

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

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПРОКАТКИ НА
МИКРОСТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА
АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ С ВЫСОКИМ СОДЕРЖАНИЕМ АЗОТА

Выпускная квалификационная работа бакалавра

очной формы обучения

направления подготовки 22.03.01 Материаловедение и технологии материалов

4 курса группы 07001212

Долженко Павла Дмитриевича

Научный руководитель
д. ф.-м. н., проф. Кайбышев Р.О.

БЕЛГОРОД, 2016

Оглавление

Введение	4
Глава 1 Обзор литературы	6
1.1 Аустенитные стали для криогенной техники	6
1.2 Свойства аустенитных коррозионностойких сталей, применяемых в криогенных условиях	11
1.3 Способ получения и термообработки сталей: электрошлаковый переплав и прокатка.....	16
1.4 Постановка задач исследования	21
Глава 2 Материал и методики исследования.....	23
2.1 Материал исследования	23
2.2 Методики исследования	24
2.2.1 Термомеханическая обработка: прокатка	24
2.2.2 Электронно – микроскопический анализ	25
2.2.3 Измерение микротвердости по Виккерсу.....	27
2.2.4 Испытание на растяжение.....	28
2.2.5 Испытание на ударный изгиб при пониженных и комнатных температурах.....	28
2.2.6 Испытание на трибологические свойства	30
2.2.7 Испытание по определению коррозионной стойкости	32
Глава 3 Результаты исследования и их обсуждение	34
3.1 Микроструктура стали 03X22H10AG6M2	34
3.1.1 Горячая деформация стали 03X22H10AG6M2	34
3.1.2 Теплая деформация стали 03X22H10AG6M2	Ошибка! Закладка не определена.
3.2 Механические свойства стали.....	39
3.2.1 Горячая деформация стали 03X22H10AG6M2	39
3.2.2 Теплая деформация стали 03X22H10AG6M2	41

3.3	Фрактография.....	43
3.4	Эксплуатационные свойства	51
3.4.1	Трибологические исследования	51
3.4.2	Исследования коррозионной стойкости.....	54
3.4.2.1	Исследования стойкости к общей коррозии.....	54
3.4.2.2	Исследования стойкости к межкристаллитной коррозии	57
	Выводы.....	61
	Список литературы	62

Введение

Аустенитные коррозионностойкие стали широко используются как криогенные материалы. Основным недостатком этих сталей является низкая прочность. К достоинствам относится высокая коррозионная стойкость и высокая ударная вязкость при низких температурах. Существуют несколько способов повысить прочность аустенитных сталей.

Во-первых, это холодная прокатка, которая позволяет получать в полностью нагартованном состоянии после холодной прокатки с обжатием 50-60 % предел текучести до 750 МПа, а предел прочности выше 900 МПа при уменьшении пластичности ниже 10 %.

Во-вторых, измельчение зерна при термомеханической обработке в процессе горячей прокатки позволяет поднять прочность аустенитных сталей за счет зернограницного упрочнения по закону Холла-Петча, значительный прирост прочности получается при совмещении рекристаллизационных процессов с нагартовкой.

Третьим способом повышения прочности аустенитных сталей является их насыщение азотом. Этот способ эффективно повышает прочность аустенитных сталей за счет твердорастворного упрочнения. Предел прочности превышает 900 МПа практически у всех азотосодержащих аустенитных сталей. Кроме того, существенно возрастает как эффективность измельчения зерен, так и нагартовки.

На рисунке 1.1 представлены характеристики известных сталей применяемых в криогенных условиях и облаком выделены круглые точки характеристик которые мы хотим получить.

Наша задача состоит в разработке аустенитной стали, которая сочетает высокую прочность ($\sigma_{\text{в}} = 800\text{-}1100$ МПа) с высокой пластичностью ($\delta > 25\%$) и высокой ударной вязкостью ($K_{\text{CU-90}} > 100$ Дж/см²).

Эта задача может быть решена только в результате совместной разработки как азотосодержащей аустенитной стали, так и технологии ее

термомеханической обработки. Последнее особенно важно, поскольку термомеханическая обработка является эффективным способом повышения механических свойств азотосодержащих аустенитных сталей. Это позволит создать сталь для морских конструкций, которые можно будет эксплуатировать при низких температурах, что актуально для российской промышленности, принимая во внимание планы по освоению арктического шельфа.

Глава 1 Обзор литературы

1.1 Аустенитные стали для криогенной техники

Хромоникелевые аустенитные стали благодаря сохранению высокой пластичности и вязкости вплоть до температур, близких к абсолютному нулю, высокой коррозионной стойкостью и хорошими технологическими свойствами являются основным материалом во многих областях криогенной техники.

Аустенитное состояние стали стабилизируется благодаря введению в железо-хромистую основу достаточных количеств никеля.

Стабильность аустенитной структуры зависит от химического состава и внешних условий, температуры и деформации. Под влиянием низких температур и деформации хромоникелевые аустенитные стали могут испытывать мартенситное ($\gamma \rightarrow \alpha$) – превращение. Это приводит к увеличению твердости, снижает пластичность и вязкость стали.

В зависимости от содержания основных легирующих элементов различают два типа хромоникелевых сталей: 1) стали, претерпевающие заметное мартенситное превращение при охлаждении и деформации; 2) стали, в которых это превращение почти полностью подавлено. Аустенитные стали, в которых имеет место заметное мартенситное превращение, содержат 18-20 % хрома и 8-12 % никеля. К ним относятся стали марок 04X18H10, 08X18H10T, 12X18H8, 12X18H9T, 12X18H10T, 12X18H12T [1].

При необходимости полного подавления мартенситного превращения и сохранения аустенитной структуры вплоть до самых низких температур используют хромоникелевые стали, содержащие 18-25 % хрома и 16-25 % никеля.

Все хромоникелевые аустенитные стали благодаря высокому содержанию хрома имеют высокую коррозионную стойкость. Однако при повторных нагревах, например, при сварке, из-за образования карбидов хрома по границам зерен и обеднения границ хромом эти стали склонны к межкристаллитной коррозии. Лист нержавеющей стали, подвергшийся действию межкристаллитной коррозии, при постукивании не издает металлического звука и легко разрушается под действием небольших нагрузок. Склонность к межкристаллитной коррозии может быть устранена снижением содержания углерода и введением сильных карбидообразующих элементов: титана и ниобия.

Хромоникелевые аустенитные стали отличаются высокой технологичностью. Они хорошо деформируются в горячем и холодном состояниях. В холодном состоянии они допускают глубокую вытяжку. Эти стали хорошо подвергаются пайке и свариваются. После сварки хромоникелевые аустенитные стали, содержащие малое количество углерода ($\leq 0,04\%$) или стабилизированные титаном, не образуют охрупченных околошовных зон и не требуют термообработки после изготовления конструкций. Для сварки обычно используют присадочную проволоку Св-04Х19Н9.

Пайку производят серебряными припоями типа ПСр40, оловянно-свинцовыми и свинцово-кадмиевыми припоями. Из всех низкотемпературных припоев последние обладают наиболее высокой прочностью при большом запасе пластичности.

Термообработка аустенитных хромоникелевых сталей проста и заключается в закалке в воде от температуры 1050-1150 °С. Быстрое охлаждение не дает выделиться карбидам и фиксирует состояние пересыщенного твердого раствора. Предотвращение выделения карбидов позволяет сохранить коррозионную стойкость и пластичность сталей этого класса.

Хромоникелевые аустенитные стали сохраняют высокую вязкость после значительного пластического деформирования. Они нечувствительны к эффектам старения во времени, и их ударная вязкость остается на высоком уровне даже после многолетней эксплуатации в условиях низких температур. Эти стали характеризуются высокими значениями вязкости разрушения в широком температурном диапазоне.

К примеру, сталь 12X18H10T, характерная для этого класса, обладает высоким сопротивлением ползучести, термической усталости под нагрузкой и высокой усталостной прочностью. При температуре $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ (77 K) накапливаемая пластическая деформация при расчетном напряжении 130-140 МПа для десятилетнего срока эксплуатации не превышает 0,2 %. При температуре $-253\text{ }^{\circ}\text{C}$ (20 K) напряжение 200 МПа вызывает крайне незначительную деформацию - 0,02 %, находящуюся на грани точности измерений и практически не изменяющуюся во времени. Лишь напряжение 500 МПа дает начальную пластическую деформацию 0,5 %, увеличивающуюся при продолжительности испытания 100 ч. до 0,7 %. Однако даже при таком высоком уровне напряжений для рассматриваемой стали суммарная деформация за период эксплуатации не превышает 2 %.

Изделия из сталей этого типа характеризуются высокой эксплуатационной надежностью при длительном статическом нагружении в области низких температур.

