

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО НАУЧНЫХ ОРГАНИЗАЦИЙ
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова
Российской академии наук

На правах рукописи

БЛИНОВ Евгений Викторович

**Развитие систем легирования высокоазотистых
аустенитных сталей для тяжело нагруженных
изделий криогенной техники**

05.16.01-Металловедение и термическая обработка металлов

ДИССЕРТАЦИЯ
на соискание ученой степени доктора технических наук

Москва - 2018 г.

Содержание

Введение.....	4
Глава 1. Структура и свойства применяемых коррозионно-стойких аустенитных сталей для низкотемпературной техники	9
1.1. Стали для низкотемпературной службы.....	9
1.1.1. Стали для низкотемпературной техники.....	9
1.1.2. Влияние легирующих элементов на механические свойства аустенитных сталей.....	18
1.1.3. Влияние энергии дефектов упаковки на структуру и фазовые превращения аустенитных сталей.....	35
1.2. Физико-механические и химические свойства сталей.....	43
1.2.1. Усталостная прочность сталей.....	43
1.2.2. Износостойкость сталей.....	49
1.2.3. Коррозионная стойкость сталей.....	51
1.3. Технологические свойства сталей.....	55
1.3.1. Сварка сталей.....	55
1.3.2. Обработка резанием.....	56
1.3.3. Обработка давлением.....	58
Выводы по главе 1	62
Глава 2. Влияние легирования на структуру и свойства новых аустенитных азотосодержащих сталей для низкотемпературной службы.....	65
2.1. Структура и свойства Fe-Ni сплавов со сверхравновесным содержанием азота.....	65
2.2. Структура и свойства экономнолегированных Cr-Mn-Ni-N сталей с добавками меди.....	75
2.3. Влияние легирования на предельную растворимость азота в коррозионно-стойких низкоуглеродистых сталях Fe-Cr-Mn-Ni-N.....	88
2.4. Структура и механические свойства высокоазотистых Cr-Mn-Ni сталей с высоким содержанием азота.....	99
Выводы по главе 2.....	109
Глава 3. Влияние термической обработки и пластической деформации на структуру и свойства Cr-Mn-Ni-V-N- сталей.....	113
3.1. Закономерности формирования структуры и механических свойств стали 05X22AG15H8MФ в литом состоянии.....	113
3.2. Влияние режимов термической обработки.....	124
3.3. Влияние режимов горячей прокатки.....	129
3.4. Стареющие аустенитные Mn-Ni и Cr-Mn-Ni стали, упрочняемые	

дисперсными частицами VC.....	148
3.5. Стареющие аустенитные Cr-Mn-Ni стали упрочняемые дисперсными частицами VN.....	156
Выводы по главе 3.....	171
Глава 4. Исследование механических и химических свойств сталей типа 05X22AG15H8MФ.....	176
4.1. Усталостная прочность сталей.....	176
4.2. Особенности разрушения сталей (вязко-хрупкий переход).....	206
4.3. Износостойкость сталей.....	229
4.4. Коррозионная стойкость.....	234
Выводы по главе 4.....	242
Глава 5. Исследование технологических свойств новых азотосодержащих сталей.....	246
5.1. Свариваемость сталей.....	246
5.2. Обрабатываемость сталей (резанием при продольном точении).....	254
5.3. Обрабатываемость давлением.....	264
Выводы по главе 5.....	273
Глава 6. Принципы легирования азотосодержащих коррозионно-стойких сталей для тяжело нагруженных изделий криогенной техники.....	277
6.1. Различия между углеродом и азотом, никелем и марганцем, медью и никелем, хромом и молибденом во влиянии на их структуру и свойства аустенитных сталей.....	277
6.2. Влияние типа упрочняющей фазы на механические свойства стареющих аустенитных сталей.....	286
6.3. Выбор химического состава новых азотосодержащих аустенитных сталей для высоконагруженных деталей низкотемпературной техники...	291
6.4. Принципы легирования азотосодержащих аустенитных сталей для высоконагруженных изделий низкотемпературной техники.....	295
6.5. Исследование и испытание изделий из новых сталей.....	297
Общие выводы.....	304
Библиографический список использованной литературы.....	305

Введение

Актуальность темы.

Прогресс в ряде областей криогенной техники таких как ракетостроение, энергетика, криобиология, криомедицина, физика высоких энергий, в значительной мере определяется возможностями создания аустенитных сталей с высокой прочностью. Существенным недостатком применяющихся аустенитных сталей является относительно низкие статическая и циклическая прочность, вязкость разрушения и износостойкость. Проблема повышения конструкционной прочности аустенитных сталей путем экономного и эффективного использования легирующих элементов является одной из важнейших в современном материаловедении. Над решением этой проблемы ИМЕТ РАН работал в течение ряда лет. Успешно работали по созданию экономнолегированных аустенитных сталей и их термической обработки в нашей стране Банных О.А., Ермаков Б.С., Гуляев А.П., Капуткина Л.М., Ковнеристый Ю.К., Приданцев М.В, Солнцев Ю.П., Сагарадзе В.В., Степанов Г.А., Ульянин Е.А. и др.

Одним из перспективных путей повышения прочности при сохранении достаточной для практики пластичности при криогенных температурах аустенитных сталей является совместное использование нескольких механизмов упрочнения (твердорастворного, зернограничного, дислокационного и дисперсионного) высокоазотистых сталей. Азот как легирующий элемент превосходит другие элементы по упрочняющей способности аустенита этими методами упрочнения. Достижение необходимых уровней механических свойств у азотистых сталей требует правильного выбора аустенитной матрицы и типа упрочняющих фаз, что является, как правило, сложной научной задачей. В связи вышесказанным является актуальной разработка принципов легирования высокоазотистых аустенитных сталей и режимов их упрочняющих термической и термопластической обработки.

Целью работы являлось - развитие принципов легирования аустенитных сталей и создание на их основе высокоазотистых конструкционных сталей, пригодных для использования в качестве материала для тяжело нагруженных изделий криогенной техники.

Основные задачи работы:

- Установление закономерностей изменения структуры и свойств аустенитных Fe-Ni-N и Fe-Cr-Mn-Ni-N сплавов в зависимости от их легирования.
- Исследование влияния термической обработки и пластической деформации на структуру, физико-механические и химические свойства новых сплавов.

Исследование технологических свойств полуфабрикатов, изготовление и испытания изделий из разработанных новых высокоазотистых аустенитных сталей промышленной выплавки

Научная новизна:

В работе впервые получены следующие важнейшие результаты:

- развиты принципы легирования азотистых аустенитных сталей для высоконагруженных конструкций криогенной техники, на основе которых созданы новые стали, с уровнем прочности превышающим существующие аналоги. Обоснованы оптимальные содержания азота (0,5-0,6%N) и (0,1-0,3%V) для аустенитных Cr-Mn-Ni сталей с твердорастворным упрочнением и 0,3-0,4% азота и 0,8 – 1,1% ванадия для аустенитных Cr-Mn-Ni сталей с дисперсионным твердением наночастицами VN;
- установлена зависимость температуры вязко-хрупкого перехода от величины ЭДУ аустенитных Cr-Mn сталей с содержанием азота более 0,4%, позволяющая вести направленное легирование с учетом температуры эксплуатации криогенных конструкций. Аустенитные Cr-Mn-Ni стали с 0,5 – 0,6%N и 6 – 8%Ni, у которых ЭДУ аустенита более 25 МДж/м², не испытывают при низких температурах хрупкого разрушения;

- рассчитаны и построены фазовые диаграммы сплавов Fe-Cr-Mn-Ni-N, на которых определены фазовые области аустенита с максимальным содержанием азота. Изучено влияние режимов термической обработки на механизм разрушения высокоазотистой аустенитной стали 05X20Г10Н3АМФ при ударном нагружении. Основным механизмом разрушения в интервале вязко-хрупкого перехода этой стали после закалки от 1100°С и нагрева при 800°С является образование ГЦК-фасеток внутризеренного разрушения, сдвиговых и плоских ямок, языков сдвига и фасеток межзеренного разрушения;
- изучено влияние структурного состояния азотосодержащих сталей в зависимости от режимов резания при токарной обработке. Изучена стойкость резцов при точении высокоазотистой стали 05X22АГ15Н8МФ. Обработка стали затруднительна при низкой скорости резания ($V < 10$ м/мин) из-за образования нароста на режущей кромке резца, приводящего к его поломке. При скорости резания 20 – 70 м/мин, глубине резания 0,25 – 0,75 мм и подаче 0,15 – 0,60 мм/об отсутствует налипание металла на инструмент и стойкость резцов значительно повышается. При скоростях резания более 74 м/мин обрабатываемость стали резко снижается из-за повышения температуры в зоне резания;
- износостойкость стали 05X22АГ15Н8М2Ф с 0,55%N зависит от деформационного упрочнения аустенита, образования мартенсита деформации и наличия твердых частиц Cr₂N;
- установлены закономерности формирования структуры и механических свойств сварных соединений стали 05X22АГ15Н8МФ с 0,6%N. Азот равномерно распределен в шве и зоне термического влияния; в металле шва поры отсутствуют и по сравнению с основным металлом в нем пониженное содержание N, Cr и Mn. Закалка от 1100°С этой стали до и после сварки повышает ударную вязкость при +20 и -196°С;
- созданы научные основы для разработки никелевых высокопрочных аустенитных и мартенситных сплавов со сверхравновесным содержанием

азота для низкотемпературной службы. Изучены фазовый состав и характеристики прочности сплавов с переменным содержанием азота (0,05-0,38%) и никеля (1,0-32,0%). Построена неравновесная фазовая диаграмма Fe-Ni-N, легирование сплавов Fe – Ni азотом приводит к увеличению количества аустенита, значительному повышению твердости сплавов и к смещению на указанной диаграмме областей α , $\alpha + \gamma$, γ в сторону меньших концентраций никеля;

- с использованием методов (весового и водородного) определены скорости коррозии изогнутых пластин из сплава 05X22AG15H8MФ в растворах серной и соляной кислот. Скорость растворения металла на растянутой стороне пластины выше, чем на сжатой. Минимальная скорость коррозии при отсутствии поверхностных напряжений;

- получена зависимость механических свойств стареющих стабильно-аустенитных Cr-Mn-Ni-V-N сталей от объемной доли VN позволяющая вести направленное легирование их V и N для достижения заданного уровня прочности и вязкости. Снижение температуры испытания от +20 до -253°C приводит к значительному упрочнению этих сталей при незначительном снижении ударной вязкости при условии выделения в процессе старения 0,4 – 0,5 % дисперсных 50 - 70Å частиц VN.

Практическая ценность:

1. Разработан ряд новых сталей, режимы их термической обработки и пластической деформации, обеспечивающие сочетание высокой прочности, вязкости, коррозионной стойкости, свариваемости и удовлетворительной обработки резанием превышающие применяемые в настоящее время.

2. Из новых сталей изготовлены литые задвижки (арматура), высокопрочный крепеж, медицинский инструмент.

Автор выносит на защиту:

1. Развитие научных основ создания аустенитных сталей высокой прочности, что позволит повысить прочностные свойства на 50-100% по сравнению с

применяющимися аустенитными сталями и обеспечит их использование в качестве материала тяжело нагруженных изделий криогенной техники.

2. Разработку режимов термической обработки, пластической деформации, сварки и точения, которые возможно осуществить на действующем оборудовании металлургических и машиностроительных заводов.

Достоверность научных положений, результатов и выводов:

Результаты, представленные в диссертационной работе, получены на основе экспериментов, проведенных на современном научном оборудовании и с использованием апробированных аналитических методов. Достоверность полученных результатов обеспечена использованием комплекса взаимодополняющих экспериментальных и аналитических методик и подтверждена их воспроизводимостью.

Апробация работы:

Основные результаты работы доложены на:

1, 2, 4 и 5 международных конференциях «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов». Москва, 2006, 2007, 2011 и 2013 г., в сборнике трудов XIX научно-технической конференции «Машиностроение и техносфера XXI века» в г. Севастополе 17-22 сентября 2012 г, Сб. трудов X111 международной научно-технической конференции Проблемы ресурса и безопасной эксплуатации материалов., Санкт-Петербург 2008г., Юбилейный сборник ИМЕТ, сб. научных трудов под редакцией академика К.А.Солнцева. М. Интерконтакт Наука, 2008г., Сб. трудов X11 международной научно-технической конференции Проблемы ресурса и безопасной эксплуатации материалов., Санкт-Петербург 2007г., 6 Всероссийская школа-конференция «Нелинейные процессы и проблемы самоорганизации в современном материаловедении. Воронеж, 2007г., Сб. трудов IX Российско-Китайского Симпозиума «Новые материалы и технологии» Астрахань, 2007г.

Глава 1. Структура и свойства применяемых коррозионностойких аустенитных сталей для низкотемпературной техники.

1.1. Стали для низкотемпературной службы.

1.1.1. Применяющиеся стали для низкотемпературной техники.

Для успешного решения проблем, связанных с практическим применением низких температур, необходима разработка новых металлических материалов, в частности аустенитных сталей. Эти стали должны обеспечить комплекс основных требований: высокие значения прочности, пластичности и вязкости, а также свариваемость, коррозионную стойкость и технологичность. Указанным требованиям, кроме прочности, удовлетворяют хромоникелиевые нержавеющие стали с 18% Cr и 8-12% Ni (стабилизированные и не стабилизированные титаном и ниобием) и высоконикелевая сталь 0X25H20. Эта сталь применяется в конструкциях и аппаратах, работающих при весьма низких температурах, включая температуру кипения жидкого гелия (-269°C). Сталь 0X18H10 имеет хорошую ударную вязкость при температурах жидкого водорода и гелия и сохраняет его высокие значения после многолетней работы. Механические свойства Cr-Ni сталей при низких температурах приведены в таблице 1.1 [1, 2].

Таблица 1.1- Механические свойства хромоникелевых сталей при низких температурах.

Сталь	T _{исп} , °C	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %	КСУ, МДж/м ²
1X18H8T	20	660	280	65	-	1,9
	-196	1540	550	36	-	1,5
	-253	1850	710	37	-	1,3
08X18H10 (AISI-304)	25	600	230	60	70	-
	-196	1140	400	43	45	1,0
	-253	1710	440	48	43	1,0
0X25H20 (AISI-310)	24	670	320	60	65	-
	-196	1100	590	54	54	1,2
	-253	1240	810	56	66	1,1

Изменение фазового состава стали при криогенных температурах сильно влияет не только на прочность и пластичность гладких образцов при растяжении, но и на усталостную прочность, прочностные свойства образцов с надрезом и трещиной, ударную вязкость, низкотемпературную ползучесть, на механические свойства сварных соединений. Область использования аустенитных Cr-Ni сталей при низких температурах в последнее время расширяется. В настоящее время эти стали наряду с титановыми и алюминиевыми сплавами применяют для оболочек топливных баков, ракет и резервуаров для хранения жидкого топлива [3, 4], деталей жидкостных ракетных двигателей [5]. Кроме того немагнитные стали на Cr-Ni основе нашли широкое применение в экспериментальной физике [6] для изготовления пузырьковых камер, к которым предъявлялись специальные требования: отсутствие $\gamma - \alpha$ превращений при -253°C в течение многих лет, что необходимо для поддержания однородности внешнего магнитного поля и стабильности размеров. Лучшей сталью для этой цели оказалась сталь «Кромарк-55» с 0,005% C, 16% Cr и 20% Ni. Механические свойства стали «Кромарк-55» при -253°C : $\sigma_{0,2} = 623$ МПа, $\sigma_{\text{в}} = 854$ МПа, $\delta = 34,8$ %, KCU=0,9 МДж/м².

В последние годы в нашей стране и за рубежом разрабатываются наиболее экономичные безникелевые Cr-Mn стали и Cr-Mn-Ni стали с пониженным содержанием никеля. Сравнительное исследование [7] механических свойств сталей X14Г14Н3Т и X18Н10Т показало, что эти стали имеют близкие значения характеристик прочности и пластичности. Поэтому для работы до -196°C применяют вместо стали X18Н10Т сталь X14Г14Н3Т, что позволяет сократить расход дефицитного никеля [8]. Однако стали X14Г14Н3Т и X18Н10Т обладает низкой прочностью при 20°C и в настоящее время не удовлетворяют требованиям, предъявляемым к материалам, работающим под нагрузкой в интервале $-253 \div 20^{\circ}\text{C}$.

Одним из перспективных путей изыскания сталей повышенной прочности для работы при низких температурах является разработка

аустенитных сталей с азотом, у которого упрочняющая способность γ – твердого раствора выше других элементов. Одной из таких сталей является сталь X21Г7АН5 (ЭП-222), которая содержит не более 0,07% С; 0,15-0,25% N; 19,5-21,0% Cr; 5,0-6,0% Ni; 6,0-7,5% Mn. После закалки от 1000 - 1050°C эта сталь имеет в структуре 5-20% δ -феррита. Содержание углерода не более 0,05% предусмотрено в тех случаях, когда сталь сваривается в достаточно больших сечениях и под действием термического цикла сварки возможно образование карбидной сетки на границах зерен. Наличие небольших количеств δ -феррита (10-20%) оказывает положительное влияние на стойкость аустенитных сталей против образования горячих трещин при сварке [9-12]. Однако при -253°C на плоских образцах с боковым надрезом радиусом 0,25 мм получено отношение $\sigma_B^H / \sigma_B = 0,65$; свидетельствующее о том, что сталь X21Г7АН5 чувствительна к концентрации напряжения, несмотря на достаточно высокий уровень вязкости, в том числе, с предварительно нанесенной усталостной трещиной ($K_{CU_{TY}^{-253}} = 1,2 \text{ МДж/м}^2$). Чувствительность этой стали к концентрации напряжений обусловлена введением в сталь азота, наличием в структуре δ -феррита и образованием в процессе испытания мартенсита деформации. Сталь ЭП-222 применяется для штампо-сварных изделий, работающих до температур -253°C. В [13] для штампо-сварных изделий ракетной техники в интервале температур -253 ÷ 20°C была разработана новая композиция на основе стали ЭП-222. С целью упрочнения был введен молибден и содержание азота увеличено до 0,3 – 0,4%. Химический состав стали 03X20Г10Н7АМ2 (ЭП-731) следующий: С ≤ 0,03%; Cr ~ 18-20%; Mn ~ 8,5-10%; Ni ~ 7-8%; Mo ~ 2,0-2,5%; N ~ 0,3-0,4%. Сталь имеет предел текучести не ниже 450 МПа при комнатной температуре. При содержании молибдена в этой стали более 2,5% возможно образование значительного количества δ -феррита (более 10 – 15%) и частиц карбидов и нитридов (например $M_{23}C_6$ или M_2N) по границам зерен, которые повышают вероятность хрупкого разрушения при температурах -196 и -253°C. Поэтому

при изыскании новых композиций легирование должно обеспечить стабильность аустенита при низких температурах во время нагрева под закалку [14]. Автором [15] разработана стабильная аустенитная сталь 03X20H16AG6 для изготовления сварных емкостей для службы при температуре -253°C . Эта сталь содержит 0,03% С; 20,0 – 22,0% Cr; 0,20-0,30% N; 5,0 – 7,5% Mn и 14,5 – 16,5% Ni. Сталь стабильна относительно мартенситного превращения при охлаждении до -253°C и пластической деформации при содержании никеля не менее 16%. Однако высокое содержание никеля в стали 03X20H16AG6 приводит к снижению $\sigma_{\text{в}}$ до 650 МПа и $\sigma_{0,2}$ до 370 МПа при 20°C . Поэтому повышение стабильности структуры стали 03X20H16AG6 (снижение $\alpha(\delta)$ – составляющей, выделение σ -фазы и карбонитридов) возможно только путем повышения содержания никеля и азота. Введение большого количества дефицитного никеля (до 16%) приводит к значительному снижению предела прочности и текучести.

В связи с этим большое внимание уделяется созданию новых композиций на Fe-Cr-Mn основе, работающих при температурах $-253\div 20^{\circ}\text{C}$. В работе [16] исследованы стали находящиеся в аустенитной области диаграммы Fe-Cr-Mn-Ni-Mo-N сталей с различным уровнем прочности. На их основе разработана безникелевая сталь марки ЧС36 и малоникелевая сталь ЧС37. Механические характеристики этих сталей промышленной выплавки в интервале $-253\div 20^{\circ}\text{C}$ приведены в таблице 1.2.

Таблица 1.2 - Механические свойства сталей ЧС36 и ЧС37.

Сталь	$T_{\text{исп}}, ^{\circ}\text{C}$	$\sigma_{\text{в}}, \text{МПа}$	$\sigma_{0,2}, \text{МПа}$	$\delta, \%$	$\psi, \%$	КСУ, МДж/м ² ,
ЧС36*	20	770	370	64	74	2,4
	-78	970	500	62	70	2,1
	-196	1300	690	28	29	1,6
	-253	1340	910	16	17	1,4
	-269	1350	950	12	12	1,4
ЧС37**	20	810	450	49	70	2,4
	-78	1010	650	50	67	2,0
	-196	1620	1080	48	54	1,5
	-253	1800	1370	33	50	1,0
	-269	1840	1530	23	47	0,8

*-40 т плавка, слиток 6,2т., лист 12мм., образцы поперечные;

** -6,2т плавка, слиток 6,2т., лист 12мм., образцы поперечные.

В [17] разработаны новые упрочненные азотом нержавеющие стали на Cr-Mn основе. Для повышения прочности при комнатной температуре в них введены молибден, кремний, ниобий и ванадий. Эти стали получили название **нитроников**. Они сохраняют стабильную структуру после холодной пластической деформации при комнатной температуре. В таблице 1.3 приведен их химический состав.

Таблица 1.3 - Химический состав сталей типа Нитроник.

Сталь	C	Mn	Cr	Ni	N
Нитроник 32	0,10	12,0	18,0	1,6	0,32
Нитроник 33	0,05	12,0	18,0	3,2	0,32
Нитроник 40	0,03	9,0	21,0	7,0	0,30
Нитроник 50*	0,04	5,0	21,2	12,5	0,30
Нитроник 60**	0,07	8,0	17,0	8,5	0,14

* содержат включения 2,2%Si, 0,20%Nb и 0,20%V

** содержат включения 2,2%Si.

Нитроники имеют более высокую прочность при комнатной температуре по сравнению с известными Cr-Ni сталями типа 304, 310, 316, 316L. В работе [18] приведены свойства стали нитроник 60, содержащей (в вес.%): углерода ~ 0,1%, марганца ~ 7-9%, хрома ~ 16-18%, никеля ~ 8-9%, азота ~ 0,08-0,18%. Сталь обладает высоким сопротивлением к истиранию при контакте металл-металл, повышенным сопротивлением к окислению и повышенной прочностью. Кроме этого эту сталь можно упрочнить холодной деформацией. Свойства этой стали после термической обработки и холодной деформации при 20°C приведены в таблице 1.4.

Таблица 1.4 – Механические свойства стали Нитроник 60.

Термическая обработка	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
Закалка 1065°C, вода	750	400	62	75
Закалка 1065°C, вода + деформация ($\varepsilon=45\%$)	1450	1040	14	56

Ударная вязкость этой стали в состоянии после термообработки при -196°C составляет 2,2 МДж/м². Применяются нитроники для изготовления сосудов

для хранения и транспортировки сжиженных газов, а также для изготовления гидравлических труб самолетов.

В таблице 1.5 приведены механические свойства при 20, -196 и -253°C аустенитных нержавеющей сталей, которые широко применяются в криогенной технике в России, США и Германии.

Таблица 1.5 – Механические свойства аустенитных сталей, для работы при температурах 20 и -196°C.

Сталь, страны изготовители	T _{исп.} , °C	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %	КСУ, МДж/м ²
12X18H10T, Россия	20	250	55	70	3,0
	-196	320	42	50	2,1
10X14Г14Н4Т (ЭП-711), Россия	20	280	50	65	2,7
	-196	450	45	50	2,3
07X21H6AG9, (0,2-0,4% N) США	20	380	55	-	2,6
	-196	900	34	-	0,7
03X19Г10Н7АМ2 (ЭП-731), (0,2-0,3%N) Россия,	20	550	70	50	0,7
	-196	1200	55	40	0,67
07X18H6AG8, (0,2-0,3%N) Германия	20	390	42	63	1,8
	-196	990	25	56	1,4
07X19H14AG10M2,5,(0,15-0,30%N) Германия	20	460	38	62	1,5
	-196	830	43	44	0,5
12X25H16Г7АР (ЭП-835),0,3%N) Россия	20	370	50	77	3,0
	-196	780	50	62	1,8
03X20H16AG6, (0,2-0,3%N) Россия	20	37	50	77	3,0
	-196	780	50	62	1,3
03X13AG10(ЧС36), (0.1-0,2%N) Россия	20	370	80	75	3,2
	-196	650	34	35	2,2
03X13H9Г19 (ЧС37), (0,3-0,4%N) Россия,	20	450	60	75	3,0
	-196	960	53	55	1,2

Анализ механических свойств приведенных в таблице 1.5 показывает, что они, обладая большим запасом вязкости имеют невысокие значения предела текучести при комнатной температуре ($\sigma_{0,2} = 250 - 550$ МПа) и не могут быть использованы для высоконагруженных деталей и конструкций криогенной техники. Поэтому в качестве высокопрочных аустенитных сталей могут быть использованы дисперсионно-твердеющие стали 0X15H25MT2, X12H20T3P (ЭИ 696) и X12H22T3MP (ЭИ 696M) [19] с пределом текучести при комнатной температуре 600 – 700 МПа. В [19] установлены оптимальные режимы их термической обработки,

обеспечивающие лучшие механические свойства (таблица 1.6). Для стали X12H20T3P термообработка состояла в нагреве в течение 2 часов при 1160°C, охлаждении на воздухе и старении при 700°C в течение 3 час.

Таблица 1.6 - Механические свойства стали X12H20T3P.

Т исп., °С	$\sigma_{в}$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %	КСУ, МДж/м ²
20	1060	610	30	42	1,8
-196	1100	880	29	22	1,0
-253	1440	1100	10	11	-

Дисперсионно твердеющие стали при более высокой прочности по сравнению с Cr-Ni аустенитными сталями неупрочняемыми дисперсными частицами, имеют меньшие значения пластичности и вязкости. Ударная вязкость этих сталей в упрочненном состоянии (после старения) 0,8 – 0,9 МПа. Эти стали обладают неплохими литейными свойствами, высокой технологической пластичностью при ковке, экструзии, хорошо свариваются.

Структура и свойства Fe – Ni сплавов

Для изготовления некоторых узлов криогенных установок, размеры которых не должны меняться с изменением температуры, используют высоколегированные **инвары** – сплавы железа с никелем [20, 21]. Сплав с 36% Ni имеет коэффициент линейного расширения при температурах -223 ÷ - 173°C в 10 – 20 раз меньше, чем у хромоникелевых и алюминиевых сплавов. Из инваров изготавливают жестко закрепленные трубопроводы сложной формы, работающие при температурах до -253°C (например, трубопроводы жидкостных ракетных двигателей), некоторые элементы арматуры, которые по условиям работы должны иметь минимальные изменения размеров при изменении температуры. Малая величина коэффициента линейного расширения материала позволяет уменьшить напряжения в трубопроводах и предотвратить возможность их разрушения. Отпадает необходимость установки сильфонных узлов для компенсации деформаций, что упрощает конструкцию и делает ее более надежной.

Инвары ферромагнитны, имеют кристаллическую гранецентрированную решетку, они не упрочняются термической обработкой и слабо упрочняются при пластической деформации. Инвары имеют низкую теплопроводность, почти вдвое меньшую, чем у аустенитных сталей, что особенно важно при использовании их в узлах, где необходимо уменьшить приток теплоты. Прочностные свойства инваров не высоки: $\sigma_{0,2}$ составляет 240 МПа, $\sigma_B = 420$ МПа. При охлаждении до -253°C $\sigma_{0,2}$ возрастает в 3 раза, σ_B – в 2 раза. Модуль упругости сплава ниже, чем для стали: при 20°C $E=1,5 \cdot 10^5$ МПа. По циклической прочности инвары близки к коррозионно-стойкой стали 12X18H10T. Ударная вязкость, хотя и уменьшается с понижением температуры, однако сплав сохраняет ее высокие значения и разрушается вязко вплоть до -269°C . По сравнению с Cr-Ni аустенитными сталями инвары имеют пониженную коррозионную стойкость. Никель хотя и в меньшей степени, чем железо, склонен к коррозии, в том числе в атмосферных условиях. Скорость коррозии инваров в 5 – 6 раз меньше, чем для углеродистых сталей. Fe-Ni сплавы удовлетворительно куется, прокатываются, обрабатываются резанием. Для дополнительного снижения температурного коэффициента линейного расширения проводят термическую обработку инваров, состоящую из закалки от 840°C в воде, отпуска при 315°C и старения в течение 50 – 100 ч при 100°C . Fe-Ni сплавы удовлетворительно свариваются. Обычно применяется дуговая сварка в среде аргона. В качестве присадочного материала используют проволоку близкого состава. Сварные соединения не требуют термической обработки, их прочность близка к прочности основного металла. Недостатком инваров является их низкая прочность и высокая стоимость, превышающая стоимость сталей типа 12X18H10T в 5 -10 раз. Значительное повышение прочности и снижение концентрации никеля может быть достигнуто у азотосодержащих Fe-Ni сталей, используя метод выплавки под давлением.

Литейные стали

Стальные отливки сравнительно редко применяют в криогенной технике [22]. Однако существует ряд изделий для которых их применение целесообразно. К ним относится запорно-регулирующая арматура для перекачки криогенных жидкостей. Изготовление корпусов вентилей из кованных, штампованных заготовок или проката путем механической обработки и сварки производится с большими трудозатратами. Применение литья позволяет уменьшить трудоемкость. Механические свойства сталей и результаты испытаний корпусов внутренним давлением представлены в таблице 1.7.

Таблица 1.7 - Механические свойства сталей и результаты испытаний корпусов внутренним давлением.

Марка стали	Механические свойства						Давление в момент разрушения, МПа
	T _{исп} , °C	σ_B	$\sigma_{0,2}$	δ_5	ψ	KCV, МДж/м ²	
		МПа		%			
07X13Г28АНФЛ	20	600	300	77	62	1,40	360
	-196	1160	660	42	28	0,90	410
	-253	1190	815	23	17	0,80	-
12X18Н10ТЛ	20	575	220	66	56	1,15	80
	-196	885	530	17	13	0,25	130
	-253	900	610	8	6	0,20	-

Стали с содержанием 5-13% Cr и до 28% Mn имеют хорошие литейные свойства. Оптимальное сочетание прочностных, пластических и вязких свойств, высоких литейных свойств и коррозионной стойкости обеспечивают стали типа 07X13Г28АНФЛ, содержащие, (%) : C- не более 0,7; Mn ~ 27-29; Cr ~ 12-14; Ni ~ 0,5-1,5; V ~ 0,1-0,2; N ~ 0,2-0,3. Механические и литейные свойства этой стали в сопоставлении с такими же характеристиками стали 12X18Н10ТЛ приведены в таблице 1.7. Из таблицы 1.7 следует, что корпуса из стали 07X13Г28АНФЛ имеют более высокие свойства и выдерживают более высокое внутреннее давление по сравнению с корпусами из литой и даже деформированной стали 12X18Н10ТЛ.

Разрушение корпусов из стали 07X13Г28АНФЛ происходило с образованием вязкого излома. Низкие свойства литой стали 12X18Н10ТЛ

обусловлены разрушением сколом из-за наличия пленки и грубой литой структуры.

Сталь 07X13Г28АНФЛ хорошо сваривается без горячих и холодных трещин. Отношение прочности металла сварного соединения к прочности основного металла находится в пределах 0,95-0,98. Таким образом анализ литературных данных по механическим свойствам при температурах от -253 до 20°C аустенитных сталей показывает, что химический состав их оказывает значительное влияние на структуру и характеристики прочности и вязкости сталей.

1.1.2. Влияние легирующих элементов на механические свойства аустенитных сталей.

В интервале температур от -253 до 20°C легирующие элементы оказывают существенное влияние на фазовый состав и характер дислокационной структуры аустенитной матрицы, а следовательно, и на уровень прочности, пластичности и вязкости разрушения немагнитных сталей для криогенной техники.

Для многих стабильных аустенитных сталей, применяемых в закаленном состоянии (не упрочненных термической обработкой), для работы при низких температурах характерна высокая пластичность ($\delta \sim 35\%$) и низкий уровень прочности ($\sigma_{0,2} = 200 - 500$ МПа). Одним из методов упрочнения таких сталей является холодная пластическая деформация, в результате которой существенно возрастает величина предела текучести. Однако холоднодеформированный металл можно применять в конструкциях, не подвергающихся при изготовлении нагреву. Кроме этого значительное упрочнение стали при пластической деформации возможно только для деталей простой формы и небольших сечений. Легирование является более эффективным методом упрочнения аустенитных сталей особенно для изготовления деталей сложной формы и значительных размеров. Поэтому в последние годы особое внимание уделяется легированию для повышения

прочности аустенитных сталей при комнатной температуре и сохранению достаточного запаса пластичности и вязкости при низких температурах.

Известно, что предел текучести аустенитных сталей существенно повышается при легировании их сильными ферритообразующими элементами (Nb, Ti, Al, Si, Mo и W) [23, 24]. С увеличением содержания этих элементов линейно возрастает твердость сталей (рисунок 1.1).

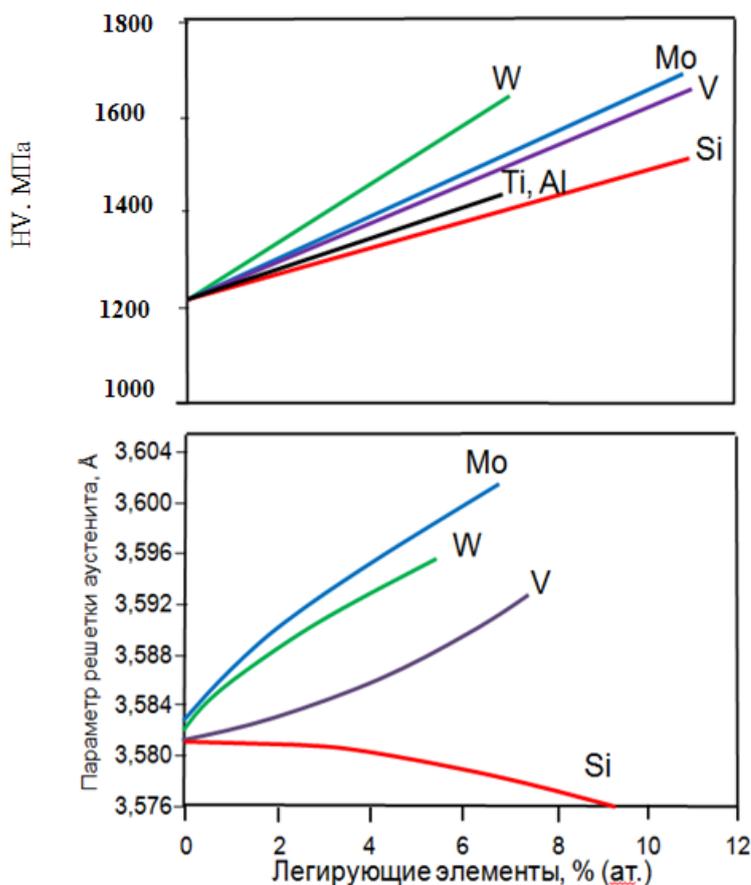


Рисунок 1.1- Влияние ферритообразующих элементов на твердость и параметр решетки аустенита.

Сравненные изменения твердости и параметра решетки, γ - твердого раствора в зависимости от легирования сталей после закалки от 1200°C подтверждает, что упрочнение аустенита зависит от изменения параметра кристаллической решетки (рисунок 1.1). Это упрочнение тем сильнее, чем больше различие атомных диаметров легирующего элемента и железа. Однако предел прочности не велик по сравнению с количеством добавляемого элемента. Например, сталь X15N25, закаленная от 1050°C, при легировании 10% Mo (сохраняя аустенитную структуру) имеет предел

текучести 337 МПа [22]. В [24] исследовалось влияние молибдена на механические свойства Cr-Mn-Ni стали, содержащей 19% Cr, 10% Mn, 7% Ni, и 0,3% N при 20 и -253°C. Изменение содержания молибдена от 0 до 3,0% вызывает увеличение $\sigma_{0,2}$ от 350 до 580 МПа, а σ_B от 750 до 930 МПа. Однако, такое повышение прочности при содержании в стали молибдена более 2,5%, по-видимому, связано с образованием в структуре стали σ -фазы.

При исследовании влияния хрома на механические свойства Cr-Mn-Ni аустенитной стали, содержащей 0,035-0,05% C, 0,30-0,51% Si, 5,0-6,2% Mn, 5-5,2% Ni, 0,32-0,35% N и переменное содержание хрома от 18 до 22% при комнатной температуре и температуре -196°C было показано, что хром несколько увеличивает пределы прочности и текучести образцов, подвергнутых закалке от 1050°C.

Уровень пластичности их остается неизменным при комнатной температуре и при -196°C.

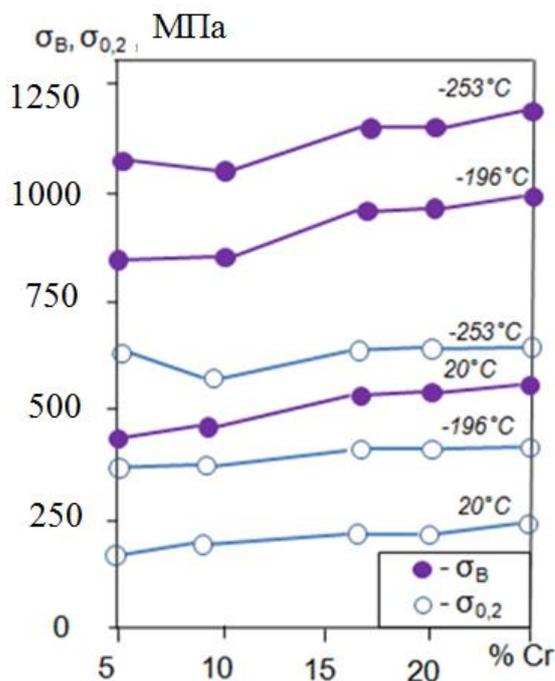
Аналогично и для образцов, закаленных с 1200°C т.е. со структурой гомогенного аустенита (после практически полного растворения карбидов и нитридов хрома). Следовательно, легирование Mn-Ni аустенитных сталей хромом приводит к небольшому упрочнению γ -твердого раствора.

В [26, 27] достаточно подробно изучено влияние хрома на механические свойства в интервале -253 ÷ 20°C стали, содержащей 0,03% C; 0,4% Mn; 25,2% Ni и 0,4% Si при изменении содержания хрома в пределах 5-25,6% вес. После закалки от 1050 – 1080°C сталь H25X5 сохраняла стабильную аустенитную структуру при охлаждении до -253°C, но при пластической деформации при этих температурах сталь претерпевала частичное превращение. Остальные составы сталей H25X10, H25X17, H25X20 и 25X25 были полностью стабильны относительно $\gamma \rightarrow \alpha'$ и $\gamma \rightarrow \alpha''$ (α' - ОЦК – мартенсит охлаждения, α'' - ОЦК – мартенсит деформации) превращений при температурах от -253 до 20°C.

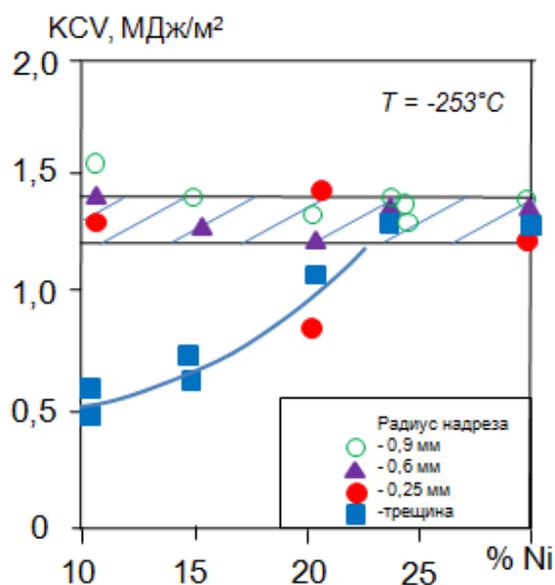
Хром снижает пластичность аустенита и повышает его чувствительность к концентраторам напряжений при криогенных

температурах. С увеличением содержания хрома в стали с 25% Ni относительное сужение уменьшается, однако при температурах -196 и -253°C остается на весьма высоком уровне (около 75%).

Отрицательное влияние хрома на чувствительность аустенита к концентрации напряжений выражается в изменении характеристик σ_B^H , φ^H и KCV (рисунок 1.2). Повышение содержания хрома приводит к росту значений σ_B^H и отношения σ_B^H / σ_B при криогенных температурах, определенного на образцах с кольцевой выточкой. Повышение отношения σ_B^H / σ_B обусловлено большим увеличением значений σ_B^H по сравнению с σ_B . Например при -253°C дополнительное легирование стали H25X10 15% хрома повышает характеристики σ_B^H и σ_B на 350 и 100 МПа соответственно. Хром также повышает чувствительность аустенита к концентрации напряжений при испытаниях на ударный изгиб (рисунок 1.2). Испытание образцов с надрезом радиусом 0,9, 0,6 и 0,25 мм показало близкие значения ударной вязкости, имеющие тенденцию к снижению при увеличении концентрации хрома. Большая чувствительность стали к концентрации напряжений в зависимости от содержания хрома проявляется при испытании образцов с заранее нанесенной усталостной трещиной. С повышением концентрации хрома с 5 до 25% работа развития трещины при -253°C (стали с 25% никеля) снижается с 1,3 до 0,9 МПа. Можно полагать, что с увеличением содержания хрома чувствительность стали к концентрации напряжений при криогенных температурах повышается в результате снижения уровня энергии дефектов упаковки и увеличении коэффициента деформационного упрочнения аустенита. Таким образом, влияние хрома на механические свойства аустенитных сталей при криогенных температурах сводится к повышению прочности, снижению пластичности и к увеличению чувствительности к концентраторам напряжений.



а



б

Рисунок 1.2 – а – влияние хрома на характеристики прочности стали Н25Х5 – 25 при 20, -196, -253°С, б – влияние хрома на ударную вязкость стали Н25Х5 – 25 при -253°С.

Аустенитообразующие элементы (Mn, Ni, Co, Cu) также как и ферритообразующие элементы образуют с железом твердые растворы замещения. Изменения параметров кристаллической решетки сталей разной легированности (рисунок 1.3) показывает, что с повышением концентрации марганца и меди в γ -твердом растворе параметр кристаллической решетки увеличивается, а при введении никеля и кобальта уменьшается. Изменение параметра кристаллической решетки при легировании этими элементами не приводит к существенному для практических целей упрочнению (прирост предела текучести 20 – 30 МПа). Стабильноаустенитные стали с большим содержанием никеля (20%) имеют низкий уровень предела текучести (200 – 300 МПа) при комнатной температуре. Понижение температуры испытания до -253°С повышает $\sigma_{0,2}$ до 380 МПа [28]. Аналогичные результаты по влиянию никеля на механические свойства в интервале -253 ÷ 20°С получены в работе [26].

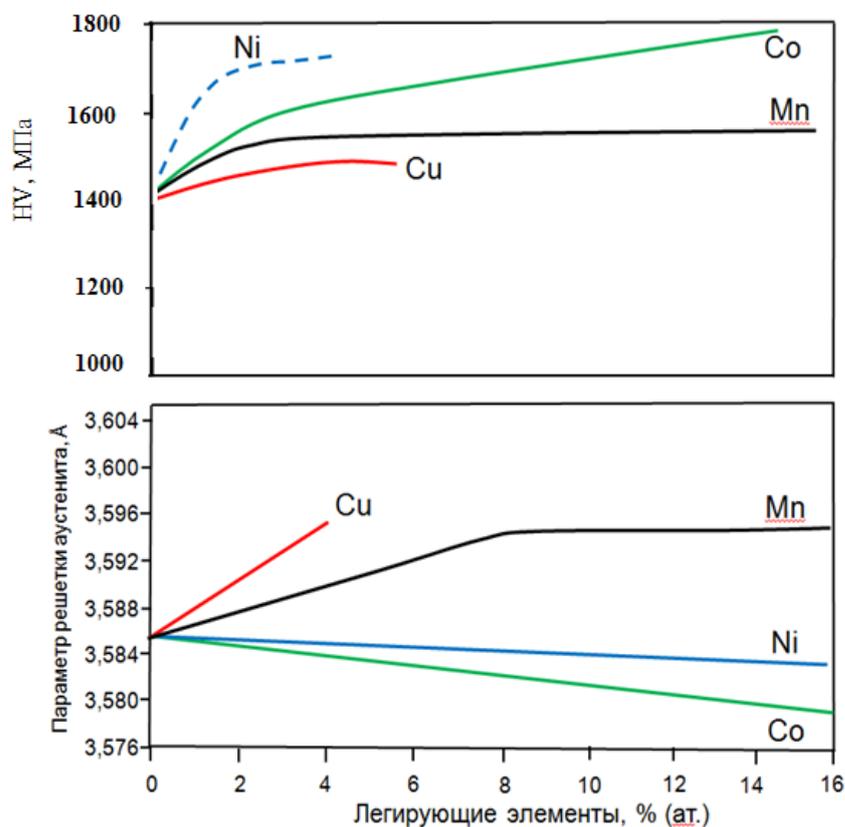


Рисунок 1.3- Влияние аустенитообразующих элементов на твердость и параметр решетки аустенита.

