

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
образования «Белгородский государственный национальный исследовательский
университет»

На правах рукописи



Кусакин Павел Сергеевич

**ВЛИЯНИЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И
МЕХАНИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ ВЫСОКОМАРГАНЦЕВЫХ СТАЛЕЙ**

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов
Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель

доктор физико-математических наук

Кайбышев Р.О.

Белгород – 2016

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ.....	9
1.1 Высокомарганцевые стали с эффектом TWIP	9
1.2 Взаимосвязь ЭДУ и механизмов деформации высокомарганцевых сталей	11
1.3 Механизмы образования двойников деформации	16
1.4 Влияние химического состава на микроструктуру и механические свойства TWIP сталей	20
1.5 Влияние термомеханической обработки на структуру и механические свойства TWIP сталей	31
1.6 Постановка задач исследования.....	38
ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	40
2.1 Материалы исследования	40
2.2 Методики эксперимента	41
2.2.1 Методика холодной прокатки	41
2.2.2 Методика термической обработки.....	42
2.2.3 Методы исследования структуры	42
2.2.4 Механические испытания	44
2.2.5 Методика определения плотности дислокаций рентгеновским методом.....	45
ГЛАВА 3 СТРУКТУРА ВЫСОКОМАРГАНЦЕВЫХ СТАЛЕЙ ПОСЛЕ ХОЛОДНОЙ ПРОКАТКИ И ОТЖИГОВ	47
3.1 Структура сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после холодной прокатки	47
3.2 Влияние отжига на структуру сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после холодной прокатки	61
3.3 Выводы по главе	68
ГЛАВА 4 МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВЫСОКОМАРГАНЦЕВЫХ СТАЛЕЙ ПОСЛЕ ХОЛОДНОЙ ПРОКАТКИ И ОТЖИГОВ	70
4.1 Механические свойства высокомарганцевых сталей после холодной прокатки.....	70
4.2 Влияние отжига на механические свойства высокомарганцевых сталей после холодной прокатки	72
4.3 Влияние микроструктуры на механические свойства высокомарганцевых сталей	78
ГЛАВА 5 ПРИРОДА ДЕФОРМАЦИОННОГО УПРОЧНЕНИЯ ВЫСОКОМАРГАНЦЕВЫХ СТАЛЕЙ.....	84

5.1 Деформационное упрочнение сталей при растяжении.....	84
5.2 Моделирование деформационного поведения высокомарганцевых сталей	102
5.3 Выводы по главе	104
ОБЩИЕ ВЫВОДЫ.....	105
ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ	107
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	109

ВВЕДЕНИЕ

Развитие сталей, из которых изготавливаются кузова автомобилей, идет в направлении увеличения прочности и пластичности при комнатной температуре. Основное требование к автомобильным сталям – это способность к глубокой вытяжке, которая обеспечивается за счет оптимального сочетания прочности и пластичности. Эта операция является первой и самой сложной технологической операцией при листовой штамповке панелей и других деталей кузова. В настоящее время для изготовления корпусов автомобилей применяются низкоуглеродистые стали ферритного класса. Последним поколением этих сталей являются стали свободные от атомов внедрения (interstitial free – IF). Их временное сопротивление разрушению (σ_B) достигает 320 МПа при пластичности (δ) в 45%. Для силовых элементов автомобиля используются стали с двухфазной или многофазной структурой, содержащие либо феррит+мартенсит (DP стали), либо мартенсит/бейнит с большим количеством остаточного аустенита, который при холодной вытяжке трансформируется в мартенсит деформации (TRIP стали) [1–3], либо стали, в которых ферритно-мартенситная структура сочетается с остаточным аустенитом (CR-K стали). Величина предела прочности в этих сталях может достигать 1000 МПа, а вот относительное удлинение находится на минимально возможном уровне в 15%. Соответственно, IF стали применяют для корпусных панелей, которые требуют большого коэффициента вытяжки, а DP для силовых элементов корпуса (лонжероны, поперечные силовые балки и т.д.), которые требуют высокой прочности и небольших степеней вытяжки. В качестве характеристики автосталей используют обобщенный показатель прочности и пластичности равный произведению предела прочности на удлинение после разрыва, $\sigma_B \times \delta$. Для большинства автосталей величина $\sigma_B \times \delta$ изменяется в пределах $1\dots2 \times 10^4$ МПа $\times\%$. То есть, повышение прочности автосталей достигается за счет понижения пластичности и наоборот. Применение самых современных способов управления химическим составом и термомеханической обработки низколегированных сталей позволяет лишь создать автостали с оптимальной для определенных элементов кузова автомобиля комбинацией прочности и пластичности.

Качественный скачок в развитии автосталей был достигнут в конце XX века, когда были созданы деформируемые высокомарганцевые стали с абсолютно другим микроструктурным дизайном. Это высокомарганцевые стали с аустенитной матрицей, в которых, как в стали Гадфильда, при холодной деформации развивается двойникование, что обеспечивает сверхвысокую (до 100%) пластичность. Данный эффект получил название TWIP (Twinning Induced Plasticity – пластичности, наведенной двойникованием).

TWIP стали содержат от 18 до 32 вес.% Mn, а также до 1% C, 3% Al и 3% Si. Максимальные величины $\sigma_{B\times\delta}$ для этих сталей составляют $6-7\times10^4$ МПа $\times\%$, что делает их уникальным материалом для автомобилестроения, поскольку их величина $\sigma_{B\times\delta}$ примерно в 2-3 раза выше, чем DP и IF сталей. Пластичность в листе перед холодной вытяжкой достигает 100%, а временное сопротивление превышает 650 МПа. Повышенная пластичность по сравнению с другими сталями, используемыми в автомобильной промышленности, позволяет получать детали сложной формы с меньшим количеством операций.

Основным недостатком сталей класса TWIP по сравнению с DP/CP-К сталями является низкий предел текучести, который ограничивает более широкое применение TWIP сталей. Одним из эффективных способов повышения предела текучести является термомеханическая обработка. С этой точки зрения данная работа, посвященная разработке и оптимизации технологических процессов производства TWIP сталей с улучшенным комплексом механических свойств, является актуальной. В данной работе детально анализируются закономерности структурных изменений в процессе этой обработки и их влияние на механические свойства TWIP сталей, а также механизмы, обеспечивающие повышение прочности этих сталей за счет деформационного и термического воздействия. Практическая ценность настоящей работы обусловлена разработкой технологии получения листов из TWIP сталей с высоким комплексом механических свойств.

Цель работы – установить влияние холодной пластической деформации и последующей термической обработки на структуру и механическое поведение Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al сталей. Для достижения поставленной цели решались следующие частные **задачи**:

1. Установить влияние холодной прокатки с различными степенями обжатия и температуры последеформационных отжигов на структурные изменения.
2. Выявить влияние структуры на механические свойства, определить вклады структурного и дислокационного упрочнения сталей.
3. Установить природу высокой пластичности сталей на основе анализа стадийности их деформационного поведения при растяжении (продолжительность и интенсивность деформационного упрочнения на разных стадиях пластического течения) в зависимости от исходного структурного состояния, а также от химического состава.

Научная новизна.

1. Показано, что в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в процессе холодной прокатки происходит фрагментация исходных зерен на нанообласти, окруженные

большеугловыми границами как за счет механического двойникования, которое развивается при степенях деформации $\leq 0,5$, так и за счет образования полос сдвига при больших степенях деформации. При степенях обжатия 80% расстояние между большеугловыми границами уменьшается до размеров, сопоставимых с толщиной нанодвойников, которая составляет 20 нм. Толщина вторичных двойников в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al не меняется с увеличением степени обжатия при прокатке. С увеличением степени деформации плоскости двойникования располагаются параллельно плоскости прокатки, причем границы отдельных двойников сохраняют свои кристаллографические характеристики.

2. Установлено, что высокая пластичность сталей связана с тем, что в процессе растяжения последовательность структурных изменений обеспечивает высокое деформационное упрочнение вплоть до разрушения, наступление которого коррелирует с переходом к стадии пластической нестабильности согласно критерию Консидэре. Выявлено пять стадий деформационного упрочнения. На первой стадии происходит скольжение дислокаций, на второй идет единичное двойникование, на третьей стадии развивается множественное двойникование, способствующее накоплению дислокаций в решетке, на четвертой стадии достигается предел фрагментации зерен за счет двойникования и начинают образовываться полосы сдвига, и на пятой стадии происходит переход от устойчивого пластического течения к неустойчивому и разрушение.
3. Показано, что в процессе холодной прокатки вклады дислокационного упрочнения и упрочнения от образования высокоугловые границ двойников равновелики. Фрагментация структуры на нанообласти, окруженные высокоугловыми границами, позволяет увеличивать плотность дислокаций для сверхбольших величин, что и является основной причиной высокого деформационного упрочнения. Предел текучести сталей может быть рассчитан по модифицированному соотношению Холла-Петча, учитывающему переменный вклад дислокационного упрочнения. Твердорастворное упрочнение высокомарганцевых сталей обеспечивается за счет повышения содержания углерода, а содержания марганца и алюминия в аустените практически не влияют на его величину.
4. Установлено, что статическая рекристаллизация в холодно деформируемых TWIP сталях начинается при относительно низкой температуре 550°C после 80% обжатия при прокатке. Двойники деформации сохраняются в структуре вплоть до начала рекристаллизации.

Практическая значимость.

Полученные данные по влиянию термомеханической обработки на структуру и механические свойства высокомарганцевых сталей были использованы для разработки режимов ДТО, обеспечивающих оптимальные сочетание прочности и пластичности в TWIP сталях. Эта обработка оформлена в виде заявок на патенты № 2016117287 от 04.05.2016 и № 2016103968 от 08.02.2016. Предложен и запатентован способ термомеханической обработки высокомарганцевой стали для применения в сейсмостойких конструкциях (НОУ-ХАУ №192 от 12.11.2015).

Положения, выносимые на защиту.

1. Влияние холодной прокатки и последеформационных отжигов на структуру и механические свойства сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al.
2. Причины влияния микроструктуры и химического состава на предел текучести высокомарганцевых сталей и вклады в него различных механизмов упрочнения.
3. Стадийность и природа деформационного упрочнения высокомарганцевых сталей в исходном и деформированном состояниях.

Вклад автора.

Личный вклад соискателя состоит в выполнении основного объёма экспериментальных исследований, включая подготовку экспериментальных образцов, проведение экспериментов, обработку результатов исследования, обсуждение результатов исследований, подготовку научных статей и представление докладов на научных конференциях. Соавторы публикаций принимали участие в обсуждении результатов проведенных экспериментов.

Апробация работы. Результаты, обсуждаемые в диссертационной работе, были представлены на международных конференциях и семинарах: Международная конференция с элементами научной школы для молодежи «Наноматериалы и нанотехнологии в металлургии и материаловедении» (г. Белгород, 2011), «Фазовые превращения и прочность кристаллов» (Черноголовка, 2012), «Инновации в материаловедении» (Москва, 2013), VII Международная конференция “Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений” (MPFP – 2013) (Тамбов, 2013 г.), III Всероссийская молодежная школа-конференция «Современные проблемы материаловедения», (Абхазия, 2013 г.), 54 Международная конференция «Актуальные проблемы прочности» (Екатеринбург, 2013 г.), International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials «Thermec’2013», (США, 2013 г.), The 6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation NANOSPD6 (Франция, 2014 г.), 4th International Symposium on Steel Science (ISSS-2014) (Япония 2014

г.), Всероссийская конференция «Инновации в материаловедении» (Москва 2015 г.), 12th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (ICSAM'2015), (Япония 2015 г.), Научные чтения им. чл.-корр. РАН И.А. Однига «Механические свойства современных конструкционных материалов», (Москва 2016 г.), «Перспективные материалы с иерархической структурой для новых технологий и надежных конструкций», (Томск, 2016 г.), «VI Всероссийская конференция по наноматериалам с элементами научной школы для молодежи «НАНО 2016» (Москва 2016 г.).

Публикации. Основное содержание работы представлено в 18 научных публикациях, из которых 8 входят в перечень ВАК, 2 заявках на патенты и 1 НОУ-ХАУ.

Структура и объём работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов и списка литературы из 138 наименования, изложена на 122 страницах и содержит 65 рисунка и 10 таблиц.

Исследование проводилось на оборудовании центра коллективного пользования «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» ФГАОУ ВО НИУ «БелГУ».

Благодарность.

Автор диссертации выражает глубокую благодарность руководителю лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов ФГАОУ ВО НИУ «БелГУ» д.ф.-м.н. Кайбышеву Р.О. и ведущему научному сотруднику лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов ФГАОУ ВО НИУ «БелГУ» д.ф.-м.н. Белякову А.Н. за практическое содействие в работе и помошь при написании диссертации.

ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Высокомарганцевые стали с эффектом TWIP

Первая аустенитная высокомарганцевая сталь с микроструктурным дизайном схожим с дизайном современных TWIP сталей была разработана в 1888 году Робертом Гадфильдом [4]. Эти стали содержали углерод в количестве 1,0-1,4 вес.% и марганец в интервале от 11 до 15 вес.%. Стандартная термообработка заключалась в гомогенизационном отжиге при 1050-1100°C с последующей закалкой в воду для предотвращения образования карбидов по границам зерен. После такой термообработки сталь показывала отличное сочетание прочности и пластичности: предел текучести $\sigma_{0,2}$ составлял 360-380 МПа, временное сопротивление разрушению $\sigma_B = 780-950$ МПа, а удлинение до разрушения, δ , составляло 34-53%. При этом вязкость разрушения при комнатной температуре $KCV_{20C} = 170$ Дж/см², а при пониженных $KCV_{-196C} = 7$ Дж/см² [5]. Основной особенностью стали Гадфильда является интенсивное деформационное упрочнение с 370 до 950 МПа. Тофт и Линден в 1936 году показали, что углерод и марганец необходимы для стабилизации полностью аустенитной структуры в количествах, описываемых следующей формулой (1) [6]:

$$C_{Mn} + 13*C_C \geq 17 \quad (1)$$

где C_{Mn} и C_C – массовые доли углерода и марганца в %, соответственно.

Эволюцию структуры высокомарганцевых сталей в процессе деформации впервые начал рассматривать Шевнард в 1935 году. Он обнаружил образование твердой фазы методом магнитометрии в процессе нагружения стали Гадфильда [7]. Некоторое время спустя Трояно и МакГир выяснили, что деформационное фазовое превращение в двойных сплавах Mn-Fe происходит двумя путями: ϵ -мартенситное превращение и α -мартенситное превращение [8].

В 1950-х годах ученые обнаружили высокое деформационное упрочнение в стали Гадфильда в отсутствии ϵ -мартенсита, что подтверждалось рентгеновскими исследованиями. В дополнение было обнаружено присутствие плоских дефектов, видимых в оптический микроскоп, предположительно деформационных двойников [9]. Через несколько лет наличие деформационных двойников было подтверждено просвечивающей электронной микроскопией (ПЭМ) [10].

Одновременно было обнаружено, что полосы скольжения в стали Гадфильда пересекаются без отклонений даже после 35% пластической деформации [11], авторы заключили, что из-за сложности поперечного скольжения дислокаций планарное скольжение может являться механизмом, дающим вклад в высокое деформационное упрочнение данных сплавов. Также было отмечено, что низкое значение энергии дефекта упаковки (ЭДУ) и сегрегации углерода на дислокациях ответственны за данный вид скольжения и эффект типа Портевена-Ле Шателье.

Значимый интерес в сплавах, содержащих большее количество марганца и меньшее количество углерода, чем в стали Гадфильда, например Fe-18/20Mn-0.5C, появился в 1970 гг. В процессе изучения тонкой структуры сталей Реми [12] обнаружил, что двойники могут действовать как новые препятствия для движения дислокаций. Таким образом, такие сплавы имеют большие преимущества при криогенных температурах, что было подтверждено Шарлем с соавторами [13]. В стали Fe-30Mn-5Al-0.5C было достигнуто предел прочности в 1200 МПа и удлинение в 70% при температуре -196°C [13]. Было показано, что такие уникальные свойства при криогенных температурах достигаются благодаря интенсивному механическому двойникование [14]. Первые патенты по данной теме были опубликованы в ранних 90-х японским сталелитейным комбинатом Кобе Стил (Kobe Steel), Сумимото и Ниппон Стил (Sumimoto, Nippon Steel), а также корейцами из компании Поско (Posco). Ким с соавторами предложил изменить состав стали таким образом, чтобы перенести двойникование в область комнатных температур, что привело к созданию стали Fe-25Mn-1.5Al-0.5C-0.1N, которую авторы представили как высокотехнологичную сталь для штамповок и тонких полос для использования в автомобильной промышленности. Эта работа явилась предшественником второй серии патентов от 1995 года от Поско. Интенсивное изучение сталей европейцами началось во второй половине 1990-х, когда немецкая корпорация Тиссен Крупп Сталь (ThyssenKrupp Stahl) в ассоциации с Дюссельдорфским Институтом Макса Планка (Düsseldorf Max Planck Institute) получили первый патент, а сразу за ними французская компания Юнисор (Unisor) (предшественник Арселор и АрселорМиттал (Arcelor, ArcelorMittal)). Диаграмма, отражающая сравнение прочностных свойств высокомарганцевых сталей с эффектом TWIP с другими конструкционными сталью, приведена на рисунке 1.1 [15, 16].

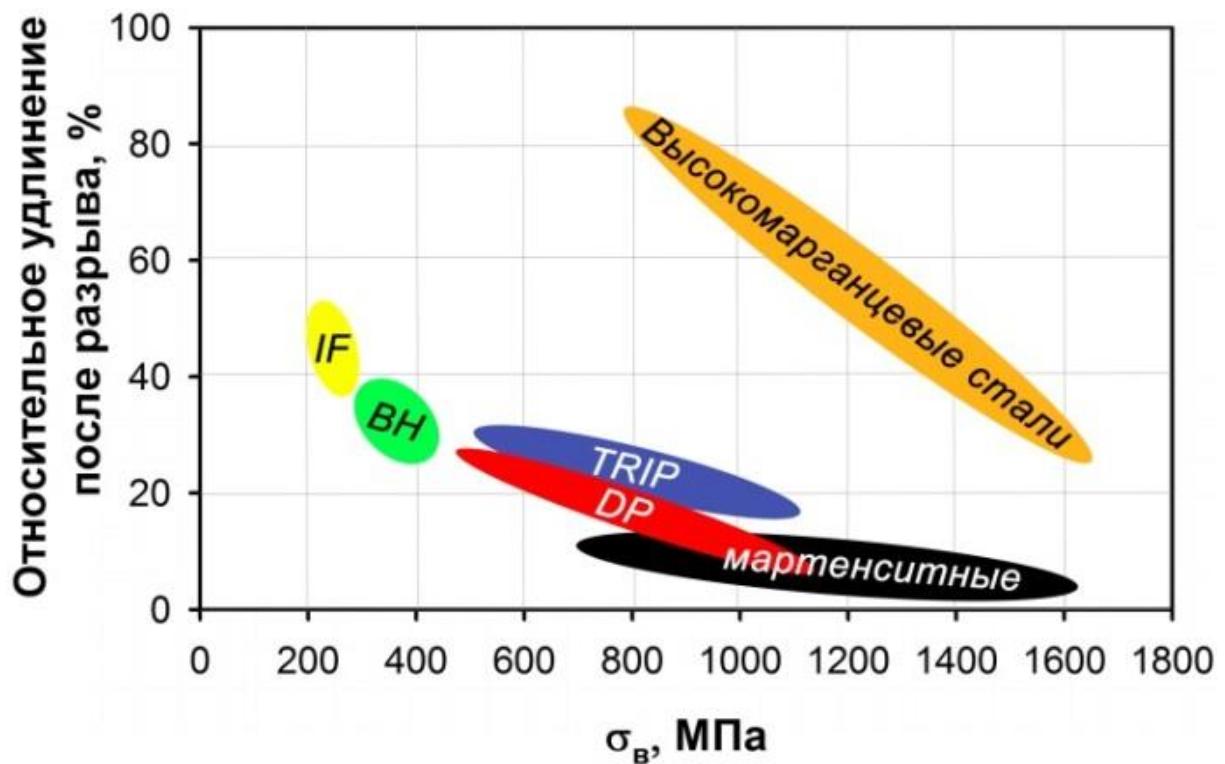


Рисунок 1.1 – Диаграмма распределения различных конструкционных сталей по соотношению прочности и пластичности (IF – стали, свободные от атомов внедрения, BH – Bake-hardening steels: стали, упрочняемые сушкой лакокрасочного покрытия; DP – Dual-phase steel: двухфазные феррито-мартенситные или феррито-бейнитные стали)

1.2 Взаимосвязь ЭДУ и механизмов деформации высокомарганцевых сталей

Значительная часть работ посвящена механизмам деформации высокомарганцевых аустенитных сталей [17–22]. Было показано, что деформационное двойникование, как и скольжение дислокаций в TWIP стальах зависят от энергии дефекта упаковки. Фундаментальные принципы микроструктурного дизайна TWIP сталей заключаются в следующем: легирующие элементы должны обеспечить значение ЭДУ в интервале от 20 до 40 мДж/м² [23]. Соответственно, значения ЭДУ должны быть рассчитаны при помощи современного математического аппарата, а затем подтверждены экспериментально. Дефект упаковки образуется посредством диссоциации полной дислокации на две частичные дислокации Шокли, а энергия дефекта упаковки определяется из расстояния между этими частичными дислокациями: низкие значения ЭДУ соответствуют большому расстоянию расщепления, а высокие – малому [24, 25]. В основном для определения ЭДУ используются два экспериментальных и два теоретических метода. В первом ЭДУ оценивается посредством измерения ширины расщепления частичных дислокаций в

просвечивающем электронном микроскопе [26, 27]. Второй экспериментальный метод заключается в анализе формы профилей рентгеновской дифракции. Способ расчета *ab initio* даёт наиболее близкие результаты к данным, получаемым экспериментально [25, 28]. Кроме того, ЭДУ может быть рассчитан с использованием термодинамической модели [29].

Хирт с соавторами предложили выражение для расчета ЭДУ для ГЦК металлов на основе термодинамической модели:

$$\text{ЭДУ} = 2\rho\Delta G^{\gamma-\epsilon} + 2\sigma^{\gamma/\epsilon} \quad (1)$$

где $\Delta G^{\gamma-\epsilon}$ – свободная молярная энталпия превращения γ - ϵ , ρ – молярная поверхностная плотность атомов в плоскости {111} и $\sigma^{\gamma/\epsilon}$ удельная поверхностная энергия границы {111} раздела между фазами γ и ϵ . Сайд-Акбари с соавторами [30] пересмотрели выражение (1) с учетом влияния размера зерна:

$$\text{SFE} = 2\rho\Delta G^{\gamma-\epsilon} + 2\sigma^{\gamma/\epsilon} + 2\rho\Delta G_{\text{ex}} \quad (2)$$

где ΔG_{ex} отвечает за долю ЭДУ, связанную с размером зерна.

ЭДУ в сталях класса TWIP сильно зависит от температуры. Реми с соавторами [31] рассмотрели влияние температуры на энергию дефектов упаковки высокомарганцевой стали Fe-20Mn-4Cr-0.5C. Авторами показано, что значение ЭДУ увеличивается в результате увеличения размера узлов дислокаций при увеличении температуры выше 300К. Было также установлено, что при $T < 300\text{K}$ такая температурная зависимость обратима, но необратима в интервале 300-390К из-за закрепления дислокаций на атомах углерода. Термодинамические расчеты ЭДУ через расчет энтропии между фазами ГЦК и ГПУ и наблюдения в ПЭМ подтвердили зависимость ЭДУ от температуры. Расчеты ЭДУ посредством модели субрегулярных растворов [30] показывает схожий возрастающий тренд. На рисунке 1.2 приведены сечения диаграммы зависимости ЭДУ от количества марганца и углерода для 0,6% углерода и 22% марганца.

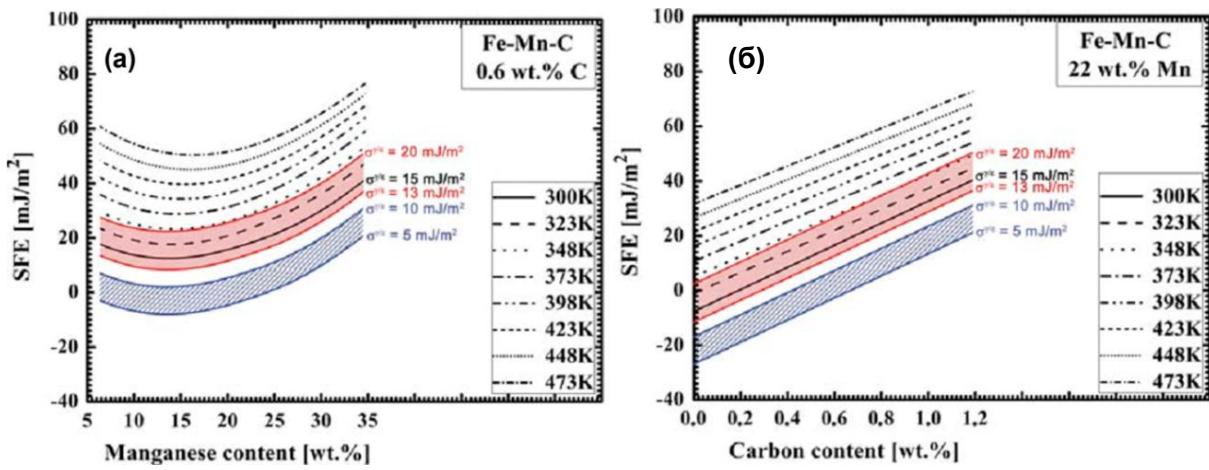


Рисунок 1.2 – Изоуглеродные (а) и изомарганцевые (б) линии диаграммы зависимости ЭДУ (SFE) от содержания элементов в стали (Manganese – марганец, carbon – углерод, content – содержание, wt.% - вес.%)

Показано, что существует полиномиальная зависимость ЭДУ от содержания марганца, с увеличением количества марганца ЭДУ также увеличивается, и линейную зависимость ЭДУ от содержания углерода. Более того, температура сильнее влияние на изоуглеродные линии, чем на изомарганцевые.

Дюмай с соавторами [21] применяли термодинамическую модель для определения влияния легирующих элементов на ЭДУ сталей системы Fe-Mn-C (рис. 1.3а). Ими было обнаружено, что добавление меди и алюминия в сталь Fe-22Mn-0.6C повышает ЭДУ, тогда как добавление кремния имеет нелинейное влияние. Также, некоторые авторы [21, 32, 33] сообщают о повышении ЭДУ при введении кремния в состав, тогда как Ли с соавторами показали, что кремний понижает ЭДУ стали на 4 мДж/м² за 1% в стали Fe-18Mn-0.6C [34], в работе Петрова также показано, что хром понижает ЭДУ [35].

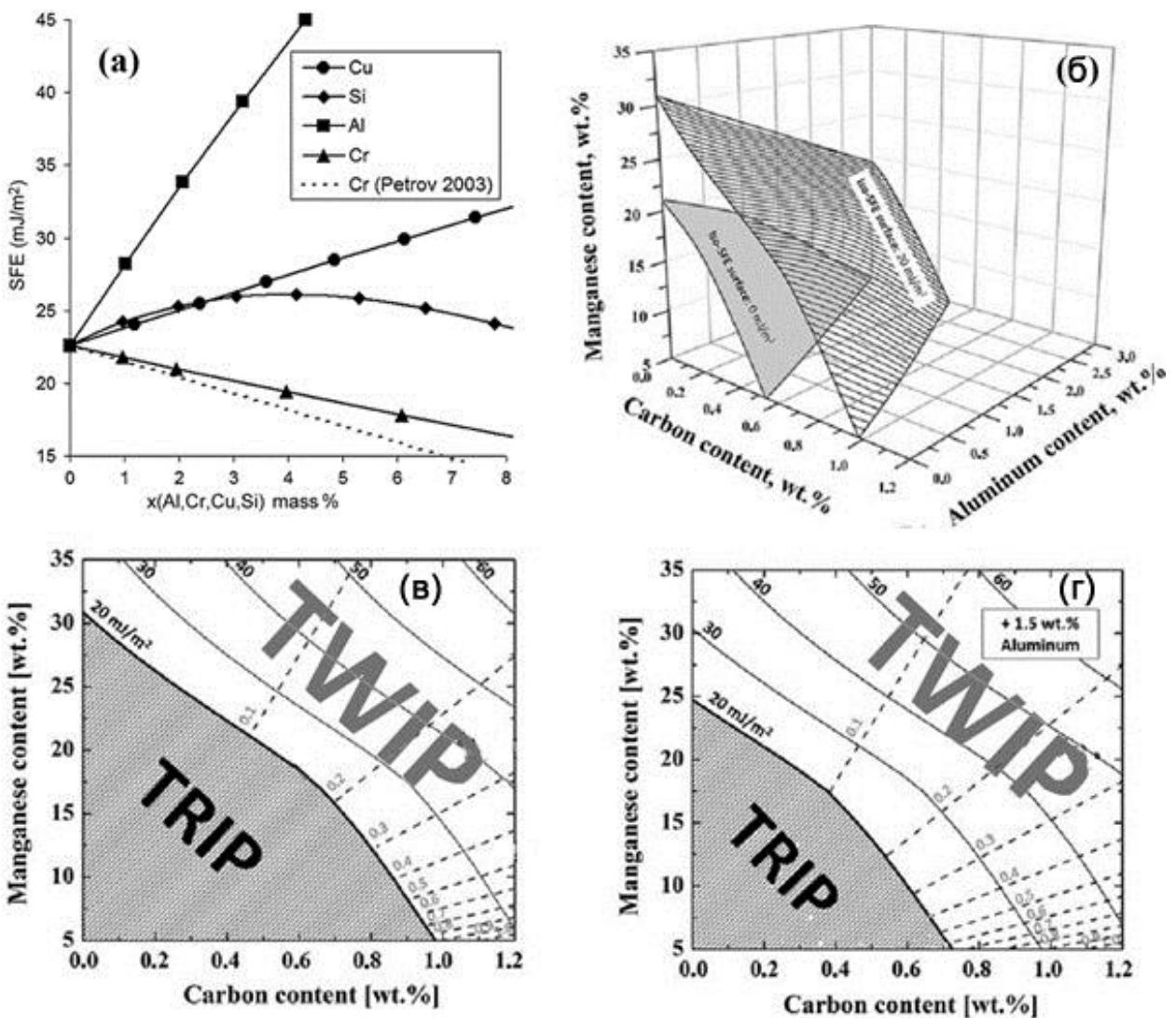


Рисунок 1.3 – (а) Расчетное влияние легирующих элементов (Al, Cr, Cu, Si) на ЭДУ (SFE) стали Fe-22Mn-0.6C; (б) влияние химического состава на ЭДУ (SFE) сталей системы Fe-Mn-Al-C; (в,г) Сечение диаграммы (б) при Al=0% и Al=1,5% [21, 36] (Manganese – марганец, carbon – углерод, aluminum – алюминий, content – содержание, mass – масса, wt –вес)

Сайд-Акбари с соавторами представили модель влияния химического состава на ЭДУ сталей системы Fe-Mn-C [30] и позже для системы Fe-Mn-Al-C [36] (рис. 1.3б-г). В этих работах показано, что добавление алюминия позволяет достичь значений ЭДУ для TWIP сталей в 20 мДж/м² при меньших количествах марганца и углерода. Трехмерная диаграмма влияния марганца, алюминия и углерода представлена на рис. 1.3б. Сечения трехмерной диаграммы для Al = 0% и Al = 1,5% представлены на рис. 1.3в,г, соответственно. Показано, что равные значения энергии дефектов упаковки могут быть достигнуты в TWIP сталях при заданном отношении Mn/C и разном количестве алюминия.

Поскольку TWIP стали содержат большое количество марганца, увеличивающего растворимость азота в расплаве [37], предельное содержание азота в таких сталях может достигать 0,3-0,4%. Влияние азота на ЭДУ стали Fe -0.01% C-(20.24-22.57)% Mn-(2-3)% Si-(0.69-2.46)% Al и Fe-18Cr-10Mn-(N и N+C) при содержаниях азота до сверх равновесных 0,52% было рассмотрено в работах [38, 39]. Авторами было обнаружено, что ЭДУ практически линейно зависит от содержания C+N (рис. 1.4)

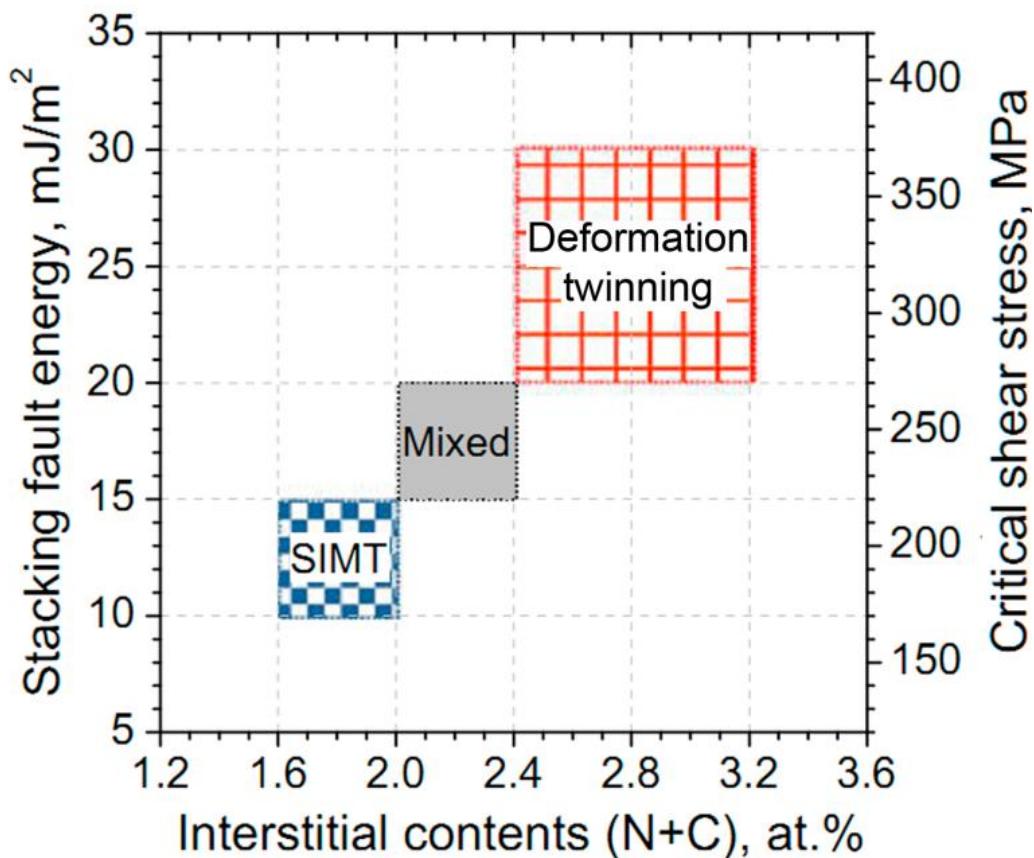


Рисунок 1.4 – диаграмма взаимосвязи между энергией дефектов упаковки (stacking fault energy), количеством атомов внедрения (interstitial content) и критическим напряжением сдвига (critical shear stress) для сталей Fe-18Cr-10Mn-(N и N+C) (SIMT – деформационное мартенситное превращение, deformation twinning – деформационное двойникование, mixed – смешанное)

Поскольку основная цель изучения зависимости ЭДУ от химического состава заключается в определении границ легирования, обеспечивающих значения ЭДУ, в которых аустенит склонен к интенсивному двойникованию при деформации. В работе [40] авторы показали, что при ЭДУ < 16 мДж/м² происходит образование ϵ -мартенсита

деформации, тогда как при значениях ЭДУ > 25 мДж/м² структура остается полностью аустенитной даже после интенсивной пластической деформации, а двойникование начинается уже при малых степенях деформации. Ален [19] с соавторами обнаружили, что деформационное двойникование становится доминантным механизмом в интервале ЭДУ от 12 до 35 мДж/м². В то же время деформационное ϵ -мартенситное превращение имеет место в интервале ЭДУ от 12 до 18 мДж/м², при этом деформационное двойникование и мартенситное превращение следуют одно за другим: деформационное двойникование способствует ϵ -мартенситному превращению. Толщина двойниковых и мартенситных пластин в таком случае одинакова и составляет от 20 до 40 нм [41].

1.3 Механизмы образования двойников деформации

Величина энергии дефектов упаковки влияет на деформационное двойникование не только из-за того, что связано с энергией двойниковых границ [42], но в основном из-за того, что большая ширина разделения частичных дислокаций способствует образованию зародышей двойников при достижении критического напряжения сдвига [25, 43]. Согласно существующим теориям, деформационное двойникование является негомогенным процессом. Стадия образования зародыша тесно связана с предшествующей дислокационной активностью, поскольку двойникование происходит только после некоторой величины ранее образовавшихся дислокаций и взаимодействия между дислокациями различных систем скольжения. Двойники образуются при особой конфигурации дислокаций, создаваемой этими взаимодействиями, в основном приводящими к образованию многослойного дефекта упаковки, который может играть роль зародыша двойника.

На сегодняшний день существует несколько моделей образования зародыша двойника деформации, который может привести к деформационному двойникованию в TWIP сталях. Все эти модели основаны на расщеплении полной дислокации на две частичные с последующим движением головной дислокации и закреплении второй частичной дислокации. Расширение полученного дефекта упаковки приведет к образованию двойника деформации.

Венаблс [44] предложил полюсный механизм, согласно которому призматическая дислокация расщепляется на сидячую дислокацию Франка и частичную дислокацию Шокли, создавая дефект упаковки, согласно уравнению (3) (рис 1.5):

$$\frac{a}{2}[110]_{(1\bar{1}1)} \rightarrow \frac{a}{3}[11\bar{1}]_{\text{сидячая}} + \frac{a}{6}[112]_{(11\bar{1})} \quad (3)$$

После одного обороты вокруг полюса, дислокации обратно рекомбинируют в полную дислокацию, оставляя после себя дефект упаковки. Полная дислокация может скользить по призматической плоскости до соседней плотноупакованной плоскости, где снова может произойти диссоциация, а процесс повторится. Повторение работы источника на следующей плотноупакованной плоскости приведет к образованию двойника. На рисунке 1.6: $AC = 1/2 [110]$, $A\alpha = 1/3 [11-1]$ и $\alpha C = 1/6 [112]$.

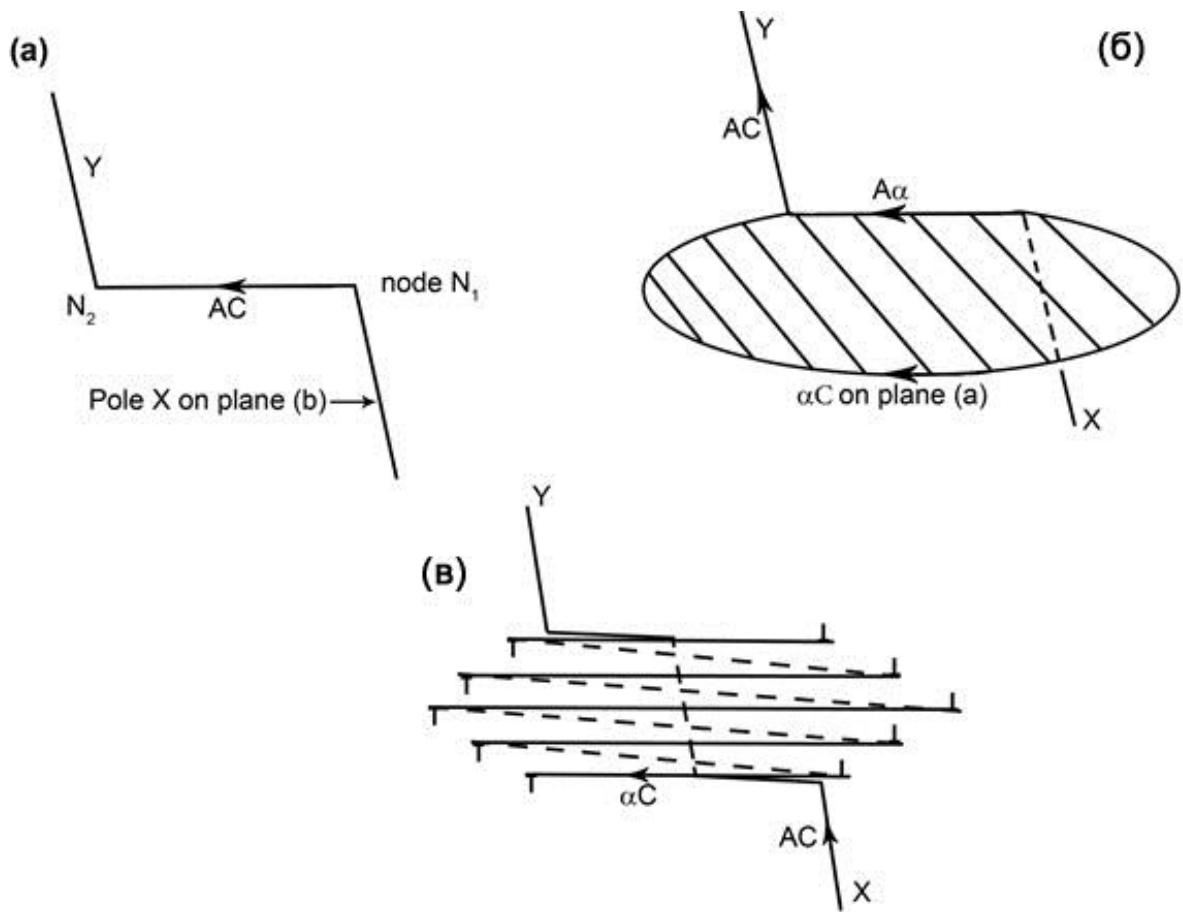


Рисунок 1.5 – Образование двойника согласно [44]. (а) Дислокация AC со ступенькой вдоль СВ; (б) расщепление ступеньки и образование двойникующей дислокации αC ; (в) образование двойника в результате действия источника (Pole on plane – полюс на плоскости)

Коэн и Веертман [45] предложили модель образования двойника, в которой двойник образован скоплением дислокаций на барьере Ломер-Коттрелла в результате

расщепления полной дислокации. Частичная дислокация Шокли образуется на пересекающей плоскости скольжения и скользит в обратную сторону от сидячей дислокации Франка, образуя дефект упаковки. Большое количество барьеров Ломер-Коттрелла создаются на параллельных плоскостях в полосах скольжения. Для образования двойника эти дефекты упаковки должны быть на соседних атомных плоскостях. Двойники, образованные таким способом, будут несовершенными, состоящими из набора ламелей матрицы и двойников, поскольку не каждая двойниковая плоскость в объеме материала имеет дефект упаковки. Такая реакция энергетически неэффективна, поскольку энергия дислокации остается неизменной. Однако, Коэн и Веертман утверждают, что на дислокационных скоплениях создается напряжение, требуемое для протекания реакции.