Кроме того, для этих сталей характерна относительно малая чувствительность к многократно повторяемым охлаждениям и отогревам под нагрузкой. При испытании образцов с концентраторами напряжений снижение исходного напряжения до значения, равного 0,85 от их временного сопротивления разрыву, позволяет избежать разрушений при числе циклов более 10^3 . Приведенные данные подтверждаются анализом микроструктуры и свойств основного металла и сварного соединения из стали 12X18H10T, взятых из донной части резервуара для хранения жидкого кислорода, где

напряжения (без учета термических напряжений) составляли ориентировочно 100 МПа. Резервуар был в эксплуатации 65 тыс. ч. [1].

Предел текучести образцов после длительной работы на 12% выше, чем аустенитизированных образцов, что можно объяснить в основном наклепом металла при изготовлении днищ. Показатели пластичности практически не изменились; при температуре $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ (77 К) они достаточно высокие для стали в обоих состояниях ($\delta_5 \geq 40\%$; $\psi \geq 50\%$). Отношение значений временного сопротивления образцов с надрезом и гладкого также практически одинаково. Фрактографические исследования показали, что разрушение во всех случаях имеет вязкий характер.

В целом по результатам статических и динамических испытаний было установлено, что длительная эксплуатация металла при температуре $-183\text{ }^{\circ}\text{C}$ (90 К) не привела к существенному изменению его характеристик прочности, пластичности и вязкости.

Согласно данным испытаний, при $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ (77 К) для крупногабаритных дисков, вырезанных из листового проката толщиной 20 мм без нарушения поверхности листа и имеющих в поверхностном слое двухосное растяжение, при знакопостоянном цикле (отношение минимального напряжения к максимальному $R_{\sigma} = 0,2$) условный предел выносливости на базе 10^6 циклов составляет 500 МПа.

К недостаткам аустенитных хромоникелевых сталей относятся низкая прочность (особенно по пределу текучести) при комнатной температуре, а также сравнительно высокая стоимость, обусловленная высоким содержанием дорогого и дефицитного никеля.

В последние годы разработано большое количество сталей для криогенной техники, в которых для стабилизации γ -твердого раствора никель полностью или частично заменен марганцем.

Одним из путей повышения прочности аустенитных сталей для криогенной техники является легирование их азотом, образующим, как и

углерод, твердые растворы внедрения. Растворимость азота в γ -железе при температуре 830 °С составляет всего лишь 0,027 %. Присутствие хрома и особенно марганца способствует увеличению его растворимости в стали. Кроме того, азот упрочняет аустенитные стали за счет воздействия на их дислокационную структуру, образуя зоны с упорядоченной структурой наряду с неупорядоченной матрицей. Повышая стабильность аустенита при высоких температурах, азот препятствует образованию δ -феррита. Процесс растворения нитридов при температурах выше 1050 °С протекает быстро, что делает время выдержки при аустенитизации приемлемо коротким. Являясь стабилизатором аустенита, азот способствует одновременному росту прочности стали и особенно сопротивления пластической деформации. Так, введение азота до 0,20 % в хромоникелевые стали приводит к повышению предела текучести при 20 °С на 50 %. В сталях, содержащих азот, наблюдается более интенсивное увеличение предела текучести с понижением температуры. Например, при понижении температуры от +20 до -253 °С (от 293 до 20 К) предел текучести стали 12Х18Н10Т возрастает на 80 %, а стали 07Х21Г7АН5 - на 200 %.

С введением азота в сталь ее пластичность и вязкость несколько снижаются, но остаются на достаточно высоком уровне, характерном для аустенитных сталей (относительное удлинение более 30 %).

В отличие от углерода азот в количестве до 0,25 % не ухудшает коррозионную стойкость стали.

К недостаткам азота как легирующего элемента относится его повышенная склонность к ликвации при кристаллизации слитка. Так, содержание азота в листах из стали 03Х20Н16АГ6 составляло 0,32 % при ковшовой пробе 0,25 %.

Введение азота в сталь осложняет ее сварку. Высокое содержание его в сварочной ванне (0,30-0,35 %) приводит к образованию пористости в швах, если не приняты специальные меры по ее предотвращению. Присутствие

азота в стали требует определенного ограничения погонной энергии во избежание обильного выпадения карбонитридов по границам зерен, что приводит к снижению пластичности зоны сварного соединения и повышению ее чувствительности к концентраторам напряжений.

В сталях с азотом необходимо ограничивать содержание углерода [1].

1.2 Свойства аустенитных коррозионностойких сталей, применяемых в криогенных условиях

Хладостойкими называют материалы, сохраняющие достаточную вязкость при низких температурах от 0 до $-269\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($273 - 4\text{ K}$).

Понижение температуры эксплуатации сопровождается увеличением статической и циклической прочности, снижением пластичности и вязкости, повышением склонности к хрупкому разрушению. Важнейшее требование, определяющее пригодность материала для низкотемпературной службы, отсутствие хладноломкости. Хладноломкость – свойство материала терять вязкость, хрупко разрушаться при понижении температуры. Хладноломкость характерна для железа, стали, металлов и сплавов с ОЦК и ГПУ решетками. Хладноломкость этих материалов оценивается температурным порогом хладноломкости. Для надежной работы материала необходимо обеспечить температурный запас вязкости. Это достигается тогда, когда температурный порог хладноломкости материала расположен ниже температуры его эксплуатации. Необходимая величина температурного запаса вязкости зависит от факторов, влияющих на склонность к хрупкому разрушению (наличия концентраторов напряжений, скорости нагружения, размеров детали). Чем больше температурный запас вязкости, тем меньше опасность хрупкого разрушения материала, выше его эксплуатационная надежность.

Металлы и сплавы с ГЦК решеткой, а также титан и его сплавы с ГПУ решеткой не имеют порога хладноломкости; при охлаждении у них ударная

вязкость уменьшается монотонно. Хладостойкость таких материалов оценивается температурой, при которой ударная вязкость не менее $0,3 \text{ МДж/м}^2$ ($t_{\text{КСУ}}=0,3$).

Кроме критериев хладостойкости основанием для выбора материала служат также показатели прочности ($\sigma_{\text{в}}$, $\sigma_{0,2}$), физические и технологические свойства, совместимость с окружающей средой, стоимость материала. Важным критерием хладостойкости является критерий K_{1c} – вязкость разрушения в условиях плоской деформации. Однако недостаток данных о значениях K_{1c} при низких температурах пока ограничивает его применение при выборе материалов [15].

Из физических свойств материала наиболее важны тепловое расширение, теплопроводность, теплоемкость. Чем меньше тепловое расширение материала, тем меньше термические напряжения в деталях и конструкциях при термоциклировании. От теплоемкости и теплопроводности зависит быстрота захлаживания материала при термоциклировании. При особо низких температурах, начиная от температуры жидкого азота ($-196 \text{ }^\circ\text{C}$), теплопроводность и теплоемкость уменьшаются более чем в 10 раз. Изменение этих свойств неодинаково влияет на быстроту захлаживания материалов при термоциклировании. Чем меньше теплоемкость и больше теплопроводность, тем легче захлаживается криогенное оборудование и быстрее выходит на рабочий режим.

Наиболее важные технологические свойства свариваемость и пластичность. Сварку широко применяют в производстве конструкций и герметичной криогенной аппаратуры. Пластичность необходима для изготовления тонких листов и тонкостенных элементов, менее склонных к хрупкому разрушению, чем массивные детали.

Совместимость с окружающей средой определяется взаимодействием материала с кислородом и водородом - наиболее распространенными средами в криогенной технике. В контакте с кислородом возможно

воспламенение материалов (титана, алюминия и их сплавов). Водород растворяется во многих металлах и вызывает охрупчивание сталей с ОЦК решеткой и сплавов на основе титана [15].

В таблице 1.1 приведены средние значения механических свойств аустенитных сталей, обычно используемых в криогенной технике.

В зависимости от содержания основных легирующих элементов различают два типа хромоникелевых аустенитных сталей. Это метастабильные стали, претерпевающие заметное мартенситное превращение при охлаждении и деформации, содержащие 17-20 % Cr и 8-12 % Ni. Вторую группу образуют стабильные стали, содержащие 17-25 % Cr и 14-25% Ni. В них мартенситное превращение подавлено и аустенитная структура сохраняется вплоть до самых низких температур.

Высокая стоимость никеля привела к созданию сталей (марки 03X13AG19, 10X14Г14Н4Т), в которых никель полностью или частично заменен марганцем, также являющимся стабилизатором аустенита [20]. В их состав дополнительно вводят азот, способствующий получению аустенитной структуры и дополнительному упрочнению (03X20Н16АГ6, 07X13Н4АГ20).

