустенитных и ферритоперлитных сталей / В.В. Сагарадзе, Ю.И. Филиппов, М.Ф. Матвиенко [и др.]. — Екатеринбург : Изд. УрО РАН, 2004. 228 с.
2. Сагарадзе, В.В. Упрочнение и свойства аустенитных сталей / В.В. Сагарадзе, А.И. Уваров. — Екатеринбург : Изд. ИФМ им. М.Н. Михеева РАН, 2013. 720 с.
3. Järvenpää, A. Processing and properties of reversion-treated austenitic stainless steels / A. Järvenpää, M. Jaskari, A. Kisko, P. Karjalainen // *Metals*. 2020. V.10. Is.2. P.281.
4. Sohrabi, M.J. Deformation-induced martensite in austenitic stainless steels: A review / M.J. Sohrabi, M. Naghizadeh, H. Mirzadeh // *Arch. Civil Mechan. Eng.* 2020. V.20. Is.3. P.124.
5. Lo, K.H. Recent developments in stainless steels / K.H. Lo, C.H. Shek, J.K.L. Lai // *Mater. Sci. Eng. R.* 2009. V.65. Is.4—6. P.39—104.
6. Panov, D.O. Excellent strength-toughness synergy in metastable austenitic stainless steel due to gradient structure formation / D.O. Panov, R.S. Chernichenko, S.V. Naumov, A.S. Pertcev, N.D. Stepanov, S.V. Zherebtsov, G.A. Salishchev // *Mater. Letters*. 2021. V.303. Art.130585.
7. Rybal'chenko, O.V. Strength of ultrafine-grained corrosion-resistance steels after severe plastic deformation / O.V. Rybal'chenko, S.V. Dobatkin, L.M. Kaputkina [et al.] // *Mater. Sci. Eng. A*. 2004. V.387—389. Is.1—2. P.244—248.
8. Добаткин, С.В. Формирование субмикроструктуры в аустенитной стали 08X18H10T при РКУ прессовании и нагреве / С.В. Добаткин, О.В. Рыбальченко, Г.И. Рааб // *Металлы*. 2006. №1. С.48—54.
9. Dobatkin, S.V. Structure formation, phase transforma-

- tions and properties in Cr-Ni austenitic steel after equal-channel angular pressing and heating / S.V. Dobatkin, O.V. Rybal'chenko, G.I. Raab // Mater. Sci. Eng. A. 2007. V.463. Is.1—2. P.41—45.
10. *Добаткин, С.В.* Структура и усталостная прочность стали 08X18H10T после равноканального углового прессования и нагрева / С.В. Добаткин, В.Ф. Терентьев, В. Скродцки [и др.] // Металлы. 2012. №6. С.45—56.
 11. *Косицына, И.И.* Формирование высокопрочного и высокопластичного состояния в метастабильных аустенитных сталях методом равноканально-углового прессования / И.И. Косицына, В.В. Сагарадзе, В.И. Копылов // ФММ. 1999. Т.88. №5. С.84—89.
 12. *Dobatkin, S.V.* Formation of fully austenitic ultrafine-grained high strength state in metastable Cr-Ni-Ti stainless steel by severe plastic deformation / S.V. Dobatkin, O.V. Rybalchenko, N.A. Enikeev [et al.] // Mater. Letters. 2016. V.166. P.276—279.
 13. *Panov, D.* Mechanisms of the reverse martensite-to-austenite transformation in a metastable austenitic stainless steel / D. Panov, E. Kudryavtsev, R. Chernichenko, A. Smirnov, N. Stepanov, Y. Simonov, S. Zherebtsov, G. Salishchev // Metals. 2021. V.11. Is.4. P.599.
 14. *Krawczynska, A.T.* Mechanical properties and corrosion resistance of ultrafine grained austenitic stainless steel processed by hydrostatic extrusion / A.T. Krawczynska, W. Chrominski, E. Ura-Binczyk, M. Kulczyk, M. Lewandowska // Mater. Design. 2017. V.136. P.34—44.