Фудзита и Мори [46] предложили модель образования двойника посредством поперечного скольжения сидячей дислокации Ломер-Коттрелла дислокации. Согласно их теории, сильные барьерами для движения дислокаций создаются скольжением полных дислокаций в пересекающей плоскости скольжения при взаимодействии с группами дислокационных диполей на основной плоскости скольжения. Соответственно, образуются сидячая дислокация Франка на плоскости (111) и частичная дислокация Шокли на главной плоскости скольжения. Поперечное скольжение сидячей дислокации Ломер-Коттрелла дислокации выражается следующими уравнениями:

$$\frac{a}{2}[\bar{1}01] \rightarrow \frac{a}{6}[\bar{2}11] + \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}2] \rightarrow \quad (4)$$

$$\rightarrow \frac{a}{6}[\bar{1}21] + \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}0] + \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}2] \rightarrow \quad (5)$$

$$\rightarrow \frac{a}{6}[\bar{1}21] + \frac{a}{3}[\bar{1}\bar{1}1] \quad (6)$$

$$\frac{a}{6}[\bar{2}11] + \frac{a}{6}[1\bar{2}\bar{1}] \rightarrow \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}0] \quad (7)$$

Когда протяженная первичная дислокация, выраженная уравнением (4), двигается к препятствию, например, скоплению дислокаций или мультиполю, ведущая дислокация Шокли 1/6 [-211] может разделиться на две частичные дислокации 1/6 [-121] и сидячей дислокации Ломер-Коттрелла 1/6 [-1-10] в соответствии с уравнением (5). Частичная дислокация 1/6 [-121] – это двойникообразующая дислокация. Таким образом, двойникообразующие дислокации могут быть образованы в результате взаимодействия нескольких активных дислокаций, и широкие пересекающиеся дефекты упаковки образуют микро-двойники.

Махаджан и Чин [47] предложили модель образования двойника, в которой трехслойный двойник может образоваться при взаимодействии двух копланарных $1/2[110]$ дислокаций с различным вектором Бюргерса согласно уравнению (8):

$$\frac{a}{2}[\bar{1}01]_{(111)} + \frac{a}{2}[\bar{1}10]_{(111)} \rightarrow 3 \times \frac{a}{6}[\bar{2}11]_{(111)} \quad (8)$$

Таким образом, макроскопический двойник появляется, когда трёхслойные двойники распространяются на различных уровнях внутри локализованной области и объединяются друг с другом. Схема образования зародыша такого двойника приведена на рисунке 1.6. Образование двойника по этой модели было экспериментально подтверждено исследованиями в ПЭМ Браке с соавторами [48].

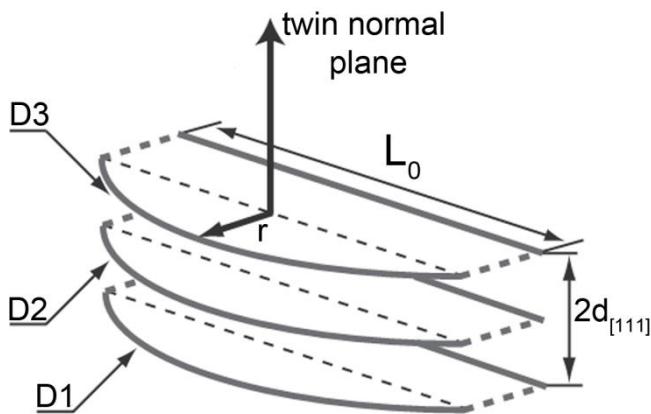


Рисунок 1.6 – Зародыш двойника (twin), предложенный Махаджан и Чин [47].
 $d<111>$ - межплоскостное расстояние в направлении $<111>$, L_0 – длина сидячей частичной дислокации, образующей зародыш двойника, и r – расстояние, на которое распространяется мобильная частичная дислокация. $D1$, $D2$, $D3$ - мобильные частичные дислокации Шокли, образующие двойник (twin normal plane – нормаль к плоскости двойникования)

Исследования Идрисси с соавторами и Стейнметца с соавторами [49–51] открыли более сложный механизм образования двойника, действующий в TWIP сталях. Было показано, что полюсный механизм с небольшими отклонениями [45] или модель Миуры-Такамуры-Нариты (МТН) [46] могут быть ответственными за образование двойников в TWIP стали Fe-20Mn-1.2C, тогда как рост двойников может контролироваться вторичными полюсными источниками, созданными в результате взаимодействия полных дислокаций с двойникоющими дислокациями Шокли. Другие механизмы, предложенные в литературе,

не могут быть подтверждены при помощи точного определения различных дислокаций, обнаруженных внутри или близко к зародышам деформационных двойников. Стейнметц разработал усовершенствованную модель, на основе зародыша двойника, предложенного Махаджаном и Чином. Было показано [51], что для образования двойника требуется достичь как определенного уровня дислокационной активности, так и критического напряжения. Повышенная температура отодвигает начало деформационного двойникования посредством одновременного понижения напряжений течения, увеличивая скорость аннигиляции дислокаций переползанием и увеличения ЭДУ, что в свою очередь увеличивает критическое напряжение, требуемое для начала деформационного двойникования. Дополнительно, было отмечено, что ЭДУ определяет напряжение активации образования двойника (9):

$$\tau_c = \frac{\gamma_{SF}}{3b_s} + \frac{3Gb_s}{L_0} \quad (9)$$

где γ_{SF} – это ЭДУ, b_s – вектор Бюргерса частичной дислокации Шокли, G – модуль сдвига, а L_0 – длина сидячей частичной дислокации, образующей зародыш двойника. Очень хорошее соответствие с теорией было получено для стали Fe-22Mn-0.6C в интервале температур от 293 до 873К с использованием одного набора физических параметров.

1.4 Влияние химического состава на микроструктуру и механические свойства TWIP сталей

Как описано в предыдущих разделах, химический состав сильно влияет на энергию дефекта упаковки, но также он влияет на микроструктуру и механические свойства высокомарганцевых сталей с эффектом TWIP, как и в других аустенитных сталях [37, 52, 53]. Как было показано, TWIP стали остаются полностью аустенитными вплоть до высоких степеней деформации, а деформационное мартенситное превращение при комнатной температуре подавлено. Соответственно, первое требование к химическому составу TWIP сталей заключается в том, чтобы обеспечить полностью аустенитную структуру после нормализации с 1050°C. химический состав, обеспечивающий это, может быть достаточно точно предсказан при помощи диаграммы Шеффлера [37] (рис. 1.7). Влияние химического состава на фазовый состав определяется количеством α - и γ -стабилизаторов, обозначенных как Cr_e – эквивалент хрома и Ni_e – эквивалент никеля,

соответственно. Эквиваленты хрома и никеля для TWIP сталей могут быть рассчитаны согласно следующих формул:

$$\text{Cr}_e = 5.5 \times \text{Al} + 2 \times \text{Si} \quad (10)$$

$$\text{Ni}_e = 30 \times \text{C} + 25 \times \text{N} + 0.5 \times \text{Mn} \quad (11)$$

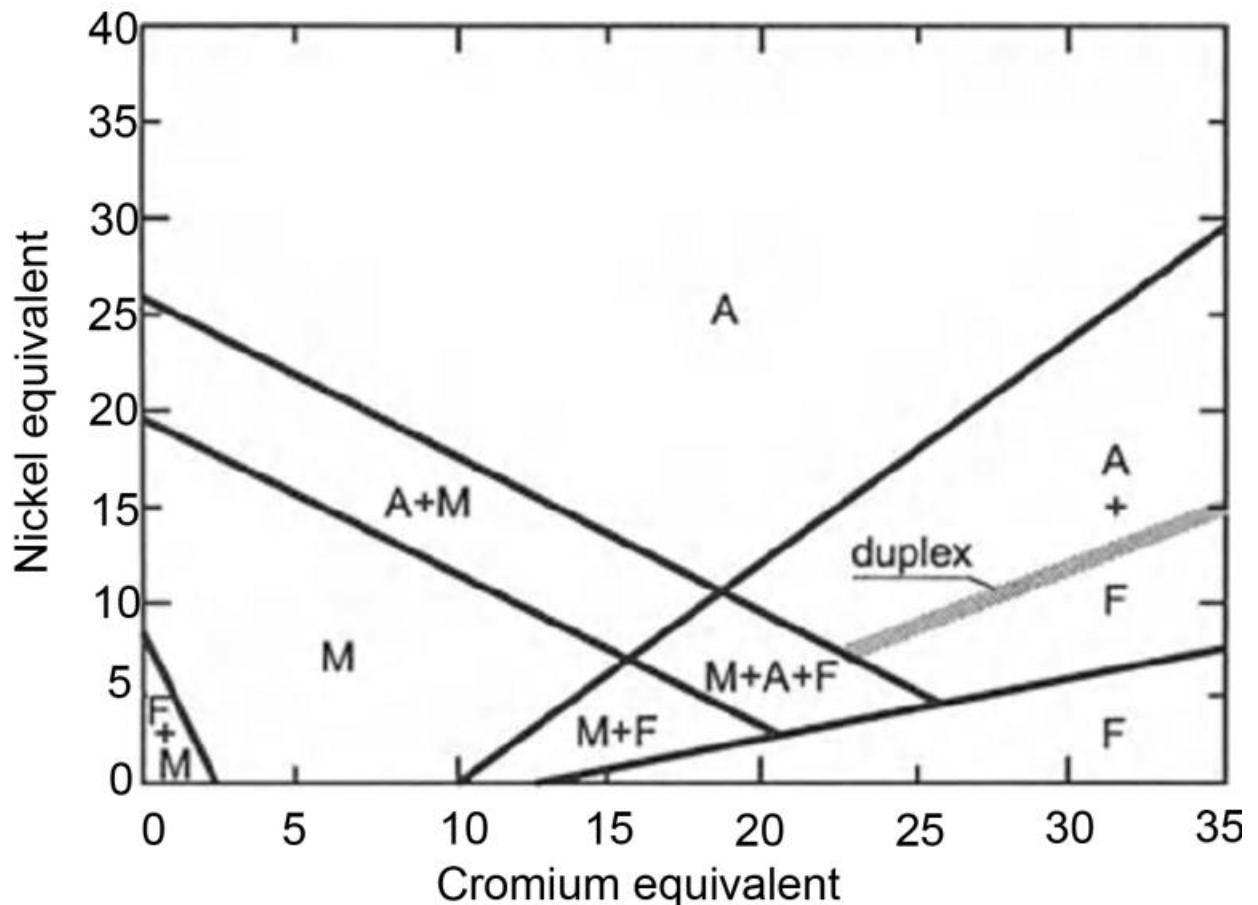


Рисунок 1.7 – Диаграмма Шеффлера, A – аустенит, M – мартенсит, F – феррит (nickel – никель, cromium – хром, equivalent – эквивалент, duplex - двухфазная)

На сегодняшний день оптимальные химические составы TWIP сталей находятся в диапазоне $(0.3 \div 0.7)\text{C} \div (18 \div 33)\text{Mn} \div (0 \div 3)\text{Al} \div (0 \div 3)\text{Si}$ и железо остальное [54]. Сталь состава Fe-0.6C-18Mn содержит минимальное количество легирующих элементов, обеспечивающих наличие эффекта TWIP. Другие TWIP сталей содержат большее количество легирующих элементов, кроме углерода, который может быть снижен до 0,3% [54]. Таким образом TWIP стали, согласно диаграмме Шеффлера, являются полностью аустенитными при комнатной температуре. Однако, этот аустенит является

метастабильным. Согласно термодинамическим расчетам, температура $\gamma - \alpha$ превращения для TWIP сталей находится в интервале от 550 до 580°C. Таким образом, необходимо определить содержание легирующих элементов, которые обеспечат подавление деформационного мартенситного превращения при комнатной температуре.

Для этой цели была рассчитана метастабильная диаграмма Fe-Mn [55] (рис. 1.8а). при комнатной температуре при содержании марганца от 5 до 25% в структуре содержится несколько фаз, основной из которых является α' - мартенсит, который заменяется ε -мартенситом при увеличении количества марганца, и меньшей доли аустенита. При 27% марганца мартенситное превращение полностью подавляется. Подавление мартенситного превращения происходит и при меньших количествах марганца при повышении количества углерода [56]. При 0,6% С и 18% Mn деформационного мартенситного превращения не происходит, структура полностью аустенитная и свободна от карбидов. Увеличение доли углерода выше 0,6% может привести к выделению цементита по границам и внутри зерен, как в стали Гад菲尔да [5, 10, 57–59] (рис. 1.8б и в).

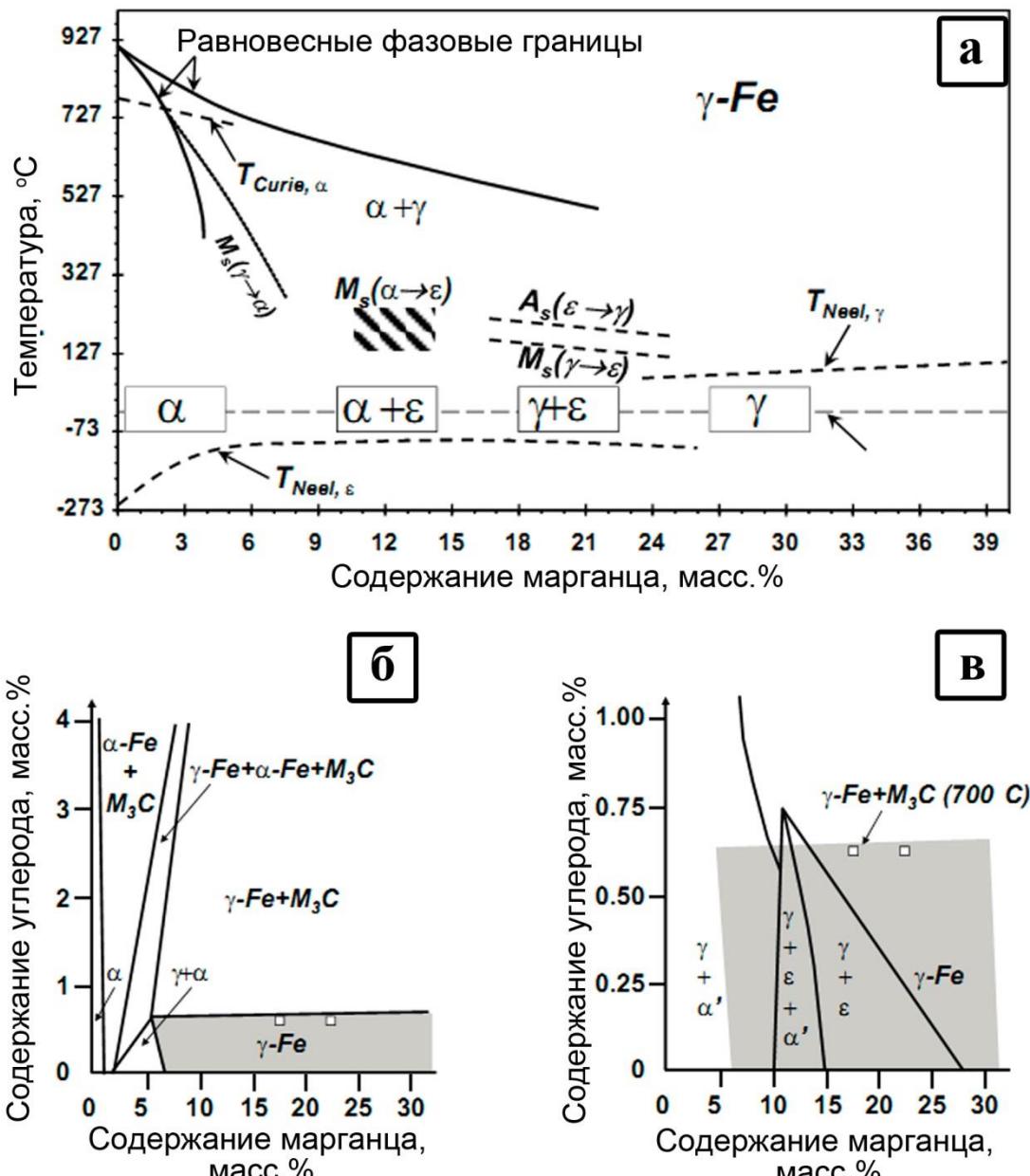


Рисунок 1.8 – (а) Метастабильная диаграмма Fe-Mn, (б) Железный угол равновесной диаграммы Fe-Mn-C при 700°C, область стабильности аустенита выделена серым, (в) Наложение области стабильности аустенита при 700°C на микроструктуру, наблюданную после закалки с 950°C

Параметры микроструктуры после испытаний на растяжение TWIP сталей различного химического состав приведено в таблице 1. Показано, что увеличение содержания марганца подавляет $\gamma - \alpha'$ превращение [60, 61], увеличение количества кремния и уменьшение алюминия приводит к образованию α' -мартенсита. Многофазные стали со структурой $\gamma + \varepsilon$, $\gamma + \alpha'$ или $\gamma + \varepsilon + \alpha'$ при растяжении претерпевают $\gamma - \varepsilon$ или $\gamma - \alpha'$ мартенситное превращение. Исследование рентгеновских профилей не выявило образования ни α' ни ε мартенситного превращения при деформации для сталей,

содержащих 25 и 30% при образовании большого количества деформационных двойников. Однако, небольшое количество пластин ϵ -мартенсита было обнаружено внутри некоторых аустенитных зерен в стали Fe-25Mn-3Si-3Al.

Таблица 1.1. Фазовый состав сталей до и после испытаний на растяжение со скоростью 10^4 с^{-1} при комнатной температуре

Сталь	Химический состав, вес.%					Фазовый состав до растяжения	Фазовый состав после растяжения
	Mn	Si	Al	C	Fe		
Fe-15Mn-4Si-2Al	16.2	4.0	1.8	0.02	Bal.	$\gamma + \alpha + \epsilon$	$\gamma + \alpha' + \epsilon + \alpha$
Fe-15Mn-3Si-3Al	17.9	3.2	2.9	0.02	Bal.	$\gamma + \alpha$	$\gamma + \alpha' + \alpha$
Fe-15Mn-2Si-4Al	15.9	1.9	3.5	0.01	Bal.	$\gamma + \alpha$	$\gamma + \alpha' + \alpha$
Fe-20Mn-4Si-2Al	18.2	4.3	1.8	0.06	Bal.	$\gamma + \epsilon$	$\gamma + \alpha' + \epsilon$
Fe-20Mn-3Si-3Al	20.1	2.8	2.9	0.04	Bal.	$\gamma + \epsilon$	$\gamma + \alpha' + \epsilon$
Fe-20Mn-2Si-4Al	18.1	1.8	3.5	0.03	Bal.	$\gamma + \alpha$	$\gamma + \alpha + \alpha'$
Fe-25Mn-4Si-2Al	25.5	3.9	1.8	0.03	Bal.	$\gamma + \epsilon$	$\gamma + \epsilon$
Fe-25Mn-3Si-3Al	26.6	3.0	2.8	0.03	Bal.	γ	γ
Fe-25Mn-2Si-4Al	25.6	2.0	3.8	0.03	Bal.	γ	γ
Fe-30Mn-4Si-2Al	28.7	4.0	2.0	0.02	Bal.	$\gamma + \epsilon$	$\gamma + \epsilon$
Fe-30Mn-3Si-3Al	29.2	3.0	2.8	0.02	Bal.	$\gamma +$	γ
Fe-30Mn-2Si-4Al	30.6	2.0	3.9	0.01	Bal.	γ	γ

Прочность TWIP сталей может быть повышена за счет изменения химического состава по механизму твердорастворного упрочнения, поскольку наличие карбидов нежелательно. Зависимость предела текучести $\sigma_{0,2}$ и временного сопротивления разрушению σ_B от химического состава для аустенитных сталей может быть рассчитана согласно выражениям [37]:

$$\sigma_{0,2} = 63.5 + 356.5 \times C + 496 \times N + 20.1 \times Si + 12.7 \times Al + 7.1 \times d^{-1/2} \quad (12)$$

$$\sigma_B = 449.5 + 852.5 \times N + 542.5 \times C + 37.2 \times Si + 18.6 \times Al + 7.1 \times t^{-1/2} \quad (13)$$

где d и t – размер зерна и толщина двойников, соответственно. Показано, что углерод и азот играют главную роль в твердорастворном упрочнении, предел текучести $\sigma_{0,2}$ и временное сопротивление разрушению σ_b практически линейно зависят от содержания этих химических элементов. Атомы замещения марганца практически не влияют на прочность TWIP сталей. Однако, это не касается упрочнению за счет старения при нагружении. Буазиз с соавторами [62] рассчитали влияние марганца и углерода на предел текучести $\sigma_{0,2}$:

$$\sigma_{0,2} = 228 + 187C - 2Mn \quad (14)$$

что отличается от ур. (12) увеличенным значением $\sigma_0 = 228$ МПа и пониженным коэффициентом упрочнения для углерода, кроме того размер зерна не учитывался в расчетах. Разупрочняющее влияние марганца также подтверждено для TWIP сталей состава Fe-(0-1.2)C-(12-30)Mn.

Экспериментальные исследования, касающиеся влияния алюминия на прочностные характеристики TWIP сталей, были выполнены в работах [63, 64], где также подтвердилась неприменимость уравнений (12) и (13) для TWIP сталей. Добавление алюминия понижает прочность потому что алюминий, помимо твердорастворного упрочнения, влияет на энергию дефектов упаковки. Таким образом, добавление алюминия задерживает развитие деформационного двойникования в стали Fe-22Mn-0.6C, начало образования деформационных двойников смещено в сторону больших деформаций. Рисунок 1.9 отражает различие в микроструктуре сталей с различным содержанием алюминия при примерно тех же степенях деформации. Начало двойникования было отмечено в стали без алюминия при низких степенях деформации, тогда как в сталях с 3% Al и 6% Al начало деформационного двойникования было обнаружено при относительных деформациях выше 20%. Авторы объясняют данный феномен зависимостью критического напряжения сдвига для двойникования от ЭДУ, добавление алюминия увеличивает ЭДУ и таким образом увеличивает критическое напряжение сдвига для двойникования.

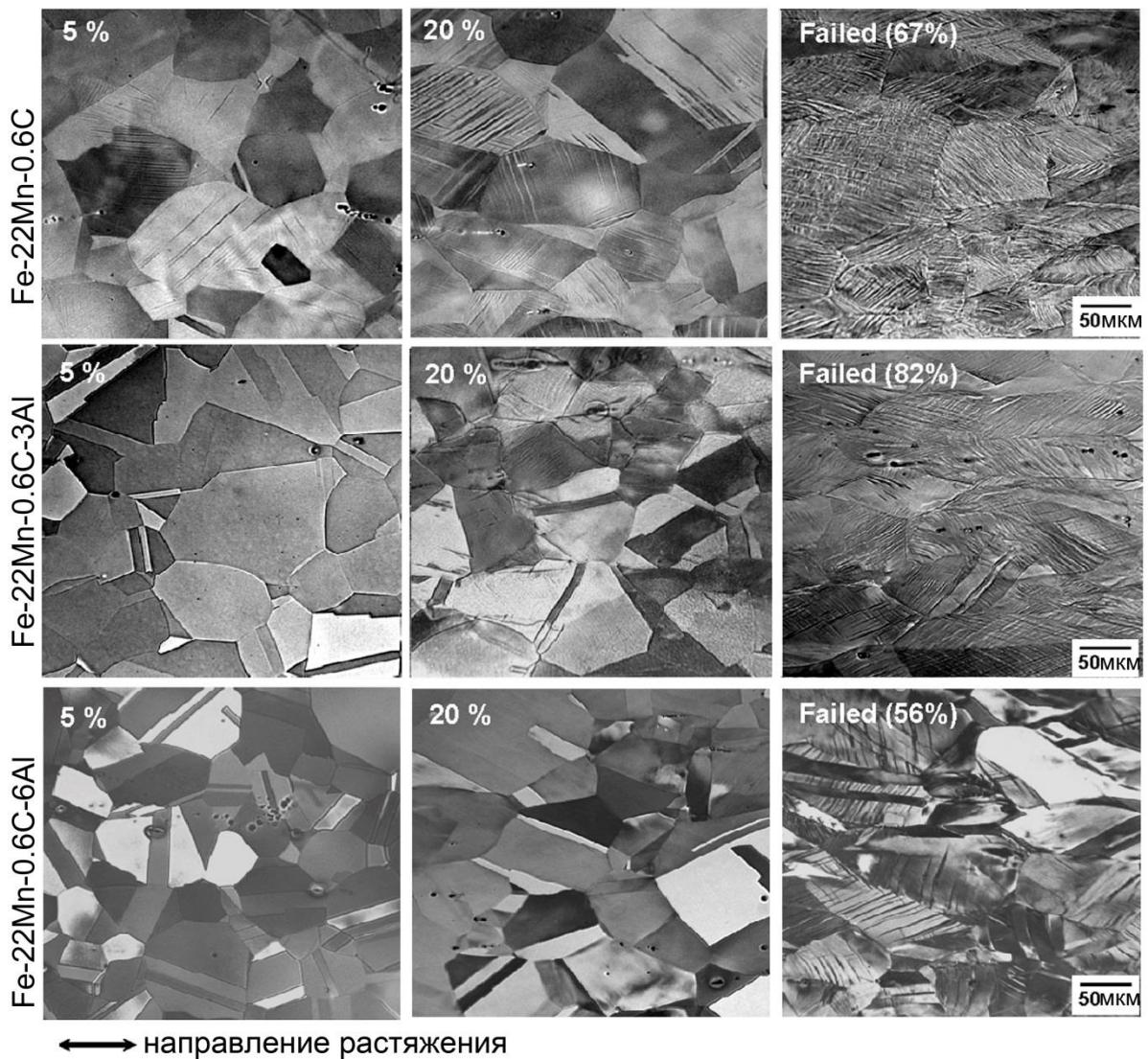


Рисунок 1.9 – Оптические снимки сталей Fe-22Mn-0.6C-(0-6)Al после растяжения до различных степеней деформации (failed - разрушение)

Влияние количества марганца, алюминия и кремния на механические свойства TWIP сталей при растяжении показаны на рисунках 1.11 и 1.12. Увеличение количества марганца понижает временное сопротивление разрыву с 930 ± 160 МПа до 630 ± 100 МПа и повышает удлинение до разрушения с $44\pm5\%$ до $82\pm13\%$ (рис. 1.10б). При увеличении марганца свыше 20% пластичность остается неизменной. Временное сопротивление разрыву понижается с уменьшением содержания кремния. Увеличение содержания алюминия с 3 до 6% увеличивает временное сопротивление разрыву. Сталь с 3% кремния и 3% алюминия показывают наивысшее удлинение до разрушения. Эти данные также подтверждаются исследованиями, проведенными Парком с соавторами [64], в которых были исследованы стали Fe-22Mn-0.6C-(0-6)Al (таблица 1.2).

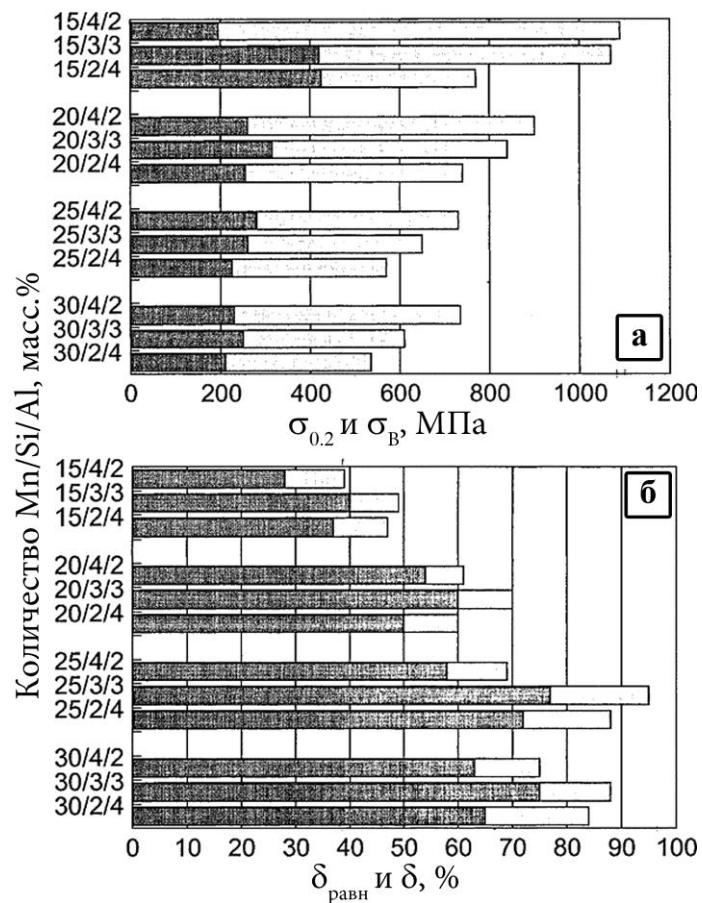


Рисунок 1.10 – Механические свойства сталей Fe-(15-30)Mn-(2-4)Al-(2-4)Si после растяжения; (а) предел текучести (серый цвет) и временное сопротивление разрыву (белый цвет); (б) равномерное удлинение (серый цвет) и полное удлинение (белый цвет)

Таблица 1.2 – Механические свойства сталей Fe-22Mn-0.6C-(0-6)Al после растяжения при комнатной температуре

Сталь	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B , МПа	Равномерное удлинение, %	Полное удлинение, %
Fe-22Mn-0.6C	290	875	62	65
Fe-22Mn-0.6C-3Al	277	672	75	80
Fe-22Mn-0.6C-6Al	317	692	46	54

Эффект Портевена-Ле Шателье понижает пластичность и приводит к образованию полос, которые оставляют нежелательные следы на поверхности листового полуфабриката. Таким образом следует разработать оптимальный химический состав TWIP сталей, обеспечивающий отсутствие или незначительную пластическую нестабильность. Сталь Fe-22Mn-0.6C без алюминия показывает нестабильность пластического течения при высоких деформациях, тогда как при добавлении 3 и 6%

алюминия пластической нестабильности отмечено не было. Более высокие значения $\sigma_{0,2}$ для стали с 6% алюминия объясняются более мелким размером зерна, 36 ± 23 мкм в сравнении с 44 ± 28 мкм для сталей с 0% Al и 3% Al (рис. 1.11). Таким образом было отмечено, что алюминий является эффективным элементом для подавления пластической нестабильности при растяжении.

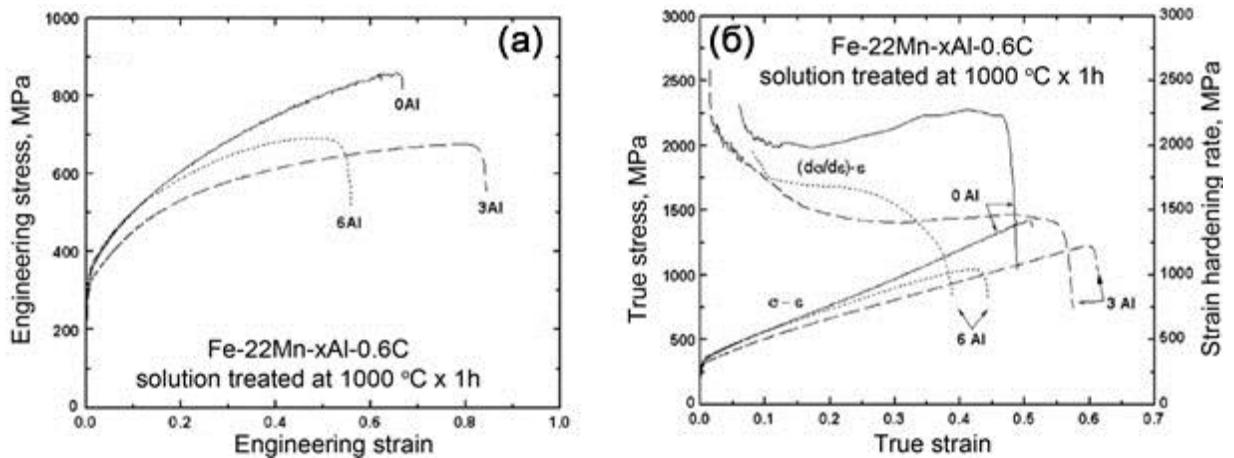


Рисунок 1.11 – (а) Кривые течения и (б) кривые деформационного упрочнения и влияние деформации (strain) на скорость деформационного упрочнения (strain hardening rate) сталей Fe-22Mn-0.6C-(0-6)Al при растяжении (stress – напряжение, engineering – условное, true – истинное, solution treated at – после гомогенизационного отжига при)

TWIP стали испытывают особый вид разрушения – отложенное разрушение. Отложенное разрушение проявляется в заготовках после глубокой вытяжки в виде трещин по краям заготовок в течение некоторого времени, от 30 до 200 дней. Края заготовки, полученной глубокой вытяжкой, подвержены остаточными растягивающим напряжениям. Причины этого феномена рассмотрены в работе Кима с соавторами [65]. Авторы предположили, что причиной является водородное охрупчивание под воздействием остаточных напряжений. Также было показано, что алюминий подавляет отложенное разрушение в сталях Fe-(15-22)Mn-0.6C при введении его в количестве 1,5% (рис. 1.12). Причины подавления отложенного разрушения при введении алюминия в состав сталей могут заключаться в повышении им ЭДУ и подавлении таким образом остаточные напряжения, которые являются причиной охрупчивания из-за присутствия небольшого количества водорода в растворе. Это предположение подтверждается работой Юнга с соавторами [66], где было рассмотрено влияние химического состава на водородное охрупчивание TWIP и TRIP сталей. Было показано, что стали Fe-15Mn-0.45Si и Fe-18Mn-

0.6С с алюминием и без содержали меньше водорода и были более стойкими к охрупчиванию, чем TRIP стали после глубокой вытяжки.

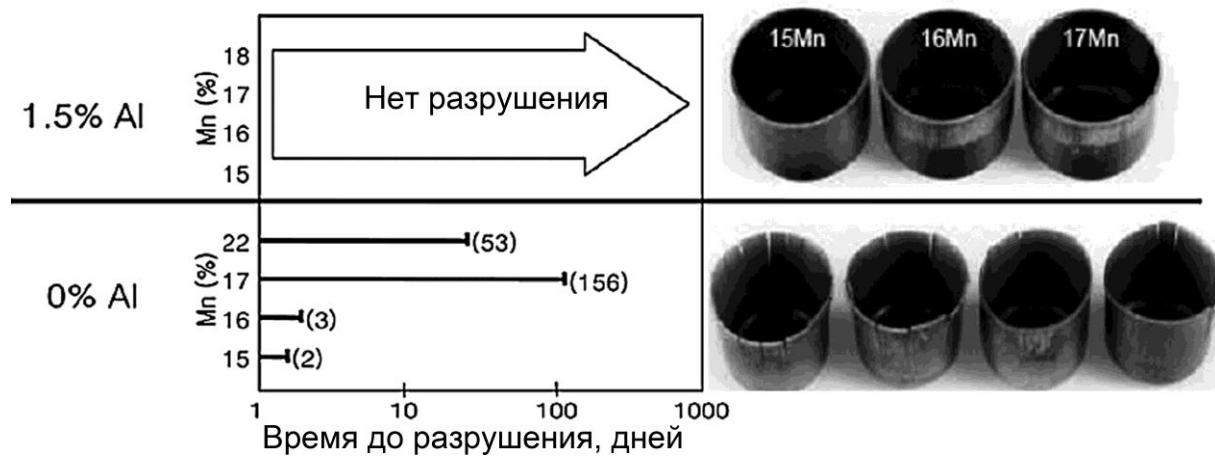


Рисунок 1.12 – Подавление отложенного разрушения в сталях Fe-(15-22)Mn-0.6C при добавлении Al

Существует прямая связь между наличием зубчатости на кривой растяжения в TWIP сталях и количеством легирующих элементов. Зубчатость проявляется в высокомарганцевых сталях с эффектом пластичности, наведенной двойникованием, содержащих атомы углерода, в определенной температурной области близкой к комнатной температуре. При комнатной температуре при квази-статических испытаниях на кривой течения сталей Fe-18Mn-0,6C-(0-1,5)Al присутствует зубчатость (рис. 1.13). Этот эффект достаточно изучен и связывается с эффектом Портевена-Ле Шателье (ПЛШ) [67-71].

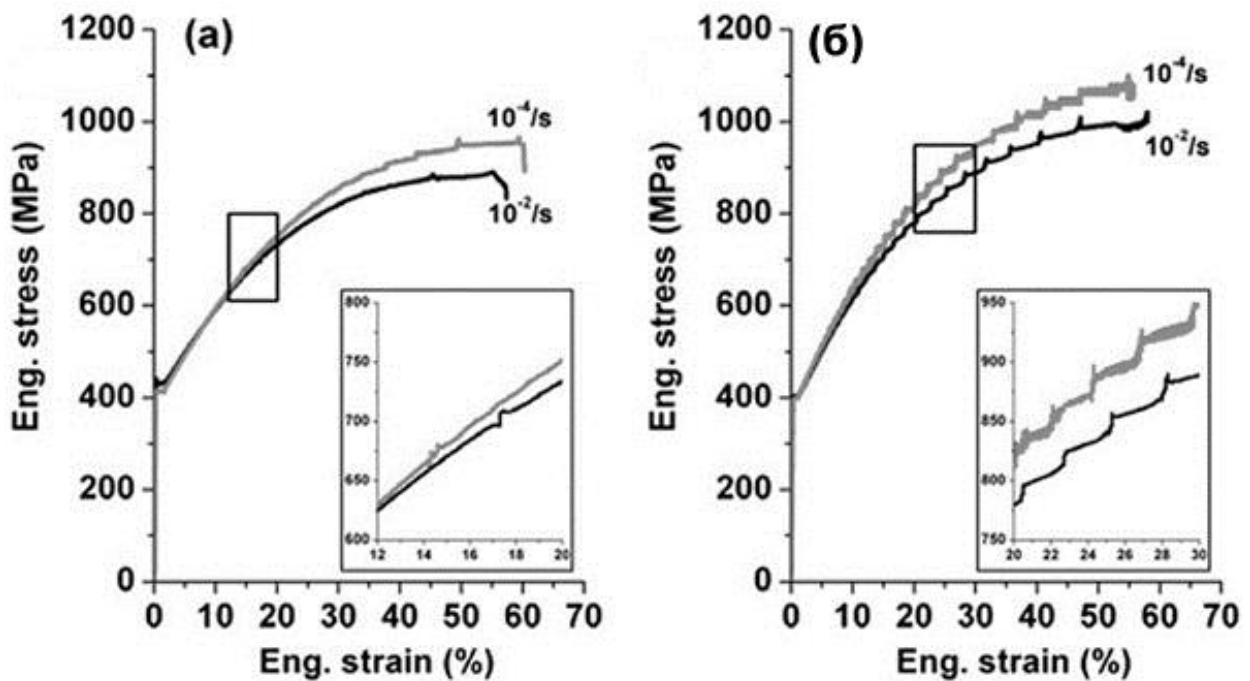


Рисунок 1.13 – Кривые течения для (а) стали Fe-18Mn-0,6C-1,5Al и (б) Fe-18Mn-0,6C при испытаниях со скоростями 10^{-4} и 10^{-2} с⁻¹. Показана зубчатость типа А для стали системы Fe-Mn-C. (eng. stress – условное напряжение, eng. strain – относительное удлинение)

Согласно результатам работы Роз и Гловер [72] за эффект ПЛШ в аустенитных сталях ответственны атомы углерода, а происходит это в результате переориентации комплексов «углерод-вакансия» под воздействием внутренних упругих напряжений от решеточных дислокаций. Чен с соавторами [69] предположили, что эффект ПЛШ возникает в результате процесса старения, связанного с растворенными атомами, когда подвижность дислокаций равна подвижности растворенных атомов. Дастур [5] предположил, что пары C-Mn или кластеры точечных дефектов переориентируются под воздействием полей напряжений в ядре дислокаций и способны закреплять дислокации скольжения. В этих кластерах углерод занимает положение в октаэдрической поре, а марганец занимает место 6 ближайших соседей, что больше, чем ожидается на основании атомной концентрации марганца.

Сайд-Акбари с соавторами [36] предположили, что наиболее стабильными зонами ближнего порядка являются октаэдрические кластеры CMn₆ и что деформационное упрочнение может быть описано при помощи полуэмпирического «теоретического индекса упорядочения» (ТИУ):

$$\text{ТИУ} = N_C/N_{\text{Mn}} \quad (15)$$

где N_C и N_{Mn} – количество углерода и марганца в атомных процентах, соответственно. Было показано, что при значениях ТИУ от 0,1 до 0,3 увеличение ТИУ приводит к увеличению плотности октаэдрических кластеров CMn_6 . При повышении ТИУ более 0,3 плотность октаэдрических кластеров CMn_6 снижается из-за снижения количества атомов марганца, требуемых для образования кластеров CMn_6 . Наконец, уменьшение количества углерода, приводящее к $TIU < 0,1$, и уменьшение количества марганца, приводящее к $TIU > 0,3$, может снижать упрочнение и пластическую нестабильность, связанную с взаимодействием дислокаций с областями ближнего порядка.

1.5 Влияние термомеханической обработки на структуру и механические свойства TWIP сталей

Главный недостаток TWIP сталей, ограничивающий их применение в промышленности, заключается в низком значении предела текучести. Наиболее простой способ повышения предела текучести – верно выбранная термомеханическая обработка. TWIP стали были разработаны для автомобильной промышленности, так что наиболее подходящей обработкой является прокатки с последующим рекристаллизационным отжигом. Веркаммен с соавторами изучали влияние холодной прокатки на микроструктуру стали Fe-30Mn-3Al-3Si (рис. 1.14). Было показано, что при степени деформации $\varepsilon=0.10$ двойники появляются в виде прямых линий. На данном этапе прямые деформационные двойники уже присутствуют в более чем половине зёрен (рис. 1.14а). В основном, лишь одна система двойникования активирована в каждом зерне; система двойникования имеет подходящую ориентацию по отношению к направлению прокатки. Двойники формируются на плоскостях {111} с максимальным получаемым напряжением. Зерна, свободные от деформационных двойников, содержат высокую плотность плоских дислокационных структур (рис. 1.14б).