Азот, образуя твердый раствор внедрения, существенно меняет параметры кристаллической решетки аустенита и тем самым влияет на характеристики прочности.

Эффективность влияния азота как элемента внедрения, блокирующего движение дислокаций и повышающего предел текучести, с понижением температуры возрастает.

Более целесообразно использовать стали, относящиеся к центральной области оптимальных составов, расчеты для которых характеризуются наибольшей достоверностью. В качестве одного из возможных составов была предложена сталь типа 04X21H16AG8M2FD. Для проверки свойств стали, полученной путем анализа уравнений регрессии, были выплавлены две плавки (1 и 2). Плавка № 1 содержала: 0,04 % С – 22 % Cr – 16,5 % Ni – 9 % Mn – 0,41 % N – 0,004 % S – 0,008 % P – 0,15% V – 0,8 % Cu; плавка № 2 — дополнительно 2 % Mo. Дополнительное легирование молибденом повысило стойкость против точечной коррозии. Благоприятное влияние молибдена объясняется подавлением им действия марганцевосодержащих сульфидов типа MnS. Из таблицы 1.2, следует, что испытания образцов из выплавленных сталей показали хорошее совпадение прогнозируемых и расчетных характеристик [9].

Аустенитные хромоникелевые стали такого типа с азотом, обладая почти вдвое более высокой прочностью по сравнению с обычными хромоникелевыми сталями, перспективны для изготовления высоконагруженных деталей машин и конструкций криогенной техники. Они

технологичны, хорошо свариваются, коррозионностойки, характеризуются высоким показателем вязкости и пластичности вплоть до температур жидкого гелия. Стали этой системы легирования сохраняют высокую стабильность аустенитной структуры в криогенных условиях [20].

1.3 Способ получения и термообработки сталей: электрошлаковый переплав и прокатка

Электрошлаковый переплав это способ получения стали, который позволяет получать металл особо плотный и чистый по неметаллическим включениям. В основу этого способа был заложен процесс плавления расходуемых электродов (заготовок) под слоем шлака в металлическом (медном) водоохлаждаемом кристаллизаторе (изложнице).

При электрошлаковом переплаве, так же как и при плавке стали в дуговых вакуумных печах, характерной особенностью получения слитков непрерывной наплавкой металла в медном водоохлаждаемом кристаллизаторе является отсутствие огнеупорных материалов в зоне плавки. Плавление металла и формирование слитка происходит в одном плавильном пространстве. Таким образом, процесс разлива как отдельная операция отпадает, благодаря чему и устраняются все дефекты стального слитка, которые образуются в процессе разлива стали [6].

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

Процесс электрошлаковой переплавки ведется на переменном токе, что является одним из важнейших его достоинств. В дуговой вакуумной печи тепло, необходимое для плавления расходуемых электродов, получается от электрической дуги, образующихся при постоянном токе.

Перед плавкой производят тщательный осмотр кристаллизатора и поддона; при наличии хотя бы небольшой течи в них плавку не начинают,

так как попадание влаги в шлак или даже в атмосферу над шлаком недопустимо – это может привести к чрезмерному насыщению металла водородом.

Перед установкой затравки на поддон контактные поверхности тщательно зачищают. На затравку насыпают хорошо перемешанный электропроводный флюс. Затем поддон поднимают до упора в торец кристаллизатора. Электрод, устанавливаемый мостовым краном в суппорт, опускают до соприкосновения с электропроводным флюсом. В кольцевое пространство между электродом и стенкой кристаллизатора засыпают рабочий флюс.

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.

В процессе электрошлакового переплава затвердевание металла происходит снизу вверх, а при обычной разливке металла кристаллизация его происходит от стенок изложницы в направлении перпендикулярном их высоте. В результате электрошлакового переплава, размеры усадочной раковины очень незначительны, а макроструктура слитка получается очень плотной без каких либо дефектов [6].

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).

ТМО позволяет получить у стали более высокие прочностные и вязкостно-пластические свойства, чем после обычной закалки и низкого

отпуска. Дополнительный положительный эффект при ТМО объясняется предварительным наклепом аустенита во время пластической деформации.

Применяя ТМО, можно повысить у стали σ_B до 3000 МПа при $\delta = 6—8 \%$, в то время как при обычной закалке и низком отпуске эти показатели составляют соответственно около 2000 МПа и 3—4 % [12].

Существуют две разновидности ТМО: высокотемпературная — ВТМО, низкотемпературная — НТМО. При ВТМО аустенит деформируют при температуре несколько выше A_{c3} до степени деформации 20—30 %. При НТМО производится деформация переохлажденного до 400—600 °С аустенита. Степень деформации — 75—90 %.

Более предпочтительна ВТМО, при которой, в дополнение к сказанному, сталь приобретает более высокие значения вязкости разрушения K_{Ic} (трещиностойкости), работы распространения трещины КСТ и сопротивления усталости при пониженной критической температуре хрупкости t_{50} и меньшей чувствительности к концентраторам напряжений [12].

Прокатка вид обработки давлением, при котором исходная заготовка – слиток или отливка под действием сил трения непрерывно втягивается между вращающимися валками и пластически деформируется с уменьшением толщины и увеличением длины, а иногда ширины. Прокатке подвергаются почти 90 % всей выплавляемой стали и значительная часть цветных металлов. В зависимости от формы и расположения валков и заготовок по отношению к ним различают следующие основные виды прокатки: продольная, поперечная и поперечно – винтовая [4].

При продольной прокатке (рис.1.1, а) заготовка 1 деформируется между двумя валками 2, вращающимися в разные стороны, и перемещается в направлении, перпендикулярном осям валков.

При поперечной прокатке (рис.1.1, б) валки 2 вращаются в одном направлении, а заготовка 1, имеющая форму тела вращения, перемещается параллельно осям валков и обжимается по образующей с увеличением длины и уменьшением площади поперечного сечения.

При поперечно-винтовой прокатке (рис.1.1, в) валки 2 расположены под углом друг к другу, вращаются в одну сторону и при обжатии заготовки 1 сообщают ей вращательное и поступательное движения. В процессе прокатки во всех случаях перемещение заготовки между валками обеспечивается наличием контактного трения между обрабатываемой заготовкой и рабочей поверхностью валков [4].

Для нормального протекания процесса, особенно для его начала в период захвата, необходима определенная величина сил трения. Со стороны валков на заготовку действуют нормальные силы N и сила трения T . Для соблюдения условий захвата и перемещения заготовки в направлении прокатки необходимо, чтобы тангенс угла захвата был меньше коэффициента трения.

При горячей прокатке стали гладкими валками угол захвата равен $15 - 24^\circ$, при холодной – $5 - 8^\circ$.

Таким образом, степень обжатия заготовки при прокатке в значительной степени определяется углом захвата или коэффициентом трения между валками и заготовкой. Для его увеличения часто на поверхность валков наносят риски, рифления, специальные наплавочные валики, повышая тем самым допустимую величину абсолютного обжатия.

Инструментом прокатки являются валки, которые могут быть гладкими для проката листов, полос и т. д. либо с фигурными вырезами – ручьями [4].

При выборе температуры прокатки следует учитывать, что упрочняющие и разупрочняющие процессы при обработке давлением протекают во времени с определенными скоростями, обусловленными условиями деформации (температура, скорость и степень деформации) и природой деформируемого металла.

В зависимости от того, какой процесс будет преобладающий, результаты деформации будут различны.

Различают горячую, теплую и холодную деформацию.

Горячей деформацией (с полным разупрочнением) называют такую, в процессе которой рекристаллизация успевает произойти полностью. В результате горячей деформации в металле получается полностью рекристаллизованная и равноосная микроструктура при отсутствии каких-либо следов упрочнения.

При теплой деформации (с неполным разупрочнением) рекристаллизация протекает не полностью. При теплой деформации, а также после окончания деформации в металле одновременно имеют место микроструктуры двух разных типов: рекристаллизованная (с равноосными зернами) и нерекристаллизованная (с вытянутыми зернами). Наличие рекристаллизованных зерен наряду с деформированными приводит к увеличению неравномерности деформации, которая способствует уменьшению пластичности металла и увеличению вероятности разрушения. Металл, подвергнутый теплой деформации, имеет значительные по величине остаточные напряжения, которые могут при недостаточной пластичности вызвать его разрушение.

При холодной деформации (с полным упрочнением) рекристаллизация и возврат полностью отсутствуют, и деформированный металл имеет все признаки упрочнения. Холодная деформация протекает при температурах, меньших температуры начала возврата. Таким образом, температурно-

скоростные условия отказывают существенное влияние на строение деформированного металла [28].