В этой работе изучено влияние никеля в пределах от 10 до 29% вес. Содержание других элементов в стали составило: 0,04% C; 0,4% Mn; 17% Cr; 0,5% Si. Стали X17H20, X17H25, X17H30 после закалки от 1050°C сохраняли стабильную аустенитную структуру (т.е. не происходило $\gamma \rightarrow \alpha'$ и $\gamma \rightarrow \alpha''$ превращений).

При увеличении концентрации Ni от 10 до 20% снижается σ_b при комнатной температуре (рисунок 1.4 а). Переход к стабильному аустениту отмечается перегибом на кривой в точке, соответствующей 15% Ni. Никель оказывает незначительное влияние на предел текучести аустенита при комнатной температуре и повышает его при криогенных температурах (рисунок 1.4 а). Увеличение концентрации никеля в стали от 10 до 30% приводит к росту $\sigma_{0,2}$ на 120 МПа при -196°C и 140 МПа при -253°C. Таким образом с понижением температуры испытания происходит увеличение

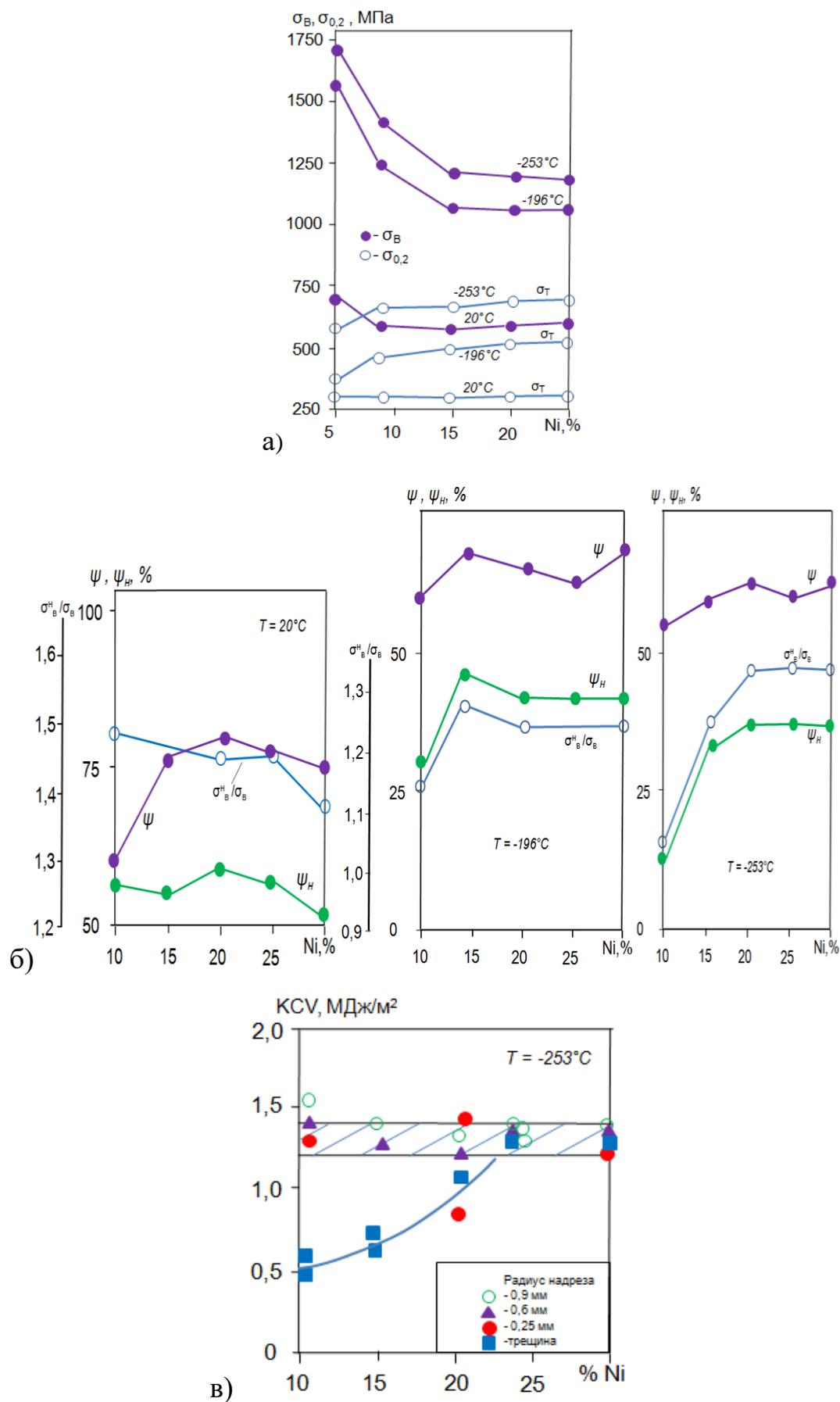


Рисунок 1.4 – Влияние концентрации никеля на механические свойства стали X17H(10 – 30) при 20, -196, -253°C.

предела текучести стабильноаустенитных сталей (X17H20, X17H25, X17H30) в тем большей степени, чем ниже температура. Стабильноаустенитные малоуглеродистые Cr-Ni стали имеют высокий запас пластичности при испытании гладких образцов с надрезом (рисунок 1.4 б). При -253°C сталь X17H20-30 имеет $\varphi = 50\%$, а $\varphi^H = 32\%$. При этом отношение σ_B^H / σ_B постоянно и составляет 1,4. Кроме того для стабильноаустенитных сталей, содержащих 25% Cr и 20% Ni, наблюдается непрерывное увеличение относительного удлинения при снижении температуры от комнатной до -196°C [30].

При исследовании влияния никеля в количестве 3-7 % на механические свойства Cr-Mn сталей (0,08% C, 13,2% Cr, 18% Mn, 0,14% N, 0,004% Si) при -196°C было показано, что 3% Ni повышают относительное удлинение стали при -196°C от 15 до 63%, а относительное сужение с 7 до 30%, что согласуется с данными работы [28, 29]. Некоторое повышение пластичности наблюдается при увеличении содержания никеля до 5%. При концентрации никеля более 5% по данным работы [31] пластичность не повышается.

В стабильноаустенитных сталях X17H20 и X17H25 снижение значений σ_B^H и σ_B чувствительности стали к концентрации напряжений в значительной степени связано с содержанием никеля, который повышает энергию дефектов упаковки твердого раствора и уменьшает способность аустенита к деформационному упрочнению. Повышение содержания никеля в аустенитной стали приводит также к росту работы развития трещин определенной на образцах с заранее нанесенной усталостной трещиной (рисунок 1.4 в) и оказывает незначительное влияние на ударную вязкость при испытаниях образцов с более мягким надрезом [26].

В [31] исследовалось влияние Ni от 3,5 до 7% на ударную вязкость Cr-Mn стали 07X13AG18 (0,07% C; 13,2% Cr; 0,13% N и 18,3% Mn) при $-253 \div 20^{\circ}\text{C}$ (таблица 1.8). После закалки от 1050°C все стали были стабильноаустенитными относительно $\gamma \rightarrow \alpha''$ и $\gamma \rightarrow \varepsilon''$ превращений; α'' -ОЦК – мартенсит деформации, ε'' - ГПУ – мартенсит деформации.

Таблица 1.8 – Ударная вязкость стали 07X13AG18 с различным содержанием никеля в зависимости от температуры испытаний.

Сталь	КСУ, МДж/м ² при T _{исп}		
	20°С	-196°С	-253°С
07X13AG18	2,8	1,4	1,1
07X13AG18+3%Ni	2,9	1,5	1,3
07X13AG18+7%Ni	3,3	1,9	1,7

Данные таблицы 1.8 показывают, что Ni повышает ударную вязкость Cr-Mn-N стали при комнатной и криогенных температурах. Таким образом, легирование Cr и Cr-Mn сталей никелем приводит к стабильности аустенита и увеличению характеристик прочности и вязкости при низких температурах.

Марганец в отличие от никеля способствует деформационному упрочнению аустенита. При пластической деформации марганцовистый аустенит упрочняется сильнее, чем никелевый, вследствие более интенсивного увеличения в марганцовистом аустените плотности дислокаций [32]. В работе [33] также было показано, что сплавы железа с марганцем, а также с марганцем и хромом в большей степени склонны к наклепу, сопровождающемуся значительной потерей пластичности по сравнению с Fe-Cr-Ni сплавами. Такое влияние марганца на склонность аустенита к деформационному упрочнению связано с пониженной энергией дефектов упаковки при увеличении содержания марганца [34]. Результаты изучения влияния марганца на механические свойства сталей при криогенных температурах подтверждают вышесказанное [16, 26, 31, 32, 36].

С увеличением содержания Mn с 15 до 30% в стали, содержащей 0,10% C, 12,2% Cr и 0,30% Si уменьшается количество α' и α'' фаз и при 25-30% Mn сталь становится полностью стабильной по отношению к этим фазам. Следовательно, стали X17Г25 и X12Г30 сохраняют полностью стабильную аустенитную структуру при охлаждении и пластической деформации в интервале температур $-253 \div 20^\circ\text{C}$ [31]. В стабильно аустенитных сталях Mn незначительно повышает $\sigma_{0,2}$ при комнатной температуре. При понижении

температуры влияние марганца становится более эффективным. При температуре -196°C повышение $\sigma_{0,2}$ в стали X12Г30 по сравнению со сталью X12Г15 составило 170 МПа (соответственно 500 и 330 МПа), а при -253°C - 140 МПа (соответственно 750 и 640 МПа). При полной стабильности аустенита $\sigma_{\text{в}}$ не изменяется при увеличении содержания Mn от 25 до 30%. При -253°C наблюдается увеличение предела прочности с повышением концентрации Mn (рисунок 1.5а) [26]. Эти данные согласуются с результатами работы [16], в которой исследовалось изменение механических свойств стали 03X14Г с минимальным содержанием азота и углерода ($<0,05\%$ каждого) при увеличении содержания марганца от 14 до 27%.

Авторы этой работы считают, что $\sigma_{\text{в}}$ при -253°C растет только за счет легирования аустенита марганцем, так как при этой температуре происходит затухание мартенситных превращений и достигается относительно небольшая степень пластической деформации Cr-Mn стали. При увеличении содержания Mn повышается пластичность Cr-Mn сталей, определенная на гладких образцах с надрезом. Сталь с 25% Mn, т.е. со стабильноаустенитной структурой обладает достаточно высокой пластичностью при -253°C (δ и δ^{H} составляют 30 и 15%, соответственно) [31].

Однако в работе [37] показано, что пластичность низкоуглеродистых Cr-Mn сталей при охлаждении ниже -100°C значительно ниже Cr-Ni. При разном содержании N и Mn Cr-Mn сталь обладает меньшей пластичностью, особенно при наличии надреза [26]. Например для стали X17H20 $\delta = 63\%$ и $\delta^{\text{H}} = 37\%$, а для стали X12Г25 $\delta = 30\%$ и $\delta^{\text{H}} = 13\%$ при температуре -253°C . Следует отметить, что полученный эффект несколько занижен, так как большее содержание Cr в стали X17H25 должно способствовать повышению ее чувствительности к концентраторам напряжений.

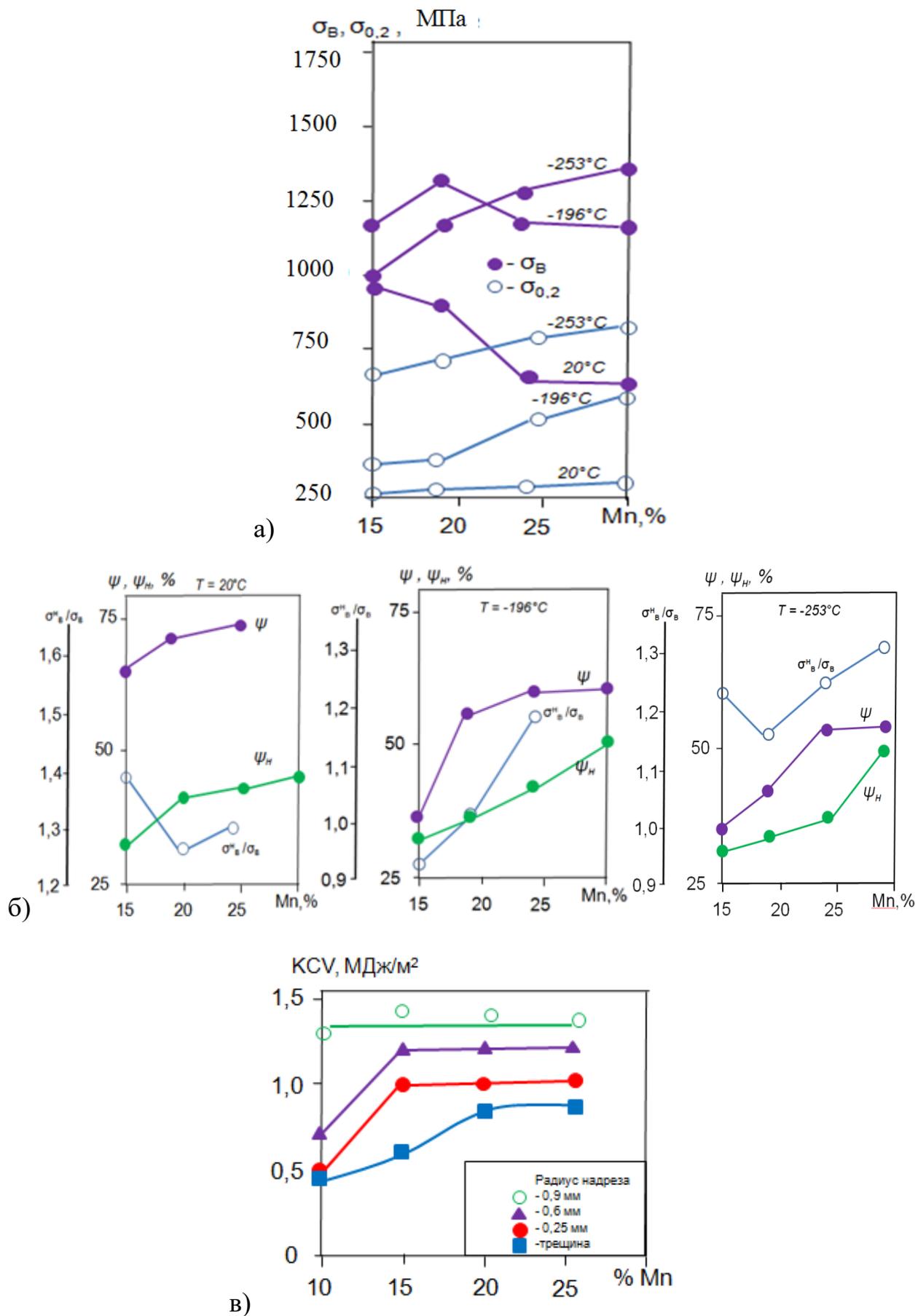


Рисунок 1.5в - Влияние концентрации марганца на механические свойства стали Х12Г(15 – 30) при 20, -196, -253°C.

Для стабильноаустенитных сталей X12Г25 и X12Г25 характерно увеличение отношения $\sigma_{\text{в}}^{\text{H}} / \sigma_{\text{в}}$ при снижении температуры испытания, что обусловлено повышением чувствительности стали к концентрации напряжений при увеличении содержания марганца (рисунок 1.5б).

В [27] показано, что дополнительное легирование стали X12Г15 марганцем оказывает незначительное влияние на ударную вязкость при -253°C образцов с надрезом радиусом 0,9мм (рисунок 1.5в).

У составов сталей со стабильным аустенитом ударная вязкость, определенная на образцах с радиусом надреза 0,9-0,25 мм и заранее нанесенной усталостной трещиной, сохраняется постоянной и составляет 100-150 МПа. Однако, как было показано в [37] при температурах испытания ниже -20°C большей вязкостью обладают Cr-Ni стали. При -253°C стали X17Н25 и X17Г25 имеют КСУравное 1,3 и 0,8 МПа соответственно. В ряде работ [33, 37, 38] по исследованию механических свойств аустенитных Cr-Mn и Mn сталей при низких температурах установлена возможность хрупкого разрушения этих сталей. Хладноломкость этих сталей объясняется различно: образованием кубического и гексагонального мартенсита в процессе охлаждения и при испытаниях; значительным влиянием выделений по границам зерен, предполагается также влияние ковалентных межатомных сил связей, экспериментально обнаруженных в Fe-Mn сплавах в [38]. При исследовании Fe-Mn аустенитных сплавов, содержащих от 7 до 40% Mn, было обнаружено, что Fe-Mn аустенит в отличие от Fe-Cr-Ni аустенита обладает хладноломкостью, которая связана не с образованием α - и ϵ -фаз (т.к. в температурном интервале $-196 \div 20^{\circ}\text{C}$ сплавы сохранили стабильноаустенитную структуру), а со свойствами γ -твердого раствора [40]. Низкотемпературная хрупкость Cr-Mn сталей приводит к наличию в изломе образцов участков вязкого и хрупкого разрушения при температурах ниже верхнего предела хладноломкости. При понижении температуры до -253°C ручьистой структурой занято 60% поверхности излома Cr-Mn стали в отличие от Cr-Ni сталей, где снижение температуры приводит к

измельчению чашечной структуры [37, 39]. Однако повышение стабильности структуры Cr-Mn стали при введении 22% марганца обеспечивает получение вязкого излома стали X13AG22 с большим количеством участков квазиотрыва при температуре -253°C .

При разработке новых стабильноаустенитных сталей для службы при криогенных температурах необходимо учитывать, что элементы замещения повышали предел текучести γ – железа при -196 и -253°C . Среди таких элементов как хром, никель и марганец, это влияние усиливается в порядке сделанного перечисления. При комнатной температуре их влияние незначительно. Следовательно элементы замещения могут рассматриваться как эффективное средство упрочнения только при криогенных температурах.

Эффективными упрочнителями аустенитных сталей во всем диапазоне температур (от комнатной и ниже) являются углерод и азот. Такое влияние углерода и азота обусловлено тем, что они образуют растворы внедрения с γ -железом, сильно искажают кристаллическую решетку аустенита и соответственно повышают прочность сталей. Максимальная растворимость азота в γ -Fe значительно выше растворимости углерода и составляет 2,8% (при 650°C) [41].

Влияние углерода и азота на характеристики прочности усиливается с увеличением их концентрации. Упрочняющее действие азота и углерода возрастает с понижением температуры. Влияние углерода и азота на механические свойства изучены в работах [41, 27]. В [41] исследовано влияние углерода и азота на свойства стабильноаустенитной стали X20N16G6, микроструктура которой почти не изменяется даже после пластической деформации при -253°C .

Механические свойства стали исследовались после закалки от 1050°C . Содержание азота в стали было минимальное ($\sim 0,001\%$), а углерода изменялось от 0,005 до 0,2%. Результаты испытаний (рисунок 1.6а) показали, что увеличение количества углерода от 0,005 до 0,065% не оказывают

влияние на характеристики прочности (σ_B и $\sigma_{0,2}$). Введение в сталь углерода более 0,065% приводит к сильному упрочнению стали (рисунок 1.6а).

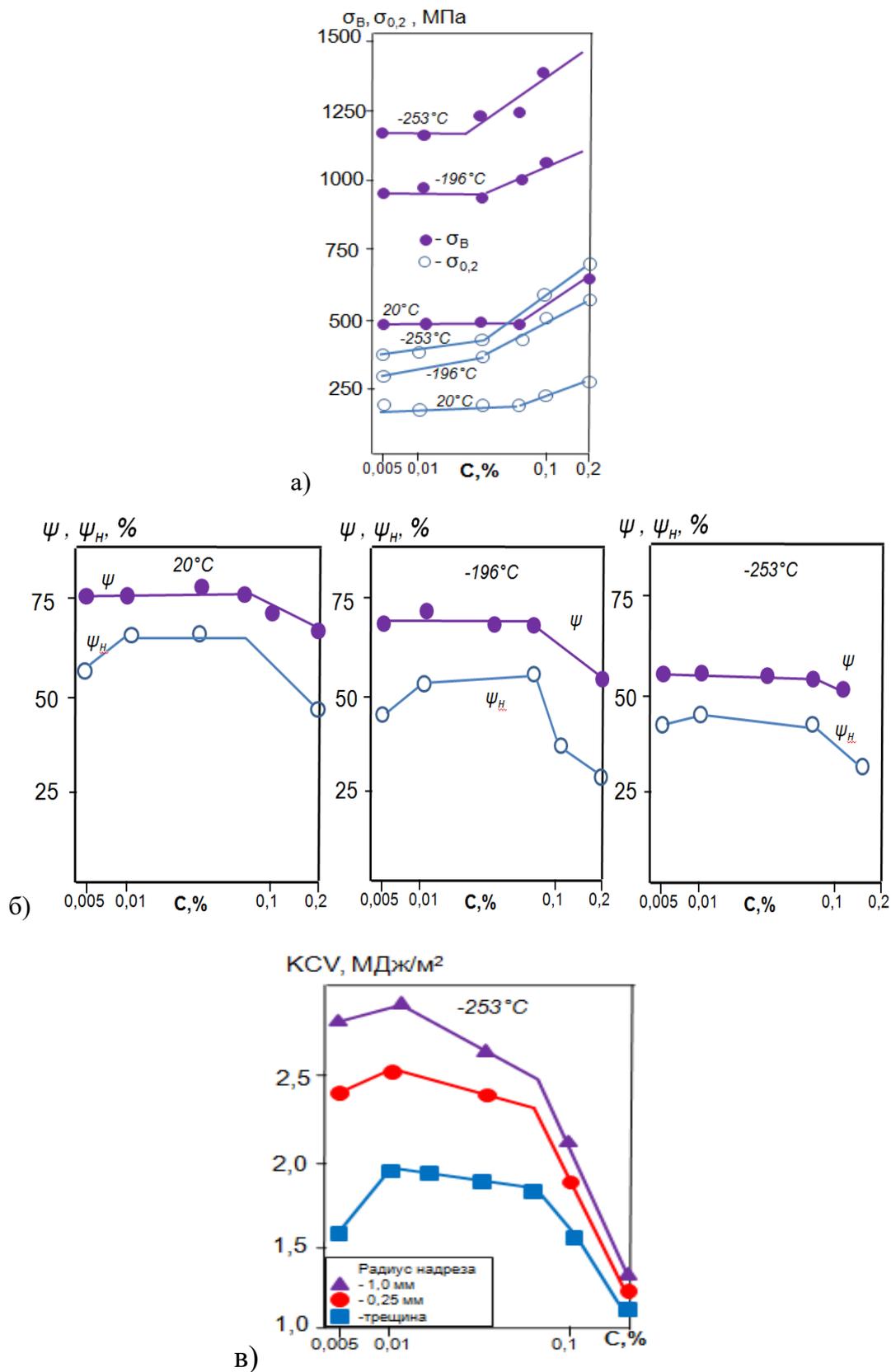


Рисунок 1.6 – Влияние концентрации углерода на механические свойства стали X20H16Г6 при 20, -196 и -253°C.

При испытаниях образцов с надрезом ($K_t=3,2$) и с кольцевой выточкой ($K_t=4,3$) установлено, что при содержании углерода около 0,10% и более происходит значительное увеличение чувствительности к концентраторам напряжений, что выражается в уменьшении отношений $\sigma_B / \sigma_{0,2}$ и σ_B^H / σ_B . В интервале концентраций углерода 0,01 – 0,065% имеет место слабое повышение чувствительности стали к концентраторам напряжений. Углерод снижает пластичность и вязкость аустенитных сталей. При этом степень снижения зависит от абсолютных значений содержания углерода. Наиболее резко пластичность и ударная вязкость падает при содержании углерода более 0,065% (рисунок 1.6б и 1.6в).

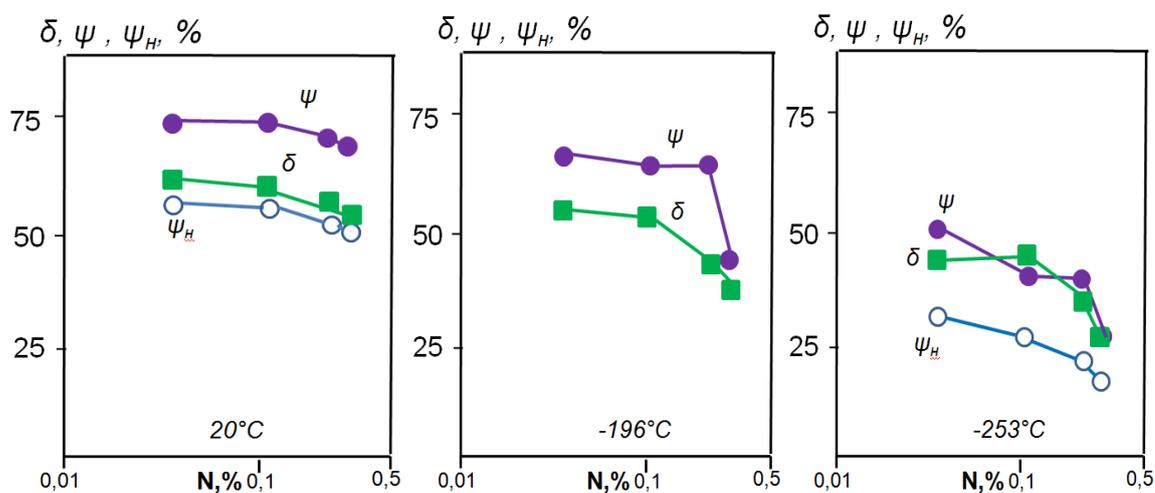
Аналогично углероду влияние азота. Азот повышает прочность при температурах $-253 \div 20^\circ\text{C}$. Присутствующий в γ – твердом растворе в значительных количествах азот, как элемент внедрения, может ухудшать характеристики ударной вязкости и пластичности в следствии блокировании дислокаций при их скольжении [8]. Влияние азота на механические свойства при криогенных температурах изучалось в работах [16, 43, 41]. В работе [43] исследовалось влияние азота в количестве 0,2 – 0,35% на механические свойства стабильноаустенитных сталей 0X19АН16 и 0X20Н16АГ6 после закалки от 1050°C в интервале температур $-253 \div 20^\circ\text{C}$. Легирование этих сталей азотом приводит к повышению показателей прочности. Причем повышение $\sigma_{0,2}$ на 120 МПа в Cr-Mn стали достигается при дополнительном легировании ее 0,22% N, в то время, как в Cr-Ni сталь с этой целью необходимо ввести дополнительно всего 0,11% N. Следовательно, степень упрочнения стали азотом тем выше, чем меньше количество элементов в металле, повышающих его растворимость в аустените [23]. При понижении температуры до -253°C эффект упрочнения стали азотом еще более усиливается. Это хорошо согласуется с данными работы [16]. Однако азот в значительной степени повышает чувствительность аустенитной стали к концентрации напряжений, что в уменьшении отношений $\sigma_B / \sigma_{0,2}$ и σ_B^H / σ_B

[44]. В работе [16] показано, что увеличение содержания азота от 0,038 до 0,25% в стали 03X14Г19 приводит к уменьшению отношения σ_B^H / σ_B .

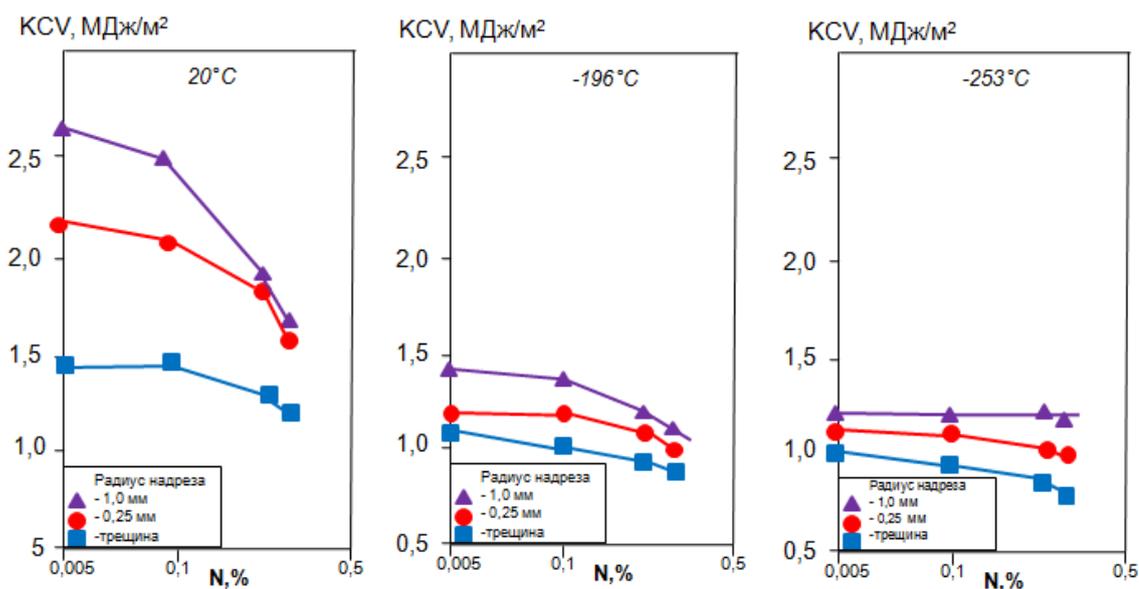
При содержании азота ~0,25% это отношение становится меньше 1. Азот снижает характеристики пластичности и вязкости стали X20H16Г6 и в тем большей степени, чем ниже температура испытания. Однако сталь с 0,23%N имеет достаточно высокий запас пластичности (рисунок 1.7а) и ударной вязкости (рисунок 1.7б) при -253°С ($\delta=25\%$, $\varphi=23\%$, $\varphi^H=20\%$, КСУ = 0,9 МПа). Легирование стали 0X19АН16 азотом в количестве 0,13-0,24% приводит к менее заметному изменению относительного удлинения по сравнению со сталью X20H16Г6. Хотя азот и углерод являются во многом сходными элементами, они повышают прочностные характеристики и снижают пластичность и вязкость аустенитных сталей. Однако в количественном отношении влияние азота и углерода при низких температурах нельзя считать идентичными. При -253°С один и тот же предел текучести стали обеспечивается значительно меньшим содержанием азота, чем углерода. При этом сталь X20H17Г6, легированная азотом, имеет более высокую пластичность на образцах с надрезом [41]. Молибден увеличивает $\sigma_{0,2}$ не влияя на вязкость; $\sigma_{0,2}$ Ме сварного шва при -196 и -253°С такой же, как у основного металла, а вязкость при -269°С ниже. Марганец повышает температуру Нееля и снижает μ как при -269°С, так и при +20°С до и после охлаждения.

В [45] изучалось влияние химического состава на свойства листов толщиной 10 мм из сталей (масс. %): 0,02 С; 0,5 Si; 3,6 Mn; 0,005-0,23 P; 0,003-0,010 S; 10-15 Ni; 18-20 Cr; 0,06-0,47 N; 0-2 Mo; 0-0,09 Nb; 0-0,10 V при -269÷ +20°С. Образцы подвергали обработке на твердый раствор от 1050-1100°С либо после горячей или холодной прокатки. Увеличение концентрации азота усиливает температурную зависимость $\sigma_{0,2}$ при -269°С, но при > 0,3% N снижается KCV при -196°С. Повышение содержания марганца приводит к росту как $\sigma_{0,2}$ так и KCV. Никель повышает KV и слабо влияет на $\sigma_{0,2}$ при -269°С. Небольшие добавки Nb (до 0,1%) приводит к росту

$\sigma_{0,2}$ без ухудшения KCV. Во всех случаях $\sigma_{0,2}$ сварного шва и основного металла примерно одинаково, а вязкость сварного шва ниже, чем основного металла.



а)



б)

Рисунок 1.7 – Влияние азота на механические свойства стали X20H16Г6 при 20 , -196 и -253°C .

Марганец понижает магнитную проницаемость (μ) при -269°C . Устойчивость стали к γ - α -превращению при низких температурах, а следовательно и ее «немагнитность», зависит от величины Ni-эквивалента [46].

$Ni_{eg} = Ni + 0,46Mn + 11,8 N + 12,6 C + 0,65 Cr + 0,35 Si$ и от величины холодной деформации. Чем выше степень холодной деформации (ϵ), тем при более высоком Ni_{eg} сталь становится немагнитной ($\mu < 1,005$). При $Ni_{eg} \geq 34$ сталь является немагнитной при любой ϵ , при $\epsilon=0$ условию $\mu < 1,005$ соответствует $Ni_{eg} = 24$.

1.1.3 Влияние энергии дефектов упаковки на структуру и фазовые превращения аустенитных сталей.

Характер легирования аустенитных сталей оказывает существенное воздействие на энергию дефектов упаковки (ЭДУ) их аустенита. ЭДУ является одной из важнейших характеристик дислокационной структуры, определяющих комплекс физико-механических свойств сталей для низкотемпературной службы. От ЭДУ существенно зависит характер фазовых превращений, развивающихся в результате воздействия температуры или пластической деформации, а следовательно упрочняемость аустенита под влиянием пластической деформации, характер зарождения и распространения трещин при статическом и циклическом нагружении [47-50], сопротивление коррозионному растрескиванию под напряжением, характеристики износа и другие свойства аустенитных сталей [51].

Изменяя содержание Ni, Mn и Cr можно существенно изменять уровень ЭДУ у сталей аустенитного класса. Принципиальное различие во влиянии Ni и Mn на механизм и кинетику превращения метастабильного аустенита заключается в том, что Ni повышает, а Mn (по крайней мере до 20%) понижает вероятность образования дефектов упаковки в γ -железе при пластической деформации [52-56]. Вероятность образования деформационных дефектов упаковки (α) связана с ЭДУ зависимостью [57]:

$$\alpha = (GB^2h/24\pi) \cdot (\rho/\gamma) \quad (1),$$

где ρ – плотность дислокаций, G – модуль сдвига, B – вектор Бюргерса, h – межплоскостное расстояние. При равной плотности дислокаций вероятность

образования дефектов упаковки в процессе пластической деформации будет выше у сплавов с более низкой ЭДУ. По данным [57] никель уменьшает α , а хром оказывает на величину α незначительное влияние.

В таблице 1.9 приведены химический состав постоянная решетки (a) и вероятность образования дефектов упаковки (α) сталей.

Величина α у Cr-Mn сталей, содержащих до 22% Mn (составы 4 – 9, 11), выше, чем у Cr-Ni сталей. При увеличении концентрации марганца от 15 до 30% при содержании в стали ~ 8% Cr величина α уменьшается от 28 до 11, а параметр кристаллической решетки увеличивается от 3,5973 до 3,6115. Наибольшее значение α в такой стали достигается при содержании Mn около 15 %. Этот состав стали на диаграмме состояния системы Fe-Cr-Mn находится вблизи от границы раздела фазовых областей (α , α/γ). Необходимо отметить, что часть аустенита сплавов, кроме сплава 2 в процессе деформации при комнатной температуре претерпевало фазовые превращения: наблюдалось образование α - и ϵ -фазы у составов 1,4-12 и α -фазы у состава 3.

Таблица 1.9 - Химический состав, параметр решетки аустенита(a) и вероятность образования дефектов упаковки (α) сталей.

№ п/п	Химический состав, масс. %	a , Å	$\alpha \cdot 10^3$
1	16Cr+12Ni+0,002C	-	15
2	16Cr+25Ni+0,002C	-	10
3	29,9Ni+0,004C	-	5
4	15,35Mn+1,88Cr+0,05C	3,5978	24
5	14,60Mn+5,76Cr+0,17C	3,5933	28
6	15,09Mn+8,20Cr+0,27C	3,5972	28
7	14,66Mn+11,34Cr+0,22C	3,5960	20
8	14,55Mn+15,08Cr+0,17C	3,5978	21
9	20,25Mn+2,83Cr+0,19C	3,5995	21
10	26,40Mn+2,90Cr+0,20C	3,6078	12
11	21,87Mn+8,57Cr+0,22C	3,6020	17
12	29,90Mn+8,40Cr+0,21C	3,6115	11

Степень расщепленности дислокаций, определяемая величиной ЭДУ оказывает значительное влияние не только на процессы фазовых превращений, но и на прочностные свойства металлов и сплавов [58]. Дефекты упаковки, образующиеся при расщеплении дислокаций в какой либо фазе, могут служить двумерными зародышами новой фазы [59]. Превращения, наблюдаемые при распаде метастабильного аустенита под влиянием пластической деформации или переохлаждения, также могут быть интерпретированы как связанные с дефектами упаковки. Известно, что в марганцовистом аустените при пластической деформации ниже температуры M_d или при охлаждении ниже температуры M_n образуются наряду с α -мартенситом гексагональные фазы ϵ и ϵ' . ϵ' -фаза может рассматриваться как образующаяся в результате последовательного увеличения плотности периодических дефектов упаковки в аустените путем сдвига каждой шестислойной пачки плоскостей (111) в направлении $\langle 111 \rangle$ на $a/\sqrt{6}$. Кристаллическая решетка ϵ -фазы может быть представлена как аустенит с дефектами упаковки после каждого второго слоя (110) [60-62]. Двумерные зародыши α -мартенсита могут образовываться при расщеплении частичных дислокаций Шокли типа $a/\sqrt{6} \langle 112 \rangle$ на две равные «четверть дислокации» [59]. Связь между пластинами мартенсита и дефектами упаковки в плоскости (111) аустенита подтверждена электронномикроскопическими исследованиями [63-67].

Для Fe-Mn сплавов установлена связь между склонностью к образованию дефектов упаковки и количеством ϵ -фазы в сплаве [57]. С повышением содержания марганца от 7 до 20% аустенит стабилизируется по отношению к $\gamma \rightarrow \alpha$ и дестабилизируется по отношению к $\gamma \rightarrow \epsilon$ превращению. Максимальное количество ϵ -фазы (50-55%) упорядоченных и неупорядоченных дефектов упаковки после деформации имеет сталь, содержащая около 20% Mn. Введение в сталь Г20 углерода в количестве 0,6% приводит к повышению ЭДУ ее аустенита от 30 до 60 МДж/м² [68]. В работе [57] изучена концентрационная и температурная зависимость ЭДУ Fe-

Mn аустенита. При высоком содержании марганца (25-35%) мартенситные α - и ϵ -фазы не образуются, и ширина расщепленных дислокаций невелика. Никелевый аустенит в отличие от марганцевого имеет более высокую ЭДУ. В частности, для сплава с содержанием 0,02% С и 31,6% Ni ЭДУ составляет 40 МДж/м² [69].

Увеличение концентрации Ni от 8 до 40% в сплавах с содержанием 18-20% Cr приводит к значительному повышению уровня ЭДУ (Рисунок 1.8) и высокой степени стабилизации аустенита этих сплавов.

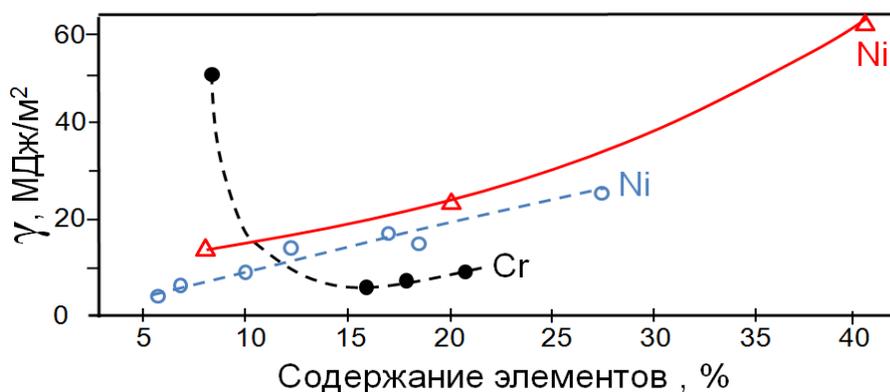


Рисунок 1.8 - Влияние содержания Cr и Ni на энергию упаковки Cr-Ni сталей.

При введении в сталь Cr, снижающего ЭДУ в никелевом аустените [70-71], наблюдается образование ϵ -фазы [72-73]. В Cr-Ni нержавеющей стали напротив увеличение концентрации хрома способствует некоторой стабилизации γ -фазы по отношению к $\gamma \rightarrow \epsilon$ -превращению [74-81]. Можно полагать, что различие во влиянии хрома на развитие $\gamma \rightarrow \epsilon$ -превращения в никелевом и марганцевом аустените связано с предельной растворимостью в них хрома. В то время как Cr-Ni аустенитные стали имеют обычно содержание хрома ниже предела его растворимости, соответствующего данной концентрации никеля, большинство исследованных Cr-Mn сталей содержит хром в количествах близких к предельному ($\sim 15\%$). С увеличением содержания хрома от 3 до 15% в сплаве Fe -10% Ni ЭДУ уменьшается, что способствует развитию $\gamma \rightarrow \epsilon$ -превращения, но вблизи границы, разделяющей фазовые области γ и $\alpha + \gamma$, отмечается повышение ЭДУ.

Легирование Cr-Ni сталей с 18% Cr и 9-13% Ni медью, кобальтом и кремнием приводит к значительному изменению величины ЭДУ [82]. Введение меди в количестве 5,2% уменьшает коэффициент деформационного упрочнения и увеличивает значение ЭДУ стали X18H10 от 10-12 до 25-30 МДж/м². Кремний и кобальт оказывают противоположное по сравнению с медью действие на указанные характеристики стали. При введении 1% Si или 6,4% Co ЭДУ стали X18H10 понижается соответственно до 7-8 и 5 МДж/м². Марганец и азот понижают ЭДУ стали X18H8 [82]. При более высоком содержании никеля (около 20%) концентрационная зависимость ЭДУ Cr-Ni стали от содержания хрома также характеризуется кривой с минимумом (рисунок 1.8), а повышение ЭДУ наблюдается при содержании хрома более 20%. Можно полагать, что и в Fe-Mn сплавах при введении хрома в количествах, близких к предельным растворяющимся в аустените, также будет наблюдаться повышение ЭДУ, на что указывает и стабилизация аустенита по отношению к $\gamma \rightarrow \epsilon$ -превращению.

Для Cr-Mn сталей получена прямая пропорциональная зависимость между величиной упрочнения и вероятностью образования деформационных дефектов упаковки в аустените [83]. По данным измерения величины коэффициента упрочнения при деформации стали можно судить об изменении ЭДУ в аустените. ЭДУ 8 промышленных аустенитных сталей, измеренные с помощью рентгеноструктурного анализа приведены в таблице 1.10.

Таблица 1.10 - Энергия дефектов упаковки промышленных аустенитных сталей [84].

Сплав	Состав, масс.%									Энергия дефектов упаковки МДж/м ² *
	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Ni	N	
AISI304L	0,025	0,82	0,30	0,010	0,007	18,31	0,02	8,28	0,01	18
AISI305	0,074	1,64	0,32	0,13	0,002	18,02	0,10	11,85	-	34
AISI310S	0,047	1,73	0,56	0,022	0,005	24,7	0,44	18,8	-	94
AISI316	0,056	1,40	0,53	0,027	0,008	17,15	2,09	13,01	-	78
21-6-9(malt 1)t	0,027	8,75	0,43	0,011	0,003	21,00	0,03	7,11	0,31	65
21-6-9(malt 2)t	0,034	9,55	0,13	0,022	0,012	20,30	-	6,48	0,26	41
22-13-5t	0,041	5,17	0,40	0,020	0,004	21,57	2,20	12,34	-	64
Гадфильда	0,91	15,7	1,29	0,009	0,009	-	-	4,1	-	21

*Энергия дефектов упаковки γ , МДж/м² = 53+6,2(Ni%)+0,7(Cr%)+3,2(Mn%)+9,3(Mo%).

Данные получены методом подсчета узлов [85] по влиянию элементов на ЭДУ стали X18H10 приведены в таблице 1.11.

Таблица 1.11 - Влияние легирующих элементов на энергию дефектов упаковки.

Элемент	Изменение ЭДУ МДж/м ² на ат.%
Si	-3,4
Cr	+0,5
Mo	+0,1
Ni	+1,4
Co	-0,55
Cu	+3,6
Nb	+3,2

Интенсивность деформационного упрочнения у стали 40X12Г16Н7М2, у которых ЭДУ аустенита равна 12-15 МДж/м², почти в 2 раза выше, чем у стали 12X18Н10Т с более высокой ЭДУ (20-25 МДж/м²) [86].

Старение (выделение VN и обеднение γ -твердого раствора азотом) приводит к повышению ЭДУ и снижению температуры вязко-хрупкого перехода. Старение при 300-450°С, вызывает закрепление дислокаций примесными атомами, повышает ЭДУ. После нагрева при 300°С 3 часа, ЭДУ

стали 20X13AG10МДФС увеличивается от 0,28 до 0,395 Дж/м². Нагрев при 750-850°С, вызывающий обеднение аустенита углеродом и легирующими элементами приводит к снижению ЭДУ.

Установлено [86], что при значениях $ЭДУ \leq 0,01$ Дж/м² при малых степенях деформации возникают дефекты упаковки, ϵ -фаза и мартенсит. В случае $ЭДУ > 0,03$ Дж/м² при деформации аустенита формируется ячеистая дислокационная структура, мартенситное превращение протекает с малой интенсивностью или не реализуется совсем. Температурная зависимость ЭДУ носит не монотонный характер: значения ЭДУ резко возрастают при температурах выше M_d . Старение повышает ЭДУ. В объеме и на границах зерен ЭДУ может быть различной. Причины уменьшения или увеличения ЭДУ при легировании аустенитных сталей тем или иным элементом однозначно не установлено. В работах [87-88] сделана попытка установить связь между энергией дефектов кристаллической решетки и электронной структурой. Для переходных металлов соблюдается зависимость ЭДУ от плотности электронных состояний у поверхности Ферми [89]. Увеличение количества электронов на атом (e/a) в большинстве случаев ведет к снижению ЭДУ. Элементы стабилизирующие ГЦК решетку, как правило, уменьшают склонность к образованию дефектов упаковки. По данным [82] с увеличением числа α электронов приращение ЭДУ становится более положительным в последовательности Co-Ni-Cu. Марганец повышающий отношение e/a в аустените, увеличивает образование дефектов упаковки. По-видимому, повышение ЭДУ при введении алюминия в γ -твердый раствор Cr-Mn стали связано с уменьшением количества электронов, приходящихся на атом. Это возможно при условии неполной ионизации алюминия, растворенного в Cr-Mn аустените (менее 3%). Определение [90] электронной плотности в кристаллической решетке металлического алюминия показало, что атомы алюминия сохраняют на внешней 3S оболочке два электрона. Число электронов проводимости в кристаллическом алюминии, по данным работы [91], составляет один электрон на атом. По-видимому, степень

ионизации атомов алюминия в кристаллической решетке Fe-Cr-Mn γ -твердого раствора близка к указанной.