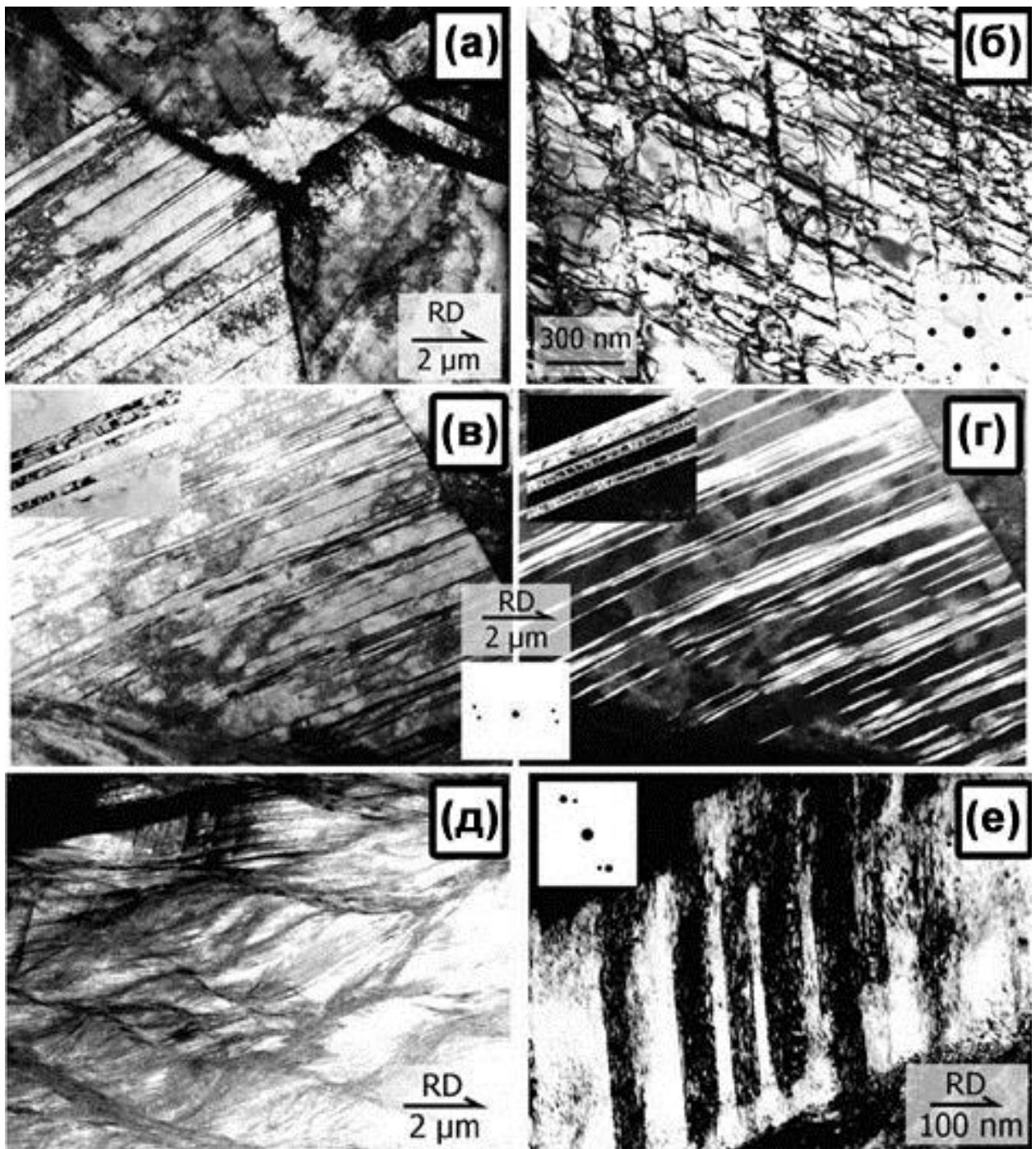


Рисунок 1.14 – Эволюция микроструктуры стали Fe-30Mn-3Al-3Si (RD – направление прокатки)

При степени деформации $\varepsilon=0.21$ практически каждое зерно накапливает деформацию за счёт активации систем двойникования (рис. 1.14в). Двойникование в качестве доминантного механизма деформации приводит к наноразмерной слоистой структуре из-за малой толщины двойников деформации, составляющей от 50 до 100 нм (рис. 1.14г), между такими двойниками находятся дислокации. При степени деформации $\varepsilon=0.21$ двойники, образовавшиеся на предыдущих стадиях, начинают гнуться в

направлении прокатки (рис. 1.14в, г). При больших степенях деформации достаточно трудно определять активные механизмы деформации в зёдрах. Исследования на просвечивающем электронном микроскопе показали полосчато-пластинчатую структуру при степени деформации равной 1.05 (рис. 1.14д). Некоторые из этих пластин содержат двойники деформации (рис. 1.14е).

Интенсивная пластическая деформация является одним из наиболее перспективных методов получения нанокристаллических материалов с повышенными свойствами [73–81]. В работе Тимохиной с соавторами было продемонстрировано, что интенсивная пластическая деформация методом равноканального углового прессования (РКУП) при повышенных температурах является весьма эффективным методом измельчения зерен в TWIP сталях [82]. Измельчение зерен до субмикронных значений позволило одновременно повысить как прочность, так и пластичность стали Fe-0.61C-22.3Mn-0.19Si-0.14Ni-0.27Cr. В отожженном состоянии сталь обладает высокой пластичностью в 123% и времененным сопротивлением разрыву на уровне 930 МПа. Первый проход РКУП при 400°C привел к снижению пластичности до 44% и увеличению временного сопротивления разрыву до 1290 МПа (таблица 1.3). Второй проход РКУП обеспечил рост σ_b до 1700 МПа, а удлинение до разрыва упало до 24%. Дальнейшая обработка РКУП привела к снижению σ_b до 1700 МПа. При этом предел текучести повысился за 3 прохода с 312 до 1480 МПа.

Таблица 1.3. Значения $\sigma_{0,2}$, σ_b и δ TWIP стали после Fe-0.61C-22.3Mn-0.19Si-0.14Ni-0.27Cr РКУП

Проходы РКУП	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
0	312	930	123
1 проход (400 °C)	980	1286	44
2 прохода (400 °C + 300 °C)	1250	1702	24
3 прохода (400 °C + 300 °C + 300 °C)	1480	1624	21
4 прохода (400 °C + 400 °C + 400 °C + 400 °C)	1290	1573	25

Основным отличием между эволюцией микроструктуры в процессе прокатки и при РКУП при повышенных температурах заключается в образовании полос, разбивающих исходные аустенитные зерна на наноразмерные кристаллиты. При РКУП разбиение происходит в результате образования широких полос локализованной деформации параллельных плоскостям {111} аустенитной матрицы. Схожие полосы деформации были

обнаружены в некоторых других материалах при интенсивной деформации [83]. Взаимодействие между некопланарным набором полос деформации приводит к разделению первичных полос деформации вторичными или третичными полосами деформации на кристаллиты приблизительно прямоугольной формы размером от 0,3 до 0,6 мкм. Средняя разориентировка границ полос локализованной деформации возрастает с ростом деформации, и эти границы становятся высокоугловыми, в результате чего образуются зерна. Внутри этих зерен были найдены субграницы, расстояние между которыми составляет 50 ± 10 нм. Наряду с образованием наноразмерных субграниц после 4го прохода РКУП внутри субмикронных зерен было отмечено деформационное двойникование. Такое поведение является нехарактерным, поскольку ЭДУ данной стали при 400°C превышает значения 40 мДж/м^2 и деформационное двойникование должно быть подавлено. Однако, как было показано в некоторых публикациях Жу с соавторами [84, 85], в отличии от других материалов [74] образование ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры в TWIP сталях может способствовать образованию двойников. Так, деформационное двойникование по особому механизму обеспечивает высокий уровень пластичности TWIP сталей в УМЗ состоянии.

Холодная прокатка является одним из самых доступных способов повышения прочностных свойств TWIP сталей, однако, при этом возникают два недостатка: резкое снижение деформационного упрочнения и возникновение анизотропии свойств. Для устранения данных недостатков Хаазе с соавторами [86] исследовали влияние отжигов на микроструктуру и механические свойства стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, подвергнутой холодной прокатке с обжатием в 30%. Сталь была подвергнута отжигу при 630°C в течение 10 минут для получения структуры после возврата и на 700°C в течение 15 минут для получения рекристаллизованной структуры. Сталь после холодной деформации показала наивысший предел текучести, но также и самое низкое равномерное удлинение, 882 МПа и 15%, соответственно (рис. 1.15). После отжига на возврат предел текучести снизился до 640 МПа, а пластичность возросла на 10%. Рекристаллизационный отжиг привел к падению предела текучести до 312 МПа, а пластичность возросла до 56%, в результате чего было показано, что отжиг на возврат позволяет достичь оптимальных сочетаний прочности и пластичности в холоднокатанных стальных листах, а рекристаллизационный отжиг приводит к свойствам, близким к свойствам исходного горячекатаного материала.

Схожую работу, но захватив более широкий интервал деформаций и температур, выполнили Дини с соавторами для стали Fe-31Mn-3Al-3Si [87]. Данная сталь была подвергнута холодной прокатке с обжатиями 60, 70 и 80% с последующим отжигом в

интервале 500-700°C. авторы показали, что частичная рекристаллизация позволяет достичь интересной комбинации временного сопротивления разрыву и пластичности. Также было показано, что исходный материал и образцы после полной рекристаллизации практически не различаются по механическим свойствам, тогда как образцы после отжига на возврат имеют свойства, схожие со свойствами деформированного материала (рис. 1.16).

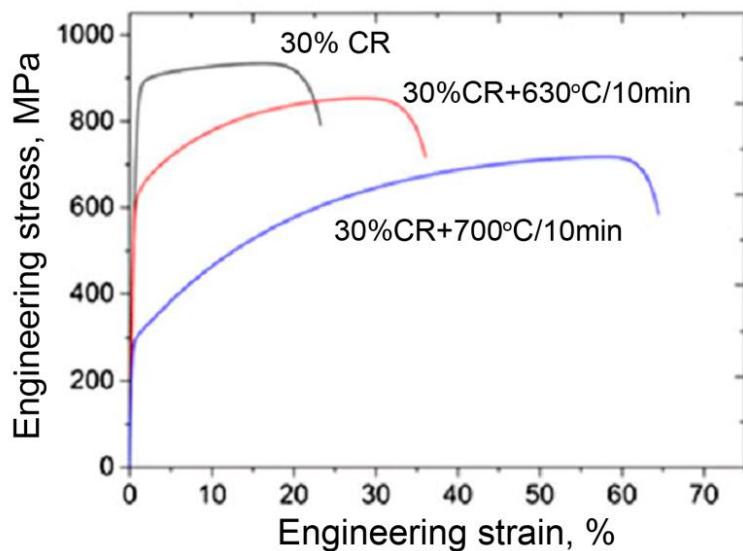


Рисунок 1.15 – Кривые течения для стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в различных состояниях.
CR – холоднокатаный, min – минута.

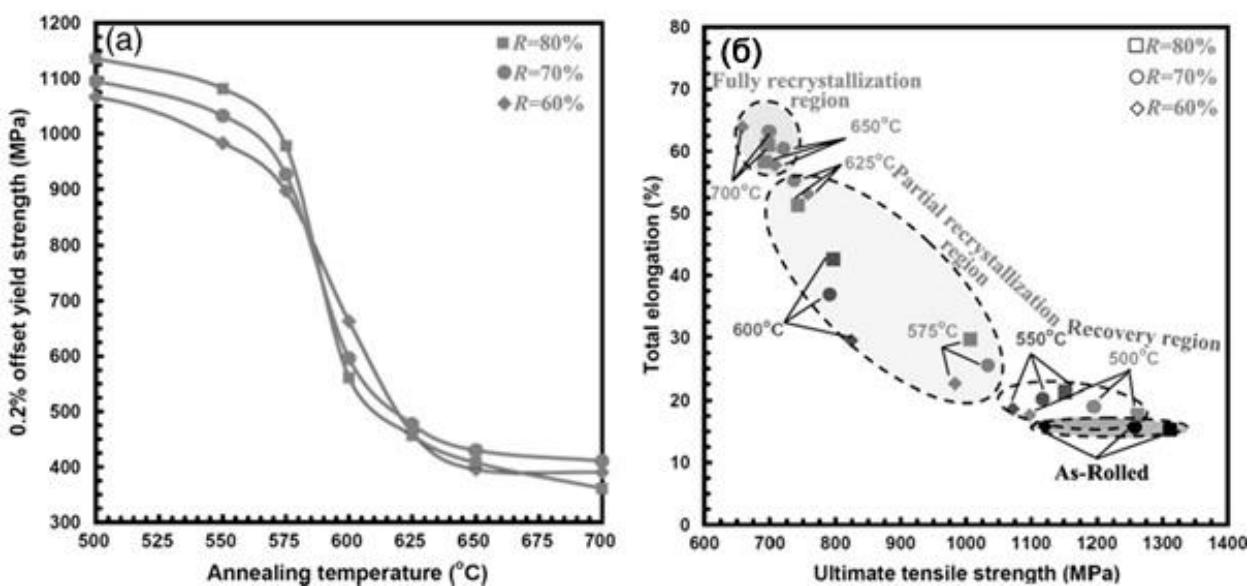


Рисунок 1.16 – влияние температуры отжига (annealing temperature) на (а) предел текучести стали (0.2% offset strength) и (б) сочетание между пределом прочности и полным удлинением для образцов после различной степени обжатия (R) (total elongation – полное удлинение, fully recrystallized region – область полной рекристаллизации, partially

recrystallized region - область частичной рекристаллизации, recovery region – область возврата, as rolled – после прокатки)

Влияние отжига на микроструктуру и механические свойства холоднокатаной стали Fe-24Mn-3Al-2Si-1Ni-0.06C было исследовано Сантосом с соавторами [88]. Было показано, что в стали, отожженной в интервале от 600 до 850°C в течение 300 с после холодной прокатки с обжатием 42%, статический возврат и статическая рекристаллизация начинаются после 600 и 650°C, соответственно (рис. 1.17). Было показано падение временного сопротивления разрыву с 1080 МПа до 662 МПа и увеличение удлинения с 14% до 66%. Авторы связывают это с возникновением полностью рекристаллизованной структуры после отжига на 850°C. В состоянии после возврата сталь показала временное сопротивление разрыву на уровне 935 МПа и удлинение в 32%.

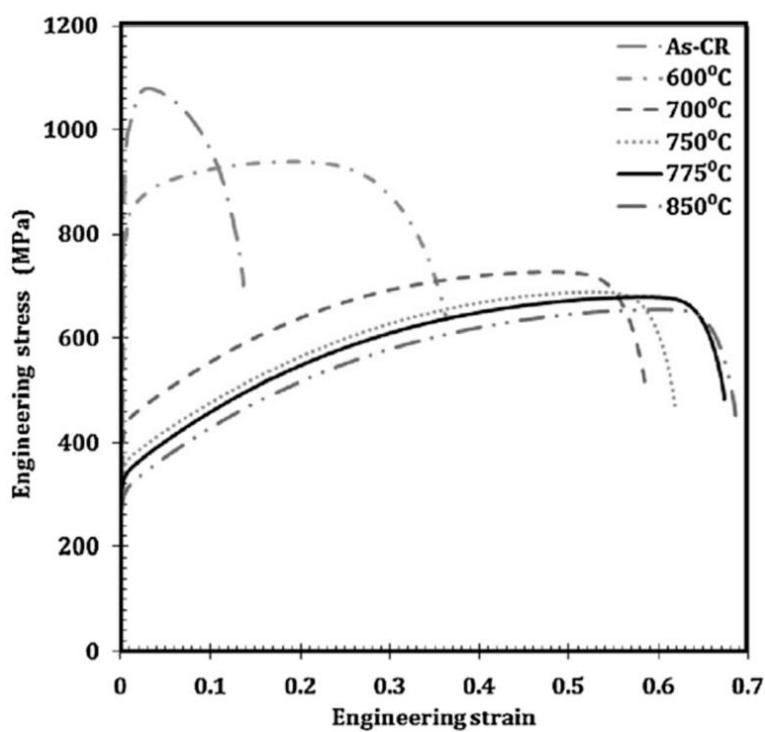


Рисунок 1.17 – Кривые течения стали Fe-24Mn-3Al-2Si-1Ni-0.06C после холодной прокатки и отжигов (engineering stress – условное напряжение, engineering strain – относительное удлинение, As-CR – после прокатки)

Исследование влияния микроструктуры на механические свойства материалов является начальной точкой микроструктурного дизайна. Зависимость предела текучести от размера зерна в рекристаллизованном состоянии широко изучена и в основном подчиняется закону Холла-Петча [89–93]. Различный размер зерна был экспериментально

получен в TWIP сталях при помощи прокатки и отжигов [87, 88, 94]. Минимальный размер зерна в этих работах составил около 2 мкм, однако, стоит отметить работы Кояма с соавторами [95] и Саха с соавторами [96]. В работе Кояма в стали Fe-17Mn-0.6C методом прокатки в калибрах при 500°C был получен средний размер зерна в 460 нм, а в работе Саха после прокатки с обжатием 92% в стали Fe-31Mn-3Si-3Al после отжигов в течение 3, 5 и 30 минут был получен размер зерна в интервале от 350 до 540 нм. В результате такого сильного измельчения зерна эти стали показывают гораздо более высокие значения предела текучести при комнатной температуре (рис. 1.18). Также показано, что сталь Fe-17Mn-0.6C обладает высокими свойствами при пониженной температуре при 123K (рис. 1.19). авторы предполагают, что основной причиной повышенных криогенных свойств стали Fe-17Mn-0.6C с УМЗ структурой является подавление α' и ε -мартенситного превращения. Хрупкое разрушение в сталях системы Fe-Mn-C обусловлено образованием ε -мартенсита, а границы α' и ε -мартенсита служат местами зарождения и распространения трещин. Измельчение размера зерна до субмикронных значений подавляет образование ε -мартенсита и таким образом увеличивает пластичность TWIP стали.

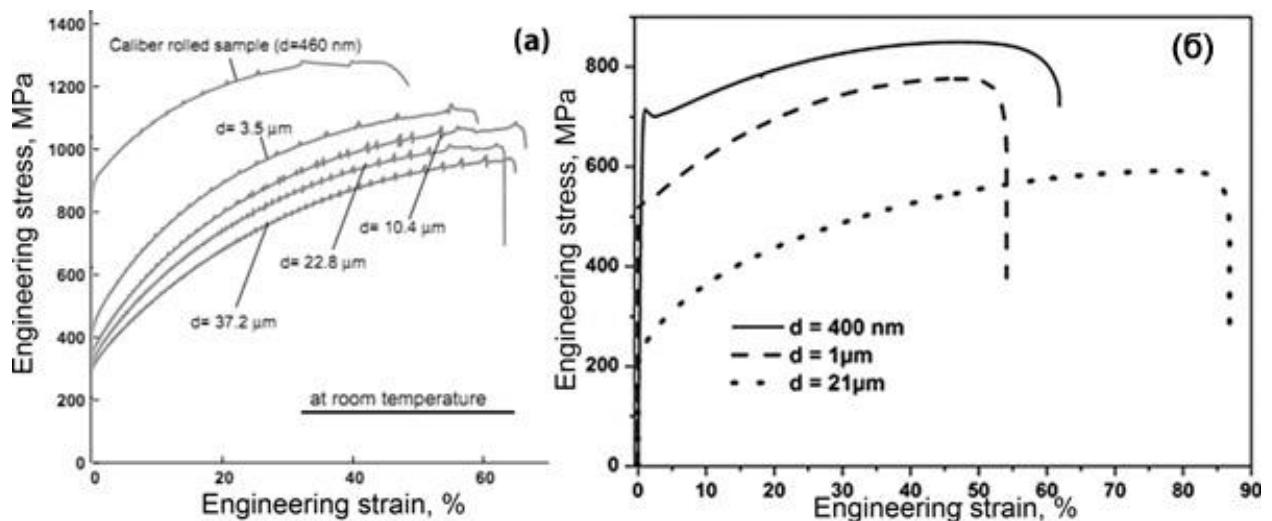


Рисунок 1.18 – Кривые течения сталей Fe-17Mn-0.6C (а) и Fe-31Mn-3Si-3Al (б) с различным размером зерна. (engineering stress – условное напряжение, engineering strain – относительное удлинение, at room temperature – при комнатной температуре, caliber rolled sample – образец после прокатки в калибрах, μm - мкм)

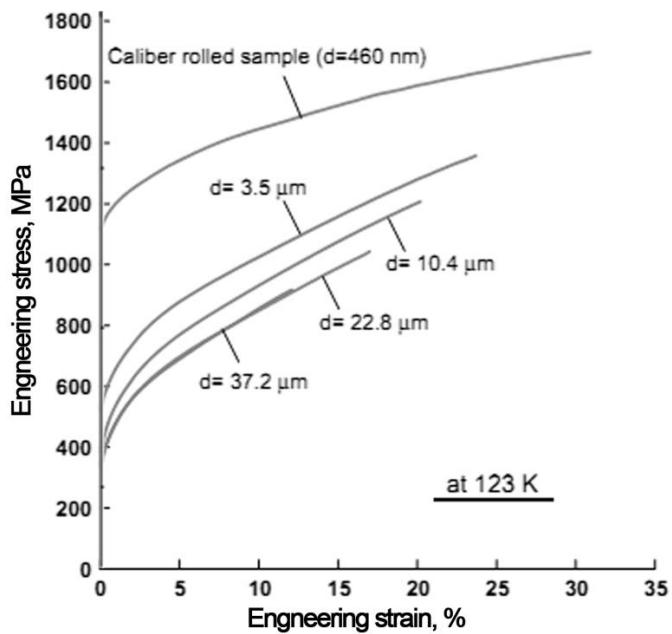


Рисунок 1.19 – Кривые течения стали Fe-17Mn-0.6C с различным размером зерна при температуре 123К (engineering stress – условное напряжение, engineering strain – относительное удлинение, at 132K – при температуре 123К, caliber rolled sample – образец после прокатки в калибрах, μm - мкм)

1.6 Постановка задач исследования

Согласно анализу литературных данных, существует возможность значительно повысить прочностные свойства TWIP сталей, применяемых для производства различных структурных компонентов автомобильной промышленности, различными методами пластической деформации. Наиболее применимым методом для получения полуфабрикатов в виде листов является прокатка. Также в ряде работ продемонстрированы уникальные механические свойства сталей, обработанных методом РКУП, такие как сочетание высоких значений прочности и пластичности. Однако, на сегодняшний день этот метод является достаточно сложным в исполнении и не позволяет получить листовой продукт. До настоящего времени комплексные работы, в которых было бы детально рассмотрено влияние холодной прокатки и последующих отжигов на получаемую микроструктуру и механические свойства материала, не проводились. Кроме того, отсутствуют данные по исследованиям деформационного упрочнения сталей с эффектом TWIP в деформированном состоянии. Роль наноразмерных двойников деформации и дислокационной структуры в деформационном упрочнении сталей на сегодняшний день является предметом дискуссий.

Согласно имеющимся представлениям, механизмы деформации в сталях с эффектом TWIP определяются величиной энергии дефектов упаковки. Однако, до сих пор не было проведено детальных исследований механического поведения сталей, имеющих одинаковые значения энергии дефектов упаковки, но различный химический состав.

В этой связи детальные исследования микроструктуры и механических свойств высокомарганцевых сталей в процессе холодной деформации и последующих отжигов, а также установление связи между структурой и механическим поведением является важной научной и практической задачей.

В соответствии с вышеизложенным сформулированы следующие задачи:

1. Изучить влияние холодной прокатки с различными степенями обжатия и температуры последеформационных отжигов на структурные изменения высокомарганцевых сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al.
2. Изучить влияние структуры на механические свойства, оценить вклады структурного и дислокационного упрочнения высокомарганцевых сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al.
3. Изучить стадийность пластической деформации (продолжительность и интенсивность деформационного упрочнения на разных стадиях пластического течения) в зависимости от исходного структурного состояния и содержания углерода и марганца в высокомарганцевых сталях.

ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Материалы исследования

Для проведения основных исследований были выбраны высокомарганцевые стали аустенитного класса Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al. Стали в исходном состоянии были подвергнуты горячей прокатке при температуре 1150°C и последующему отжигу температуре 1150°C в течение 1 ч. Химический состав обеих сталей приведен в таблице 2.1. Составы сталей выбраны таким образом, чтобы иметь равное значение энергии дефектов упаковки, составляющее 29 мДж/м² (рис. 2.1)

Таблица 2.1. Химический состав сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, вес. %

Сталь	C	Mn	Al	Si	Cr	S	P	Fe
Fe-18Mn-0.6C-1.5Al	0.62	17.5	1.5	0.03	0.04	0.007	0.017	ост.
Fe-23Mn-0.3C-1.5Al	0.3	23.1	1.5	0.09	0.08	0.006	0.017	ост.

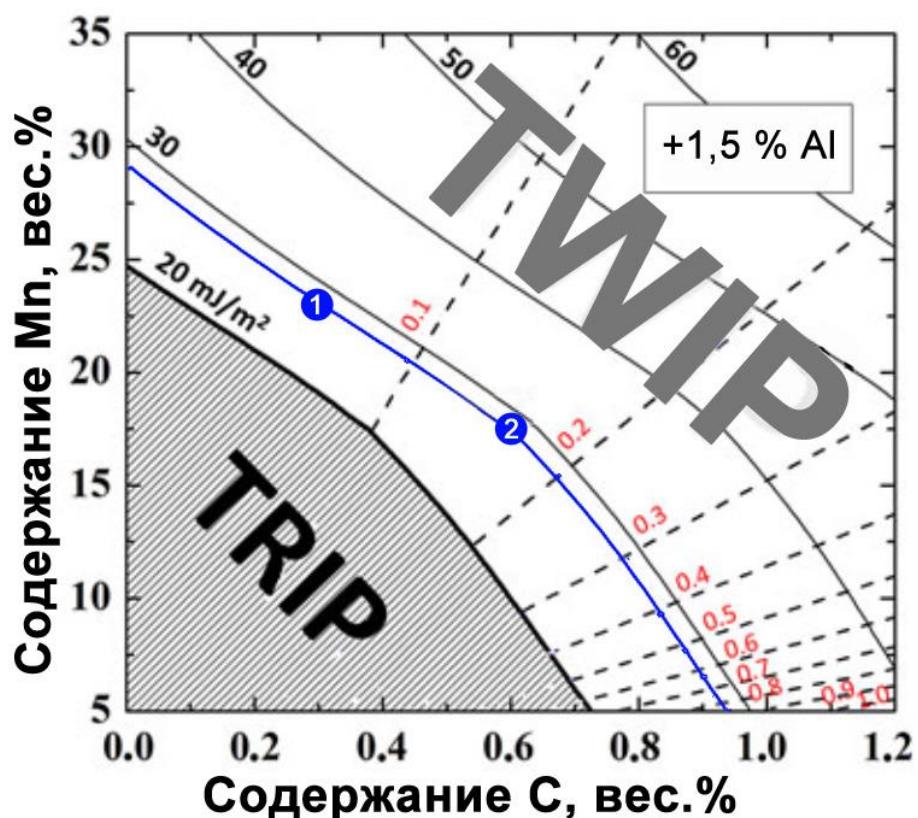


Рисунок 2.1 – Сечение диаграммы зависимости ЭДУ высокомарганцевых сталей от химического состава при Al = 1,5 вес.%. Точками 1 и 2 обозначены стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al и Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, соответственно

2.2 Методики эксперимента

2.2.1 Методика холодной прокатки

Для получения листовых заготовок была использована холодная прокатка при комнатной температуре. Схема проведения продольной прокатки представлена на рисунке 2.2.

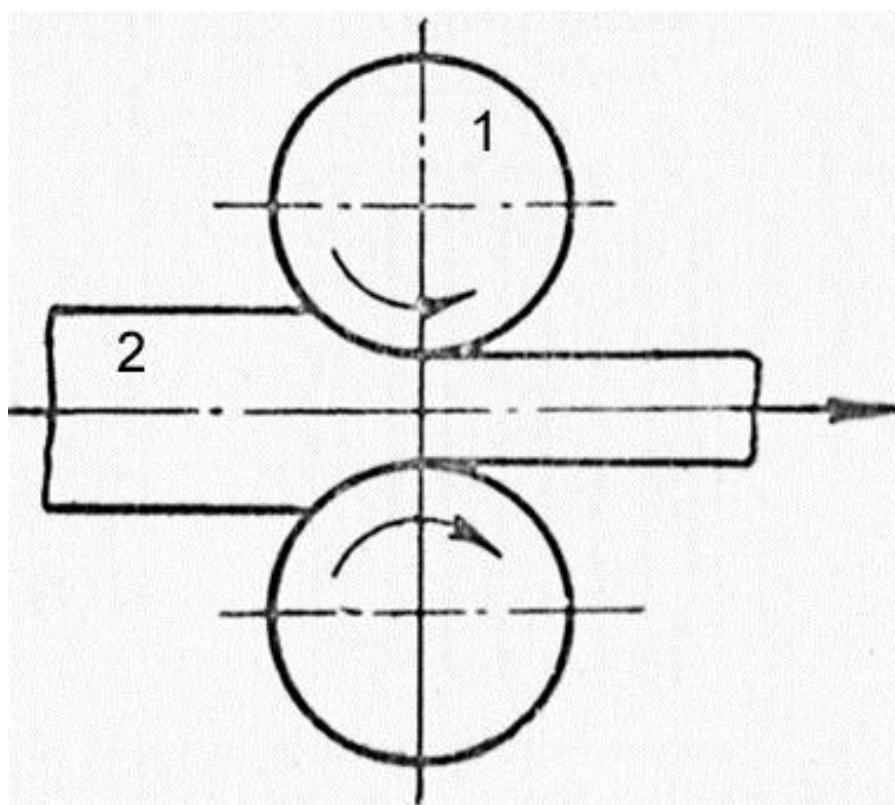


Рисунок 2.2 – Принципиальная схема листовой прокатки. 1 – валки, 2 – обрабатываемый лист

Пластическую обработку TWIP-стали методом листовой прокатки проводили на реверсивном двухвалковом прокатном стане фирмы HANKOK M-TECH INDUSTRIES CO LTD марки 2 HI ROLLING MILL DRAWING с диаметром валков $\varnothing 350$ мм. Образцы исходных размеров $20 \times 40 \times 10$ мм были деформированы с толщины 10 мм до 8, 6, 4 и 2 мм, что соответствует 20, 40, 60 и 80% сужения при прокатке. Шаг деформации составил 10%, скорость прокатки составила 10 м/мин.

2.2.2 Методика термической обработки

Отжиг образцов высокомарганцевых сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, прокатанных до различных степеней деформации, выполнялся в интервале температур 400-900°C в электрической печи LT 5/12/B180 Nabertherm CmbH в течение 20 минут. По истечении необходимого времени изъятие образцов из печи осуществлялось быстро с соблюдением мер безопасности и с последующей закалкой образцов в воду.

2.2.3 Методы исследования структуры

Оптическая металлография. Металлографический анализ проводили с помощью оптического микроскопа Olympus GX-70. Структуру сталей выявляли после механической шлифовки, полировки и электролитического травления в растворе 90% уксусной кислоты и 10% хлорной кислоты при режиме: $t=20^{\circ}\text{C}\pm5^{\circ}\text{C}$, $U\approx30\pm5$ В при стабилизации тока по напряжению. Образцы последовательно промывали в дистиллированной воде и в ацетоне и тщательно просушивали.

Электронно-микроскопические исследования. Для проведения электронно-микроскопических исследований и выявления тонкой структуры сталей были приготовлены тонкие фольги. Для получения фольг из деформированных образцов в плоскости, определяемой направлением прокатки и нормалью к плоскости прокатки, при помощи станка электроэррозионной резки была вырезана пластина толщиной 0,3 мм. Данная пластина механическим методом утонялась до толщины 0,1-0,2 мм, после чего из нее вырезался диск диаметром 3 мм. Окончательное утонение до толщины 80-100 нм было произведено методом струйной полировки на установке "Tenupol-3" в электролите состава: 90% уксусной кислоты и 10% хлорной кислоты. Процесс утонения производили в режиме: $t=20^{\circ}\text{C}\pm5^{\circ}\text{C}$, $U\approx25$ В при стабилизации тока по напряжению до образования отверстия. После утонения фольги последовательно промывали в дистиллированной воде и в ацетоне и тщательно просушивали.

Тонкую структуру была изучена при помощи просвечивающего электронного микроскопа JEM-2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Для обеспечения достоверности результатов на каждое состояние было приготовлено и изучено по 3-4 фольги с различных участков образцов, в работе приведены наиболее типичные микроструктуры, развивающиеся в образцах после термомеханической обработки. Количественный анализ параметров структуры проводили методом секущих по темнопольным снимкам на пяти полях зрения.

Средний размер t двойников деформации определяли по формуле:

$$t = \sum T_i/n, \quad (2.1)$$

где T_i - толщина i -го двойника, измеренная по линии, перпендикулярной его границам, n - число измеренных двойников.

Среднее расстояние D между границами двойников деформации определяли по формуле:

$$D = \sum D_i/n, \quad (2.2)$$

где D_i – расстояние между границами соседних двойников, измеренное по линии, перпендикулярной его границам, n - число измеренных расстояний.

Плотность решеточных дислокаций оценивали по формуле:

$$\rho = \frac{N}{2F}, \quad (2.3)$$

где N – число выходов дислокаций на поверхность, площадь которой равна F .

Анализ разориентировок (суб)зеренных границ проводился посредством метода анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (electron back scattered diffraction (EBSD)), полученных на сканирующем электронном микроскопе Quanta-600, с помощью программы TSL OIM Analysis 5. Границы с углом разориентировки менее 2° в исследованиях не учитывались.

Для определения среднего размера зерен на фотографию микроструктуры было нанесено не менее 10 секущих линий и подсчитано число пересечений секущих с границами зерен. Средний условный диаметр зерна (d_{cp}) определяется по формуле (3):

$$d_{cp} = L/(n-1) \quad (2.4)$$

где L - суммарная длина всех отрезков в мкм; n - общее число пересечений секущих с границами зерен.

Анализ дифракционных картин в просвечивающем электронном микроскопе проводился при помощи измерения расстояния от центрального рефлекса до других рефлексов, присутствующих на дифракционной картине. Плоскости, соответствующие наблюдаемым рефлексам, определялись по межплоскостному расстоянию и углами между рефлексами. Межплоскостное расстояние определялось по формуле:

$$R_{hkl} = \lambda L / d_{hkl}. \quad (2.5)$$

где R_{hkl} – длина вектора обратной решетки (расстояние центрального рефлекса до других рефлексов), λ – длина волны электронов, L – дифракционная длина, d_{hkl} – межплоскостное расстояние семейства плоскостей $h k l$.

Индексы плоскостей hkl определялись из соотношения между межплоскостным расстоянием d_{hkl} и параметром решетки a . Для кубической решетки данное соотношение выглядит следующим образом:

$$h^2 + k^2 + l^2 = a^2 / d_{hkl}^2 \quad (2.6)$$

Измерялся угол между двумя выбранными для анализа векторами обратной решетки и этим векторам приписывались знаки и индексы в соответствии со значением угла. Знаки и положение индексов находили путем сравнения измеренного угла между векторами обратной решетки с рассчитанным углом:

$$\cos \alpha = (\mathbf{g}_1 \mathbf{g}_2) / (|\mathbf{g}_1| |\mathbf{g}_2|) \quad (2.7)$$

Остальные рефлексы, присутствующие на дифракционной картине, рассчитывались при помощи правил сложения векторов.

2.2.4 Механические испытания

Испытания на растяжение. Механические испытания проводили при комнатной температуре на универсальной испытательной машине Instron 5882 следующих образцов:

- сталей в исходном состоянии;
- сталей, подвергнутых холодной прокатке с обжатием от 20 до 80%;
- сталей, подвергнутых холодной прокатке с обжатием от 20 до 80% и последующим отжигом в интервале температур 400-900°C;

Испытания проводили в соответствии с ГОСТ 1497- 84 на плоских образцах. Размер образцов – длина рабочей части 12 мм, сечение 3x1,5 мм². Образцы вырезались из плоскости прокатанного листа по направлению прокатки. После проведения испытаний количественные характеристики полученных свойств, таких как: временное сопротивление разрушению (σ_b), предел текучести ($\sigma_{0,2}$) и относительное удлинение

оценивали по методике в соответствии с ГОСТ 1497-84. Для получения достоверных результатов испытывалось не менее трех образцов на точку.

Измерение микротвердости по Виккерсу. Для измерения микротвердости по Виккерсу поверхность образцов высокомарганцевых сталей была специально подвергнута механической шлифовке, в результате чего были получены плоскопараллельные поверхности без царапин.

Измерение микротвердости производилось по ГОСТ 9450-76 на цифровом микротвердомере Micro Vickers Hardness Tester digital auto turret (model 402 MVD) с заданной величиной нагрузки 3Н (HV0,3) и временем выдержки 10 сек. Количество отпечатков на каждом образце было не менее десяти.

2.2.5 Методика определения плотности дислокаций рентгеновским методом

Для анализа параметров дислокационной структуры, возникающей в процессе холодной деформации сталей, был использован метод рентгеноструктурного анализа (PCA), поскольку он обеспечивает характеристики для всего образца. В PCA при исследовании дефектной структуры проводился анализ профилей дифракционных пиков: по уширению дифракционных линий определяли вклады, связанные с размерами областей когерентного рассеяния (OKP) и микронапряжениями (напряжениями второго рода).

Для определения напряжений второго рода используется метод Уильямсона-Холла (WH) [97], основанный на учете взаимосвязи между шириной пика на полувысоте (β), микро-напряжениями (ε) и размером OKP (D):

$$\beta \frac{\cos\theta}{\lambda} = \frac{2\varepsilon \cdot \sin\theta}{\lambda} + \frac{K}{D} \quad (2.5)$$

где β - ширина линии на полувысоте пика после коррекции инструментальной ошибки, θ брэгговский угол, K – постоянная Шерера, λ - длина волны рентгеновского излучения. Данные для β получали для пиков аустенита (111) и (222). Инструментальная ошибка b была определена при измерении ширины линии на полувысоте эталона. В таком случае β рассчитывается по формуле:

$$\beta^2 = B^2 - b^2 \quad (2.6)$$

где B – ширина линий образца, b – ширина линий эталона.

Плотность дислокаций в этом случае рассчитывается по формуле (2.7):

$$\rho = \frac{3\sqrt{2\pi} \cdot \varepsilon}{Db} \quad (2.5)$$

где b – вектор Бюргерса ($2,4 \times 10^{-10}$ м).

Образцы перед исследованием механически шлифовали на приборе Labopol 5, используя наждачную бумагу, постепенно переходя от более крупной к более мелкой по зернистости наждачной бумаги. После изменения зернистости наждачной бумаги образец поворачивали на 90° по отношению к предыдущему направлению шлифования. Далее образцы полировали на суконных кругах, используя алмазные пасты с различным размером дисперсных частиц от 6 до 3 мкм. После чего образец подвергали электрохимической полировке. Электрохимическую полировку проводили при температуре 20°C при напряжении 25 В в течение 15 с. Электролит состоял из 90% уксусной кислоты (CH_3COOH) и 10% хлорной кислоты (HClO_4).

В данном исследовании рентгеновский анализ проводился на дифрактометре Rigaku Ultima 4 с CuK_α излучением в диапазоне углов от 20 до 100° . В качестве эталона использовалась сталь 20 после полного отжига.

ГЛАВА 3 СТРУКТУРА ВЫСОКОМАРГАНЦЕВЫХ СТАЛЕЙ ПОСЛЕ ХОЛОДНОЙ ПРОКАТКИ И ОТЖИГОВ

В настоящее время в автомобильной промышленности существует потребность в новых высокопрочных сталях [15]. Высокомарганцевые аустенитные стали с эффектом пластичности, наведенной двойникованием, обладают наиболее привлекательной комбинацией временного сопротивления разрушению и относительного удлинения, но низкими значениями предела текучести [92, 98–100].

Данная глава посвящена влиянию степени обжатия при холодной прокатке и температуры последующего отжига на структуру высокомарганцевых сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al.

3.1 Структура сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после холодной прокатки

Предварительная деформационно-термическая обработка, заключающаяся в горячей прокатке при температуре 1150°C и последующем отжиге при температуре 1150°C в течение 1 часа привела к возникновению в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al полностью аустенитной структуры с достаточно равносными зернами с большим количеством двойников отжига. EBSD-карты микроструктуры сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном состоянии и распределение границ зерен по углам разориентировки приведены на рисунке 3.1.

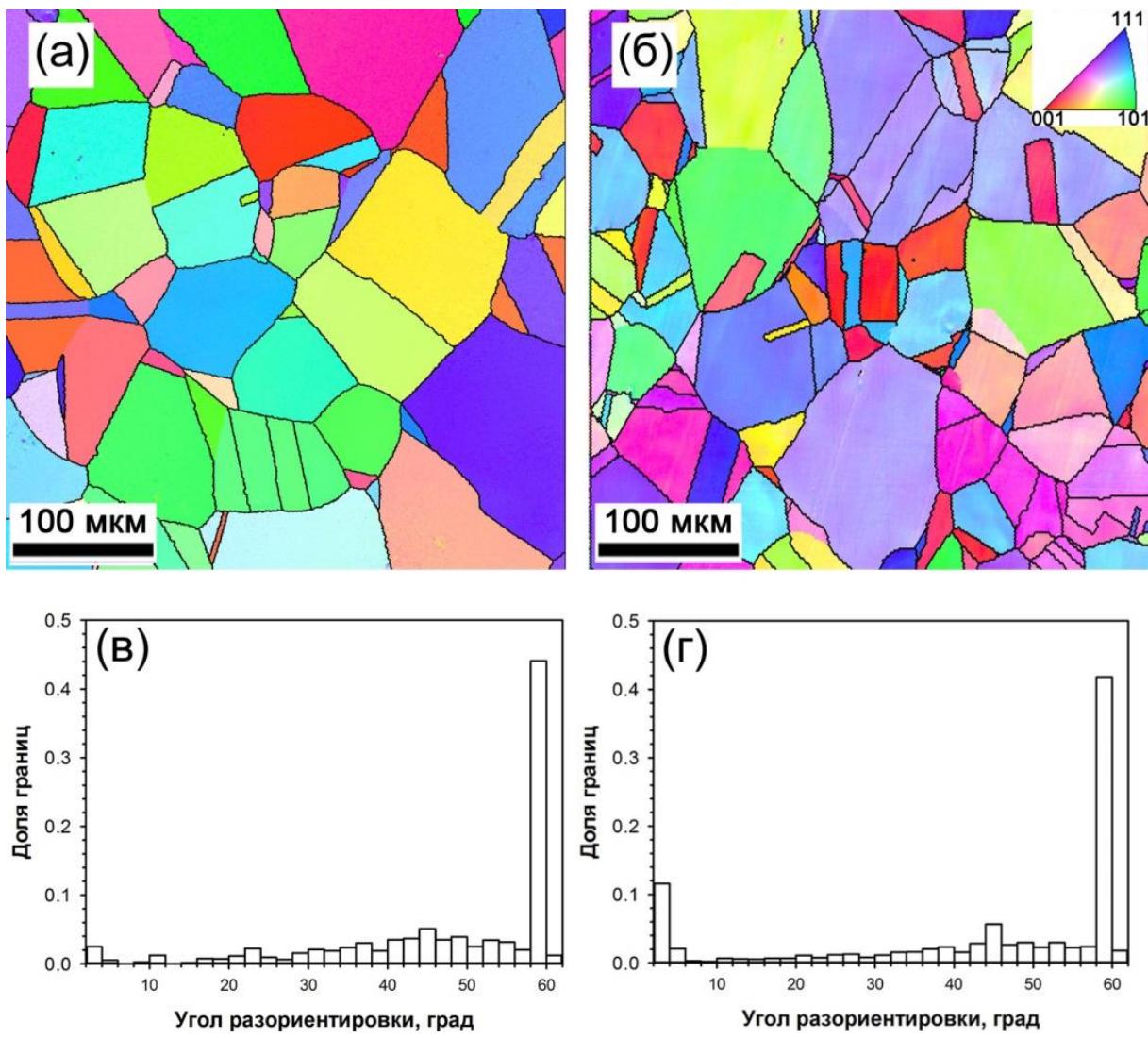


Рисунок 3.1 – Микроструктура (а,б) и распределение границ зерен по углам разориентировки (в,г) сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а,в) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б,г) в исходном крупнозернистом состоянии

Средний размер зерен составляет для сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном состоянии составил 42 и 24 мкм, соответственно. Доля специальных границ или границ двойникового типа $\Sigma 3$ равна 0,44 и 0,42, соответственно, для сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (рис. 3.1.).