1.4 Постановка задач исследования

Следует отметить, что в последние годы отечественные компании наметили тенденцию перевода добывающих и перерабатывающих предприятий в зоны суровых климатических условий – за Северный полярный круг. Приемы и методы эксплуатации оборудования в этих зонах принципиально отличаются от применяемых в регионах с умеренным климатом. Анализ литературных данных показывает, что большой интерес вызывают аустенитные стали, которые нашли бы свое применение в криогенной технике. Несмотря на большой объем исследований, мало внимания уделено повышению прочностных свойств таких сталей. Имеющиеся литературные данные показали, что наиболее простым и эффективным способом получения материалов с высокими свойствами является термомеханическая обработка, основанная на сочетании отжигов и интенсивных пластических деформаций. Исследование микроструктуры в широком температурном интервале в аустенитной нержавеющей стали 03X22Н10АГ6М2 в процессе большой пластической деформации представляет практический интерес. Управление параметрами микроструктуры и понимание процессов формирования различных типов структур позволит разработать научные основы технологии для обработки аустенитной нержавеющей стали 03X22Н10АГ6М2 с необходимым уровнем механических свойств.

В соответствии с вышеизложенным, сформулированы следующие цель и задачи.

Цель работы: изучить влияние температуры прокатки на микроструктуру и механические свойства аустенитной стали 03X22Н10АГ6М2.

Данная цель была достигнута путем решения следующих задач:

1. Исследование влияния температуры прокатки на структуру аустенитной коррозионностойкой стали 03X22H10AG6M2;
2. Исследование влияния температуры прокатки на механические свойства аустенитной коррозионностойкой стали 03X22H10AG6M2;
3. Исследование эксплуатационных свойств новой стали.

Глава 2 Материал и методики исследования

2.1 Материал исследования

Для проведения исследований была выбрана коррозионностойкая сталь аустенитного класса 03X22H10AG6M2, химический состав которой представлен в таблице 2.1. Данный химический состав был разработан в лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов БелГУ в рамках реализации проекта №14.575.21.0070. Сталь отлита в федеральном государственном унитарном предприятии «Центральный научно-исследовательский институт машиностроения».

Таблица 2.1

Химический состав стали 03X22H10AG6M2

Fe	C	Cr	Ni	Mo	N	Mn	Si
Ост.	0.025 %	22 %	10,2 %	1,9 %	0,36 %	6,2 %	0,34 %

Данный материал перед исследованиями был подвергнут гомогенизационному отжигу при 1000 °С в течении 8 часов, затем проводилась прокатка в пруток при температуре 1100 °С до степени деформации 51 % с последующим охлаждением в воде. Полученная микроструктура (рис. 2.1, б) представляет собой равноосные зерна со средним размером 15 ± 1 мкм, плотность дислокаций составляет $8 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$. Черным цветом показаны границы с углом разориентировки более 15 градусов, белым цветом указаны углы с разориентировкой от 2 до 15 градусов. Доля большеугловых границ в такой структуре составляет 0,97, из них доля специальных границ или границ двойникового типа $\Sigma 3$ равна 0,42.

Такая микроструктура свидетельствует о полном прохождении процессов рекристаллизации в стали 03X22H10AG6M2 при данной температуре прокатки.

2.2 Методики исследования

2.2.1 Термомеханическая обработка: прокатка

Предварительно образцы аустенитной стали были подвергнуты гомогенизационному отжигу при температуре 1000 °С в течении 8 часов с последующим охлаждением на воздухе.

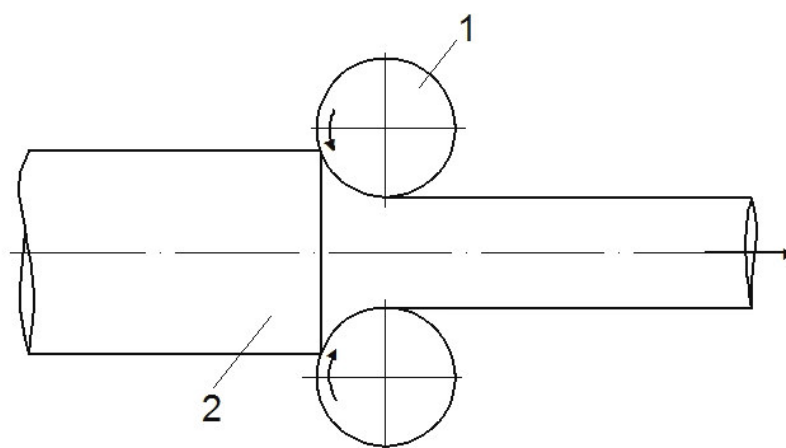


Рис. 2.2 Схема продольной прокатки: 1 – валки, 2 – заготовка

В качестве методов деформации была выбрана продольная прокатка. Схема проведения продольной прокатки представлена на рисунке. Прокатку стальных образцов исходного сечения 50×50 мм² проводили на прокатном стане фирмы Hankok M-Tech Industries CO LTD марки 2 HI Rolling Mill Drawing в несколько проходов с поворотом на 90°, предварительно нагревая заготовки в муфельной печи. Образцы были предварительно прокатаны при температуре 1100 °С с последующим охлаждением в воде. Затем заготовки

были подвергнуты прокатке при температурах 1000 °С, 950 °С, 800 °С, 700 °С.

2.2.2 Электронно–микроскопический анализ

Микроструктура после деформации была изучена с использованием современных методов исследования структуры, а именно, анализ картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) на сканирующем электронном микроскопе. Исследования выполняли с помощью растрового электронного микроскопа Quanta-200 при ускоряющем напряжении 20 кВ.

После термической обработки образцы 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 500, 800, 1000.

После механической шлифовки образцов вырезался диск диаметром 3 мм, на котором проводилось окончательное утонение методом струйной полировки на установке Tenipol-5 в электролите состава: 90 % уксусной кислоты и 10 % хлорной кислоты.

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 0,38. Дифрагированные электроны, обратно рассеянные от каждой точки сканирования, формируют дифракционную Кикучи-картину на флуоресцентном экране, установленном внутри камеры микроскопа, с которого, в свою очередь, изображение передается на цифровую видеокамеру. Дифракционные картины с каждой из точек сканирования усредняются, оцифровываются и автоматически

индуцируются. Процесс повторяется до тех пор, пока не будет отсканирована заданная площадь. Таким образом воспроизводится пространственное распределение ориентировок кристаллитов на исследуемой поверхности шлифа.

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

$$D = \sum d_i / n \quad (2.1)$$

Средний размер зерна D определяли по формуле 1.1, где d_i - размер i -го зерна, n - число измеренных зерен.

Расчет плотности дислокации по EBSD снимкам производился по формуле 2.2:

$$\rho_{\text{EBSD}} = \frac{8}{3} \sqrt{3} \left(\frac{\theta_{\text{КАМ}}}{bh} \right) \quad (2.2)$$

b - вектор Бюргерса

h – шаг сканирования

$\theta_{\text{КАМ}}$ – среднее значение локальных искажений

2.2.3 Измерение микротвердости по Виккерсу

При стандартном измерении твердости по Виккерсу (ГОСТ 2999-75) [25] 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:

$$HV = \frac{2P \sin \alpha / 2}{d^2} = 1,8544 \frac{P}{d^2} \text{ [кгс/мм}^2\text{]}, \quad (2.3)$$

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.

2.2.4 Испытание на растяжение

Механические испытания проводились в соответствии с ГОСТ 1497-84 [29] на универсальной разрывной машине Instron 5882 при комнатной температуре со скоростью деформации 10^{-3} с^{-1} . По результатам испытания образцов оценивали предел текучести ($\sigma_{0.2}$), предел прочности (σ_B) и относительное удлинение (δ).

Вырезку образцов проводили на проволочно-вырезном станке AQ300L. Образцы вырезали вдоль продольной оси стальных поковок. При изготовлении образцов принимали меры, исключая возможность изменения свойств стали при нагреве или наклепе, возникающие в результате механической обработки. Затем образцы отшлифованы и отполированы с помощью оборудования «Struers».

Метод заключается в том, что образец закрепляется в захватах машины и под действием приложенной нагрузки растягивается, а в последствии разрывается. Результатом испытания является диаграмма нагрузка – удлинение, по которой были рассчитаны характеристики: предел прочности σ_B , предел текучести $\sigma_{0,02}$, удлинение в %.

2.2.5 Испытание на ударный изгиб при пониженных и комнатных температурах

Ударная вязкость характеризует надежность материала, его способность сопротивляться хрупкому разрушению. Испытание проводят по ГОСТ 9454-78 [26] на образцах с надрезами определенной формы и размеров. Образец устанавливают на опорах копра надрезом в сторону, противоположную удару ножа маятника, который поднимают на определенную высоту. Схема испытания представлена на рисунке 2.3.

