

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

**ИНСТИТУТ ИНЖЕНЕРНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ И ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК**

**КАФЕДРА МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ И НАНОТЕХНОЛОГИЙ**

**ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ TWIP СТАЛИ  
В ХОДЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ И ОТЖИГА**

**Выпускная квалификационная работа бакалавра**

**очной формы обучения**

**направления подготовки 22.03.01 Материаловедение и технологии**

**4 курса группы 07001212**

**Гуц Юлии Сергеевны**

**Научный руководитель  
д.т.н. Жеребцов С.В.**

**БЕЛГОРОД, 2016**

## Оглавление

Введение.....	3
Глава 1 Обзор литературы.....	5
1.1 Свойства TWIP сталей.....	5
1.2 Пути повышения механических свойств TWIP сталей.....	9
1.3 Эволюция микроструктуры стали в ходе пластической деформации.....	12
1.4 Рекристаллизация в TWIP сталях .....	16
1.5 Частные задачи работы.....	17
Глава 2 Материал и методики исследования .....	18
2.1 Материал исследования.....	18
2.2 Металлографические и микроструктурные исследования .....	19
2.3 Методика испытания на одноосное растяжение.....	20
2.4 Методика измерения микротвердости по Виккерсу.....	21
2.5 Методика проведения анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD).....	22
Глава 3 Результаты исследований и их обсуждение .....	23
3.1 Эволюция микроструктуры TWIP стали в ходе прокатки при $T=20^{\circ}\text{C}$ и $T=-196^{\circ}\text{C}$ .....	23
3.2 Механические свойства TWIP стали деформированной при $T=20^{\circ}\text{C}$ и $T=-196^{\circ}\text{C}$ .....	30
3.3 Эволюция микроструктуры TWIP стали в ходе отжига .....	32
4.4 Кинетика рекристаллизации .....	37
Выводы .....	41
Список литературы .....	42

## Введение

TWIP стали (от английского «пластичность наведенная двойникованием»), являются конструкционными сталями, применяемыми в автомобильной промышленности. В отличие от многих конструкционных материалов, применение которых ограничивается недостаточной прочностью, TWIP стали имеют высокие значения предела прочности и очень хорошую пластичность. Но их недостатком является довольно низкий предел текучести.

В настоящее время внимание исследователей привлекают обработки, связанные с интенсивными пластическими деформациями. Под действием больших деформаций в металлических материалах формируется наноструктурное состояние, что в свою очередь приводит к повышению механических характеристик. Главный недостаток использования данного метода для измельчения микроструктуры металлов является высокая трудоемкость и необходимость использования специального оборудования. Так же размер заготовок, которые получаются в результате метода интенсивной пластической деформации, довольно мал, что является минусом в практическом использовании.

В связи с этим важной проблемой является оптимизация процесса формирования наноструктуры в металлах деформационными методами. Прежде всего, следует применять традиционные технологии/оборудование обработки металлов давлением, многие из которых позволяют реализовать довольно большие степени деформации. Также необходимо попытаться использовать особенности отклика некоторых материалов на деформацию для ускорения формирования в них наноструктурного состояния. В некоторых материалах, вследствие низкой энергии дефекта упаковки (TWIP стали), деформация осуществляется как скольжением, так и двойникованием. Двойниковые границы имеют высокоугловую ориентировку, и в ходе

деформации, при взаимодействии с решеточными дислокациями, трансформируются в границы зерен общего типа. Изменяя условия деформации, в частности, уменьшая температуру, можно интенсифицировать двойникование, обеспечив тем самым существенное измельчение микроструктуры материала, в том числе и до наносостояния. С уменьшением температуры деформации можно ожидать повышения объемной доли двойников, уменьшения их толщины и увеличение протяженности стадии двойникования, что в конечном итоге может привести к существенному измельчению структуры до наносостояния.

В связи с вышесказанным, целью настоящей работы является исследование влияния температуры и степени прокатки, а также температуры отжига на структуру в TWIP стали.

## Глава 1

### Обзор литературы

#### 1.1 Свойства TWIP сталей

Термин TWIP означает «пластичность, наведенная двойникованием», и это говорит о том, что пластическая деформация в материале осуществляется посредством двойникования. В этом контексте высокомарганцевые стали получили большой интерес в последние годы в связи с их превосходными механическими свойствами (рис. 1.1), сочетающими высокую прочность и пластичность, связанную с высоким деформационным упрочнением данного материала. Скорость упрочнения объясняется уменьшением длины свободного пробега дислокаций, при зарождении и росте механических двойников [1].

Рис. 1.1 Сравнение высокомарганцевых аустенитных сталей в осях «прочность-удлинение» с другими автомобильными сталями [2]

Данные стали являются аустенитными, то есть имеют гранецентрированную кубическую решетку (ГЦК), с большим содержанием марганца, кремния и алюминия в кристалле железа. Легирование марганцем стали приводит к искривлению ее кристаллической решетки, что влияет на образование дефекта упаковки и на протекание двойникования. Полученные границы двойников действуют как границы зерен и тем самым упрочняют сталь, а само двойникование приводит к повышению пластичности. Также марганец стабилизирует аустенит.