Холодная прокатка с обжатием 20% привела к вытягиванию исходных аустенитных зерен в обеих сталях вдоль направления прокатки. Помимо этого в благоприятно ориентированных зернах наблюдалось образование прямых полос (рис. 3.2а,б).

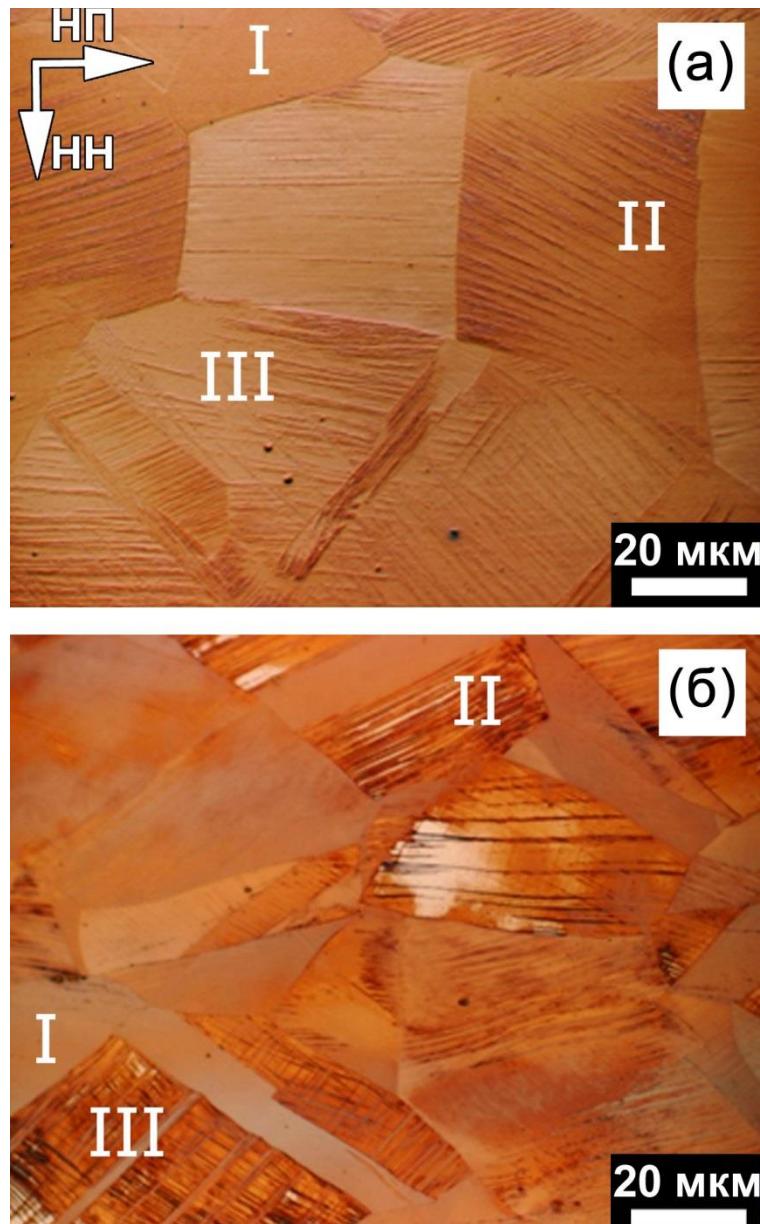


Рисунок 3.2 – Микроструктура сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б) после прокатки с 20% обжатия. НП – направление прокатки, НН – направление нормальное к плоскости листа

Детальные исследования особенностей этих полос (рис. 3.3) показали, что некоторые из них являются двойниками деформации, о чем свидетельствует профиль разориентировок по линии 1 с большим числом пиков в 60° на рис. 3.3, соответствующим специальным границам $\Sigma 3$ деформационных двойников [101], другие – линиями скольжения дислокаций. Планарное скольжение ведет к образованию деформационных полос, окруженных малоугловыми границами, что подтверждается малоугловыми (до 5°)

разориентировками по линии 2 с малоугловыми разориентировками до 5° (профиль разориентировки по линии 2 на рис. 3.3).

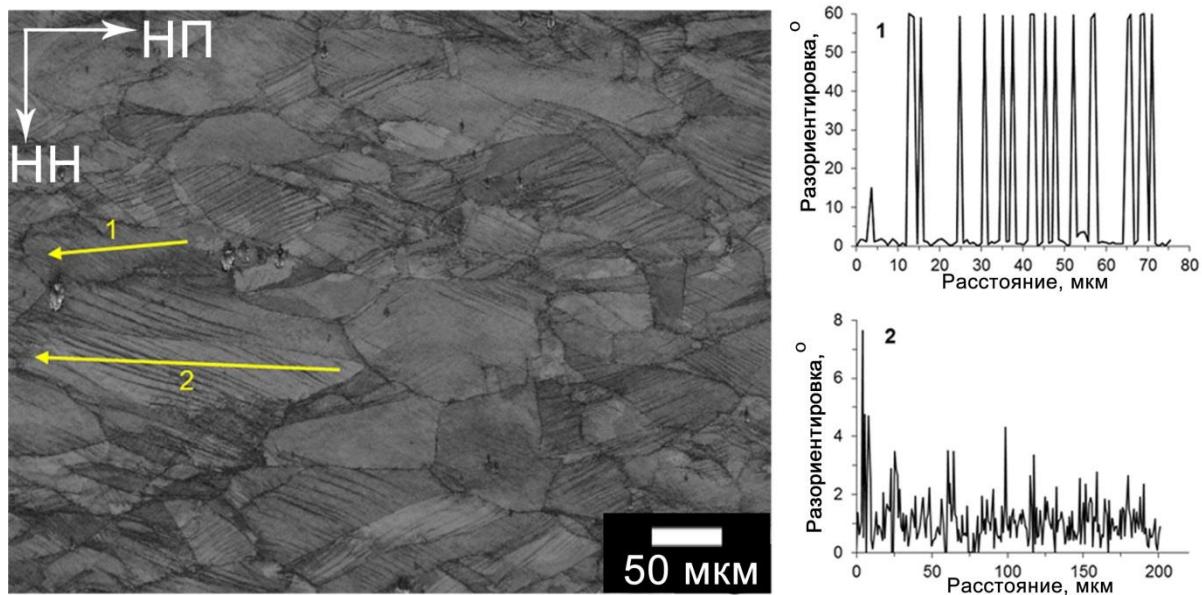


Рисунок 3.3 – Микроструктура стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после 20% обжатия при прокатке и профили разориентировок, взятые по линиям 1 и 2

На данном этапе деформации в микроструктуре сталей могут быть выделены 3 типа зерен (рис. 3.2) в зависимости от наличия в них деформационных двойников. В зернах типа I двойники деформации отсутствуют. В зернах типа II присутствуют двойники одной системы двойникования, в этих зернах прямые двойники чередуются с несдвойникованной матрицей. К типу III относятся зерна, в которых присутствуют двойники нескольких систем. Большинство зерен в обеих сталях были типа I и II, доля зерен типа III была меньшей.

Исследование тонкой структуры образцов сталей, деформированных с 20% обжатия, показало, что двойники деформации появляются в виде скоплений шириной 0,2-0,5 мкм тогда как отдельные двойники имеют толщину 20-40 нм (рис. 3.4). На обоих рисунках четко видны зерна типа I, II и III. Двойниковая ориентация подтверждается наличием дополнительных рефлексов на картине дифракции (вставка в левом нижнем углу на рисунке 3.4б). Темнопольное изображение, взятое с рефлекса $(1\bar{1}\bar{1})_{\text{дв}}$ (вставка в правом верхнем углу на рисунке 3.4б) подтверждает принадлежность дополнительных рефлексов двойникам деформации.

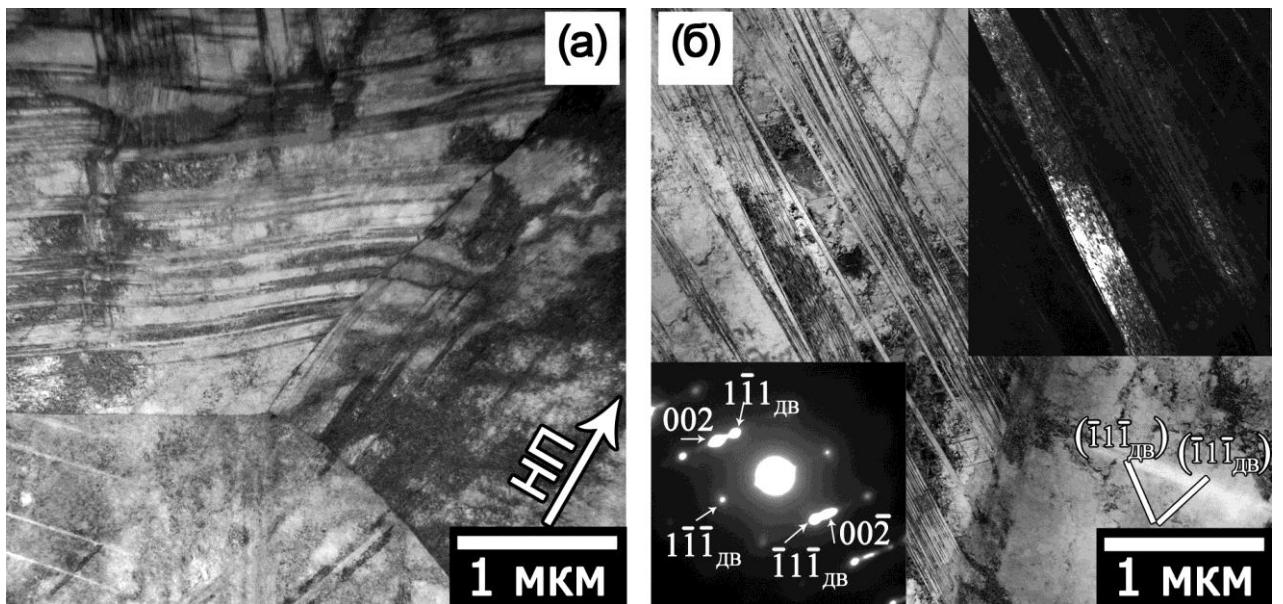


Рисунок 3.4 – Тонкая структура сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б) после прокатки с обжатием 20%. Вставка в левом нижнем углу на рисунке (б) показывает картинку дифракции, а в правом верхнем углу темнопольное изображение, взятое с рефлексом $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{\text{ДВ}}$. НП – направление прокатки, ДВ - двойник.

Дальнейшее увеличение обжатия при прокатке приводит к значительному увеличению числа деформационных двойников в обеих сталях (рис. 3.5). На данном этапе деформации двойники были обнаружены практически во всех зёрнах. Таким образом, деформированная микроструктура состояла из зерен типа II и III.

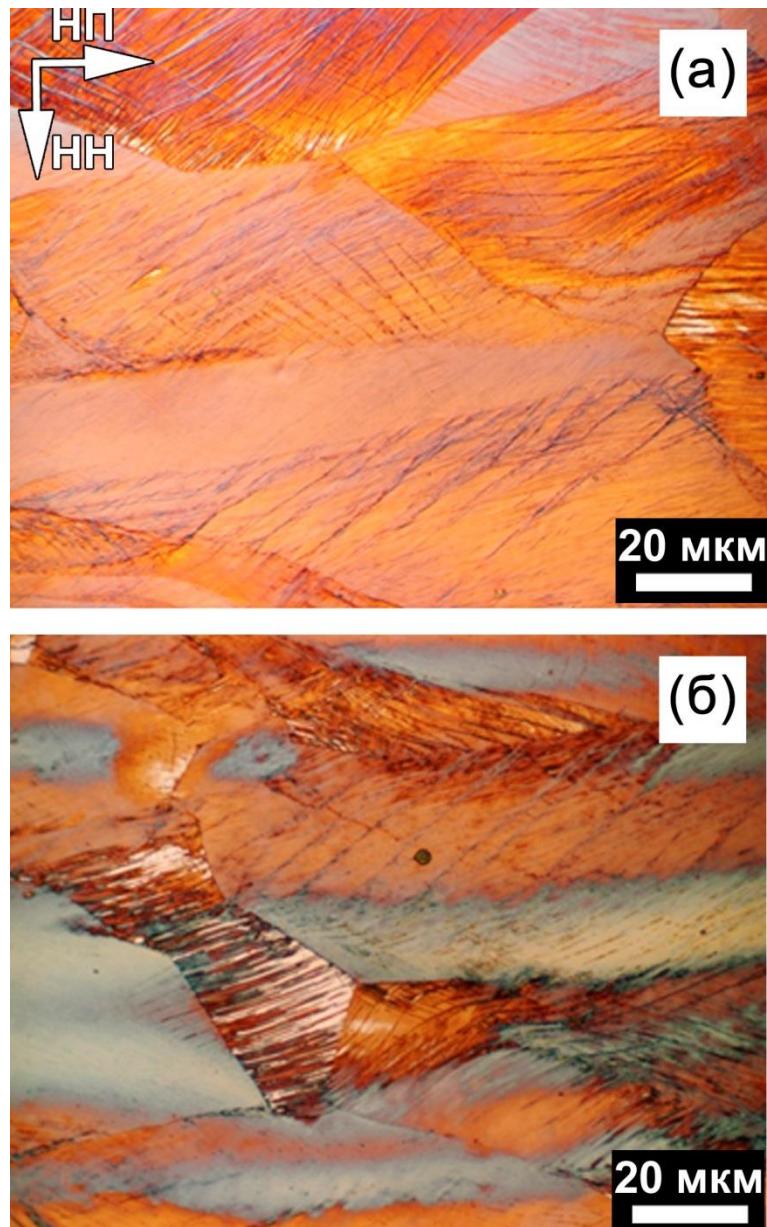


Рисунок 3.5 – Микроструктура сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б)
после прокатки с 40% обжатия

Было обнаружено, что вторичные деформационные двойники пересекают ранее образовавшиеся двойники. Пример микроструктуры сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, в которой развилось множественное деформационное двойникование по плоскостям $\{1\ 1\ 1\}$ приведен на рисунке 3.6. Угол между первичными и вторичными двойниками составил около 75° , что близко к углу $70,5^\circ$ между плоскостями двойникования $\{1\ 1\ 1\}$ в ГЦК решетке. В зернах типа III множественное деформационное двойникование привело к разбиению микроструктуры на кристаллиты в форме

параллелограммов (рис. 3.6). В зернах типа II интенсивное деформационное двойникование привело к развитию наноразмерной слоистой структуры.

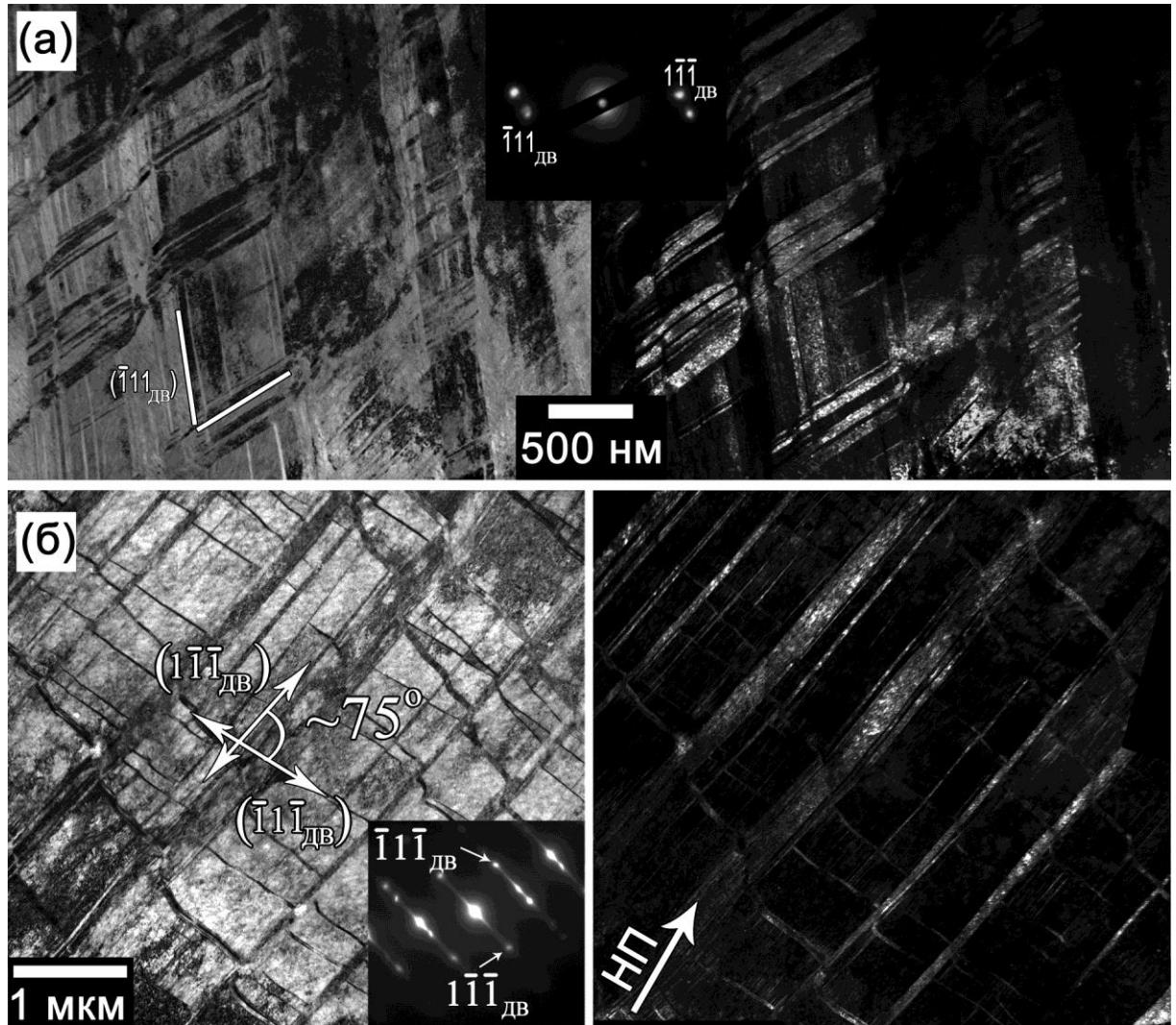


Рисунок 3.6 - Микроструктура сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б) после прокатки с 40% обжатия

Холодная прокатка с 60% обжатия еще больше увеличивает плотность деформационных двойников в обеих сталях. Границы деформационных двойников на данной стадии деформации выравниваются вдоль плоскости прокатки. Основной особенностью микроструктуры являются полосы микросдвига, аккумулирующие дальнейшую деформацию (рис. 3.7). Полосы микросдвига перерезают двойники деформации, образованные на предыдущих стадиях под углом $\sim 30^\circ$. Полосы микросдвига возникают в виде некристаллографических полос локализованной деформации и ориентированы вдоль плоскости $(\bar{1}1\bar{3})$ в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (рис. 3.8а) и вдоль

плоскости (244) в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (рис. 3.8б), что согласуется с данными, полученными в других работах, например [102, 103].

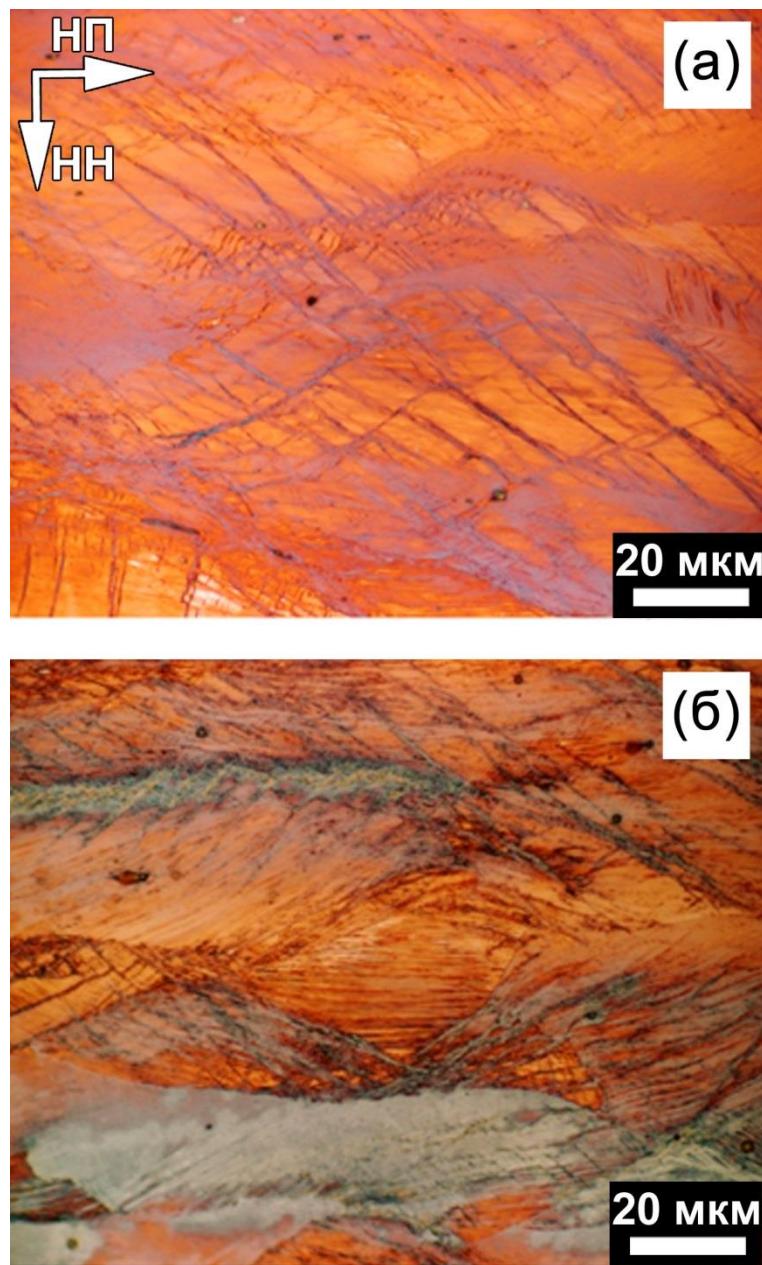


Рисунок 3.7 – Микроструктура сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б)
после прокатки с 60% обжатия

Исследования тонкой структуры также показали, что, несмотря на значительный разворот двойников деформации в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после 60% обжатия по направлению деформации, высокоугловые границы всё еще сохраняют двойниковую ориентацию. Увеличенное ПЭМ-изображение двойников деформации в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после 60% обжатия, дифракционная картина и темнопольное

изображение, взятое с рефлекса $(\bar{1}11)_{\text{дв}}$, приведены на рисунках 3.8в и 3.8г, соответственно.

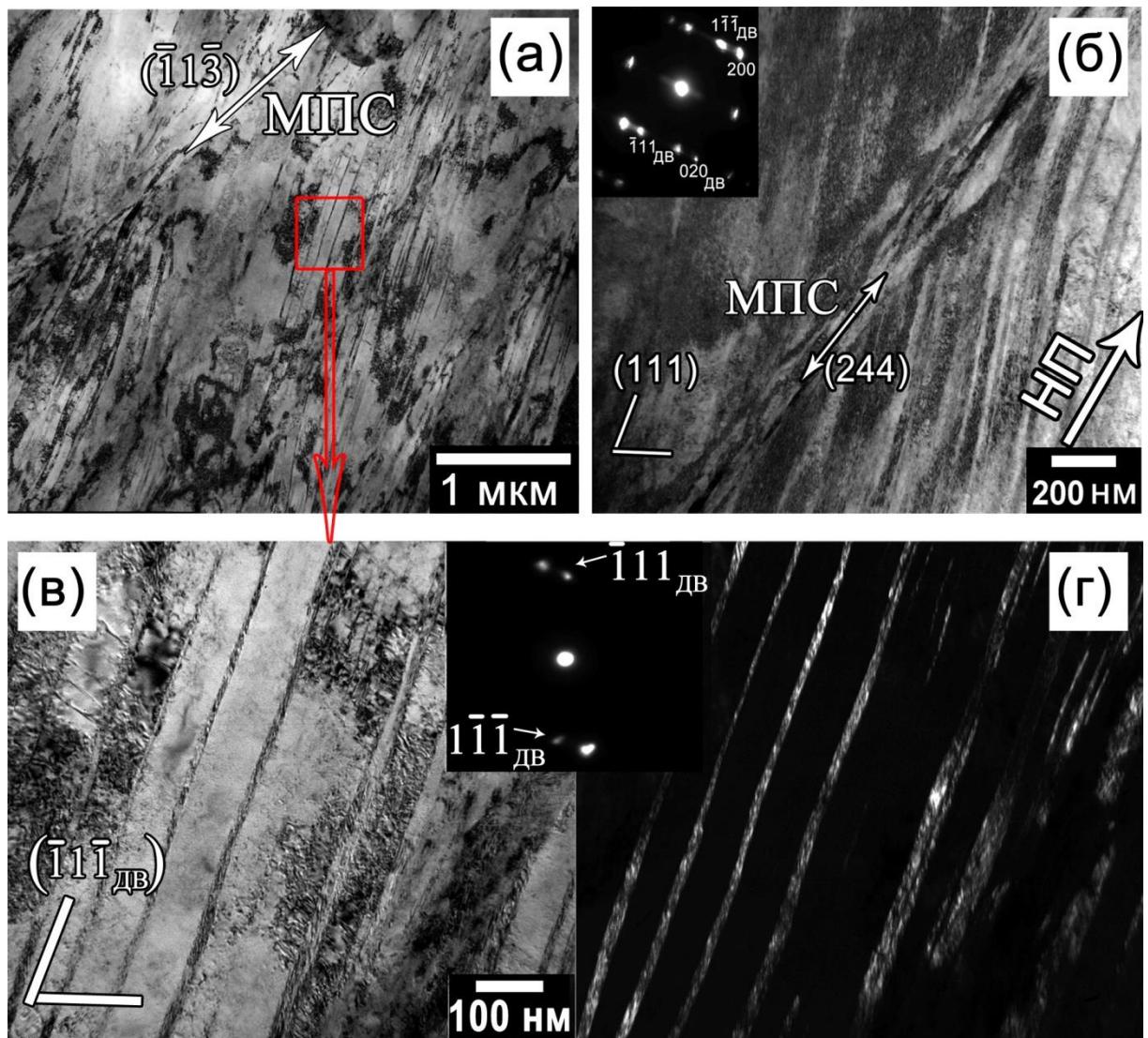


Рисунок 3.8 - Микроструктура сталей Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (а) и Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (б) после прокатки с 60% обжатия; (в) увеличенная область, выделенная квадратом на рисунке 3.8а, (г) темнопольное изображение структуры на рисунке 3.8в, взятое с рефлекса $(\bar{1}11)_{\text{дв}}$

Холодная прокатка сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al привела к увеличению количества и ширины полос сдвига (рис. 3.9 и 3.10). Пересечение полос сдвига с двойниками деформации привела к образованию развитой сетки полос деформации, состоящей из кристаллитов размером около 40 нм, и островков продвойникованной матрицы, двойниковые границы при этом ориентированы параллельно плоскости прокатки (рис. 3.10). На данном этапе деформации становится

невозможно отличить двойники деформации от матрицы, т.к. толщина двойниковых пластин и прослойка матрицы между ними становятся приблизительно равными по толщине (рис. 3.10в). Тем не менее, границы эти ламелей сохраняют $60 \pm 5^\circ$ ориентацию по отношению друг к другу, что подтверждается картиной дифракции (вставка между рисунками 3.10в и г)

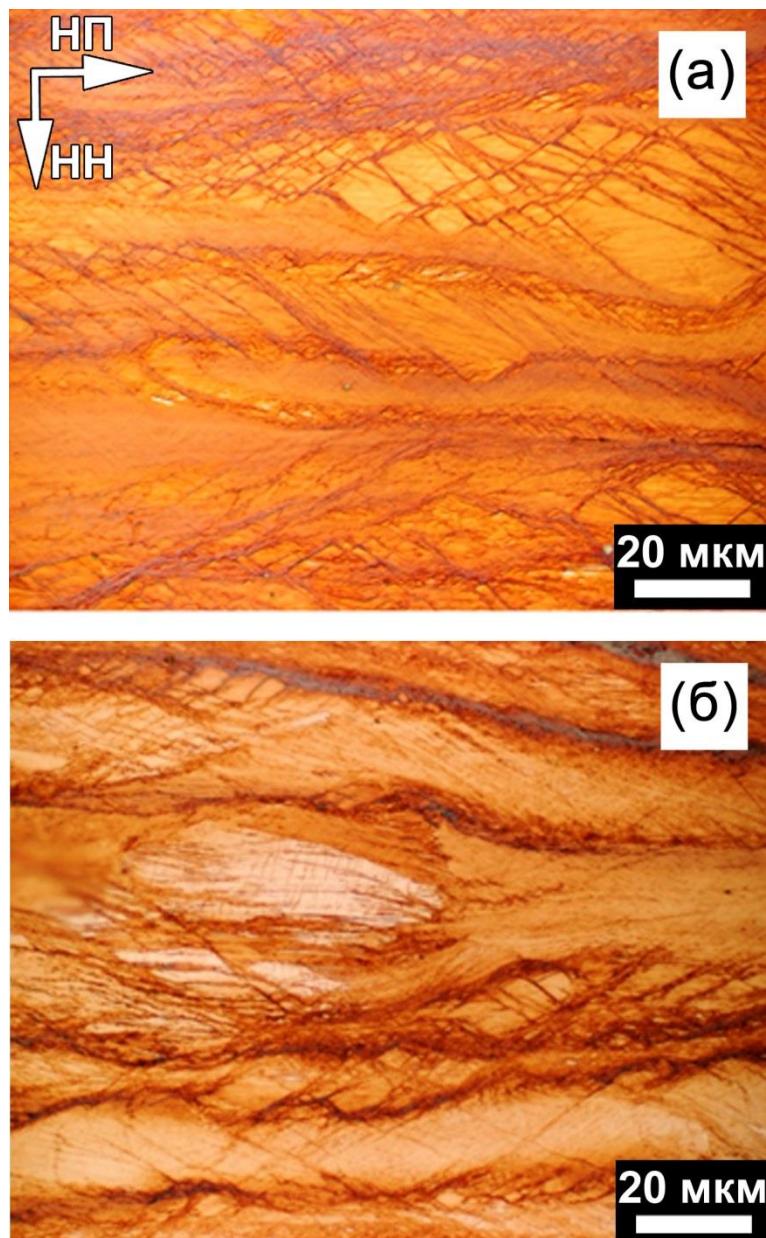


Рисунок 3.9 – Микроструктура сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б) после прокатки с 80% обжатия

Холодная прокатка сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al также приводит к резкому росту плотности дислокаций с 10^{13} м^{-2} в обеих сталях в исходном

состоянии до $1,3 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ и $1,8 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$, соответственно, уже после 20% обжатия. Дальнейшая деформация до 80% повышает плотность дислокаций до $3,5 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ и $4,5 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, соответственно. Кроме того, при увеличении обжатия при прокатке с 20% до 80% наблюдалось уменьшение среднего расстояния между двойниковыми границами со 135 нм до 20 нм и с 570 нм до 33 нм в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, соответственно.

Следует отметить, что уменьшение расстояния между двойниками деформации для обжатий свыше 40% приблизительно соответствует общему уменьшению толщины прокатанных образцов. Таким образом, свыше 40% обжатия, новых деформационных двойников в структуре не образуется.

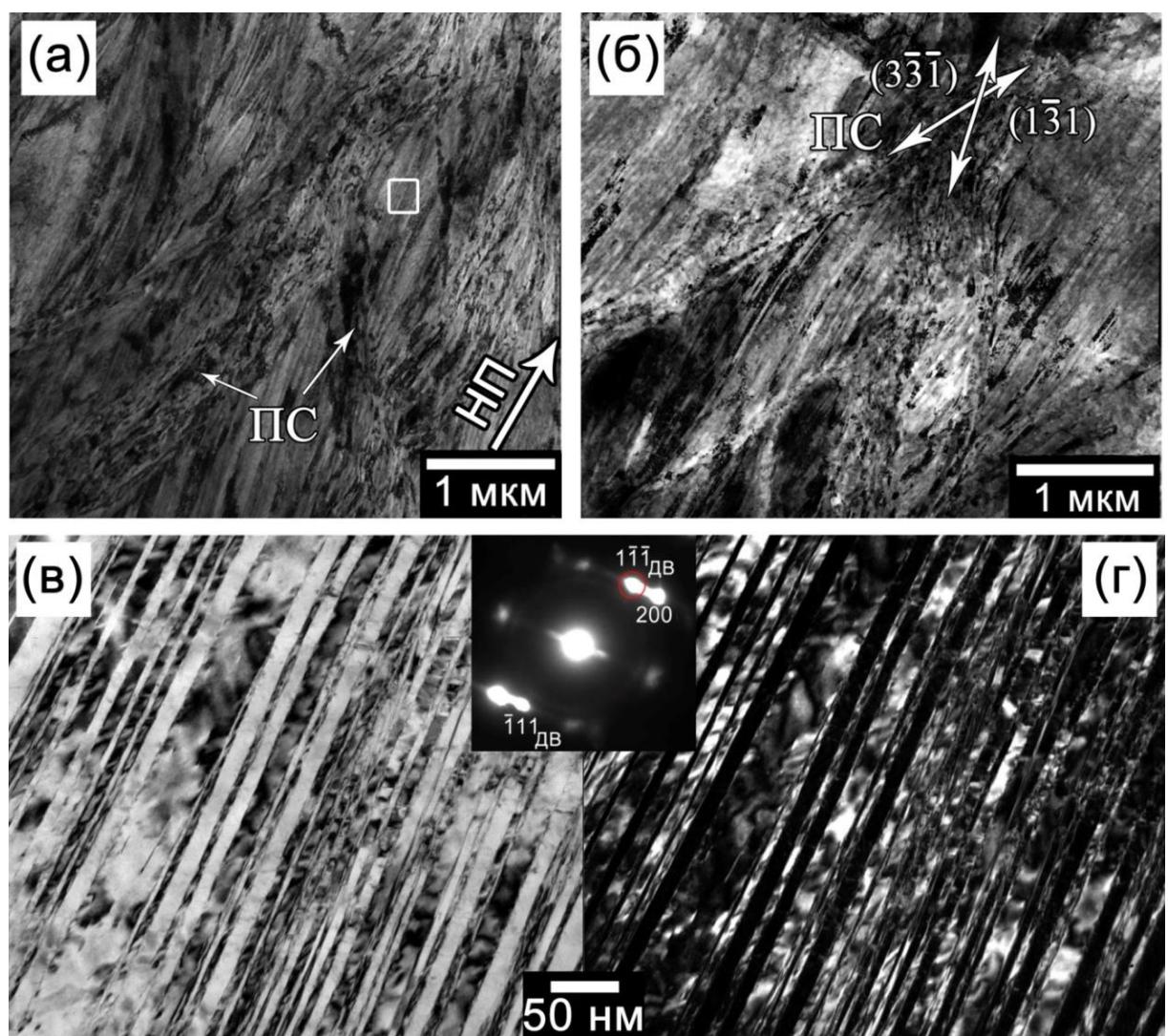


Рисунок 3.10 – Микроструктура сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б) после прокатки с 80% обжатия

Структура полосы сдвига приведена на рисунке 3.11

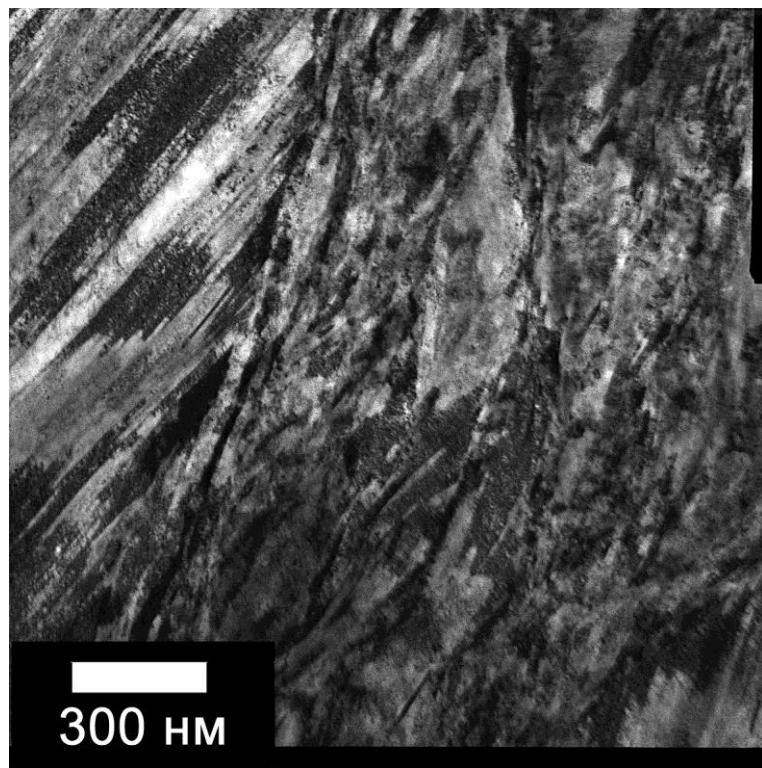


Рисунок 3.11 – Структура полосы сдвига стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al после 80% обжатия при холодной прокатке. Плоскости двойников параллельны плоскости прокатки

Толщина двойников деформации на всех стадиях деформации практически не изменялась и составляла 30 ± 18 нм в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и 22 ± 6 нм в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al. Параметры микроструктуры сталей, подвергнутых холодной прокатке, приведены в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Параметры микроструктуры сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, подвергнутых холодной прокатке с обжатиями до 80%

Сталь	Степень обжатия при прокатке, %	Расстояние между двойниками, нм	Толщина двойников, нм	$\rho_{\text{дисл}}, 10^{14} \text{м}^{-2}$
Fe-18Mn-0.6C-1.5Al	0	-	-	$0,1 \pm 0,03$
	20	135 ± 92	31 ± 7	$12,8 \pm 2,2$
	40	74 ± 26	41 ± 3	$33,3 \pm 4$
	60	43 ± 9	36 ± 12	$39,7 \pm 1,7$
	80	20 ± 3	16 ± 11	$36,2 \pm 1,6$
Fe-23Mn-0.3C-1.5Al	0	-	-	$0,1 \pm 0,04$
	20	570 ± 13	23 ± 4	$18 \pm 5,7$
	40	183 ± 21	22 ± 4	$18,6 \pm 2$
	60	100 ± 15	20 ± 2	$34,4 \pm 3,9$
	80	33 ± 18	22 ± 2	$44,7 \pm 2,2$

На рисунке 3.12 приведено схематичное изображение эволюции микроструктуры сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al при холодной прокатке до 80% обжатия. Эволюция микроструктуры может быть разделена на 2 стадии. При обжатиях до 40% микроструктура состоит из зерен, вытянутых по направлению прокатки, с высокой плотностью дислокаций. Эти зерна могут быть разделены деформационными двойниками.

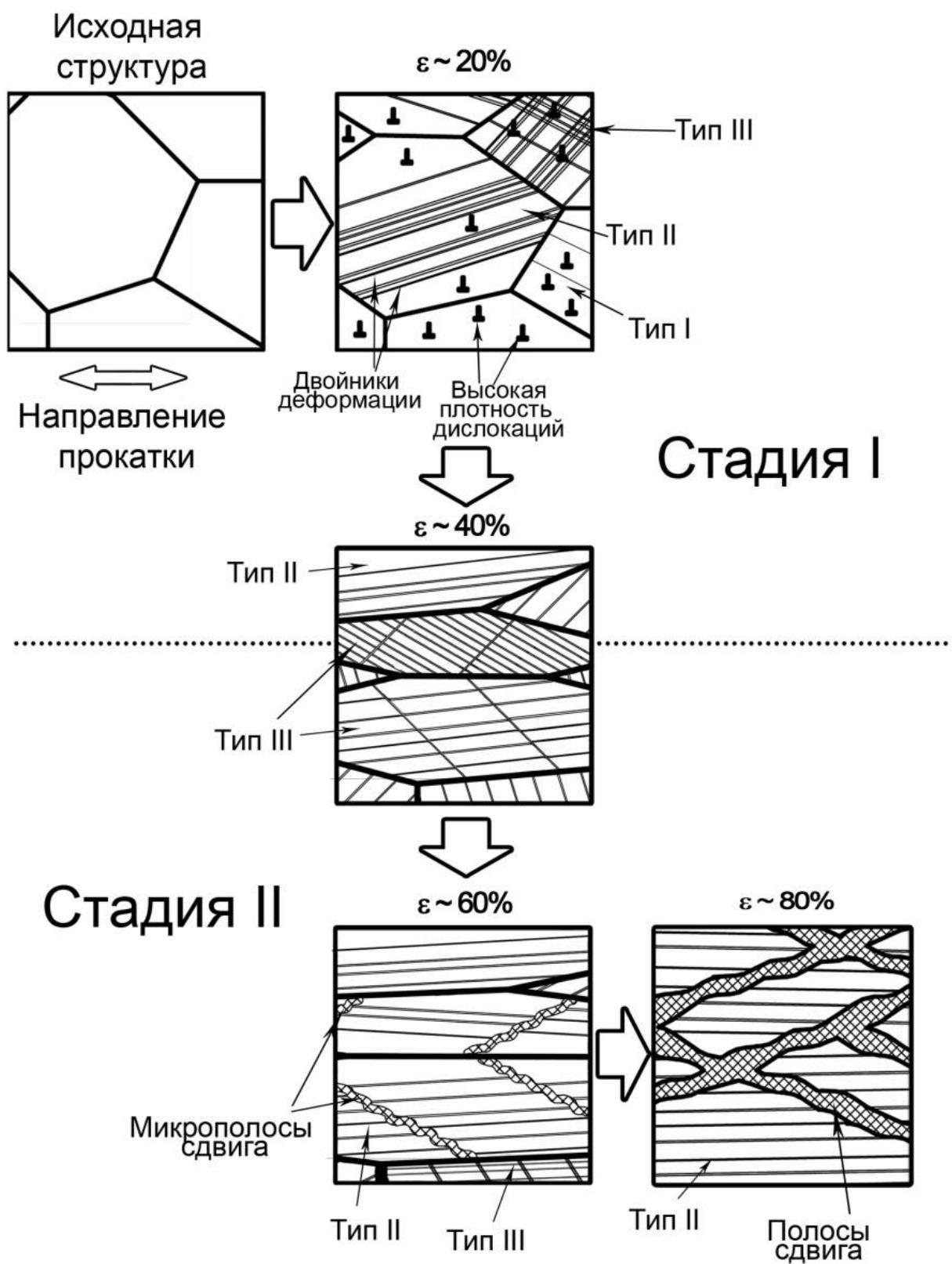


Рисунок 3.12 – Схематичное изображение эволюции структуры сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al при холодной прокатке до 80% обжатия

На этой стадии деформации в структуре присутствуют зерна как с одной, так и несколькими системами деформационных двойников. При увеличении обжатия при прокатке до 40% стали исчерпывают способность к деформационному двойникованию. В микроструктуре начинают проявляться полосы локализованной деформации. Дальнейшая прокатка приводит к еще большему повышению плотности дислокаций и развитию полос микросдвига, их расширению и образованию развитой сетки полос сдвига, между которыми находятся островки продвойникованной матрицы.