Величина ЭДУ аустенита дисперсионно-твердеющих сталей до и после старения может существенно отличаться и зависит от степени распада γ -твердого раствора этих сталей [92]. Рассмотренные данные позволяют заключить, что ЭДУ можно использовать как один из важных показателей стабильности γ -твердого раствора и условий получения у немагнитных стареющих сталей необходимого сочетания прочности, пластичности и вязкости разрушения.

Критерием метастабильности аустенита может служить энергия дефектов упаковки (ЭДУ). При значениях ее $< 0,10$ Дж/м² аустенит исследованных сталей очень нестабилен и сталь обладает пониженной пластичностью. При значениях ЭДУ $> 0,032$ Дж/м² аустенит обладает повышенной стабильностью, имеет относительно невысокие прочностные характеристики ($\sigma_{0,2}$, σ_B) и высокую пластичность (δ , %). Только при оптимальных значениях ЭДУ (0,15-0,20 Дж/м²) стали имеют повышенную прочность и достаточную пластичность.

В [93] было предложено несколько эмпирических соотношений для расчета ЭДУ аустенитных сталей различных систем легирования. Формулы, разработанные Schramm с соавторами (2), Родосом и Томпсоном (3) и Пикерингом (4), являются наиболее часто цитируемыми для нержавеющей сталей.

Schramm et al. :

$$\text{SFE (mj/m}^2\text{)} = -53 + 6,2\% \text{Ni} + 0,7\% \text{Cr} + 3,2\% \text{Mn} + 9,3\% \text{Mo} \quad (2);$$

Rhodes et al.:

$$\text{SFE (mj/m}^2\text{)} = 1,2 + 1,4\% \text{Ni} + 0,6\% \text{Cr} + 7,7\% \text{Mn} - 44,7\% \text{Si} \quad (3);$$

Pickering:

$$\text{SFE (mj/m}^2\text{)} = -25,7 + 2\% \text{Ni} + 410\% \text{C} - 0,9\% \text{Cr} - 77\% \text{N} - 13\% \text{Si} - 1,2\% \text{Mn} \quad (4).$$

1.2. Физикомеханические и химические свойства сталей.

1.2.1 Усталостная прочность сталей

К числу важнейших механических свойств, которые определяют долговечность деталей из азотосодержащих коррозионностойких аустенитных сталей относятся характеристики усталостной прочности [94, 95]. В работе [96], показано, что для стали 316LN (X16H12M2) характеристики малоциклового усталости улучшаются с возрастанием содержания азота до 0,12%, а в интервале от 0,12 до 0,25% долговечность остается постоянной. В работе [97] отмечено, что ни содержание азота, ни холодное деформирование, ни деформационное старение не приводит к существенным изменениям характеристик малоциклового усталости.

Влияние размера зерна и содержания азота (0,14 и 0,294 вес. %) на характеристики статической прочности и малоциклового усталости аустенитных нержавеющей сталей 316LN (0,024 C; 0,50 Si; 1,16 Mn; 0,025 P; 17,4 Cr; 10,01 Ni; 2,76 Mo; 0,42 Cu; 0,14 N, вес. %) и 316HN (0,027 C; 0,47 Si; 0,99 Mn; 0,017 P; 21,6 Cr; 9,83 Ni; 2,64 Mo; 0,04 Cu; 0,294 N, вес. %) изучали в работе [98]. Усталостные испытания проводили в условиях растяжения – сжатия с постоянной общей амплитудой деформации за цикл нагружения. Было показано, что статический и циклический пределы текучести в зависимости от размера зерна изменяются в соответствии с уравнением Холла-Петча. Циклический предел текучести определяли из кривых циклического деформирования с допуском на пластическую деформацию 0,2%. В обеих сталях с уменьшением размера зерна циклическая прочность возрастает и значения статического предела текучести лежат выше, чем значения циклического предела текучести. Увеличение содержания азота в аустенитной стали повышает как статический, так и циклический предел текучести, что связывают с повышением напряжения трения и подавлением поперечного скольжения.

Влияние температуры испытания в интервале 25 – 600°C на долговечность при малоциклового усталости (осевое растяжение – сжатие, амплитуда общей деформации за цикл нагружения 0,6%) изучали в работе [95] на образцах из азотосодержащей аустенитной нержавеющей стали 316L (0,0021 C; 1,74 Mn; 12 Ni; 17 Cr; 2,4 Mo; 0,078 N вес. %). Образцы после закалки от 1100°C в воде имели средний размер зерна 85 мкм. Показано, что температурная зависимость долговечности имеет максимум при 300°C, а затем с повышением температуры испытания она резко падает. При всех температурах испытания на кривых циклического упрочнения в координатах амплитуда напряжения – число циклов нагружения вначале наблюдается циклическое упрочнение, а затем, после достижения максимума при всех температурах кроме комнатной, разупрочнение. При комнатной температуре на кривой циклического упрочнения наблюдается горизонтальная площадка (стадия насыщения), а уже затем следует резкое разупрочнение. Наименьший уровень циклического упрочнения наблюдается при температуре 300°C, при которой наблюдается максимум циклической долговечности. При всех температурах испытания зарождение и распространение усталостных трещин происходит внутризеренно вдоль планарных полос скольжения. Первая стадия поверхностных трещин охватывает около 2 – 3 зерен. Резкое уменьшение долговечности при температурах выше 300°C связано с эффектом динамического деформационного старения. Меньшая долговечность при 25°C, по сравнению с температурой 300°C, связана с более короткими стадиями зарождения и распространения трещин из – за образования мартенсита деформации в процессе циклического деформирования. В работе [95] изучали малоцикловую усталость двух аустенитных нержавеющей сталей SUS304 (04X18H9 с 0,04% N) и SUS304 N (05X19H8 с 0,21% N). Испытания на усталость проводили в условиях постоянной амплитуды напряжения. Установлено, что усталостная долговечность стали 304N с повышенным содержанием азота меньше, чем у стали 304 в области больших амплитуд напряжений ($\sigma > 430$ МПа), а в

области малых амплитуд (< 430 МПа) долговечность стали 304N больше, чем у стали 304. Число циклов для зарождения усталостных трещин в стали 304 намного меньше, чем в стали 304N. Скорость распространения усталостной трещины в стали 304 выше, чем в стали 304N в области малых амплитуд напряжений. Однако, в области больших амплитуд напряжения наблюдается обратная картина. Увеличение содержания азота повышает стабильность аустенита. Поэтому, в процессе усталостных испытаний в стали 304 протекает заметное превращение аустенита в мартенсит, а в стали 304N такого превращения почти не происходит. В работе [99], при сравнении характеристик малоциклового усталости (испытания с постоянной амплитудой деформации за цикл) стали 304 с азотосодержащей сталью (0,007 С; 20,04 Cr; 6,67 Ni; 8,73 Mn; 0,31 N, вес. %) было показано, что долговечность выше у азотосодержащей стали при всех амплитудах деформации.

В [100] исследовали сопротивление усталостному разрушению аустенитных сталей 03X13AG19 и 07X13H4AG20 с 0,3-0,35 N и не содержащей азот стали 08X18H9T. Усталостные испытания методом чистого изгиба с вращением проводили на образцах диаметром 7,5 мм при комнатной температуре в воздухе и в жидком азоте на установке МУИ-600 (частота 50 Гц). Определяли предел выносливости и критическую длину трещины $l_{св}$ в пределах которой ее приращение не приводило к возникновению макроскопической неустойчивости. Механические свойства сталей приведены в таблице 1.12.

Таблица 1.12 Механические свойства сталей.

Марка стали	T, °C	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	σ_w^M , МПа	σ_w^M/σ_B
07X13H4AG20	20	334	667	56	275	0,41
	-196	952	1344	46	549	0,41
03X13AG19	20	363	716	60	245	0,34
	-196	716	1305	30	579	0,44
08X18H9T	20	285	608	44	280	0,46
	-196	500	1207	35	466	0,40

На рисунках 1.9 и 1.10 представлены кривые усталости сталей. С переходом от +20 к -196°С наблюдается повышение вдвое усталостной прочности. Понижение температуры испытаний до -196°С не оказывает существенного влияния на форму кривой усталости стали 03X13АГ19.

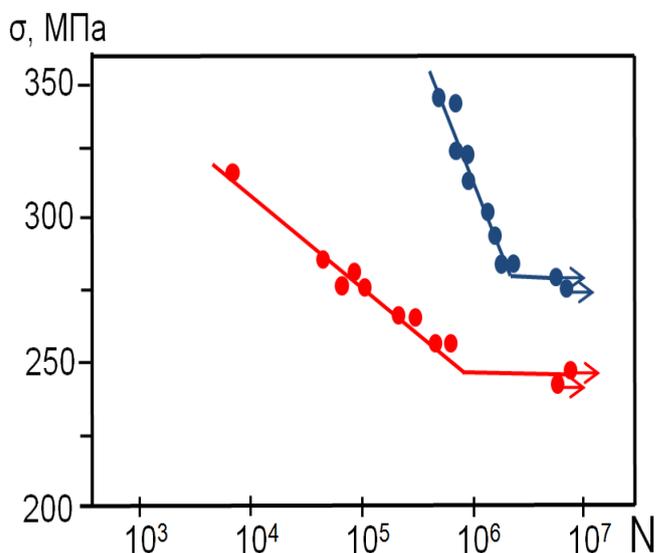


Рисунок 1.9 -

Кривые усталости образцов при 20°С :

● – 03X18АГ19; ● – 07X13АН4АГ20.

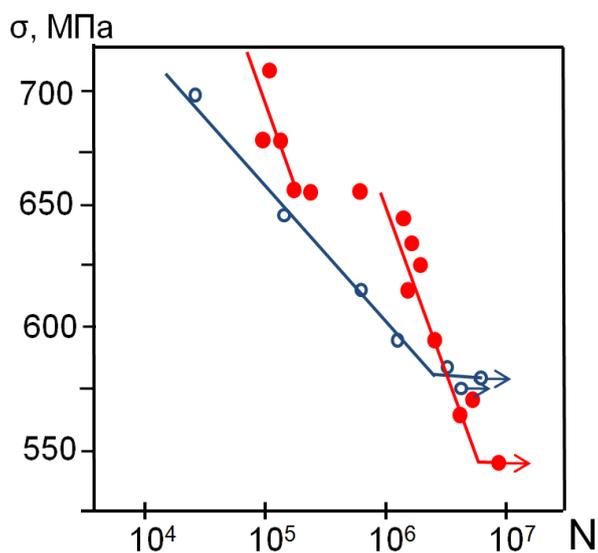


Рисунок 1.10 -

Кривые усталости при -196°С:

○ – 03X18АГ19; ● – 07X13АН4АГ20.

Для стали 07X13АН4АГ20 при температуре жидкого азота выявляется разрыв при напряжении 648 МПа в области долговечности $(2 - 8) \cdot 10^5$ циклов. Отметим, что разрыв кривой происходит при напряжении ниже предела текучести на 294 МПа. По-видимому разрыв кривой усталости обусловлен сменой механизма усталостного разрушения.

Известно [101], что химический состав, структурное состояние металла и среда, в которой проводятся испытания материала, оказывают влияние как на усталостную прочность так, и на появление разрыва в кривых усталости. Для аустенитных сталей отношение предела выносливости модельного образца σ_w^M к временному сопротивлению σ_b составляет 0,4; у стали с преобладающей мартенситной структурой оно уменьшается до 0,33. Отношение σ_w^M/σ_b для сталей 03X13АГ19 и 07X13Н4АГ20 при комнатной температуре составляет 0,34 и 0,41 соответственно, при температуре жидкого азота – 0,44 и 0,41, то есть для стали 07X13Н4АГ20 (как и для 08X18Н9Т) это

отношение с понижением температуры остается постоянным (таблица 1.13); для стали 03X13AG19 происходит его повышение.

Таблица 1.13 Усталостная прочность и вязкость разрушения сталей.

Марка стали	$T_{исп}$, °C	σ_w^M , МПа	l_s , мм	K_{1C}^S , Н/мм ^{3/2}	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_w^{min} , МПа
03X13AG19	20	245	1,7	569	46,1	141
	-196	579	2,0	1451	110	333
07X13H4AG20	20	275	2,1	705	52,0	158
	-196	549	2,2	1444	104	316
08X18H9T	20	280	1,9	682	53,0	161
	-196	466	2,4	1279	88,3	269

Рентгеноструктурный анализ усталостных изломов стали 03X13AG19 показывает, что при изменении температуры наблюдаются различия в развитии структурных превращений протекающих в процессе разрушения перед фронтом распространяющейся усталостной трещины [102]. Большой интенсивностью и наличием фазовых превращений в изломах можно объяснить смещение в верхней ветви кривой усталости стали 07X13H4AG20 при температуре -196°С в сторону меньшего числа циклов (рисунок 1.10).

Между циклической вязкостью разрушения и пределом выносливости сталей в условиях подобия локального напряженного состояния существует [101] количественная связь в виде: $K_{1C}^S = \sigma_w^M \sqrt{\pi l_s}$, где, K_{1C}^S – циклическая вязкость разрушения. Определяющая работоспособность материала при циклическом нагружении и характеризующая стабильный рост трещины при $\sigma = \sigma_w^M$ в условиях когда размер зоны пластической деформации мал по сравнению с длиной трещины. Определив из эксперимента K_{1C}^S , можно рассчитать характеристики работоспособности сталей [101], в том числе: $\sigma_w^{min} = \sigma_w^M \cdot \Delta^{1/4}$ – минимальный предел выносливости крупногабаритных образцов без надреза. Дальнейшее увеличение диаметра которых не влияет на величину предела выносливости; $\sigma_0 = \sigma_w^M \Delta^{3/4}$ – минимальное

повреждающее напряжение при распространении трещины, где Δ – универсальная разрушения.

Таким образом, зная одно из пороговых напряжений, можно прогнозировать другие пороговые напряжения и значения критического коэффициента интенсивности напряжения (таблица 1.13).

Наибольшей циклической вязкостью при комнатной температуре ($K_{IC}^S = 687 \text{ Н/мм}^{3/2}$) обладают стали 07X13H4AG20 и 08X18H9T: K_{IC}^S их выше на 24%, чем K_{IC}^S стали 03X13AG19. Значение пороговых напряжений для сталей 07X13H4AG20 и 08X18H9T практически одинаковы, и они выше чем пороговое напряжение для стали 03X13AG19. Так, например, минимальное повреждающее напряжение при распространении трещины σ_0 для стали 07X13H4AG20 выше, чем для стали 03X13AG19 на 13%.

При температуре жидкого азота значение коэффициентов интенсивности напряжений и пороговых напряжений для сталей 03X13AG19 и 07X13H4AG20 практически одинаковы; коэффициент циклической вязкости этих сталей достигает $1442 \text{ Н/мм}^{3/2}$.

Обращает внимание незначительный рост вязкой трещины ℓ_s (с 2,1 до 2,2 мм) стали 07X13H4AG20 при снижении температуры испытания до -196°C . Можно было полагать, что введение 4% Ni повысит характеристики работоспособности стали 03X13AG19. Однако ожидаемый эффект не достигнут, что, по-видимому, объясняется увеличением содержания углерода вдвое при одновременном введении других элементов.

Проведенные электроннофрактографические исследования позволяют сделать качественную оценку вязкости сталей 03X13AG19 и 07X13H4AG20.

При рассмотрении микрорельефа в зоне ℓ_s излома стали 07X13H4AG20, полученного при температуре 20°C , видны пластичные усталостные микрополосы, что характерно для вязкого, стабильного распространения трещины. В зоне ускоренного развития трещины ℓ_r также наблюдаются пластичные микрополосы, но более узкие по сравнению с бороздками зоны ℓ_s . Бороздки иногда чередуются с участками рельефа, близкого к

квазихрупкому. Микрорельеф в зоне ℓ_s излома стали 03X13AG19, полученного при комнатной температуре, аналогичен стали 07X13H4AG20. Однако в зоне ℓ_r наблюдается разрушение сколом. Сравнение видов изломов стали, полученных при -196°C , указывает на более вязкий характер разрушения стали 07X13H4AG20 по отношению к стали 03X13AG19, у которой преобладает разрушение сколом.

1.2.2 Износостойкость сталей

Повышение надежности и долговечности изделий, изготовленных из коррозионно-стойких сталей, связано с проблемой увеличения износостойкости. Одним из эффективных способов повышения износостойкости этих сталей является легирование азотом [103-105], который может обеспечивать высокое твердорастворное и деформационное упрочнение аустенита [103]. В работе [106] показано, что аустенитные стали типа X25Г10 со сверхравновесным содержанием азота ($\sim 1\%$ N) в условиях абразивного износа не уступают, а в условиях трения качения, существенно превосходят азотированную износостойкую сталь 38ХМЮА.

В работах [107-108] изучена взаимосвязь абразивной износостойкости с фазовым составом высокоазотистых хромистых сталей, содержащих 0,4-1,3% N и 15-25% Cr. Стойкость против абразивного износа этих сталей зависит от развития мартенситного превращения в слое металла, контактирующего с абразивными частицами, а также от степени деформационного упрочнения аустенита в этом слое. Химический состав, количество и стабильность остаточного аустенита и его способность к фрикционному упрочнению в этих сталях можно регулировать с помощью закалки от разных температур и температуры отпуска. Максимальную износостойкость сталь 0X18A1,2 с содержанием 1,2% N приобретает после неполной закалки в воде от 1000°C , находясь в трехфазном состоянии (метастабильный аустенит, мартенсит и нитриды хрома). После отпуска при нагреве до 600°C эта сталь сохраняет

высокую износостойкость. Коррозионно-стойкие аустенитные и мартенситоаустенитные хромистые (18-23% Cr) стали со сверхравновесным содержанием азота после закалки и отпуска в широком интервале температур, значительно превосходят по абразивной износостойкости сталь 110Г13.

В работе [108] исследована износостойкость мартенситных коррозионно-стойких сталей X17H2A0,14, X13A0,14 и X14Г4A0,22 с равновесным содержанием азота. Увеличение содержания азота в сталях от 0,14 до 0,22% вызывает рост их сопротивления абразивному и адгезионному изнашиванию. Наибольшей твердостью и сопротивлением абразивному износу обладают азотосодержащие мартенситные Cr, Cr-Ni и Cr-Mn стали в состаренном состоянии, в результате выделения дисперсных частиц карбонитридов хрома типа $M_2(C, N)$. Исследованные азотистые стали после закалки от 1050°C имели однофазную структуру пакетного реечного мартенсита без остаточного аустенита. Образование мартенсита трения в рабочих слоях в процессе изнашивания коррозионно-стойких азотосодержащих сталей с метастабильным аустенитом может повышать их абразивную износостойкость. По-видимому, наличие такого мартенсита в структуре этих сталей должно повышать их износостойкость в условиях трения скольжения.

В работе [106] показано, что трение скольжения образцов азотосодержащих аустенитных хромомарганцевых 07X18Г10 (0,5% N) и сталей 08X18Г20 (0,8% N) приводит к формированию наноструктуры в поверхностном слое, микрофрагменты которой имеют размер 0,01-0,1 мкм. При увеличении расстояния от поверхности трения более 10 мкм размер фрагментов наноструктуры существенно возрастает из-за снижения интенсивности пластической деформации по глубине активного слоя образца этих сталей. По данным [106] в различных материалах сформированные при трении структуры, близкие по уровням дисперсности, разориентировки

фрагментов и средней плотности дислокаций $5 \cdot 10^{12} \text{см}^{-2}$, значительно различаются по трибологическим свойствам.

1.2.3 Коррозионная стойкость сталей

Одним из важных эксплуатационных свойств изделий низкотемпературной техники, изготовленных из Cr-Mn-Ni-N сталей, является их стойкость к МКК и питтинговой коррозии. Введение азота в аустенитные стали оказывает положительное воздействие на сопротивление питтингообразованию [109-110]. Основными элементами, обеспечивающими сопротивление данному виду коррозии нержавеющей сталей, не содержащих азота, являются хром и молибден. Эквивалент сопротивления питтингу для этих сталей равен $\mathcal{E}_n = \%Cr + 3,3 \%Mo$ (мас. %). Исследования по оценке роли азота в Cr-Ni, Cr-Ni-Mo аустенитных сталях показали, что для таких сталей нужно рассчитывать этот эквивалент по формуле: $\mathcal{E}_n = \%Cr + 3,3 \%Mo + X \%N$, где X, по данным исследователей [110-113], имеет значения от 13 до 30.

В работе [115] отмечается склонность азота к обогащению активной поверхности испытываемых образцов стали, что важно при щелевой и общей коррозии; его позитивное влияние на снижение чувствительности к межкристаллитной коррозии. При этом отмечается резкое снижение коррозионной стойкости при превышении предела растворимости азота в сталях.

В работе [109] установлено, что стойкость к питтинговой коррозии аустенитных хромомарганцевоникелевых сталей, определяется не общим содержанием азота в стали, а количеством его в твердом растворе. Наличие в стали нитридов хрома значительно усиливает склонность к питтинговой коррозии. Повышение питтингостойкости аустенитных сталей, упрочняемых нитридами, обеспечивается введением ванадия и ниобия, имеющих большее сродство к азоту, чем хром. Количество этих элементов взаимосвязано с содержанием азота и углерода в стали. Для повышения питтингостойкости азотсодержащей стали заключительные термические воздействия следует

производить вне области температур, при которых образуются карбиды и нитриды хрома.

Коррозионная стойкость азотосодержащих сталей зависит от их структурного состояния, на которое влияет термическая обработка. Старение оказывает отрицательное влияние на коррозионную стойкость таких сталей из-за образования карбидных или карбонитридных фаз. В работе [109] при оценке скорости общей коррозии в кипящей 60% азотной кислоте, закаленных и отпущенных при 650, 750 и 800°C сталей с 14-20% Cr, 3-13% Ni, 0-17% Mn, 0-0,43% N показано, что после старения скорость коррозии этих сталей возросла в 10-20 раз, так же, как и у стали 0X17H13, без азота.

Выделение при отпуске (в интервале 600 - 900°C) частиц любых хромосодержащих фаз – не только нитридов Cr₂N, но χ -фазы, или фазы Лавеса (η) – вызывает появление обедненных хромом участков структуры, что отрицательно влияет, в том числе, и на электрохимическую коррозию, а именно – на поведение сталей в пассивной области.

Значительное число исследований проведено на аустенитных Cr-Ni-Mn и Cr-Ni азотосодержащих сталях при анодной поляризации в растворах кислот и солей. Так, в [116] приведены результаты потенциодинамической анодной поляризации сталей типа 316S, легированных 0,015; 0,2 и 0,56% азота в 0,5 % NaCl при 25, 35, 45 и 60°C, а также в 1 Н H₂SO₄ и смеси 1 Н H₂SO₄ + 0,5 % NaCl. С ростом содержания азота возрастал критический потенциал питтингообразования – ЕПО – в соляном растворе. В кислотно-соляной смеси отмечалось визуально заметное повышение сопротивлению питтингообразования с ростом концентрации азота. Повышение температуры электролита ухудшало стойкость к питтингообразованию во всех сталях. С увеличением степени предварительной холодной деформации (от 5 до 25%) число питтингов после выдержек в кислотно-хлоридной среде возрастало.

Анализ пассивной пленки, после описанных экспериментов методом ионной масс-спектрометрии, показал обогащение пленки азотом, тем большее, чем выше содержание азота в стали, а также и образование на поверхности

металла слоя с повышенным содержанием азота [116]. Положительное влияние азота на сопротивление питтингообразованию в растворах солей связывается с обогащением азотом поверхности раздела оксид-металл в пассивном состоянии, также и по данным [117, 118]. Азот находится в отрицательно заряженном состоянии на металлической поверхности под пассивной пленкой [118, 119]. Наличие ионов азота может предотвращать зарождение питтингов путем подавления процессов, считающихся началом зарождения питтингов: адсорбции ионов хлора на пассивной пленке или замедления их доступа к ней [118, 119].

Рост концентрации азота в аустенитных сталях способствует не только увеличению ЕПО и уменьшению количества питтингов, но и повышению критических температур питтингообразования (5) и щелевой коррозии (6) [117, 120]:

$$t_{\text{крит.}}^{\text{II}} (\text{°C}) = 2,5 [\text{Cr}] + 7,8 [\text{Mo}] + 31,9 [\text{N}] - 41 \quad (5);$$

$$t_{\text{крит.}}^{\text{III}} (\text{°C}) = 3,2 [\text{Cr}] + 7,6 [\text{Mo}] + 10,5 [\text{N}] - 81 \quad (6)$$

Эксперименты по щелевой коррозии в 3,4% NaCl на сталях 17% Cr-12% Ni - 2% Mo, легированных 0,019 и 0,224% N показали, что азот увеличивает стойкость против щелевой коррозии, снижает скорость растворения на стадии распространения щели и повышает потенциал репассивации до более высоких значений [121].

Влияние легирования азотом на стойкость к КР изучали на традиционных нержавеющей сталях типа 18% Cr - 8% Ni. Концентрация азота 0,16% не оказала заметного влияния на чувствительность к КР, а введение 0,25% азота привело к увеличению частоты появления трещин и углублению максимальной трещины; при этом средняя глубина трещин, однако, снижалась [111]. С увеличением содержания азота в таких сталях также было установлено повышение скорости зарождения трещин, при снижении скорости их распространения [117, 119]. В работе [110] показано, что наличие в структуре азотосодержащей аустенитной стали 04X20H6Г11М2АФБ рекристаллизованной структуры аустенита с низкой плотностью

внутризеренных и зернограничных выделений нитридов или фрагментированной и полигонизованной структуры, обеспечивает высокую коррозионную стойкость в растворах хлоридов.

В ряде областей техники процесс коррозии металлических изделий может развиваться в условиях, когда эти изделия испытывают внешние нагрузки и деформации. Постоянные (статические) напряжения, приложенные к металлическим изделиям, как правило, ускоряют процесс коррозии [122]. При этом на коррозию влияют неоднородность поверхности, понижение термодинамической устойчивости металла, адсорбция, разрушение защитных пленок и другие причины. Растягивающие внешние напряжения, как правило, нарушают сплошности защитных пленок металлических материалов [123]. Понижение термодинамической устойчивости и механическое разрушение оксидных пленок сдвигает электродный потенциал в отрицательную сторону. Свободная энергия металла при этом возрастает. По данным [123] комбинация приложенного напряжения и включений MnS способствует образованию коррозионных каверн в проволоке из нержавеющей стали типа X18H9 с различным содержанием серы. При этом потенциал растворения MnS сдвигается в отрицательную область, что увеличивает скорость коррозии. В работе [124] изучено влияния знака деформации на кинетику растворения сторон изогнутой пластины из низколегированной конструкционной стали 45Г, содержащей 0,45% С, 0,84% Mn. В процессе испытания при разных напряжениях в упругой области в агрессивной среде (2 н. раствор серной кислоты) обнаружено, что в первые 1-1,5 минуты скорость растворения пластины превалировала на вогнутой стороне ($6 \cdot 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ - для вогнутой стороны и $3 \cdot 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ - для выпуклой). Через 3-5 минут экспозиции в коррозионной среде образец разрушался, в результате образования коррозионной трещины, или скорость растворения выпуклой стороны становилась больше. Влияние остаточных напряжений в условиях упругой пластической деформации на кинетику растворения образцов в растворах

соляной и серной кислоты ранее не изучалось. При изготовлении деталей из высокоазотистых аустенитных сталей важно знать их технологичность при сварке и обработке резанием.

1.3. Технологические свойства сталей

1.3.1. Сварка сталей

Легирование коррозионно-стойких аустенитных сталей азотом оказывает значительное влияние на структуру и свойства их сварных соединений. Азот измельчает первичную структуру сварных швов и повышает стойкость таких сталей против образования горячих трещин и межкристаллитной коррозии[125]. В работе [126] показано, что горячие трещины, образующиеся при сварке высокоазотистых(0,23-0,74 % N) аустенитных сталей с 18-22 % Cr, 14-16 % Mn, 5-15 % Ni, 0-1 % Mo, 0-0,3 % Nb, 0-1 % V, являются кристаллизационными. С увеличением концентрации азота в сварном шве исследованных сталей склонность их к образованию горячих трещин повышается, несмотря на уменьшение содержания δ -феррита в структуре металла шва. При одной и той же концентрации азота в основном металле склонность к образованию горячих трещин при сварке может быть уменьшена путем легирования элементами, уменьшающими температурный интервал кристаллизации. Усвоение азота металлом шва ухудшается от произведения величины температурного интервала кристаллизации на содержание азота в основном металле.

С увеличением содержания азота до 0,3% в хромоникелевых аустенитных сталях прочность сварных соединений возрастает при незначительном снижении пластичности [128]. Комплексное легирование таких сталей марганцем и молибденом приводит к повышению стойкости сварных швов к образованию горячих трещин [127]. В настоящее время решена проблема сварки многих марок коррозионностойких аустенитных сталей, содержащих 0,15-0,30 % азота [129]. Из-за относительно низкой прочности сварных соединений ($\sigma_{\text{в}} < 800$ МПа) такие стали применяют в

качестве коррозионностойкого материала только мало- и средненагруженных сварных конструкций и оборудования криогенной техники, химической и газовой промышленности, энергетического и транспортного машиностроения [130]. Например, в криогенной технике и энергетике широко используется немагнитная свариваемая хромоникельмарганцевая сталь 03X20H16AG6, содержащая 0,2-0,3 % азота, с пределом прочности сварных соединений 640-680 МПа [131]. Значительное повышение прочности у указанной стали может быть достигнуто при содержании более 0,3 % азота. Однако, при таком содержании азота в стали 03X20H16AG6 при сварке плавлением будет охрупчиваться металл в зоне термического влияния и повышаться склонность металла шва к образованию горячих трещин. Кроме того, в этой стали с содержанием 16 % никеля невозможно получить сварные швы без пор, образование которых связано с низкой растворимостью азота в расплаве. Дополнительное легирование стали 03X20H16AG6 1,8-2,2 % Мо и 0,2-0,3 % V повышает растворимость азота до 0.45% [131]. Введение молибдена и ванадия в указанных количествах в сталь приводит к измельчению зерна, повышению прочности сварных соединений ($\sigma_b = 880$ МПа), стабильности аустенита по отношению к мартенситному превращению при охлаждении или пластической деформации и увеличению стойкости против точечной коррозии [132-138]. Более высокая прочность сварных соединений может быть получена у низкоуглеродистой стали с 0,5-0,55 % азота. Такое содержание азота в стали, по сравнению со сталью 03X20H16AG6M2Ф, достигается за счет увеличения концентрации марганца от 6 до 16 % и уменьшения концентрации никеля от 16 до 8 %, которые соответственно повышают и снижают растворимость азота в расплаве.

1.3.2. Обработка резанием

К настоящему времени разработано большое количество высоковязких коррозионно-стойких аустенитных сталей с повышенным содержанием азота. Однако, при изготовлении деталей, возникают трудности при обработке этих

сталей лезвийным инструментом. Аустенитные стали относятся к категории труднообрабатываемых материалов [139, 140]. По обрабатываемости резанием коррозионно-стойкие аустенитные стали уступают в 1,5-2 раза коррозионно-стойким мартенситным и ферритным сталям [139]. Низкая обрабатываемость коррозионно-стойких аустенитных сталей обусловлена высокими значениями вязкости, коэффициентами трения в зоне резания и теплового расширения, склонности к наклепу и низкой теплопроводностью. Одной из причин затруднений, возникающих при обработке этих сталей, является усиленное истирание ими режущего инструмента. Износ такого инструмента связан не только с истиранием его передней поверхности сходящей стружкой, но и с большим количеством выделяющегося тепла [140]. В результате нагрева понижаются механические свойства инструментального материала и его истираемая способность, являющаяся показателем обрабатываемости.

Улучшение обрабатываемости при точении коррозионно-стойких аустенитных сталей, содержащих не более 0,3% азота, достигается введением в них серы, селена, висмута и свинца [140-144]. При обработке этих сталей, содержащих серу или селен, образуется хрупкая стружка, что позволяет повысить скорость резания [139]. По данным [144] повышенная обрабатываемость при резании аустенитной стали 03X18H10M, содержащей 0,04-0,07% S, связана с округлой формой силикатов в ее структуре. В [145] исследовано влияние добавок селена до 0,08% и теллура до 0,02% на обрабатываемость резанием и горячую пластичность высокоазотистой (0,4%N) аустенитной стали 20X17AG15H2. Показано, что малые добавки селена повышают обрабатываемость резанием стали, не снижая ее горячей пластичности. Добавки теллура повышают обрабатываемость резанием сильнее, чем селен, но снижают горячую пластичность из-за образования легкоплавкой эвтектики Me-Te-S.

Обрабатываемость резанием коррозионно-стойких сталей в значительной мере определяется их структурным состоянием, которое

зависит от режимов термической и термопластической обработки. Дисперсионнотвердеющие стали после закалки и отпуска обрабатываются хуже, если в их структуре присутствуют дисперсные частицы [139]. Эти частицы препятствуют деформации сдвига в процессе резания легированных сталей и повышают их истирающую способность. Лучше обрабатываются резанием аустенитные стали в отожженном, по сравнению с закаленным, состоянием, из-за меньшего упрочнения аустенита или образования мартенсита деформации в процессе резания [139].

Несмотря на большое количество созданных коррозионно-стойких аустенитных сталей с содержанием азота более 0,4%, в литературе отсутствуют экспериментальные данные об их режимах резания.

1.3.3. Обработка давлением

При горячей обработке давлением высокоазотистых аустенитных сталей необходимо учитывать [139], что:

- азот существенно увеличивает сопротивление горячему деформированию, что налагает специальные требования на формирующее оборудование и оснастку и ограничивает форму и размер поковок,
- температурный интервал, в котором формирование, возможно, является более узким, по сравнению со сталями без азота;
- неоднородности, т.е. в форме микро- или макросегрегаций могут вызывать трудности при обработке давлением. Здесь становится очевидным преимущество технологии ЭШП по сравнению с другими процессами [89].

Наибольшей пластичностью обладают высокоазотистые аустенитные стали при горячей ковке или прокатки в интервале температур 1150-1260°C [139]. При температурах выше 1000°C они имеют одинаковые характеристики прочности с классической аустенитной хромоникелевой сталью 1X18H10T, однако при температурах ниже 1000°C предел прочности этих сталей примерно в 1,5 раза больше предела прочности стали 1X18H10T. Это обусловлено тем, что стали с повышенным содержанием азота обладают

большой способностью к упрочнению в процессе пластической деформации при температурах ниже 1000°С по сравнению со сталью 1X18H10T.

По данным [139] с целью уменьшения возможности образования подстуженного поверхностного слоя с пониженной пластичностью, на первых переделах слитков рекомендуется повышать температуру слитков под ковку до 1260-1280°С. Повышенная температура нагрева слитков под ковку или прокатку способствует созданию более благоприятных условий для заварки осевой несплошности усадочного происхождения, которая характерна также и для слитков из других сталей.

При дальнейшем переделе температуру нагрева (или подогрева) под ковку или прокатку можно понизить до 1180-1160°С.

Особенностью структуры высокоазотистых (> 0,4% N) аустенитных Cr-Ni, Cr-Mn и Cr-Mn-Ni сталей является их склонность к выделению нитридов хрома при температурах 500-900°С по механизму прерывистого распада аустенита [139-143]. Такое проявление нестабильности аустенита выражено тем более резко, чем больше степень пересыщения аустенита азотом. Прерывистый распад снижает пластичность, ударную вязкость, коррозионную стойкость, ухудшает свариваемость, а также приводит к неоднородности механических свойств по сечению полуфабрикатов из этих сталей. Одним из путей предотвращения прерывистого распада в высокоазотистых аустенитных сталей является использование термомодеформационной обработки при горячей ковке или прокатке [139]. Положительное воздействие высокотемпературной обработки на характер и скорость развития пересыщенного азотом аустенита связано с изменением структурного состояния. У высокоазотистых Cr-Mn и Cr-Mn-Ni сталей существует температурный интервал, в котором не происходит прерывистый распад аустенита и не успевает завершиться его рекристаллизация [142]. В этом интервале горячая пластическая деформация приводит к внутризеренной фрагментации в результате развития процесса динамической полигонизации. Понижение температуры деформирования стали в пределах

этого интервала уменьшает степень фрагментации структуры аустенита. Получение развитой субструктуры аустенита в высоко-азотистых сталях задерживает начало прерывистого распада даже в центральных зонах стальных заготовок большой толщины, в которых после закалки от температур, обеспечивающих рекристаллизацию аустенита, прерывистый распад имеет место [142]. Горячая пластическая деформация аустенита высоко-азотистых сталей может вызывать фрагментацию структуры, измельчение зерна и деформационное упрочнение [143]. Действие указанных механизмов упрочнения главным образом зависит от наличия в γ – твердом растворе атомов азота и от характера их распределения в ГЦК кристаллической решетке. Уровень и сочетание механических свойств таких сталей в значительной мере определяется содержанием в них углерода и азота. Исследование влияния горячейковки на механические свойства и структуру аустенитных сталей, содержащих (масс. %): С 0,06-0,37; N 0,33-0,66; Cr 16,6-20,6; Mn 14,5-15,3; Ni 1,98-4,24; Mo 0,05-2,08; V 0,22-0,35, показало [144], что с увеличением содержания в них углерода от 0,06 до 0,37% при постоянном высоком содержании азота ($\sim 0,6\%$) происходит снижение ударной вязкости (KCV от 3,0 до 0,50 МДж/м²) и предела текучести. В противоположность действию углерода увеличение содержания азота от 0,43 до 0,63% в сталях с 0,20% С вызывает весьма значительное повышение предела текучести практически без снижения ударной вязкости. Таким образом, для получения заданных уровней и сочетания предела текучести и ударной вязкости повышенное содержание углерода в высоко-азотистых Cr-Mn-Ni сталях нецелесообразно, так как невозможно предотвратить образование зернограницных карбидов хрома, вызывающих охрупчивание и снижение коррозионной стойкости стали. Выделение нитридов хрома в сталях с низким содержанием углерода отличаются, как правило, высокой дисперсностью и более равномерным распределением в объеме стали, что и обеспечивает получение высокой прочности при сохранении повышенной ударной вязкости.

Уровень и сочетание механических свойств высоко-азотистых сталей зависят от температуры концаковки или прокатки, с повышением которой снижается прочность и повышается ударная вязкость. Для стали 06X20AG15H4M2Ф (0,66% N), повышение температуры концаковки от 900 до 1100°С снижает $\sigma_{0,2}$ от 900 до 780 МПа [144]. Исследование [143] стали X20AG14H8M (0,8%) показало, что послековки с температурой окончания 1000°С сталь имеет хорошее сочетание механических свойств: $\sigma_{\text{в}} = 1080$ МПа, $\delta = 36\%$, $\psi = 56\%$, $\text{KCV} = 1,5$ МДж/м². Снижение температуры концаковки до 850°С снижает пластичность и ударную вязкость. Горячая прокатка этой стали при 700-800°С приводила к образованию горячих трещин, при суммарной степени обжатия более 40%. У стали 05X22AG15H8M2Ф-Ш (0,55% N, 2,1% Mo) после прокатки при 950-1000°С со степенью обжатия 70% достигаются максимальные значения предела текучести ($\sigma_{0,2} = 1238 - 1258$ МПа) при удовлетворительных значениях удлинения ($\delta = 26-29\%$), сужения ($\psi = 48-54\%$) и ударной вязкости ($\text{KCV} = 0,40-0,50$ МДж/м²) [142]. Такое высокое упрочнение было связано с формированием в процессе горячей деформации фрагментированной структуры с высокой плотностью дислокаций. Прокатка этой стали при температурах 1050 и 1100°С приводит к некоторому снижению плотности дислокаций и увеличению размеров субзерен. После такой обработки незначительно снижаются показатели прочности при одновременном повышении пластичности и ударной вязкости. Прокатка стали X22AG16H8M (0,52% N) при 1100°С заготовок сечением 40 x 40 мм на пластины толщиной 14 мм с обжатием 60% обеспечивает получение хорошего сочетания механических свойств: $\sigma_{\text{в}} = 1020$ МПа; $\sigma_{0,2} = 710$ МПа; $\delta = 43\%$; $\psi = 65\%$; $\text{KCV} = 2,5$ МДж/м² [146]. При ковке слитков массой 50 кг стали 05X23AG11H8MФ (0,69% N) на прутки диаметром 30 мм при температурахковки ниже 1000°С кроме сильного возрастания сопротивления деформации на поверхности слитков наблюдали трещины [147]. Их появление было связано с образованием по границам зерен колоний тонкопластинчатых

выделений азотистого псевдоперлита. В связи с небольшой величиной допустимых обжатий и узким интервалом температур горячей деформации стали 05X23АГ11Н8МФ (0,69% N), ковка должна производиться с большим числом выносов. В [148] показано, что при закалке с прокатного нагрева с температурой конца прокатки не более 950°С в стали 04X20Н6Г11М2АФБ, содержащей 0,3% N, происходит формирование смешанной (рекристаллизованной, фрагментированной, полосовой) структуры и равномерное распределение нанофазных выделений в дефектных узлах кристаллической решётки, обеспечивающее получение хорошего сочетания прочности и пластичности. В [149] установлено, что наличие в структуре стали 04X20Н6Г11М2АФБ рекристаллизованной структуры аустенита с низкой плотностью внутризеренных и зернограничных выделений нитридов или фрагментированной и полигонизированной структуры без выделений обеспечивает $\sigma_{0,2} \geq 690$ МПа и $KCV \sim 100$ Дж/см².

Анализ литературных данных показал, что недостаточно изучено влияние режимов термической и термопластической обработки на усталостную прочность, вязкость разрушения, износостойкость и технологичность (свариваемость, обрабатываемость резанием и обработка давлением) высокоазотистых аустенитных сталей. Отсутствие связи энергии дефектов упаковки и температуры вязко-хрупкого перехода этих сталей.

Выводы по главе 1

Анализ и обобщение литературных данных по структуре и свойствам азотосодержащих коррозионностойких аустенитных сталей показал успешное их использование в качестве мало и средненагруженных деталей криогенной техники. В литературе отсутствуют сведения о химическом составе высокоазотистых сталей и их режимах обработки, которые можно было бы использовать для высоконагруженных изделий низкотемпературной техники. Стали для такого назначения должны обеспечивать высокую статическую и циклическую прочность, вязкость разрушения,

износостойкость, коррозионную стойкость, а также свариваемость и удовлетворительную обрабатываемость резанием. Перспективным материалом для повышения надежности и долговечности нагруженных изделий низкотемпературной техники является использование коррозионно-стойких аустенитных высокоазотистых сталей, превосходящих по комплексу механических свойств применяющиеся стали. Однако при практическом использовании этих сталей возникает ряд металлургических проблем, требующих своих решений (Таблица 1.14).

Таблица 1.14 - Основные недостатки применяющихся в криогенной технике аустенитных сталей с азотом и углеродом и возможные пути их устранения.

Недостатки	Предлагаемые пути их устранения
1. Низкая прочность и высокое содержание Ni в Fe-Ni сплавах (Инварах).	Легирование Fe-Ni сплавов N, используя выплавку под давлением N для упрочнения их аустенита при меньшем содержании Ni.
2. Низкая прочностью сталей типа X18H12.	Введение в стали X18H12 добавок N, V и Mn для растворения при нагреве под закалку и выделения при старении частиц VN.
3. Вязко-хрупкий переход при низких температурах в Cr-Mn аустенитных сталях с N>0,4%	а) Легирование Cr-Mn сталей с 0,5-0,6% N никелем, повышающим ЭДУ аустенита . б) Введение в Cr-Mn-Ni стали с 0,5-0,6%N добавок V и Nb, снижающих концентрацию N в аустените из-за образования при нагреве VN и NbN.
4. Прерывистый распад и зернограничные выделения карбидов Cr ₂₃ C ₆ в ВАС снижающих их механические свойства и коррозионную стойкость.	а) Легирование ВАС V в количествах, для образования не крупных частиц Cr ₂ N, а дисперсных VN. б) Использование пластической деформации с окончанием при температурах выше прерывистого распада, но ниже собирательной рекристаллизации аустенита. в) Предварительная пластическая деформация перед старением, изменяющая характер выделений от зернограничныхк объемным.
5.Снижение вязкости разрушения при низких температурах стареющих сталей при увеличении количества VN .	Оптимизация количества дисперсных частиц VN для сохранения достаточной вязкости при низких температурах.

6. Дендритная ликвация литых ВАС, снижающая их механические свойства.	Высокотемпературная закалка или выплавка с использованием метода высокоградиентной направленной кристаллизации.
7. Пониженная высокотемпературная технологическая пластичность ВАС.	Пластическая деформация при температурах, при которых не происходит прерывистый распад и образование δ -феррита и σ -фазы.
8. Склонность металла шва к образованию горячих трещин и пористость сварных соединений ВАС с высоким содержанием Ni и низким содержанием Mn.	Снижение Ni и повышение Mn при сварке ВАС. Введение Mo и V, повышающих растворимость N в расплаве и сужающих температурный интервал кристаллизации.
9. Низкая обрабатываемость резанием коррозионно-стойких ВАС.	Снижение интенсивности деформационного наклепа, связанного с образованием нитридов.