На рисунке 1.2 представлено влияние химического состава на значение ЭДУ для TWIP стали Fe-Mn-Al-C, в зависимости от содержания углерода, алюминия и марганца.

Рис. 1.2 Влияние химического состава на значение ЭДУ для TWIP стали Fe-Mn-Al-C, в зависимости от содержания углерода, алюминия и марганца [3]

Большое содержание алюминия в структуре влияет на развитие микрополос сдвига в процессе деформации. В ходе деформационной обработки увеличение степени холодной деформации приводит к возрастанию плотности дислокаций, увеличению концентрации вакансий, при этом появляются участки с локальной разориентировкой кристаллической решетки (деформационные и переходные полосы, полосы сдвига); при не слишком маленькой ЭДУ образуются микрополосы и формируется ячеистая структура. Полосы сдвига являются участками сильной локализации сдвиговой деформации, они также участвуют в упрочнении материала, так как эффективно препятствуют дислокационному скольжению. Недостатком является то, что алюминий может выделиться на границах зерен во время охлаждения, что приведет к низкотемпературному плавлению интерметаллидных соединений, таких как  $Fe_2Al_5$  (температура плавления около  $1170^{\circ}C$ ), это может привести к разрушению отливки.

Углерод в ходе получения стали сохраняют на высоком уровне, с целью повышения механических характеристик высокомарганцевых сталей. Углерод улучшает стабильность аустенита и упрочняет сталь

Введение кремния приводит к повышению прочности, по механизму твердорастворного упрочнения, также кремний влияет на замедление роста  $\epsilon$ -мартенситных пластин.

Добавление небольших количеств бора, титана и циркония в TWIP стали легированные алюминием, может улучшить их пластичность при высокой температуре. Азот является эффективным элементом упрочнения и  $\gamma$ -стабилизатором [2].

Экспериментальная база ЭДУ слишком невелика, и для TWIP-сталей экспериментальные значения ЭДУ отсутствуют. Теоретические границы

смены механизмов деформации таковы [3]: низкое значение ЭДУ ( $< 20$  мДж/м<sup>2</sup>) приводит к  $\gamma$ - $\epsilon$  превращению; при ЭДУ от 20 до 30 мДж/м<sup>2</sup> большинство авторов сообщают о TWIP-свойствах [4]. Скольжение полных дислокаций становится доминантным механизмом свыше 40 мДж/м<sup>2</sup>.

Для возникновения механизма двойникования необходимо низкое значение ЭДУ, но только этого недостаточно. Например, сталь Fe-30Mn (рис. 1.4) деформируется лишь со скольжением дислокаций, тогда как Fe-22Mn-0.6C, Fe-17Mn-0.9C, Fe-12Mn-1.2C деформируются как двойникованием, так и скольжением дислокаций, при том, что у всех этих сталей одинаковое значение энергии дефекта упаковки [2].

В таком свете содержание углерода выглядит ключевым параметром для наличия механизма двойникования и возможно для всех остальных дислокационных механизмов.

## **1.2 Пути повышения механических свойств TWIP сталей**

Одним из главных минусов TWIP стали, ограничивающих применение в производстве, является низкий предел текучести, особенно в сравнении с существующими современными высокопрочными сталями. Это особенно важно в секторе автомобилестроения. Поэтому множество исследований TWIP сталей направлены на повышение предела текучести.

Первым способом является уменьшение размера зерен. На рисунке 1.5 показаны различные кривые испытаний на растяжение холоднокатаных полос стали Fe-22Mn-0.6C с разным размером зерна. На рисунке 1.6 приведены зависимости предела текучести от размера зерна в этой стали.

Приведенные данные могут быть выражены с использованием стандартного выражения Холла-Петча:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_0 + K_y/\sqrt{d} \quad (1.1)$$

где  $\sigma_0$  – это внутреннее трение решетки,

$K_y$  – коэффициент упрочнения,

$d$  – размер зерна.

Коэффициенты в данном выражении, позволяющие наиболее точно описать экспериментальные данные:  $\sigma_0 = 132$  МПа,  $K_y = 449$  МПа мкм<sup>1/2</sup> для стали Fe-22Mn-0.6C. Наиболее подходящее значение предела текучести для сталей в автомобилестроении около 600-700 МПа. Такие значения могут быть достигнуты при размере зерна в 1 микрометр. К сожалению, промышленные режимы, а точнее их ограничения, позволяют получить в данной стали минимальный размер зерна лишь 2.5 микрометра. Таким образом, максимальное значение предела текучести для полностью рекристаллизованных полос стали составляет 450 МПа [2].