 15. *Tikhonova, M.* Microstructure and mechanical properties of austenitic stainless steels after dynamic and post-dynamic recrystallization treatment / M. Tikhonova, R. Kaibyshev, A. Belyakov // Advanc. Eng. Mater. 2018. V.20. Is.7. Art.1700960.
 16. *Qu, S.* Tensile and compressive properties of AISI 304L stainless steel subjected to equal channel angular pressing / S. Qu, C.X. Huang, Y.L. Gao, G. Yang, S.D. Wu, Q.S. Zang, Z.F. Zhang // Mater. Sci. Eng. A. 2008. V.475. Is.1—2. P.207—216.
 17. *Huang, C.X.* Mechanical behaviors of ultrafine-grained 301 austenitic stainless steel produced by Equal-Channel Angular Pressing / C.X. Huang, G. Yang, C. Wang, Z.F. Zhang, S.D. Wu // Met. Mater. Trans. A. 2011. V.42. Is.7. P.2061—2071.
 18. *Tirekar, S.* Towards engineering of mechanical properties through stabilization of austenite in ultrafine grained martensite-austenite dual phase steel processed by accumulative roll bonding / S. Tirekar, H.R. Jafarian, A.R. Eivani // Mater. Sci. Eng. A. 2017. V.684. P.120—126.
 19. *Liu, M.* Achieving excellent mechanical properties in type 316 stainless steel by tailoring grain size in homogeneously recovered of recrystallized nanostructures / M. Liu, W. Gong, R. Zheng, J. Li, Z. Zhang, S. Gao, C. Ma, N. Tsuji // Acta Materialia. 2022. V.226. Art.117629.
 20. *Xiao, X.* Intergranular precipitation behavior and its influence on the stress relaxation cracking susceptibility of Super304H austenitic stainless steel weld metal during long-term aging / X. Xiao, D. Li, Y. Li, S. Lu // Mater. Characterization. 2021. V.178. Art.111309.
 21. *Yamashita, M.* The stress-relaxation behavior of type 304 stainless steel / M. Yamashita, Y. Wada // Intern. J. Pressure Vessels and Piping. 1990. V.42. Is.2. P.203—216.
 22. *Tendo, M.* Stress relaxation behavior at high-tension bolted connections of stainless-steel plates / M. Tendo, K. Yamada, Y. Shimura // J. Eng. Mater. Technol. 2001. V.123. Is.2. P.198—202.
 23. *Бордзыка, А.М.* Релаксация напряжений в металлах и сплавах / А.М. Бордзыка, Л.Б. Гецов. — М. : Наука, 1978. 256 с.
 24. *Povolo, F.* Stress relaxation in bending of type AISI304 stainless steel at 773 and 823 K / F. Povolo, R.J. Tinivella, J.F. Reggiardo, G.B. Botteri // J. Mater. Sci. 1992. V.27. P.1505—1513.
 25. *Сегал, В.М.* Процессы пластического структурообразования металлов / В.М. Сегал, В.И. Резников, В.И. Копылов [и др.] — Минск : Наука и техника, 1994. 232 с.
 26. *Segal, V.M.* Fundamentals and engineering of severe plastic deformation / V.M. Segal, I.J. Beyerlein, C.N. Tome, V.N. Chuvil'deev, V.I. Kopylov. — N.Y. : Nova Science Publishers, 2010. 542 p.
 27. *Jeong, S.W.* Comparative study of hardening mechanisms during aging of a 304 stainless steel containing α' -martensite / S.W. Jeong, U.G. Kang, J.Y. Choi, W.J. Nam // J. Mater. Eng. Performance. 2012. V.21. Is.9. P.1937—1942.
 28. *Zergani, A.* Evolutions of mechanical properties of AISI 304L stainless steel under shear loading / A. Zergani, H. Mirzadeh, R. Mahmudi // Mater. Sci. Eng. A. 2020. V.791. Art.139667.
 29. *Mola, J.* Dynamic strain aging mechanisms in a metastable austenitic stainless steel / J. Mola, G. Luan, Q. Huang, C. Ullrich, O. Volkova, Y. Estrin // Acta Materialia. 2021. V.212. Art.116888.