3.2 Влияние отжига на структуру сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после холодной прокатки

Образцы сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после холодной прокатки с обжатиями от 20 до 80% подвергали отжигу в течение 20 минут в температурном интервале 400-900°C.

В результате отжига при температуре 400 °C образцов с 20% до 80% обжатия при холодной прокатке в течение 30 минут структура стали не изменилась. На рисунке 3.13 отчетливо видны деформированные зерна, вытянутые в направлении прокатки. Шум на рисунках 3.13(в,г) соответствует сильнодеформированной структуре, сформировавшейся после прокатки с 60% и 80% обжатия при прокатке, которая трудно различима.

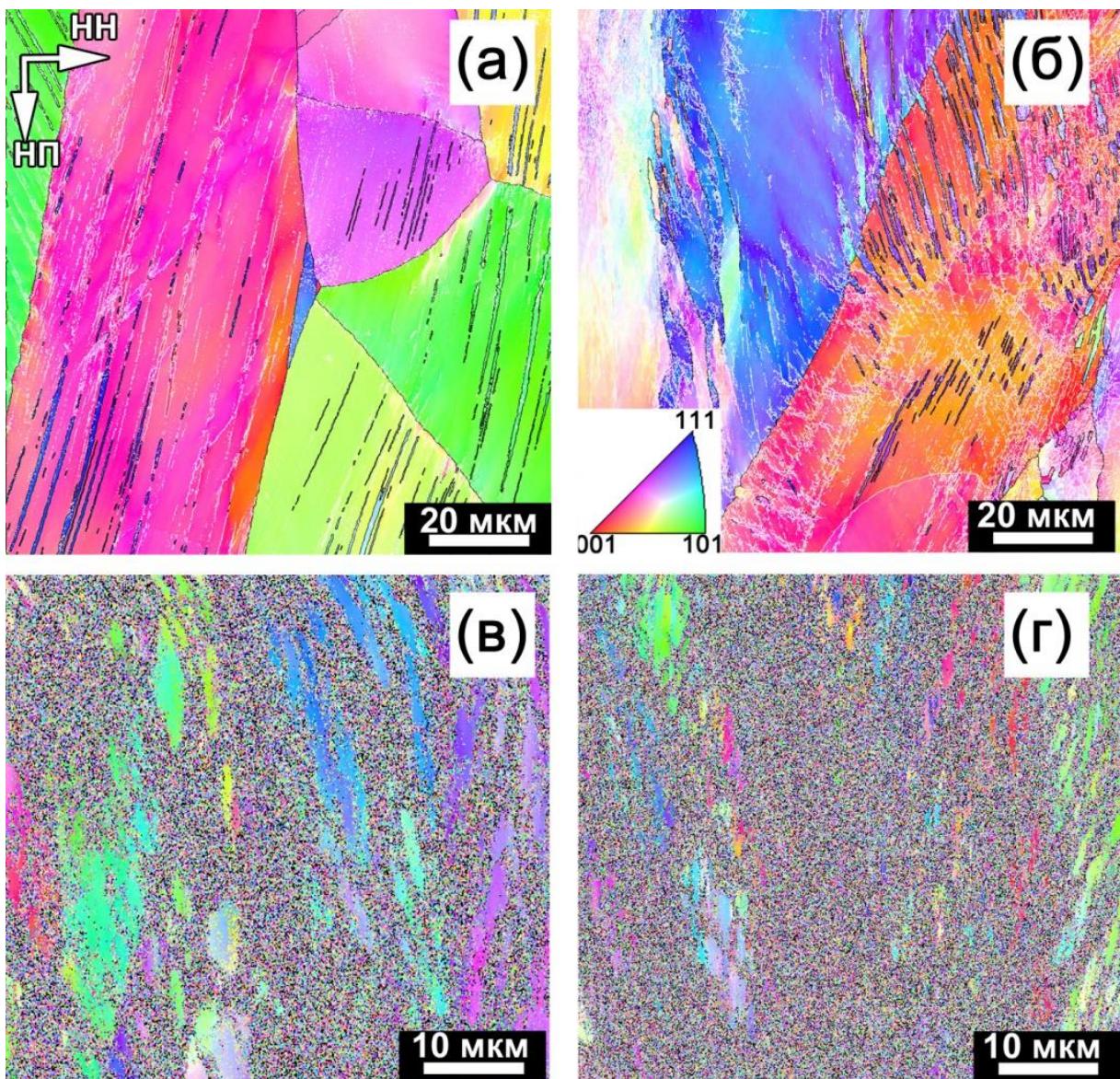


Рисунок 3.13 – Микроструктура образцов стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, отожженных на 400°C после холодной прокатки с обжатием (а) 20%, (б) 40%, (в) 60%, (г) 80%. Белыми и черными линиями обозначены малоугловые ($2^\circ < \theta < 15^\circ$) и большеугловые ($15^\circ < \theta < 60^\circ$) границы, соответственно

После отжигов на 400°C в структуре всех образцов не было обнаружено рекристаллизованных зерен. При этом в образцах после прокатки с обжатием 20 и 40% отчетливо видны прямые полосы двойников деформации (рис. 3.13в и г).

Отжиг образцов стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al при температуре 500°C так же не приводит к изменению микроструктуры высокомарганцевой TWIP-стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al в образцах с 20% и 40% обжатия (рис. 3.14а,б). В структуре образцов стали с 60% и 80% обжатия наблюдалось уменьшение шума, что свидетельствует об уменьшении

напряжений в структуре и протекании процессов возврата. В образце стали после 80% обжатия и отжига при 500°C шум заметен в полосах сдвига. При данной температуре отжига также не было обнаружено рекристаллизованных зерен, а в структуре образцов после прокатки с 20% и 40% обжатия отчетливо видны двойники деформации (рис. 3.14а,б).

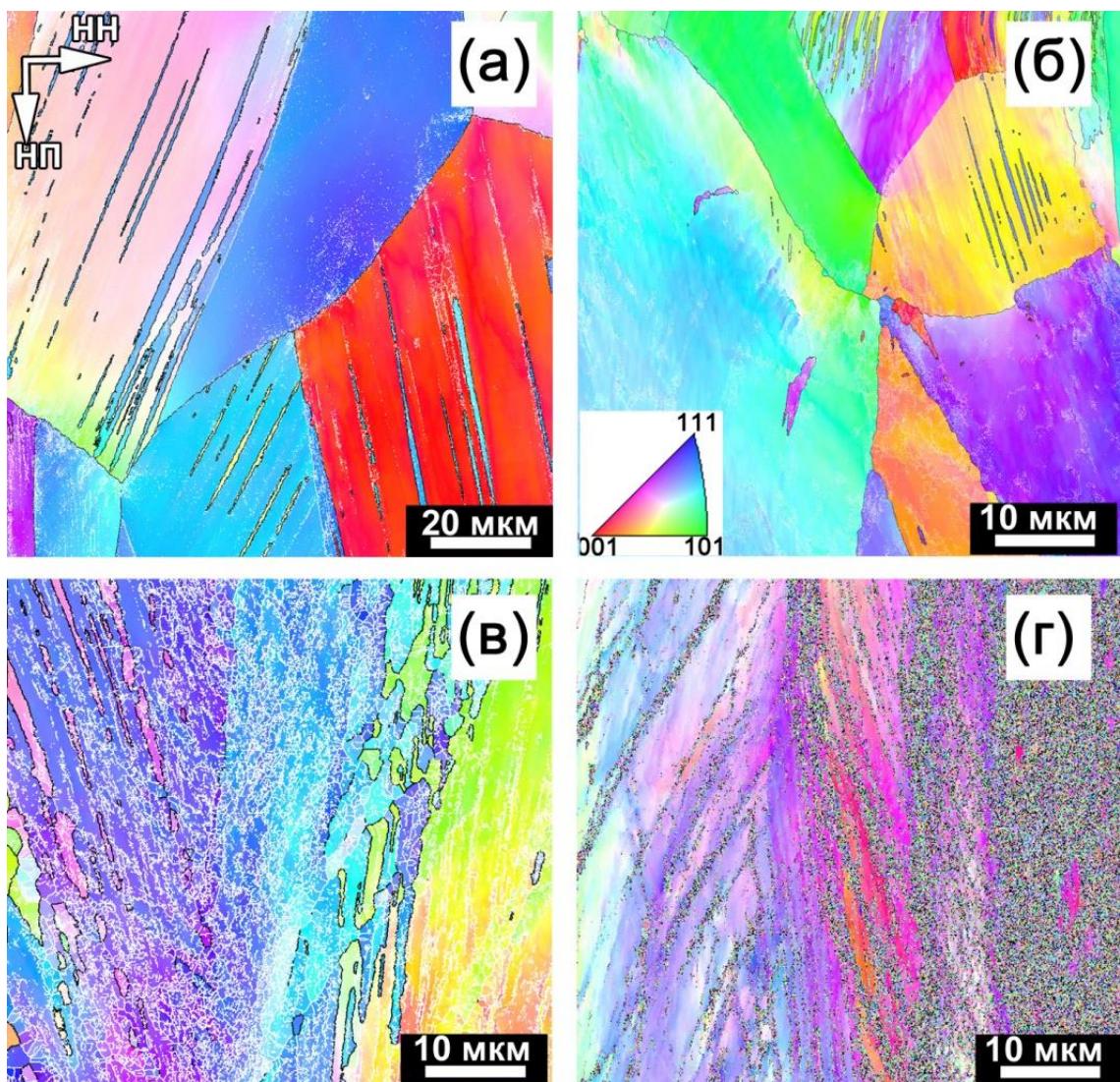


Рисунок 3.14 – Микроструктура образцов стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, отожженных на 500°C после холодной прокатки с обжатием (а) 20%, (б) 40%, (в) 60%, (г) 80%. Белыми и черными линиями обозначены малоугловые ($2^\circ < \theta < 15^\circ$) и большеугловые ($15^\circ < \theta < 60^\circ$) границы, соответственно

Повышение температуры отжига до 600°C приводит к протеканию во всех образцах процессов рекристаллизации (рис. 3.15). При этом в структуре образца стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al после 20% обжатия и отжига на 600°C присутствуют одновременно

двойники деформации («Дв» на рис. 3.15а) и рекристаллизованные зерна («Rx» на рис. 3.15а), средний размер которых составил 2,3 мкм, а доля ~5%. Подтверждением наличия двойников деформации в структуре является пик на 60° на карте разориентировок границ зерен, соответствующий границе $\Sigma 3$ (рис. 3.16). При этом плотность специальных границ составляет 36347,7 мм^{-1} после прокатки с 20% обжатия и отжига на 600°C против 18,24 мм^{-1} в исходном состоянии. При данной степени обжатия рекристаллизованные зерна были обнаружены в основном на тройных стыках и в местах пересечения границ исходных зерен с границами двойников деформации.

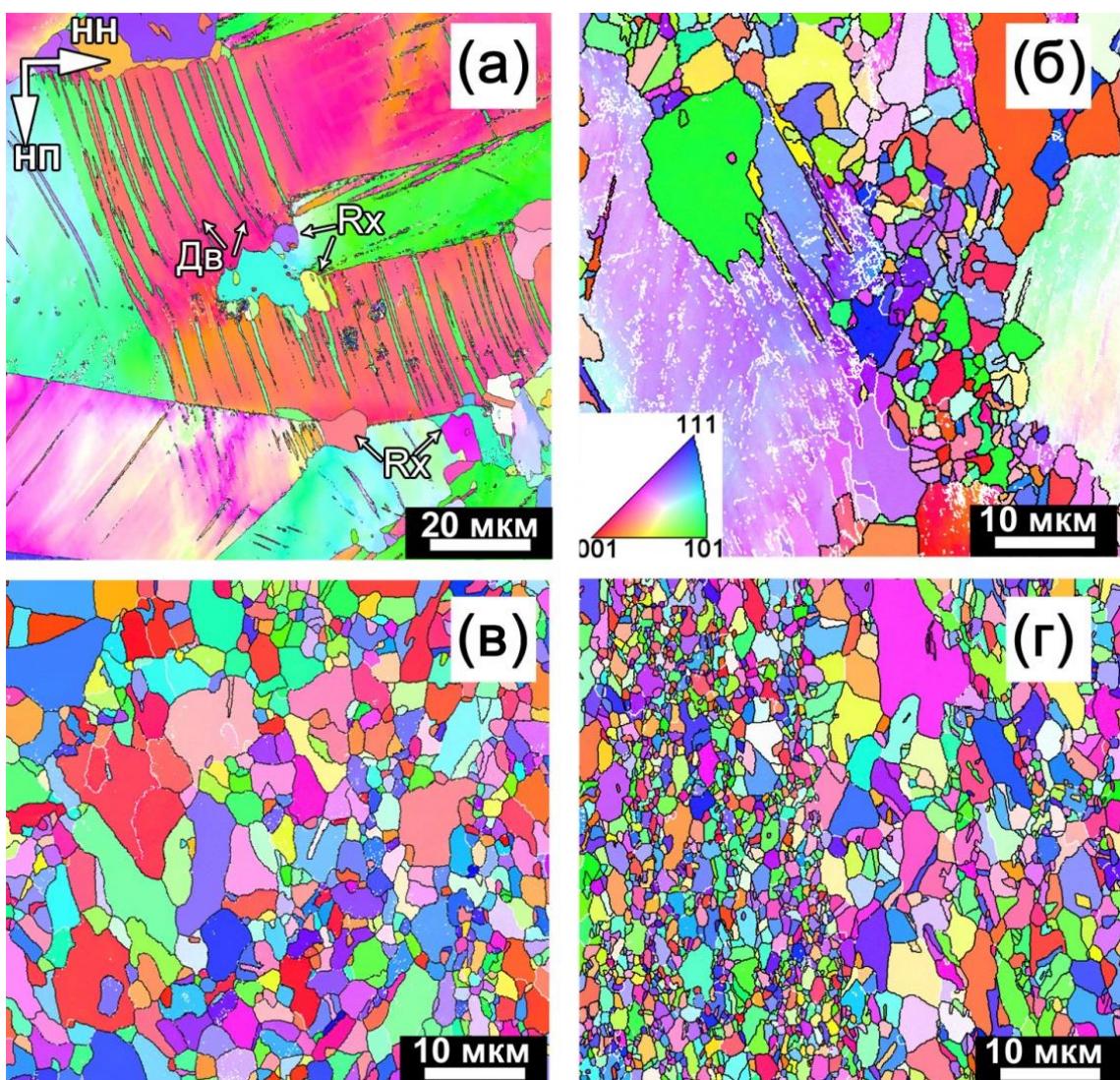


Рисунок 3.15 – Микроструктура образцов стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, отожженных на 600°C после холодной прокатки с обжатием (а) 20%, (б) 40%, (в) 60%, (г) 80%. Белыми и черными линиями обозначены малоугловые ($2^\circ < \theta < 15^\circ$) и большеугловые ($15^\circ < \theta < 60^\circ$) границы, соответственно

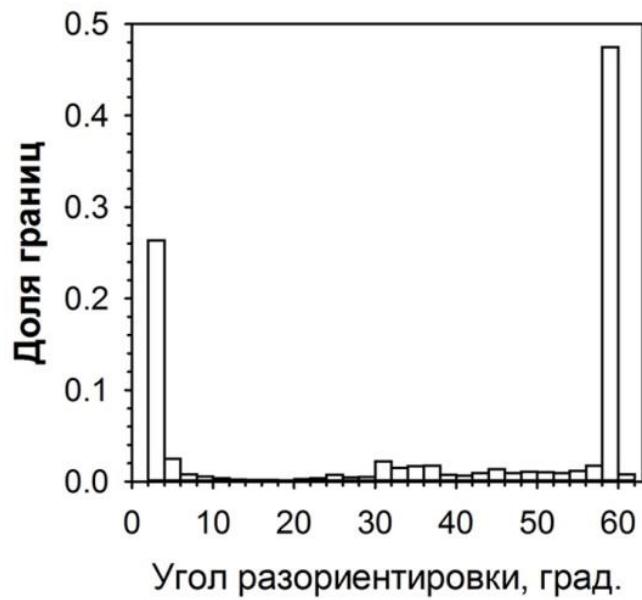


Рис. 3.16 – Распределение границ зерен по разориентировкам на рисунке 3.15а

С увеличением степени обжатия увеличивается доля рекристаллизованных зерен, например после 40% обжатия и отжига при 600°C в образце стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al доля рекристаллизованных зерен составляет около 60%, а их средний размер 2,3 мкм (рис. 3.15б).

В образцах стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al после холодной прокатки с обжатиями 60% и 80% наблюдалась полностью рекристаллизованная структура со средним размером зерна 1,7 мкм и 0,8 мкм, соответственно.

При этом в образце после 80% обжатия при прокатке заметно увеличение размера зерна в полосе сдвига, в которой рекристаллизационные процессы активизируются раньше, в результате чего начинается процесс собирательной рекристаллизации.

После отжига на 700°C во всех образцах наблюдалась полностью рекристаллизованная структура (рис. 3.17). Так, в образце стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al после холодной прокатки с обжатием 20% и отжига на 700°C средний размер зерен составлял 18 мкм (рис. 3.17а), а в образцах после 40%, 60% и 80% средний размер рекристаллизованных зерен составлял 4,6 мкм, 2,3 мкм и 1,2 мкм, соответственно (рис. 3.17а).

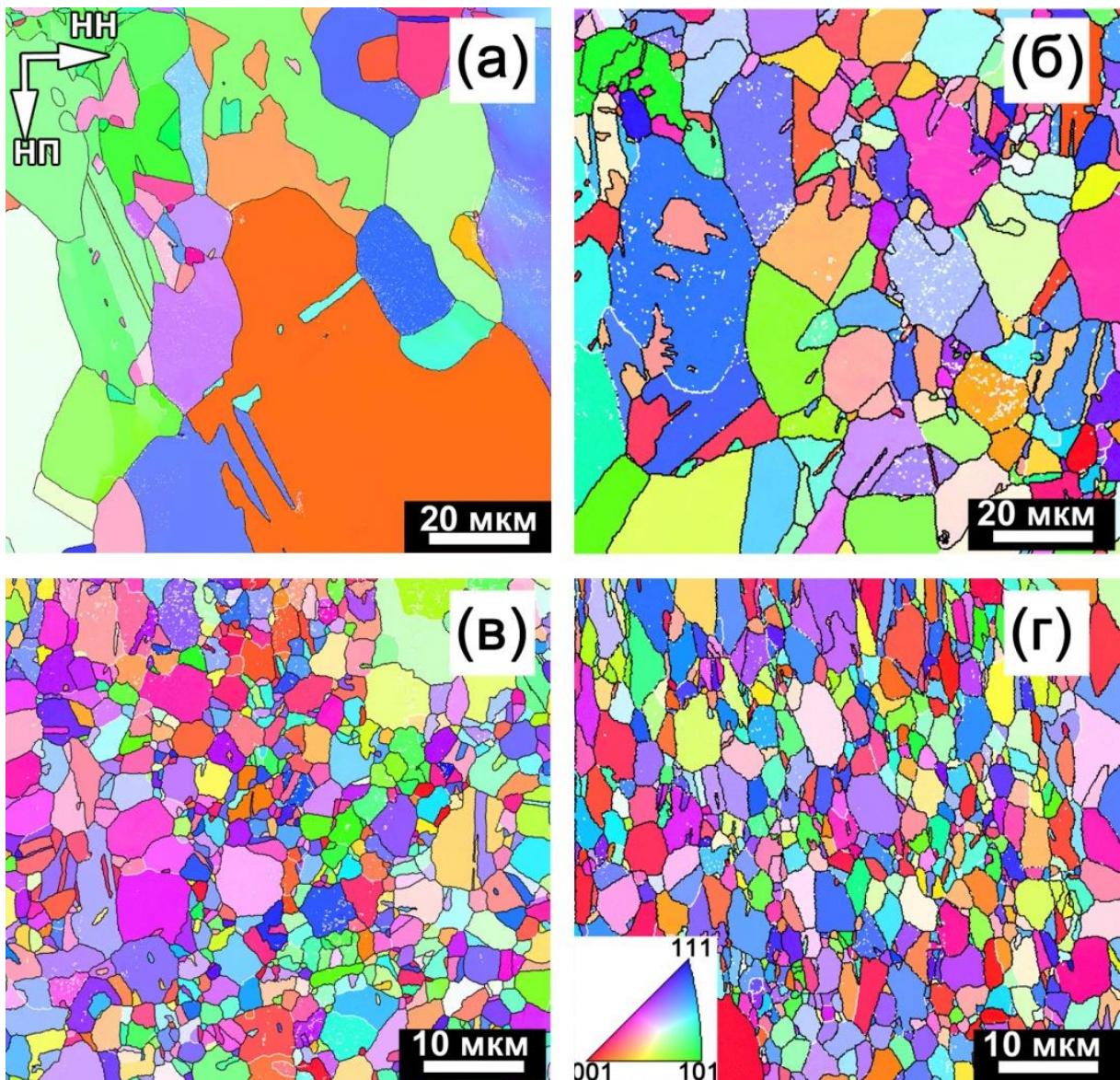


Рисунок 3.17 – Микроструктура образцов стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, отожженных на 700°C после холодной прокатки с обжатием (а) 20%, (б) 40%, (в) 60%, (г) 80%. Белыми и черными линиями обозначены малоугловые ($2^\circ < \theta < 15^\circ$) и большеугловые ($15^\circ < \theta < 60^\circ$) границы, соответственно

Структура образцов стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, деформированных на 80% и отожженных в интервале температур 400-900°C, приведена на рис. 3.18. В образцах стали, отожженных на 400°C, не было отмечено изменений в структуре, на рисунке 3.18а наблюдаются «островки», схожие с островками продвойникованной матрицы на рис. 3.8. Рекристаллизация начинается при отжиге на 550°C (рис. 3.18б). В данном состоянии средний размер рекристаллизованных зерен составляет 0,2 мкм, а их доля около 90% (рис.

3.18б). Темными участками на рисунке 3.18б обозначены сильнодеформированные области, которые не были распознаны при EBSD анализе.

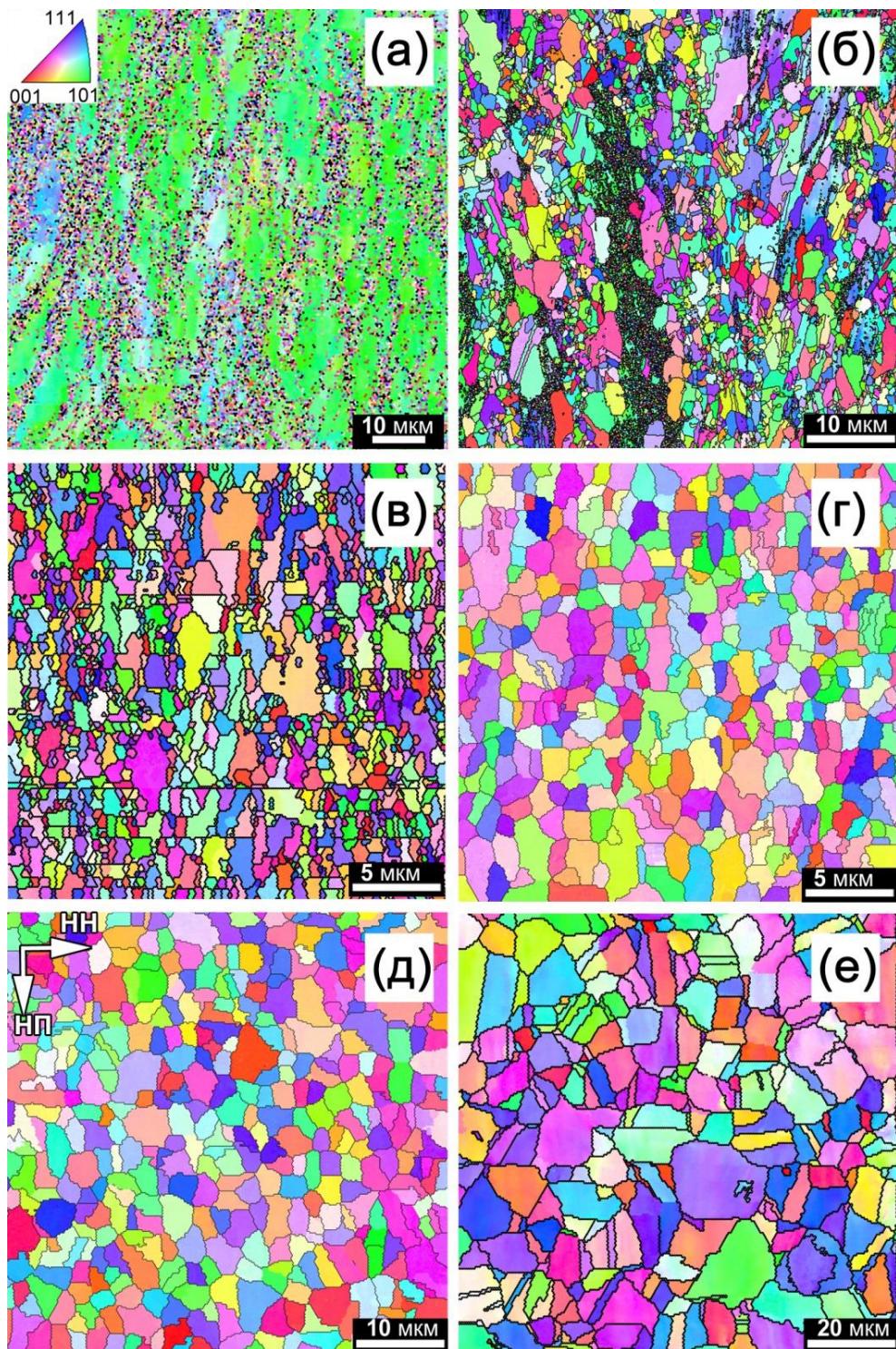


Рисунок 3.18 – Микроструктура образцов стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после холодной прокатки с обжатием 80% и отжигов на (а) 400°C, (б) 550°C, (в) 600°C, (г) 700°C, (д) 800°C, (е) 900°C. Белыми и черными линиями обозначены малоугловые ($2^\circ < \theta < 15^\circ$) и большеугловые ($15^\circ < \theta < 60^\circ$) границы, соответственно

С повышением температуры средний размер зерен увеличивается и после отжига на 900°C составляет 6,2 мкм (рис. 3.18б). Установлено, что размер рекристаллизованных зерен увеличивается с температурой отжига и уменьшается с увеличением степени обжатия при прокатке.

Влияние степени обжатия и температуры отжига на размер рекристаллизованных зерен приведено в таблице 3.2

Таблица 3.2. Зависимость среднего размера зерен в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al от степени обжатия при прокатке и температуры отжига

Сталь	Обжатие при прокатке, %	Температура отжига, °C	Средний размер зерна, мкм
Fe-18Mn-0.6C-1.5Al	20	700	18±5,2
		700	4,6±3,5
	60	600	1,7±1,2
		700	2,3±1,3
	80	600	0,8±0,7
		700	1,2±1,1
Fe-23Mn-0.3C-1.5Al	80	600	0,55±0,35
		700	1,0±0,7
		800	4,6±2,1
		900	6,2±3,8

3.3 Выводы по главе

1. Показано, что холодная прокатка в интервале обжатий 20-80% приводит к интенсивному деформационному двойникованию до 40% обжатия, после чего в структуре сталей развиваются полосы сдвига.

2. Установлено, что с увеличением степени деформации при прокатке расстояние между границами деформационных двойников уменьшается с 135±92 нм до 20±3 нм в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и с 570±13 нм до 33±18 нм в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al.

3. Толщина двойников деформации при этом составляет 30±18 нм в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и 22±6 нм в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al и не меняется с увеличением

степени обжатия при прокатке. Показано, что двойники деформации сохраняют двойниковую ориентацию своих границ вплоть до 80% обжатия.

4. Показано, что после 20% обжатия плотность дислокаций в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al превышает 10^{15} м^{-2} , а дальнейшее увеличение степени обжатия до 80% приводит к увеличению плотности дислокаций до $3,5 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$ и $4,5 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$, соответственно.

5. Показано, что отжиг при температурах менее 500°C не приводит к значительным изменениям в структуре сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al. Двойники деформации остаются стабильными вплоть до начала рекристаллизации. Рекристаллизационный отжиг при 600°C после прокатки с 80% обжатием обеспечивает получение субмикрокристаллической структуры в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al.

ГЛАВА 4 МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВЫСОКОМАРГАНЦЕВЫХ СТАЛЕЙ ПОСЛЕ ХОЛОДНОЙ ПРОКАТКИ И ОТЖИГОВ

В данной главе рассмотрены механические свойства сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после холодной прокатки и отжигов в интервале температур 400-900°C в течение 20 минут и рассмотрена связь между структурой и механическими свойствами, определены вклады структурного и дислокационного упрочнения в прочность сталей.

4.1 Механические свойства высокомарганцевых сталей после холодной прокатки

На рисунке 4.1 приведены кривые течения сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном состоянии и после холодной прокатки с обжатиями 20-80%. Испытания на растяжение показывают, что стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном состоянии обладают относительно низкими пределами текучести $\sigma_{0,2} = 295$ и 235 МПа, соответственно, и средними значениями временного сопротивления $\sigma_B = 790$ и 660 МПа при относительном удлинении до разрушения обеих сталей в 95%. Такие механические свойства типичны для TWIP сталей, содержащих алюминий [104, 105]. Кроме того, сталь Fe-18Mn-0.6C-1.5Al демонстрирует зубчатость на кривой течения. На кривых течения сталей в исходном состоянии в отличии от работы Хонг [63] отсутствует площадка текучести, что может быть связано с большим размером зерна в сталях в данной работе.

Холодная прокатка с 20% обжатия приводит к повышению предела текучести и временного сопротивления до 770 и 980 МПа в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и 690 и 840 МПа в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, соответственно, и снижению относительного удлинения до разрушения до 35% в обеих сталях. Дальнейшая деформация до 40% обжатия при холодной прокатке приводит к повышению предела текучести и временного сопротивления разрушению до 770 и 980 МПа в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и 690 и 840 МПа в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, соответственно, и падению удлинения до разрушения до 10% в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и 7% в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, при этом равномерное удлинение составляет 5% в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и всего 1% в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al.

Увеличение степени обжатия при холодной прокатке до 60% и 80% привело к тому, что в обеих сталях равномерное удлинение не превышает 1%. Локализация деформации в сталях происходит практически сразу после начала растяжения (рис. 4.1).

Изменение на кривых течения сталей соответствует появлению полос микросдвига в микроструктуре, как было показано в предыдущей главе. После 60% обжатия при холодной прокатке предел текучести и временное сопротивление разрушению в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al составляют 1350 и 1550 МПа, а в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al 1240 МПа и 1400 МПа, соответственно. После 80% обжатия предел текучести увеличивается до значений 1520 МПа и 1400 МПа в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, соответственно, а временное сопротивление разрушению до 1800 и 1580 МПа (рис. 4.1).

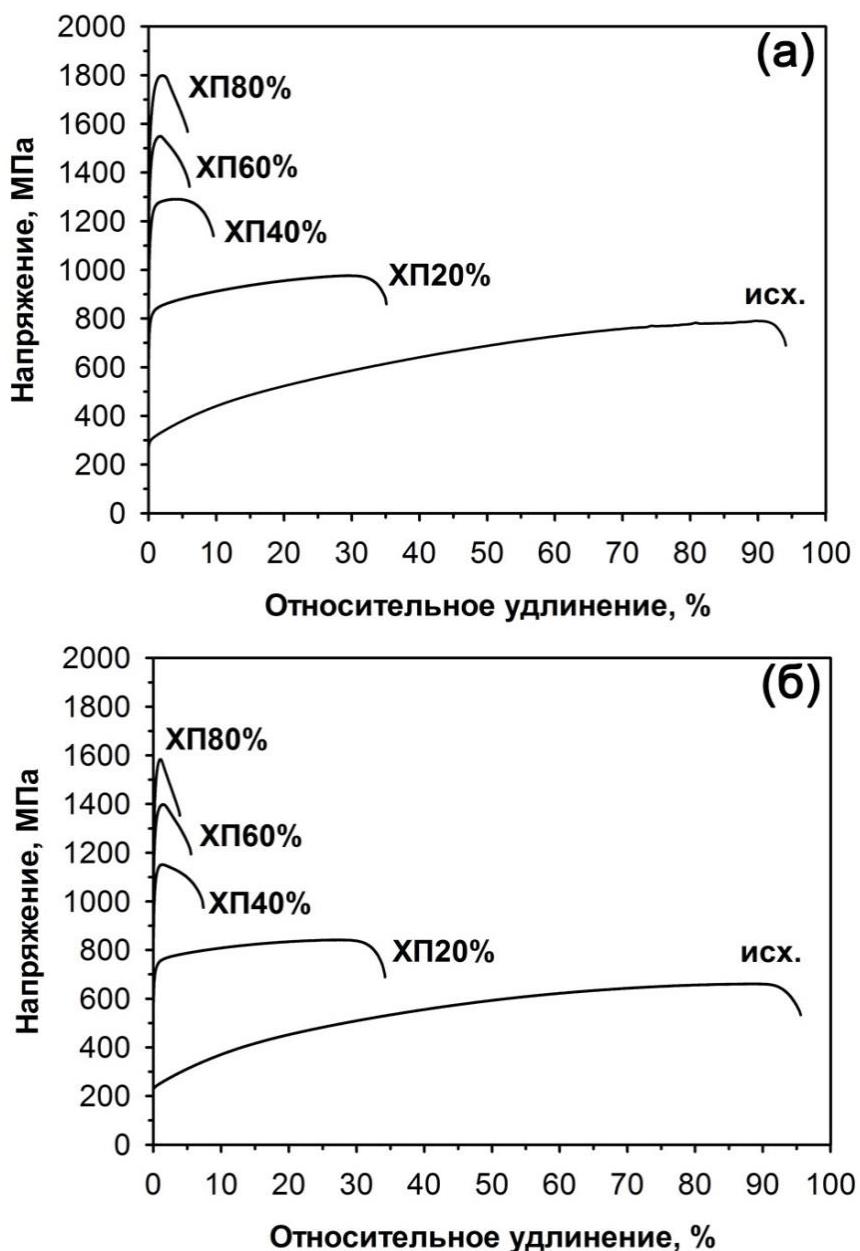


Рисунок 4.1 - Кривые течения сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б) в исходном состоянии и после прокатки. ХП20% - холодная прокатка с 20% обжатия

Механические свойства сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном состоянии и после прокатки приведены в таблице 4.1.

Таблица 4.1 Механические свойства сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном состоянии и после прокатки

Сталь	Обжатие при прокатке, %	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
Fe-18Mn-0.6C-1.5Al	0	295	790	95
	20	770	980	35
	40	1100	1290	9.5
	60	1350	1550	6
	80	1520	1800	6
Fe-23Mn-0.3C-1.5Al	0	235	660	95
	20	690	840	35
	40	1030	1150	7
	60	1240	1400	6
	80	1400	1580	4

4.2 Влияние отжига на механические свойства высокомарганцевых сталей после холодной прокатки

Микротвердость по Виккерсу сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном состоянии составила 188 HV и 149 HV, соответственно.

Влияние температуры отжига на разупрочнение образцов стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, прокатанных до 20, 40, 60 и 80% обжатия, и образца стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после 80% обжатия, представлено на рисунке 4.2.

Холодная прокатка привела к двукратному повышению микротвердости стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al до 380 HV после 20% обжатия и дальнейшему последовательному повышению микротвердости до ~600 HV при прокатке до 80% обжатия, что близко к значениям, полученным для монокристаллов стали Гад菲尔да, подвергнутым холодной прокатке с такими же степенями обжатия [77, 106].

Отжиг образцов стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, деформированных до 20-80% обжатия, в течение 20 минут при 400 °C не привел к какому-либо заметному снижению твердости, что подтверждает данные, полученные после исследования микроструктуры стали в

предыдущей главе. При повышении температуры отжига до 500 °C твердость всех образцов, кроме деформированного до 20% обжатия немножко понизилась, что свидетельствует о начале процессов возврата.

После отжига при температуре 600 °C было отмечено резкое снижение твердости, связанное с процессами рекристаллизации, величина твердости коррелирует с величиной среднего размера и доли рекристаллизованных зерен (рис. 4.2); в образцах после 20% и 40% обжатия падение не такое значительное, как после 60% и 80%, и находится на уровне 350 и 250 HV, соответственно.

Повышение температуры до 700 °C привело к образованию полностью рекристаллизованной структуры во всех исследуемых образцах. Данный факт нашел отражение и в механических свойствах: микротвердость всех образцов понизилась до значений 220-260 HV.

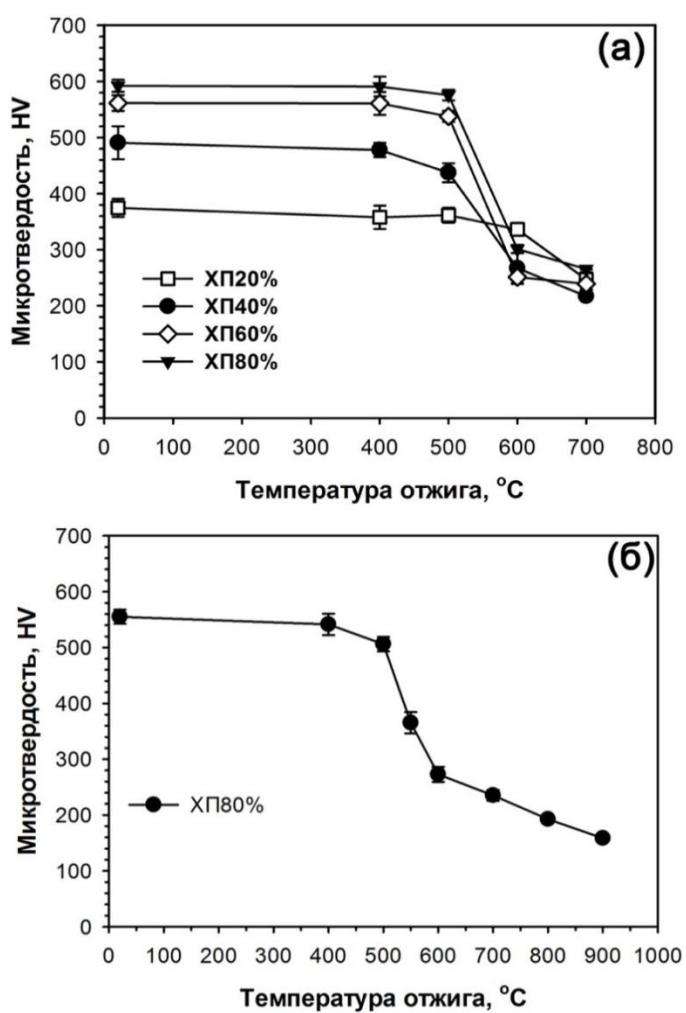


Рисунок 4.2 – Зависимость микротвердости образцов стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, прокатанных с 20-80% обжатия (а) и образца стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после прокатки с 80% обжатия (б) от температуры последующего отжига

Микротвердость образцов стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после прокатки с обжатием 80% и отжигов в интервале 400-900°C приведена на рис. 4.2б. Сталь после данной обработки также показывает типичное разупрочнение при повышении температуры отжига со значений 550 HV, достигнутых после холодной деформации. Как и в образцах стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, деформированных с обжатием более 40%, микротвердость незначительно падает при отжиге на 500°C, что связано с процессами возврата. При дальнейшем повышении температуры отжига заметно резкое падение микротвердости в результате процессов рекристаллизации, и после отжига на 550°C в образце с частично рекристаллизованной структурой микротвердость составляет 350HV. С дальнейшим увеличением температуры отжига до 600°C и выше микротвердость снижается линейно и в образце после 80% обжатия и 900°C составляет 160 HV. Такое снижение микротвердости связано с увеличением среднего размера зерна при повышении температуры отжига.

Влияние степени обжатия при прокатке и температуры последующего отжига на механические свойства сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al при растяжении приведено на рисунке 4.3.

Отжиг образцов стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, прокатанных до 20% обжатия, при температурах 400°C и 500°C в течение 20 минут не привел к значительным изменениям предела текучести и временного сопротивление разрушению (рис. 4.3а). После отжига на 400°C $\sigma_{0,2}$ составил 740 МПа, а $\sigma_B = 990$ МПа, а после отжига на 500°C $\sigma_{0,2} = 730$ МПа, а $\sigma_B = 1000$ МПа. Удлинение до разрушения при этом составило 32% и 37% после отжига на 400 и 500°C, соответственно. С повышением температуры отжига до 600 °C наблюдается снижение предела текучести до 620 МПа. При этом временное сопротивление разрушению осталось неизменным, а пластичность увеличилась до 47% по сравнению с образцами, отожженными при температурах 400°C и 500 °C, что связано с началом процесса рекристаллизации в стали при этой температуре. При повышении температуры отжига до 700°C было отмечено резкое снижение предела текучести и временного сопротивления разрушению, $\sigma_{0,2} = 285$ МПа, а $\sigma_B = 690$ МПа. Удлинение до разрушения повысилось еще на 7% и составило 54%.

На рисунке 4.3б приведены кривые течения образцов стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, прокатанных до 40% обжатия с последующим отжигом при температурах в интервале 400-700 °C. Отжиг при температурах 400°C и 500°C привел к незначительному падению прочностных характеристики стали: предел текучести снизился до 1070 МПа и 1020 МПа, соответственно, а временное сопротивление разрушению составило 1200 МПа и 1270 МПа. Удлинение до разрушения образцов, подвергнутых отжигу при температурах 400°C

и 500°C после прокатки с 40% обжатия, составило 7% и 18%, соответственно. В интервале температур 600-700°C наблюдалось снижение предела текучести до 425 МПа и 330 МПа, соответственно, и повышение пластичности на ~60% для образца, отожженного при температуре 600°C, и на ~75% для образца, отожженного при температуре 700 °C по сравнению с образцом, отожженным при 400 °C. Временное сопротивление разрушению в этих образцах составило 950 МПа и 870 МПа после отжига на 600 и 700°C, соответственно.