Следующий способ повышения предела текучести - предеформация прокаткой. Она интересна тем, что пластичность позволяет TWIP стали сохранять достаточные удлинения даже после этой операции. Риунок 1.7 показывает зависимость механических свойств стали Fe-22Mn-0.6C-0.2V от сужения при прокатке. Могут быть достигнуты значительные величины прироста предела текучести, например, после 10% предеформации прокаткой предел текучести составляет 1000МПа, а равномерное удлинение 25%.

Однако, существуют две проблемы в использовании данного метода:



- 1) Сильно уменьшается коэффициент деформационного упрочнения (с 0,4 до 0,18), одновременно указывая на то, что моделирование данного материала с использованием постоянного коэффициента деформационного упрочнения является неверным.
- 2) Вносится значительная анизотропия механических свойств.  
Данные факторы сильно снижают способность к формовке, это показано на рисунке 1.8.

### **1.3 Эволюция микроструктуры стали в ходе пластической деформации**

Любая пластическая деформация вызывает в металле структурные изменения, которые включают в себя изменение формы и внутреннего строения каждого кристаллита. Основное изменение формы кристаллитов заключается в том, что они вытягиваются в направлении главной деформации растяжения, например, в направлении прокатки.

Одним из главных изменений внутреннего строения каждого отдельного кристаллита при пластической деформации является увеличение плотности дислокаций. Это в результате может привести к образованию ячеистой структуры: дислокации перераспределяются в объеме таким образом, что образуют размытые стенки вокруг отдельных областей, внутри которых плотность дислокаций меньше, чем в стенках. С увеличением степени деформации размер ячеек практически не меняется, а плотность дислокаций в стенках возрастает [7].

При пластической деформации железомарганцевый аустенит подвергается сильному упрочнению, за счет невысокой ЭДУ. Так как чем ниже энергия дефектов упаковки аустенита, тем меньше склонность расщепленных дислокаций к поперечному скольжению.

Прокатка приводит к значительному увеличению плотности дислокаций, обширному механическому двойникованию и образованию

сдвиговых полос. Последующий отжиг приводит к развитию возврата или повторно рекристаллизованной микроструктуры в зависимости степени деформации и температуры отжига. Увеличение степени деформации способствует развитию рекристаллизации, которое приводит к формированию ультрамелкозернистой микроструктуры с размерами зерен до 10 мкм. Образцы с образовавшейся ультрамелкозернистой структурой обладают хорошими механическими свойствами [8].

При изучении влияния холодной прокатки на микроструктуре и механических свойствах Fe-23Mn-0.3C-1.5Al TWIP сталь с исходным размером зерна 24 мкм наблюдается обширное двойникование деформации, которое возникает вследствие увеличения степени прокатки (рис. 1.9). Объемная доля двойников деформации достигла приблизительно 0.2 при уменьшении до 20%. Средняя толщина двойника приблизительно 20 нм оставалась неизменной, хотя расстояние между двойниками прогрессивно уменьшалось с увеличением напряжения. Объединение деформации наблюдалось после сокращения до 60%. Толщина и объемная доля микрополос растут с увеличением степени прокатки. Холодная прокатка приводит к значительному упрочнению стали. Предел текучести увеличился с 235 МПа в начальном состоянии до 1400 МПа после холодной прокатки на 80% деформации, удлинение при этом уменьшилось с 96% до 4%, соответственно [9].

На рисунке 1.10 представлена эволюция микроструктуры стали после холодной прокатки, с средним размером 24 мкм в исходном состоянии, которое было получено после горячей прокатки и отжига. С увеличением степени деформации до 20%, зерна вытягиваются вдоль направления прокатки и в некоторых, благоприятно ориентированных зернах, наблюдается рост двойников деформации.

Относительно процесса двойникования различают три типа зерен. Зерна типа I почти свободны от механических двойников. Зерна II типа содержат одну активную систему двойникования. III тип зерен характеризуется большим количеством систем двойникования или вторичной системой двойникования. В зернах типа II и III средняя толщина двойников приблизительно 20 нм, а среднее расстояние между двойниками 570 нм. Плотность дислокации при 20%, деформации увеличилась до  $2 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$ .

Увеличивая степень с 20 до 40%, число двойников деформации выросло значительно в то время как плотность дислокации оставалась почти неизменной. Почти все зерна подвергнуты двойникованию. Двойники деформации, принадлежащие нескольким системам двойникования, появились во многих зернах.

Увеличение степени деформации до 60% приводит к росту плотности двойников и дислокаций в кристаллической решетке одновременно. Стоит отметить, что было все еще много зерен типа II, в которых только могли наблюдаться основные семьи двойников. Особенность микроструктурного развития в том, что ранее сформированные двойниковые границы имели тенденцию перестраиваться вдоль направления прокатки и таким образом продвинули появление микро сдвиговых полос. Плотность дислокации при 60%, увеличилась до  $3.5 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$ .