ГЛАВА 2. Влияние легирования на структуру и свойства новых аустенитных азотосодержащих сталей для низкотемпературной службы

2.1 Структура и свойства Fe – Ni сплавов со сверхравновесным содержанием азота

Широко применяющиеся для изделий криогенной техники Fe – Ni сплавы (0Н9 и 36Н (**инвар**)) обладают высокой ударной вязкостью при низких температурах, но низкой прочностью при комнатной температуре, что затрудняет их использование для высоконагруженных деталей. Частичная или полная замена углерода в этих сплавах на азот, упрочняющая способность которого связана с его содержанием в стали, позволяет решить проблему значительного повышения их прочности. Никель снижает растворимость азота в железе, которая и без никеля очень низкая (0,04%). Использование выплавки Fe – Ni сплавов в условиях высокого давления азота над расплавом позволяет получать слитки со *сверхравновесным* содержанием азота.

В разделе 2.1 диссертации приведены экспериментальные данные по изучению микроструктуры, фазового состава и твердости микрослитков сплавов Fe – Ni–N с переменным содержанием азота от 0,02 до 0,27% N и Ni от 4 до 34%, полученных с использованием метода выплавки с противодавлением азота. Структура микрослитков сплавов Fe-Ni-N, выплавленных с противодавлением азота и быстро закристаллизованных (рисунок 2.1) характеризуется существенно более мелкими структурными составляющими. В таблице 2.1 представлены результаты рентгеновского фазового анализа сплавов Fe-Ni-N с различной концентрацией азота, полученной для каждой группы сплавов с заданным содержанием никеля. Из таблицы 2.1 видно, что повышение содержания никеля и азота в сплавах Fe-Ni-N приводит к уменьшению количества $\alpha(M)$ - фазы и увеличению количества γ - фазы.

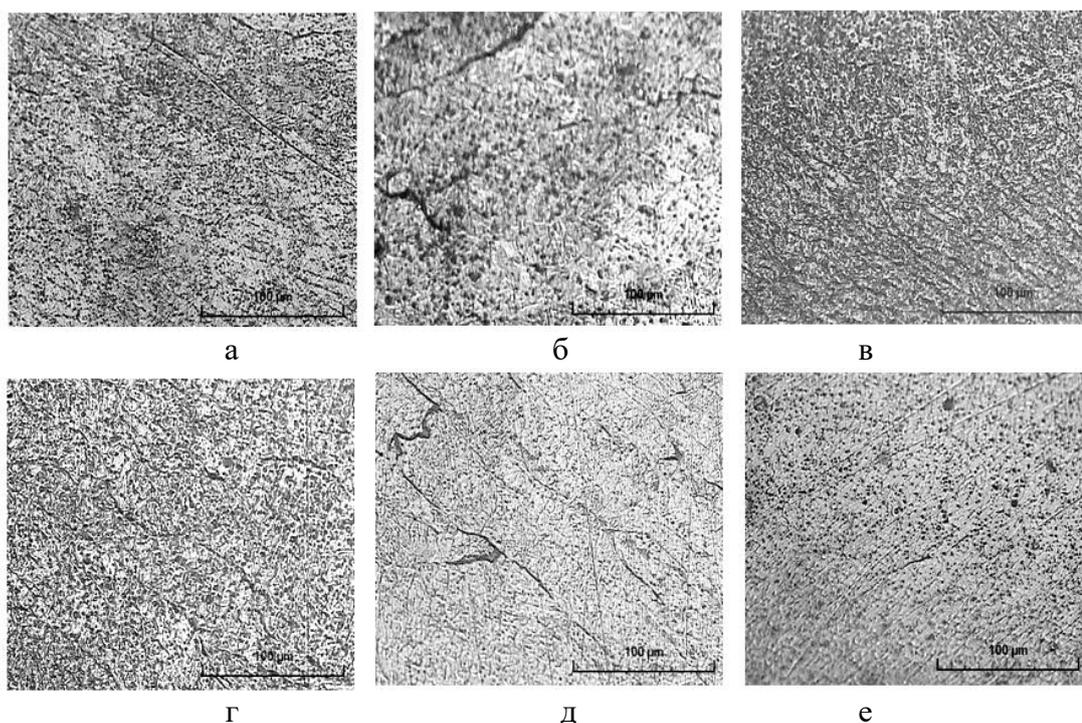


Рисунок 2.1 – Микроструктура сплавов Fe-Ni-N, содержащих (масс. %):
 а - 8,7 Ni; 0,18% N, б - 8,7 Ni; 0,24% N, в - 16,3 Ni; 0,08% N,
 г - 16,3 Ni; 0,15% N, д - 16,3 Ni; 0,20% N, е - 22,5 Ni; 0,07% N.

Таблица 2.1 - Влияние содержания азота на количество и параметры ОЦК- и ГЦК-кристаллической решетки литых сплавов Fe-Ni-N с различной концентрацией никеля.

№ сплава	Содержание, масс. %		% фазы		Параметры кристаллической решетки		
	Ni	N	M(α)	γ	α (M)		γ
					a, Å	c, Å	a, Å
2	4,5	0,14	100	0	2,864	2,879	-
3		0,22	100	0	2,864	2,879	-
4		0,268	97,1	2,91	2,865	2,879	-
5	8,7	0,10	100	0	2,862	2,879	-
7		0,18	100	0	2,864	2,884	-
8		0,240	97	3	2,865	2,879	-
10	13,5	0,146	100	0	2,864	2,888	-
11		0,170	98	2,00	2,864	2,878	-
14	16,3	0,20	92,6	7,40	2,864	2,877	3,577
15	22,5	0,070	95,2	4,80	2,864	2,888	3,577
16		0,138	92,6	7,40	2,861	2,880	3,576
17	27,5	0,020	56,8	43,2	2,862	2,876	3,582
18		0,080	13,0	87,0	2,858	2,897	3,583
19		0,133	0	100	-	-	3,587
20		0,154	0	100	-	-	3,594
21	34	0,060	0	100	-	-	3,592
23		0,105	0	100	-	-	3,593

Так, увеличение содержания азота от 0 до 0,154% в сплаве, содержащем 27,5% Ni, снижает количество α (M)- фазы от 73 до 0% и повышает количество γ -фазы от 27 до 100%. При этом параметр кристаллической решетки γ - фазы увеличивается от 3,581 до 3,593 Å (рисунок 2.2).

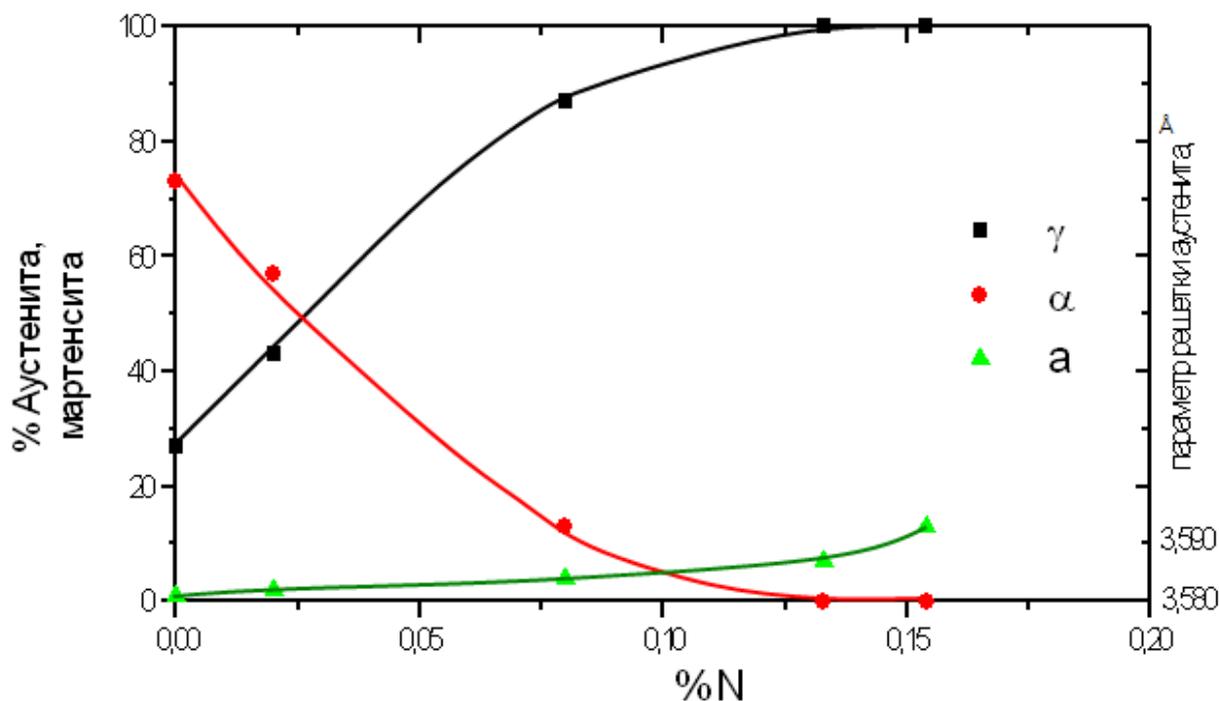


Рисунок 2.2 - Влияние содержания азота на количество γ и α - фазы (γ , α) и параметр кристаллической решетки аустенита (a) в сплаве Fe-27,5%Ni.

Результаты механических испытаний сплава 03X27A, содержащего 0,03%С; 0,16%N, 26,9%Ni послековки и прокатки показывают более высокую прочность и пластичность ($\sigma_{0,2}^{+20^{\circ}\text{C}} = 360$ МПа и $\text{КСУ}^{-196^{\circ}\text{C}} = 1,8$ МДж/м²) по сравнению со сплавом 36Н ($\sigma_{0,2}^{+20^{\circ}\text{C}} = 250$ МПа и $\text{КСУ}^{-196^{\circ}\text{C}} = 1,1$ МДж/м²).

Увеличение содержания азота в сплавах с 8,7 и 13,5 % Ni приводит к увеличению их твердости (Рисунок 2.3).

Увеличение содержания азота в сплавах приводит к уменьшению твердости, что связано с увеличением количества аустенита).

По данным проведенных исследований построена неравновесная фазовая диаграмма сплавов Fe-Ni-N (Рисунок 2.4).

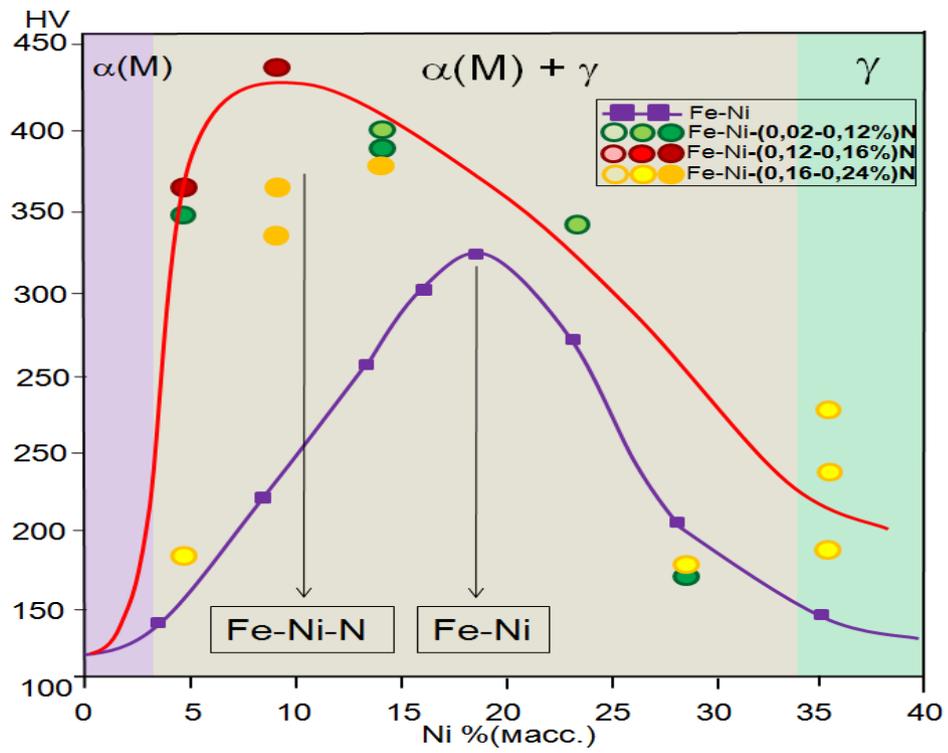


Рисунок 2.3 - Легирование сплавов Fe-Ni азотом, повышает прочность и расширяет γ -область на диаграмме Fe-Ni-N.

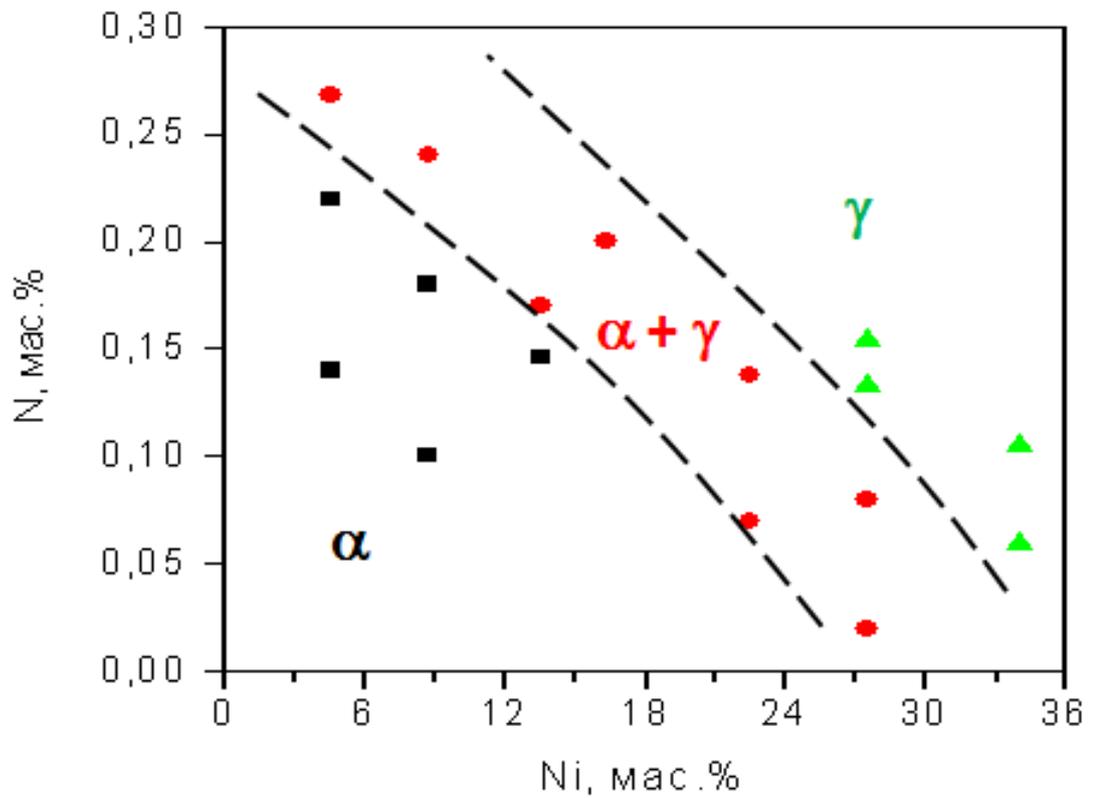


Рисунок 2.4 - Неравновесная фазовая диаграмма литых сплавов Fe-Ni-N.

Как видно из этой диаграммы, однофазная аустенитная структура (γ) может быть получена у сплавов с 27,5%Ni при содержании азота не менее 0,13%N. Увеличение концентрации N приводит к смещению областей α , $\alpha + \gamma$ и γ в сторону меньших концентраций Ni.

Максимальные значения твердости (≈ 435 HV) имели сплавы с 9% Ni и 0,15-0,23% N с азотистым мартенситом. Уровень и сочетание механических свойств этих сплавов зависит от режимов термопластической обработки.

В [150] исследовано влияние пластической деформации и термической обработки на структуру и механические свойства низкоуглеродистой 9% никелевой стали со сверхравновесным содержанием азота. Химический состав стали приведен в таблице 2.2.

Таблица 2.2 - Химический состав стали 04Н9Х2А, масс %.

C	Mn	Si	Cr	Ni	N
0,04	0,3	0,1	2,0	8,93	0,185

Сталь 04Н9Х2А выплавляли в институте металловедения им. академика А. Балеvски Болгарской академии наук с использованием установки для литья под давлением азота до 40 атм. При выплавке стали вводили добавки хрома, повышающего растворимость азота в расплаве железа, в количестве 1,5-2,0% для кристаллизации жидкого металла стали с 9% Ni без образования в структуре δ -феррита (у которого низкая растворимость азота) и получения слитков без пор. Слитки были прокованы на заготовки 750 x 100 x 20 мм с последующей горячей прокаткой при 850-900°C на прутки 14x14 мм без поверхностных дефектов (трещин). Нагрев стали под прокатку при температурах 1000-1100°C приводит к формированию окалины на поверхности заготовок, которая способствовала образованию в процессе пластической деформации поверхностных трещин. Холодная и горячая прокатка клиновидных образцов из стали 04Н9Х2А показала, что азотосодержащая сталь обладает удовлетворительной

технологической пластичностью при прокатке. В процессе холодной прокатки (ХП) клиновидных образцов за 1 проход с обжатием до 40% на их поверхности не наблюдали трещин. При многократной ХП (9 проходов с разовым обжатием 10%) критическая суммарная степень деформации, до которой не образуются трещины, составляет 43%. ГП при 900°С за 1 проход с обжатием до 80% не приводит к образованию трещин или других поверхностных дефектов. С высокой пластичностью стали связана равномерная продольная и поперечная деформация образцов в процессе прокатки. Прокатка клиновидных образцов показала высокое деформационное упрочнение стали 04Н9Х2А (рисунок 2.5).

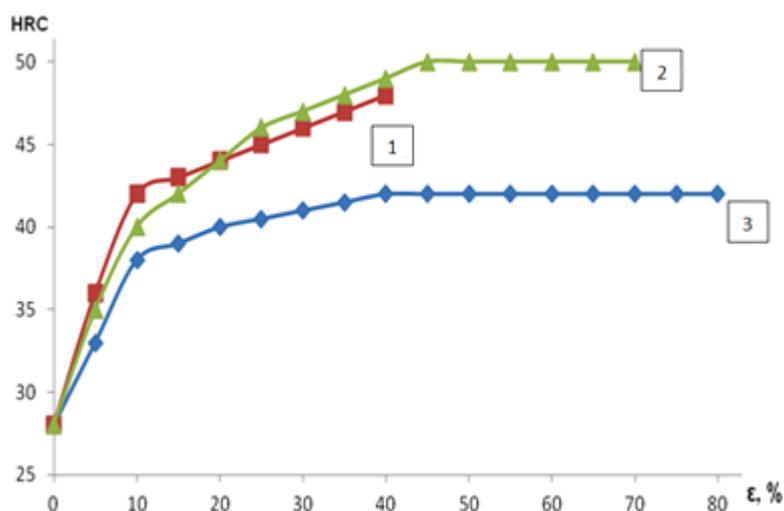


Рисунок 2.5 - Влияние степени пластической деформации (ϵ) на твердость стали 04Н9Х2А при прокатке за: 1 проход при 20°С (1 - ■), 9 проходов при 20°С (2 - ▲), 1 проход при 900°С (3 - ◆).

При ХП за 1 и 9 проходов с обжатием 40% достигается высокая твердость 47-50 HRC в основном за счет деформационного упрочнения мартенсита. Полученная максимальная твердость 42HRC после ГП при 900°С за 1 проход с обжатием 40% связана с деформационным упрочнением аустенита.

В таблице 2.3 приведены механические свойства образцов, изготовленных из термообработанных холоднокатаных и горячекатаных прутков. После прокатки при 20°С с обжатием 40% сталь 04Н9Х2А имеет

высокие значения прочности ($\sigma_B=1160$ МПа, $\sigma_{0,2}=1089$ МПа) и удовлетворительные показатели пластичности и ударной вязкости.

Таблица 2.3 - Механические свойства сталей 04Н9Х2А с азотом и 0Н9 без азота после прокатки и термической обработки.

Сталь	Обработка	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %	КСУ*, МДж/м ²
04Н9Х2А	Прокатка при 900°C, $\epsilon=40\%$	1114	925	11	62	<u>1,42</u> 0,91
	Прокатка при 20°C, $\epsilon=40\%$	1160	1089	9	41	<u>0,85</u> 0,54
	Закалка 850°C + отпуск 500°C – 1ч.	1144	1074	12	54	<u>1,31</u> 0,79
	Закалка 850°C + отпуск 550°C – 1ч.	906	879	15	63	<u>1,50</u> 1,01
	Закалка 850°C + отпуск 600°C – 1ч.	863	670	17	66	<u>1,61</u> 1,18
	Закалка 900°C + отпуск 500°C – 1ч.	1138	1062	11	54	<u>1,20</u> 0,80
	Закалка 900°C + отпуск 550°C – 1ч.	923	854	13	64	<u>1,35</u> 1,00
	Закалка 900°C + отпуск 600°C – 1ч.	841	674	17	64	<u>1,55</u> 1,15
0Н9	Нормализация 900°C + закалка от 790°C + отпуск 500°C	720	580	30	76	<u>3,00</u> 1,30

КСУ* - в числителе при 20°C, в знаменателе при-196°C.

Прокатка при 900°C, по сравнению с прокаткой при 20°C, обеспечивает большую пластичность ($\delta=11\%$, $\psi=62\%$) и ударную вязкость (КСУ=1,42 МДж/м²).

Структура и механические свойства азотосодержащей стали 04Н9Х2А существенно зависят от температуры закалки и последующего нагрева при 500-600°C. С повышением температуры закалки от 850 до 900°C

микротвердость стали увеличивается от 375 до 430 HV₁₀ (таблица 2.4), при сохранении среднего размера зерна ~ 20 мкм. При дальнейшем повышении температуры нагрева под закалку от 900 до 950°С микротвердость незначительно снижается до 410 HV₁₀ но увеличивается размер зерна до 50 мкм. Нагрев стали при 1000°С приводит к значительному росту зерна (~100 мкм).

Таблица 2.4- Твердость (HV₁₀), количество α-фазы и γ-фазы, период решетки и ширина дифракционной линии {220} стали 04Н9Х2А после различных режимов термической обработки.

Обработка	HV ₁₀	Количество фазы, %		Период решетки α-фазы	Ширина дифракционной линии{220}, град
		α	γ		
Закалка 850°С	375	100	0	2,865	1,8
Закалка 900°С	430	99	<1	2,866	2,0
Закалка 950°С	410	99	<1	2.867	2,3
Закалка 1000°С	413	100	0	2,871	1,8
Закалка 900°С + отпуск 500°С – 1 час	420	100	0	2,866	1,6
Закалка 900°С + отпуск 550°С – 1 час	382	100	0	2,868	1,2
Закалка 900°С + отпуск 600°С – 1 час	280	91	9	2,870	1,1

По данным рентгеноструктурного анализа повышение температур закалки стали от 850 до 1000°С приводит к увеличению периода кристаллической решетки α-фазы, что по-видимому связано с растворением карбонитридных частиц, выделившихся в процессе горячей прокатки. При повышении температуры закалки от 850 до 1000°С незначительно изменяется ширина линии {220}, характеризующая плотность дефектов решетки мартенсита. Количество α-фазы в структуре стали после закалки от указанных температур составляет 100%, что обусловлено высокими

температурами начала (M_H) и конца (M_K) $\gamma \rightarrow \alpha$ превращений при охлаждении стали. По данным дилатометрического исследования стали температуры $M_H = 389^\circ\text{C}$ и $M_K = 166^\circ\text{C}$.

Тепловые выдержки в течение 1 часа при 500, 550 и 600°C значительно влияют на механические свойства стали, закаленной от 900°C (таблица 2.3). С повышением температуры нагрева от 500 до 600°C уменьшается ширина линии {220} и увеличивается период решетки α -фазы. После отпуска при 600°C в течение 1 часа резко снижается твердость стали до 280 HV_{10} , что обусловлено образованием аустенита в количестве 9% (таблица 2.4) в результате $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения. Дилатометрическое исследование стали показало, что температура начала $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения при нагреве составляет 600°C , а конца $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения – 705°C .

Результаты электронномикроскопического исследования стали 04Н9Х2А после закалки от 850°C и отпуска при 600°C в течение 1 часа также подтвердили наличие в структуре аустенита. На рисунке 2.6а представлена кольцевая электроннограмма, содержащая сплошные интенсивные линии ОЦК α -фазы и слабые прерывистые линии аустенита. Рефлексов каких-либо других фаз не обнаружено. На рисунке 2.6 (б, в) и рисунке 2.7(а-в) приведены характерные снимки структуры и микродифракционные картины, содержащие α и γ -фазы (с различных участков фольги).

Видно, что основной структурной составляющей стали после закалки и высокого отпуска является пакетный мартенсит, претерпевший процессы возврата и полигонизации. Выделений частиц карбонитридов в мартенсите и признаков рекристаллизации не было обнаружено. Остаточный аустенит в структуре данной стали обнаруживается в виде тонких прослоек между кристаллами мартенсита, что хорошо видно на темнопольных снимках структуры в «свете» аустенитного рефлекса (рисунок 2.7 б, в). Наличие таких аустенитных прослоек, вероятно, обеспечивает получение повышенных значений пластичности и ударной вязкости.

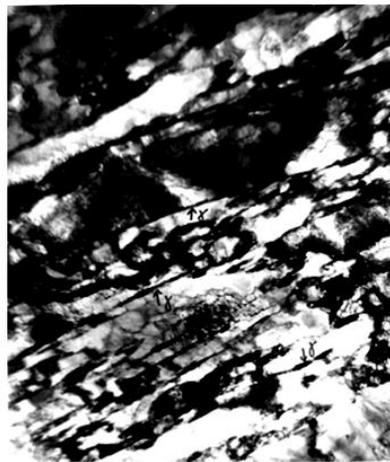
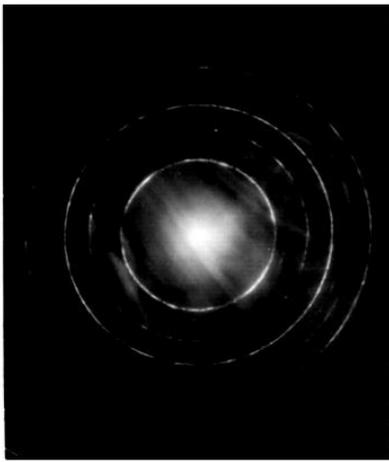
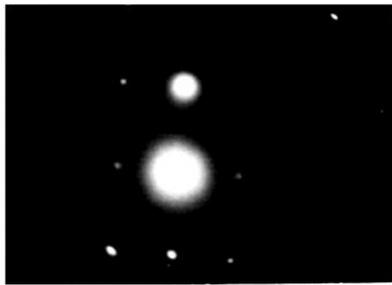


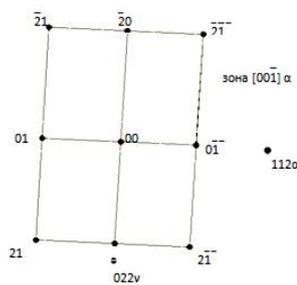
Рисунок 2.6 - Электронно-микроскопическое изображение микроструктуры стали 04Н9Х2А после закалки от 850°С – 1 час и отпуски 600°С -1 час:

а



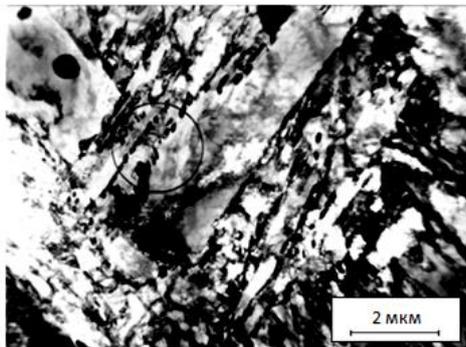
в

б

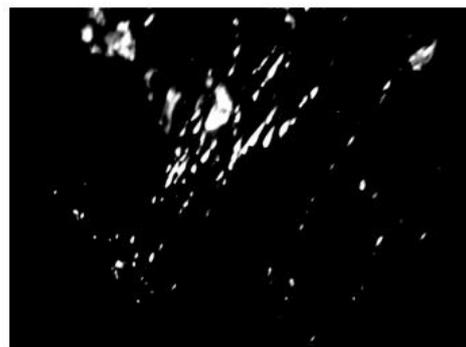


а – кольцевая электроннограмма (линии α и γ);

б – вид структуры; в – микродифракция и схема расшифровки.



а



б



в

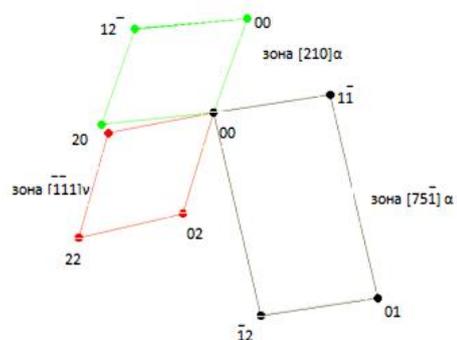
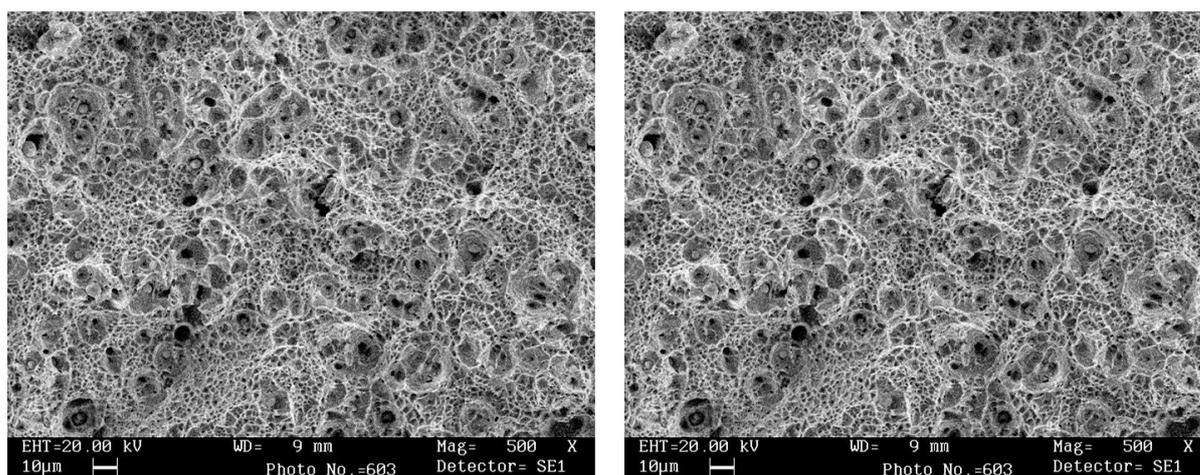


Рисунок 2.7- Электронно-микроскопическое изображение микроструктуры стали 04Н9Х2А после закалки от 850°С – 1 час и отпуски 600°С -1 час:а – вид структуры;б – темнопольное изображение в рефл. 022γ ;в – микродифракция и схема расшифровки.

С повышением температуры отпуска от 500 до 600°С у стали 04Н9Х2А, закаленной от 850 или 900°С с охлаждением в воде прочность снижается, а пластичность и ударная вязкость увеличиваются (таблица 2.3). Фрактографические исследования показали, что все образцы стали 04Н9Х2А после испытаний на растяжение и ударную вязкость имели вязкий характер разрушения (рисунок 2.8). Кроме ямок малого размера на поверхности изломов не наблюдали сколов или расслоений (участков хрупкого разрушения). Наблюдаемые округлые частицы в центре ямок являются оксидами кремния (SiO_2) и сульфидами марганца (Mn_2S).

По уровню прочности (σ_B и $\sigma_{0,2}$) азотосодержащая сталь 04Н9Х2А после указанной в таблице 2.3 режимов прокатки и термической обработки превосходит в 1,5-2 раза применяющуюся в криогенной технике сталь 0Н9, не содержащую азота [150].



а

б

Рисунок 2.8 - Вид изломов образцов стали 04Н9Х2А, испытанных на растяжение, после прокатки при 900°С (а) и закалки от 850°С + 550°С -1 час (б).

2.2. Структура и свойства экономнолегированных Cr-Mn-Ni-N- сталей с добавками меди

Значительное упрочнение при комнатной температуре при сохранении повышенной ударной вязкости при низких температурах может быть

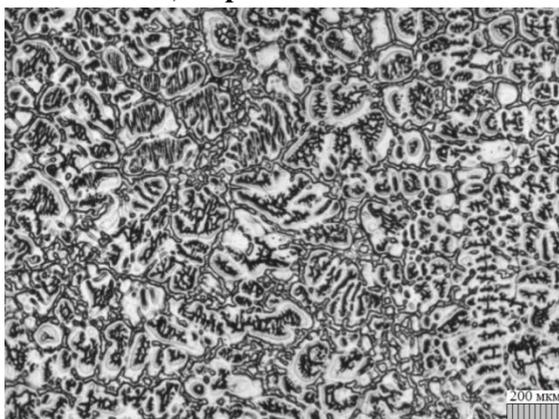
достигнуто у коррозионно-стойких азотосодержащих (0,25-0,35%) аустенитных Cr-Mn-Ni сталей за счет комбинированного легирования медью (2-4%), молибденом (0,8-1,0%) и ниобием (0,1-0,2%). Cu оказывает положительное влияние на коррозионные свойства [151] и на повышение стабильности аустенита Cr-Mn-стали в отношении образования мартенсита при пластической деформации и охлаждении до температуры жидкого азота. Cu по сравнению с Ni оказывает в 3 раза большее влияние на величину ЭДУ и как следствие на пластичность и вязкость. По данным [152] упрочнение сплавов Fe-Mn-Cu обеспечивается в результате распада при старении однородного после закалки аустенита на области, обогащенные и обедненные медью. Mo и Nb повышают температуру начала рекристаллизации. Nb образует дисперсные нитридные частицы CrNbN, которые блокируют зародыши рекристаллизации. Mo уменьшает диффузионную подвижность атомов в γ -твердом растворе, измельчая зерно, может приводить к повышению прочности и вязкости стали при низких температурах. С учетом отмеченного влияния Cu, Mo и Nb в [153] исследовали стали типа X19Г10Н6МА с различным содержанием меди, химический состав которых приведен в таблице 2.5.

Таблица 2.5 – Химический состав экспериментальных сталей, мас. %.

Сталь	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	Al	N	Nb
1А	0,096	0,232	10,12	0,011	<0,005	18,72	1,681	6,129	0,014	<0,005	0,311	0,09
2А	0,092	0,198	10,10	0,014	<0,005	19,20	1,689	6,001	2,048	<0,005	0,354	0,10
3А	0,078	0,210	10,05	0,014	<0,005	18,85	1,651	5,850	1,950	<0,005	0,362	0,11
4А	0,090	0,240	10,38	0,015	<0,005	19,19	1,423	5,901	4,565	0,0066	0,370	0,11

Стали выплавляли в вакуумной индукционной печи на чистой шихте с разливкой в цилиндрическую изложницу. Масса каждого слитка составляла 9,3 кг. Исследование макроструктуры сталей в литом состоянии в горизонтальном и вертикальном сечениях слитка показало, что в целом слитки были плотными, имели дендритное строение (рисунки 2.9 и 2.10).

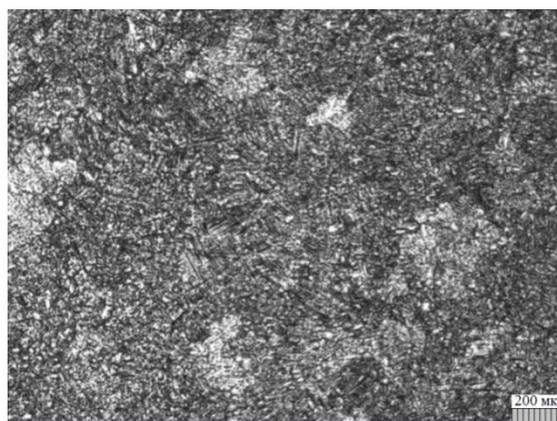
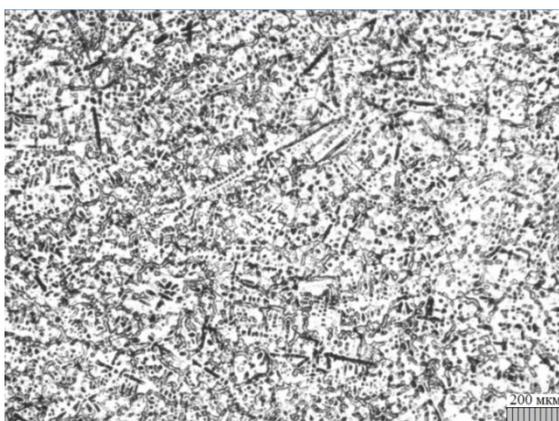
Центральный слой



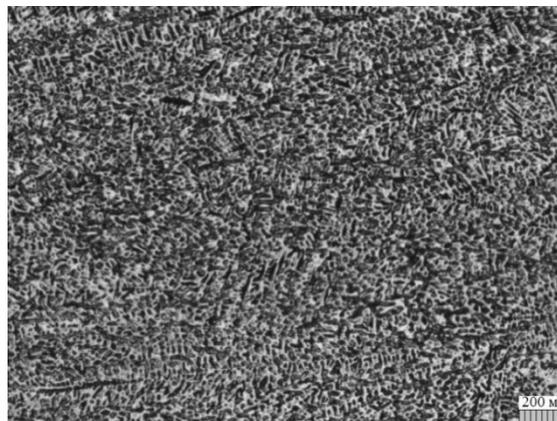
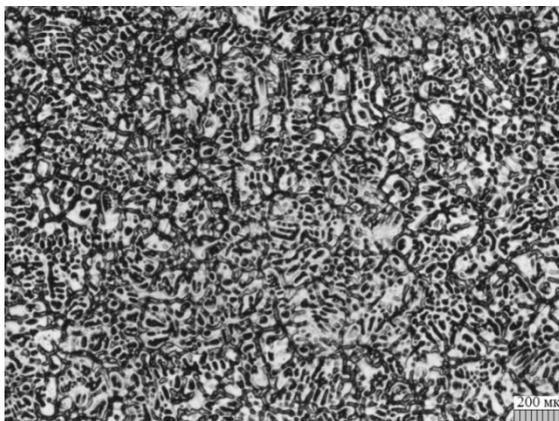
Приповерхностный слой



Сталь 1А



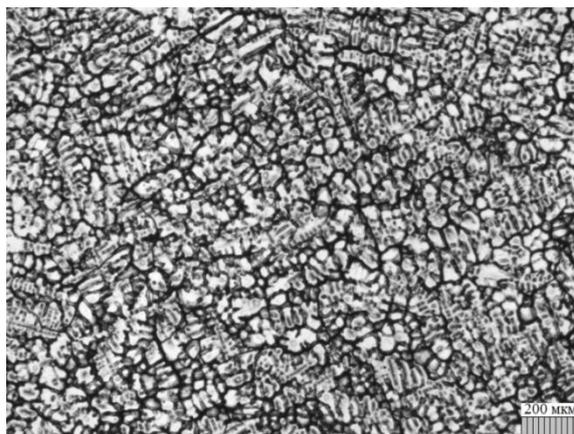
Сталь 2А



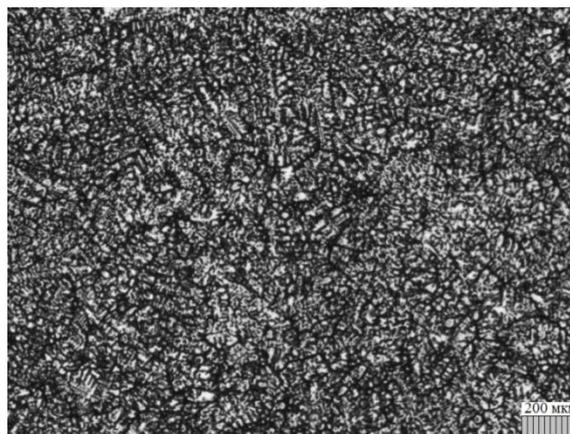
Сталь 3А

Рисунок 2.9 – Микроструктура экспериментальных сталей 1А–3А в горизонтальном сечении слитка в центральных и приповерхностных слоях.

Центральный слой



Приповерхностный слой



Сталь 4А

Рисунок 2.10 – Микроструктура экспериментальных сталей 1А-4А в горизонтальном сечении слитка в центральных и приповерхностных слоях.

По металлографическим снимкам определена величина дендритного параметра на четырех участках: в центре и на расстоянии 10 мм, 20 мм и 30 мм от центра (приповерхностный слой), а по нему оценена скорость охлаждения при затвердевании (таблица 2.6).

Таблица 2.6 – Дендритный параметр и скорость охлаждения экспериментальных сталей.

Сталь	Дендритный параметр, мкм				Скорость охлаждения, °C/c			
	Центральный слой	10 мм от центра	30 мм от центра	Приповерхностный слой	Центральный слой	10 мм от центра	30 мм от центра	Приповерхностный слой
3А	45±5	36±3	26±2	23±3	30	55	115	150
4А	40±4	34±2	26±2	21±2	45	60	115	180

Оценку скорости охлаждения от величины междендритного расстояния проводили по предложенной В. И. Добаткиным зависимости:

$$d = A \cdot V_{\text{охл}}^{-n}, \quad (1)$$

где d – величина дендритного параметра – расстояние между осями второго порядка, мкм; $V_{\text{охл}}$ – скорость охлаждения слитка, °C/c; $A = 220$ [мкм · с⁻ⁿ · К⁻ⁿ], $n = 0,45$ (для сталей).

Все стали в литом состоянии были немагнитными, то есть имели аустенитную структуру, скорость охлаждения слитков более $20^{\circ}\text{C}/\text{с}$ оказалась достаточной для предотвращения существенного выделения нитридов и повышения и сохранения M_n ниже комнатной температуры.

Скорости охлаждения несущественно влияли на уровни твердости в центральной части слитков каждой стали (рисунок 2.11). Увеличение твердости во всех случаях наблюдалось лишь в приповерхностных слоях слитков, где скорость охлаждения была заметно выше.

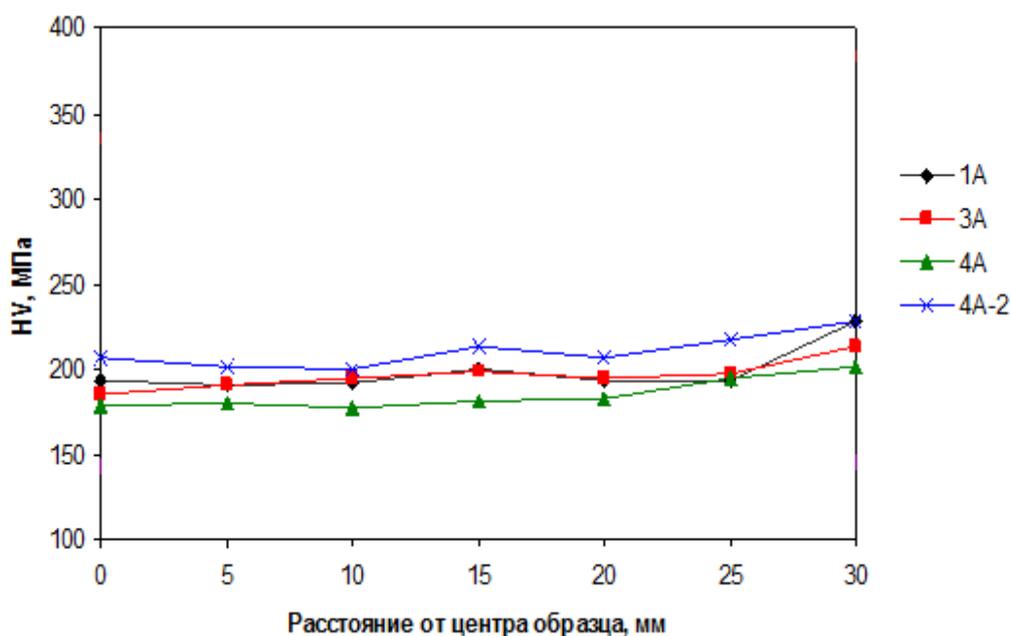


Рисунок 2.11 – Распределение твердости по горизонтальному сечению слитков экспериментальных сталей.

Для определения температурно-концентрационных областей существования различных фаз рассчитаны и построены фазовые диаграммы. Политермические сечения диаграмм состояния сталей системы Fe-Cr-Ni-Mn-Si-Al-Mo-C-N были рассчитаны при переменном содержании изучаемого элемента и при постоянном содержании остальных легирующих элементов. Сечения построены в программе Thermo-Calc на основе термодинамической базы TCFe6. Расчет в программе Thermo-Calc осуществлялся CALPHAD-методом.

На рисунке 2.12 представлена диаграмма стали 1А. Вертикальная линия – это фактическое содержание азота 0,311 %. Критическая концентрация азота для этой стали равна 0,49 %. Из рисунка 2.12 видно, что при содержании азота 0,311 % равновесная кристаллизация этой стали идет с выделением δ -фазы по схеме $L \rightarrow L+\delta \rightarrow L+\delta+\gamma \rightarrow \delta+\gamma$ с наличием большой двухфазной области $\delta+\gamma$ от $T_{\text{сол}}$ до 1250°C . Кристаллизация с выделением газовой фазы начинается при содержаниях азота больше 0,4. Чистая область γ существует при температурах $1250 - 1150^\circ\text{C}$.