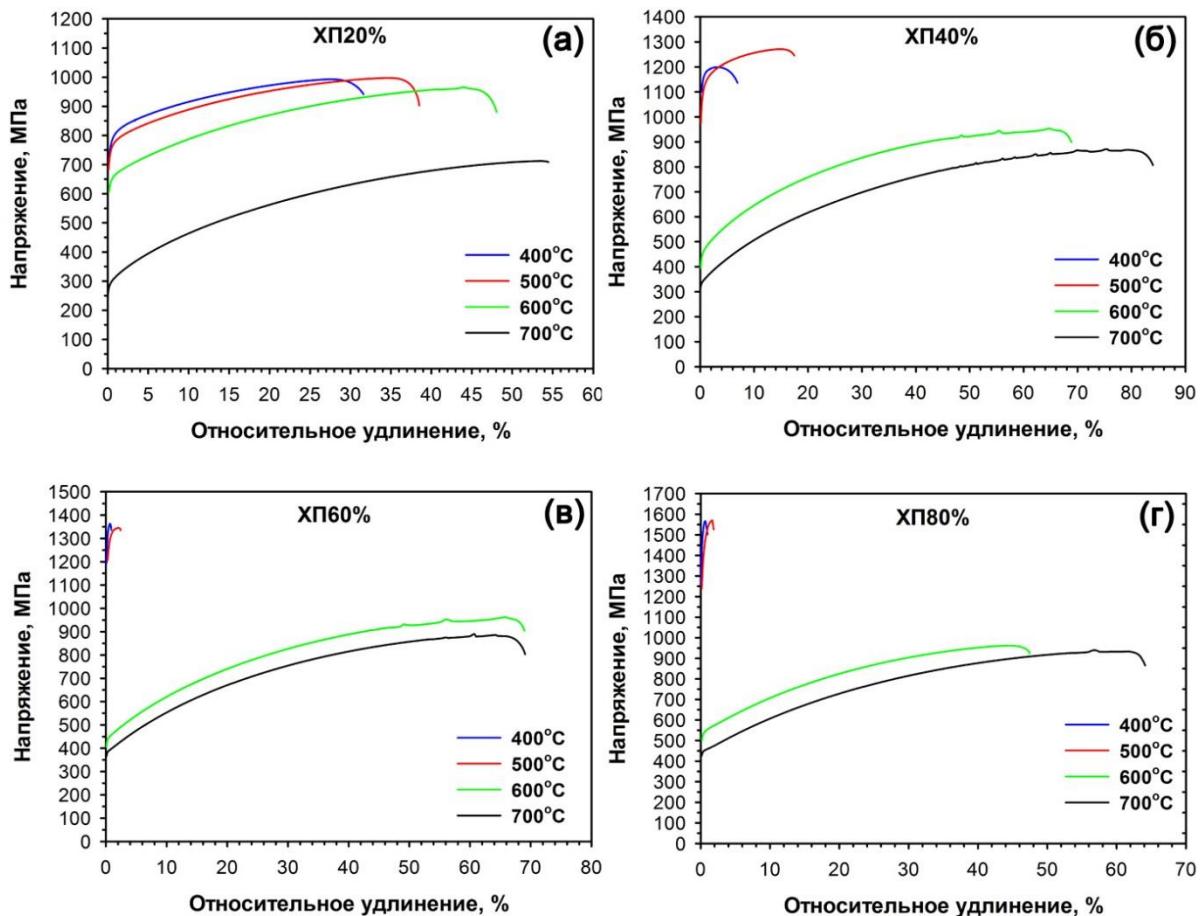


Рисунок 4.3 – Кривые течения образцов стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, отожженные в интервале температур 400-700°C после прокатки с (а) 20%, (б) 40%, (в) 60% и (д) 80% обжатия

Кривые течения образцов стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, отожженных в интервале температур 400-700°C после прокатки с обжатием 60% приведены на рис. 4.3в. Образцы после отжига на 400°C и 500°C разрушаются практически сразу после начала деформации. Значения пределов текучести составили 1280 МПа и 1180 МПа после отжига на 400°C и 500°C, а временное сопротивление разрушению составило 1360 МПа и 1350 МПа, соответственно. Удлинение после разрушения в этих образцах составило 1% и 2%.

Возникновение полностью рекристаллизованной структуры после отжигов при температуре 600°C и 700°C привело к значительному изменению формы кривых течения. Образцы испытывают высокое деформационное упрочнение при растяжении. Образцы, отожженные при температурах 600°C и 700°C показали пределы текучести равные 430 МПа и 380 МПа, соответственно, временное сопротивление разрушению составило 960 МПа и 890 МПа, соответственно. Удлинение до разрушения для обоих образцов составило 69%.

Изменение кривых течения образцов, отожженных после прокатки с 80% обжатия, идентичны образцам после 60% обжатия. Предел текучести и временное сопротивление разрушению образцов, отожженных при температурах 400°C и 500°C, понизился до 1470 МПа и 1310 МПа ($\sigma_{0,2}$) и 1640 МПа и 1540 МПа (σ_B), соответственно, при пластичности образцов около 1%. Падение показателей прочности и рост относительного удлинения до разрушения показали образцы с полностью рекристаллизованной структурой после отжигов на 600°C и 700°C. В образце после отжига на 600°C предел текучести и временное сопротивление разрушению составили 510 МПа и 960 МПа, соответственно, при удлинении до разрушения в 47%, а в образце, отожженном на 700°C, предел текучести понизился до 390 МПа, а временное сопротивление разрушению до 940 МПа, пластичность при этом возросла на 17% до 64%.

Кривые течения образцов стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после прокатки с 80% обжатия и отжига в интервале температур 400-900°C приведены на рис. 4.4. Так же, как и в образцах стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, отжиг на 400 и 500°C приводит к падению характеристик прочности при практически неизменном равномерном удлинении.

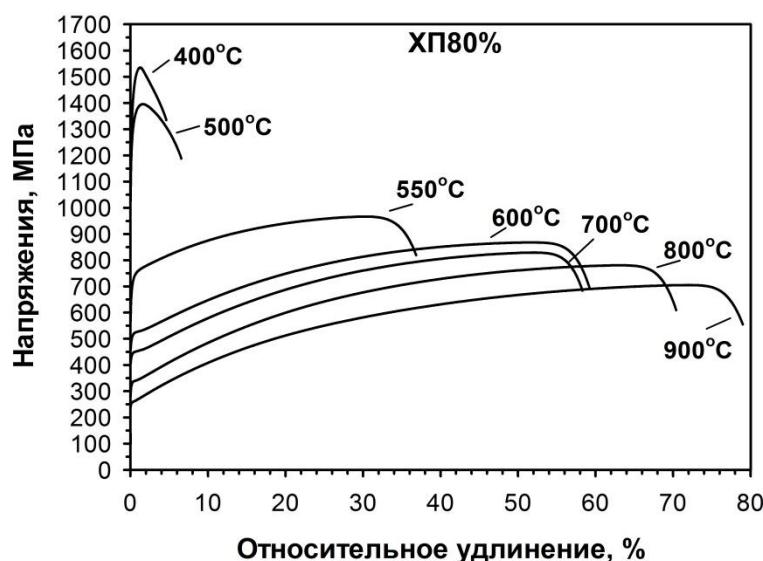


Рисунок 4.4 – Кривые течения образцов стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, отожженных в интервале температур 400-900°C после прокатки с 80% обжатия

Частично рекристаллизованная структура, возникшая после отжига на 550°C приводит к необычному сочетанию свойств: предел текучести составляет 690 МПа, временное сопротивление 970 МПа при удлинении в 37%. Дальнейшее повышение температуры отжига выше 600°C приводит к увеличению относительного удлинения всех образцов выше 45% при снижении предела текучести и временного сопротивления с повышением температуры отжига (рис. 4.4). Значения механических свойств сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после холодной прокатки и отжигов приведены в таблице 4.2.

Таблица 4.2 Механические свойства сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после холодной прокатки в интервале обжатий 20-80% и отжигов

Сталь	Обжатие при прокатке, %	Температура отжига, °C	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
Fe-18Mn-0.6C-1.5Al	20	400	730	990	32
		500	720	1000	38
		600	620	970	48
		700	285	710	53
	40	400	1070	1200	7
		500	1020	1270	17
		600	425	950	69
		700	330	870	84
	60	400	1280	1360	1
		500	1180	1350	2
		600	430	960	7
		700	380	890	69
	80	400	1470	1640	1
		500	1310	1570	1,5
		600	510	960	47
		700	435	940	64
Fe-23Mn-0.3C-1.5Al	80	400	1340	1540	5
		500	1250	1400	7
		550	690	970	37
		600	500	870	59
		700	440	830	68
		800	330	780	70
		900	255	700	79

4.3 Влияние микроструктуры на механические свойства высокомарганцевых сталей

Зависимость предела текучести материалов в рекристаллизованном состоянии от размера зерна описывается законом Холла-Петча [107–110]:

$$\sigma_{0.2} = \sigma_0 + K_y d^{-0.5} \quad (4.1)$$

где σ_0 – напряжение Пайерлса-Набарро, МПа, K_y – коэффициент Холла-Петча, $\text{МПа} \times \text{м}^{0.5}$, d – размер зерна, м.

Зависимости значения пределов текучести образцов сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в рекристаллизованном состоянии от обратного квадратного корня из размера зерна приведены на рисунке 4.5.

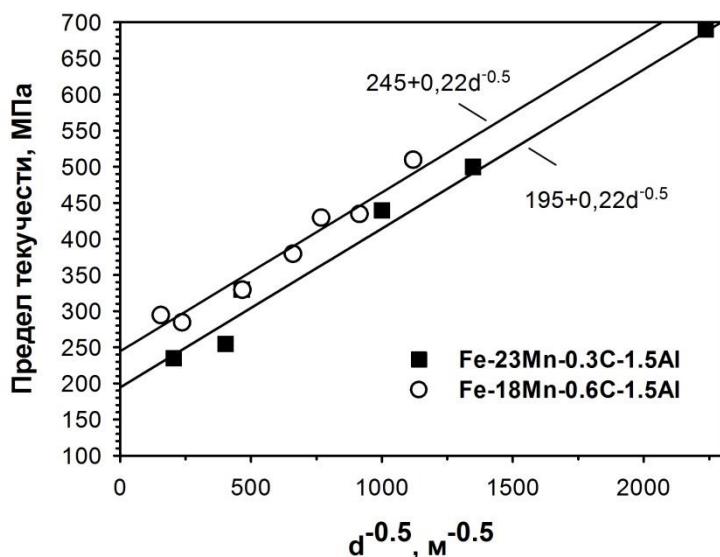


Рисунок 4.5 – Зависимость пределов текучести сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в рекристаллизованном состоянии от размера зерна.

Как видно из рис. 4.5, в обеих сталях закон Холла-Петча хорошо соблюдается, коэффициент Холла-Петча K_y для обеих сталей составляет $0,22 \text{ МПа} \times \text{м}^{0.5}$. При этом для стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al зависимость имеет вид $\sigma_{0.2} = 245 + 0,22 \times d^{-0.5}$, а для стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al $\sigma_{0.2} = 195 + 0,22 \times d^{-0.5}$.

Различие в значениях σ_0 может быть обусловлено разницей в твердорастворном упрочнении от атомов углерода и марганца, а само напряжение Пайерлса-Набарро записано как сумма вкладов:

$$\sigma_0 = \sigma_{\text{П-Н}}^{\text{Fe}} + \Delta\sigma_{\text{тв.р-р}} \quad (4.2)$$

где $\sigma_{\text{П-Н}}^{\text{Fe}}$ – напряжение Пайерлса-Набарро чистого железа, 20-30 МПа [111], $\Delta\sigma_{\text{тв.р-р}}$ – вклад твердорастворного упрочнения в напряжение.

Зависимость напряжений от содержания легирующих элементов была предложена Коксом с соавторами [112]. Согласно их работе, твердорастворное упрочнение рассчитывается по следующей формуле:

$$\Delta\sigma_{\text{тв.р-р}} = \sum K_i C_i^{2/3} \quad (4.3)$$

где K_i – коэффициент упрочнения от элемента i , а C_i – массовая концентрация элемента i . Напряжение Пайерлса-Набарро было взято равным $\sigma_{\text{П-Н}} = 22$ МПа. В результате расчетов было найдено, что $K_{\text{Mn}} = 8,28$ МПа/%, $K_C = 262,4$ МПа/%, а вкладом алюминия в твердорастворное упрочнение можно пренебречь. Таким образом, предел текучести может быть описан следующей формулой:

$$\sigma_{0,2} = 22 + 8,28C_{\text{Mn}}^{2/3} + 262,2C_C^{2/3} + 0,22d^{-0,5} \quad (4.4)$$

Сравнение значений, получаемых по формуле (4.6), с литературными данными, взятыми для высокомарганцевых сталей различного химического состава [57, 64, 82, 95, 113–116], приведено на рис. 4.6. Незначительный вклад в твердорастворное упрочнение атомов алюминия также подтверждается в работе Шмаудера с соавторами [117].

Следует отметить, что оценка влияния размера зерна на предел текучести аустенитных сталей, подвергнутых деформационной обработке, по формуле (4.1), то есть без учета влияния повышенной плотности дислокаций, дает завышенные значения K_y [118, 119].

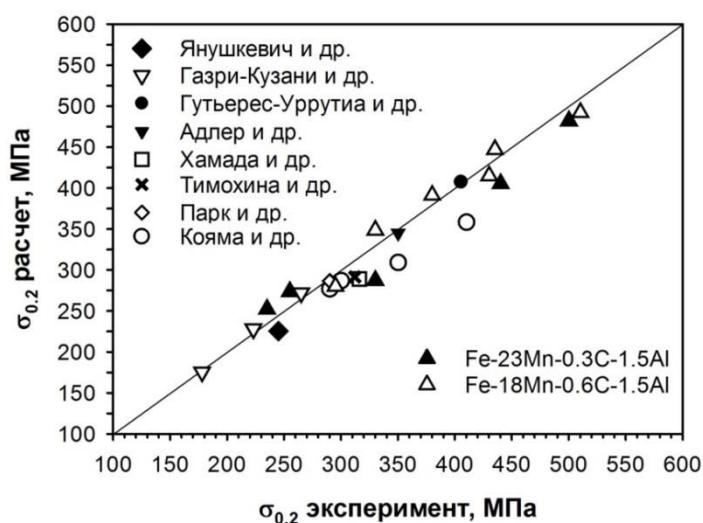


Рисунок 4.6 – Сравнение экспериментальных и рассчитанных значений пределов текучести различных сталей

Для более точной оценки влияния микроструктуры на предел текучести деформированных материалов к уравнению (4.1) дополнительно добавляют вклад от накопленных в структуре дислокаций [118]:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_0 + K_y D^{-0.5} + \alpha M G b \rho^{0.5} \quad (4.5)$$

где D – расстояние между границами двойников деформации, α – коэффициент, M – фактор Тейлора, G – модуль сдвига, b – вектор Бюргерса, ρ – плотность дислокаций. Результаты расчетов и доля каждого из вкладов в упрочнение приведены на рис. 4.7.

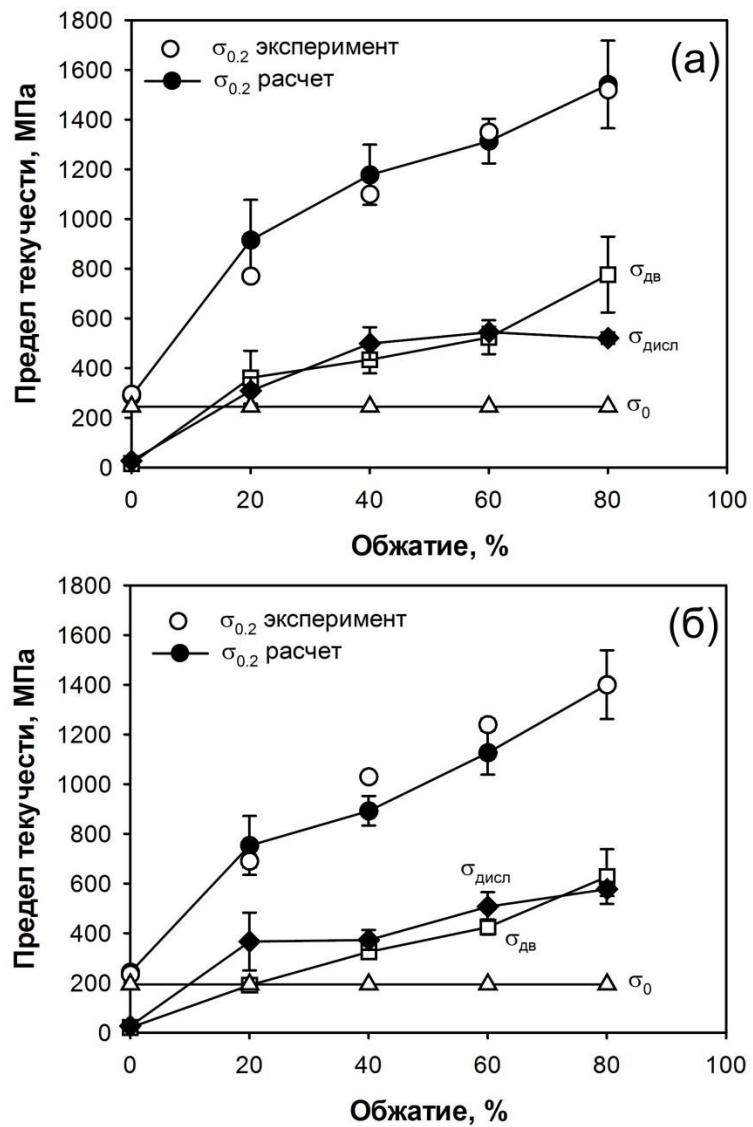


Рисунок 4.7 – Экспериментальные, расчетные значения пределов текучести сталей и вклады от каждого из механизмов упрочнения в зависимости от степени обжатия при холодной прокатке стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б)

Значения коэффициентов, при помощи которых получены результаты на рис. 4.7, приведены в таблице 4.2.

Таблица 4.2 – Коэффициенты, использованные для расчетов в уравнении (4.5).

Сталь	σ_0 , МПа	K_y , МПа $\times m^{0.5}$	α	M	G, МПа	b, м
Fe-18Mn-0.6C-1.5Al	245	0.1	0.17	3	72000	2.4×10^{-10}
Fe-23Mn-0.3C-1.5Al	195	0.1	0.17	3	72000	2.4×10^{-10}

Попарное сравнение экспериментальных и расчетных значений пределов текучести сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном и деформированном состояниях приведено на рис. 4.8.

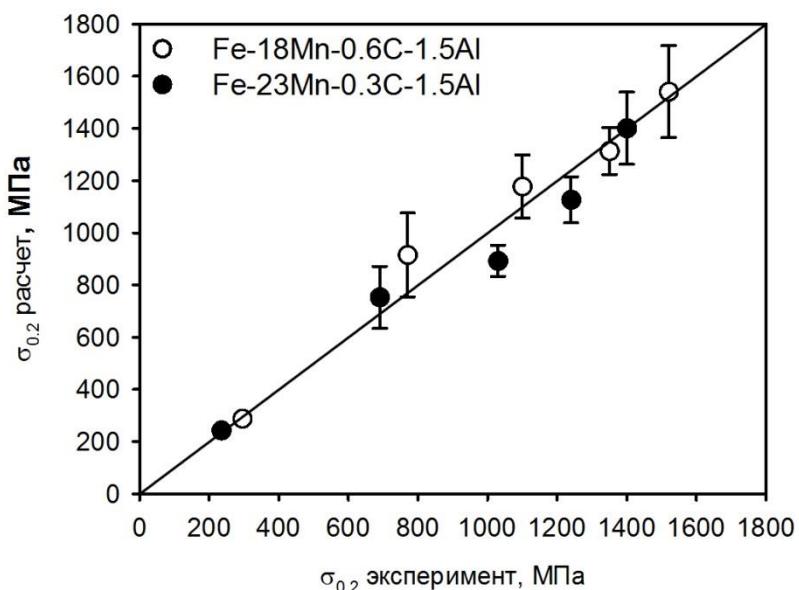


Рисунок 4.8 – Сравнение экспериментальных и расчетных значений пределов текучести сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном и деформированном состояниях

Таким образом показано, что измельчение структуры за счет двойниковых границ играет важную роль в упрочнении высокомарганцевых сталей, благодаря так называемому «динамическому эффекту Холла-Петча» [120–122]. Коэффициент $K_y = 0,1$ МПа $\times m^{0.5}$, полученный для сталей в деформированном состоянии в уравнении (4.5), вдвое меньше, чем K_y для сталей в рекристаллизованном состоянии, что согласуется со значениями, полученными для аустенитных нержавеющих сталей при подобном

разделении вкладов упрочнения [118]. Вклады упрочнения от измельчения структуры до наноразмерной за счет образования границ деформационных двойников и дислокационного упрочнения практически равновелики во всем интервале обжатий сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al при холодной прокатке.

4.4 Выводы по главе

1. Холодная прокатка приводит к значительному повышению прочностных свойств сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al. В образцах с 80% обжатия предел текучести растет в 5 и 6 раз для сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, соответственно, а временное сопротивление разрушению растет в 2,3-2,4 раза в обеих сталях. При этом удлинение до разрушения падает до нескольких процентов в образцах, прокатанных с обжатием 40% и выше.
2. Механические свойства после отжигов зависят от вида отожженной структуры: нерекристаллизованные образцы показывают высокую прочность и низкую пластичность, образцы с рекристаллизованной структурой обладают низкими значениями прочностных свойств и высокой пластичностью
3. В рекристаллизованном состоянии предел текучести высокомарганцевых сталей может быть рассчитан, как сумма вкладов от напряжений Пайерлса-Набарро, твердорастворного упрочнения от атомов марганца и углерода и напряжений от размера зерна согласно закону Холла-Петча.
4. В деформированном состоянии высокие прочностные свойства сталей обеспечиваются измельчением структуры до наноразмерной в результате деформационного двойникования и высокой плотностью дислокаций. Вклады упрочнения от измельчения структуры до наноразмерной за счет образования границ деформационных двойников и дислокационного упрочнения практически равновелики во всем интервале обжатий сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al при холодной прокатке.

Как показано в предыдущей главе, обе рассматриваемые высокомаргандцевые TWIP стали в горячекатаном состоянии показывают высокие удлинения до разрушения равные ~95%, при этом растяжение идет с упрочнением. Природа высокого деформационного упрочнения сталей класса TWIP на сегодняшний день является предметом дискуссий [121, 123–125]. В данной главе рассмотрены причины высокого деформационного упрочнения и структурные изменения, происходящие в высокомаргандцевых сталях при растяжении.

5.1 Деформационное упрочнение сталей при растяжении

Кривые течения сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в истинных координатах и кривые деформационного упрочнения « $d\sigma/d\varepsilon - \varepsilon$ » в исходном состоянии и после холодной прокатки приведены на рисунках 5.1 и 5.2, соответственно.

Обе стали в исходном состоянии показывают схожее деформационное упрочнение, характеризующееся падением на кривых « $d\sigma/d\varepsilon - \varepsilon$ » при растяжении до истинной деформации около 0,2 (рис. 5.1а и 5.2а), после чего следует обширная стадия деформационного упрочнения. Кривые $d\sigma/d\varepsilon$ растут при растяжении в интервале истинных деформаций 0,2-0,5, после чего следует снижение деформационного упрочнения.

В результате холодной прокатки с 20% обжатия деформационное упрочнение в обеих сталях понижается на всем протяжении испытаний на растяжение, показывая линейный участок с небольшим наклоном, начиная с истинной деформации 0,05 и заканчивая при ~0,25 (рис. 5.1б и 5.2б).

При дальнейшем увеличении обжатия при прокатке до 40% и выше стали практически не испытывают деформационного упрочнения, а кривые $d\sigma/d\varepsilon$ показывают резкое падение практически сразу после начала растяжения (рис. 5.1 в-д и 5.2 в-д).

Красными кругами на графиках обозначен критерий пластической неустойчивости Консidera [71, 126–128], согласно которому неустойчивость появляется, когда напряжение при деформации начинает превышать деформационное упрочнение:

$$\sigma \geq d\sigma/d\varepsilon \quad (5.1)$$

По достижении такого напряжения удлинение перестает быть равномерным и начинается образование шейки.

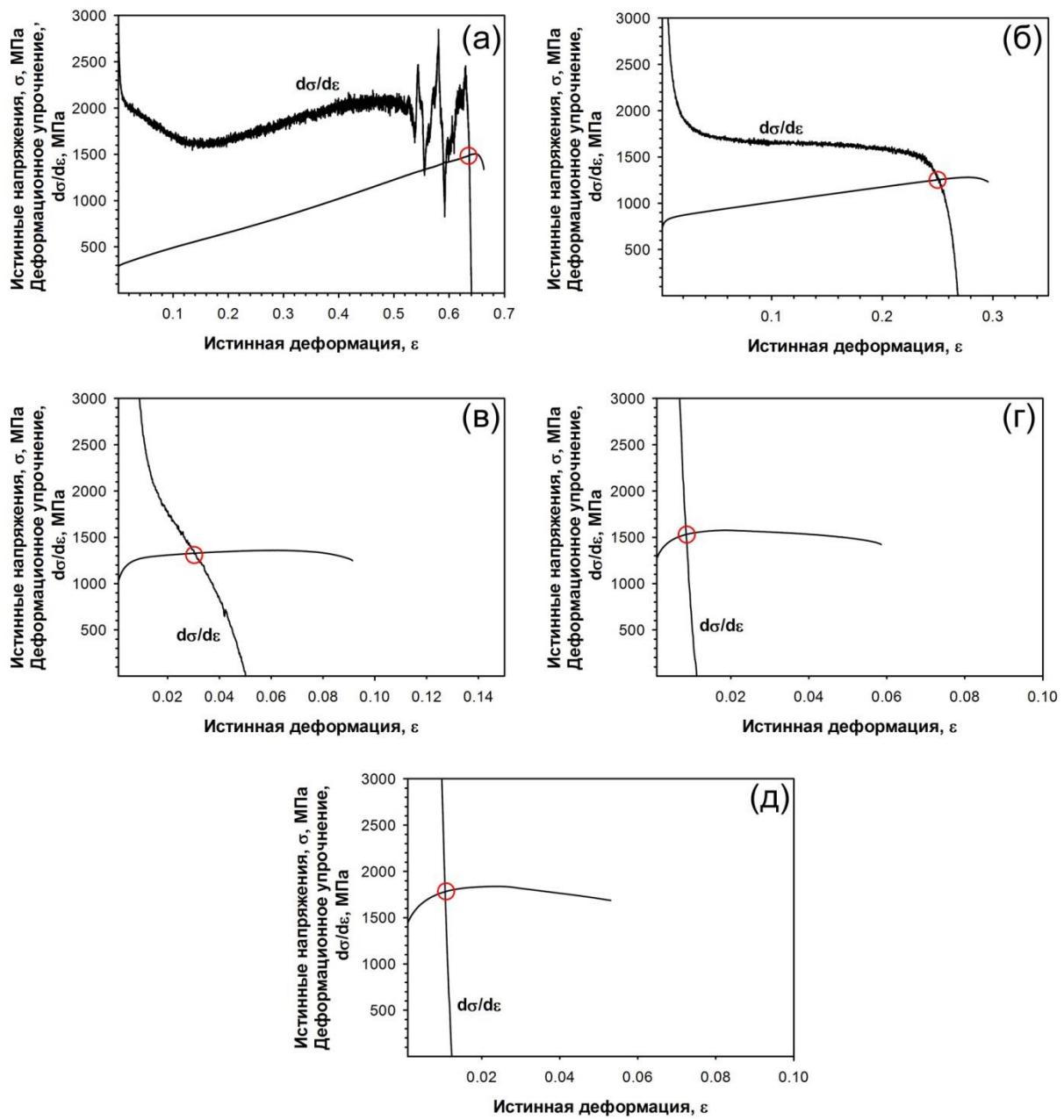


Рисунок 5.1 – Кривые зависимости истинных напряжений от истинной деформации при растяжении и кривые деформационного упрочнения $d\sigma/d\epsilon$ при растяжении для стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al в исходном состоянии (а) и после холодной прокатки с 20% (б), 40% (в), 60% (г) и 80% (д) обжатия

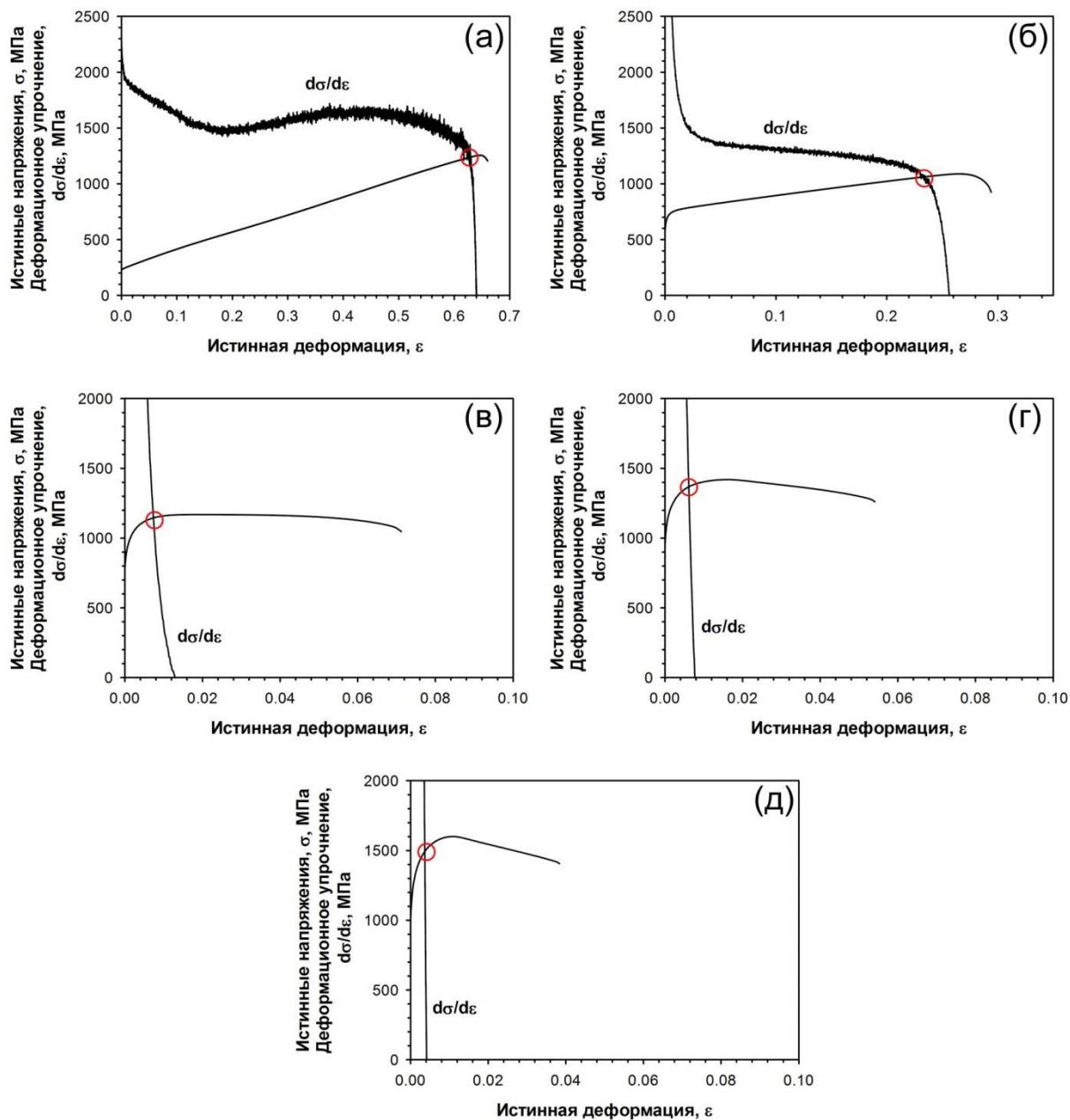


Рисунок 5.2 – Кривые зависимости истинных напряжений от истинной деформации при растяжении и кривые деформационного упрочнения $d\sigma/d\epsilon$ при растяжении для стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном состоянии (а) и после холодной прокатки с 20% (б), 40% (в), 60% (г) и 80% (д) обжатия

На кривых деформационного упрочнения « $d\sigma/d\epsilon - \epsilon$ » (рис. 5.3а,б) обеих сталей в исходном состоянии можно выделить 5 стадий, обозначенных на рис. 5.3 символами I-V. Стадия I характеризуется резким снижением деформационного упрочнения. Эта стадия заканчивается на уровне 1620 МПа в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и 1485 МПа в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al. Следующая стадия, II, характеризуется практически неизменным

деформационным упрочнением. Начало этой стадии в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (рис. 5.3а) приходится на истинную степень деформации 0,14, а в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al на истинную степень деформации 0,18 (рис. 5.3б).

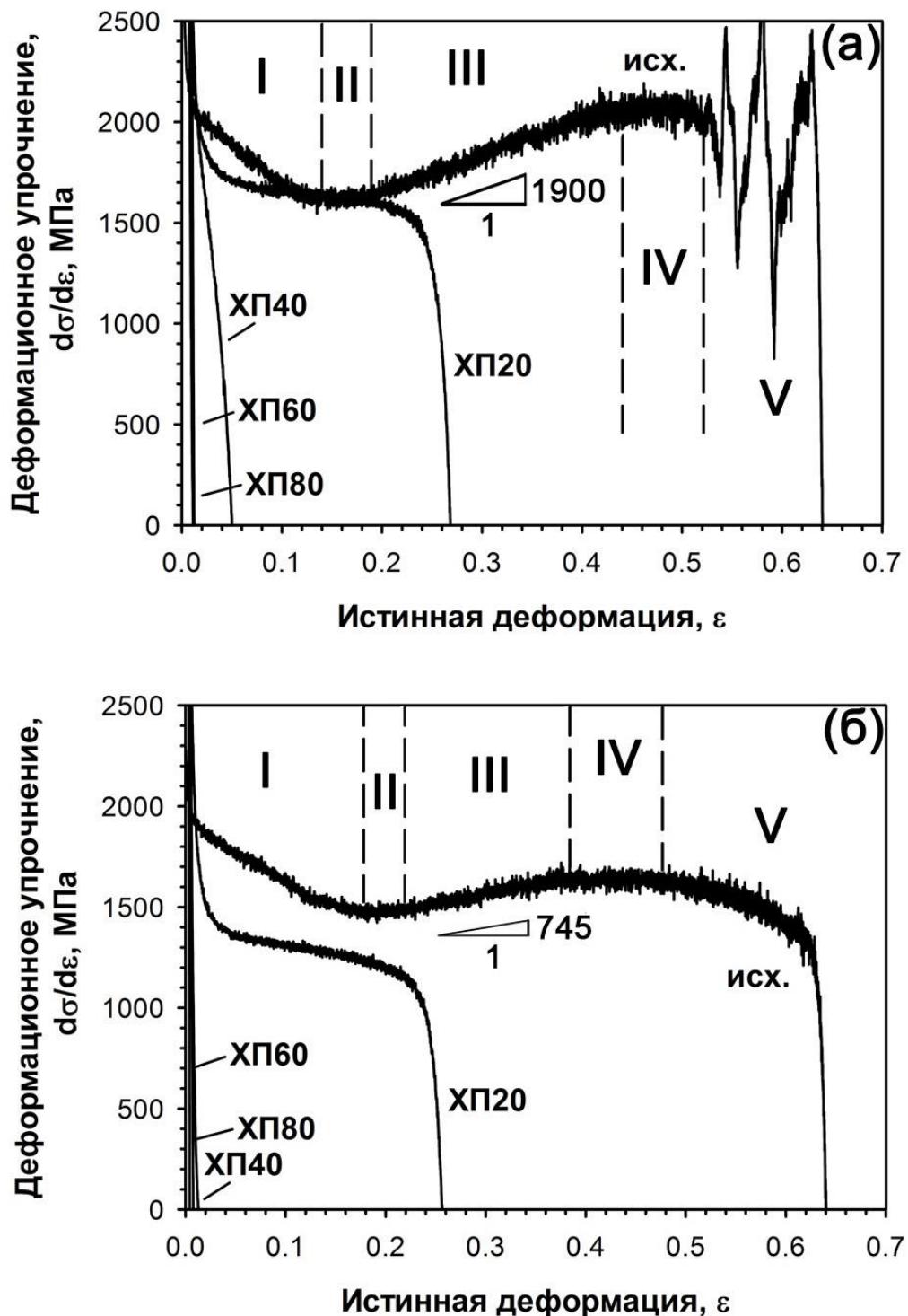


Рисунок 5.3 – Кривые деформационного упрочнения $d\sigma/d\varepsilon$ при растяжении для стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б) в исходном состоянии и после холодной прокатки в интервале обжатий 20-80%

При достижении истинной степени деформации $\varepsilon = 0,21$ и $\varepsilon = 0,22$ в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al на кривой деформационного упрочнения обеих сталей наблюдается практически линейный подъём с 1650 МПа до 2050 МПа в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и с 1485 МПа до 1635 МПа в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al. За подъёмом деформационного упрочнения на стадии III следует стагнация на стадии IV, начинающаяся при истинной степени деформации $\varepsilon = 0,44$ в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и $\varepsilon = 0,39$ в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (рис. 5.3а,б) и имеющая приблизительно равную продолжительность в обеих сталях. Наконец, начало стадии V приходится на истинную степень деформации $\varepsilon = 0,52$ в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и $\varepsilon = 0,49$ в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al. Данная стадия характеризуется постепенным понижением деформационного упрочнения и разрушением. В отличие от стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, сталь Fe-18Mn-0.6C-1.5Al показывает зубчатость на кривой деформационного упрочнения.

Истинная степень деформации, при которой развивается каждая из стадий деформационного упрочнения, приведена в таблице 3.

Таблица 5.1 – Границы стадий I-V деформационного упрочнения на рис.5.3

Сталь	Начало стадии, ε				
	I	II	III	IV	V
Fe-18Mn-0.6C-1.5Al	0	0,14	0,21	0,44	0,52
Fe-23Mn-0.3C-1.5Al	0	0,18	0,22	0,39	0,49

В результате анализа кривых деформационного упрочнения было найдено, что наклон стадии III, на которой происходит линейный рост деформационного упрочнения в обеих сталях, пропорционален отношению количества углерода к количеству марганца в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, так что можно записать следующее уравнение:

$$d^2\sigma/d\varepsilon^2_{III} = M_1 \times C_C/C_{Mn} \quad (5.2)$$

где $d^2\sigma/d\varepsilon^2_{III}$ – наклон третьей стадии деформационного упрочнения сталей (рис. 5.3), C_C – массовая доля углерода в стали, C_{Mn} – массовая доля марганца в стали, M_1 – коэффициент пропорциональности. Для стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al $C_C/C_{Mn} = 0,033$, а для стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al отношение количества углерода к количеству марганца $C_C/C_{Mn} = 0,013$. Коэффициент пропорциональности $M_1 = 5,7 \times 10^4$ МПа.

После холодной прокатки с 20% обжатия деформационное упрочнение обеих сталей показывает резкое падение до истинной степени деформации $\epsilon = 0,05$, после чего идет плавное снижение деформационного упрочнения с 1700 МПа до 1500 МПа в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и с 1350 МПа до 1100 МПа в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, заканчивающееся при $\epsilon = 0,22$, и последующее резкое падение и разрушение. Деформационное упрочнение сталей, прокатанных на 20%, схоже со стадией V деформационного упрочнения сталей в исходном состоянии за исключением наличия зубчатости на кривой в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al.

Для выявления причин высокого деформационного упрочнения сталей при растяжении Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al испытания на растяжение были остановлены после 20%, 40%, 60% и 80% деформации (истинная степень деформации $\epsilon = 0,18; 0,34; 0,47; 0,59$, соответственно). Данные истинные степени деформации соответствуют стадиям II, III, IV и V, соответственно, для стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и стадиям I, III, IV и V для Fe-23Mn-0.3C-1.5Al.

Оптическая металлография образцов сталей, растянутых до 20% удлинения, представлена на рисунке 5.4. В структуре образца стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (рис. 5.4а), для которой деформационное упрочнение находится в интервале деформаций, соответствующем стадии II, обнаружено небольшое количество прямых полос. В структуре образца стали Fe-23Mn-0.36C-1.5Al (рис. 5.4б), для которой удлинение на 20% соответствует границе между стадиями I и II, полосы обнаружены лишь в незначительном количестве зерен. Для определения типа полос, возникающих в сталях, были проведены исследования их тонкой структуры при помощи EBSD-анализа.

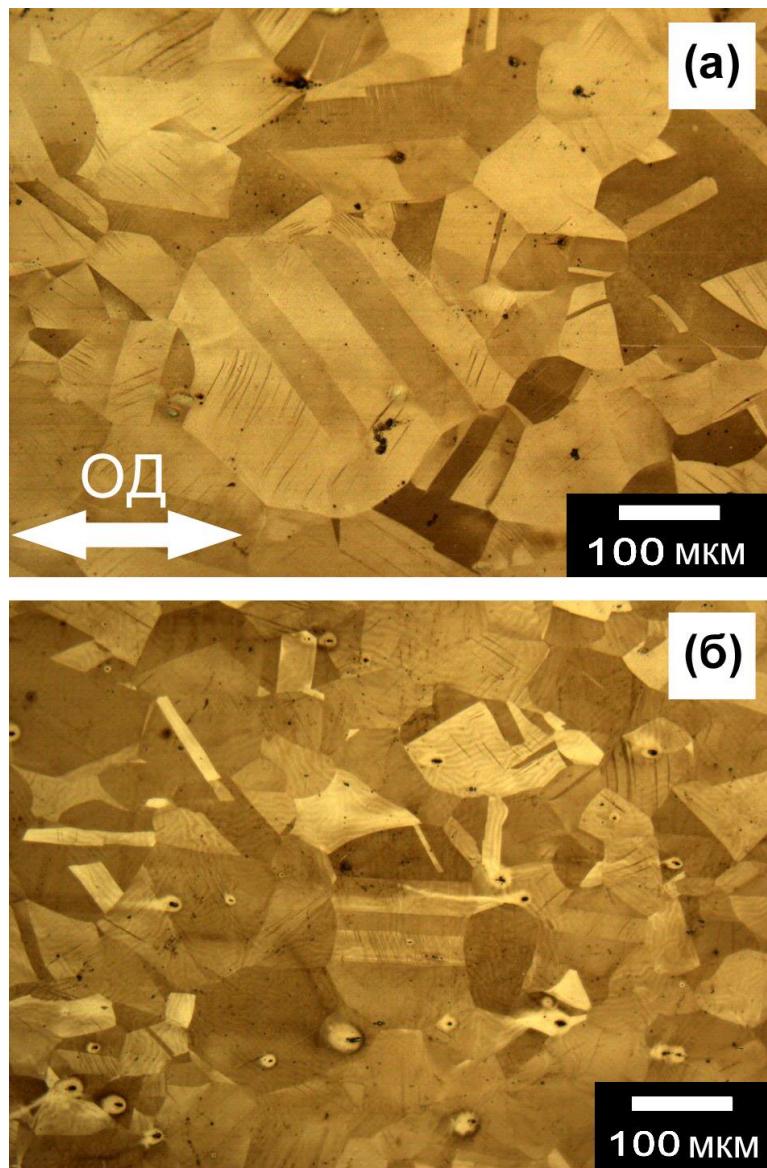


Рисунок 5.4 – Микроструктура сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б) после растяжения до 20%. ОД – ось деформации при растяжении

В структуре стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al после растяжения до 20% были обнаружены как линии планарного скольжения дислокаций (профиль разориентировок по линии 1 на рис. 5.5), так и обнаружены двойники деформации одной системы, что подтверждается наличием пика на 60° на профиле разориентировок по линии 2 (рис. 5.5)

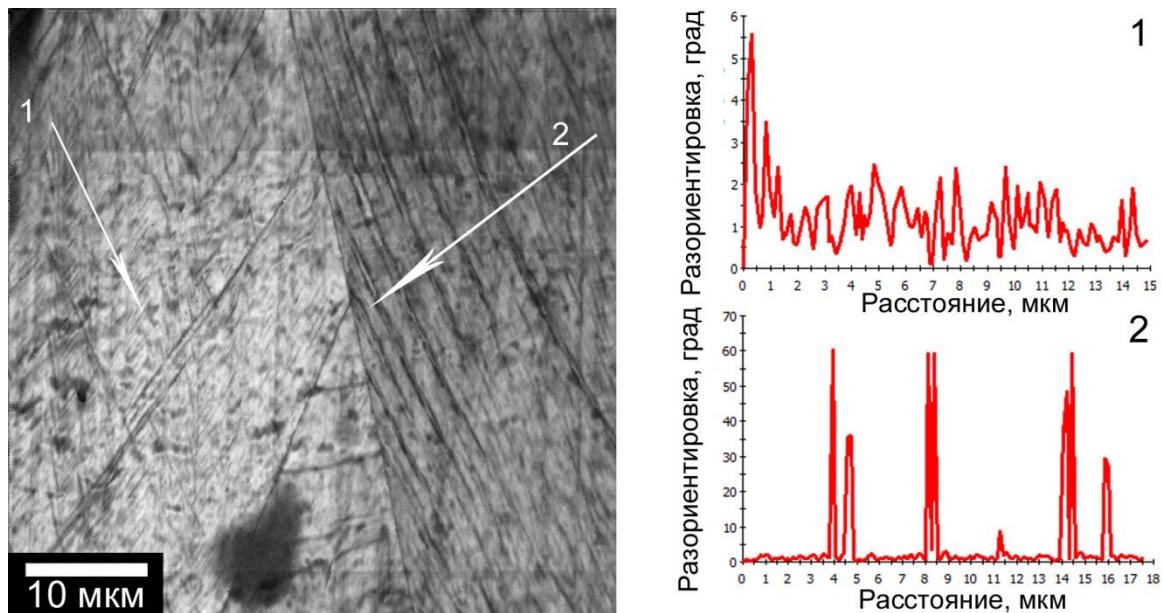


Рисунок 5.5 – Микроструктура стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al после растяжения до 20% и профили разориентировок по линиям 1 и 2

В структуре стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после растяжения до 20% практически отсутствуют прямые полосы, а на профиле разориентировок по линии (рис. 5.6) отсутствуют разориентировки, превышающие 1° .