После прокатки до 80% деформации число сдвиговых полос и их толщина увеличились. Взаимное пересечение сдвиговых полос и двойников привело к формированию пространственной сети сдвиговых полос, состоящих из значительно дезориентированных кристаллитов с размером 40 нм. Развитие нанокристаллических групп сопровождалось дальнейшим увеличением плотности дислокации приблизительно к  $4.5 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$ . Плотность дислокации достигла  $2 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$  сразу после 20% деформации и увеличилась до  $4.5 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$  при 80%. Двойники деформации появились с толщиной 20 нм, и оставались постоянными во время холодной прокатки. В целом эта толщина является характерной особенностью свойств двойников. Толщина

вторичных двойников была меньше, чем 10 нм. Однако увеличение напряжения подавило вторичное механическое двойникование. Расстояние между двойниками уменьшилось с 570 нм до 180 нм. Объемная доля сдвиговых полос увеличилась с 7% до 21% с ростом степени от 60% до 80%. [10].

#### **1.4 Рекристаллизация в TWIP сталях**

Высокомарганцевые аустенитные TWIP стали в общем имеют мелкозернистую микроструктуру [11]. Согласно литературе [12], к мелкозернистой структуре ведут два основных механизма:

- Быстрая кинетика рекристаллизации
- Ориентированный механизм зарождения, определяющий эволюцию текстуры

При 973 К микроструктура почти полностью рекристаллизуется после 90 с. Микроструктурные исследования показывают, что при 823 К действует только процесс возврата. Во время этого процесса механические двойники не исчезают. Выше 823 К начинается рекристаллизация и появляются некоторые рекристаллизованные зерна. При 973 К вся микроструктура становится рекристаллизованной .

## 1.5 Частные задачи работы

На основании вышесказанного, целью дипломного проекта является исследование эволюции микроструктуры TWIP-стали Fe-0,3C-23Mn-1,5Al в ходе пластической деформации при  $T=20^{\circ}\text{C}$  и  $T=-196^{\circ}\text{C}$  и последующего отжига в интервале  $200-700^{\circ}\text{C}$ .

Для выполнения поставленной цели были определены следующие задачи:

- 1) Изучить эволюцию микроструктуры TWIP стали в ходе прокатки при  $T=20^{\circ}\text{C}$  и  $T=-196^{\circ}\text{C}$  до максимальной степени  $\varepsilon=93\%$ .
- 2) Установить влияние температуры и степени деформации на механические свойства TWIP стали.
- 3) Установить влияние температуры отжига на микроструктуру и механические свойства TWIP стали.

## Глава 2

### Материал и методики исследования

#### 2.1 Материал исследования

В качестве исходного материала использовали TWIP сталь Fe-0,3C-23Mn-1,5Al, которая была подвергнута следующим термомеханическим обработкам:

- 1) Закалка при  $T=1150^{\circ}\text{C}$  4 часа
- 2) Ковка до толщины 50мм, в 3 прохода
- 3) Отжиг при  $T=1150^{\circ}\text{C}$
- 4) Горячая прокатка при  $T=1150^{\circ}\text{C}$  до толщины 10мм
- 5) Отжиг при  $T=1150^{\circ}\text{C}$  1 час

Химический состав стали представлен в таблице 2.1.

Таблица 2.1

#### Химический состав TWIP стали

Рис. 2.1 EBSD изображение микроструктура TWIP стали в исходном состоянии

В исходном состоянии, представленном на рис. 2.1 видно, что некоторые зерна содержат двойники отжига с границами  $\Sigma=3$ , имеющими разориентировку  $60^{\circ}$ . Средний размер границ составил 40мкм.

Для проведения исследований материал был подвергнут двум видам термомеханических обработок:

- 1) Прокатка при  $T= -196^{\circ}\text{C}$  и  $T=20^{\circ}\text{C}$  до следующих степеней деформации: 7%, 10%, 20%, 40%, 60%, 75% и 93%;
- 2) Отжиг стали, прокатанной до максимальной степени (93%) в интервале температур 200-700 $^{\circ}\text{C}$ .

Из полученных образцов вырезались и изготавливались плоские образцы для испытаний на одноосное растяжение при  $T=20^{\circ}\text{C}$ , а так же фольги для изучения микроструктуры на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) и растровом электронном микроскопе (РЭМ), оснащенный EBSD приставкой (ElectronBackScanDiffraction). Также образцы подвергались измерениям микротвердости по методу Виккерса.

## **2.2 Металлографические и микроструктурные исследования**

Исследования микроструктуры проводились на оборудовании Центра Коллективного Пользования НИУ БелГУ:

- сканирующем микроскопе NovaNanoSem, который оснащен приставкой EBSD;

- просвечивающем электронном микроскопе фирмы JEOLJEM 2100Fх.

Микроструктуру прокатанных образцов исследовали в сечении, проходящем параллельно и оси прокатки. Все структурные исследования проводились в центральных участках прокатанных образцов.

Подготовка образцов для металлографических исследований осуществлялась следующим образом:

1. Шлифовка образцов на мелкозернистой наждачной бумаге (абразивностью 320, 500, 800 и 1000) с постепенным уменьшением ее зернистости.