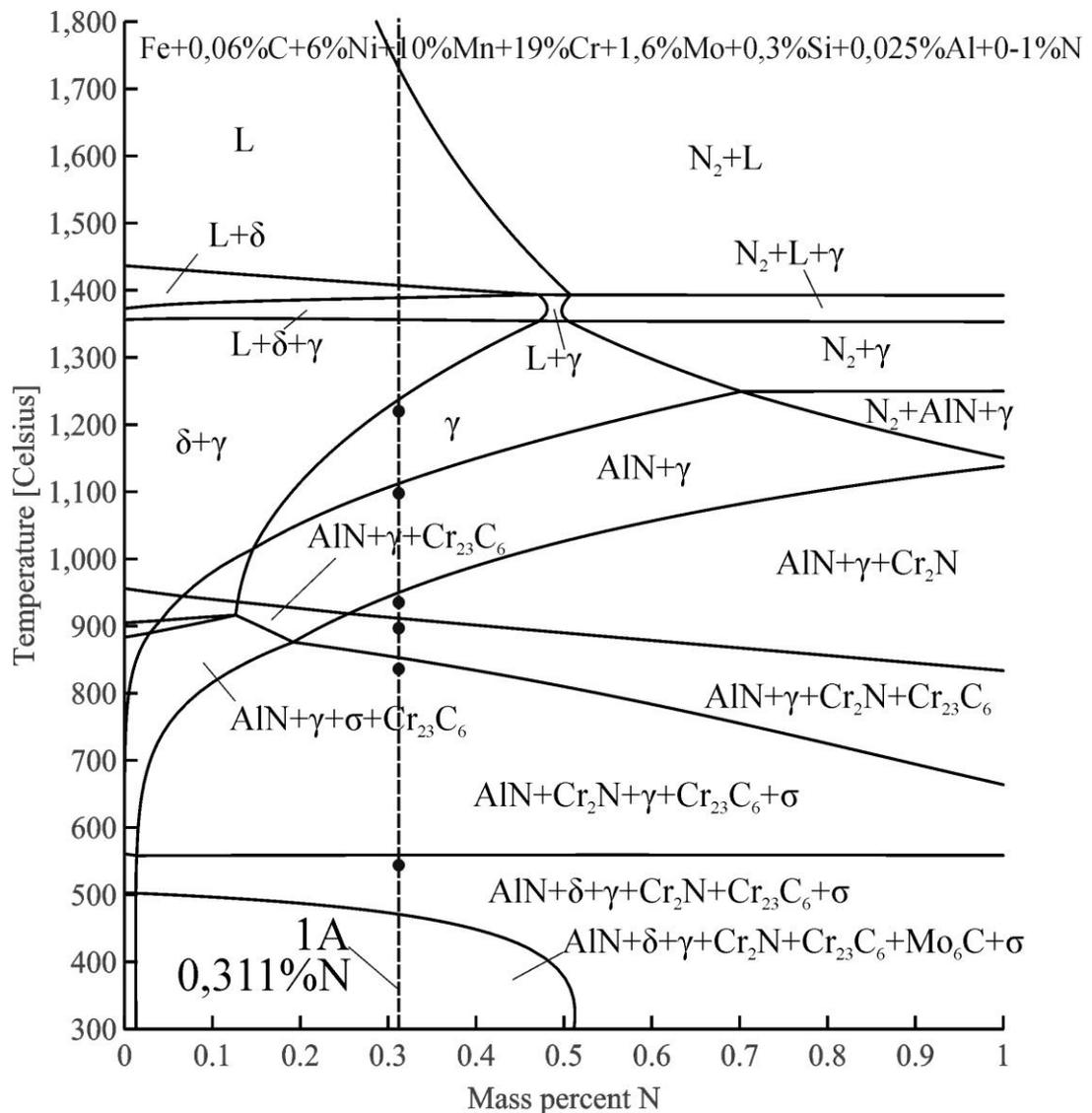


Рисунок 2.12 – Политермическое сечение диаграммы состояния системы Fe-C-Cr-Ni-Mn-Si-Al-Mo-N при постоянном содержании легирующих элементов, соответствующем стали 1А.

На рисунке 2.13 представлена диаграмма сталей 2А и 3А. Вертикальные линии – это фактические содержания азота 0,354% для стали 2А и 0,362% для стали 3А. Критическая концентрация азота для обеих сталей равна 0,38%. Из рисунка 2.13 видно, что при полученных содержаниях азота равновесная кристаллизация обеих сталей идет с выделением γ -фазы по схеме $L \rightarrow L + \gamma \rightarrow \gamma$, то есть из жидкого расплава сразу образуется γ -фаза, которая существует в области температур от $T_{\text{сол}}$ до 1108°C.

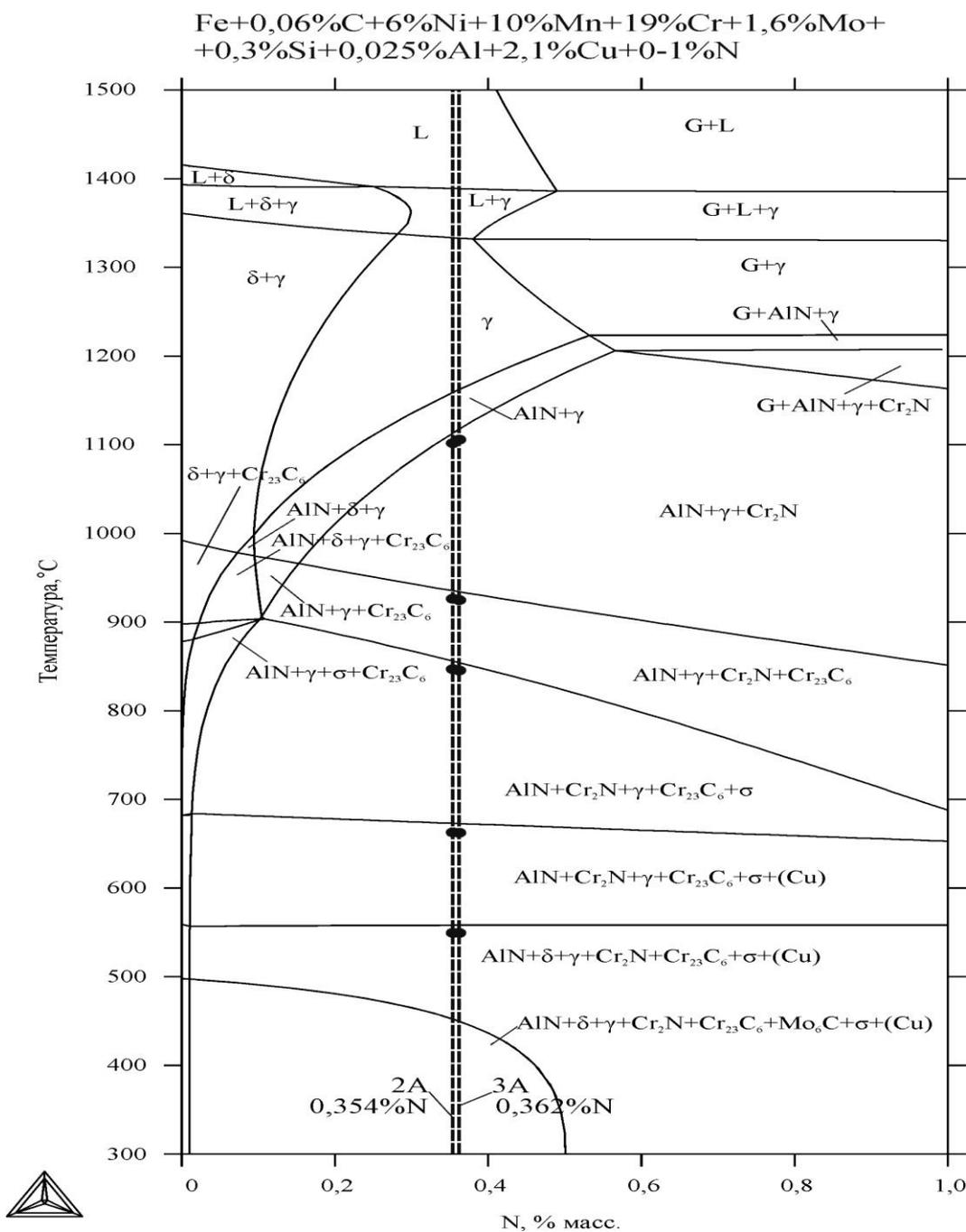


Рисунок 2.13 – Политермическое сечение диаграммы состояния системы Fe-C-Cr-Ni-Mn-Si-Al-Mo-N при постоянном содержании легирующих элементов, соответствующем сталям 2А и 3А.

На рисунке 2.14 представлена диаграмма сталей 4А и 4А-2, отличающихся содержанием азота. Вертикальные линии – это фактические содержания азота 0,212% для стали 4А-2 и 0,370% для стали 4А. Критическая концентрация азота для обеих сталей равна 0,24%. Из рисунка 2.14 видно, что равновесная кристаллизация стали 4А-2 идет с выделением γ -фазы по схеме $L \rightarrow L + \gamma \rightarrow \gamma$, то есть из жидкого расплава образуется γ -фаза, которая существует в области температур от $T_{\text{сол}}$ до 1200°C. Ниже этой температуры выделяется Cr_2N . Равновесная кристаллизация стали 4А в соответствии с диаграммой идет с выделением газовой фазы по схеме $L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \text{N}_2 + \gamma \rightarrow \text{N}_2 + \gamma$, ниже 1250°C из твердого раствора γ выделяется Cr_2N .

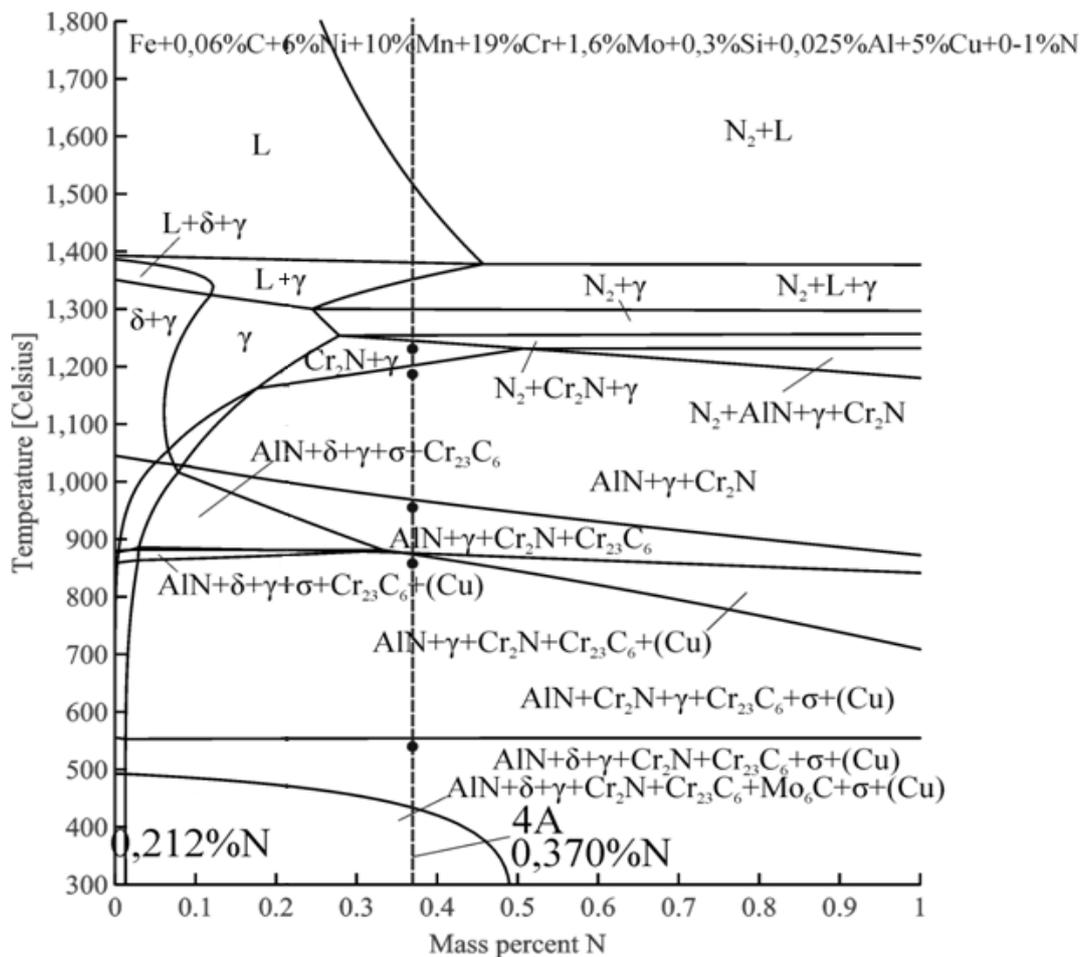


Рисунок 2.14 – Политермическое сечение диаграммы состояния системы Fe-C-Cr-Ni-Mn-Si-Al-Mo-N при постоянном содержании легирующих элементов, соответствующем сталям 4А.

Фактически слиток был плотным, что связано с неравновесной кристаллизацией и достаточно большой скоростью охлаждения при массе металла 9,5кг. Однако для такого состава сложно получить аустенитную структуру без избыточных высокотемпературных, а следовательно и крупных нитридов.

С учетом возможного образования фаз в исследованных сталях выбраны режимы термической и термомеханической обработки экспериментальных сталей. Для исключения образования крупных первичных нитридов и карбидов все виды высокотемпературных обработок (гомогенизации,ковки, прокатки, закалки – обработки на твердый раствор) проводили в однофазной аустенитной области (таблица 2.7).

Таблица 2.7 – Температурный интервал γ -области.

Сталь	Границы γ -области, T °C	
	T _{макс}	T _{мин}
1А	1230	1106
2А	T _{сол}	1150
3А	T _{сол}	1150
4А	T _{сол}	1260

При обработке коррозионно-стойких аустенитных сталей криогенного назначения скорости охлаждения должны быть достаточными для исключения выделения избыточных фаз. Это особенно важно для заключительных стадий обработок.

На основании оценок температурно-концентрационных областей для экспериментальных сталей рекомендовали следующие температуры высокотемпературных обработок (таблица 2.8). Построенные фазовые диаграммы использовали для назначения режимов горячей обработки образцов экспериментальных сталей. Скорости кристаллизации и охлаждения ≥ 20 К/с была достаточной для получения однородной, достаточно дисперсной дендритной структуры, предотвращения выделения

избыточных фаз и сохранения аустенита в литом состоянии в сталях 1А, 2А, 3А, 4А, что позволяет получить немагнитную сталь и благоприятно влияет на механические свойства и сопротивление коррозии.

Таблица 2.8 – Рекомендованные температуры высокотемпературных обработок экспериментальных сталей, °С.

Сталь	Гомогенизационный отжиг	Ковка	Горячая прокатка*	Закалка (обработка на твердый раствор)
1А	1200–1150	1200–950	1150–1080	1080–1100
2А	1200–1150	1200–1100	1150–1100	1100–1120
3А	1200–1150	1200–1100	1150–1100	1100–1120
4А	1250	1250–1150	1200–1150	1200–1220

* – в схеме ВТМО нижняя граница – это температура конца прокатки $T_{кп}$;

Сталь с высоким содержанием меди 4А имеет весьма высокие температуры выделения нитридов и карбидов и нетехнологична.

Слиток стали 4А с высоким содержанием меди при ковке разрушился, из-за наличия внутренних дефектов – несплошностей (пор, раковин, пузырей) в результате избыточного содержания азота и высокого содержания меди, приведшей к сильной ликвации.

Прокатку осуществляли на лабораторном стане ДУО-300 от толщины 26 мм до 13, 8, 6 и 4 мм соответственно за 6-3 прохода со степенями обжатия в последних проходах 25 – 35% с промежуточными подогревами и заключительным резким охлаждением в воде (таблица 2.9). Прокатанные листы не имели явных трещин и были использованы для дальнейших исследований.

Таблица 2.9 – Заданный температурный интервал обработок экспериментальных сталей, °С

Сталь	Ковка, Т°С	Прокатка, Т°С
1А	1200–950	1150–1080
2А, 3А, 4А	1200–1100	1150–1100

Изучение физических свойств и фазовых превращений, определение критических точек – температур превращений проводили на дилатометре

DIL 805 A/D, на образцах размером $\varnothing 5 \times 10$ мм, изготовленных из горячекатаных листов толщиной 6 мм, проведено 2 цикла нагрева–охлаждения. Первый цикл: нагрев от комнатной температуры со скоростью $1^\circ\text{C}/\text{с}$ до температуры 1200°C , выдержка 1 мин, охлаждение со скоростью $1^\circ\text{C}/\text{с}$ до температуры 90°C (за исключением первого цикла охлаждения стали 1А: скорость нагрева $10^\circ\text{C}/\text{с}$). Далее – выдержка 1 мин и второй цикл по тому же режиму.

Все дилатограммы отражают практически линейное изменение длины образцов с изменением температуры.

Данные по коэффициенту линейного расширения представлены в таблице 2.10.

Таблица 2.10 – Коэффициент линейного термического расширения экспериментальных сталей в интервале температур $100\text{--}1200^\circ\text{C}$.

Сталь	Коэффициент линейного термического расширения α , 10^{-6} K^{-1}		
	1 цикл	2 цикл	среднее
1А	37,1*	35,9	$36,5 \pm 0,5$
2А	36,2	36,6	$36,4 \pm 0,5$

* – для стали 1А определено для этапа нагрева, так как при охлаждении имел место сбой записи дилатограммы.

Коэффициенты термического расширения α для исследуемых сталей близки и соответствует по порядку величин обычным значениям, а его независимость от легированности сталей указывает на практическое отсутствие пор в объеме металла.

Результаты рентгеноструктурного анализа образцов литых сталей представлены в таблице 2.11. Видно, что экспериментальные стали 1А, 2А, 3А, в литом состоянии имеют полностью аустенитную структуру. Избыточные фазы при охлаждении со скоростями $\geq 20 \text{ K}/\text{с}$ выделяются в весьма малом, рентгенографическинеобнаруживаемом количестве. Для стали 4А такие условия недостаточны, что сильно ограничивает ее пригодность в качестве криогенного материала.

Таблица 2.11 – Результаты рентгеноструктурного анализа экспериментальных сталей в литом состоянии.

Сталей	Период решетки a , Å	Фазовый состав*, %	
1А	3.613	γ	100
2А	3.620	γ	100
3А	3.616	γ	100

* – в сталях 1А, 2А, 3А, обнаружены только линии аустенита.

Рентгенограммы и результаты их обработок для образцов горячекатаных сталей приведены в таблице 2.12.

Таблица 2.12 – Результаты рентгеноструктурного анализа горячекатаных экспериментальных сталей (лист толщиной 4 мм).

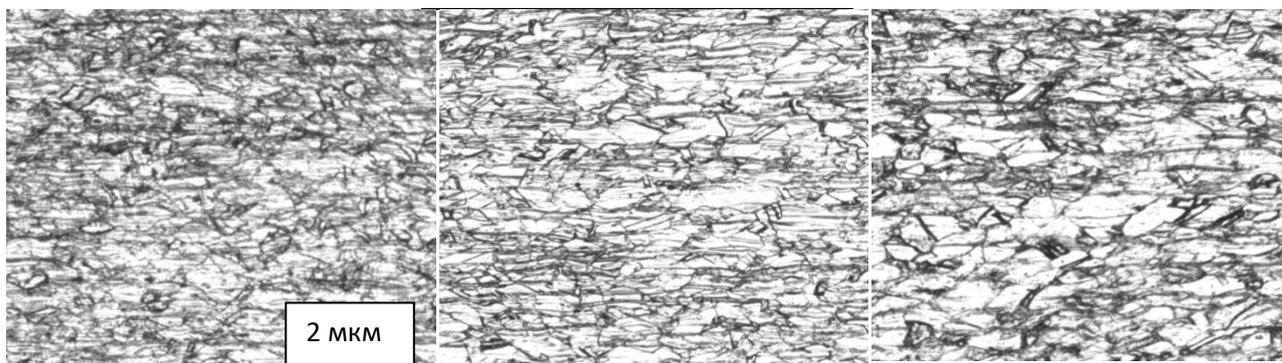
Сталь	Линия	$2\theta_{\text{ц.т.}}$, град	I_{int} , имп./с·град	β , град	P	a_{γ} , Å
1А	111	50,746 ±0,001	6054,5 ±15	0,329 ±0,001	1,9	3,6162 ±0,0005
	200	59,205 ±0,001	2587,5 ±1,1	0,428 ±0,002	1,5	
	220	88,829 ±0,001	142,8 ±6,2	0,524 ±0,026	0,2	
	311	110,232 ±0,002	1150,1 ±1,1	0,729 ±0,01	0,9	
	222	118,118 ±0,003	706,1 ±8,9	0,617 ±0,011		
2А	111	50,735 ±0,001	4746,0 ±13,6	0,323 ±0,001	1,4	3,6216 ±0,0005
	200	59,195 ±0,001	2486,1 ±10,9	0,409 ±0,002	1,4	
	220	88,73 ±0,006	155,8 ±6,4	0,516 ±0,024	0,2	
	311	110,044 ±0,002	1198 ±1,2	0,677 ±0,008	1,0	
	222	117,872 ±0,003	567,0 ±8,7	0,556 ±0,011		
3А	111	50,690 ±0,001	4545,5 ±13,5	0,357 ±0,001	1,4	3,629 ±0,0005
	200	59,089 ±0,001	2292,3 ±11,2	0,494 ±0,003	1,3	
	220	88,546 ±0,006	211,1 ±8,3	0,638 ±0,026	0,2	
	311	109,727 ±0,003	1129,7 ±0,7	0,856 ±0,011	0,9	
	222	117,551 ±0,004	529,6 ±8,6	0,698 ±0,015		

После горячей прокатки экспериментальных сталей в температурном интервале существования γ -твердого раствора, с температурой конца прокатки больше или равной расчетной температуре начала выделения нитридов, охлаждением в воде удастся зафиксировать полностью нераспавшийся аустенит. α -фаза не обнаруживается, периоды решетки

a_γ хорошо коррелирует с различиями составов разных сталей. Для группы сталей 1А, 2А, 3А период a_γ возрастает с ростом содержания азота и меди практически пропорционально. Сравнение ширины рентгеновских линий В и полюсной плотности Р для исследуемых сталей показывает, что качественно при горячей деформации во всех сталях формируется однотипная текстура и сохраняется наклеп, но количественно процессы и результаты различаются.

Исследование на наличие ферритной фазы магнитометрически, с помощью ферритометра МВП-2М показали, что после горячей прокатки при комнатной температуре стали 1А–3А были немагнитными.

При металлографическом исследовании образцов стали 3А в горячекатаном состоянии из листов толщиной 4 мм выявлено небольшое количество дисперсных (~ 200 нм) частиц Cr_2N анизотропия формы аустенитных зерен, их вытянутость в направлении прокатки, то есть полной рекристаллизации не происходило ни в одной из сталей (рисунок 2.15).



Сталь 1А х масштаб

Сталь 2А х ?

Сталь 3А х ?

Рисунок 2.15 – Структура экспериментальных сталей 1А–3А в плоскости перпендикулярной плоскости прокатки и параллельно направлению прокатки.

Испытание на ударный изгиб сталей в горячекатаном состоянии проведенное с использованием маятникового копра марки «RoellAmsler» показали, что стали 1А, 2А имеют высокую ударную вязкость при +20, -100 и -196°С (таблица 2.13).

Испытание на горячее сжатие проводили на образцах цилиндрической формы Ø5 х 10 мм. Изготовленных из листов толщиной 6 мм сталей 1А.

Скорости деформации составляли 0,1 и 1 с⁻¹. Температуры нагрева под деформацию составляли 1080°C.

Таблица 2.13 – Механические свойства экспериментальных сталей (1А–2А листы толщиной 8 мм)

Сталь	T _{исп} , °C	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %	KCU, МДж/м ²
1А	20	916	691	32,8	61,9	2,92
	-100					2,25
	-196					1,56
2А	20	949	730	27,3	55,9	2,52
	-100					2,02
	-196					1,34

Диаграммы деформации имеют обычный вид, уровни сопротивления горячей деформации (таблица 2.14) близки. Образцы экспериментальных сталей после горячего сжатия, как и после горячей прокатки были немагнитными.

Таблица 2.14 – Параметры диаграмм горячей деформации сталей 1А.

Сталь	T, °C	$\dot{\epsilon}$, с ⁻¹	ϵ_{\max}	σ_{\max} , МПа
1А	1080	0,1	0,18	185
		1,0	0,30	240

Где σ_{\max} , ϵ_{\max} – максимальное напряжение и соответствующая ему степень деформации.

Полученные значения σ_{\max} могут быть использованы при разработке технологии и выбора оборудования ОМД.

2.3. Влияние легирования на предельную растворимость азота в коррозионно-стойких низкоуглеродистых сплавах Fe-Cr-Mn-Ni-N

Растворимость азота при затвердевании Fe-Cr-Mn-Ni-N сплавов при атмосферном давлении над расплавом зависит от химического состава сплава. Увеличение концентрации хрома при постоянном содержании никеля в сплаве повышает растворимость азота. В противоположность хрому,

марганцу, молибдену и ванадию, никель снижает растворимость азота [154, 155]. В связи с этим, приобретает первостепенное значение знание предельной растворимости азота в сплавах. Особую важность это имеет в Fe-Cr-Mn-Ni-Mo-сплавах, которые находят широкое практическое применение. Использование этих данных позволяет устанавливать концентрационные интервалы, определяющие фазовый состав указанных сплавов.

В настоящей работе приведены расчёты предельной растворимости азота в сплавах системы Fe-Cr-Mn-Ni-Mo. Предел растворимости азота в аустенитных сплавах, содержащих хром, углерод, молибден, ванадий, никель, кремний и марганец, рассчитывали по уравнению Вагнера (7) [156]:

$$\lg[N] = \lg[N]_{Fe} - \sum_{i=3}^n e_N^R \cdot [R] - \frac{1}{2} \sum_{i=3}^n r_N^R \cdot [R]^2 + \frac{1}{2} \lg P_{N_2} \quad (7)$$

с использованием следующих значений параметра взаимодействия первого и второго порядков [157]:

$$\begin{aligned} e_N^{Cr} [Cr] &= -0,048; e_N^C [C] = +0,118; e_N^{Mo} [Mo] = -0,013; e_N^{Si} [Si] = +0,043; \\ e_N^{Ni} [Ni] &= +0,011; e_N^{Mn} [Mn] = -0,024; e_N^V [V] = -0,098; e_N^N = 0,13; \\ r_N^{Cr} &= 3,5 \cdot 10^{-4}; r_N^{Mn} = 3,2 \cdot 10^{-5}; r_N^{Ni} = 3,5 \cdot 10^{-5}; r_N^{Mo} = 7,9 \cdot 10^{-5}. \end{aligned}$$

Параметры взаимодействия, предложенные Фойхтингером рассчитаны для температуры 1600°C, тогда как содержание азота в твердом металле определяется условиями разливки и кристаллизации металла. Поскольку для большинства высокохромистых сплавов растворимость азота с понижением температуры расплава возрастает, азот вводят в металл при температуре, которая на ~100°C выше температуры ликвидус. Температурную зависимость растворимости азота характеризует уравнение Чипмана-Корригана (8) [158].

$$\lg[N] = -\frac{188}{T} - \left(\frac{3280}{T} - 0,75 \right) \cdot \sum_{i=3}^n e_N^R \cdot [R] \quad (8)$$

С использованием расчетных данных по предельной растворимости азота (таблица 2.15) построены зависимости максимальной концентрации азота от

содержания хрома в интервалах 13 - 30% , марганца 1 - 21% , никеля 1 - 15% в сплавах железа, содержащих 0,02% С и 1% Мо (рисунок 2.16 и 2.17).

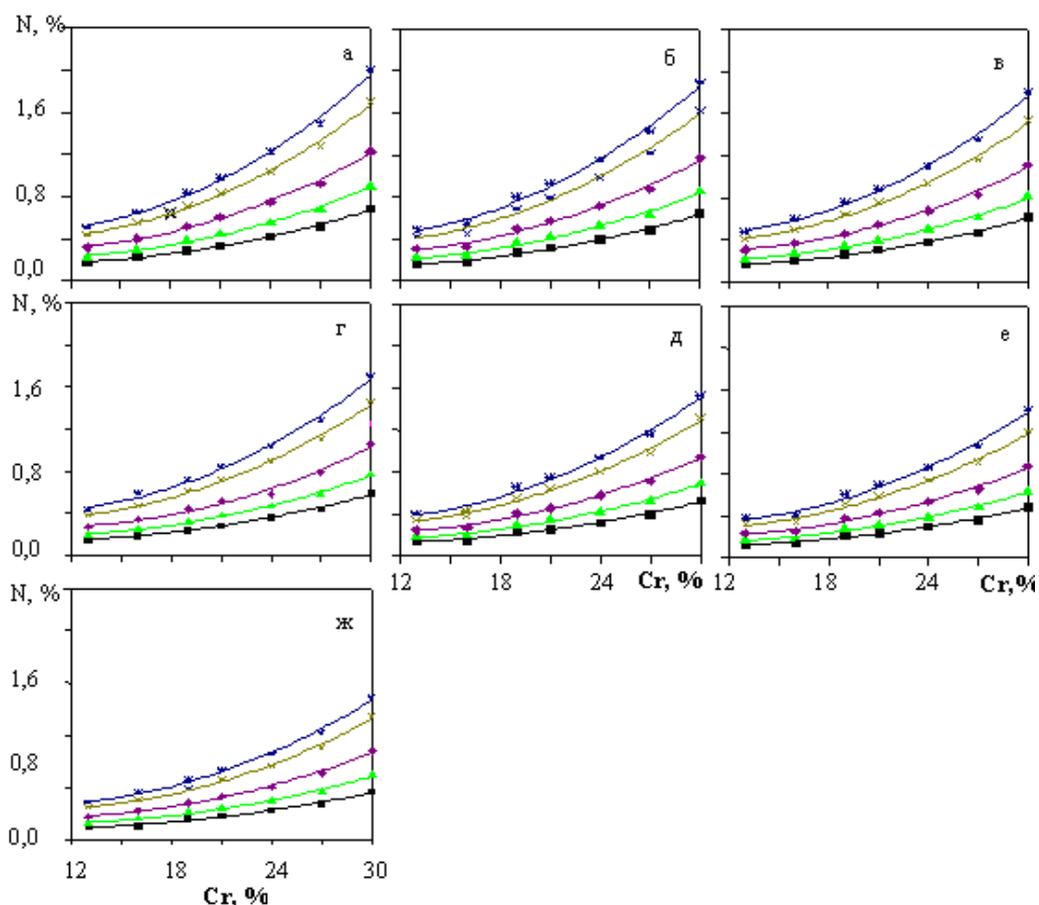


Рисунок 2.16- Влияние хрома на растворимость азота при кристаллизации Cr-Mn-Ni-Mo сплавов (при 1% Мо, 0,02%С) легированных никелем в количествах (мас.%)
а - 1%, б - 3%, в - 5%, г - 7%, д - 10%, е - 13%, ж - 15% и с содержанием марганца (мас.%):
■ - 1, ▲ - 6, ◆ - 12, × - 18, * - 21

Эти зависимости показывают возможности легирования сплава с целью разработки высокопрочных немагнитных коррозионностойких сплавов. При расчете содержания азота, не приводящего к образованию пузырей и пористости кристаллизационного характера, следует ввести коэффициент композиционной устойчивости азота, равный 0,78 предела растворимости.

Как видно из рисунка 2.16, при отдельном и совместном увеличении содержания хрома и марганца растворимость азота в Мо увеличивается. Влияние хрома примерно в три раза больше, чем влияние марганца. При этом никель оказывает противоположное хром и марганцу влияние, снижая растворимость азота.

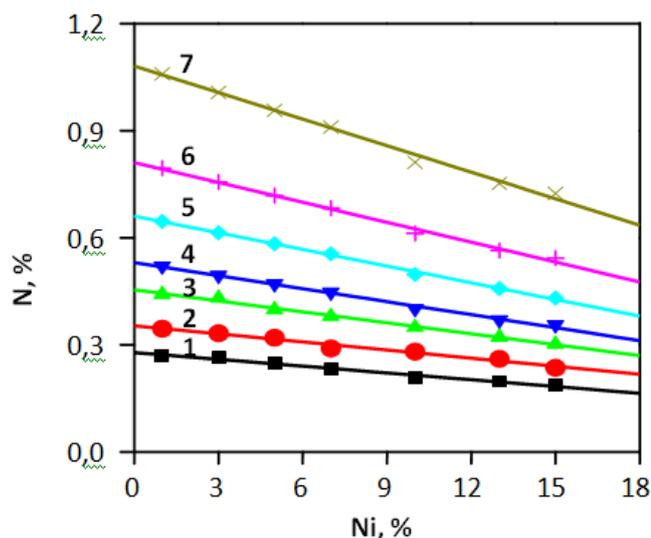


Рисунок 2.17 - Влияние никеля на предельную растворимость азота в сплавах Fe-Cr-9%Mn-Ni-1%Mo-0,02%C при содержании хрома: 1 – 13%; 2 – 16%; 3 – 19%; 4 – 21%; 5 – 24%; 6 – 27%; 7 – 30%.

Влияние никеля на растворимость азота иллюстрируется также рисунком 2.17 в расплавах Fe-Cr-Mn-Ni-N.

С увеличением содержания никеля растворимость азота в сплавах, указанных на рисунке 2.17 линейно снижается: $\%N = A + B \cdot \%Ni$. Зависимость коэффициентов А и В для указанных сплавов представлена на рисунке 2.18. Коэффициент А характеризует предельную растворимость азота в сплавах 0X(13-30)АГ9НМ1 при отсутствии в их составе никеля ($\%Ni = 0$), коэффициент В характеризует угол наклона прямой к оси абсцисс.

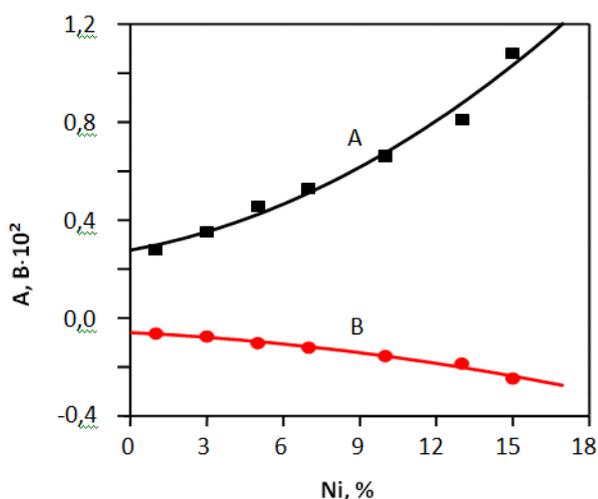


Рисунок 2.18 - Влияние никеля на величину коэффициентов А и В в уравнении $\%N = A + B(\%Ni)$ для сплава 0X(13-30)АГ9НМ1, характеризующем растворимость азота в зависимости от содержания никеля.

С увеличением концентрации никеля коэффициент А резко возрастает; коэффициент В, имеющий отрицательные значения, изменяется менее значительно. Влияние хрома на растворимость азота при постоянном содержании никеля и марганца в сплаве Fe-Cr-Mn-Ni-N можно описать формулой (9):

$$\%N = A_0 + A_1(\%Cr) + A_2(\%Cr)^2 \quad (9)$$

В таблице 2.15 приведены коэффициенты A_i , входящие в эту формулу для сплавов Fe-Cr-Mn-1%Ni-N, содержащих 12-30%Cr и 1-21%Mn (рисунок 2.16).

Таблица 2.15 - Коэффициенты формулы $\%N = A_0 + A_1(\%Cr) + A_2(\%Cr)^2$, описывающей влияние хрома на растворимость азота для сплавов Fe-Cr-Mn-1%NiN, содержащих 12-30%Cr (рисунок 2.22 а).

Коэффициент	Содержание марганца, %							
	1	3	6	9	12	15	18	21
A_0	0,258	0,272	0,338	0,395	0,461	0,545	0,653	0,744
A_1	-0,0209	-0,0216	-0,0274	-0,0320	-0,0374	-0,0441	-0,0532	-0,0603
A_2	0,00115	0,00124	0,00152	0,00178	0,00207	0,00245	0,00289	0,00335

Зависимость коэффициентов A_i в графическом представлении изображена на рисунке 2.19.

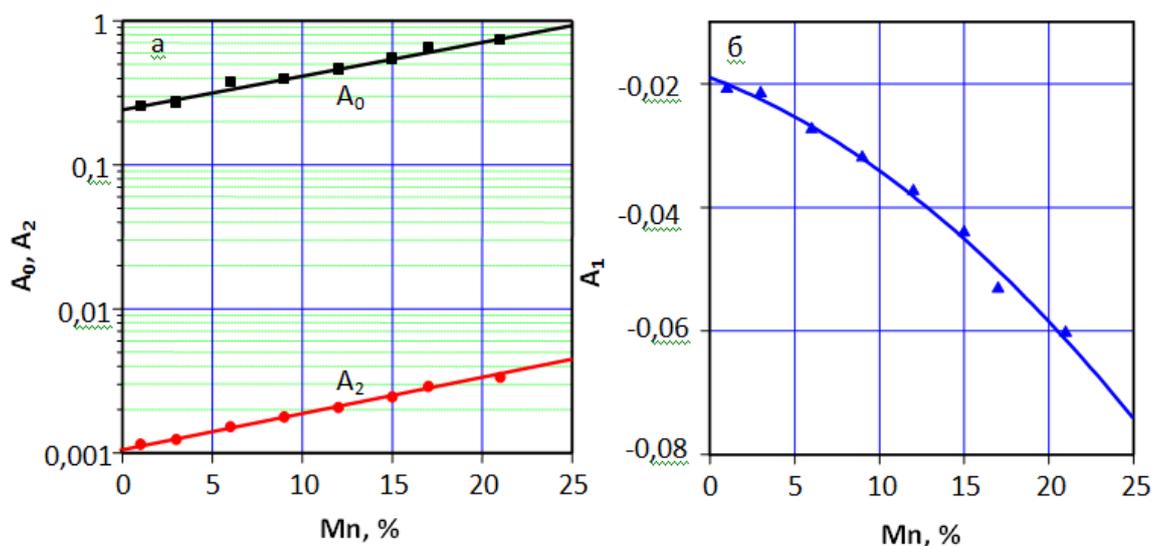


Рисунок 2.19 - Зависимость коэффициентов A_i от содержания марганца в сплавах Fe-Cr-Mn-1%Ni-N.

Коэффициент A_0 представляет собой концентрацию азота в сплаве, содержащем 12% Cr. Коэффициенты A_1 и A_2 определяют форму кривой, описывающей растворимость азота в сплавах при увеличении содержания хрома вплоть до 30%, при указанных в таблице 2.16 содержаниях марганца и 1 % Ni.

Таблица 2.16 – Влияние хрома, марганца и никеля (вес. %) на растворимость азота при кристаллизации Cr- Mn- Ni сплавов, содержащих 0,02% C и 1% Mo [159].

Ni, %	Cr, %	Mn, %							
		1	3	6	9	12	15	18	21
1	13	0,174	0,194	0,229	0,270	0,313	0,370	0,434	0,507
	16	0,222	0,248	0,292	0,345	0,400	0,473	0,554	0,648
	19	0,284	0,317	0,374	0,442	0,512	0,605	0,709	0,832
	21	0,334	0,373	0,441	0,520	0,603	0,713	0,835	0,977
	24	0,415	0,463	0,547	0,646	0,749	0,885	1,031	1,213
	27	0,511	0,571	0,674	0,795	0,922	1,089	1,276	1,494
	30	0,681	0,754	0,898	1,059	1,229	1,452	1,701	1,991
3	13	0,169	0,189	0,223	0,263	0,305	0,361	0,423	0,495
	16	0,182	0,235	0,278	0,328	0,383	0,450	0,527	0,616
	19	0,277	0,309	0,365	0,431	0,500	0,590	0,691	0,809
	21	0,318	0,355	0,419	0,494	0,574	0,678	0,794	0,929
	24	0,394	0,441	0,520	0,614	0,712	0,841	0,985	1,149
	27	0,487	0,542	0,640	0,756	0,877	1,036	1,213	1,420
	30	0,647	0,723	0,853	1,007	1,168	1,373	1,617	1,892
5	13	0,161	0,180	0,212	0,250	0,304	0,343	0,402	0,470
	16	0,206	0,230	0,271	0,320	0,371	0,438	0,514	0,601
	19	0,257	0,286	0,338	0,399	0,463	0,547	0,641	0,750
	21	0,302	0,337	0,398	0,470	0,545	0,644	0,755	0,883
	24	0,375	0,419	0,494	0,583	0,678	0,799	0,937	1,096
	27	0,462	0,516	0,609	0,718	0,833	0,984	1,153	1,350
	30	0,615	0,687	0,811	0,957	1,110	1,312	1,537	1,808

Ni, %	Cr, %	Mn, %							
		1	3	6	9	12	15	18	21
7	13	0,149	0,167	0,197	0,232	0,269	0,318	0,373	0,436
	16	0,190	0,213	0,251	0,296	0,344	0,406	0,476	0,557
	19	0,244	0,272	0,322	0,380	0,440	0,520	0,609	0,713
	21	0,287	0,321	0,379	0,447	0,518	0,612	0,716	0,840
	24	0,356	0,398	0,470	0,555	0,587	0,716	0,890	1,042
	27	0,439	0,490	0,579	0,683	0,792	0,930	1,096	1,283
	30	0,585	0,653	0,771	0,910	1,056	1,247	1,461	1,710
10	13	0,137	0,153	0,181	0,208	0,247	0,292	0,342	0,401
	16	0,167	0,187	0,220	0,260	0,321	0,356	0,417	0,488
	19	0,224	0,250	0,294	0,349	0,405	0,479	0,560	0,655
	21	0,257	0,287	0,339	0,401	0,454	0,549	0,643	0,753
	24	0,319	0,353	0,422	0,497	0,577	0,681	0,798	0,934
	27	0,393	0,439	0,519	0,612	0,710	0,839	0,983	1,150
	30	0,524	0,586	0,691	0,811	0,947	1,118	1,310	1,533
13	13	0,126	0,141	0,167	0,197	0,228	0,269	0,316	0,369
	16	0,161	0,180	0,213	0,251	0,293	0,344	0,403	0,472
	19	0,207	0,231	0,272	0,322	0,373	0,441	0,516	0,604
	21	0,237	0,265	0,313	0,369	0,428	0,506	0,593	0,694
	24	0,294	0,389	0,388	0,458	0,531	0,628	0,736	0,859
	27	0,362	0,405	0,478	0,564	0,654	0,773	0,906	1,060
	30	0,483	0,540	0,637	0,752	0,872	1,030	1,202	1,413
15	13	0,120	0,134	0,158	0,186	0,216	0,255	0,299	0,350
	16	0,153	0,170	0,201	0,236	0,273	0,323	0,378	0,443
	19	0,196	0,218	0,256	0,302	0,350	0,414	0,485	0,567
	21	0,224	0,251	0,301	0,355	0,412	0,487	0,571	0,668
	24	0,279	0,311	0,365	0,431	0,500	0,633	0,692	0,810
	27	0,343	0,383	0,460	0,543	0,630	0,744	0,877	1,021
	30	0,457	0,511	0,613	0,724	0,840	0,992	1,274	1,360

Практически одинаковый угол наклона к оси абсцисс для зависимостей на рисунках 2.20а-ж означает, что коэффициенты A_1 и A_2 для всех этих сплавов близки по величине. Смещение линейных зависимостей вниз по оси

ординат с увеличением содержания никеля указывает на уменьшение коэффициента A_0 .

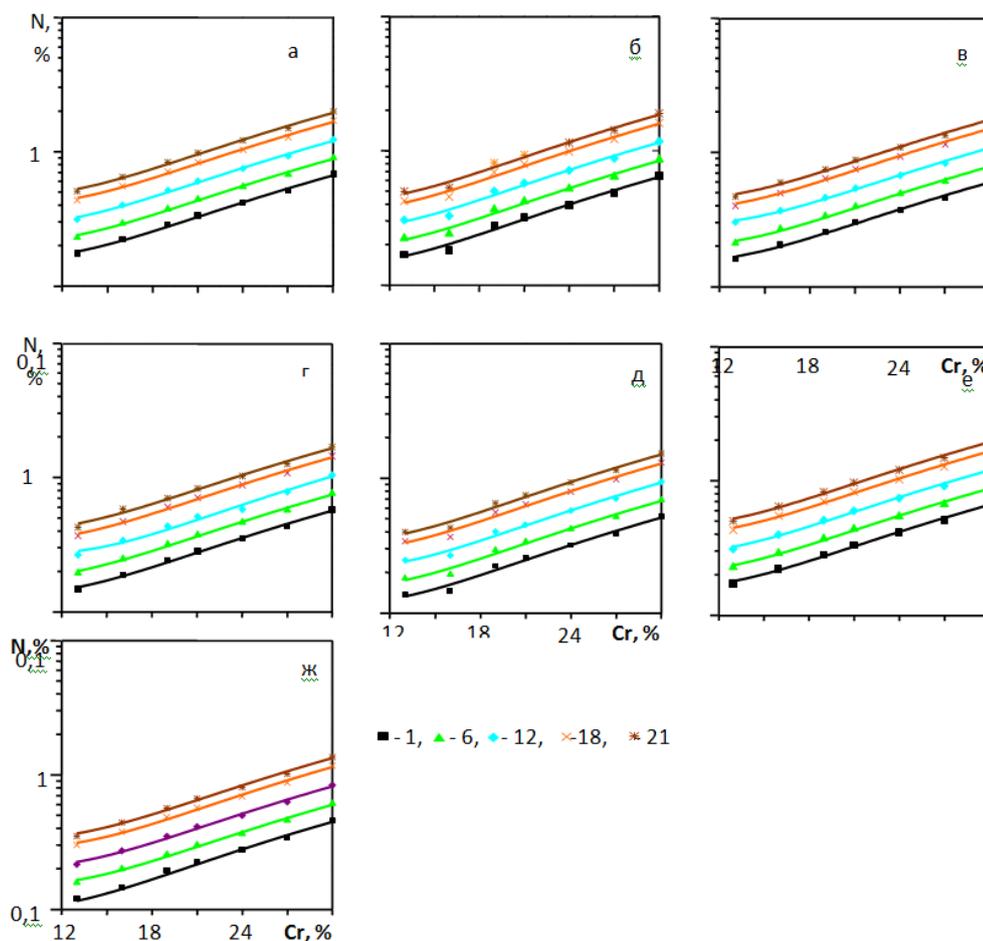


Рисунок 2.20 - Влияние хрома на растворимость азота при кристаллизации Cr-Mn-Ni-1Mo сплавов, легированных никелем в количествах:

а - 1%, б - 3%, в - 5%, г - 7%, д - 10%, е - 13%, ж - 15% и с содержанием марганца (мас.%).