 30. *Du, C.* A 2.9 GPa strength nano-gradient and nanoprecipitated 304L-type austenitic stainless steel / C. Du, G. Liu, B. Sun, S. Xin, T. Shen // Materials. 2020. V.13. Is.23. P.5382.
 31. *Kisko, A.* The influence of grain size on the strain-induced martensite formation in tensile straining of an austenitic 15Cr-9Mn-Ni-Cu stainless steel / A. Kisko, R.D.K. Misra, J. Talonen, L.P. Karjalainen // Mater. Sci. Eng. A. 2013. V.578. P.408—416.
 32. *Valiev, R.Z.* Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement / R.Z. Valiev, T.G. Langdon // Progress in Mater. Sci. 2006. V.51. Is.7. P.881—981.
 33. *Чувильдеев, В.Н.* Предел измельчения зерен при РКУ-деформации / В.Н. Чувильдеев, В.И. Копылов // Металлы. 2004. №1. С.22—35.
 34. *Чувильдеев, В.Н.* Предел диспергирования при РКУ-деформации. Влияние температуры / В.Н. Чувильдеев, В.И. Копылов, А.В. Нохрин, И.М. Макаров, Ю.Г. Лопатин // ДАН. 2004. Т.396. №3. С.332—338.
 35. *Yamashita, A.* Improving the mechanical properties of magnesium and magnesium alloy through severe plastic deformation / A. Yamashita, Z. Horita, T.G. Langdon // Mater. Sci. Eng. A. 2001. V.300. Is.1—2. P.142—147.
 36. *Shaeri, M.H.* Effect of ECAP temperature on microstructure and mechanical properties of Al-Zn-Mg-Cu alloys / M.H. Shaeri, M. Shaeri, M. Ebrahimi, M.T. Salehi, S.H. Seyyedein // Progress in Natural Science : Materials International. 2016. V.26. Is.2. P.182—191.

37. *Shen, Y.F.* Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel / Y.F. Shen, X.X. Li, X. Sun, Y.D. Wang, L. Zuo // *Mater. Sci. Eng. A*. 2012. V.552. P.514—522.
38. *Talonen, J.* Formation of shear bands and strain-induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels / J. Talonen, H. Hänninen // *Acta Materialia*. 2007. V.55. Is.18. P.6108—6118.
39. *Rhouma, A.B.* Correlation between microstructure and intergranular corrosion behavior of low delta-ferrite content AISI 316L aged in the range 550—700 °C / A.B. Rhouma, T. Amadou, H. Sidhom, C. Braham // *J. Alloys Comp.* 2017. V.708. P.871—886.
40. *Tseng, C.C.* Fracture and the formation of sigma phase, $M_{23}C_6$, and austenite from delta-ferrite in an AISI 304L stainless steel / C.C. Tseng, Y. Shen, S.W. Thompson, M.C. Mataya, G. Krauss // *Met. Mater. Trans. A*. 1994. V.25. Is.6. P.1147—1158.
41. *Zhao, L.* δ -Ferrite transformation mechanism and its effect on mechanical properties of 316H weld metal / L. Zhao, S. Wei, D. Wu, D. Gao, S. Lu // *J. Mater. Sci. Technol.* 2020. V.57. P.33—42.
42. *Чувильдеев, В.Н.* Неравновесные границы зерен в металлах. Теория и приложения / В.Н. Чувильдеев. — М. : Физматлит, 2004. 304 с.
43. *Разумов, И.К.* Неравновесные фазовые превращения в сплавах при интенсивной пластической деформации / И.К. Разумов, А.Е. Ермаков, Ю.Н. Горностырев, Б.Б. Страумал // *Успехи физических наук*. 2020. Т.190. №8. С.785—810.
44. *Мартин, Дж.* Стабильность микроструктуры металлических систем / Дж. Мартин, Р. Доэрти. — М. : Атомиздат, 1978. 280 с.
45. *Фрост, Г.Дж.* Карты механизмов деформации / Г.Дж. Фрост, М.Ф. Эшби. — Челябинск : Металлургия, 1989. 328 с.