2. Полировка образцов на тканых и ворсистых сукнах при использовании различных алмазных средств для полирования DiaDuo.

3. Заключительная полировка образцов с использованием коллоидной суспензии на основе SiC (размер абразивных частиц 0,05 мкм).

Для приготовления металлографических шлифов образцы предварительно подвергали электролитической полировке, а затем химическому травлению на установке LectroPol – 5 с использованием электролита состоящего из 100мл хлорной кислоты и 900мл уксусной

кислоты. Полировка осуществлялась при температуре 20°C и напряжении 40В в течении 12 с, травление – T=20°C, напряжение – 6В, время – 3с.

Для металлографических исследований на сканирующем и просвечивающем электронных микроскопах после механической полировки проводилась электролитическая полировка тонких фольг на установке TENUPOL-5 с использованием электролита состава: 10% HClO<sub>4</sub>, 90% CH<sub>3</sub>COOH, при температуре 20°C и напряжении 25В в течении 30 с. Электрополировка продолжалась до появления в центральной части образца одного или нескольких небольших отверстий (диаметром 0,2-0,8 мм).

По представленным фотографиям типичных микроструктур были рассчитаны размеры зерен методом секущих по темнопольным снимкам на пяти полях зрения, а также была оценена плотность дислокаций по числу выходов дислокаций на поверхность.

### **2.3 Методика испытания на одноосное растяжение**

Механические испытания стали на растяжение выполняли согласно ГОСТ 1497-84 [13] на универсальной напольной электромеханической испытательной машине Instron 5882, при температуре 20°C и скорости деформирования 1 мм/мин.

Из заготовки вырезались плоские образцы с размерами рабочей части 1,5×3×12 (мм) (рис. 2.2 ).

Рис. 2.2 Чертеж образца для механических испытаний на растяжение

### **2.4 Методика измерения микротвердости по Виккерсу**

Сущность метода заключается во вдавливании в испытуемый материал правильной четырёхгранной алмазной пирамиды с углом 136° между противоположными гранями.



Испытания проводились на микротвердомере 402MDV. Твёрдость по Виккерсу вычисляется путём деления нагрузки приложенной к материалу на площадь поверхности полученного пирамидального отпечатка. Метод Виккерса позволяет определять твёрдость азотированных и цементированных поверхностей, а также тонких листовых материалов. Твёрдость по Виккерсу во всех случаях обозначается буквами HV без указания размерности — МПа (кгс/мм<sup>2</sup>). Основными параметрами при измерении твёрдости по Виккерсу являются нагрузка P до 980,7 Н (100 кгс) и время выдержки 10—15 с. Прикладываемая нагрузка зависит от толщины образца и определяется по ГОСТу 9450-76 – Измерение микротвердости путем вдавливания алмазных наконечников [14].

## **2.5 Методика проведения анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD)**

Микроструктуру образцов исследовали на сканирующем электронном микроскопе NovaNanoSem, который оснащен EBSD-приставкой. Образец, наклоненный под углом 70° к горизонтали, пошагово сканировался электронным пучком с ускоряющим напряжением 20 кВ. Шаг сканирования выбирался из условия расположения не менее 5 точек в зерне.

Программное обеспечение TSL OIM Analysis 5 по картине дифракции обратно рассеянных электронов позволяет восстановить кристаллографическую ориентацию в каждой точке сканированного участка. Обработка данных позволяет получить изображение зеренной структуры материала, распределение зерен по размеру и их разориентировку, а также определить наличие малоугловых, высокоугловых границ, текстуры в области сканирования.

## Глава 3

### Результаты исследования и их обсуждения

#### 3.1 Эволюция микроструктуры в ходе прокатки при $T=20^{\circ}\text{C}$ и $T=-196^{\circ}\text{C}$

Для проведения исследований микроструктуры TWIP стали Fe-0,3C-23Mn-1,5Al, сформировавшейся в ходе прокатки, был использован метод просвечивающей микроскопии (ПЭМ). На рисунке 3.1 представлена микроструктура стали прокатанной при  $T=20^{\circ}\text{C}$ ,  $T=-196^{\circ}\text{C}$  до степеней деформации 7% и 20%.

Рис. 3.1 Микроструктура TWIP стали прокатанной при  $T=20^{\circ}\text{C}$ : а) до 7%, б) до 20% , при  $T= -196^{\circ}\text{C}$  : в) до 7%, г) до 20%

Видно, что при деформации до 7% при комнатной температуре (рис. 3.1 а) начинается зарождение в структуре двойников. В то время как образец, прокатанный при криогенной температуре до 7% в структуре уже имеет сформированные двойники, которые образуют пакеты (рис. 3.1 в). Вероятнее всего, это связано с тем, что двойникование при  $T=-196^{\circ}\text{C}$  начинается при меньших степенях деформации (с 5%), а при комнатной с 10%.