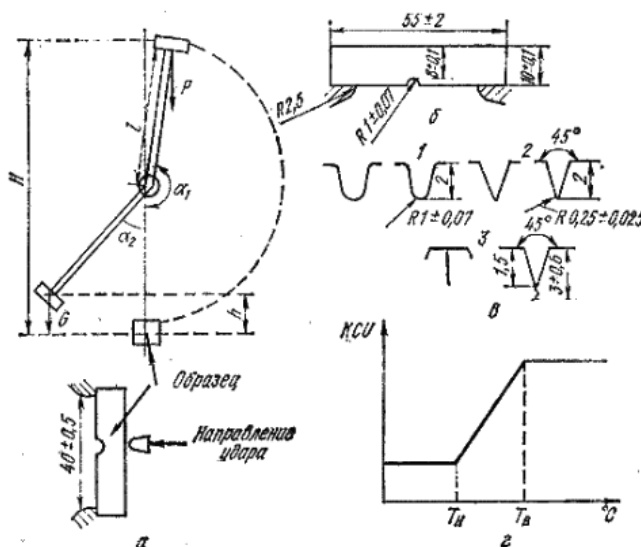


Рис. 2.3 Схема испытания на ударную вязкость: а – схема маятникового копра; б – стандартный образец с надрезом; в – виды концентраторов напряжений; г – зависимость вязкости от температуры

На разрушение образца затрачивается работа:

$$A = P(H - h), \quad (2.4)$$

где P – вес маятника, H – высота подъема маятника до удара, h – высота подъема маятника после удара.

Характеристикой вязкости является удельная работа разрушения:

$$a_x = \frac{A}{F_0}, \quad (2.5)$$

где F_0 - площадь поперечного сечения в месте надреза [7].

Ударную вязкость КСУ определяли на стандартных образцах сечением $10 \times 10 \text{ мм}^2$ и длиной 55 мм с использованием маятникового копра «InstronIMP460».

При испытании использовалось по два образца на каждую температуру, для более точного определения ударной вязкости стали.

2.2.6 Испытание на трибологические свойства

Трибологические испытания проводили на автоматизированной машине трения High-Temperature Tribometer по схеме шарик – диск. В процессе испытаний (рис. 2.4) определяли коэффициент трения и силу трения трущейся пары, а по их окончании оценивали износ образца 4 и контртела. При испытании контртело фиксировали в специальном держателе 2, изготовленном из нержавеющей стали. Силу трения измеряли с помощью датчика 6, связанного с держателем 2, к которому прикладывался диск – нагрузка 3.

С помощью профилометра SURTRONIC определяли поперечное сечение дорожки износа в четырех областях по трем измерениям. На основании полученных данных получали значение площадей и вычисляли среднее значение площади поперечного сечения дорожек износа.

Количественная оценка износостойкости образца и контртела проводилась по фактору износа W ($\text{мм}^3/(\text{Н} \cdot \text{м})$) [18], методика расчета которого приведена в [23]:

$$W = V/(Pl), \quad (2.6)$$

где V – объем удельного материала, мм³; P – нагрузка, Н; l – путь трения, м.

Объем удельного материала на шарике вычисляли по формуле:

$$V = \pi h^2 \left(r - \frac{h}{3} \right), \quad (2.7)$$

где $h = r - \sqrt{r^2 - \left(\frac{d}{2}\right)^2}$ (d – диаметр пятна износа, мм r – радиус шарика, мм; h – высота сегмент, мм).

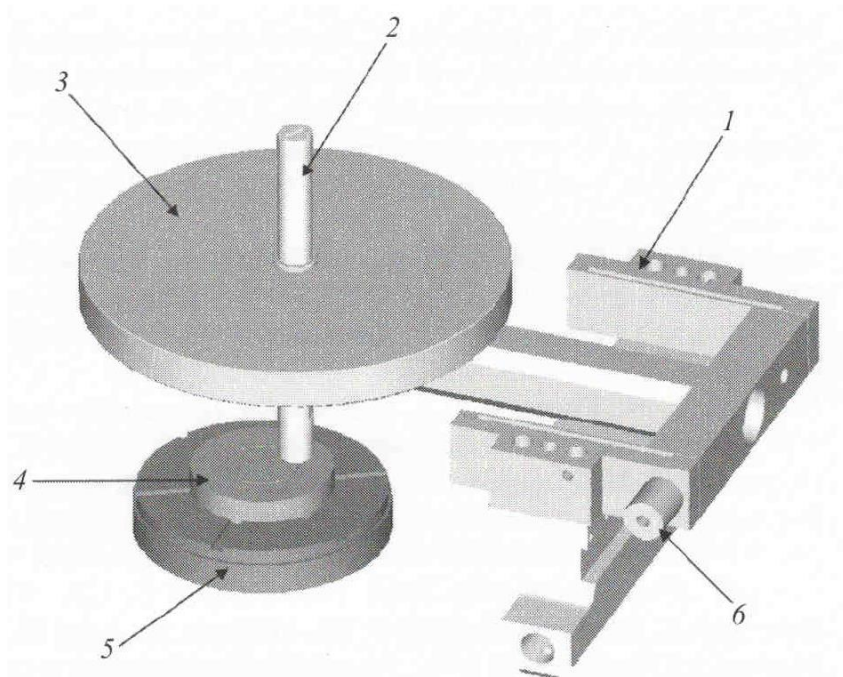


Рис. 2.4 Схема испытаний: 1 – упругая рама; 2 – держатель контртела (шарика); 3 – диск – нагрузка; 4 – образец; 5 – держатель диска; 6 – датчик смещения для измерения тангенциальной силы

Объем удельного материала образца определялся по формуле:

$$V = sl, \quad (2.8)$$

где l – длина окружности, мм; s – площадь поперечного сечения дорожки износа, мм².

Была выбрана пара трения металл – металл. В качестве контртелла использовали шарик 6 мм из стали 100Cr6 (аналог стали ШХ15). Испытания проводили на воздухе при нагрузке на держатель контртелла 2 Н и скорости вращения образца 10 см/с; путь терния составлял 650 м, радиус испытания 2,51 мм.

2.2.7 Испытание по определению коррозионной стойкости

Межкристаллитная коррозия. Стойкость стали 03X22H10AG6M2 к межкристаллитной коррозии (МКК) проводили в соответствии с ГОСТ 9.914 – 91 методом потенциодинамической реактивации в растворе испытания №1 (0,5 моль/дм³ серной кислоты + раствор 0,01 моль/ дм³ роданида калия) при температуре 30±1 °С.

Стойкость стали 03X22H10AG6M2 к МКК оценивали по соотношению заряда реактивации к заряду пассивации или по соотношению максимальной плотности тока на катодной ($j_{\text{maxреак}}$) ветви к максимальной плотности тока на анодной ($j_{\text{maxпасс}}$) ветви анодно – катодной развертки, полученной методом потенциодинамической реактивации. При соотношении $j_{\text{maxреак}}/j_{\text{maxпасс}} < 0,11$ – сталь считается стойкой к межкристаллитной коррозии, в случае превышения значения 0,11 – сталь считают склонной к межкристаллитной коррозии.

Образцы стали 03X22H10AG6M2 перед испытаниями по определению стойкости к межкристаллитной коррозии подвергались механической шлифовке. После образцы чего помещались в установку Потенциостат ИРС-Pro MF для снятия потенциодинамической кривой.

Общая коррозия. Исследования общей коррозии в морской воде проводились следующим образом: Состав морской среды 3,5 % NaCl. Для испытания на коррозионную стойкость использовали образцы в виде пластин

толщиной 2 мм. Колбы предварительно тщательно промывались и ополаскивались дистиллированной водой. Образца из стали 03X22Н10АГ6М2 в виде пластин толщиной 2 мм обезжиривались и выдерживались в эксикаторе. Далее образцы стали 03X22Н10АГ6М2 взвешивались на аналитических весах Sartorius ME 5, затем пластинки погружались в колбы с морской водой комнатной температуры. Колбы были плотно закрыты пробкой для того, чтобы ограничить доступ кислорода. Опыт проводят в течение 6 часов. По окончании испытаний образцы очищали от образовавшихся продуктов коррозии, высушили и взвесили. Потерю массы на единицу площади поверхности вычисляли по формуле: $\Delta m = (m_0 - m)/S$, где m_0 – масса образца до испытаний, m – масса образца после испытаний, S – площадь поверхности образца. Толщину корродированного слоя определяют по изменению толщины плоского образца, $\Delta L = \Delta m/\rho$, где ρ – плотность образца. Плотность стали принимаем 7,8 гр/см³.

Скорость общей коррозии в морской воде рассчитывается как толщина корродированного слоя в год (мм/год).