■ - 1, ▲ - 6, ◆ - 12, × 18, * - 21

Зависимости $\%Cr - \log\%N$ являются линейными, как видно из рисунка 2.20, и имеют одинаковый угол наклона. Из этого можно заключить, что для сплавов с содержанием никеля более 1% действуют те же зависимости растворимости азота от содержания хрома и марганца, что и в формуле 1. Из рисунка 2.21 а, б, в сопоставлении с рисунками 2.16 и 2.20, видно, что марганец увеличивает растворимость азота в сплавах Fe-Cr-Mn-1Ni-1Mo аналогично хрому, но по абсолютной величине достигаемый эффект более значителен при легировании хромом. С повышением содержания никеля характер указанных зависимостей принципиально не изменяется.

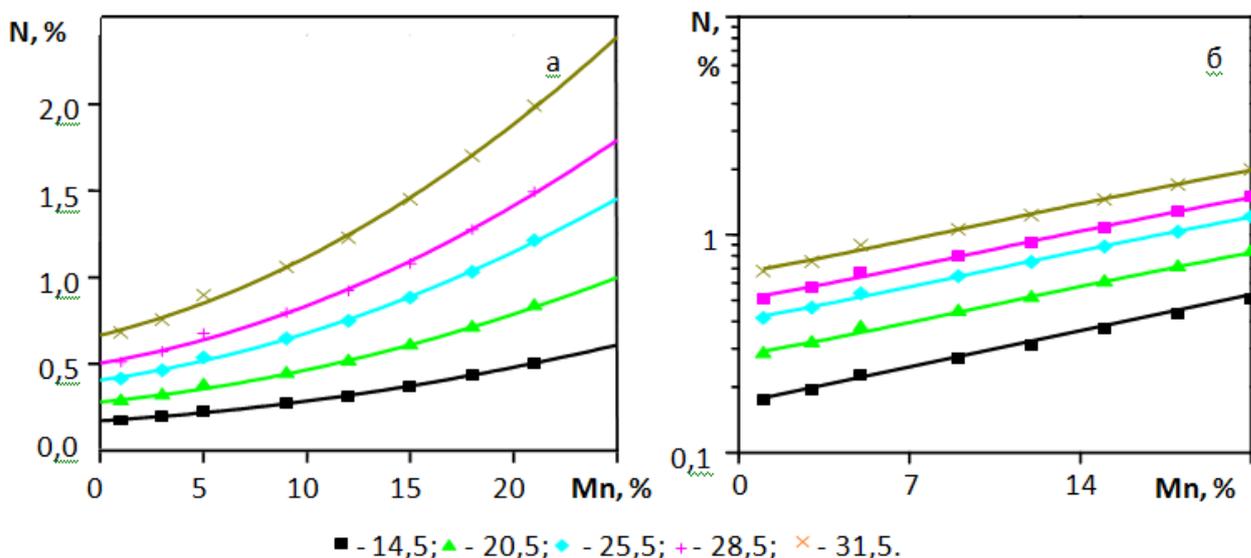


Рисунок 2.21 - Влияние марганца на растворимость азота в стали типа 0XN1M1 с переменным содержанием хрома (мас. %): масштаб по оси ординат линейный (а) и логарифмический (б).

Полученные данные позволяют оценивать возможное предельное содержание азота, растворенного в расплавах системы Fe-Cr-Mn-Ni-Mo при атмосферном давлении, изменяя содержание в них хрома, марганца и никеля. Соответственно можно оценивать и концентрацию азота в твердом растворе после кристаллизации, при условии, что азот не связан в нитриды и не выделился в виде газовых пузырей при кристаллизации.

Зная содержание азота в аустенитных сплавах, можно произвести оценку величины твёрдорастворного и зернограничного упрочнения (предела текучести), используя уравнение (10), предложенное в работе [5]:

$$\sigma_{0,2} = 127 + 307 \cdot \%N^{1/2} + (7 + 78 \cdot \%N) / d^{1/2} \quad (10)$$

где d – размер зерна, второй член характеризует твёрдорастворное, а третий – зернограничное упрочнение.

На основе расчётных данных о предельной растворимости азота в изученных сплавах и модифицированной структурной диаграммы Шеффлера [5], для построения которой используют никелевый эквивалент ($Ni_{\text{ЭКВ}} = Ni + 0,1Mn - 0,01Mn^2 + 18N + 30C$) и хромовый эквивалент ($Cr_{\text{ЭКВ}} = Cr + 1,5Mo + 0,48Si + 2,3V + 1,75Nb$), установлено расположение

однофазных и многофазных областей в зависимости от величины никелевого и хромового эквивалентов для исследованных сплавов.

На рисунке 2.22 показано, при какой величине упомянутых эквивалентов и предельной концентрации азота эти сплавы имеют аустенитную, аустенитно-мартенситную, мартенситную, ферритно-аустенитную и ферритно-аустенитно-мартенситную структуру.

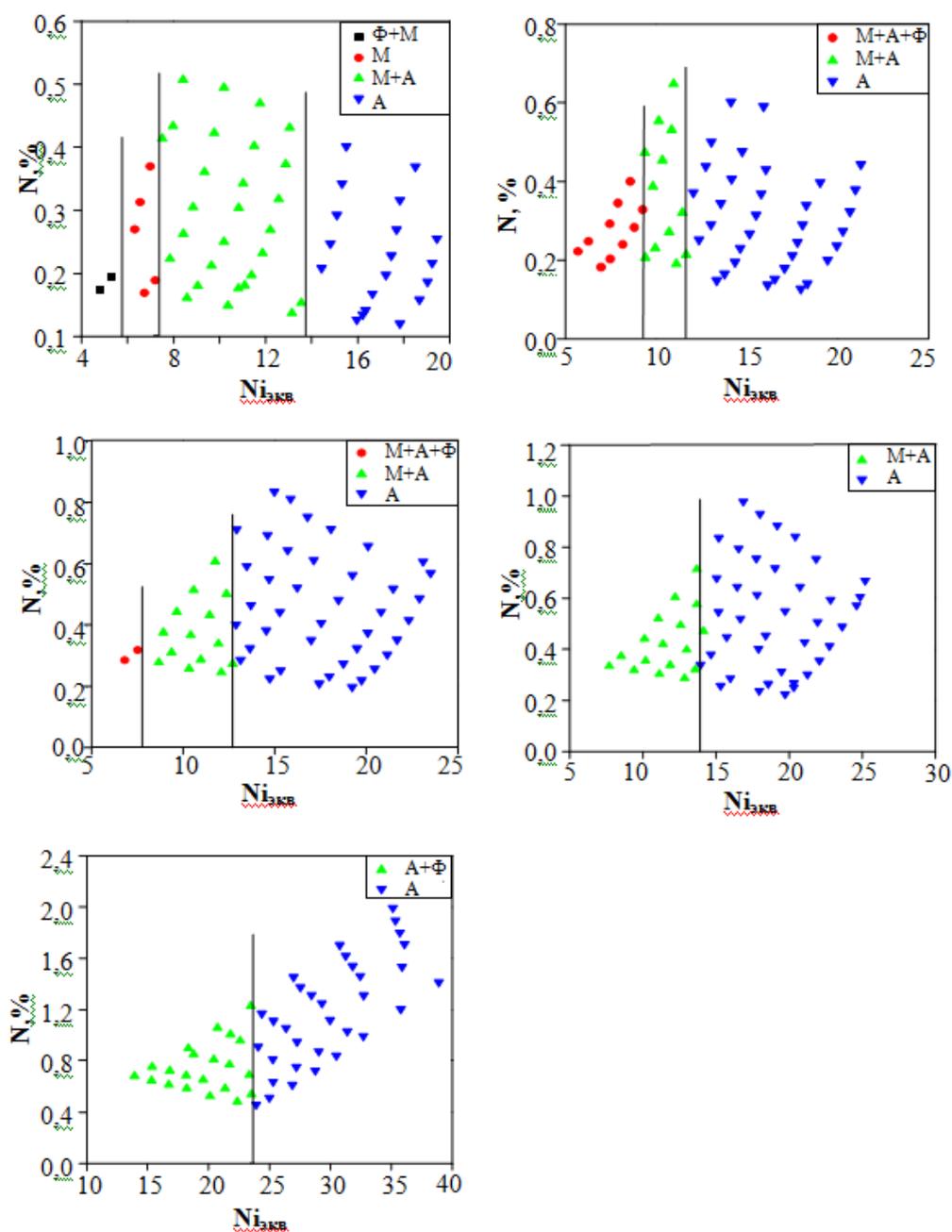


Рисунок 2.22 - Отражающая фазовый состав сплава взаимосвязь между никелевым эквивалентом и максимальным содержанием азота для различных значений хромового эквивалента: а - 14,5; б - 17,5; в - 20,5; г - 22,5; д - 31,5.

Сплавы, имеющие однофазную мартенситную структуру, при хромовом эквиваленте 14,5 могут быть получены только в узком интервале значений никелевого эквивалента от 5,7 до 7,5 (рисунок 2.22 а). Превышение этой величины приводит к получению аустенитно-мартенситной структуры. При увеличении значений никелевого эквивалента более 13,7 сплав приобретает однофазную аустенитную структуру.

При величине хромового эквивалента 17,5 (что характерно для многих традиционных коррозионностойких сплавов) мартенситно-аустенитная область узкая и находится в пределах значений никелевого эквивалента 9-11,5 (рисунок 2.22 б). С возрастанием величины хромового эквивалента от 17,5 до 22,5 мартенситно-аустенитная область существенно расширяется, и предельное значение никелевого эквивалента, ограничивающее указанную эту область структур, возрастает от 11,5 до 14 (рисунок 2.22 б-г). При величине хромового эквивалента 31,5 мартенситная структура не образуется. Область аустенитной структуры граничит с аустенитно-ферритной областью. Граница между этими областями соответствует значению никелевого эквивалента 23,5 (рисунок 2.22 д). Для получения аустенитной структуры у коррозионностойких сплавов с увеличением хромового эквивалента от 17,5 до 31,5 необходимо легирование аустенитообразующими элементами в количествах, при которых величина никелевого эквивалента превышает соответственно указанные выше значения (рисунок 2.22 б-д).

Приведенные расчеты достаточно хорошо согласуются с экспериментальными данными, полученными для Cr-Ni-Mn азотосодержащих сплавов. Так, в слитках стали 12X18AG18, имевших после кристаллизации плотную структуру, без пузырей и пор, содержание азота составляло 0,55-0,75% [160], что соответствует расчету на рисунке 2.16. В бездефектных слитках стали 05X16H10AG10MB развесом от 30 кг до 18 т, выплавленных в ЦНИИТМАШ и на Ижорском заводе, содержание азота составляло 0,25-0,35%, что также удовлетворительно соотносится с расчетными данными (рисунок 2.16 д).

2.4. Структура и механические свойства Cr-Mn-Ni сталей с высоким содержанием азота.

Легирование γ -твердого раствора азотом эффективно повышает прочность Cr-Mn-Ni аустенитных сталей. Высокоазотистые стали можно разделить на две группы – с равновесным и со сверхравновесным содержанием азота. Стали с равновесным азотом выплавляют при атмосферном давлении обычными методами выплавки и поэтому получение высоких концентраций азота может быть обеспечено только большим количеством таких легирующих элементов как хром и марганец. С точки зрения экономии марганца и никеля более перспективные стали со сверхравновесным содержанием азота, в частности, например методом литья с противодавлением [161, 162].

При выборе химического состава высокоазотистых сталей необходимо учитывать стабильность аустенита, поскольку снижение содержания азота не только приводит к меньшему его твердорастворному упрочнению, но и может вызывать низкую пластичность и вязкость стали из-за мартенситного превращения в процессе охлаждения до низких температур или пластической деформации.

Так, содержания 0,3% азота в экономнолегированной безникелевой стали X14AG14M (таблица 2.17) недостаточно для сохранения стабильности при охлаждении до температуры -196°C .

Таблица 2.17- Химический состав сталей, масс. %.

№плавки	сталь	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	N
25	02X14AG14M	0,02	0,35	13,9	14,1	-	1,5	0,30
26	03X18AG12H4	0,03	0,30	11,9	18,2	4,1	-	0,69
27	02X20AG20	0,02	0,31	19,9	20,2	-	-	0,79
28	03X20AG20	0,03	0,32	19,8	20,4	-	-	1,04
29	02X20AG20	0,03	0,29	20,0	21,0	-	-	1,14
30	03X21AG5H15	0,03	0,20	4,9	21,1	14,9	-	0,42
31	02X21AG5H15M3	0,02	0,25	5,1	20,9	-	3,10	0,35
32	04X16AG10H10M3	0,04	0,35	10,1	16,2	9,9	2,95	0,21
33	03X16AG10H10M3	0,03	0,35	10,2	15,9	9,8	3,10	0,31
34	04X21AG5H20M3	0,04	0,30	4,9	20,9	20,1	3,10	0,33
35	04X21AG5H20M3	0,04	0,33	5,0	20,2	19,9	3,00	0,21
36	03X21AG5H15M3	0,03	0,41	4,9	20,8	15,2	3,10	0,22

После закалки от 1100°C эта сталь имеет не только невысокую прочность при +20°C ($\sigma_{0,2} = 448$ МПа), но и низкую вязкость при -196°C (КСУ = 0,18 МДж/м²), обусловленную мартенситным превращением.

Зависимость вязкости при низких температурах, представленная на рисунке 2.23 для безникелевых и экономнолегированных никелем сталей со сверхравновесным азотом, в первую очередь определяется содержанием азота и показывает, что стали со сверхравновесным азотом (>0,4%) затруднительно использовать в качестве высокопрочного криогенного материала, но можно рассматривать их как высокопрочные стали северного исполнения. Особенностью высокоазотистых сталей (плавки 26 и 29 таблица 2.17) как показано на рисунке 2.24, для стали X18AG20 с 0,79% N, является относительно малое изменение показателей прочности после закалки в широком интервале температур от 1100 до 1250°C.

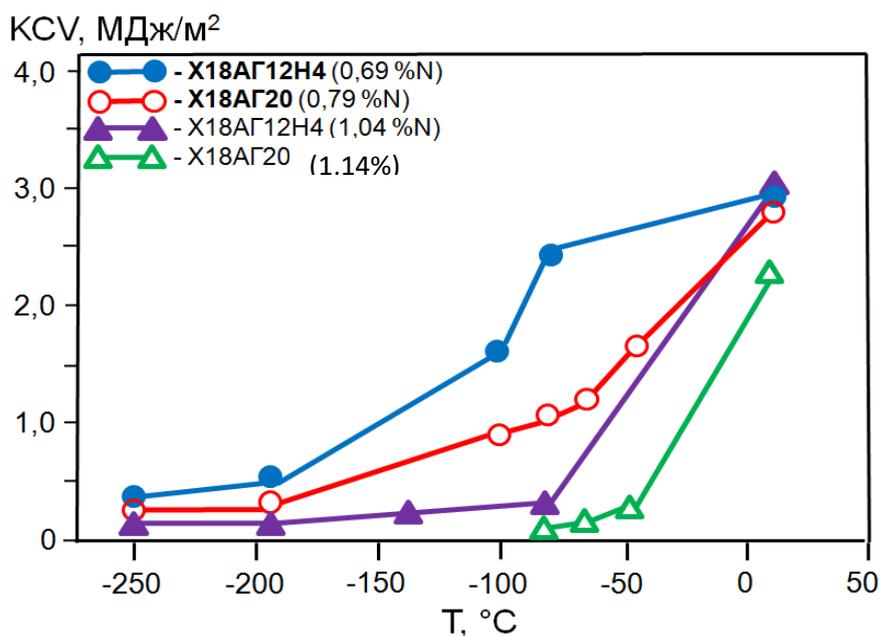


Рисунок 2.23 - Температурная зависимость вязкости аустенитных сталей со сверхравновесным содержанием азота.

Показатели пластичности более чувствительны к температуре закалки, причём изменение их при +20°C в большей степени связано с растворением нитридов. Механические свойства для стали X18AG20 с 0,79% N (рисунок 2.25), закаленной от оптимальной температуры 1150°C, характеризуются

повышенными значениями прочности в интервале температур от +20 до -253°C. Дополнительное легирование 4% Ni не предотвращает резкого падения пластичности и вязкости, а также высокой чувствительности к концентрации напряжений при температурах до -80°C.

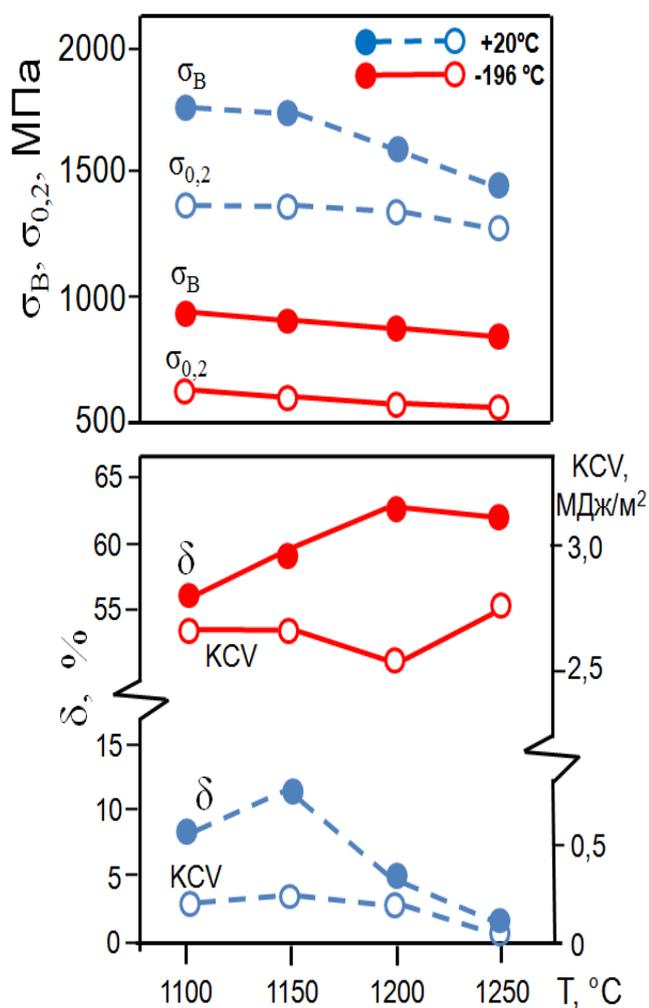


Рисунок 2.24-Влияние температуры закалки на механические свойства стали X18AG20 с 0,79%N при +20 и -196°C.

В диапазоне температур от +20 до -80°C стали не чувствительны к концентрации напряжений ($\sigma_{\text{в}}^{\text{н}} / \sigma_{\text{в}} > 1$) и показывают высокую вязкость. Изучение характера разрушения образцов сталей X18AG12N4 и X18AG20 показало, что стали со сверхравновесным азотом чувствительны к температуре и скорости деформирования. При температуре до -80°C статическому и ударному нагружению соответствует чисто вязкое разрушение, в то время как при -196°C ударный изгиб дает разрушение квазисколом.

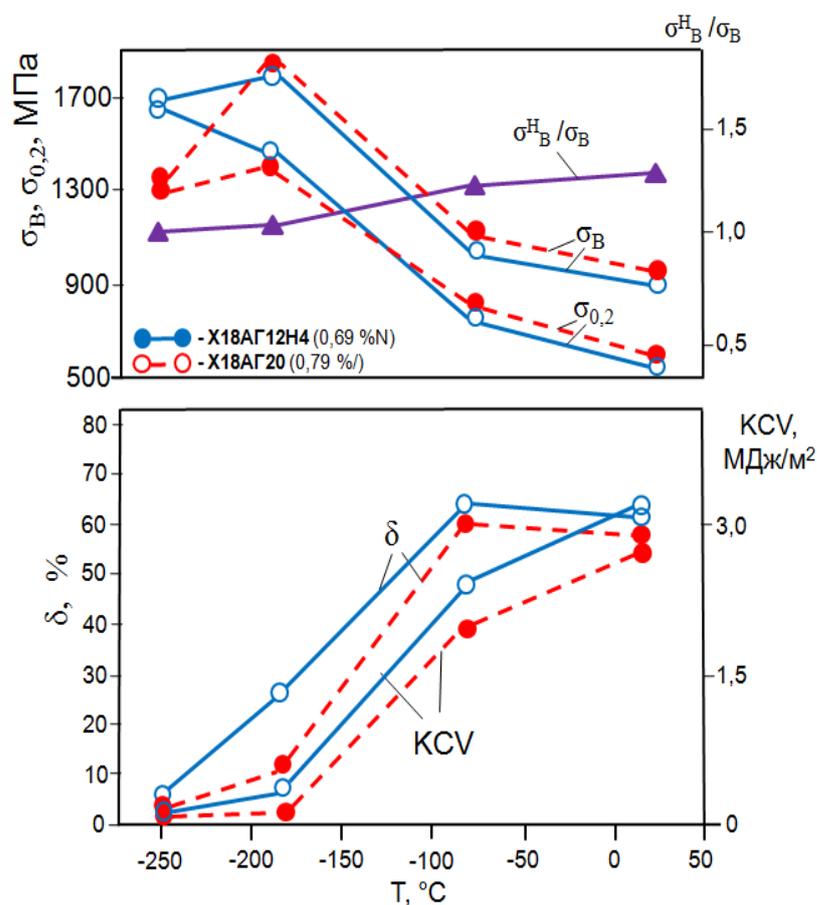


Рисунок 2.25-Механические свойства стали X18AG20.

Структура азотосодержащих Cr- Mn- Ni сталей с ванадием.

Значительное повышение прочности при комнатной температуре при сохранении высокой пластичности и вязкости при низких температурах может быть достигнуто у аустенитных сталей с равновесным (0,3 – 0,6%) содержанием азота, в структуре которых отсутствуют охрупчивающие фазы: (α -мартенсит или δ -феррит) или σ , карбиды $Cr_{23}C_6$. С целью оптимизации химического состава стали для высоконагруженных изделий криогенной техники исследованы низкоуглеродистые стали с различным содержанием азота, хрома, марганца, никеля, молибдена и добавками ванадия и ниобия (таблица 2.18, плавки 1-14).

Таблица 2.18– Химический состав сталей*, масс.%

№пл авки	Марка	C	Si	Mn	Cr	Ni	V	Nb	Mo	N
1	06X21AG14H7M2Ф	0,060	0,12	14,34	20,7	7,00	0,17	-	0,58	0,512
2	07X21AG16H8MФ	0,070	0,52	15,90	21,1	8,40	0,29	-	1,05	0,510
3	04X22AG16H6M2Ф	0,040	0,31	16,60	22,3	5,80	0,10	-	1,98	0,360
4	04X22AG16H8M2Ф	0,040	0,27	16,20	21,7	7,90	0,11	-	1,99	0,470
5	07X24AG10H7MФ	0,070	0,39	10,31	23,7	7,20	0,36	-	0,89	0,45
6	05X21AG6H4MФ	0,050	0,32	6,20	20,8	4,29	0,21	-	1,10	0,44
7	05X19AG10H7M2ФБ	0,050	0,40	9,90	19,4	6,80	0,22	0,17	1,56	0,43
8	03X19AG10H7M2ФБ	0,035	0,28	10,10	19,1	6,70	0,37	0,12	1,52	0,44
9	04X19 AG10H7M2ФБ	0,036	0,32	10,60	19,1	7,00	0,56	0,14	1,54	0,48
10	03X20 AG10H7M2ФБ	0,035	0,35	10,30	19,7	7,10	0,76	0,14	1,53	0,49
11	03X22AG16H15M2Б	0,030	0,27	15,90	21,8	15,20	-	0,30	0,95	0,62
12	06X21AG14H8MФ	0,060	0,22	14,34	21,0	8,01	0,17	-	1,08	0,512
13	06X22AG15H8M2Ф	0,060	0,27	14,57	21,9	8,06	0,18	-	1,60	0,514
14	05X22AG15H8MФ	0,050	0,31	15,10	21,5	7,90	0,15	-	1,10	0,510
15	40X14Г15Н10Ф	0,45	0,59	14,4	18,8	12,9	1,21	-	-	-
16	40X14Г15Н10МФ	0,42	0,41	15,3	14,4	10,1	1,15	-	1,10	-
17	40X14Г15Н13МФ	0,43	0,39	15,1	14,6	12,9	1,20	-	1,00	-
18	40Г15Н10МФ	0,39	0,35	15,2	-	9,90	1,00	-	1,10	-
19	40Г15Н13МФ	0,41	0,34	15,3	-	12,80	1,10	-	1,20	-
20**	02X16H11AG12MДФБ	0,022	0,21	11,7	16,7	10,80	1,55	0,11	1,35	0,31
21	02X18H12AG11MФБ	0,02	0,07	11,3	17,9	11,90	1,50	0,10	1,41	0,34
22	40X14Г15Н10МФ	0,40	0,30	15,0	14,1	10,20	1,00	0,40	1,40	-
23	40X14Г15Н13МФ	0,39	0,28	14,9	14,3	13,00	1,10	-	1,30	-
24	03X14AG20H9MФ	0,03	0,31	19,6	14,4	9,00	0,90	-	1,20	0,50

*- содержание в плавках 1 – 14 содержание в масс.%; S = 0,006-0,008, P = 0,010 – 0,014, Ca = 0,005 – 0,010, B = 0,001 – 0,010, Ce = 0,01 – 0,03; **- содержание Cu в масс.%; 1,45.

Мелкозернистую аустенитную структуру имели закаленные от 1100°C сплавы типа X19AG10H7M2ФБ легированные ванадием и ниобием (таблица 2.19, плавки 7 – 10) и содержащие в структуре небольшое количество не крупных (< 1 мкм) нитридных частиц, не растворившихся при нагреве под закалку.

Таблица 2.19 - Количество феррита и средний диаметр зерна аустенита после закалки от 1100°С и количество σ – фазы после горячей прокатки при 1100°С.

№ плавки	Количество феррита, %	Средний диаметр зерна, мкм	Количество σ – фазы, %
1	0	14	0
2	0	15	0
3	7	30	7
4	3	27	4
5	4	28	5
6	2	24	2
7	0	18	0
8	0	19	0
9	0	19	0
10	3	17	3
11	0	20	0
12	0	15	0
13	0	14	0
14	0	15	0

По величине пластичности (δ и ψ) и ударной вязкости закаленные от 1100°С сплавы плавков 7 – 10 существенно превосходят сплавы плавков 3 – 5 (таблица 2.20). В структуре сплава 03X22AG16H15MB (плавка 11) с повышенным содержанием ниобия (0,3%) после закалки наблюдали большое количество крупных частиц нитридов ниобия не растворившихся при нагреве под закалку, с которыми в значительной мере связано снижение ударной вязкости (таблица 2.20). Повышенное содержание в этом сплаве никеля (15,2%) и азота (0,62%) должно приводить к ухудшению механических свойств их сварных соединений из-за значительного содержания азота в сварном шве, образование большого количества пор не допустимых размеров, а так же, выделений в зоне термического влияния преимущественно по границам зерен нитридов хрома.

Таблица 2.20 - Механические свойства сталей после прокатки при 1050 - 1100°С и закалки от 1100°С.

№ Пл.	Сталь	$\sigma_{0,2}$	ψ	КСУ
		МПа	%	МДж/м ²
1	06X21AG14H7MФ	<u>855</u> 580	<u>66</u> 82	<u>2,70</u> >3,6
2	07X21AG16H8MФ	<u>860</u> 565	<u>79</u> 81	<u>2,65</u> >3,6
3	04X22AG16H6M2Ф	<u>750</u> 490	<u>18</u> 49	<u>0,50</u> 0,90
4	04X22AG16H8M2Ф	<u>725</u> 540	<u>51</u> 53	<u>1,10</u> 1,30
5	07X24AG10H7MФ	<u>690</u> 585	<u>50</u> 54	<u>0,90</u> 1,00
6	05X21AG6H4MФ	<u>845</u> 580	<u>53</u> 58	<u>1,70</u> 1,90
7	05X19AG10H7M2ФБ	<u>960</u> 460	<u>64</u> 59	<u>1,85</u> 3,60
8	03X19AG10H7M2ФБ	<u>950</u> 450	<u>59</u> 69	<u>1,60</u> 3,30
9	04X19 AG10H7M2ФБ	<u>995</u> 490	<u>59</u> 62	<u>1,40</u> 2,80
10	03X20 AG10H7M2ФБ	<u>900</u> 510	<u>53</u> 67	<u>1,30</u> 2,40
11	03X22AG16H15M2Б	<u>930</u> 545	<u>51</u> 55	<u>1,05</u> 1,30

Лучшее сочетание показателей прочности, пластичности и ударной вязкости и коррозионной стойкости получено у сплавов 06X21AG14H7M2Ф (плавка 1) и 07X21AG16H8MФ (плавка 2) после закалки от 1100°С и прокатки при 1100°С (таблица 2.20). Эти сплавы с высоким содержанием азота (0,51%) незначительно отличаются между собой по содержанию ванадия и молибдена. Химический состав сплавов плавки 1 и 2 обеспечивает получение после закалки и горячей прокатки мелкозернистую аустенитную структуру, в которой отсутствуют ферромагнитная фаза (δ – феррит) и охрупчивающие

сплав σ – фаза и карбиды хрома типа $Cr_{23}C_6$. Расчет коэффициента питтингообразования по известной формуле $\Delta_{\text{п}} = \%Cr + 3,3 \%Mo + X \%N$ показывает, что химический состав плавки 1 и 2 обеспечивает высокое сопротивление образованию питтингов. Как правило, его принимают равным от 16 до 30. При $X = 16$ и 30 - $\Delta_{\text{п}} = 34$ и 41 соответственно для плавки 1, и $\Delta_{\text{п}} = 33$ и 40 для плавки 2.

Полученный у сплава типа 06X21AG14H8MF (плавки 1 и 2) повышенный уровень механических свойств, немагнитности и сопротивления питтинговой коррозии удовлетворяет требованиям, предъявляемым к материалу для высоконагруженных изделий криогенной техники. Высокая прочность этого сплава после закалки от 1100°C ($\sigma_{0,2} \approx 538$ - 546 МПа) и прокатки при 1100°C ($\sigma_{0,2} \approx 853 - 861$ МПа) при сохранении высокой вязкости при -196°C ($KCV > 0,9$ МДж/м²) достигается в результате комбинированного упрочнения (деформационного и зернограничного).

Варьируя температуру закалки и среду охлаждения можно изменять прочность Cr-Mn-Ni-N сталей (таблица 2.21) за счет различного количества нерастворившихся при нагреве под закалку нитридных частиц типа Cr_2N .

Так у стали X15AG5H15 с 0,42% азота повышенный уровень прочности ($\sigma_{\text{в}} = 530$ МПа) достигается после закалки от 1050°C . Повышение температуры закалки выше 1100°C приводит к практически полному растворению нитридов, значительному росту аустенитного зерна и снижению прочности.

Таблица 2.21 - Механические свойства Cr-Ni-Mn сталей с азотом после закалки с охлаждением в воде и на воздухе.

№ плавки	сталь	T закалки, °C среда охлаждения	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	Ψ , %
30	X21AG5H15 (0,42% N)	900, воздух	860	485	49	73
		1050, воздух	870	530	48	73
		1050, вода	870	512	50	72
		1150, вода	870	490	49	72
31	X21AG5H15M3 (0,35% N)	900, воздух	790	470	50	76
		1050, воздух	770	460	51	76
		1050, вода	805	440	53	77
		1150, вода	840	450	50	74

В стали X21AG5H15M3 с 0,42% азота и 3,0% молибдена повышение температуры закалки от 900 до 1100°С незначительно влияет на прочность стали, что в значительной степени связано с более высокой температурой растворимости нитридов хрома, в которых растворено небольшое количество молибдена. Более высокий уровень прочности у исследуемых сталей достигается после горячейковки.

Так сталь X16AG10H10M3 с 0,3%N при комнатной температуре характеризуется повышенным комплексом механических свойств ($\sigma_{0,2} \geq 832$ МПа, $\delta \geq 31\%$, $KCU \geq 2,7$ МДж/м²) и малой чувствительностью к концентрации напряжений ($\sigma_B^H / \sigma_B \geq 1,55$) (таблица 2.22).

Таблица 2.22-Механические свойстваCr-Ni-Mn сталей с азотом послековки при 1100°С.

№ плавки	сталь	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	Ψ , %	KCU, МДж/м ²	σ_B^H / σ_B
32	X16AG10H10M3 (0,2% N)	898	822	13	68	-	1,49
33	X16AG10H10M3 (0,3% N)	949	832	31	72	2,7	1,55
34	X21AG5H20M3 (0,3% N)	953	846	14	32	2,2	1,61
35	X21AG5H20M3 (0,2% N)	982	859	21	67	-	1,48
36	X21AG5H15M3 (0,2% N)	990	878	20	63	-	1,20

Исследование характеристик вязкости (таблица 2.23) закаленных Cr-NiCr-Ni-Mn сталей с азотом проводили при регистрации диаграммы нагрузка-деформация с последующим определением удельных работ зарождения трещины KCV_3 и развития магистральной трещины KCV_p при температурах испытания -196, -100 и +20°С.

Таблица 2.23 - Ударная вязкость закаленных Cr-Ni и Cr-Ni-Mn сталей с азотом.

№ плавки	сталь	Т _{испытания} , °С	Ударная вязкость, МДж/м ²		
			KCV	KCV ₃	KCV _p
32	X16AG10H10M3	20	3,00	1,40	1,60
		-100	2,53	1,21	1,32
		-196	2,10	0,95	1,15
33	X16AG10H10M3	20	3,66	1,76	1,90
		-100	3,16	1,38	1,78
		-196	1,98	0,54	1,44
34	X21AG5H20M3	20	3,00	1,40	1,60
		-100	2,62	0,93	1,69
		-196	231	0,81	1,50
35	X21AG5H15	20	3,34	1,87	1,47
		-100	2,49	0,83	1,66
		-196	2,02	0,47	1,56
36	X21AG5H15M3	20	2,78	1,43	1,35
		-100	2,39	1,04	1,35
		-196	1,99	0,65	1,34
37	X21AG5H20M3	20	3,11	1,54	1,57
		-100	2,72	1,28	1,44
		-196	2,13	0,81	1,32

Результаты испытаний при -196 - +20°С сталей после закалки показали их высокую вязкость ($KCV \geq 2,0 - 3,6$ МДж/м²). Изломы этих образцов имели вязкий (ямочный) характер разрушения. У образцов разрушенных при 20°С размеры ямок значительно больше. Влияние азота на ударную вязкость метастабильной стали типа X16AG10H10M3 особенно сильно проявляется при -196°С по сравнению со стабильноаустенитными сталями типа X21AG5H20M3. С увеличением содержания азота от 0,2 до 0,3% в стали X16AG10H10M3 уменьшение количества α -фазы сопровождается снижением KCV₃ и ростом KCV_p. При 20°С ударная вязкость стали X16AG10H10M3 возрастает с увеличением азота, а у стали X21AG5H20M3 изменяется незначительно. Ударная вязкость при 20 и -196°С метастабильной стали

X16AG10H10M3 значительно ниже, чем у немагнитной стали X21AG5H20M3 с высоким содержанием никеля в результате увеличения KCV₃. Повышение содержания никеля с 15 до 20% также положительно влияет на ударную вязкость при -196°C за счет увеличения KCV₃. Введение молибдена в исследуемые стали оказывает благоприятное действие на сопротивление зарождения и развитию трещин при низких температурах.

Выводы по главе 2

1. С использованием уравнения Вагнера рассчитана предельная растворимость азота в Fe-Ni сплавах с содержанием никеля 4; 8; 13; 17; 23; 28 и 34%. С использованием метода выплавки с противодействием азота выплавлена партия микрослитков со «сверхравновесным» содержанием азота в сплавах Fe-(4,5-34%) Ni-(0,02-0,268%) N.
2. Изучены закономерности изменения микроструктуры, фазового состава и микротвердости сплавов Fe-Ni-Nv в зависимости от концентрации азота и никеля. Построена неравновесная фазовая диаграмма сплавов Fe-Ni-N. Показано, что легирование сплавов Fe-Ni азотом приводит к увеличению количества аустенита твердорастворному упрочнению азотом, смещению на указанной диаграмме областей α , $\alpha + \gamma$, γ в сторону меньших концентраций никеля. Максимальную твердость (470 HV) имела мартенситно-аустенитная сталь с 0,22% Ni и 9%Ni. Дополнительное легирование такой стали 2% хрома обеспечивало получение беспористой структуры. Стали, содержащие не менее 27%Ni и 0,15%N имели однофазную аустенитную структуру, и более высокую твердость по сравнению с такой же сталью без азота.
3. Ковка слитков стали 04H9X2A и дальнейшая прокатка при 850-900°C обеспечивают получения листовых заготовок хорошего качества. Нагрев при температурах выше 900°C приводит к появлению поверхностных трещин и окалины.
4. Оценена технологическая пластичность клиновых образцов стали 04H9X2A, прокатанных при температурах 20 и 900°C и степенях обжатия от

10 до 80% за один проход. Установлена предельная деформация до разрушения при прокатке при 20 и 900°C, которая составляет соответственно 40 и 80%. Прокатка со степенью обжатия 40% при температурах 20 и 900°C обеспечивает получение хорошего качества поверхности без каких-либо дефектов и высокое упрочнение стали ($\sigma_{0,2}$ =1089 и 925 МПа, σ_B =1160 и 1114 МПа) при сохранении удовлетворительной пластичности (ψ = 41 и 62 %) и ударной вязкости (КСУ=0,98 и 1,42 МДж/м²).

5. Лучшее сочетание высокой прочности (σ_B =906 МПа, $\sigma_{0,2}$ =879 МПа) и пластичности (ψ = 63%) при 20°C и ударной вязкости (КСУ=1,5 МДж/м²) при -196°C достигается у стали 0Н9Х2А после закалки от 850°C с охлаждением в воде и последующим отпуском при 550°C в течение 1 часа. Сталь 04Н9Х2А по характеристикам прочности значительно превосходит применяющуюся в криогенной технике сталь 0Н9, не содержащую азота.

6. Методом дилатометрии определены температуры начала и окончания превращения $\alpha \rightarrow \gamma$ при нагреве и $\gamma \rightarrow \alpha$ при охлаждении. Показано, что у азотосодержащей стали 04Н9Х2А высокие температуры фазовых превращений (A_H =600°C, A_K =705°C, M_H =389°C, M_K =166°C).

7. Повышение температуры закалки от 900 до 1000°C приводит к росту зерна от 20 до 100 мкм, увеличению периода кристаллической решетки α -фазы от 2,865 до 2,871 Å без образования других фаз. После закалки от 900°C и последующего отпуска при 600°C в течение 1 часа в структуре стали наблюдали кроме пакетного мартенсита тонкие прослойки остаточного аустенита между кристаллами мартенсита.

8. С использованием параметров взаимодействия Фойхтингера для сплавов железа с концентрацией хрома в интервалах 13 - 30% , марганца 1 - 21% , никеля 1 - 15% в сплавах содержащих 0,02% С и 1% Мо проведен расчёт предельной растворимости азота в указанных сплавах.

9. Наибольшее влияние на увеличение растворимости азота в этих сплавах оказывает хром. Влияние марганца на растворимости азота примерно в три раза слабее, чем хрома. Эффективность воздействия хрома на растворимость

азота практически не зависит от содержания марганца в сплавах, а марганца – от содержания хрома.

10. С увеличением содержания никеля в сплавах растворимость азота уменьшается по линейному закону, причём интенсивность отрицательного влияния никеля на растворимость азота усиливается с увеличением содержания хрома.

11. Изучены физические свойства и фазовые превращения, определены критические точки.

12. Рассчитаны и построены фазовые диаграммы для определения температурно-концентрационных областей существования различных фаз. Политермические сечения диаграмм состояния сталей системы Fe-Cr-Ni-Mn-Si-Al-Mo-C-N были рассчитаны при переменном содержании изучаемого элемента и при постоянном содержании остальных легирующих элементов.

13. Определены режимы термопластической обработки.

14. С использованием модифицированной диаграммы Шеффлера и рассчитанного предельного содержания азота в Fe-Cr-Mn-Ni-Mo-сплавах определены границы фазовых областей в зависимости от величины никелевого эквивалента при определённых значениях хромового эквивалента.

15. Результаты испытаний ванадийсодержащих сталей при $-196 - +20^{\circ}\text{C}$ после закалки показали их высокую вязкость ($KCV \geq 2,0 - 3,6 \text{ МДж/м}^2$). Изломы этих образцов имели вязкий (ямочный) характер разрушения. Ударная вязкость при 20 и -196°C метастабильной стали X16AG10H10M3 значительно ниже, чем у немагнитной стали X21AG5H20M3 с высоким содержанием никеля в результате увеличения KCV_3 . Повышение содержания никеля с 15 до 20% также положительно влияет на ударную вязкость при -196°C за счет увеличения KCV_3 . Введение молибдена в исследуемые стали оказывает благоприятное действие на сопротивление зарождения и развитию трещин при низких температурах.

16. Исследование структуры сплавов 06X21AG14H7M2Ф и 07X21AG16H8MФ обеспечивает получение после закалки и горячей прокатки мелкозернистую аустенитную структуру в которой отсутствуют ферромагнитная фаза (δ – феррит) и охрупчивающие сплав σ – фаза и карбиды хрома типа Cr_{23}C_6 .

17. Сплавы 06X21AG14H7M2Ф и 07X21AG16H8MФ после закалки от 1100°C обладают сочетанием высокой прочности ($\sigma_{\text{в}} = 839 - 857$ МПа, $\sigma_{0,2} = 496 - 498$ МПа), пластичности ($\delta = 52 - 53\%$, $\psi = 81 - 82\%$) и ударной вязкости ($\text{КСУ} > 3,6$ МДж/м²).

Глава 3. Влияние термической обработки и пластической деформации на структуру и свойства Cr-Mn-Ni-V-N сталей

3.1. Закономерности формирования структуры и механических свойств стали 05X22AG15H8M2Ф в литом состоянии

Обычно применяемые хромоникелевые литые стали хорошо сопротивляются динамическим нагрузкам в криогенных условиях, но имеют низкую прочность при комнатной температуре. К тому же эти сплавы склонны к образованию развитой литой дендритной структуры, оказывающей отрицательное влияние на хладостойкость отливок.

Введение ванадия совместно с азотом может привести к измельчению дендритной структуры, упрочнению литых сталей дисперсными частицами и снижению охрупчивающего влияния азота.

Исследование литых заготовок стали 05X22AG15H8M2Ф с повышенным содержанием никеля (8,1% и азота 0,58%) показало, что в процессе кристаллизации формируется направленная тонкостолбчатая структура с ориентированными вдоль оси заготовки дендритными осями первого порядка [163]. После термической обработки такая структура сохраняется, однако меняется морфология дендритных областей от остроконечной к более глобулярной в результате протекания диффузионных процессов (рисунок 3.1).

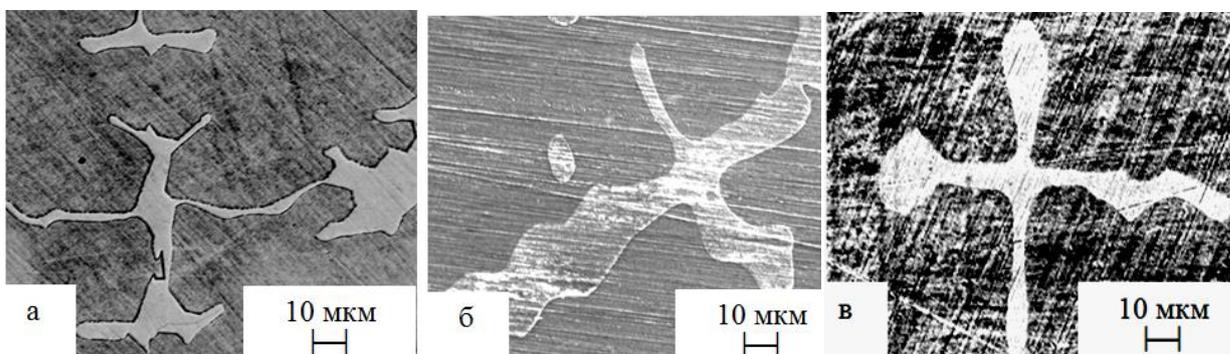
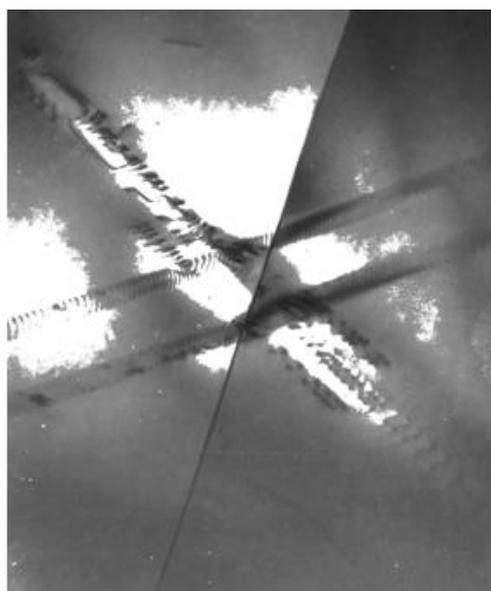


Рисунок 3.1– Микроструктура литого сплава 05X22AG15H8M2Ф(а), после закалки от 1100°C (б), гомогенизации при 1200°C-3 час с последующей закалкой от 1100°C (в).