Увеличение степени деформации до 20% как при комнатной, так и при криогенной температурах приводит к увеличению плотности двойников (рис. 3.1 б, г). При  $T=20^{\circ}\text{C}$  формируется развитие ячеистой структуры.

На рисунке 3.2 представлена микроструктура стали, прокатанной при  $T=-196^{\circ}\text{C}$  до 40% и 60% деформации

Увеличение степени деформации до 40% приводит к следующим структурным изменениям: плотность двойников повышается, т.е. идет процесс интенсивного двойникования, увеличивается плотность дефектов (дислокация). Происходит изгибание некоторых двойников (рис. 3.2 в, изгибающиеся двойники обозначены пунктирной линией), и их искривление в результате пересечения (рис. 3.2 д).

При 60% деформации происходит образование полос сдвига (рис. 3.2 б), происходит фрагментация.

На рисунке 3.3 представлена микроструктура стали, прокатанной до максимальной степени деформации (93% является максимальной степенью деформации конкретно для данной работы, т.к. большие степени не имеют значения).

После прокатки до максимальной степени деформации микроструктура представлена ячейками с размером 200 нм и 100 нм для  $T=20^{\circ}\text{C}$  и  $T=-196^{\circ}\text{C}$  соответственно (рис. 3.3 б, г). Двойники при данной степени отсутствуют. При криогенной температуре наблюдается образование большеугловых границ (рис. 3.3 в), это происходит за счет фрагментации. На рисунке 3.3 а) представлена дифракция, снятая с показанной области. Отдельных рефлексов нет, наблюдается размытие пиков, что говорит о небольших структурных образованиях, с близкой разориентировкой  $1-2^{\circ}$  в микроструктуре.

Более подробный анализ эволюции микроструктуры, двойниковых границ зерен был проведен с использованием метода обратно рассеянных электронов (EBSD), на растровом электронном микроскопе QuantaNova 450. На рисунке 3.4 представлены карты разориентировок после прокатки при  $T=20^{\circ}\text{C}$  и  $T=-196^{\circ}\text{C}$  до 20%, 40% и 60% деформации.

Увеличивая степень деформации как при крио, так при комнатной прокатке, происходит вытягивание больших аустенитных зерен вдоль направления прокатки, увеличивается количество двойников. Отличием прокатки при  $T=-196^{\circ}\text{C}$  служит большее число двойников деформации.

На рисунке 3.4 представлены зависимости расстояния между двойниками и толщины двойников от степени деформации. Для обеих зависимостей представлено две температуры прокатки:  $T=20^{\circ}\text{C}$  и  $T=-196^{\circ}\text{C}$ . Расстояние между двойниками с ростом степени деформации уменьшается (рис. 3.4 а), для комнатной температуры снижение происходит постепенно, без резких спадов. В то время как при криогенной температуре резкий спад происходит на начальных степенях деформации от 5% до 10%. Уменьшение связано с увеличением количества двойников.

Толщина двойников с ростом степени деформации увеличивается (рис. 3.4 б). При комнатной прокатке толщина двойников выросла от 200 нм до 450 нм. Криогенная прокатка дает меньшее увеличение толщины до 350 нм.

Плотность дислокаций с повышением степени деформации возрастает. При малых степенях деформации при комнатной и криогенной температурах графики ведут себя одинаково. Более высокие степени дают количественно различные значения: значение для комнатной прокатки падает в 2 раза по сравнению с предыдущей степенью, а при криогенной - увеличивается.

### **3.2 Механические свойства после прокатки**

Для изучения механических свойств образцы, прокатанные до разных степеней деформации при различных температурах были подвергнуты испытаниям на одноосное растяжение. На рисунке 3.5 представлены графики растяжения.

Образцы после прокатки при  $T=20^{\circ}\text{C}$  до 7 и 10% демонстрируют предел прочности 1200 - 1250 МПа. После прокатки при  $T=-20^{\circ}\text{C}$  предел прочности 1250 МПа при 7% деформации. Повышение степени деформации ведет к снижению стадии упрочнения, ускоренному образованию шейки и разрушению. Предел прочности для 93% прокатки составляет при криогенной температуре 220 МПа, при комнатной 1800 МПа. Отличие прокаток при  $T=20^{\circ}\text{C}$  и  $T=-196^{\circ}\text{C}$  в том, что при криогенной прокатке увеличение деформации приводит к сокращению удлинения в 2 раза.

Помимо испытаний на растяжения, была установлена зависимость микротвердости от степени деформации (рис. 3.6).

С увеличением степени деформации значение микротвердости увеличивается как при комнатной, так и при криогенной прокатке. Основным и единственным отличием является численные значения, прокатка при  $T=20^{\circ}\text{C}$  дает меньшие значения (200-500 HV), чем прокатка при  $T=-196^{\circ}\text{C}$  (280-600 HV).

### **3.3 Эволюция микроструктуры в ходе отжига**

С целью выяснения особенностей рекристаллизации TWIP стали, подвергнутой интенсивной пластической деформации, был проведен отжиг с выдержкой 1 час в температурном интервале  $200-700^{\circ}\text{C}$ .