Исследования общей коррозии в биоактивной среде проводились подобно исследованиям общей коррозии в морской воде. Состав биоактивной среды:

- NaCl – 17 гр/л
- CaCl₂·2H₂O – 0.26 гр/л
- NaHCO₃ – 0.63 гр/л.

Глава 3 Результаты исследования и их обсуждение

3.1 Микроструктура стали 03X22H10AG6M2

3.1.1 Горячая деформация стали 03X22H10AG6M2

Структурные изменения после прокатки при 1000 °С представлены на рисунке 3.1.

Заготовки из стали 03X22H10AG6M2 были прокатаны до степени деформации 51 %. Прокатка при температуре 1000 °С с последующим охлаждением в воде привела к незначительному изменению размера зерна. Средний размер зерен уменьшился до 11 ± 1 мкм, а доля двойниковых границ составила 0,49. Плотность дислокаций в данном состоянии составляет $10 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$.

Микроструктура стали 03X22H10AG6M2 после прокатки при 950 °С представлена на рисунке 3.2.

Прокатка при 950 °С привела к измельчению зерна до 8 ± 1 мкм по сравнению с исходным состоянием (15 ± 1 мкм) и прокатанном при 1000 °С, доля двойниковых границ 0,12, в то время как доля малоугловых границ 0,38, плотность дислокаций $2 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Данное состояние принято за исходное при последующей теплой деформации при 800 °С и 700 °С. Распределение границ зерен по углам разориентировок при горячей деформации характеризуется бимодальным распределением. Первый пик соответствует малоугловым границам (угол разориентировки менее 15°). По мере

увеличения температуры прокатки величина пика малоугловых разориентировок уменьшается, доля большеугловых границ возрастает (рис. 3.2, в). Увеличение доли малоугловых границ связано с измельчением зеренной структуры за счет действия динамической рекристаллизации. Второй пик соответствует области большеугловых границ. Этот пик характерен для специальных границ $\Sigma 3$ (двойниковых границ). Наличие данного пика является результатом миграции границ зерен при росте зародышей рекристаллизации, при которой происходит формирование двойниковых границ [5] в процессе действия прерывистой динамической рекристаллизации.

3.1.2 Теплая деформация стали 03X22H10AG6M2

Образцы стали 03X22H10AG6M2, прокатанные при температуре 950 °С, в дальнейшем были прокатаны при 800 °С до степени деформации 32 %, микроструктура представлена на рисунке 3.3.

Из рисунка 3.3 видно, что в результате прокатки формируется частично рекристаллизованная структура. Новые зерна формируются вдоль границ старых деформированных зерен. Средний размер зерна составляет 3 ± 1 мкм, доля малоугловых границ 0,47. Плотность дислокаций $1,7 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$.

Образцы из стали 03X22H10AG6M2, прокатанные при температуре 950 °С, в дальнейшем были прокатаны и при 700 °С на степень деформации 32%, микроструктура представлена на рисунке 3.4.

Микроструктура стали 03X22H10AG6M2 после прокатки при температуре 700 °С характеризуется вытянутыми вдоль направления прокатки деформированными зернами со средним размером $4,5\pm 1$ мкм, доля малоугловых границ составляет 0,68. Границы зерен имеют извилистую форму. Наблюдаются отдельные рекристаллизованные зерна вдоль границ старых зерен и на тройных стыках. Плотность дислокаций составляет $2,14\times 10^{14}$ м⁻².

3.2 Механические свойства стали

3.2.1 Горячая деформация стали 03X22H10AG6M2

Механические испытания на растяжение при комнатной температуре показали, что сталь 03X22H10AG6M2 после горячей деформации при температуре 1000 °С и 950 °С обладает высоким комплексом механических свойств. В отличие от исходного состояния, предел прочности образцов, прокатанных при температурах от 1000 °С до 950 °С, увеличился с 820 МПа до 860 МПа и 1000 МПа, а предел текучести с 500 МПа до 590 МПа и 870 МПа, соответственно (табл. 3.1).

В исследуемых образцах с понижением температуры прокатки наблюдается падение характеристик пластичности. Кривые, полученные после испытаний на растяжение, представлены на рисунке 3.5.

В результате прокатки при температуре 1000 °С предел прочности вырос на 40 МПа, а предел текучести вырос на 90 МПа, в то время как

характеристики пластичности снизились на 7 % по сравнению с исходным состоянием.

Исследования ударной вязкости демонстрируют снижение значений ударной вязкости с 439 Дж/см² до 287 Дж/см² при комнатной температуре, в то время как при криогенной температуре значения ударной вязкости снижаются более чем в два раза с 375 Дж/см² до 171 Дж/см². Ударная вязкость сильно чувствительна к изменениям в микроструктуре, так уменьшение размера зерна на 2±1 мкм и увеличение плотности дислокации в 1,25 раз, приводит к почти двухкратному снижению значений ударной вязкости.

В результате прокатки при 950 °С происходит более значительное изменение механических свойств в сравнении с исходным состоянием. Предел прочности вырос на 180 МПа, предел текучести на 320 МПа, но, наряду с этим, резко снижаются характеристики пластичности на 21 %. Значения микротвердости растут с 256±1 НВ до 342±3 НВ. Упрочнение обусловлено структурными изменениями, которые связаны с уменьшением среднего размера зерна, а также повышением плотности дислокаций с 8×10¹³ м⁻² до 2×10¹⁴ м⁻². Наблюдается также существенное падение ударной вязкости с 439 Дж/см² до 112 Дж/см² при комнатной температуре и с 375 Дж/см² до 107 Дж/см², соответственно.

3.2.2 Теплая деформация стали 03X22H10AG6M2

Для теплой деформации стали 03X22H10AG6M2 за исходное состояние принята обработка, заключающаяся в прокатке при 1100 °С, а затем 950 °С до степени деформации 32 %. Кривые испытаний на растяжение представлены на рисунке 3.6, а численные значения механических свойств стали 03X22H10AG6M2 представлены в таблице 3.2.

Рис. 3.6 Кривые напряжение-удлинение после растяжения стали
03X22H10AG6M2 при комнатной температуре

Прокатка при 800 °С позволяет получить свойства, незначительно отличающиеся от исходного состояния. Прочностные характеристики аустенитной стали 03X22H10AG6M2 повышаются на 60 МПа, а характеристики пластичности снижаются на 11 %. Вероятно, такие изменения связаны с уменьшением среднего размера зерна. Плотность дислокаций в данном состоянии составляет $1,49 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Ударная вязкость при комнатной температуре снизилась на 24 Дж/см², а при криогенной на 56 Дж/см². При этом значения микротвердости возрастают до $366 \pm 3 \text{ HV}$.

Теплая деформация при 700 °С приводит к увеличению прочностных характеристик и снижению характеристик пластичности до 11 %. Вероятно, такие изменения связаны со структурными изменениями, происходящими при данной обработке, и увеличением плотности дислокаций, которая составляет $2,14 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Как отмечалось ранее, при снижении температуры прокатки происходит снижение ударной вязкости как при комнатной, так и

при криогенной температурах испытания. В это время наблюдается повышение микротвердости до 375 ± 3 HV.

3.3 Фрактография

На рисунке 3.7 представлены типичные зависимости нагрузка – перемещение и поглощенная энергия – перемещение, полученные при испытаниях на ударную вязкость различных состояний стали 03X22H10AG6M2 после горячей деформации при $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$. Фрактограммы изломов представлены на рисунках 3.8-3.10. При анализе фрактограмм можно выделить три участка, описывающих распространение трещины: I – зона зарождения трещины (ЗЗТ), II – зона распространения трещины (ЗРТ), III – зона долома (ЗД).

\

Как видно из кривых нагрузка-перемещение (рис. 3.7) и рисунков 3.8-3.10, при комнатной и криогенной температуре разрушение всех состояний стали 03X22H10AG6M2 происходит по вязкому механизму. Горячая прокатка незначительно повышает максимальное усилие, при котором начинается стабильное распространение трещины. Причем при $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ признаки нестабильного распространения трещины выявляются только в горячекатаном состоянии при $950\text{ }^{\circ}\text{C}$, а при $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$ признаки нестабильного распространения трещины выявляются у образцов, катанных при $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $950\text{ }^{\circ}\text{C}$, соответственно.

Фрактография излома стали 03X22H10AG6M2 в прокатанном при $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ состоянии после испытаний на ударную вязкость при комнатной и криогенной температурах представлена на рисунке 3.8.