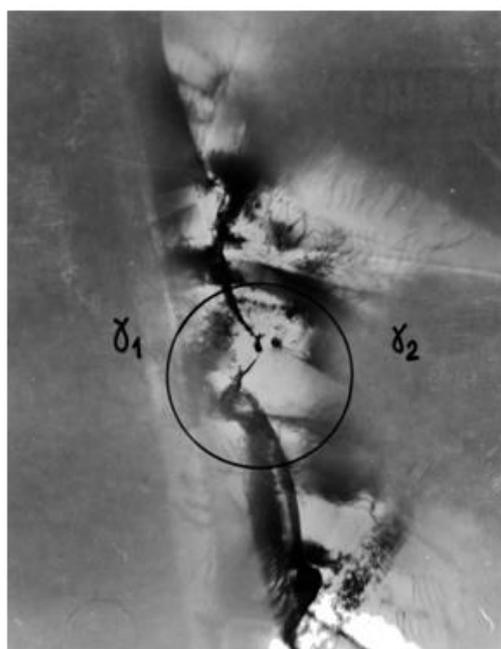
По данным электронной микроскопии для субструктуры аустенита литой стали характерно наличие: малоугловых границ, которые фрагментируют крупные аустенитные зерна; дислокационных скоплений небольшой плотности около малоугловых границ; волнистых границ зерен и небольшого количества дисперсных выделений на границе зерен (рисунок 3.2).



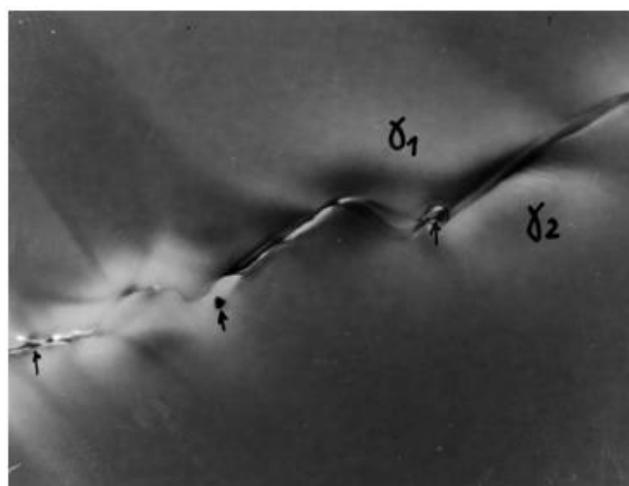
а



б



в



г

Рисунок 3.2 - Субструктура сплава 05X22AG15H8M2Ф после закалки от 1100°C: а – малоугловые границы и дислокации в аустените, б – дислокационные скопления в аустените, в – субструктура границ зерен, г – дисперсные выделения на границе.

В таблице 3.1 показано распределение легирующих элементов (Cr, Ni, Mn и Mo) в теле дендритов и междендритных пространствах литой стали. В пределах изученных участков заготовок сплав 05X22AG15H8M2Ф имеет однородное распределение.

Таблица 3.1 - Изменение содержания легирующих элементов в разных участках микроструктуры образцов литого сплава 05X22AG15H8M2Ф в зависимости от режимов термической обработки заготовок.

Термическая обработка	Содержание легирующих элементов*, %			
	Cr	Mn	Ni	Mo
-	<u>1,43</u>	<u>0,76</u>	<u>0,68</u>	<u>0,64</u>
	0,77	2,36	1,48	0,51
Закалка 1100°C	<u>0,21</u>	<u>0,61</u>	<u>0,36</u>	<u>0,46</u>
	0,62	0,87	0,82	0,33
Закалка 1200°C -3 час+1100°C	<u>0,45</u>	<u>0,59</u>	<u>0,33</u>	<u>0,19</u>
	0,35	0,63	0,53	0,32

*- Значения для разных участков микроструктуры: дендриты (числитель) и междендритное пространство (знаменатель).

Твердость заготовок литого сплава после гомогенизации при 1200°C-3 часа с последующей закалкой от 1100°C составляет HV 212 (таблица 3.2). Последующий отпуск при 500°C приводит к повышению твердости, что связано с образованием в структуре дисперсных нитридных фаз. Снижение твердости при температурах 600-700°C обусловлено коагуляцией этих частиц. По данным рентгеноструктурного анализа в структуре литого сплава 05X22AG15H8M2Ф содержится 100% аустенита.

Таблица 3.2- Влияние температуры отпуска на твердость заготовок литого сплава 05X22AG15H8M2Ф после гомогенизации при 1200°C-3 часа и закалки от 1100°C.

Температура отпуска, °C	HV
-	212
500	238
600	205
700	218
800	240

Междендритные пространства литого сплава содержат больше никеля и марганца, а области дендритов - больше хрома и молибдена. Последующая термическая обработка (закалка от 1100°C или гомогенизация при 1200°C - 3

часа с последующей закалкой от 1100°С) литого сплава 05X22АГ15Н8М2Ф существенно снижает ликвацию хрома, никеля, молибдена и марганца в участках дендритов и междендритных областей.

Гомогенизация при 1200°С - 3 часа и закалка от 1100°С литого сплава значительно уменьшают разброс значений микротвердости, по сравнению с литым состоянием, что связано с уменьшением ликвации легирующих элементов. Более высокая величина микротвердости дендритных участков обусловлена большим по сравнению с междендритными пространствами содержанием хрома и молибдена.

Результаты механических испытаний литого сплава 05X22АГ15Н8М2Ф, показали, что термическая обработка (закалка от 1100°С или гомогенизация при 1200°С-3 часа с последующей закалкой от 1100°С) приводит к значительному повышению прочности, пластичности и ударной вязкости при -196°С сплава (таблица 3.3).

Таблица 3.3 - Механические свойства литого сплава 05X22АГ15Н8М2.

Термическая обработка	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %	КСУ(при -196°С), МДж/м ²
–	476	445	9	12	0,1
Закалка от 1050°С	643	382	51	68	0,3
Закалка от 1100°С	610	369	54	65	0,9
Гомогенизация при 1200°С +Закалка от 1100°С	820	437	48	77	1,17

Лучшее сочетание механических свойств ($\sigma_B = 820$ МПа, $\sigma_{0,2} = 437$ МПа, $\delta = 77\%$, $\psi = 48\%$), этот сплав имеет после гомогенизации при 1200°С - 3 часа и закалки от 1100°С, что связано с изменением морфологии дендритных областей и снижением ликвации легирующих элементов.

Испытания на ударную вязкость при -196°С (таблица 3.4) образцов сплава 05X22АГ15Н8М2Ф показали, что в литом состоянии он имеет повышенную ударную вязкость (КСУ = 1,17 МДж/м²). В этом состоянии у сплава работа распространения трещины по величине практически равна работе зарождения трещины.

Таблица 3.4 - Результаты испытания на ударный изгиб.

Температура испытания, °С	20	-40	-70	-100	-196
КСУ, МДж/м ²	2,59	2,46	2,31	1,5	1,17

В изломах образцов литого сплава 05X22АГ15Н8М2Ф наблюдали квазихрупкий характер разрушения (рисунок 3.3 а, б).

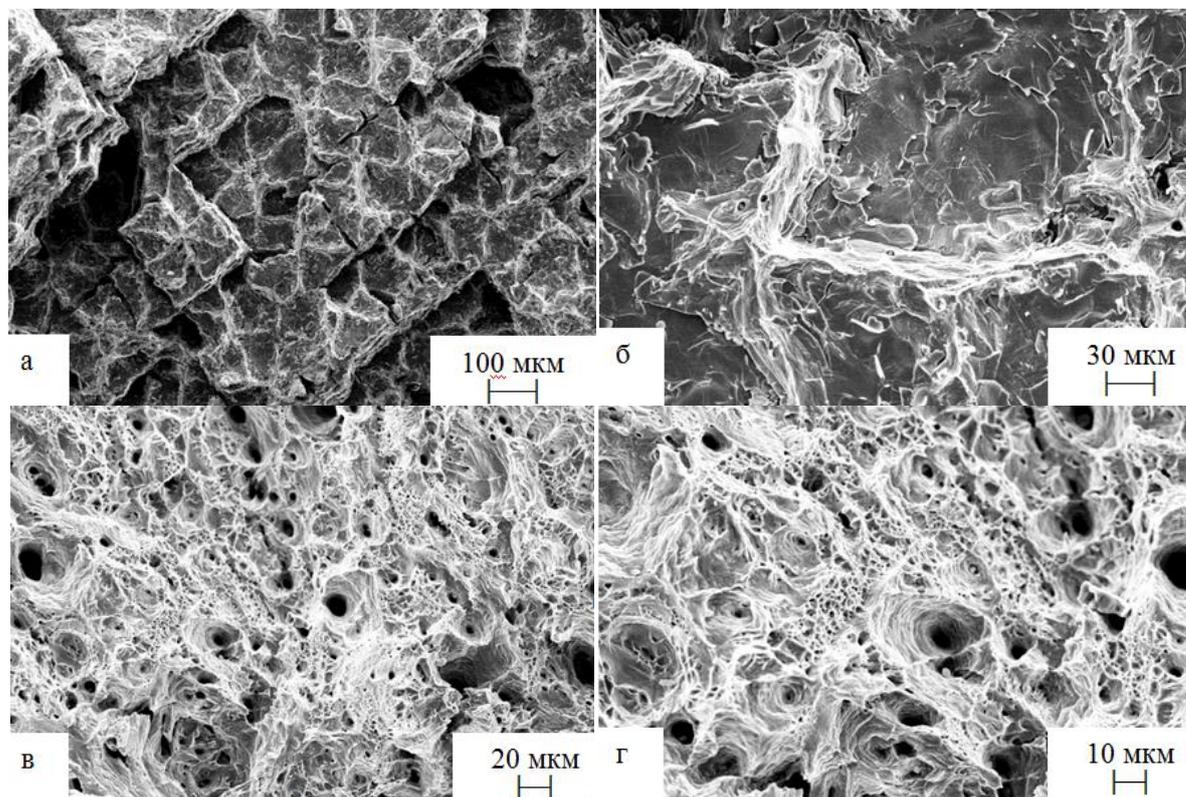


Рисунок 3.3 – Излом литого сплава 05X22АГ15Н8М2Ф (а, б) и после гомогенизации при 1200°С - 3 часа и закалки от 1100°С (в, г).

Присутствуют плоские участки предположительно соответствующие междендритным областям, по которым прошло хрупкое разрушение, и более вязкие крестообразные участки, предположительно соответствующие осям дендритов.

После термической обработки (гомогенизации при 1200°С - 3 часа и закалки от 1100°С) сплав имеет вязкий характер разрушения. В изломе образцов наблюдали мелкие и крупные ямки (рисунок 3.3 в, г).

Способ литья высокоазотистых аустенитных сталей оказывает значительное влияние на их фазовый состав и механические свойства. Проведено сравнение структуры литых заготовок стали 05X22АГ15Н8М2Ф,

выплавленных с использованием традиционного литья в изложницу (с протеканием т.н. равноосной кристаллизации – РК), так и метода высокоградиентной направленной кристаллизации – ВГНК [164]. ВГНК - отливка, в отличие от отливки, полученной при РК, представляет собой монокристаллическую матрицу, в которой все оси дендритов первого порядка ориентированы параллельно друг другу, вдоль оси кристаллизатора. При этом, по данным рентгеновского анализа, угол разориентировки осей первого порядка составляет не более 2 градусов.

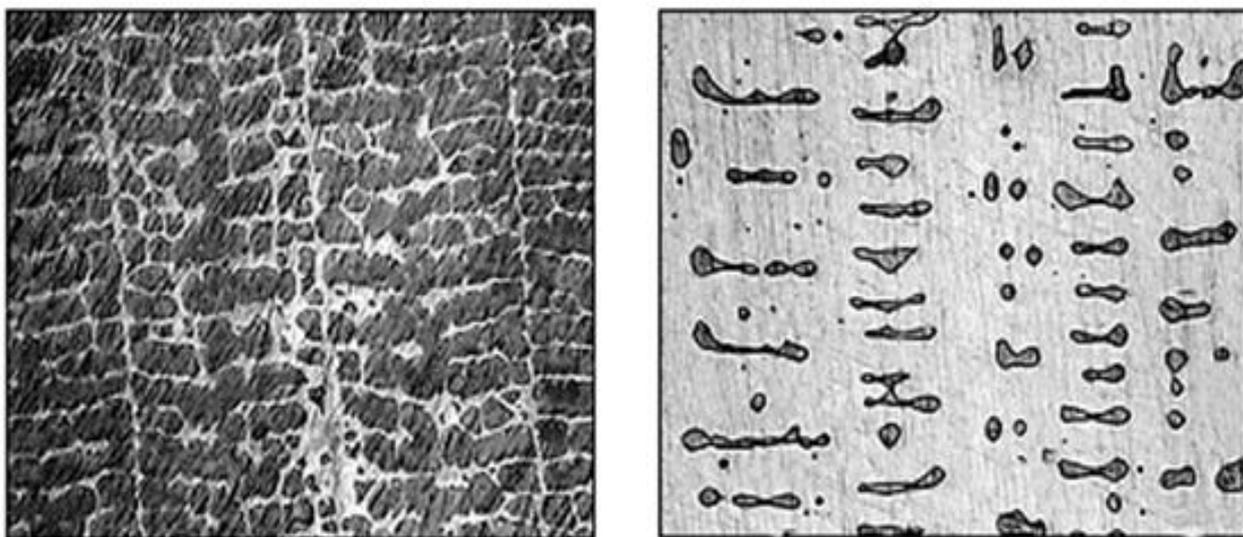
Независимо от примененного способа получения отливки и, соответственно, условий кристаллизации, сталь 08X22AG15H8M2Ф, как в литом, так и в гомогенизированном состоянии является аустенитной, т.е. немагнитной. При этом аустенит стали существует в виде двух структурных составляющих – дендритов и междендритного пространства. Дендриты литой стали, полученной с использованием как ВГНК, так и литья с РК, обогащены более тугоплавкими ферритообразующими элементами – Cr и Mo и обеднены аустенитообразующими элементами – Mn и Ni в одинаковых количествах. Концентрация последних несколько повышена в междендритных пространствах.

Дендриты в образцах после ВГНК более однородны по химическому составу, чем дендритные образования в образцах после РК. Процедура гомогенизации способствует выравниванию химического состава на границе «дендрит - междендритная область» за счёт частичного растворения дендритов. Соответственно, чем более полно протекает гомогенизация (1200°C, 3 час, по сравнению с 1100°C, 1 час), тем ближе уровень микротвёрдости дендритов к таковому для междендритных пространств. Для оставшихся нерастворёнными дендритов гомогенизирующая термическая обработка слабо изменяет отмеченную выше ликвацию легирующих элементов. Она способствует, в основном, выравниванию концентрации каждого из легирующих элементов внутри объема каждой из структурных составляющих.

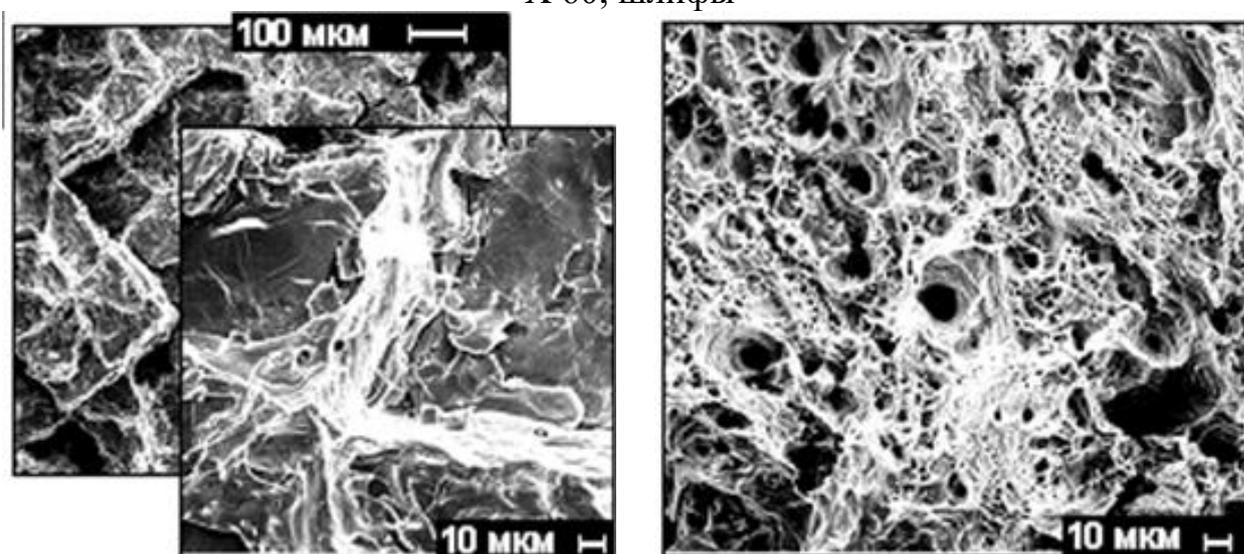
Гомогенизирующая термическая обработка обеспечивает отсутствие в структуре пористости и охрупчивающих фаз. Измерения микротвёрдости показали, что степень влияния высокотемпературных выдержек на механические свойства исследованной литой стали определяется степенью растворения дендритов. Сопоставление микроструктуры стали на шлифах с видом излома после испытаний на растяжение и результатами этих испытаний подтверждают такое заключение (рисунок 3.4).

Отливки из стали 05X22AG15H8M2Ф, полученные с использованием ВГНК по сравнению с РК после закалки от 1100°С обладают лучшим сочетанием механических свойств ($\sigma_b = 866$ МПа, $\psi = 42$ %) и имеют вязкий и микровязкий характер разрушения (рисунок 3.4 а). Гомогенизационный отжиг при 1200°С ВГНК - отливок и последующая закалка повышают относительное удлинение и сужение в 5 раз по сравнению с исходным уровнем после ВГНК (рисунок 3.4 б, в). При этом предел текучести ВГНК- стали не изменяется, а предел прочности возрастает с 476 до 866 МПа (рисунок 3.4 б, в). Получение отливок с использованием ВГНК и последующей гомогенизирующей термической обработки может быть перспективно для получения литых деталей с повышенной вязкостью.

Полученные результаты исследования литой высокоазотистой стали 05X22AG15H8M2Ф после гомогенизации при 1100-1200°С, показывают, что она превосходит по уровню механических свойств применяющиеся в криогенной технике литые нержавеющие стали (08X18H10T, 20X13) и может быть использована.



Х 60, шлифы



Изломы образцов после испытаний на растяжение
ВГНК

ВГНК + 1200°C – 3 час + зак. 1100°C

Рисунок 3.4 - Механические свойства, микроструктура шлифов и изломов отлитой с применением ВГНК стали 08X22АГ15Н8М2Ф.

С целью разработки экономнолегированных никелем и марганцем аустенитных высокоазотистых литых сплавов изучали стали 05X20АГ10Н3МФ (0,40% N) и 05X21АГ10Н3МФ (0,53% N). Химический состав этих сталей приведен в таблице 3.5.

Таблица 3.5- Химический состав высокоазотистых аустенитных сталей*, %

Марка стали	C	N	Cr	Mn	Ni	Mo	V	Si	S
05X21АГ10Н3МФ	0,050	0,53	20,5	10,3	3,1	1,10	0,18	0,25	0,007
05X20АГ10Н3МФ	0,050	0,40	20,4	10,3	3,1	1,10	0,18	0,25	0,007

*Остальное — железо.

Из данных рентгенофазового анализа исследованных сталей в литом состоянии следует, что образцы стали 05X21АГ10Н3МФ (0,53% N) имеют однофазную аустенитную структуру. Структура образцов стали 05X20АГ10Н3МФ (с 0,40% N) двухфазная (γ и α). Нагрев под закалку от 1100°С литых образцов стали 05X20АГ10Н3МФ (0,40% N) приводит к уменьшению количества α -фазы до 25% и увеличению количества γ -фазы до 75% в результате растворения нитридов, выделившихся в процессе охлаждения. В литых образцах стали 05X20АГ10Н3МФ (0,40% N) после закалки от 1200°С содержалось 18% α -фазы и 82% γ -фазы. В таблице 3.6 приведены значения периода кристаллической решетки (α) литых образцов сталей 05X21АГ10Н3МФ и 05X20АГ10Н3МФ после разных температур закалки. Минимальные значения периода решетки γ -фазы соответствуют литому состоянию и обусловлены выделением нитридов при медленном охлаждении слитков. Повышение температуры нагрева под закалку от 1100 до 1200°С приводит к увеличению периода решетки аустенита из-за роста концентрации азота в γ -твердом растворе в результате растворения нитридов. Максимальные значения периода решетки γ -фазы получены для стали 05X21АГ10Н3МФ (0,53% N).

Таблица 3.6 – Влияние температуры закалки на изменение периода кристаллической решетки аустенита исследованных сталей.

Т _{зак} , °С	Значение α , Å	
	05X21АГ10Н3МФ	05X20АГ10Н3МФ
-	3,616	3,615
1100	3,619	3,618
1150	3,620	3,619
1200	3,622	3,620

Результаты электронно-микроскопического исследования литых сталей 05X21АГ10Н3МФ и 05X20АГ10Н3МФ показали, что эти стали в зависимости от содержания азота и термической обработки могут иметь разную структуру. На снятой в режиме электронографа кольцевой электроннограмме литой стали 05X21АГ10Н3МФ видны тонкие прерывистые линии аустенита, отдельные точечные рефлексы δ -феррита и

слабые размытые линии от плоскостей (111) и (222) карбонитрида CrV (C, N) (рисунок 3.5а). Прерывистость линий аустенита связана с крупнозернистостью дендритной структуры литых образцов, а размытость линий карбонитрида- с высокой дисперсностью выделяющихся частиц.

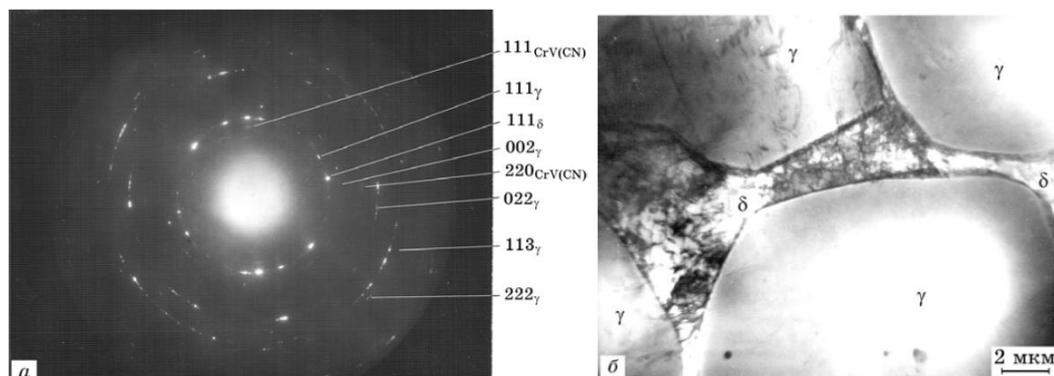


Рисунок 3.5 - Кольцевая электронограмма (а) и микроструктура (б) образца литой стали 05X21АГ10НЗМФ (0,53% N).

Микродифракционные исследования подтвердили, что в процессе охлаждения расплава аустенит претерпевает гомогенный распад с выделением ультрадисперсных частиц карбонитрида CrV (C, N). Основная структурная составляющая стали 05X21АГ10НЗМФ – аустенит, который содержит очень малое количество дислокаций. Отдельные дислокации видны около частиц неметаллических включений и около границ с δ -ферритом. Массивные γ -двойники отжига, характерные для закаленного состояния, в структуре этой стали отсутствуют. Небольшое количество δ -феррита располагается в виде прослоек между зернами (кристаллита) аустенита. Как правило, в δ -феррите плотность дислокаций значительно выше, чем в окружающем аустените (рисунок 3.5 б). После закалки от 1100 и 1150°C в структуре стали 05X21АГ10НЗМФ δ -феррит отсутствовал.

Кольцевая электроннограмма, полученная с литого образца стали 05X20АГ10НЗМФ (0,40% N) также содержит прерывистые линии 111, 022, 002, 113 аустенита (рисунок 3.6 а), линии 011, 112 δ -феррита и слабые размытые линии 111 и 222 карбонитрида CrV (C, N). В структуре этой литой стали наблюдали аустенит и прослойки δ -феррита (рисунок 3.6 б).

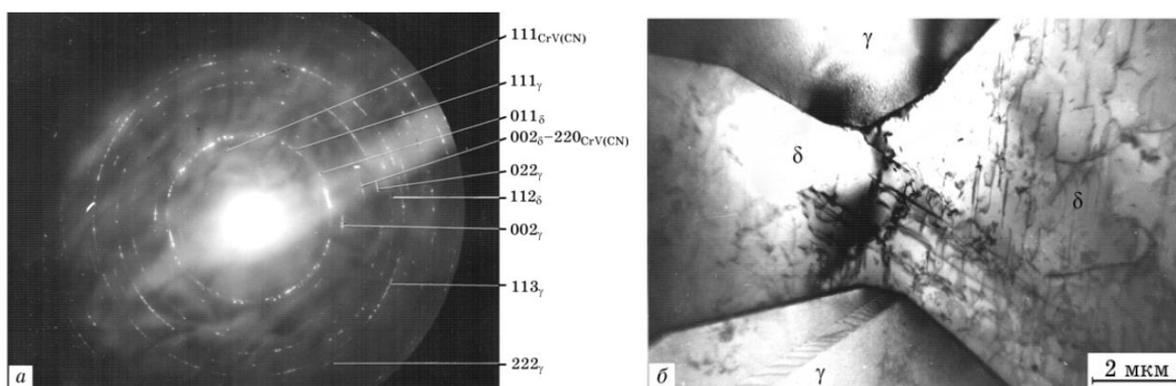


Рисунок 3.6 - Кольцевая электронограмма (а) и микроструктура (б) образца литой стали 05X20AG10НЗМФ (0,40% N).

Аустенит почти без дислокаций, но содержит ультрадисперсные частицы карбонитрида CrV (С, N). В δ-феррите наблюдаются повышенная плотность дислокаций и небольшое количество неметаллических включений. На кольцевой электронограмме литой стали 05X20AG10НЗМФ (0,40% N) после закалки от 1100°С содержатся те же линии аустенита, δ-феррита и линии 111 и 220 карбонитрида (рисунок 3.7), однако по сравнению с литым состоянием после закалки линии фаз более четкие, резкие и менее прерывистые, что свидетельствует о более дисперсной структуре, чем в литом состоянии.

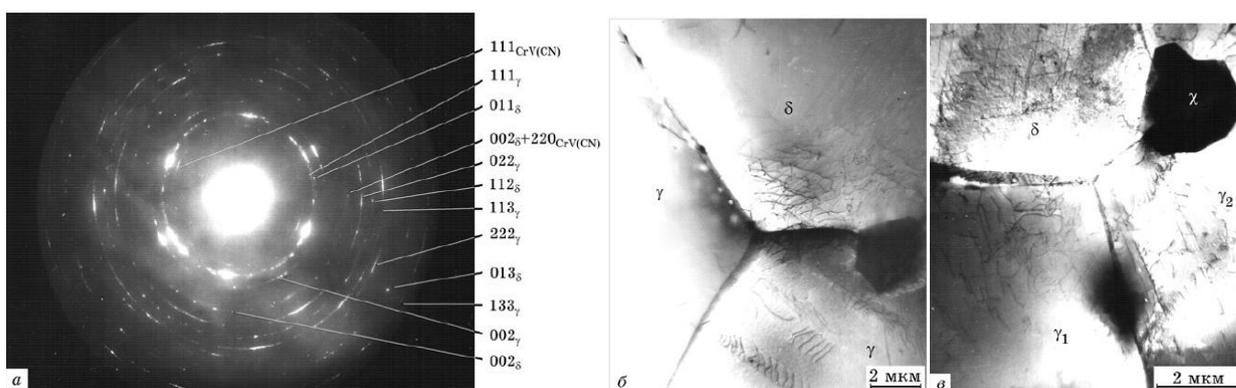


Рисунок 3.7 - Кольцевая электронограмма (а) и микроструктуры (б, в) образца литой стали 05X20AG10НЗМФ (0,40% N) после закалки от 1100°С.

Аустенит стали 05X20AG10НЗМФ при нагреве под закалку претерпевает гомогенный распад с выделением небольшого количества ультрадисперсных частиц карбонитрида CrV (С, N). При закалке стали формируется зеренная структура со стыком границ зерен под углом 120°

(рисунок 3.7 б). Плотность дислокаций в аустените и δ -феррите невысокая. В структуре стали наблюдали небольшое количество выделений ограниченной формы, которые располагаются внутри частиц δ -феррита и аустенитных зерен и на границе γ / δ -фаз (рисунок 3.7 в). Расшифровка микродифракционных картин показывает, что эти частицы являются χ -фазой.

3.2. Влияние режимов термической обработки на структуру и механические свойства сталей 05X22AG16H8M и 05X22AG15H8M2Ф

Режимы термической обработки оказывают значительное влияние на структуру и механические свойства азотосодержащих аустенитных сталей.

В структуре исследованных сплавов в исходном состоянии (послековки и прокатки при температурах 1100 и 1150°C) наблюдали большое количество двойников, что характерно для аустенитных сплавов с низкой энергией дефектов упаковки, равноосные аустенитные зерна малого размера (средний размер зерна 10-20 мкм), небольшое количество нитридных частиц типа Cr_2N и отсутствие σ -фазы и δ -феррита [165]. Для изученных сплавов характерно образование в процессе прокатки иковки фрагментированной структуры. В таком структурном состоянии сплавы имели: $\sigma_b = 1020-1060$ МПа, $\sigma_{0,2} = 680-760$ МПа, $\delta = 35-40\%$, $\psi = 50-59\%$, $KCU = 1,80-2,05$ МДж/м². Нагрев горячедеформированных сплавов под закалку при температурах от 900 до 1300°C приводит к значительному изменению их структуры и как следствие к изменению механических свойств (рисунок 3.8). У сплавов 05X22AG16H8M и 05X22AG15H8M2Ф после выдержки при 900-950°C в течение 1 час сохраняется состояние горячего наклепа после горячей прокатки при 1100°C. Наблюдали довольно высокую плотность нерегулярных дислокационных скоплений и клубков, формирующих в некоторых местах ячеистую субзеренную структуру. По сравнению с состоянием после прокатки плотность дислокаций уменьшилась, а количество дисперсных преимущественно расположенных на полигональных

и зеренных границах нитридов Cr_2N увеличилась. У сплавов после нагрева при 1000°C в течение 1 час по сравнению с горячедеформированным состоянием снижается прочность и повышается пластичность и ударная вязкость (рисунок 3.8).

Снижение прочности и повышение пластичности и ударной вязкости после закалки от 1050°C прокатанных при 1100°C сплавов связано с интенсивным развитием процесса рекристаллизации наклепанного аустенита и возникновением чистых бездефектных рекристаллизованных зерен при сохранении в структуре небольшого количества нитридов Cr_2N . При повышении температуры закалки сплавов от 1050 до 1100°C наблюдается диссоциация нитридов хрома, что увеличивает период кристаллической решетки аустенита (рисунок 3.8). При этом сплавы имеют мелкозернистую аустенитную структуру и хорошее сочетание показателей прочности, пластичности и ударной вязкости $\sigma_{\text{в}} = 880$ МПа, $\sigma_{0,2} = 500$ МПа, $\delta = 60-62\%$, $\psi = 72-75\%$, $\text{КСУ} = 3,6-3,9$ МДж/м² (рисунок 3.8).

После нагрева сплавов под закалку выше 1100°C более интенсивно растворяются нитриды хрома, резко увеличиваются период кристаллической решетки аустенита и размер зерна, значения предела текучести и прочности незначительно снижаются. Скорость охлаждения при закалке оказывает значительное влияние на ударную вязкость сплава 05X22AG16H8M. После значительного пересыщения - твердого раствора азотом в результате нагрева до 1200°C и медленного охлаждения с печью из аустенита выделяется небольшое количество нитридной фазы, которые незначительно снижают ударную вязкость сплава (рисунок 3.9).

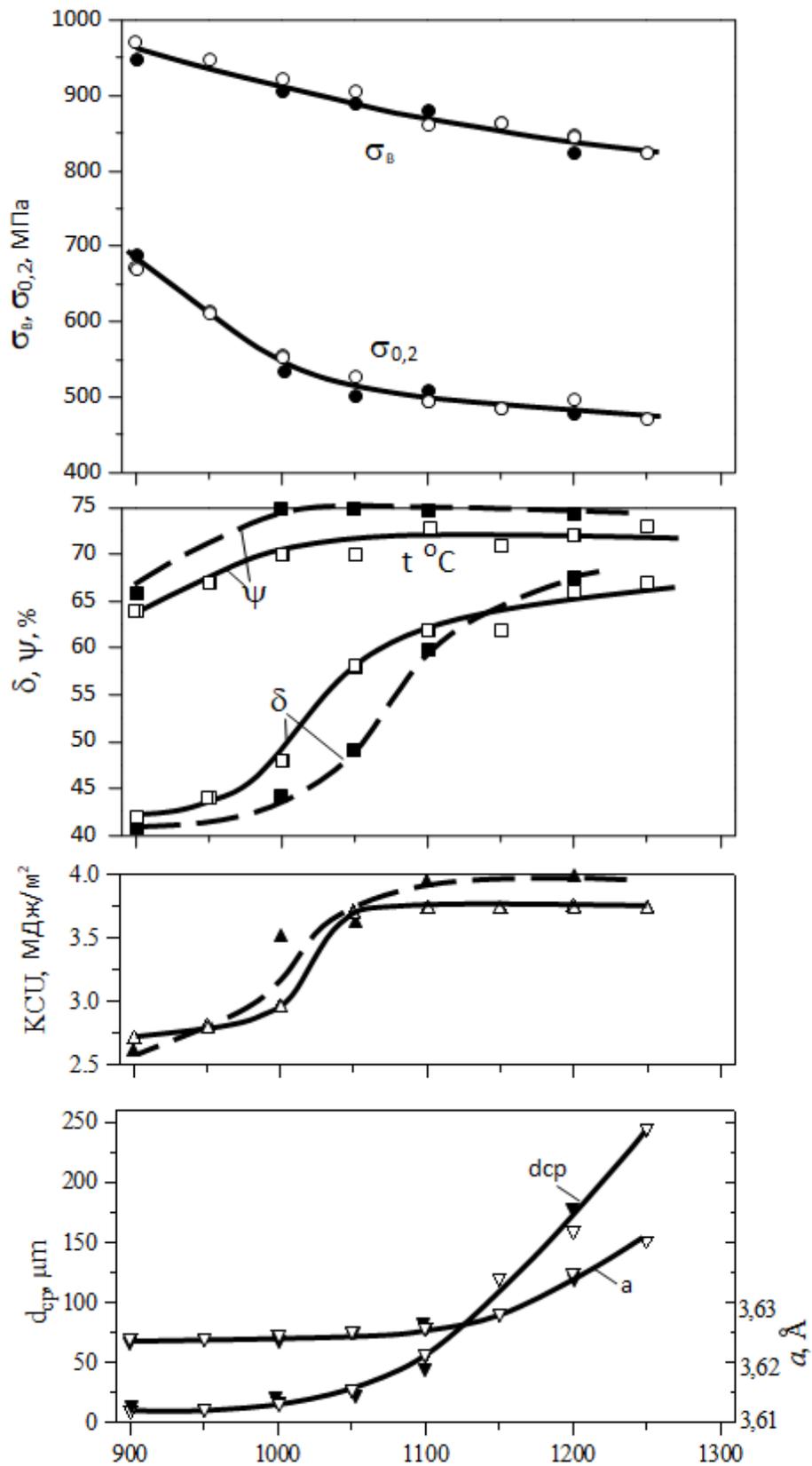


Рисунок 3.8 - Влияние температуры нагрева под закалку на средний размер зерна (d_{cp}), параметр кристаллической решетки аустенита (а) и механические свойства сплавов 05X22АГ16Н8М (● ■ ▲ ▼) и 05X20АГ15Н8М2Ф (○ □ △ ▽).

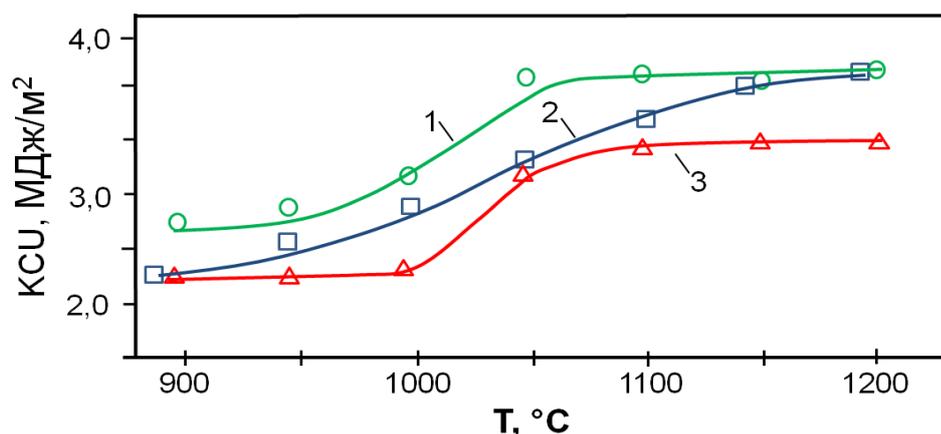


Рисунок 3.9 - Влияние температуры нагрева под закалку и скорости охлаждения при закалке на ударную вязкость сплава 05X22AG16H8M (1 – \circ вода, 2 – \square воздух, 3 – \triangle с печью).

В структуре сплава после закалки с охлаждением в воде или на воздухе нитриды отсутствуют. Величина ударной вязкости закаленного сплава независимо от скорости охлаждения сохраняется на высоком уровне (рисунок 3.9), что свидетельствует о высокой устойчивости его аустенита по отношению к прерывистому распаду при охлаждении металла в критическом интервале температур (900 – 600°C).

Результаты выдержек при 500, 600, 700 и 800°C сплава 05X22AG15H8M2Ф после закалки от 1100°C в течение 1 час показывают, что температура 800°C является для нее критической. Если после нагрева в течение 1 час при 600 и 700°C этот сплав имел ударную вязкость соответственно: 3,40 и 3,07 МДж/м², то после такой же выдержки при 800°C эта характеристика снижается до 1,82 МДж/м². Величина ударной вязкости 1,82 МДж/м² является достаточно высокой. Для относительно небольших (до ~100 мм) сечений изделий можно использовать сварные соединения из этого сплава. При охлаждении этих изделий после сварки на воздухе в интервале температур активного зарождения рост нитридов хрома не будет проходить за время не более 1 час.

Изучено влияние длительности нагрева при температуре 800°C на структуру и механические свойства сплавов 05X22AG16H8M и 05X22AG15H8M2Ф после пересыщения γ - твердого раствора азотом,

получаемого закалкой от 1100°C с охлаждением в воде. Такая обработка способствует более интенсивному выделению нитридной фазы и дестабилизации аустенита в процессе последующей выдержки в течение 1, 10 и 100 ч. при температуре 800°C. В структуре закаленного сплава 05X22AG16H8M с высоким содержанием марганца и молибдена, снижающих степень пересыщения γ - твердого раствора азотом, после выдержки при 800°C 1 час наблюдали по границам зерен небольшое количество нитридов хрома, задерживающих начало распада этого раствора (рисунок 3.10 а).

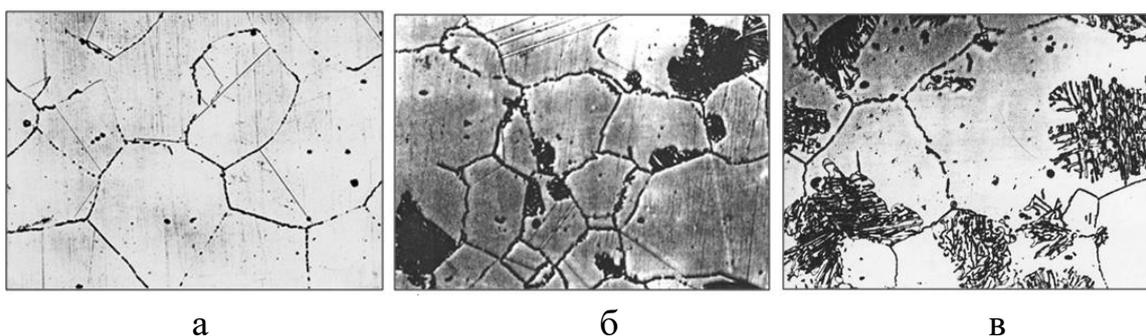


Рисунок 3.10 - Микроструктура сплава 05X22AG16H8M после закалки от 1100°C и последующей выдержки при 800°C (а-1 час, б-10 часов, в-100 часов; х 400).

После такой выдержки этот сплав сохраняет более высокую ударную вязкость (рисунок 3.11), чем приведенный для сравнения сплав 03X20H16AG6, содержащий 16% никеля, повышающего степень пересыщения аустенита азотом и как следствие ускоряющего процесс выделения при 800°C нитридов хрома.

С увеличением выдержки при 800°C до 10 ч. в сплаве 05X22AG16H8M наблюдается интенсивное выделение нитридов по механизму прерывистого распада (рисунок 3.10 б), который значительно снижает ударную вязкость сплава (рисунок 3.11). После 100 ч. выдержки при 800°C в структуре сплава 05X22AG16H8M увеличивается объемная доля продуктов прерывистого распада с образованием нитридов хрома (рисунок 3.10 в) и небольшого количества σ - фазы, что приводит к дальнейшему снижению ударной вязкости сплава (рисунок 3.11).

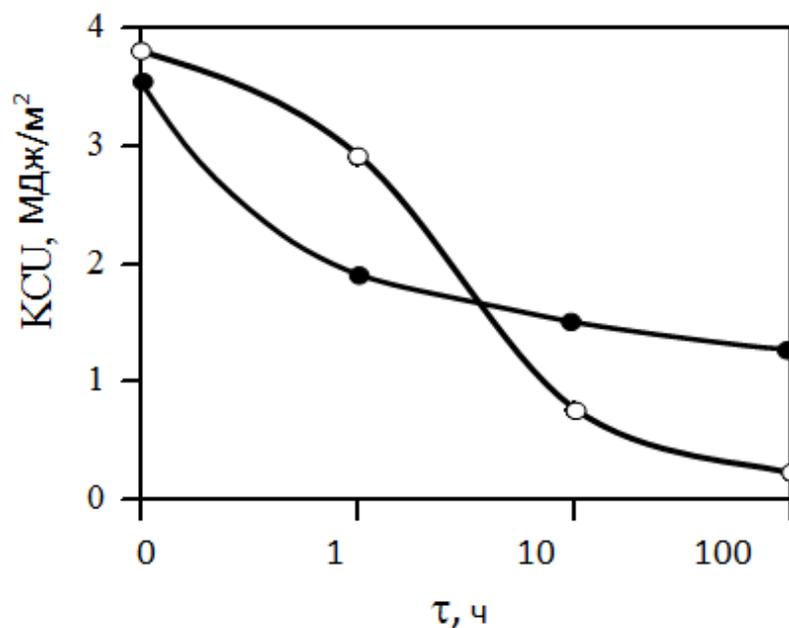


Рисунок 3.11 - Влияние длительности выдержки при 800°C после закалки от 1100°C на ударную вязкость КСУ сплавов 05X22AG16H8M (о - о) и 03X20H16AG6 (• - •).

У сплава 05X22AG15H8M2Ф после закалки от 1100°C и последующей выдержки в течение 1, 10 и 100 ч при 800°C характер зависимости ударной вязкости от времени при 800°C такой же как у сплава 05X22AG15H8M.

3.3. Влияние режимов горячей прокатки на структуру и свойства стали 05X22AG15H8M2Ф

Исследовано влияние температуры прокатки на структуру и свойства стали 05X22AG15H8M2Ф. Твердость стали интенсивно возрастает (на 25-35%) с увеличением степени деформации (ϵ) в интервале температур прокатки 700-900°C, (рисунок 3.12).

При $\epsilon > 30\%$ повышение температуры прокатки с 800 до 900°C не вызывает изменения твердости. Дальнейшее повышение температуры прокатки до 1000 и 1100°C вызывает снижение твердости (рисунок 3.12) по сравнению с прокаткой при 700, 800 и 900°C.