На рисунке 3.7 представлена микроструктура после прокатки до максимальной степени деформации стали и отжига при  $T=200^{\circ}\text{C}$  и  $T=400^{\circ}\text{C}$ .

Структура представлена ячейками со средним размером 200 нм и 400 нм соответственно. Значимых отличий от исходной, прокатанной до 93%

деформации структуры при  $T=20^{\circ}\text{C}$  и  $T= -196^{\circ}\text{C}$  не наблюдается. Поэтому повышаем температуру отжига до  $500^{\circ}\text{C}$ .

После комнатной прокатки и отжига  $T=500^{\circ}\text{C}$  ( рис. 3.8 а ) микроструктура характеризуется вытянутостью структурных элементов в направлении прокатки и небольшой разориентировкой областей. Рекристаллизация только начинается, это видно по отдельным зарождающимся зернам. Двойников отжига нет.

После криогенной прокатки и отжига  $T=500^{\circ}\text{C}$  ( рис. 3.8 б ) наблюдается практически полностью рекристаллизованная структура. Она представлена равноосными зернами, средний размер которых составляет 360 нм. Также присутствуют двойники отжига.

Увеличение температуры отжига после комнатной прокатки до  $600^{\circ}\text{C}$  представляет собой структуру с равноосными зернами (рис. 3.8 в ), средний размер 570 нм. При отжиге  $700^{\circ}\text{C}$  структура представлена более равноосными зернами (рис. 3.8 д ), средний размер 1,6 мкм. Двойники отжига присутствуют в обоих случаях.

Отжиг при  $T=600^{\circ}\text{C}$  после криогенной прокатки практически не отличаются от комнатной, структура представлена равноосными зернами, однако, их размер увеличился до 900 нм. Двойники отжига наблюдаются. При отжиге  $700^{\circ}\text{C}$  происходит увеличение размеров зерен до 1,4 мкм.

На рисунке 3.9 представлены зависимости среднего размера зерна, микроструктуры и плотности дислокаций от температуры отжига после комнатной и криогенной прокатки.

С увеличением температуры отжига размер зерна увеличивается ( рис. 3.9 а ). На графике можно выделить две стадии: 1) до  $500^{\circ}\text{C}$  - стадия незначительного роста зерен (0,2- 0,3 мкм) при криогенной и комнатной

прокатке, 2) от 500°C - стадия резкого увеличения размера зерна. Это связано с началом рекристаллизации, после 500°C структура полностью рекристаллизованная. Отличие микротвердости при  $T=20^{\circ}\text{C}$  и  $T=-196^{\circ}\text{C}$  в численном значении, при  $T=-196^{\circ}\text{C}$  меньше.

Микротвердость с увеличением температуры отжига падает (рис.3.9 б). При комнатной и криогенной прокатках значение микротвердости уменьшилось более чем в 2 раз, по сравнению с исходным.

Плотность дислокаций после отжига до 500°C при комнатной прокатке увеличивается, при криогенной - уменьшается. После увеличения температуры отжига от 500°C наблюдается спад плотности дислокаций в обоих случаях.

### **3.4 Кинетика рекристаллизации**

Для изучения кинетики процесса рекристаллизации была выбрана температура 500°C. Исходя из предыдущих результатов, отжиг ниже  $T=500^{\circ}\text{C}$  не приводит к изменениям. На рисунке 3.10 представлена микроструктура стали после отжига при  $T=500^{\circ}\text{C}$  с различным временем выдержки.

При выдержке 1 час (рис. 3.10 а) в структуре образуется небольшое скопление зерен, что свидетельствует о начавшемся процессе рекристаллизации. Размер образовавшихся зерен равен 250-300 нм. Доля рекристаллизованного объема составляет около 5%.

Увеличивая время до 2, 5 часов (рис. 3.10 б), количество и размер рекристаллизованных зерен увеличивается, составляя 400 нм. Доля рекристаллизованного объема составляет около 40%.

После 5 часов выдержки дает более рекристаллизованную структуру

( рис. 3.10 в ). Размер зерен при этом увеличился до 600 нм. Но при этом есть и нерекристаллизованные участки, это говорит о том, что рекристаллизация еще не закончилась. Доля рекристаллизованного объема составляет около 60%.

Доля рекристаллизованных зерен считалась по формуле через значение микротвердости:

$$X=(H_{V\varepsilon}-H_{VT})/ (H_{V\varepsilon}-H_{VO}) \quad (4.1)$$

где X- доля рекристаллизованного объема

$H_{V\varepsilon}$  - микротвердость после прокатки

$H_{VT}$ - микротвердость после отжига

$H_{VO}$ - микротвердость исходная

Таблица 3.1

Расчет доли рекристаллизованного объема после отжига при  $T=500^{\circ}\text{C}$

При измерении микротвердости была использована нагрузка 0,2 кг.