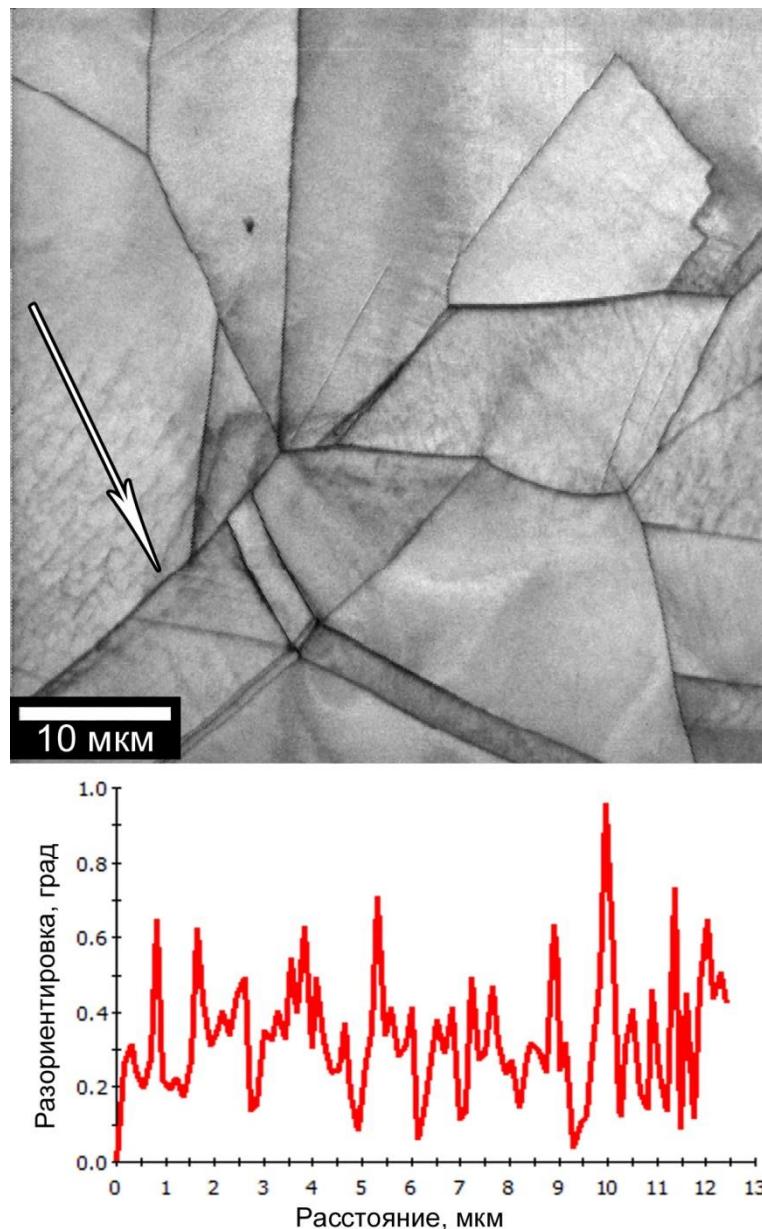


Рисунок 5.6 – Микроструктура стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после растяжения до 20% и профиль разориентировок по стрелке

Увеличение деформации при растяжении до 40% (истинная степень деформации $\varepsilon = 0,34$, стадия III деформационного упрочнения для обеих сталей) привело к увеличению числа зерен, в которых наблюдаются двойники деформации, в обеих сталях. Тем не менее, некоторые неблагоприятно ориентированные зёрна не испытывают деформационного двойникования [125, 129–133] (рис. 5.7).

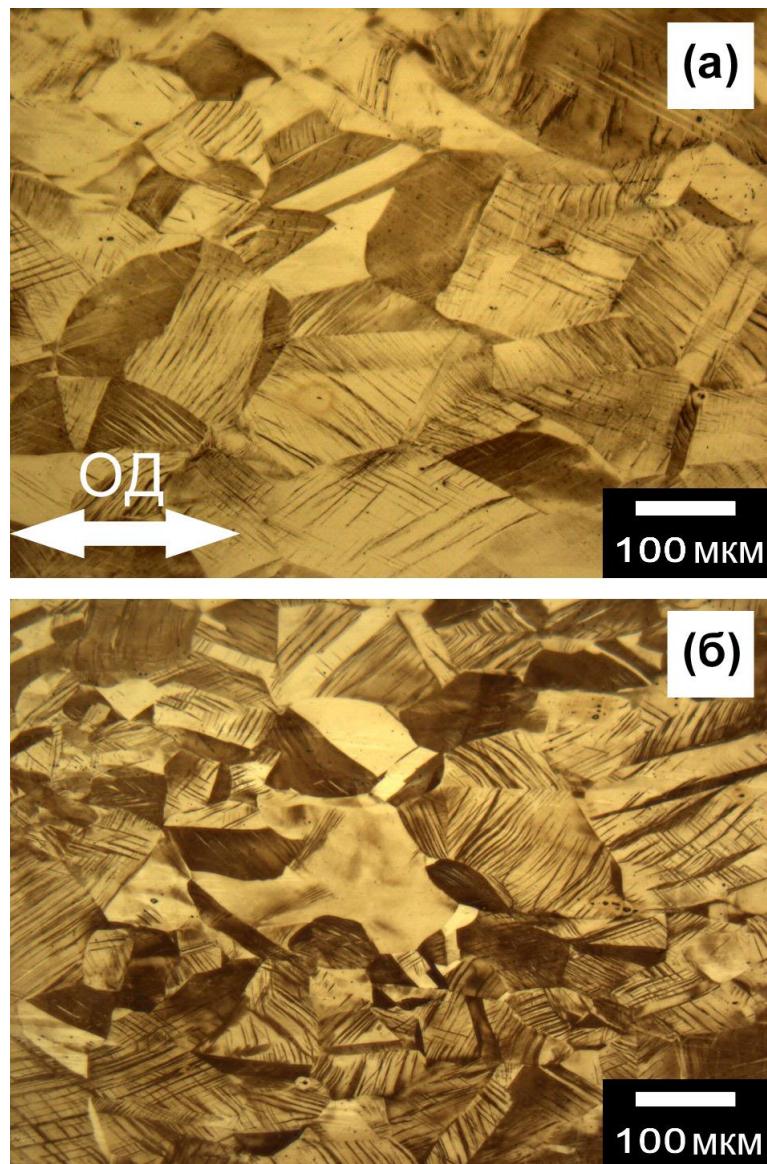


Рисунок 5.7 – Микроструктура сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б) после растяжения до 40%. ОД – ось деформации при растяжении

После растяжения до 40% в некоторых зернах присутствуют двойники нескольких систем двойникования (рис. 5.8 для стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al). На профилях разориентировок, взятых по линиям 1 и 2 на рис. 5.8 и на профиле разориентировок линии на рис. 5.9 отчетливо видны пики на 60° , соответствующие специальным границам двойников деформации.

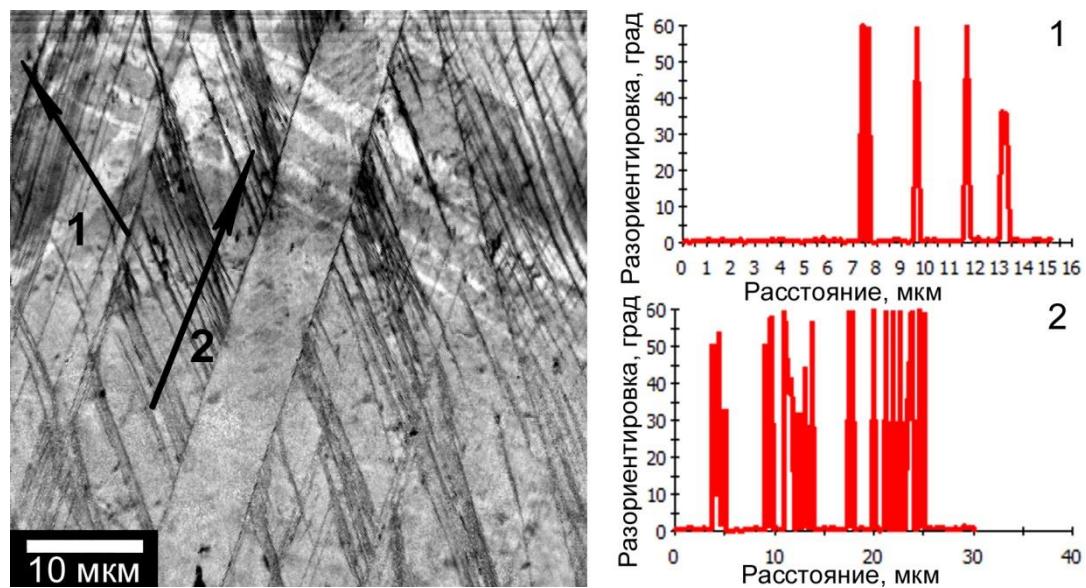


Рисунок 5.8 – Микроструктура стали Fe-18Mn-0.3C-1.5Al после растяжения до 40% и профили разориентировок по стрелкам 1 и 2

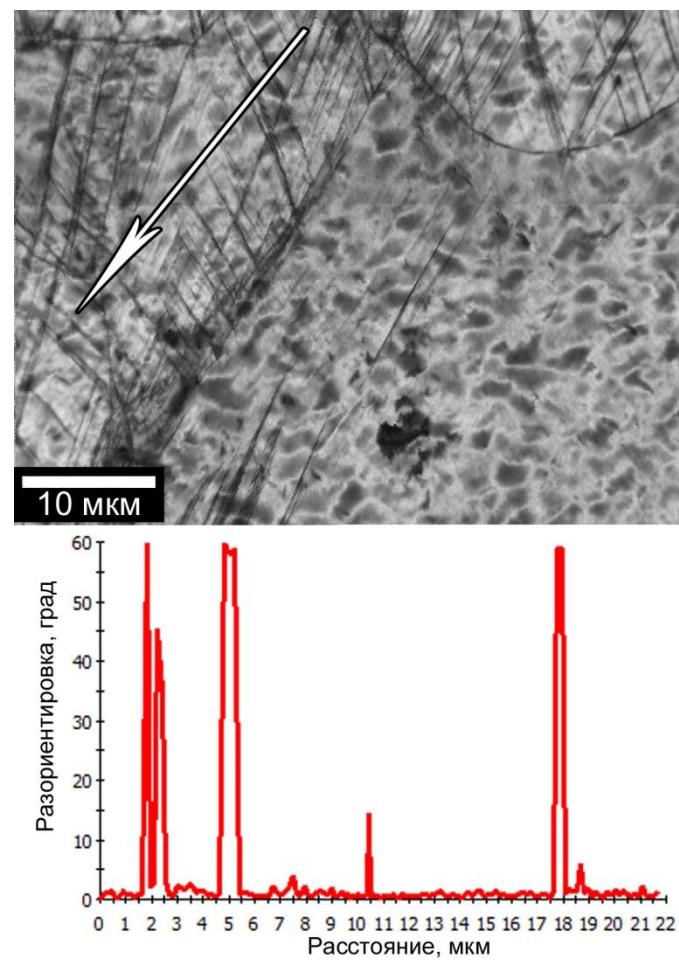


Рисунок 5.9 – Микроструктура стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после растяжения до 40% и профиль разориентировок по стрелке

После растяжения до 60% (истинная степень деформации $\varepsilon = 0,47$, стадия IV деформационного упрочнения для обеих сталей) практически все зерна содержат двойники деформации. На рисунке 5.10 приведены типичные микроструктуры, развивающиеся в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (рис. 5.10а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (рис. 5.10б) после растяжения до 60% удлинения.

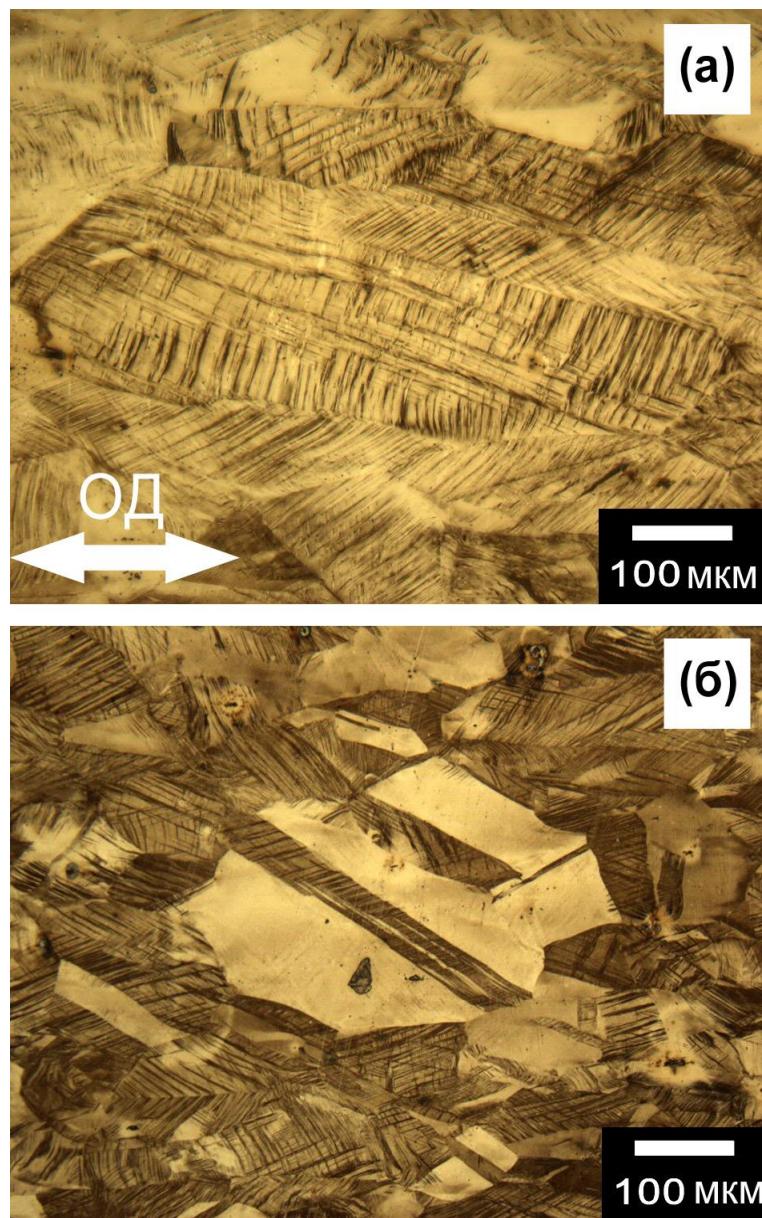


Рисунок 5.10 – Микроструктура сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б) после растяжения до 60%. ОД – ось деформации при растяжении

Детальное изучение тонкой структуры стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al после растяжения до 60% удлинения показало наличие деформационных двойников одной системы, плотно расположенных друг рядом с другом (рис. 5.11 и профиль разориентировки по линии 1) и деформационных двойников разных систем, пересекающихся под прямым углом и образующих прямоугольную сетку высокоугловых границ (рис. 5.11 и профиль разориентировки по линии 2).

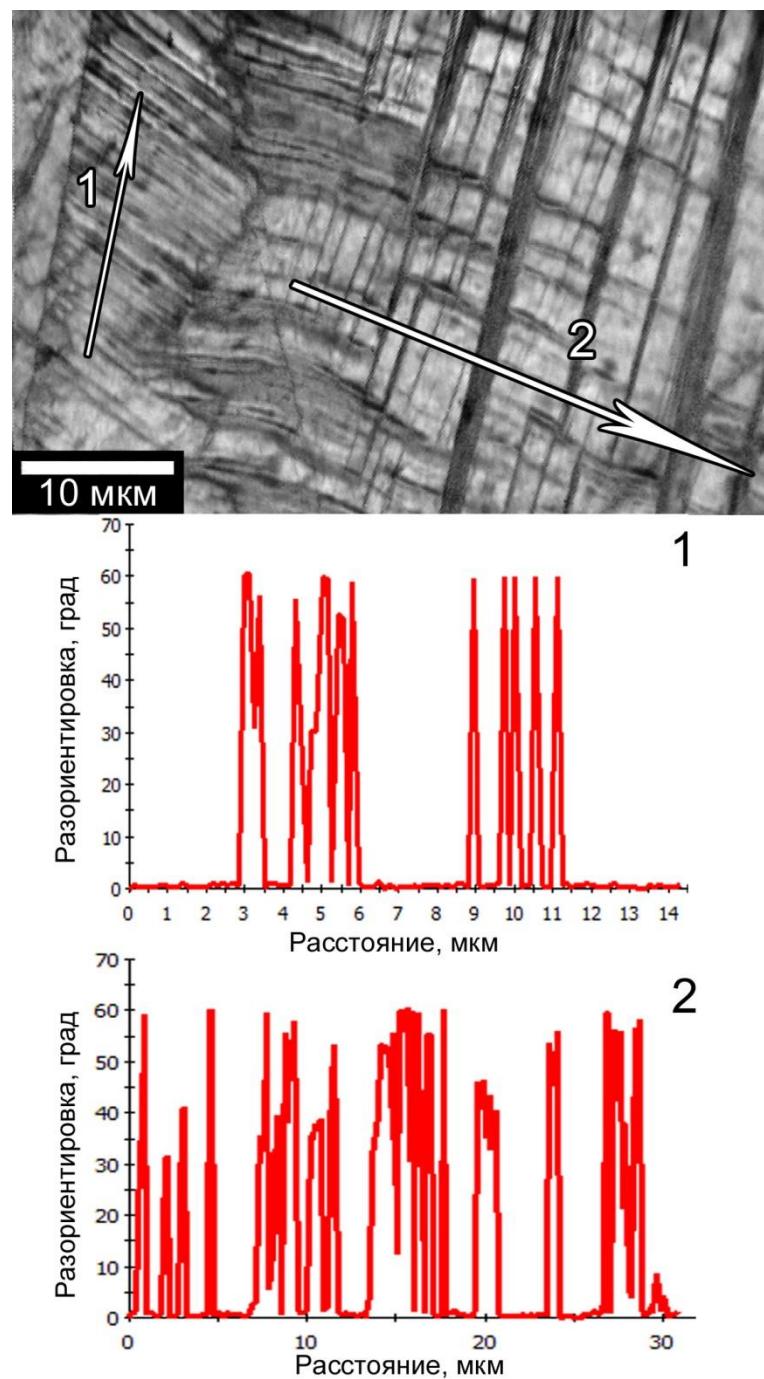


Рисунок 5.11 – Микроструктура стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al после растяжения до 60% и профили разориентировок по стрелкам 1 и 2

Сталь Fe-23Mn-0.3C-1.5Al показывает схожую со сталью Fe-18Mn-0.6C-1.5Al структуру после 60% растяжения (рис. 5.12), однако, было обнаружено больше зерен, в которых присутствуют деформационные двойники только одной системы двойникования и меньше зерен, в которые произошло разбиение на прямоугольные фрагменты. Помимо границ деформационных двойников (профили разориентировок по линиям 1 и 2 на рис. 5.12) в структуре были обнаружены малоугловые разориентировки, соответствующие образованию микрополос сдвига (профиль разориентировки по линии 2) [134]. Поскольку удлинение в 60% (истинная степень деформации $\varepsilon = 0,47$) является пограничным для стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al между стадиями деформационного упрочнения IV и V на рис. 5.3, можно предположить, что на стадии IV достигается предел плотности двойниковых границ, в результате чего дальнейшая деформация осуществляется посредством образования микрополос сдвига.

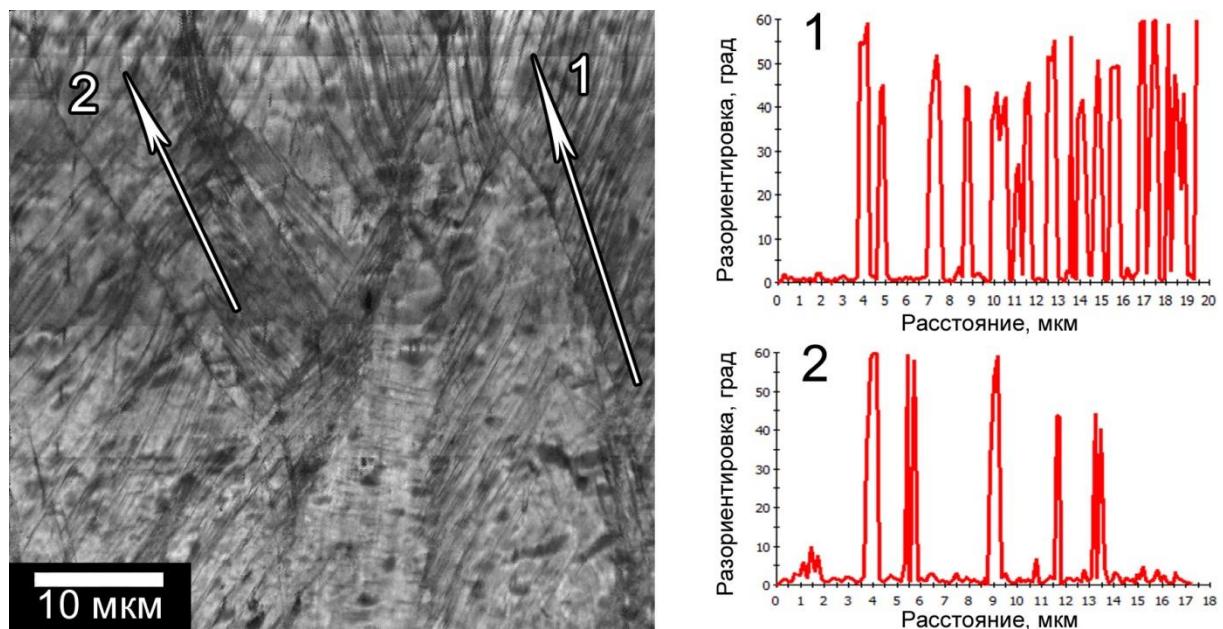


Рисунок 5.12 – Микроструктура стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после растяжения до 60% и профили разориентировок по стрелкам 1 и 2

Растяжение образцов сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al до 80% (истинная деформация $\varepsilon = 0,59$, стадия V деформационного упрочнения) приводит к дальнейшему удлинению зерен вдоль оси растяжения (рис. 5.13) и фрагментации структуры за счет образования микрополос сдвига. Однако, на данной стадии деформации

в структуре также всё еще остаются зерна, не испытывающие деформационного двойникования.

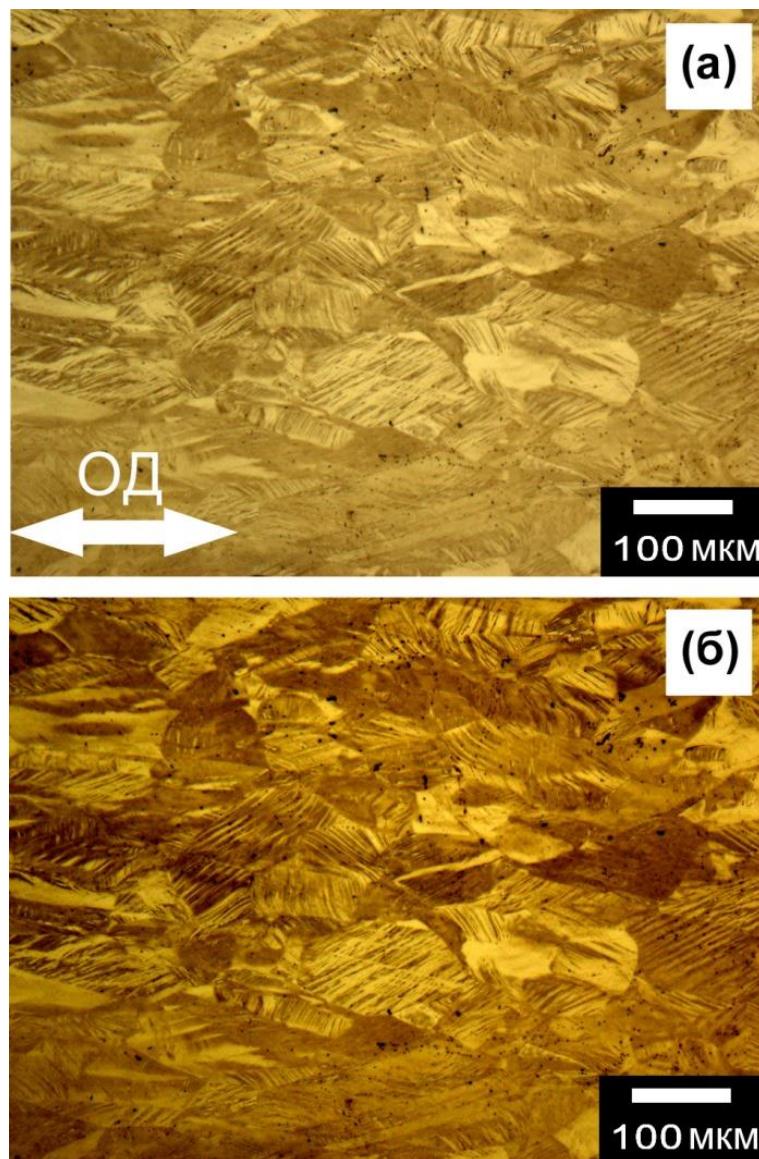


Рисунок 5.13 – Микроструктура сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (а) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (б) после растяжения до 80%. ОД – ось деформации при растяжении

Профиль разориентировок по линии 1 на рис 5.14 для стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al показывает, что двойниковые границы сохраняют ориентировку в 60° , даже после разворота вдоль оси деформации в результате удлинения исходных аустенитных зерен. Микрополоса сдвига пересекает двойники деформации и создает малоугловую разориентировку в 7° (профиль разориентировок по стрелке 2 на рис. 5.15). Профиль разориентировок в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al по стрелке на рисунке 5.16 демонстрирует

высокую плотность двойниковых границ, между которыми присутствуют малоугловые границы микрополос сдвига с разориентировками в 4-7°.

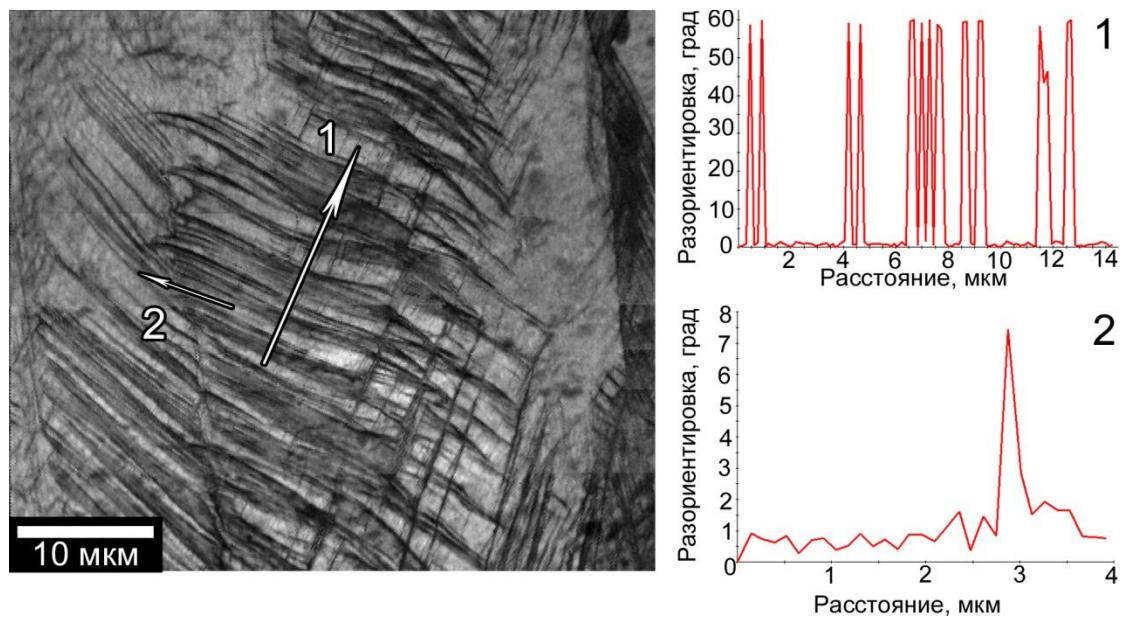


Рисунок 5.14 – Микроструктура образца стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al, растянутого на 80%, и профили разориентировок, взятые по стрелкам 1 и 2

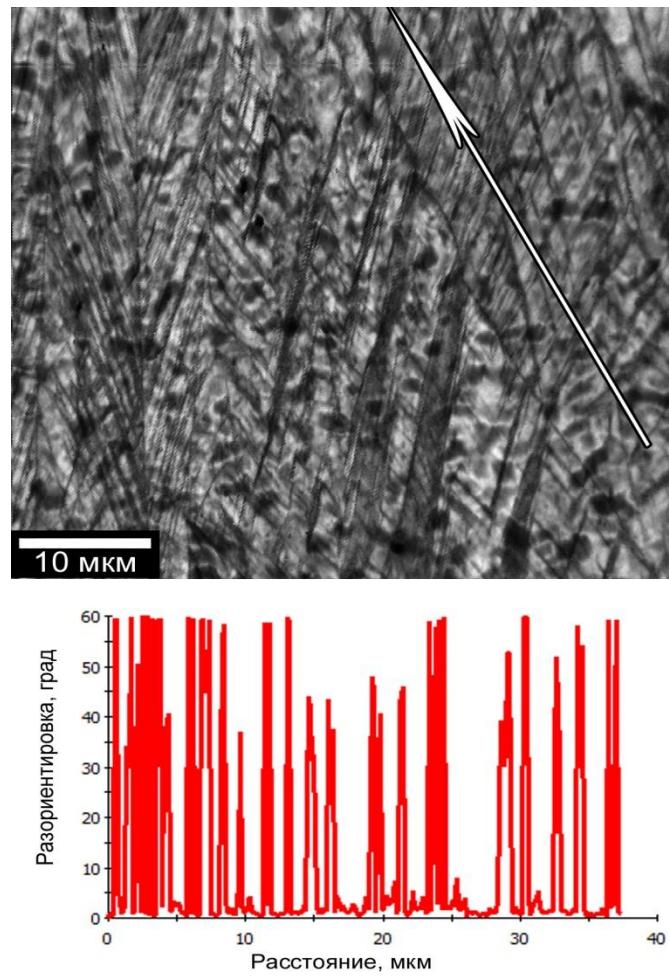


Рисунок 5.15 – Микроструктура образца стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, растянутого на 80%, и профиль разориентировок, взятый по стрелке

После разрушения микроструктура сталей схожа с микроструктурой после 80% деформации при растяжении. Пример такой структуры для стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al приведен на рисунке 5.16.

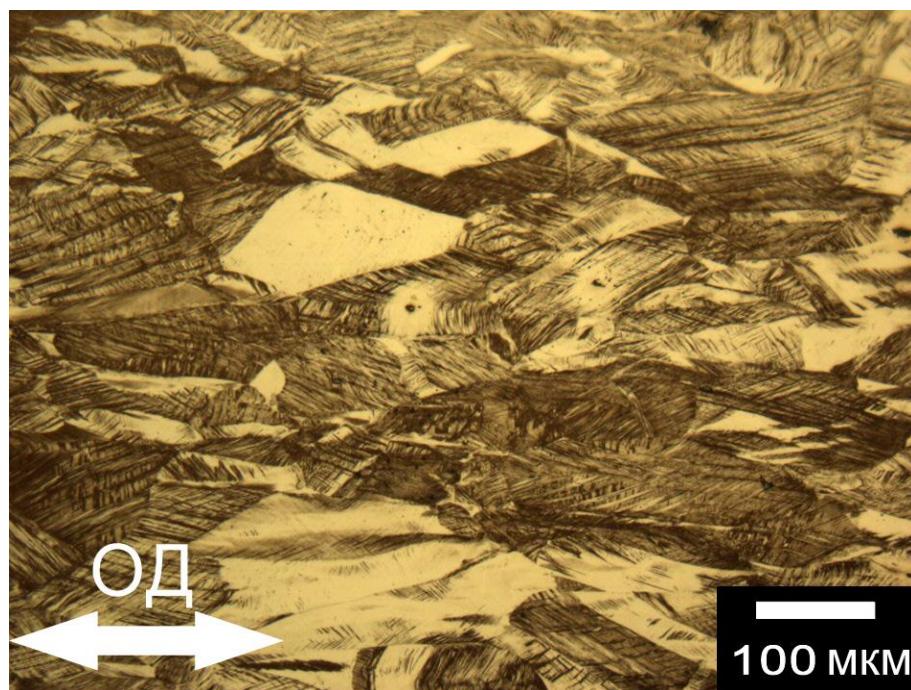


Рисунок 5.16 – Структура стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al после разрушения

Обратные полюсные фигуры образцов сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, после испытаний на растяжение, остановленных после 20%, 40%, 60% и 80% удлинения приведены на рисунке 5.17. Белыми и черными линиями обозначены малоугловые и большеугловые границы с разориентировками $2^\circ < \theta < 15^\circ$ и $\theta > 15^\circ$, соответственно. Микрополосы обозначены стрелками и пунктирными линиями.

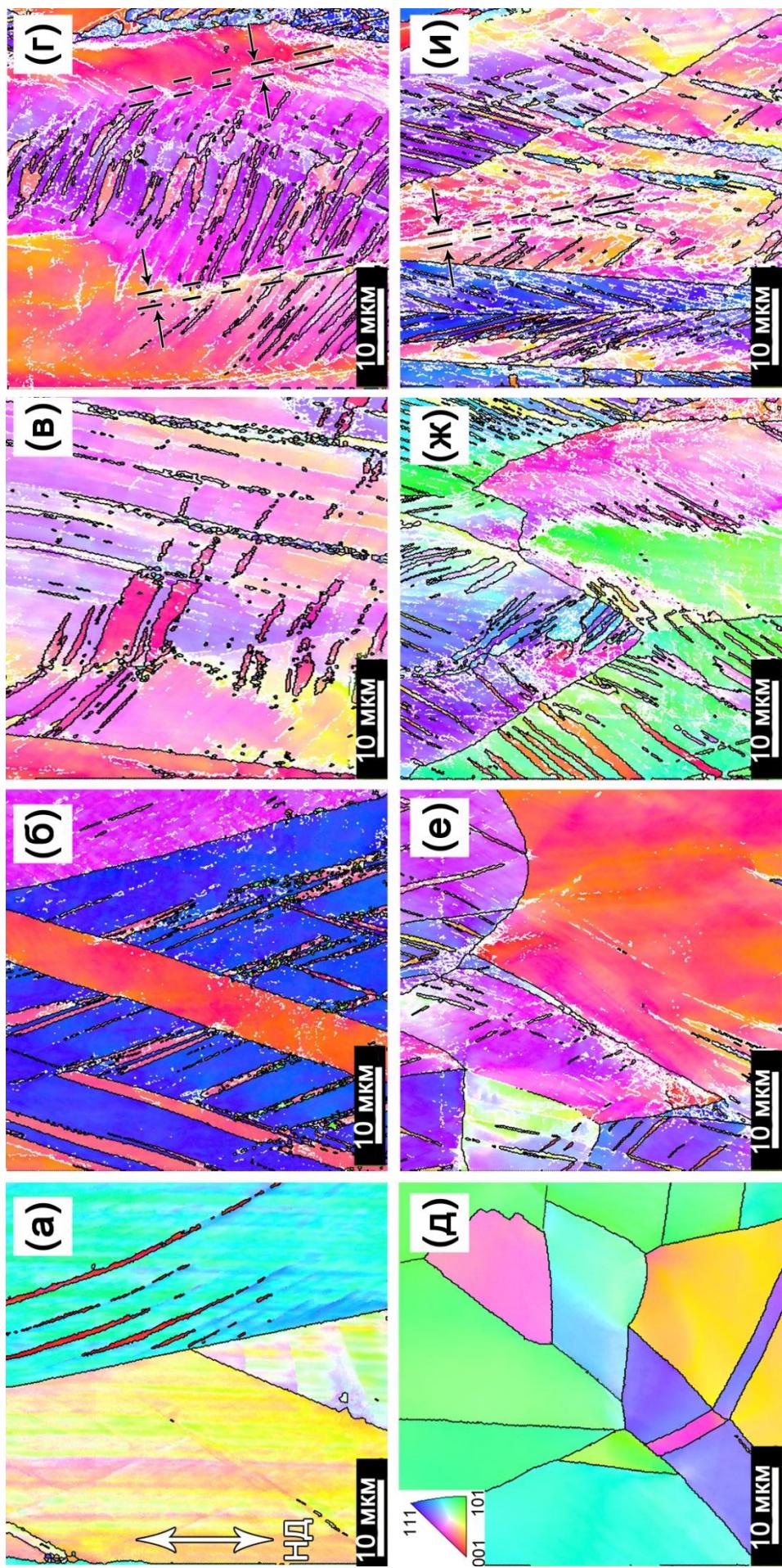


Рисунок 5.17 –Микроструктура сталей Fe-18Mn-0.6Al (а-г) и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al (д-и) после 20% (а,д), 40% (б,е), 60% (в,ж) и 80% растяжения (г,и). НД – направление деформации

5.2 Моделирование деформационного поведения высокомарганцевых сталей

Для описания деформационного поведения аустенитных сталей с низкой энергией дефектов упаковки в области равномерного удлинения используется выражение, впервые предложенное Людвигсоном [135]:

$$\sigma = K_1 \varepsilon^{n_1} + \exp(K_2 + n_2 \varepsilon) \quad (5.3)$$

где K_1 и n_1 в первом слагаемом – коэффициент упрочнения и показатель деформационного упрочнения, соответственно, из уравнения Холломона, а второе слагаемое было введено Людвигсоном для учета отклонения экспериментальных данных от значений, предсказываемых по уравнению Холломона.

Таким образом, при напряжении $\sigma = \exp K_2$ происходит начало пластического течения, а обратная величина от n_2 связана с продолжительностью стадии, которую Людвигсон связал с планарным скольжением дислокаций. Также Людвигсон ввел параметр ε_L – деформация, при которой стадия планарного скольжения завершается, рассчитываемый из соотношения:

$$\exp(K_2 + n_2 \varepsilon_L) / K_1 \varepsilon_L^{n_1} = 0,02 \quad (5.4)$$

Для описания кривых деформации при помощи уравнения Людвигсона были взяты образцы сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном состоянии и после холодной прокатки с 20% обжатия, поскольку в образцах, прокатанных с большими степенями обжатия, равномерное удлинение практически отсутствует. Параметры, использованные в расчетах, для сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном состоянии и после холодной прокатки с 20% обжатия приведены в таблице 5.1.

Таблица 5.2 Параметры, использованные для расчетов в уравнениях (5.3) и (5.4)

Сталь	Состояние	K_1 , МПа	n_1	K_2	n_2	ε_L
Fe-18Mn-0.6C-1.5Al	Исх	2208	0,84	5,65	-5,01	0,492
	ХП20%	1792	0,26	6,06	-28,97	0,105
Fe-23Mn-0.3C-1.5Al	Исх	1855	0,81	5,43	-5,05	0,475
	ХП20%	1462	0,22	5,80	-30,65	0,095

Экспериментальные и полученные при помощи уравнения (5.3) кривые течения приведены на рисунке 5.18.

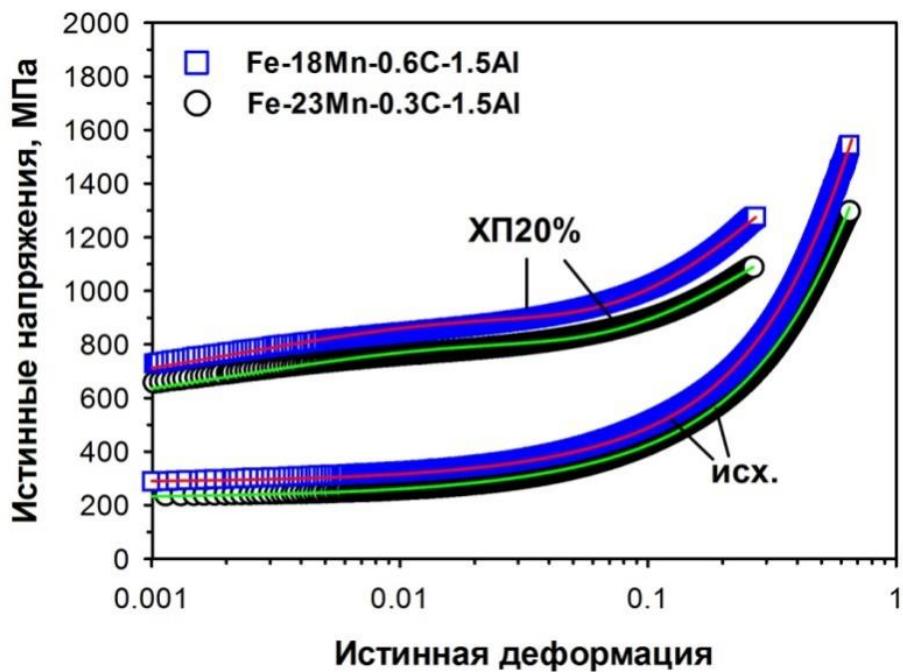


Рисунок 5.18 – Кривые истинные напряжения – истинная деформация сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном состоянии и после прокатки до 20%. Точками обозначены экспериментальные данные, сплошными линиями – расчет по уравнению (5.3)

Стали в исходном состоянии характеризуются высоким деформационным упрочнением, показатель деформационного упрочнения n_1 для сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al составляет 0,84 и 0,81, соответственно, что почти в 2 раза больше значений 0,3-0,5, приводимых для аустенитных сталей в других работах [135–138]. Соответственно, стали в исходном состоянии характеризуются высокими значениями ε_L , составляющими 0,49 для Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и 0,47 для Fe-23Mn-0.3C-1.5Al.