При анализе фрактографий излома после испытаний при комнатной температуре стали 03X22H10AG6M2, прокатанной при 1100 °С, разрушение вязкое, оно идет по телу зерен, что характерно для волокнистого излома [7]. Поверхность излома в зоне зарождения трещины представлена глубокими ямками отрыва, которые вытянуты в направлении распространения разрушения. Зона распространения трещины представлена равноосными ямками различных размеров. Ямки долома выглядят как углубления с более тонкими перемычками.

Излом после испытаний при криогенной температуре имеет вид сухого волокнистого излома, представляет собой однородную поверхность вязкого внутризеренного разрушения с менее выраженными признаками пластической деформации по всей поверхности излома, чем у волокнистого излома. Относительно тонкие перемычки между ямками в изломах при комнатной и криогенной температурах испытания свидетельствуют о энергоемком протекании процесса разрушения.

На рисунке 3.9 представлены фрактографии горячедеформированной при 1000 °С стали 03X22H10AG6M2 после испытаний на ударную вязкость при комнатной и криогенной температурах.

В данном состоянии поверхность излома как при комнатной, так и при криогенной температуре, обуславливает вязкое разрушение. При обеих температурах испытаниях на снимках излома наблюдается ямочная

неоднородность. Наблюдается смесь крупных и мелких, а так же глубоких и менее глубоких ямок.

Фрактография излома стали 03Х22Н10АГ6М2 после прокатки при температуре 950 °С и удара при комнатной и криогенной температурах представлена на рисунке 3.10.

При комнатной и криогенной температурах испытаний на ударную вязкость стали 03Х22Н10АГ6М2 после прокатки при температуре 950 °С излом является вязким, заметны вырывы в волокнистом изломе. Образование гребней отрыва свидетельствует о нестабильном распространении трещины. При комнатной температуре в зоне зарождения трещины рельеф излома представлен вытянутыми ямками с неоднородностью размеров. В зоне II ямки отличаются гладкими стенками. Зона III обусловлена ямками отрыва маленького размера. Анализируя излом стали 03Х22Н10АГ6М2, испытанной при криогенной температуре, видно, что характер излома примерно одинаков.

На рисунке 3.11 представлены зависимости нагрузка – перемещение и поглощенная энергия – перемещение, полученные при испытаниях на ударную вязкость различных состояний стали 03Х22Н10АГ6М2 после теплой деформации при 20 °С и – 90 °С. Фрактограммы изломов представлены на рисунках 3.12-3.13.

Как видно из кривых нагрузка-перемещение рисунка 3.11, характер разрушения образцов прокатанных при 800 °С и 700 °С примерно одинаков и характеризуется признаками нестабильного распространения трещины при комнатной температуре и отсутствием области стабильно распространения трещины при криогенной температуре. Несмотря на это, разрушение всех состояний стали 03X22H10AG6M2 при комнатной и криогенной температуре происходит по вязкому механизму.

Фрактография излома стали 03X22H10AG6M2 после прокатки 800 °С представлена на рисунке 3.12.

При комнатной и криогенной температурах наблюдается вязкий излом, который характеризуется наличием ямок различного размера. Зарождение крупных ямок происходит в основном на поверхностях раздела между зернами. Коалесценция этих пор приводит к образованию «каньонов» по границам зерен. Следовательно, имеет место межкристаллитное вязкое разрушение.

Фрактография стали 03X22H10AG6M2 после теплой деформации при 700 °С представлен на рисунке 3.13.

Анализируя фрактографии излома стали 03X22H10AG6M2, прокатанной при температуре 700 °С, испытанной на ударную вязкость при комнатной и пониженной температурах, можно сказать, что характер разрушения остается вязким с некоторыми признаками хрупкости. С

понижением температуры испытания наблюдается увеличение размера ямок отрыва, равноосных ямок и ямок долома. При криогенной температуре испытания ямки имеют больше гладких краев, что характерно для скола и тем самым при низкой температуре проявляется более хрупкая составляющая излома.

3.4 Эксплуатационные свойства

3.4.1 Трибологические исследования

Трибологические исследования проводились на образце из стали 03X22H10AG6M2, прокатанном при 1100 °С. Вид поверхности износа образца из стали 03X22H10AG6M2, прокатанного при 1100 °С, представлен на рисунке 3.14.

У стали 03X22H10AG6M2 поперечное сечение дорожек износа имеет ровные края, при испытаниях на дорожках износа навал практически отсутствует. Средняя площадь сечения составила 26 320,0 мкм².

По результатам трибологических исследований были определены трибологические характеристики образца исследуемой стали (табл.3.3).

В процессе трибологических исследований было определено, что у стали 03X22H10AG6M2, прокатанной при 1100 °С, осуществляется абразивный износ поверхности. Абразивное изнашивание является наиболее распространенной формой изнашивания [18]. При абразивном изнашивании (рис. 3.14) на изношенной поверхности наблюдаются царапины, среды

резания и схватывания. Поведение стали в процессе износа характеризуется кривыми зависимости коэффициента износа от пути трения (рис. 3.15).

Из рисунка 3.15 видно, что вначале происходит резкое повышение силы трения. Именно в данном промежутке происходит интенсивная деформация поверхностного слоя и упрочнение. На рисунке 3.16 представлены кривые зависимостей силы трения от пути трения и глубины проникновения от пути трения при исследовании на износ образца стали 03X22H10AG6M2, прокатанного при 1100 °С.

На зависимости глубины проникновения (рис. 3.16, б) видно, что в данном интервале до 100 м пути износа, величина глубины проникновения больше. Дальнейшее изнашивание приводит к повышению силы трения и, соответственно, снижению глубины проникновения. Дальнейшее изнашивание приводит к разрушению упрочненного слоя в результате фрикционного контакта. Коэффициент трения при дальнейшем износе сильно не меняется.

3.4.2 Исследования коррозионной стойкости

3.4.2.1 Исследования стойкости к общей коррозии

На рисунке 3.17 представлена поверхность образца из стали 03X22Н10АГ6М2, прокатанного при 1100 °С, до и после исследовательских испытаний на общую коррозию в морской воде.

Анализируя микрофотографий образца из стали 03X22Н10АГ6М2, прокатанного при 1100 °С, видно, что поверхности до и после испытаний на общую коррозию в морской воде не меняются. На поверхностях после испытаний не обнаружены следов коррозии. Вертикальные полосы на всех представленных микрофотографиях – это риски от шлифовальных паст, оставшихся после механической полировки образца до испытаний на общую коррозию в морской воде.

Результаты исследовательских испытаний представлены в таблице 3.4.

На рисунке 3.18 представлена поверхность образца из стали 03X22Н10АГ6М2, прокатанного при 1100 °С, до и после исследовательских испытаний на общую коррозию в биоактивной среде.

Анализируя микрофотографий образца из стали 03X22Н10АГ6М2, прокатанного при 1100 °С, видно, что поверхности до и после испытаний на общую коррозию в биоактивной среде не меняются. На поверхностях после испытаний не обнаружены следов коррозии. Вертикальные полосы на представленных микрофотографиях – это риски от шлифовальных паст, оставшихся после механической полировки образца до испытаний на общую коррозию в биоактивной среде.

Результаты исследовательских испытаний на общую коррозию в биоактивной среде представлены в таблице 3.5.

3.4.2.2 Исследования стойкости к межкристаллитной коррозии

Кривая анодно-катодной развертки, полученная методом потенциодинамической реактивации образца стали 03X22Н10АГ6М2, прокатанного при 1100 °С, представлена на рисунке 3.19.

Потенциодинамическая кривая образца стали 03X22Н10АГ6М2 после прокатки при 1100 °С в указанном ГОСТом диапазоне напряжений от -500...+500 мВ не имеет пика пассивации (рис. 3.19). Такое поведение стали указывает на отсутствие коррозии или интенсивного растворения образца в результате коррозии.

Известно, что склонность сталей к межкристаллитной коррозии

обусловлена определенной электрохимической неоднородностью их структуры, когда границы и приграничные зоны кристаллов являются более электроотрицательными по отношению к телу самого зерна. Формирование коррозионных гальванических элементов в этом случае является следствием возникновения на границах зерен новых фаз или сегрегаций, отличающихся по своему составу от среднего химического состава сталей [31].

Учитывая то, что у стали 03X22H10AG6M2 химический состав однороден без включений и частиц, ее микроструктура после выбранной обработки так же однородна, поэтому отсутствие межкристаллитной коррозии при испытаниях является ожидаемым результатом.

При повышении потенциала на кривых анодно-катодной разверстки в обоих состояниях наблюдается повышение тока (рис. 3.20). Поскольку механизма пассивации защиты от коррозии в данном образце не наблюдается, то при повышении тока происходит активное растворение поверхности сталей.

В стали 03X22H10AG6M2 содержится 6% Mn, а как известно из [22], данный химический элемент препятствует пассивации. Вероятно, такое поведение материала при исследованиях межкристаллитной коррозии и связано с наличием данного элемента в твердом растворе.