На рисунке 3.11 представлен график зависимости доли рекристаллизованного объема от времени отжига.

С увеличением времени отжига доля рекристаллизованных зерен увеличивается. При выдержке 5 часов объем рекристаллизованных зерен составляет 58%.



## Выводы

В ходе данной работы была описана эволюция микроструктуры TWIP стали 0,3C-23Mn-1,5Al в ходе прокатки при  $T=20^{\circ}\text{C}$  и  $T= -196^{\circ}\text{C}$ ; установлены зависимости степени деформации и температуры отжига на микроструктурные параметры и механические свойства TWIP стали.

На основании этого можно сделать следующие выводы:

- 1) Понижение температуры деформации до криогенной приводит к ускорению кинетики двойникования.
- 2) Лучшими механическими свойствами обладает сталь, прокатанная при  $T= -196^{\circ}\text{C}$  и  $T=20^{\circ}\text{C}$  до небольших степеней деформации ( 7 и 10%), предел прочности находится в интервале напряжений 1200-1250МПа. Уменьшение температуры деформации повышает прочностные качества, но уменьшает удлинение.
- 3) Температурой начала рекристаллизации сталей при  $T= -196^{\circ}\text{C}$ , подвергнутых большой пластической деформации, можно считать  $T=500^{\circ}\text{C}$ . Полностью рекристаллизованная структура наблюдается в обоих случаях при  $t=600^{\circ}\text{C}$ .

## Список литературы

1. I.Gutierrez-Urruti, S.Zaefferer and D.Raade. Electron channeling contrast imaging of twins and dislocation in twinning-induced plasticity steels under controller diffraction conditions in a scanning electron microscope. – ScriptaMaterialia 61, pp.737-740 (2009).
2. O. Bouaziz, S. Allain, C.P. Scott, P. Cugy, D. Barbier, High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships, Current Opinion in Solid State and Materials Science 15(2011) 141-168
3. B. Wietbrock, W. Xiong, M. Bambach, G. Hirt – Effect of temperature, strain rate, manganese and carbon content on flow behavior of three ternary Fe-Mn-C (Fe-Mn23-C0.3, Fe-Mn23-C0.6, Fe-Mn28-C0.3) high-manganese steels // Steel Research Int. – V.82 (2011) No. 1 – pp.63-69.
4. B. C. De Cooman, Chin and Jinkyung Kim. High Mn TWIP Steels for Automotive Applications Kwang-geun. – Vehicle Engineering, p.28. 2011
5. Р. Хоникомб. Пластическая деформация металлов (пер. с англ. Под ред. д. ф.-м. н. Б.Я. Любова) – Изд. «Мир» Москва, 1972, - 406с
6. Schumann, Hermann. Martensitic Transformations in Austenitic Manganese A. Келли.,Г. Гровс – Кристаллография и дефекты в кристаллах. (Пер. с англ. к. ф.-м. н. С. Н. Горина и к. ф.-м. н. О. М. Кугаенко и В. С. Савченко, под ред. д. ф.-м. н. М. П. Шаскольской)– Изд. «Мир» Москва, 1974, - 504с.
7. И.И.Новиков Теория термической обработки металлов, М.: Металлургия, 1986, - 480с.

8. Z/ Yanushkevich, A.Belyakov, R.Kaibyshev, C. Haase, Development of fine-grained high Mn steel by cold rolling and annealing, Materials science forum, January 2016
9. P.Kusakin, A.Belyakov, C. Haaseb, R.Kaibyshev, D. Molodov, Effect of Cold Rolling on Microstructure and Mechanical Properties of a Fe-23Mn-0.3C-1.5Al TWIP Steel, 3 November 2014, Pages 52–60
10. P.Kusakin, A. Belyakov, C. Haaseb, R. Kaibysheva, D.Molodov Microstructure evolution and strengthening mechanisms of Fe–23Mn–0.3C–1.5Al TWIP steel during cold rolling, Mar 30, 2016
11. Fujita H, Scott Ueda S. Acta Metall 1972;20:759–67
12. Fullman RL. Brake, Trans AIME 1953;197:447
13. ГОСТ 1497-84 – Металлы. Методы испытаний на растяжение.
14. ГОСТ 9450-76 – Измерение микротвердости путем вдавливания алмазных наконечников
15. Jung, J.K. Lee, O.Y., Park, Y.K., Kim, D.E., Jin, K.G., Kim, S.K., Song, K.H. Microstructure and mechanical properties of high Mn TWIP steels. – Journal of Korean Institute of Metals and Materials. V.46 (10), pp. 627-633 (2008)
16. Золоторевский В.С. Механические свойства материалов. – Металлургия, Москва, 1983, - 105с.
17. Куприн М.И., Куприна М.С. Основы теории прокатки. – Москва «Металлургия», 1978, с.74,78,113.
18. Малышев К.А. Уваров А.И. Влияние пластической деформации на изменение физических свойств при старении аустенитного сплава. – ФММ 1968, Т.25, вып.3, с. 518-521.