После холодной прокатки до 20% обжатия показатель деформационного упрочнения n_1 для сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al снижается до значений 0,26 и 0,22, а ε_L в этом состоянии становится равным ~0,1 для обеих сталей. Значения параметра ε_L для сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном состоянии точно совпадают с максимальными значениями деформационного упрочнения $d\sigma/d\varepsilon$ на рис. 5.3, связываемого с максимальной интенсивностью образования двойников

деформации. В образцах сталей после прокатки с 20% обжатия $\varepsilon_L = \sim 0,1$, что свидетельствует о максимальной интенсивности деформационного двойникования при данной степени деформации. Высокая плотность дислокаций в образцах сталей после прокатки с 20% обжатия способствует протеканию динамического возврата при последующей деформации и таким образом сокращает продолжительность планарного скольжения, что приводит к относительно быстрому снижению деформационного упрочнения и разрушению.

5.3 Выводы по главе

1. Изучено деформационное поведение высокомарганцевых сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al в исходном и деформированных состояниях. Стали, в исходном состоянии и после прокатки показывают высокое деформационное упрочнение за счет образования деформационных двойников. В сталях, прокатанных с обжатием 40% и выше, деформационного упрочнения нет, в них происходит образование шейки практически сразу после начала деформации.
2. Установлено, что деформационное упрочнение, связанное с образованием деформационных двойников, зависит от отношения количества углерода к количеству марганца в сталях. Оптимальное соотношение, обеспечивающее наиболее продолжительную третью стадию упрочнения, составляет $C/Mn = 0,033$.
3. Установлена последовательность структурных изменений, обеспечивающих высокое деформационное упрочнение высокомарганцевых сталей. Показано, что упрочнение происходит в 5 стадий: на первой происходит скольжение частичных и полных дислокаций, на второй образование отдельных деформационных двойников одной системы, на третьей множественное двойникование, способствующее накоплению дислокаций в решетке, на четвертой стадии достигается предел измельчения зерен за счет двойникования, и на пятой стадии происходит образование микрополос сдвига и разрушение.
4. Установлено, что продолжительность переходной стадии на кривых течения высокомарганцевых TWIP сталей связана с деформационным двойникованием и заканчивается, когда интенсивность деформационного двойникования достигает максимума.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. Установлено, что с увеличением степени деформации при прокатке расстояние между границами деформационных двойников уменьшается с 135 ± 92 нм до 20 ± 3 нм в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и с 570 ± 13 нм до 33 ± 18 нм в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al. При этом расстояние между границами двойников после прокатки с обжатием в 40% снижается пропорционально изменению геометрических размеров образца, что свидетельствует о прекращении образования новых двойниковых границ при прокатке. Толщина двойников деформации при этом составляет 30±18 нм в стали Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и 22±6 нм в стали Fe-23Mn-0.3C-1.5Al и не меняется с увеличением степени обжатия при прокатке. Показано, что двойники деформации сохраняют двойниковую ориентацию своих границ вплоть до 80% обжатия. После 20% обжатия плотность дислокаций в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al превышает 10^{15} м⁻², а дальнейшее увеличение степени обжатия до 80% приводит к увеличению плотности дислокаций до $3,5\times10^{15}$ м⁻² и $4,5\times10^{15}$ м⁻², соответственно.

2. Показано, что отжиг при температурах менее 500°C не приводит к значительным изменениям в структуре сталей Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al. Двойники деформации остаются стабильными вплоть до начала рекристаллизации. Предложена термомеханическая обработка, которая включает в себя отжиг при 600°C после прокатки с 80% обжатием, которая обеспечивает получение субмикрокристаллической структуры с размером зерен 0,8 мкм и 0,55 мкм в сталях Fe-18Mn-0.6C-1.5Al и Fe-23Mn-0.3C-1.5Al, соответственно. Формирование такой структуры обеспечивает повышение предела текучести этих сталей на 73% и 112%, а временного сопротивления разрушению на 25% и 32% при сохранении высокой пластичности в 45% и 60%, соответственно.

3. Установлено, что в рекристаллизованном состоянии предел текучести высокомарганцевых сталей может быть рассчитан, как сумма вкладов от напряжений Пайерлса-Набарро, твердорасторвного упрочнения от атомов марганца и углерода и напряжений от размера зерна согласно закону Холла-Петча. В деформированном состоянии высокие прочностные свойства сталей обеспечиваются измельчением структуры до наноразмерной в результате деформационного двойникования и высокой плотностью дислокаций. При этом коэффициент зернограничного упрочнения для двойниковых границ вдвое меньше, чем для границ зерен, и составляет $0,1$ МПа \times м^{0,5}.

4. Установлена последовательность структурных изменений, обеспечивающих высокое деформационное упрочнение высокомарганцевых сталей. Показано, что упрочнение происходит в 5 стадий: на первой происходит скольжение частичных и

полных дислокаций, на второй образование отдельных деформационных двойников одной системы, на третьей множественное двойникование, способствующее накоплению дислокаций в решетке, на четвертой стадии достигается предел измельчения зерен за счет двойникования, и на пятой стадии происходит образование микрополос сдвига и разрушение. Установлено, что деформационное упрочнение, связанное с образованием деформационных двойников, зависит от отношения количества углерода к количеству марганца в сталях. Оптимальное соотношение, обеспечивающее наиболее продолжительную третью стадию упрочнения, составляет $C/Mn = 0,033$.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах, входящих в список ВАК:

1. **Кусакин, П.С.** Эволюция микроструктуры и механических свойств высокомарганцевой стали с TWIP-эффектом при прокатке / Кусакин, П.С., Кайбышев, Р.О. // Вестник Тамбовского Университета. – 2013. – Т. 18. – С.1607–1608.
2. **Kusakin, P.** Effect of Cold Rolling on Microstructure and Mechanical Properties of a Fe-23Mn-0.3C-1.5Al TWIP Steel / Kusakin, P., Belyakov, A., Kaibyshev, R., Molodov, D.A. // Advanced Materials Research. – 2014. – Т. 922. – С. 394–399.
3. **Kusakin, P.** Microstructure evolution and strengthening mechanisms of Fe-23Mn-0.3C-1.5Al TWIP steel during cold rolling / Kusakin P., Belyakov, A., Haase, C., Kaibyshev, R., Molodov, D.A. // Material Science and Engineering A. – 2014. – Т. 617. – С. 52–60.
4. **Kusakin, P.** Modeling the effect of deformation on strength of a Fe-23Mn-0.3C-1.5Al TWIP steel / Kusakin, P., Belyakov, A., Kaibyshev, R. // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2014. – Т. 63. – 012059.
5. **Kusakin, P.** Ultrafine-grained structure and mechanical properties of a high-Mn twinning induced plasticity steel / Kusakin, P.S., Belyakov, A.N., Kaibyshev, R.O., Molodov, D.A. // Materials Science Forum. – 2016. – Т. 838–839. – С. 392–397.
6. **Kusakin, P.** High-Mn twinning-induced plasticity steels: Microstructure and mechanical properties / Kusakin, P., Kaibyshev. R. // Reviews on Advanced Materials Science. – 2016. – Т. 44 (4). – С. 326–360.
7. **Kusakin, P.** Advanced Thermo-Mechanical Processing for a High-Mn Austenitic Steel / Kusakin, P., Tsuzaki, K., Molodov, D.A., Belyakov, A., Kaibyshev, R. // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2016. – Т. 47 (12). – Р. 5704-5708.
8. **Kusakin, P.** Analysis of the tensile behavior of high-Mn TWIP steel based on the microstructural evolution / Kusakin P., Belyakov A., Kaibyshev R. // AIP Conference Proceedings – 2016. – Т. 1783. – 20125.

Патенты:

1. Заявка на патент № 2016117287 от 04.05.2016. Способ деформационно-термической обработки высокомарганцевой стали / Кайбышев Р.О., Беляков А.Н., **Кусакин П.С.**

2. Заявка на патент № 2016117287 от 08.02.2016. Ультравысокопрочная сталь системы Fe - Mn - Al - C, обладающая эффектом TWIP и TRIP / Кайбышев Р.О., Беляков А.Н., **Кусакин П.С.**

3. НОУ-ХАУ № 192 от 12.11.2015. Способ термомеханической обработки высокомарганцевой стали для применения в сейсмостойких конструкциях / Кайбышев Р.О., Беляков А.Н., **Кусакин П.С.**

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Терентьев В.Ф. Механические свойства перспективной ТРИП-стали, используемой в автомобильной промышленности / Терентьев В.Ф., Терехов А.А., Просвирин Д.В., Коновалов А.В., Гольдберг М.А. // Перспективные материалы – 2014. – Т. 11 – С.41–47.
- 2 Терентьев В.Ф. Проявление ТРИП-эффекта в аустенитно-мартенситной стали ВНС9-Ш при различных скоростях деформации / Терентьев В.Ф., Слизов А.К., Просвирин Д.В. // Деформация разрушение материалов – 2016. – Т. 1 – С.14–18.
- 3 Terent'ev V.F. Effect of the removal of the surface layer of a TRIP steel sheet on its phase composition after static tension at various strain rates / Terent'ev V.F., Slizov A.K., Sirotinkin V.P., Prosvirnin D. V., Kobeleva L.I., Eliseev E.A., Rybal'chenko O. V., Ashmarin A.A. // Russian Metallurgy (Metally) – 2016. – Т. 2016 – № 1 – С.34–38.
- 4 Hadfield R.A. Hadfield's manganese steel. / Hadfield R.A. // Science (New York, N.Y.) – 1888. – Т. 12 – № 306 – С.284–286.
- 5 Dastur Y.N. Mechanism of work hardening in Hadfield manganese steel / Dastur Y.N., Leslie W.C. // Metallurgical Transactions A – 1981. – Т. 12 – № 5 – С.749–759.
- 6 Tofaute W. Transformations in solid state of manganese steels containing to 1.2% C and 17% Mn / Tofaute W., Linden K. // Arch Eisenhuttenwesen – 1936. – Т. 10 – С.515–519.
- 7 Bouaziz O. High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships / Bouaziz O., Allain S., Scott C.P., Cugy P., Barbier D. // Current Opinion in Solid State and Materials Science – 2011. – Т. 15 – № 4 – С.141–168.
- 8 Troiano A.R. A study of the iron-rich iron-manganese alloys / Troiano A.R., McGuire F.T. // Transactions of American Society for Metals – 1943. – Т. 31 – С.340.
- 9 Doepken H.C. Tensile properties of wrought austenitic manganese steel / Doepken H.C. // Journal of metals – 1952. – Т. 194 – С.166–170.
- 10 Raghavan K.S. Nature of the work-hardening behavior in Hadfields manganese steel / Raghavan K.S., Sastri A., Marcinkowski M.J. // Transactions of Metallurgical Society of AIME – 1969. – Т. 245 – С.1569–1575.

11 Colette G. Contribution à l'étude des transformations des austénites à 12 % Mn / Colette G., Crussard C., Kohn A., Plateau J., Pomey G., Weisz M. // Revue de Metallurgie – 1957. – T. 6 – C.433–481.

12 Remy L. The interaction between slip and twinning systems and the influence of twinning on the mechanical behavior of fcc metals and alloys / Remy L. // Metallurgical Transactions A – 1981. – T. 12 – № 3 – C.387–408.

13 Charles J. New cryogenic materials - Fe-Mn-Al alloys / Charles J., Berghezan A., Lutts A., Dancoisne P.L. // Metal progress – 1981. – T. 119 – C.71–74.

14 Kim Y.G. Low temperature mechanical behavior of microalloyed and controlled-rolled Fe-Mn-Al-C-X alloys / Kim Y.G., Park Y.S., Han J.K. // Metallurgical Transactions A – 1985. – T. 16 – № 9 – C.1689–1693.

15 Hofmann H. Advanced cold rolled steels for automotive applications / Hofmann H., Mattissen D., Schaumann T.W. // Steel Research International – 2009. – T. 80 – № 1 – C.22–28.

16 Kwon O. New trends in advanced high strength steel developments for automotive applications / Trans Tech Publications, 2010. – 136–141c.

17 Yan K. Deformation mechanisms of twinning-induced plasticity steels: In situ synchrotron characterization and modeling / Yan K., Carr D.G., Callaghan M.D., Liss K.-D., Li H. // Scripta Materialia – 2010. – T. 62 – № 5 – C.246–249.

18 Tol R.T. Investigation of deformation mechanisms in deep-drawn and tensile-strained austenitic Mn-based twinning induced plasticity (TWIP) steel / Tol R.T., Zhao L., Schut H., Sietsma J. // Metallurgical and Materials Transactions A – 2012. – T. 43 – № 9 – C.3070–3077.

19 Allain S. Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe–Mn–C alloys / Allain S., Chateau J.-P., Bouaziz O., Migot S., Guelton N. // Materials Science and Engineering: A – 2004. – T. 387–389 – C.158–162.

20 Bouaziz O. Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels / Bouaziz O., Allain S., Scott C.P. // Scripta Materialia – 2008. – T. 58 – № 6 – C.484–487.

21 Dumay A. Influence of addition elements on the stacking-fault energy and mechanical properties of an austenitic Fe–Mn–C steel / Dumay A., Chateau J.-P., Allain S., Migot S.,

Bouaziz O. // Materials Science and Engineering: A – 2008. – T. 483–484 – C.184–187.

22 Medvedeva N.I. First-principles study of Mn, Al and C distribution and their effect on stacking fault energies in fcc Fe / Medvedeva N.I., Park M.S., Aken D.C. Van, Medvedeva J.E. // Journal of Alloys and Compounds – 2014. – T. 582 – C.475–482.

23 De Cooman B.C. High Mn TWIP steels for automotive applications / De Cooman B.C., Chin K.-G., Kim J.-Y. – 2006.

24 Lee Y.-K. Driving force for $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation and stacking fault energy of γ in Fe-Mn binary system / Lee Y.-K., Choi C. // Metallurgical and Materials Transactions A – 2000. – T. 31 – № 2 – C.355–360.

25 Byun T.S. On the stress dependence of partial dislocation separation and deformation microstructure in austenitic stainless steels / Byun T.S. // Acta Materialia – 2003. – T. 51 – № 11 – C.3063–3071.

26 Remy L. Kinetics of f.c.c. deformation twinning and its relationship to stress-strain behaviour / Remy L. // Acta Metallurgica – 1978. – T. 26 – № 3 – C.443–451.

27 Pierce D.T. Stacking fault energy measurements of Fe–Mn–Al–Si austenitic twinning-induced plasticity steels / Pierce D.T., Bentley J., Jiménez J.A., Wittig J.E. // Scripta Materialia – 2012. – T. 66 – № 10 – C.753–756.

28 Canadinc D. On the negative strain rate sensitivity of Hadfield steel / Canadinc D., Efstathiou C., Sehitoglu H. // Scripta Materialia – 2008. – T. 59 – № 10 – C.1103–1106.

29 Lee Y.-K. Driving force for $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation and stacking fault energy of γ in Fe-Mn binary system / Lee Y.-K., Choi C. // Metallurgical and Materials Transactions A – 2000. – T. 31 – № 2 – C.355–360.

30 Saeed-Akbari A. Derivation and variation in composition-dependent stacking fault energy maps based on subregular solution model in high-manganese steels / Saeed-Akbari A., Imlau J., Prah U., Bleck W. // Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science – 2009. – T. 40 – № 13 – C.3076–3090.

31 Remy L. Temperature variation of the intrinsic stacking fault energy of a high manganese austenitic steel / Remy L. // Acta Metallurgica – 1977. – T. 25 – № 2 – C.173–179.

32 Li J.C. Alloy design of FeMnSiCrNi shape-memory alloys related to stacking-fault energy / Li J.C., Zhao M., Jiang Q. // Metallurgical and Materials Transactions A – 2000. – T. 31 – № 3 – C.581–584.

33 Dai Q.X. Design of martensite transformation temperature by calculation for austenitic steels / Dai Q.X., Cheng X.N., Zhao Y.T., Luo X.M., Yuan Z.Z. // Materials characterization – 2004. – T. 52 – № 4 – C.349–354.

34 Jeong K. The effects of Si on the mechanical twinning and strain hardening of Fe–18Mn–0.6C twinning-induced plasticity steel / Jeong K., Jin J.-E., Jung Y.-S., Kang S., Lee Y.-K. // Acta Materialia – 2013. – T. 61 – № 9 – C.3399–3410.

35 Petrov Y.N. On the electron structure of Mn–, Ni– and Cr–Ni–Mn austenite with different stacking fault energy / Petrov Y.N. // Scripta Materialia – 2005. – T. 53 – № 10 – C.1201–1206.

36 Saeed-Akbari A. Characterization and prediction of flow behavior in high-manganese twinning induced plasticity steels: part i. mechanism maps and work-hardening behavior / Saeed-Akbari A., Mosecker L., Schwedt A., Bleck W. // Metallurgical and Materials Transactions A – 2011. – T. 43 – № 5 – C.1688–1704.

37 Gavriliuk V.G. High nitrogen steels: structure, properties, manufacture, applications / V. G. Gavriliuk, H. Berns – , 1999.– 394c.

38 Huang B.X. Effect of nitrogen on stacking fault formation probability and mechanical properties of twinning-induced plasticity steels / Huang B.X., Wang X.D., Wang L., Rong Y.H. // Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science – 2008. – T. 39 A – № 4 – C.717–724.

39 Lee T.-H. Correlation between stacking fault energy and deformation microstructure in high-interstitial-alloyed austenitic steels / Lee T.-H., Shin E., Oh C.-S., Ha H.-Y., Kim S.-J. // Acta Materialia – 2010. – T. 58 – № 8 – C.3173–3186.

40 Frommeyer G. Supra-ductile and high-strength manganese-TRIP/TWIP steels for high energy absorption purposes. / Frommeyer G., Brüx U., Neumann P. // ISIJ International – 2003. – T. 43 – № 3 – C.438–446.

41 Gutierrez-Urrutia I. Dislocation and twin substructure evolution during strain hardening of an Fe–22wt.% Mn–0.6wt.% C TWIP steel observed by electron channeling contrast

imaging / Gutierrez-Urrutia I., Raabe D. // Acta Materialia – 2011. – Т. 59 – № 16 – С.6449–6462.

42 Xu J. Twin-boundary and stacking-fault energies in Al and Pd / Xu J., Lin W., Freeman A.J. // Physical Review B – 1991. – Т. 43 – № 3 – С.2018–2024.

43 Новиков И.И. Дефекты кристаллического строения металлов. / И. И. Новиков – Изд-во Металлургия, 1975.– 208с.

44 Venables J.A. On dislocation pole models for twinning / Venables J.A. // Philosophical Magazine – 1974. – Т. 30 – № 5 – С.1165–1169.

45 Cohen J.B. A dislocation model for twinning in fcc metals / Cohen J.B., Weertman J. // Acta Metallurgica – 1963. – Т. 11 – № 8 – С.996–998.

46 Mori T. Dislocation twinning reactions during deformation in Cu-11 At .% Al single crystals / Mori T., Fujita H. // Acta Metallurgica – 1980. – Т. 28 – С.771–776.

47 Mahajan S. Formation of deformation twins in f.c.c. crystals / Mahajan S., Chin G.Y. // Acta Metallurgica – 1973. – Т. 21 – № 10 – С.1353–1363.

48 Bracke L. Direct observation of the twinning mechanism in an austenitic Fe-Mn-C steel / Bracke L., Kestens L., Penning J. // Scripta Materialia – 2009. – Т. 61 – № 2 – С.220–222.

49 Idrissi H. On the relationship between the twin internal structure and the work-hardening rate of TWIP steels / Idrissi H., Renard K., Schryvers D., Jacques P.J. // Scripta Materialia – 2010. – Т. 63 – № 10 – С.961–964.

50 Idrissi H. On the mechanism of twin formation in Fe – Mn – C TWIP steels / Idrissi H., Renard K., Ryelandt L., Schryvers D., Jacques P.J. // Acta Materialia – 2010. – Т. 58 – № 7 – С.2464–2476.

51 Steinmetz D.R. Revealing the strain-hardening behavior of twinning-induced plasticity steels: Theory, simulations, experiments / Steinmetz D.R., Jäpel T., Wietbrock B., Eisenlohr P., Gutierrez-Urrutia I., Saeed-Akbari A., Hickel T., Roters F., Raabe D. // Acta Materialia – 2013. – Т. 61 – № 2 – С.494–510.

52 Сагарадзе В.В. Упрочнение и свойства аустенитных сталей / В. В. Сагарадзе, А. И. Уваров – Екатеринбург: РИО УрО РАН, 2013.– 720с.

53 Astafurova E.G. Microstructure and mechanical response of single-crystalline high-manganese austenitic steels under high-pressure torsion: The effect of stacking-fault energy / Astafurova E.G., Tukeeva M.S., Maier G.G., Melnikov E.V., Maier H.J. // Materials Science and Engineering: A – 2014. – T. 604 – C.166–175.

54 De Cooman B.C. High Mn TWIP steels for automotive applications / B.C. De Cooman. – InTech, 2011. – 28c.

55 Witusiewicz V.T. Reevaluation of the Fe-Mn phase diagram / Witusiewicz V.T., Sommer F., Mittemeijer E.J. // Journal of Phase Equilibria and Diffusion – 2004. – T. 25 – № 4 – C.346–354.

56 Schumann H. Martensitic transformations in austenitic Mn-C Steels / Schumann H. // Neue Hutte – 1972. – T. 17 – № 10 – C.605–609.

57 Adler P.H. Strain hardening of Hadfield manganese steel / Adler P.H., Olson G.B., Owen W.S. // Metallurgical and Materials Transactions A – 1986. – T. 17 – № 10 – C.1725–1737.

58 Gulyaev A.A. The fine structure of Hadfield steel / Gulyaev A.A., Tyapkin Y.D., Golikov V.A., Zharinova V.S. // Metal Science and Heat Treatment – 1985. – T. 27 – № 6 – C.411–415.

59 Волынова Т.Ф. Высокомарганцовистые стали и сплавы / Т. Ф. Волынова – М.:Металлургия, 1988.– 343c.

60 Grässel O. Effect of martensitic phase transformation and deformation twinning on mechanical properties of Fe–Mn–Si–Al steels / Grässel O., Frommeyer G. // Materials Science and Technology – 1998. – T. 14 – № 12 – C.1213–1217.

61 Grässel O. Phase transformations and mechanical properties of Fe-Mn-Si-Al TRIP-steels / Grässel O., Frommeyer G., Derder C., Hofmann H. // Le Journal de Physique IV – 1997. – T. 7 – № C5 – C.383–388.

62 Bouaziz O. Effect of chemical composition on work hardening of Fe-Mn-C TWIP steels / Bouaziz O., Zurob H., Chehab B., Embury J.D., Allain S., Huang M. // Materials Science and Technology – 2011. – T. 27 – № 3 – C.707–709.

63 Hong S. Effects of aluminum addition on tensile and cup forming properties of three

twinning induced plasticity steels / Hong S., Shin S.Y., Kim H.-S., Lee S., Kim S.-K., Chin K.-G., Kim N.J. // Metallurgical and Materials Transactions A – 2012. – T. 43 – № 6 – C.1870–1883.

64 Park K.-T. Stacking fault energy and plastic deformation of fully austenitic high manganese steels: Effect of Al addition / Park K.-T., Jin K.G., Han S.H., Hwang S.W., Choi K., Lee C.S. // Materials Science and Engineering: A – 2010. – T. 527 – № 16–17 – C.3651–3661.

65 Kim Y. Effects of the strain induced martensite transformation on the delayed fracture for Al-added TWIP steel / Kim Y., Kang N., Park Y., Choi I., Kim G., Kim S., Cho K. // Journal of the Korean Institute of Metals and Materials – 2008. – T. 46 – № 12 – C.780–787.

66 Jung J.-K. Hydrogen embrittlement behavior of high Mn TRIP/TWIP steels / Jung J.-K., Lee O.-Y., Park Y.-K., Kim D.-E., Jin K.-G. // Korean Journal of Materials Research – 2008. – T. 18 – № 7 – C.394–399.

67 Lee S.-J. On the origin of dynamic strain aging in twinning-induced plasticity steels / Lee S.-J., Kim J., Kane S.N., Cooman B.C. De // Acta Materialia – 2011. – T. 59 – № 17 – C.6809–6819.

68 Renard K. Characterisation of the Portevin-Le Châtelier effect affecting an austenitic TWIP steel based on digital image correlation / Renard K., Ryelandt S., Jacques P.J. // Materials Science and Engineering: A – 2010. – T. 527 – № 12 – C.2969–2977.

69 Chen L. Localized Deformation due to Portevin-Le Chatelier Effect in 18Mn–0.6C TWIP Austenitic Steel / Chen L., Kim H.-S., Kim S., Cooman B.C.D.E., Cooman B.C. De // ISIJ International – 2007. – T. 47 – № 12 – C.1804–1812.

70 Saeed-Akbari A. Characterization and Prediction of Flow Behavior in High-Manganese Twinning Induced Plasticity Steels: Part II. Jerky Flow and Instantaneous Strain Rate / Saeed-Akbari A., Mishra A.K., Mayer J., Bleck W. // Metallurgical and Materials Transactions A – 2012. – T. 43 – № 5 – C.1705–1723.

71 Lebedkina T.A. On the mechanism of unstable plastic flow in an austenitic FeMnC TWIP steel / Lebedkina T.A., Lebyodkin M.A., Chateau J.-P., Jacques A., Allain S. // Materials Science and Engineering: A – 2009. – T. 519 – № 1–2 – C.147–154.

72 Gubicza J. The density and the character of dislocation in cubic and hexagonal polycrystals determined by x-ray diffraction / Gubicza J., Ribarik G., Goren-Muginstein G.R.,

Rosen A.R., Ungár T. – 2001. – T. A309-310 – C.60–63.

73 Valiev R.Z. The Art and Science of Tailoring Materials by Nanostructuring for Advanced Properties Using SPD Techniques / Valiev R.Z., Langdon T.G. // Advanced Engineering Materials – 2010. – T. 12 – № 8 – C.677–691.

74 Valiev R.Z. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation / R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov – , 2000. – 103-189c.

75 Abramova M.M. Structural and phase transformation in a TWIP steel subjected to high pressure torsion / Abramova M.M., Enikeev N.A., Kim J.G., Valiev R.Z., Karavaeva M.V., Kim H.S. // Materials Letters – 2016. – T. 166 – C.321–324.

76 Zhilyaev A.P. Wear resistance and electroconductivity in copper processed by severe plastic deformation / Zhilyaev A.P., Shakhova I., Belyakov A., Kaibyshev R., Langdon T.G. // Wear – 2013. – T. 305 – № 1–2 – C.89–99.

77 Astafurova E.G. The role of twinning on microstructure and mechanical response of severely deformed single crystals of high-manganese austenitic steel / Astafurova E.G., Tukeeva M.S., Zakharova G.G., Melnikov E. V., Maier H.J. // Materials Characterization – 2011. – T. 62 – № 6 – C.588–592.

78 Andrievski R.A. Strength of nanostructures / Andrievski R.A., Glezer A.M. // Physics-Uspekhi – 2009. – T. 52 – № 4 – C.315–334.

79 Andrievski R.. Size effects in properties of nanomaterials / Andrievski R., Glezer A.. // Scripta Materialia – 2001. – T. 44 – № 8–9 – C.1621–1624.

80 Straumal B.B. Structure and Properties of Nanograined Fe-C Alloys after Severe Plastic Deformation / Straumal B.B., Dobatkin S. V., Rodin A.O., Protasova S.G., Mazilkin A.A., Goll D., Baretzky B. // Advanced Engineering Materials – 2011. – T. 13 – № 6 – C.463–469.

81 Straumal B.B. Formation of nanograined structure and decomposition of supersaturated solid solution during high pressure torsion of Al–Zn and Al–Mg alloys / Straumal B., Baretzky B., Mazilkin A., Philipp F., Kogtenkova O., Volkov M., Valiev R.. // Acta Materialia – 2004. – T. 52 – № 15 – C.4469–4478.

82 Timokhina I.B. Severe plastic deformation of a TWIP steel / Timokhina I.B.,

Medvedev A., Lapovok R. // Materials Science and Engineering: A – 2014. – T. 593 – C.163–169.

83 Hughes D.A. Strain hardening and substructural evolution in Ni-Co solid solutions at large strains / Hughes D.A., Nix W.D. // Materials Science and Engineering: A – 1989. – T. 122 – № 2 – C.153–172.

84 Zhu Y.T. Grain size effect on deformation twinning and detwinning / Zhu Y.T., Liao X.Z., Wu X.L., Narayan J. // Journal of Materials Science – 2013. – T. 48 – № 13 – C.4467–4475.

85 Zhu Y.T. Deformation twinning in nanocrystalline materials / Zhu Y.T., Liao X.Z., Wu X.L. // Progress in Materials Science – 2012. – T. 57 – № 1 – C.1–62.

86 Haase C. Tailoring the Mechanical Properties of a Twinning-Induced Plasticity Steel by Retention of Deformation Twins During Heat Treatment / Haase C., Barrales-Mora L.A., Molodov D.A., Gottstein G. // Metallurgical and Materials Transactions A – 2013. – T. 44 – № 10 – C.4445–4449.

87 Dini G. Improved tensile properties of partially recrystallized submicron grained TWIP steel / Dini G., Najafizadeh A., Ueji R., Monir-Vaghefi S.M. // Materials Letters – 2010. – T. 64 – № 1 – C.15–18.

88 Santos D.B. Effect of annealing on the microstructure and mechanical properties of cold rolled Fe–24Mn–3Al–2Si–1Ni–0.06C TWIP steel / Santos D.B., Saleh A.A., Gazder A.A., Carman A., Duarte D.M., Ribeiro E.A.S., Gonzalez B.M., Pereloma E. V. // Materials Science and Engineering: A – 2011. – T. 528 – № 10–11 – C.3545–3555.

89 Ueji R. Tensile properties and twinning behavior of high manganese austenitic steel with fine-grained structure / Ueji R., Tsuchida N., Terada D., Tsuji N., Tanaka Y., Takemura A., Kunishige K. // Scripta Materialia – 2008. – T. 59 – № 9 – C.963–966.

90 El-Danaf E. Influence of grain size and stacking-fault energy on deformation twinning in fcc metals. / El-Danaf E., Kalidindi S.R., Doherty R.D. // Metallurgical and Materials Transactions A – 1999. – T. 30 – № 5 – C.1223–1233.

91 Dini G. Tensile deformation behavior of high manganese austenitic steel: The role of grain size / Dini G., Najafizadeh A., Ueji R., Monir-Vaghefi S.M. // Materials & Design – 2010. – T. 31 – № 7 – C.3395–3402.

92 Yoo J.D. Factors influencing the tensile behavior of a Fe–28Mn–9Al–0.8C steel / Yoo J.D., Hwang S.W., Park K.-T. // Materials Science and Engineering: A – 2009. – T. 508 – № 1–2 – C.234–240.

93 Yoo J.D. Microband-induced plasticity in a high Mn–Al–C light steel / Yoo J.D., Park K.T. // Materials Science and Engineering A – 2008. – T. 496 – № 1 – C.417–424.

94 Lü Y. Recrystallization kinetics and microstructure evolution during annealing of a cold-rolled Fe–Mn–C alloy / Lü Y., Molodov D.A., Gottstein G. // Acta Materialia – 2011. – T. 59 – № 8 – C.3229–3243.

95 Koyama M. Grain refinement effect on cryogenic tensile ductility in a Fe–Mn–C twinning-induced plasticity steel / Koyama M., Lee T.-Y., Lee C.S., Tsuzaki K. // Materials & Design – 2013. – T. 49 – C.234–241.

96 Saha R. Fully recrystallized nanostructure fabricated without severe plastic deformation in high-Mn austenitic steel / Saha R., Ueji R., Tsuji N. // Scripta Materialia – 2013. – T. 68 – № 10 – C.813–816.

97 Williamson G.. X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram / Williamson G., Hall W.. // Acta Metallurgica – 1953. – T. 1 – № 1 – C.22–31.

98 Kim J.-K. On the Tensile Behavior of High-Manganese Twinning-Induced Plasticity Steel / Kim J.-K., Chen L., Kim H.-S., Kim S.-K., Estrin Y., Cooman B.C. De // Metallurgical and Materials Transactions A – 2009. – T. 40 – № 13 – C.3147–3158.

99 Palaparti D.P.R. Influence of strain rate and temperature on tensile stress–strain and work hardening behaviour of 9Cr–1Mo ferritic steel / Palaparti D.P.R., Choudhary B.K., Isaac Samuel E., Srinivasan V.S., Mathew M.D. // Materials Science and Engineering: A – 2012. – T. 538 – C.110–117.

100 Park K.-T. Tensile deformation of low-density Fe–Mn–Al–C austenitic steels at ambient temperature / Park K.-T. // Scripta Materialia – 2013. – T. 68 – № 6 – C.375–379.

101 Humphreys F.J. Recrystallization and related annealing phenomena / F. J. Humphreys, M. Hatherly / под ред. E. Ltd. – – , 2004.– 605c.

102 Paul H. Shear band microtexture formation in twinned face centred cubic single crystals / Paul H., Driver J.H., Maurice C., Jasieński Z. // Materials Science and Engineering: A

– 2003. – Т. 359 – № 1–2 – С.178–191.

103 Jia N. Orientation dependence of shear banding in face-centered-cubic single crystals / Jia N., Eisenlohr P., Roters F., Raabe D., Zhao X. // Acta Materialia – 2012. – Т. 60 – № 8 – С.3415–3434.

104 Kim J.-Y. On the stacking fault energy of Fe-18 pct Mn-0.6 pct C-1.5 pct Al twinning-induced plasticity steel / Kim J.-Y., Cooman B.C. De // Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science – 2011. – Т. 42 – № 4 – С.932–936.

105 Yang H.K. Comparison of work hardening and deformation twinning evolution in Fe–22Mn–0.6C–(1.5Al) twinning-induced plasticity steels / Yang H.K., Zhang Z.J., Zhang Z.F. // Scripta Materialia – 2013. – Т. 68 – № 12 – С.992–995.

106 Тукеева М.С. Влияние холодной прокатки на механические свойства и структуру <001> и <111> монокристаллов стали Гад菲尔да / Тукеева М.С., Мельников Е.В., Астафурова Е.Г. // Перспективные материалы – 2011. – Т. 12 – С.498–503.

107 Hall E.O. The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results / Hall E.O. // Proceedings of the Physical Society. Section B – 1951. – Т. 64 – № 9 – С.747–753.

108 Petch N.J. The cleavage strength of polycrystals / Petch N.J. // Journal of iron and Steel Institute – 1953. – Т. 174 – С.25–28.

109 Bata V. An alternative physical explanation of the Hall – Petch relation / Bata V., Pereloma E. V. // Acta Materialia – 2004. – Т. 52 – С.657–665.

110 Kato M. Hall-Petch Relationship and Dislocation Model for Deformation of Ultrafine-Grained and Nanocrystalline Metals / Kato M. // Materials Transactions – 2014. – Т. 55 – № 1 – С.19–24.

111 Гольдштейн М.И.Специальные стали / М. И. Гольдштейн, С. В. Грачев, Ю. Г. Векслер – Москва: Металлургия, 1985.– 408с.

112 Kocks U.F. Thermodynamics and kinetics of slip / Kocks U.F., Argon A.S., Ashby M.F. // Progress in Materials Science – 1975. – Т. 19 – С.6–67.

113 Ghasri-Khouzani M. Effect of carbon content on the mechanical properties and microstructural evolution of Fe–22Mn–C steels / Ghasri-Khouzani M., McDermid J.R. //

114 Hamada A.S. Fatigue Behavior of Four High-Mn Twinning Induced Plasticity Effect Steels / Hamada A.S., Karjalainen L.P., Ferraiuolo A., Gil Sevillano J., las Cuevas F. de, Pratolongo G., Reis M. // Metallurgical and Materials Transactions A – 2010. – T. 41 – № 5 – C.1102–1108.

115 Gutierrez-Urrutia I. Multistage strain hardening through dislocation substructure and twinning in a high strength and ductile weight-reduced Fe–Mn–Al–C steel / Gutierrez-Urrutia I., Raabe D. // Acta Materialia – 2012. – T. 60 – № 16 – C.5791–5802.

116 Yanushkevich Z. Effect of cold rolling on recrystallization and tensile behavior of a high-Mn steel / Yanushkevich Z., Belyakov A., Kaibyshev R., Haase C., Molodov D.A. // Materials Characterization – 2016. – T. 112 – № February 2016 – C.180–187.

117 Schmauder S. Atomistic simulations of solid solution strengthening of α -iron / Schmauder S., Kohler C. // Computational Materials Science – 2011. – T. 50 – № 4 – C.1238–1243.

118 Yanushkevich Z. Structural strengthening of an austenitic stainless steel subjected to warm-to-hot working / Yanushkevich Z., Mogucheva A., Tikhonova M., Belyakov A., Kaibyshev R. // Materials Characterization – 2011. – T. 62 – № 4 – C.432–437.

119 Shakhova I. Effect of large strain cold rolling and subsequent annealing on microstructure and mechanical properties of an austenitic stainless steel / Shakhova I., Dudko V., Belyakov A., Tsuzaki K., Kaibyshev R. // Materials Science and Engineering: A – 2012. – T. 545 – C.176–186.

120 Chen L. Some aspects of high manganese twinning-induced plasticity (TWIP) steel, a review / Chen L., Zhao Y., Qin X. // Acta Metallurgica Sinica (English Letters) – 2013. – T. 26 – № 1 – C.1–15.

121 Gil Sevillano J. An alternative model for the strain hardening of FCC alloys that twin, validated for twinning-induced plasticity steel / Gil Sevillano J. // Scripta Materialia – 2009. – T. 60 – № 5 – C.336–339.

122 Gil Sevillano J. Internal stresses and the mechanism of work hardening in twinning-induced plasticity steels / Gil Sevillano J., las Cuevas F. de // Scripta Materialia – 2012. – T. 66 – № 12 – C.978–981.

123 Shun T. A study of work hardening in austenitic Fe-Mn-C and Fe-Mn-Al-C alloys / Shun T., Wan C.M., Byrne J.G. // Acta Metallurgica et Materialia – 1992. – Т. 40 – № 12 – С.3407–3412.

124 Steinmetz D.R. Revealing the strain-hardening behavior of twinning-induced plasticity steels: Theory , simulations , experiments / Steinmetz D.R., Ja T., Wietbrock B., Eisenlohr P. – 2013. – Т. 61 – С.494–510.

125 Beladi H. Orientation dependence of twinning and strain hardening behaviour of a high manganese twinning induced plasticity steel with polycrystalline structure / Beladi H., Timokhina I.B., Estrin Y., Kim J., Cooman B.C. De, Kim S.-K. // Acta Materialia – 2011. – Т. 59 – № 20 – С.7787–7799.

126 Пуарье Ж.-П. Ползучесть кристаллов. Механизмы деформации металлов, керамики и минералов при высоких температурах: пер. с англ. / Ж.-П. Пуарье – Москва: Мир, 1988.– 287с.

127 Yasnikov I.S. Revisiting the Consid??re criterion from the viewpoint of dislocation theory fundamentals / Yasnikov I.S., Vinogradov A., Estrin Y. // Scripta Materialia – 2014. – Т. 76 – С.37–40.

128 Koyama M. Effects of Si on tensile properties associated with deformation-induced ε -martensitic transformation in high Mn austenitic alloys / Koyama M., Sawaguchi T., Tsuzaki K. // Nippon Kinzoku Gakkaishi/Journal of the Japan Institute of Metals – 2015. – Т. 79 – № 12 – С.657–663.

129 Мельников Е.В. Ориентационная зависимость механизма деформации монокристаллов стали Гад菲尔да при одноосном сжатии. / Мельников Е.В., Астафурова Е.Г. // Современные проблемы науки и образования – 2013. – Т. 1 – С.124.

130 Астафурова Е.Г. Влияние наводороживания в газовой среде на механизмы деформации и деформационное упрочнение $<001>$, $<111>$, $<123>$ монокристаллов стали Гад菲尔да при растяжении. Черноголовка, 2011. – 22с.

131 Gutierrez-Urrutia I. The effect of grain size and grain orientation on deformation twinning in a Fe–22wt.% Mn–0.6wt.% C TWIP steel / Gutierrez-Urrutia I., Zaehlerer S., Raabe D. // Materials Science and Engineering: A – 2010. – Т. 527 – № 15 – С.3552–3560.

132 Karaman I. Deformation of single crystal Hadfield steel by twinning and slip /

Karaman I., Sehitoglu H., Gall K., Chumlyakov Y., Maier H. // Acta Materialia – 2000. – Т. 48 – № 6 – С.1345–1359.

133 Canadinc D. Strain hardening behavior of aluminum alloyed Hadfield steel single crystals / Canadinc D., Sehitoglu H., Maier H.J., Chumlyakov Y.I. // Acta Materialia – 2005. – Т. 53 – № 6 – С.1831–1842.

134 Рыбин В.В.Большие пластические деформации и разрушение металлов / В. В. Рыбин – М.:Металлургия, 1986.– 224с.

135 Ludwigson D.C. Modified stress-strain relation for FCC metals and alloys / Ludwigson D.C. // Metallurgical Transactions – 1971. – Т. 2 – № 10 – С.2825–2828.

136 Mannan S.L. Stress-strain relation for 316 stainless steel at 300K / Mannan S.L., Samuel K.G., Rodriguez P. // Scripta Metallurgica – 1982. – Т. 16 – № 3 – С.255–257.

137 Satyanarayana D.V. V Analysis of flow behaviour of an aluminium containing austenitic steel / Satyanarayana D.V. V, Malakondaiah G., Sarma D.S. // Materials Science and Engineering: A – 2007. – Т. 452–453 – № 0 – С.244–253.

138 Milititsky M. Characterization of the mechanical properties of low-nickel austenitic stainless steels / Milititsky M., Wispelaere N. De, Petrov R., Ramos J.E., Reguly A., Hänninen H. // Materials Science and Engineering: A – 2008. – Т. 498 – № 1–2 – С.289–295.