На рисунке 3.21 представлена поверхность образца стали 03X22H10AG6M2 после прокатки при 1100 °С, полученная при исследованиях стойкости к межкристаллитной коррозии.

Исследование поверхностей шлифов исследуемых сталей (рис. 3.21) после испытаний на межкристаллитную коррозию показало, что даже при повышении потенциала следов межкристаллитной коррозии не наблюдается.

Из рисунка 3.21 видно, что у образца стали 03X22H10AG6M2 растворение при повышении потенциала тока происходит однородно, растворенные участки имеют одинаковую форму и равномерно по всей поверхности образца.

Выводы

1. Горячая прокатка стали 03X22H10AG6M2 при 1000 °С и 950 °С приводит к формированию мелкозернистой структуры со средним размером зерна 11 и 8 ± 1 мкм, и повышению прочностных характеристик: предел текучести возрастает в 1,5 раза, предел прочности в 1,2 раза. Ударная вязкость образцов после прокатки при 1000 °С составляет 287 Дж/см² при комнатной температуре и 171 Дж/см² при криогенной, после прокатки 950 °С – 112 Дж/см² при комнатной и 107 Дж/см² при криогенной температуре.

2. Прокатка стали 03X22H10AG6M2 при 800°С приводит к формированию частично рекристаллизованной структуры, средний размер

зерна 3 ± 1 мкм и плотностью дислокаций $1,7\times 10^{14}$ м⁻², а при 700 °С формируется деформированная структура, средний размер зерна $4,5\pm 1$ мкм, плотность дислокаций $2,1\times 10^{14}$ м⁻². Прочностные характеристики возрастают с уменьшением температуры прокатки, при этом пластичность и ударная вязкость снижается более чем 2 раза.

3. В результате исследований установлено, что наилучшими сочетанием свойств сталь 03X22H10AG6M2 обладает после прокатки при температуре 950 °С. При такой обработке значения ударной вязкости составляют 112 Дж/см² при комнатной и 107 Дж/см² при криогенной температуре и высокие прочностные характеристики: σ_B -1000 МПа, $\sigma_{0,2}$ -870 МПа.

4. Исследования эксплуатационных свойств показали, что новая сталь 03X22H10AG6M2 пригодна для применения в криогенных условиях под действием агрессивных сред.

Список литературы

1. Солнцев Ю.П., Ермаков Б.С., Слепцов О.И. Материалы для низких и криогенных температур: Энциклопедический справочник. – СПб.: ХИМИЗДАТ, 2008. – 768с.: ил.
2. Фетисов Г.П., Гарифуллин Ф.А. Материаловедение и технология металлов. Издательство: Оникс, 2007.
3. Березовская В.В. ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» г. Екатеринбург. Система легирования высокоазотистых аустенитных сталей, структура, механические и коррозионные свойства, 2012г.
4. Перминов В.П. Материаловедение и технология материалов: учеб. пособие для вузов / В.П. Перминов, В.А. Неронов. – Новосибирск: СГГА, 2008. – 173 с.
5. Mandal, S. A Study on Microstructural Evolution and Dynamic Recrystallization During Isothermal Deformation of a Ti-Modified Austenitic Stainless Steel / S. Mandal, A.K. Bhaduri, V. S. Sarma // Metall. Mater. Trans., - 2011 – vol. 42A – p. 1062–1072.
6. Лейбензон С.А. Электрошлаковый переплав и качество металла. – М: Металлургия. 1965. – 62с.
7. Огневой В.Я. Основы фрактографии. Учебное пособие / Алт. Гос. Техн. ун-т им. И.И.Ползунова. – Барнаул: Изд-во АлтГТУ, 2004. - 95 с.
8. Горицкий В.М. Диагностика металлов. – М.: Металлургиздат, 2004. – 408с.
9. Сборник научных трудов. Черная металлургия России и стран СНГ в XXI веке. Том I, Москва 1994
10. Ульянин Е.А. Коррозионностойкие стали и сплавы: Справ. Изд. Ульянин Е.А. М.: Металлургия, 1991. 256с.

11. Целиков А. И. Основы теории прокатки / А. И. Целиков . – М. : Металлургия, 1965 . – 248с.
12. Фетисов Г.П. Материаловедение и технология металлов: Учебник для студентов машиностроительных спец. вузов / Под ред. Г.П.Фетисова. - М.: Высшая школа, 2001г.
13. Humphreys, F. J. Recrystallization and Related Annealing Phenomena / F. J. Humphreys, M. Hatherly // Oxford, –1996. – 497 p.
14. Герасимова Л. П., Ежов А.А., Маресев М. И. Изломы конструкционных сталей: Справ. изд. М.: Металлургия, 1987, 272 с.
15. Арзамасов Б.Н., Сидорин И.И., Косолапов Г.Ф. и др. Материаловедение: Учебник для высших технических учебных заведений. Под общ. ред. Б.Н. Арзамасова. – 2-е изд., испр. и доп. – М.: Машиностроение, 1986. – 384 с., ил.
16. Новиков И.И. Теория термической обработки металлов. М.: Металлургия 1986.
17. Sakai, T. Dynamic and Post-Dynamic Recrystallization under Hot, Cold and Severe Plastic Deformation Conditions / Sakai T., Belyakov A., Kaibyshev R., Miura H., Jonas J.J. // Progress in Materials Science, – 2014. – vol. 60 (1). – p. 130-207.
18. Мышкин Н.К., Петроковец М.И. Трение, смазка, износ. Физические основы и технические приложения трибологии. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2007. – 368с.
19. Филиппов М.А., Бараз В.Р., Гервасьев М.А., Розенбаум М.М. Методология выбора металлических сплавов и упрочняющих технологий в машиностроении: учебное пособие: в 2 т. Т.1. Стали и чугуны. – 2-е изд., испр. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2013. – 232 с.
20. Зборщик А.М. Конспект лекций по дисциплине «Новые материалы в металлургии» / Авт. Зборщик А.М. – Донецк: ГВУЗ «ДонНТУ», 2008. – 253 с.

21. Гольдштейн М.И., Грачев С.В. и др. Учебник для вузов. Специальные стали. М.: Metallurgy, 1985, 405 с.
22. Lais Mujica Roncery and et. Al. Development of Mn-Cr-(C-N) Corrosion resistant twinning induced plasticity steels Thermodynamic and diffusion calculations, production, and characterization. MMT 41A (2010) pp. 2010-2471.
23. Randall N. (editor). Overview of mechanical testing standards / CSM Instruments Application Bulletin. 2002. N 18. P. 3 ([http:// www.csm-instruments.com/en/test-Standards](http://www.csm-instruments.com/en/test-Standards)).
24. Шлямнев А.П., Свистунова Т.В., Лапшина О.Б. и др. Коррозионностойкие, жаростойкие и высокопрочные стали и сплавы: Справ. Изд. /А.П. Шлямнев. и др. – М.: «Интернет Инжиниринг». 2000. – 232 с.
25. ГОСТ 2999-75 Государственный стандарт союза ССР, Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу, Москва.
26. ГОСТ 9454-78 Государственный стандарт союза ССР, Металлы. Метод испытания на ударный изгиб при пониженных, комнатной и повышенных температурах, Москва.
27. В.В. Березовская, М.В. Костина, Е.В. Блинов, В.Е. Боброва И.О. Банных, Влияние термической обработки на структуру высокоазотистых аустенитных коррозионно-стойких сталей 04X22AG17H8M2Ф и 07X20AG9H8MФ, Металлы №2 (2009) 61-68.
28. Сторожев М.В., Попов Е.А. Теория обработки металлов давлением. Учебник для вузов. Изд. 4-е, перераб. и доп. М., «Машиностроение», 1977. 423 с. с ил.
29. ГОСТ 1497–84. Государственный стандарт союза ССР, Металлы. Методы испытаний на растяжение. (ИСО 6892–84, СТ СЭВ 471-88), ИПК издательство стандартов, Москва.

30. В.В. Березовская, О.А. Банных, М.В. Костина, В.М. Блинов, А.И. Шестаков, Р.А. Саврай, Влияние термической обработки на структуру и свойства высокоазотистой аустенитной коррозионно-стойкой стали 03X20AG11H7M2, Металлы №2 (2010) 34-43.

31. Пустов Ю.А. Диагностика и экспертиза коррозионных разрушений металлов: курс лекций / Ю.А. Пустов, А.Г. Ракоч. – М.: Изд. Дом МИСиС, 2013. – 131с.

32. Золотаревский В.С. Механические испытания и свойства металлов/ С. В. Золотаревский , под ред. И.И. Новикова- М.: Металлургия. 1974. 303 с.