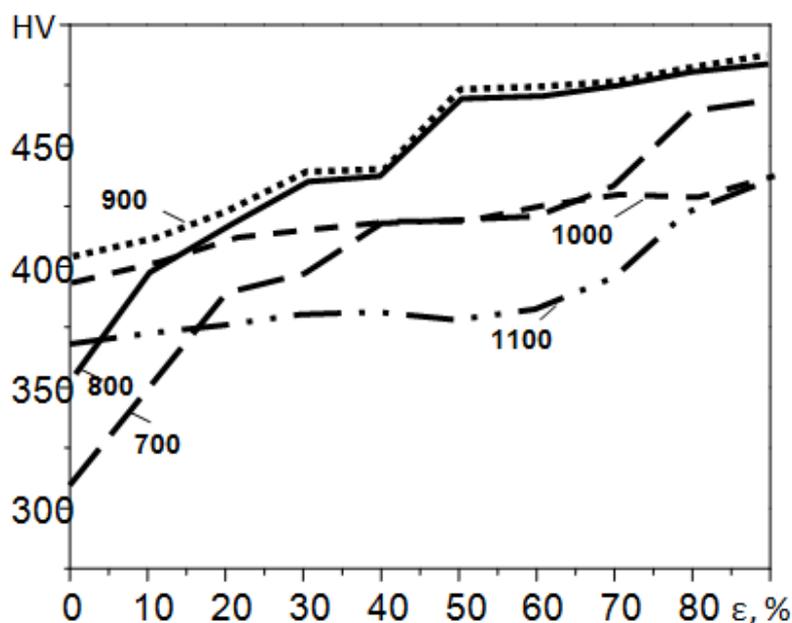


Рисунок 3.12 - Зависимость твердости стали 05X22AG15H8M2Φ от степени обжатия и температуры нагрева (указана у кривых) при горячей прокатке.

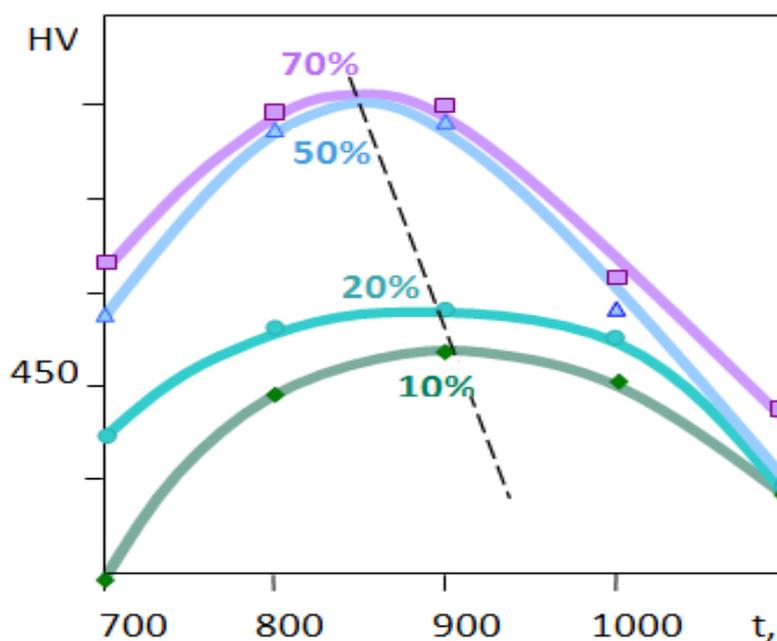


Рисунок 3.13 - Зависимость твердости стали 05X22AG15H8M2Φ от температуры прокатки с обжатием 10, 20, 50 и 70%.

Увеличение ϵ от 0 до 90% при температурах прокатки 1000 и 1100°C повышает твердость не более чем на 12-15%.

Таким образом, зависимости твердости от температуры прокатки имеют температурные максимумы, что наглядно иллюстрируется рисунком 3.13, где построены такие зависимости для прокаток с $\epsilon = 10, 20, 50$ и 70%.

При прокатке с ε 10% максимальная твердость будет достигаться в результате горячей прокатки при 900°C. При $\varepsilon = 70\%$ максимум твердости достигается при нагреве под прокатку до 850°C. Максимальный уровень твердости обусловлен наибольшим накоплением дефектов кристаллического строения в процессе деформации. Влияние температуры на положение этого максимума можно связать с ускорением процессов перераспределения и взаимодействия этих дефектов при большей их плотности. Изучено изменение размера зерна в продольном и в поперечном сечении клиновидных сегментов, деформированных с различной степенью обжатия при 700-1100°C. Результаты этих измерений приведены на рисунке 3.14.

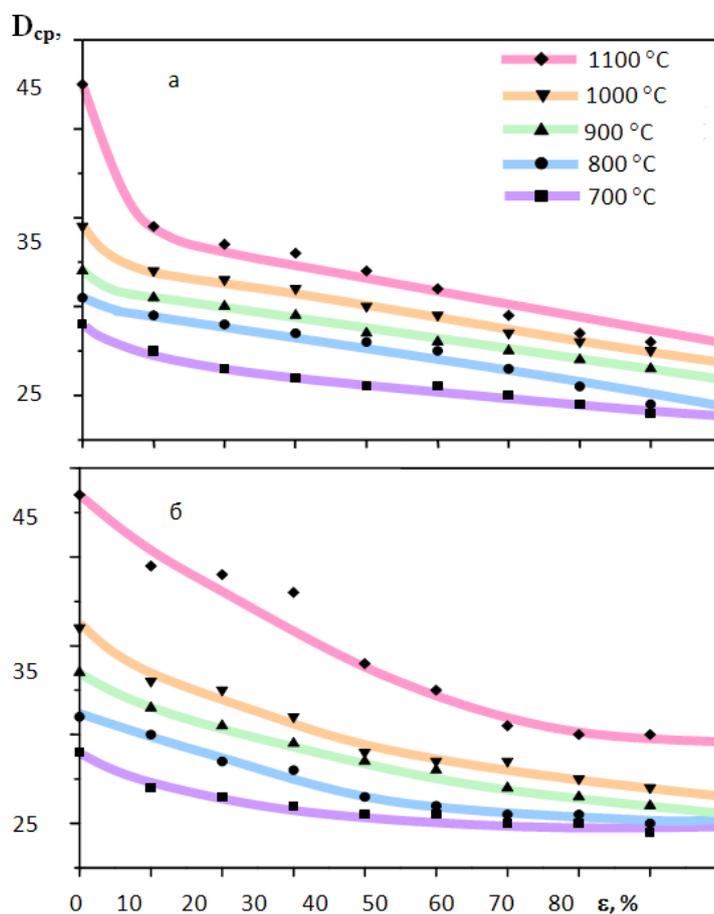


Рисунок 3.14 - Средний размер зерна ($D_{ср}$) стали 05X22AG15H8M2Ф после прокатки с разными степенями обжатия при температурах 700-1100°C: а – измеренный в продольном сечении прокатанных сегментов, б – в поперечном сечении.

С повышением температуры прокатки средний размер зерна возрастает. При этом с увеличением ε от 10 до 90% наблюдается уменьшение размера зерна на 40-45% по сравнению с нагревом до этой же температуры,

но без прокатки (рисунок 3.14а). Измерения среднего размера зерна в поперечном сечении показали, что при температурах прокатки 700-1000°С он лишь на 2-3 мкм больше, чем в продольном сечении, т.е. зерна практически равноосные (рисунок 3.14б).

Прокатка при температуре 1100°С вызвала неравноосность: в поперечном сечении размер зерна с увеличением степени деформации уменьшается не столь интенсивно. Изучена микроструктура стали 05X22АГ15Н8М2Ф до и после прокатки клиньев при 700-1100°С. Структуры стали до начала прокатки после изотермической выдержки в течение 40 минут при температурах 700, 800 и 900°С представляют собой неоднородные по размеру равноосные зерна аустенита (рисунок 3.14). После выдержки при 800°С по границам зерен наблюдается небольшое количество (~3%) нитридной фазы типа Cr_2N , выделившейся по механизму прерывистого распада. При 1000°С и выше эта фаза не наблюдается, очевидно вследствие прошедшего процесса ее растворения. Структура стали после выдержки при температурах 1000 и 1100°С имеет однородные, равноосные зерна аустенита размером 29 и 45 мкм (рисунок 3.14 а). Отмечается наличие большого числа двойников отжига, образование которых обусловлено увеличением концентрации азота в аустените в результате растворения нитридов хрома. Другим положительным следствием повышения концентрации азота в стали при растворении нитридов при этих температурах является повышение коррозионной стойкости стали. Это проявляется в заметном ухудшении травимости шлифов.

Деформация 10% при 700-900°С не оказывает заметного влияния на форму зерен. При этой деформации и температурах в структуре по-прежнему наблюдаются выделения псевдоперлитных колоний нитридов хрома. При дальнейшем увеличении ϵ от 20 до 90% при 800, 900 и 1000°С, а также ϵ от 20 до 40% при 700°С и ϵ от 10 до 80% при 1100°С зерна и нитридные колонии вытягиваются вдоль направления прокатки.

Степень деформации (ϵ) оказывает существенное влияние на температуру начала рекристаллизации. При степени $\epsilon = 20\%$ температура начала рекристаллизации - 1100°C . С увеличением деформации до 40% температура начала рекристаллизации снижается до 1000°C . При дальнейшем увеличении степени деформации объемная доля рекристаллизованных зерен при температуре деформации 1100°C составляет около 40% .

Тонкая структура стали после прокатки при 1100°C с обжатием 70% , полученная методом просвечивающей электронной микроскопии представлена на рисунке 3.15.

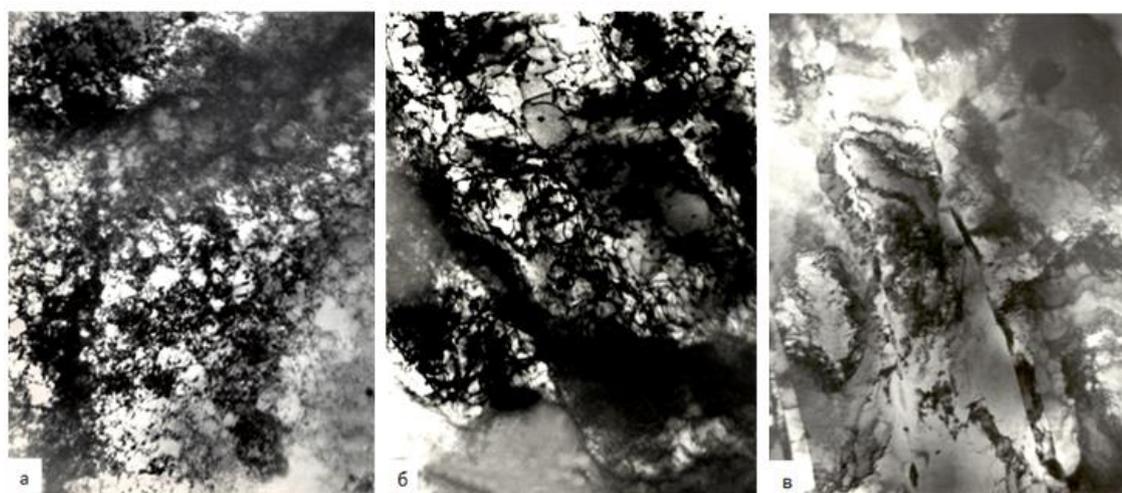


Рисунок 3.15 -Тонкая структура стали 05X22АГ15Н8М2Ф после прокатки при 1100°C .

Для приведенной на рисунке 3.15 субструктуры характерно наличие очень высокой плотности дислокаций, свидетельствующее о сохранении состояния горячего наклепа. Плотность дислокаций очень высока, поэтому даже при увеличениях в $20000-30000$ они плохо разрешаются. При больших увеличениях (рисунки 3.15 а, б и в) можно видеть, что дислокации переплетены между собой, образуют клубки. Не видно участков с явно выраженной ячеистой структурой или субзеренной, полигональной субструктурой. Наблюдаются очень малые ($\leq 0,2$ мкм для 1100°C) области, свободные от дислокаций, окруженные границами с широкими дислокационными клубками, что может быть начальной стадией

формирования ячеистой, субзеренной структуры. Большое количество искривленных экстинционных контуров на электронномикроскопических снимках структуры связано с упругими изгибами в однородной по толщине тонкой фольге вследствие наличия напряжения, возникающего в ходе горячей деформации и последующего охлаждения. Границы аустенитных зерен в некоторых местах имеют извилистый вид характерный для ВТМО. Границы в основном свободны от выделений, но в некоторых местах можно увидеть дисперсные (~0,2 мкм) выделения округлой формы не только по границам, но и в теле зерна (рисунок 3.15 в). Микродифракционный анализ показывает, что этими выделениями являются нитриды хрома типа Cr₂N.

Изменение структуры при закалке горячекатаного сплава 05X22AG15H8M2Ф.

Изучали возможность рекристаллизации горячекатаной стали 05X22AG15H8M2Ф при последующем его нагреве до температур 850-1200°С с закалкой в воде. На рисунке 3.16 представлены результаты измерения твердости закаленной стали и среднего размера зерна.

Твердость стали максимальна после прокатки с $\varepsilon = 90\%$. У предварительно недеформированной стали снижение твердости с увеличением температуры нагрева под закалку происходит по линейному закону.

У предварительно обжатого при горячей прокатке сплава наблюдается перегиб на кривой зависимости твердости от температуры закалки при 950-1000°С. Чем выше была исходная твердость при прокатке, тем сильнее спад твердости в результате последующей закалки. При $\varepsilon = 90\%$ последующий нагрев под закалку вызывает рост зерна при температуре свыше 1100°С, тогда как в стали, не подвергнутой предварительному обжатию, рост зерна происходит при температуре свыше 1000°С (рисунок 3.16 б).

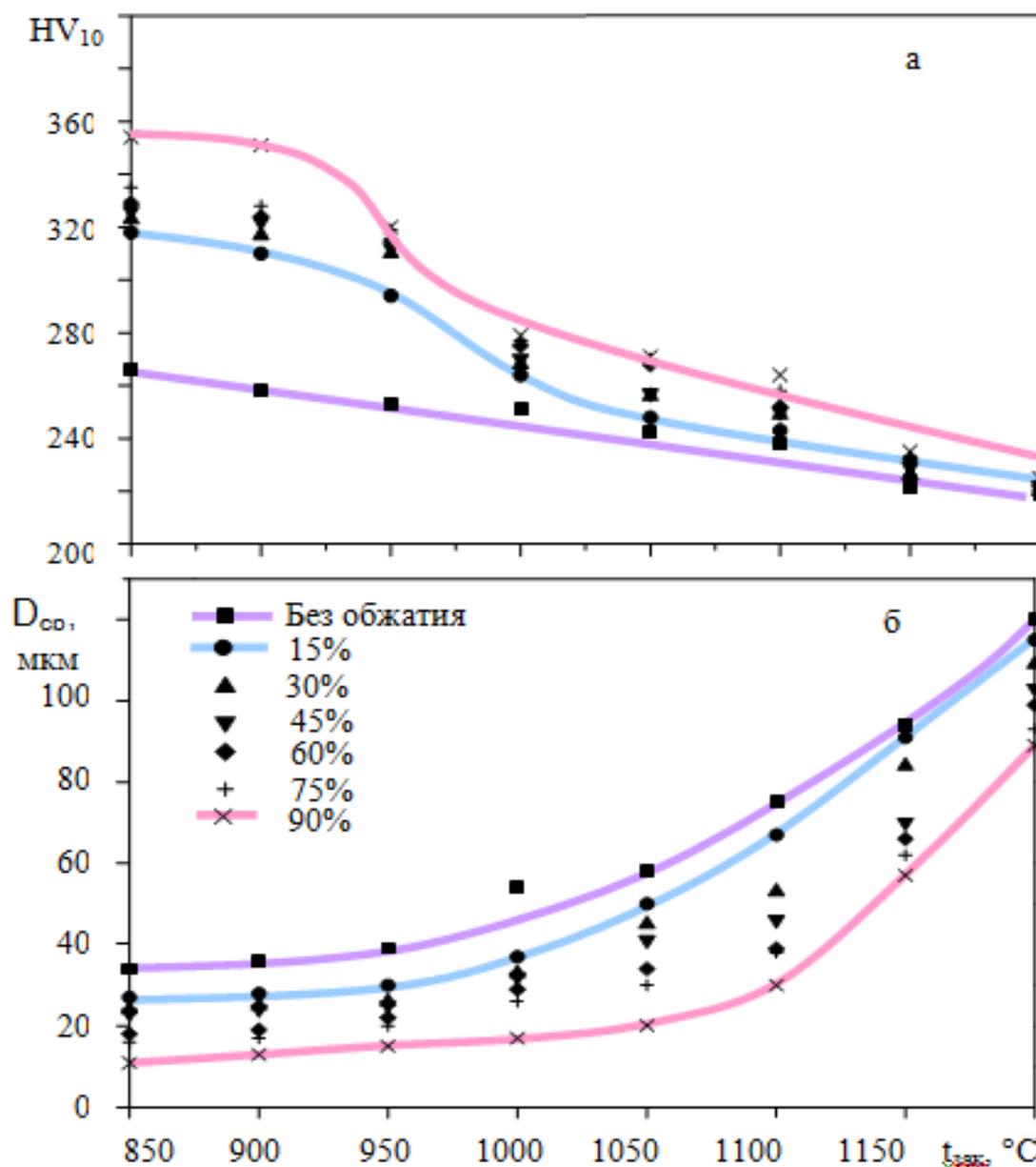


Рисунок 3.16 – Твердость (а) и средний размер зерна (б) стали 05X22AG15N8M2Ф после прокатки с разными степенями обжатия и последующей закалки от температур 850-1200°С.

Тонкая структура стали после прокатки при 1100°С и последующей закалки от 1000°С характеризуется наличием на полигональных и зеренных границах дисперсных выделений округлой, вытянутой формы (в сечении ~100×300 нм). Микрофракционный анализ этих выделений показывает, что все они являются нитридами типа Cr_2N . В структуре отчасти сохранилось состояние горячего наклепа после прокатки, что выражается в довольно высокой плотности нерегулярных дислокационных скоплений, клубков,

формирующих в некоторых местах ячеистую, субзеренную структуру. Однако, в основном в ходе нагрева и выдержки перед закалкой в течение 45 мин. прошли процессы возврата и полигонизации, плотность дислокаций по сравнению с состоянием после прокатки в целом уменьшилась. Рекристаллизованные зерна аустенита мелкие, порядка нескольких микрон. В полном соответствии с теорией рекристаллизации, их внутренняя структура характеризуется отсутствием дислокаций и наличием широких γ -двойников (рисунок 3.17).



Рисунок 3.17 Структура стали 05X22AG15H8M2Ф после прокатки при 1100°C последующей закалки от 1000°C.

Видно, что в некоторых местах границы рекристаллизованных зерен "задерживается" на выделениях, но в целом эти частицы выделений не являются серьезным барьером для продвижения высокоугловых границ зерен в процессе рекристаллизации и, таким образом, эти частицы оказываются внутри рекристаллизованных зерен. Микродифракционный анализ этих частиц показал, что все они являются нитридами хрома типа Cr_2N .

Уровень механических свойств стали 05X22AG15H8M2Ф зависит от температуры и степени обжатия при прокатке и последующей температуры закалки (таблица 3.7). После прокатки при 950°C со $\varepsilon = 70\%$ достигаются максимальные значения $\sigma_{0,2} = 1258$ МПа и $\sigma_b = 1335$ МПа при удовлетворительных показателях относительного удлинения и сужения.

Такое высокое упрочнение связано с формированием фрагментированной структурой с высокой плотностью дислокаций. Повышение температуры прокатки приводит к снижению плотности дислокаций, увеличению размера субзерен. Прокатка при температурах 1000, 1050 и 1150°С с $\varepsilon = 70\%$ по сравнению с 950°С приводит к снижению прочности и повышению пластичности.

Таблица 3.7 - Механические свойства стали 05Х22АГ15Н8М2Ф.

№ режима	Обработка	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	ψ , %
1	Прокатка 950°С, $\varepsilon=70\%$	1258	1335	29	48
2	То же + закалка 1000°С	691	1049	46	64
3	То же + закалка 1050°С	596	993	52	71
4	Прокатка 1000°С, $\varepsilon=70\%$	1238	1314	26	54
5	То же + закалка 1000°С	611	978	54	71
6	То же + закалка 1050°С	590	959	59	71
7	Прокатка 1050°С, $\varepsilon=70\%$	1044	1172	32	64
8	То же + закалка 1000°С	696	1049	45	61
9	То же + закалка 1050°С	637	993	51	73
10	Прокатка 1100°С, $\varepsilon=70\%$	1084	1207	32	64
11	То же + закалка 1000°С	589	993	49	71
12	То же + закалка 1050°С	639	997	52	73

Хорошее сочетание механических свойств ($\sigma_{0,2} > 690$ МПа, $\delta > 30\%$) сталь имеет после обработки по режимам 2, 7, 8 и 10 таблица 3.8. С целью практического применения этих режимов для изделий криогенной техники, проведены испытания на ударную вязкость (таблица 3.8). KCV– 1,93 и 2,4 МДж/м² имеют образцы после обработанные по режимам 2 и 8 (прокатка от 950 или 1050°С с последующей закалкой от 1000°С, соответственно). Показатели работы зарождения и распространения трещины в испытанных образцах минимальны в состоянии после прокатки без последующей закалки (таблица 3.8, образцы 1, 4, 7, 10). Повышение температуры прокатки от 950 до 1100°С приводит к их почти двукратному повышению. Максимальные значения работы

зарождения и распространения трещины [166] обеспечиваются после прокатки при 1000°C и закалки от этой же температуры (образец 5, таблица 3.8).

Таблица 3.8 - Результаты испытаний при -196°C на ударную вязкость образцов стали 05X22AG15H8M2Ф после различных режимов обработки.

№ режима обработки	Температура прокатки ($\epsilon=70\%$), °C	Температура закалки (1 ч, вода), °C	Работа зарождения трещины W_z , Дж.	Работа распространения трещины $W_{расп.}$, Дж.	Полная работа разрушения W_p , Дж.	Ударная вязкость КСУ, МДж/м ²
1	950	-	27,8	5,6	33,4	0,402
4	1000	-	35,2	6,5	41,7	0,501
7	1050	-	50,3	38,1	88,4	1,062
10	1100	-	53,3	35,5	88,8	1,068
2	950	1000	85,2	75,4	160,6	1,930
5	1000	1000	85,5	163,9	249,4	2,998
8	1050	1000	76,5	123,9	200,4	2,404
11	1100	1000	83,0	100,5	183,5	2,206
3	950	1050	73,0	119,1	192,1	2,308
6	1000	1050	88,4	115,9	204,3	2,456
9	1050	1050	94,0	91,5	185,5	2,230
12	1100	1050	97,3	96	193,3	2,324

При указанной обработке в стали происходит значительное растворение нитридных частиц при сохранении достаточно мелкого зерна. При повышении температуры закалки до 1050°C значения работы зарождения и распространения трещины, также полной работы разрушения незначительно зависят от температуры предшествующей прокатки.

Из рисунка 3.18 видно, что имеется корреляция между величиной прогиба при максимальной нагрузке и работой зарождения трещины при испытании на ударную вязкость при -196°C стали 05X22AG15H8M2Ф в состояниях после горячей прокатки со степенью суммарного обжатия 70% без последующей закалки (II); с последующей закалкой от 1000 и 1050°C в воде, (II+3 (1000°C и 1050°C)). Опытные точки хорошо укладываются на одну кривую. Как и следовало ожидать, прогиб минимален у образцов после прокатки, не подвергавшихся закалке. Работа распространения трещины тем

выше, чем больше величина прогиба ΔS (рисунке 3.18 б) в период развития трещины ($\Delta S = S_p - S_m$, где S_p – прогиб образца на момент разрушения, S_m – прогиб при максимальной нагрузке), что вполне естественно.

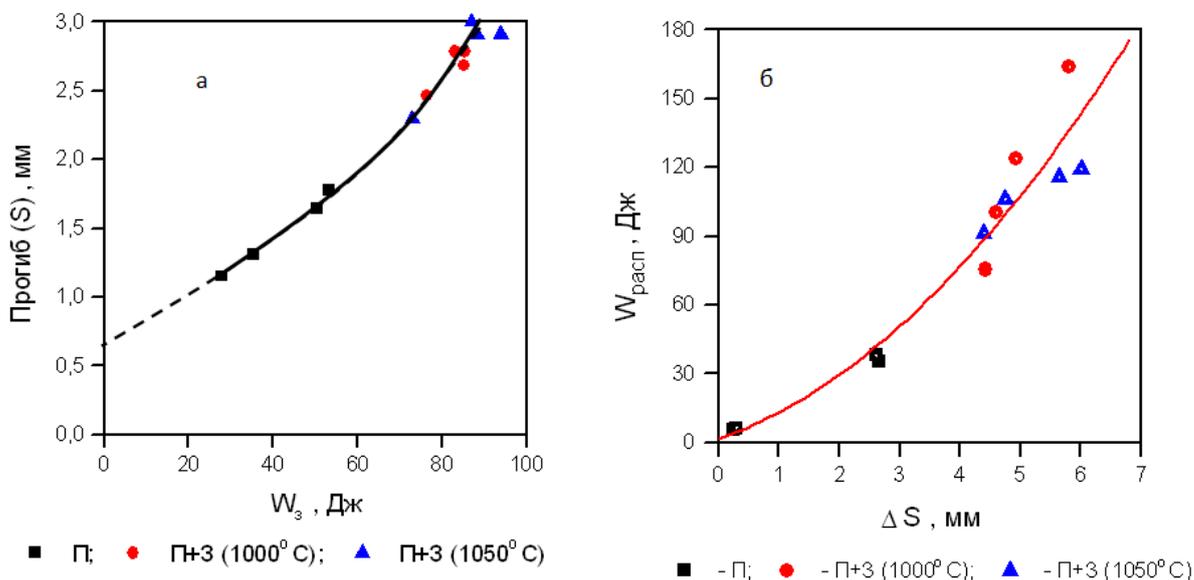


Рисунок 3.18 - Установленная взаимосвязь (по результатам испытания на ударную вязкость при -196°C стали 05X22AG15H8M2Ф) между:
 а) величиной прогиба при максимальной нагрузке и работой зарождения трещины;
 б) работой распространения трещины и прогибом ΔS в период развития трещины ($\Delta S = S_p - S_m$, где S_p – прогиб образца на момент разрушения, S_m – прогиб при максимальной нагрузке).

Анализ изломов ударных образцов типа Шарпи из стали 05X22AG15H8M2Ф, испытанных при температуре -196°C показал, что характер их разрушения существенно зависит от температуры прокатки и последующей закалки. После прокатки при 950 и 1000°C наблюдали квазивязкое разрушение. Излом состоял из относительно небольшого количества плоских участков и микротрещин, характеризующих хрупкое разрушение. Основная часть поверхности разрушения имела микровязкий характер. После прокатки при 1000°C в изломе сохраняются элементы хрупкого разрушения (трещины, микросколы), но их количество заметно меньше, чем после прокатки при 950°C . Прокатка при 1050 и 1100°C приводит к получению более вязкого разрушения (рисунок 3.19 а и б соответственно). Анализ изломов показывает, что с повышением

температуры прокатки от 950 до 1100°C в изломе увеличивается количество вязкой составляющей и прокатанных при 950°C заготовок, приводит к получению полностью вязкого разрушения (100% ямочного излома) (рисунок 3.19 в, г).

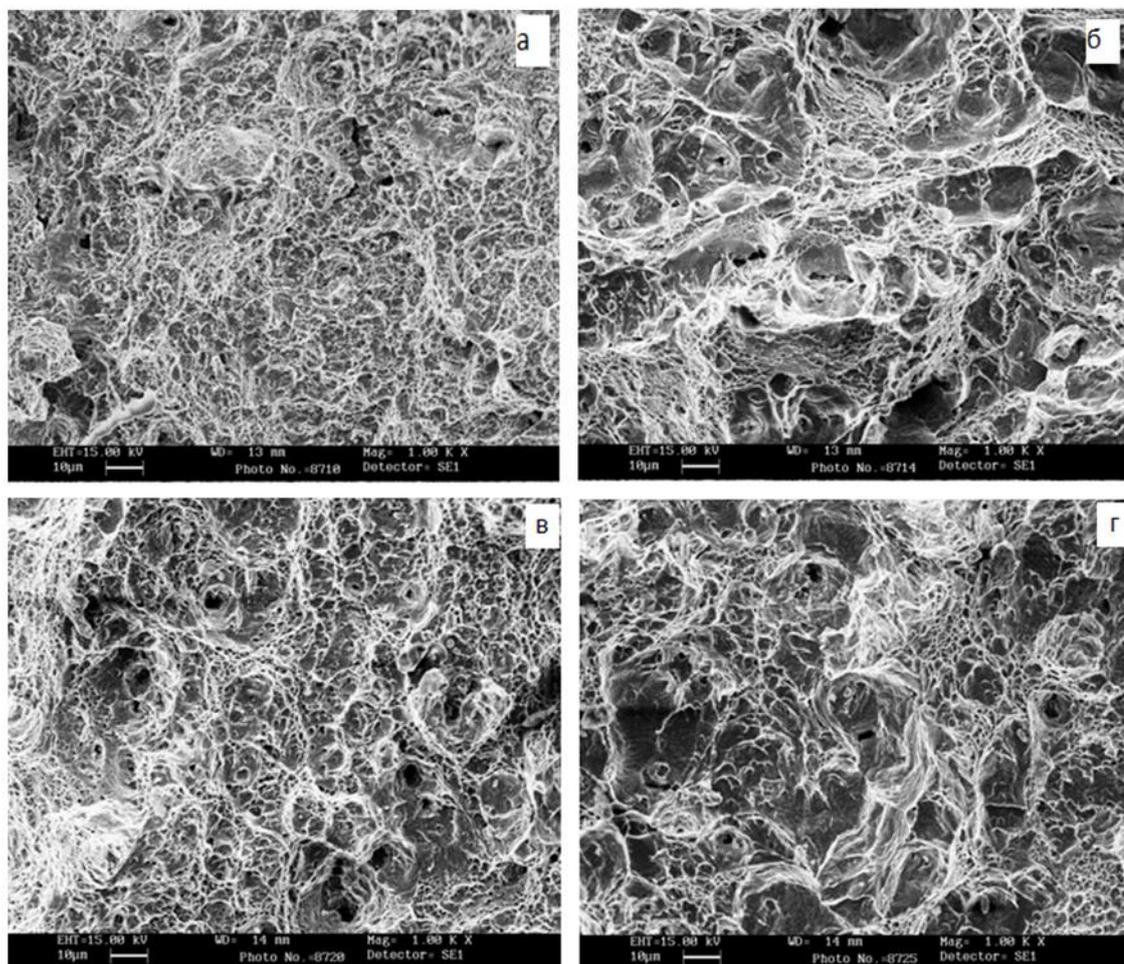


Рисунок 3.19 – Излом образцов ($\times 1000 \times 0,35$) после прокатки при: а - 1050°C; б - 1100°C , в, г - 950°C и последующей закалки от 1000 и 1050°C соответственно.

Таким образом исследование стали 05X22AG15H8M2Ф после горячей прокатки (950-1100°C) и прокатки с последующей закалкой (1000 и 1050°C) показало, что эта сталь имеет высокую прочность при 20°C и ударную вязкость при -196°C и повышенную технологическую пластичность при горячей прокатке, сохраняя аустенитную структуру без трещин и расслоений при пластических деформациях прокаткой вплоть до 90%.

Было так же изучено влияние режимов горячей пластической деформации на структуру и механические свойства высокоазотистых

аустенитных Cr-Mn-Ni сталей с пониженным содержанием никеля и марганца. Химический состав сталей приведен в таблице 3.9.

Таблица 3.9 - Химический (масс.%) состав сталей.

№ плавки	C	N	Cr	Mn	Ni	Mo	V	Si	La	Y
1	0,048	0,511	22,19	12,7	4,13	0,95	0,154	0,61	0,00041	0,00034
2	0,040	0,489	22,05	11,8	4,1	0,99	0,161	0,75	0,00051	0,00029
3	0,040	0,556	20,75	9	7,37	1,02	0,155	1,08	0,00096	0,00024

На основании анализа литературных данных и результатов исследования структуры и механических свойств стали 05X22AG15H8M2Ф после горячей деформации выбраны режимы термомодеформационной обработки (ковки или прокатки при 1100-900°C, 1050-900°C, 950-900°C с суммарной степенью обжатия 70% с последующей закалкой в воде от температуры конца горячей деформации). С использованием этих режимов изготовлена опытная партия листовых (толщиной 5 мм) и кованных (сечением 14x14 мм) заготовок.

По данным микроструктурного исследования на шлифах стали плавки 1 и 2 (таблица 3.9) кроме зерен аустенита наблюдали небольшое количество δ -феррита. Его зерна слабо деформированы и располагаются группами, вытянутыми в направлении прокатки по границам зерен аустенита (рисунок 3.20 а, б). Зерна аустенита плавки 1 достаточно однородны по размеру (~ 10 – 15 мкм) с небольшим количеством двойников. Многие из наблюдаемых зерен аустенита имеют практически правильную форму, что говорит о прошедшем в металле плавки 1 в заданных режимах деформации процессе рекристаллизации.

Структура металла плавки 2 аналогична структуре металла плавки 3, однако зерно аустенита имеет большие размеры (20 - 40 мкм). наблюдали меньшее количество рекристаллизованных зерен. Зерна второй фазы имеют более вытянутую в направлении прокатки форму.

На шлифе плавки 3 видны вытянутые в направлении прокатки деформированные зерна аустенита длиной от 5 до 30 мкм. В структуре этой стали отсутствуют выделения по границам зерен (рисунок 3.20).

Из представленных в таблице 3.10 результатов механических испытаний видно, что прокатка и ковка при температурах 1000-900°C, 1050-900°C, и 1100-900°C с суммарным обжатием 70% и последующим охлаждением в воде от температуры конца деформации обеспечивает получение у листовых (толщина 5 мм) и кованных заготовок (сечением 14x14 мм) высоких показателей механических свойств.

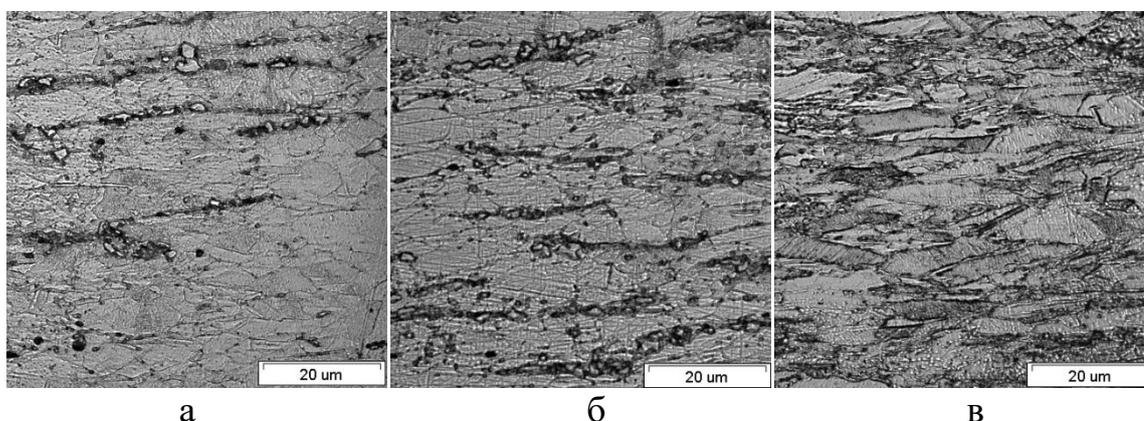


Рисунок 3.20 – Структура стали плавки 1 после прокатки при 1100-900°C (а); структура стали плавки 2 после прокатки при 950-900°C (б); структура стали плавки 3 после прокатки при 1000-900°C (в).

Лучшее сочетание прочности, пластичности и ударной вязкости достигается у стали 04X21АГ9Н7МФ плавки 3 после ковки и прокатки при 1100-900°C (таблица 3.10).

Снижение температуры начала прокатки или ковки до 950°C приводит у стали плавки 2 к значительному снижению пластичности и ударной вязкости ($KCV = 0,23 \text{ МДж/м}^2$).

Таблица 3.10 - Механические свойства заготовок (плавки 1,2,3) после горячей прокатки иковки с последующей закалкой [167].

№ плавки	Обработка	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	Ψ , %	KCV, МДж/ м ²
1	Прокатка 1100-900°C	1100	977	32,3	53,0	1,14
2	Прокатка 950-900°C	1166	1142	21,2	18,8	0,23
	Прокатка 1100-900°C	1055	906	35	54	1,17
3	Прокатка 1000-900°C	1202	1139	33,3	54,4	0,75
	Прокатка 1100-900°C	1157	1067	28	53	1,08
1	Ковка 950-900°C	1062	873	28	54	-
	Ковка 1100-900°C	1069	914	30	66	-
2	Ковка 1050-900°C	1010	868	30	68	-
	Ковка 1100-900°C	1040	883	33,5	67	-
3	Ковка 950-900°C	1118	1010	26	59	-
	Ковка 1000-900°C	1131	1032	32,1	61	-
	Ковка 1050-900°C	1080	981	30	64	1,59
	Ковка 1100-900°C	1148	1049	26	62	-

В таблице 3.11 приведены результаты определения количества и периоды кристаллических решеток α и γ -фаз исследованных сталей после различных режимов горячей прокатки. В структуре сталей плавки 1 и 2 после прокатки при 950-900°C, 1000-900°C и 1100-900°C содержится кроме аустенита (γ) небольшое количество ферромагнитной α -фазы. Сталь плавки 3 с большим по сравнению с плавками 1 и 2 содержанием никеля и азота содержит 100% аустенита, период решетки которого после прокатки 1100-900°C больше, чем после прокатки при 1000-900°C. Результаты определения количества ферромагнитной фазы показали, что изготовленные из листовых и кованных заготовок образцы плавки 3 не содержат ферромагнитных фаз ($\mu < 1,01$ Гс/э), а образцы плавки 1 и 2 содержат 1,5-4,9% ферромагнитных фаз ($\mu = 1,2-1,4$ Гс/э).

Таблица 3.11 - Количество и периоды решеток α и γ -фаз стали плавов 1,2 и 3 после горячей прокатки.

№ плавки	Температура прокатки, °С	Количество фаз (об. %)	Периоды решеток фаз, Å
1	1000-900	γ – 97 % α – 3 %	3,614 2,870
	1100-900	γ – 90 % α – 10 %	3,615 2,878
2	950-900	γ – 89 % α – 11 %	3,616 2,878
3	1000-900	γ – 100 %	3,608
	1100-900	γ – 100 %	3,612

Для плавки 1 было исследовано два режима горячей прокатки: 1100-900°С и 1000-900°С. Структура стали после прокатки 1100-900°С представляет собой деформированный аустенит. Наблюдаются два типа дефектной структуры. Во-первых, образуется равноосная фрагментированная структура с размером отдельных фрагментов от 0,5 до 3,0 мкм и углом разориентировки между соседними фрагментами не более 10° (рисунок 3.21 а).

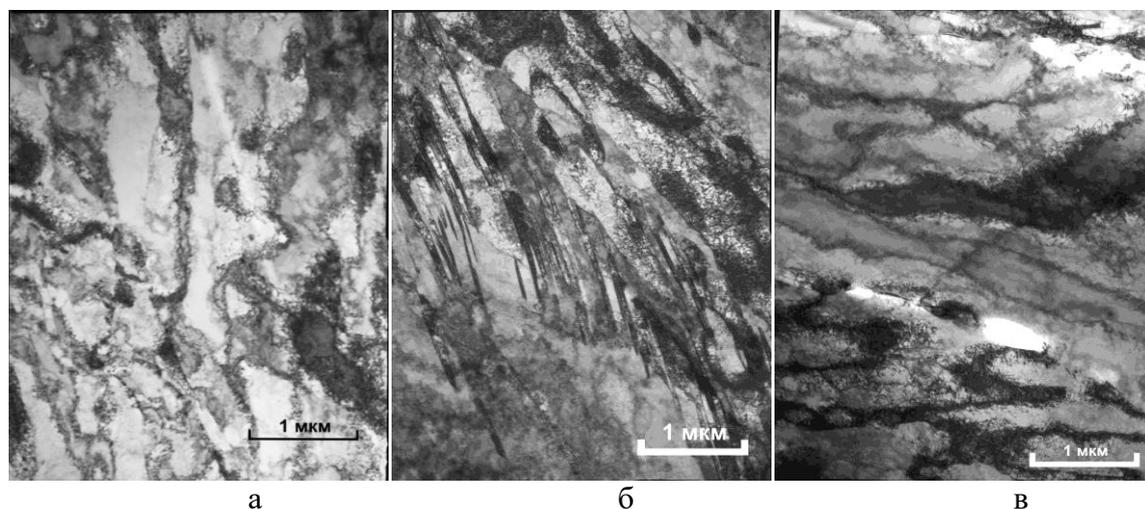


Рисунок 3.21 - Фрагментированная структура плавки 3:
равноосная после прокатки при 1100-900°С (а);
полосчатая после прокатки при 1100-900°С (б);
полосчатая после прокатки при 1000-900°С (в).

Границы ячеек – сильно размыты, часто наблюдаются скопления отдельных дислокаций и градиентные дислокационные структуры.

Во-вторых, образуется характерные сильно вытянутые полосчатые дислокационные фрагменты (рисунок 3.22).

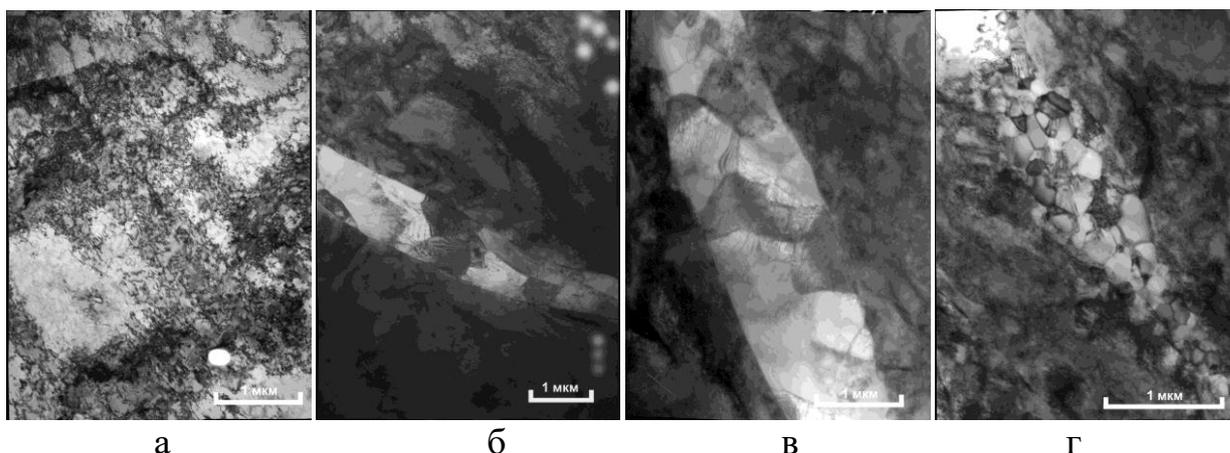


Рисунок 3.22 - Структура плавки 2:

фрагментированная после прокатки при 1000-900°C (а);
колонии фрагментированной структуры после прокатки при 1000-900°C (б);
950-900°C – ранние стадии рекристаллизации (в); поздние стадии рекристаллизации (г).

При этом угол разориентировки отдельных границ фрагментов достигает 15-20°, а результирующая разориентировка поперек всей полосы – до 45-50°. Толщина отдельных полосчатых фрагментов колеблется в интервале 0,1-0,5 мкм, а суммарная толщина всей области с полосчатой структурой фрагментов – от 3 до 5 мкм. Границы полосчатых фрагментов сильно локализованы и являются по существу высокоугловыми границами.

Дефектная структура после прокатки при 1000-900°C в принципе аналогична структуре после прокатки при 1100-900°C, однако области полосчатой структуры наблюдаются существенно реже, отдельные полосчатые фрагменты существенно тоньше (0,05-0,25 мкм) (рисунок 3.21). Общая толщина областей полосчатой структуры не превышает 1-2 мкм. Для обоих режимов имеется определенная тенденция к образованию кристаллографической текстуры. Плоскость прокатки в подавляющем большинстве случаев соответствует ориентировке {110}.

Для плавки 2 было исследовано два режима горячей прокатки: 1000-900°C и 950-900°C. После прокатки 1000-900°C полосчатая структура фрагментов практически не наблюдается. Равноосная фрагментированная

структура выражена менее отчетливо (рисунок 3.22 а). Величина равноосных фрагментов 0,5-3,0 мкм. Часто наблюдаются области с равномерно распределенных дислокаций (рисунок 3.22 а). Вместе с тем наблюдаются колонии относительно мелких (0,25-2,0 мкм) рекристаллизованных зерен, образующих протяженные полосы и возникших, по-видимому, в областях ранее образовавшихся полосчатых фрагментов (рисунок 3.22 б). Ширина полос с рекристаллизованной структурой составляет 1-3 мкм. Объем рекристаллизованной матрицы можно оценить крайне приблизительно (около 20 об.%). Тот факт, что рекристаллизованные зерна практически не содержат дислокаций, свидетельствует о том, что динамическая рекристаллизация проходит на завершающем этапе горячей прокатки. Структура стали после прокатки при 950-900°С аналогична первому режиму – прокатке 1000-900°С, но полосчатая структура фрагментов полностью отсутствует. Колонии рекристаллизованных зерен по-прежнему имеют полосчатую структуру (рисунок 3.22 в). Доля рекристаллизованного объема, по видимому, чуть ниже, чем в структуре, полученной по первому режиму (около 25-30 об. %). Равноосная фрагментированная структура является более выраженной, угол разориентации отдельных фрагментов размером 0,25-1,0 мкм достигает 25-30°.

Для плавки 1 исследован только один режим: прокатка при 1100-900°С. Структура стали представляет собой деформированный аустенит (четко выраженные дислокационные фрагменты размером 0,3-4 мкм с углом разориентировки отдельных фрагментов 20-25°) (рисунок 3.23 а и б).

Иногда наблюдались области полосчатой фрагментированной структуры толщиной 0,2 - 1 мкм, подробно описанные ранее (рисунок 4 в). Кроме того, наблюдались полосы рекристаллизованных зерен размером 0,25 – 1,5 мкм (рисунок 3.23 г). Ширина полос рекристаллизации 0,5 – 1,0 мкм.

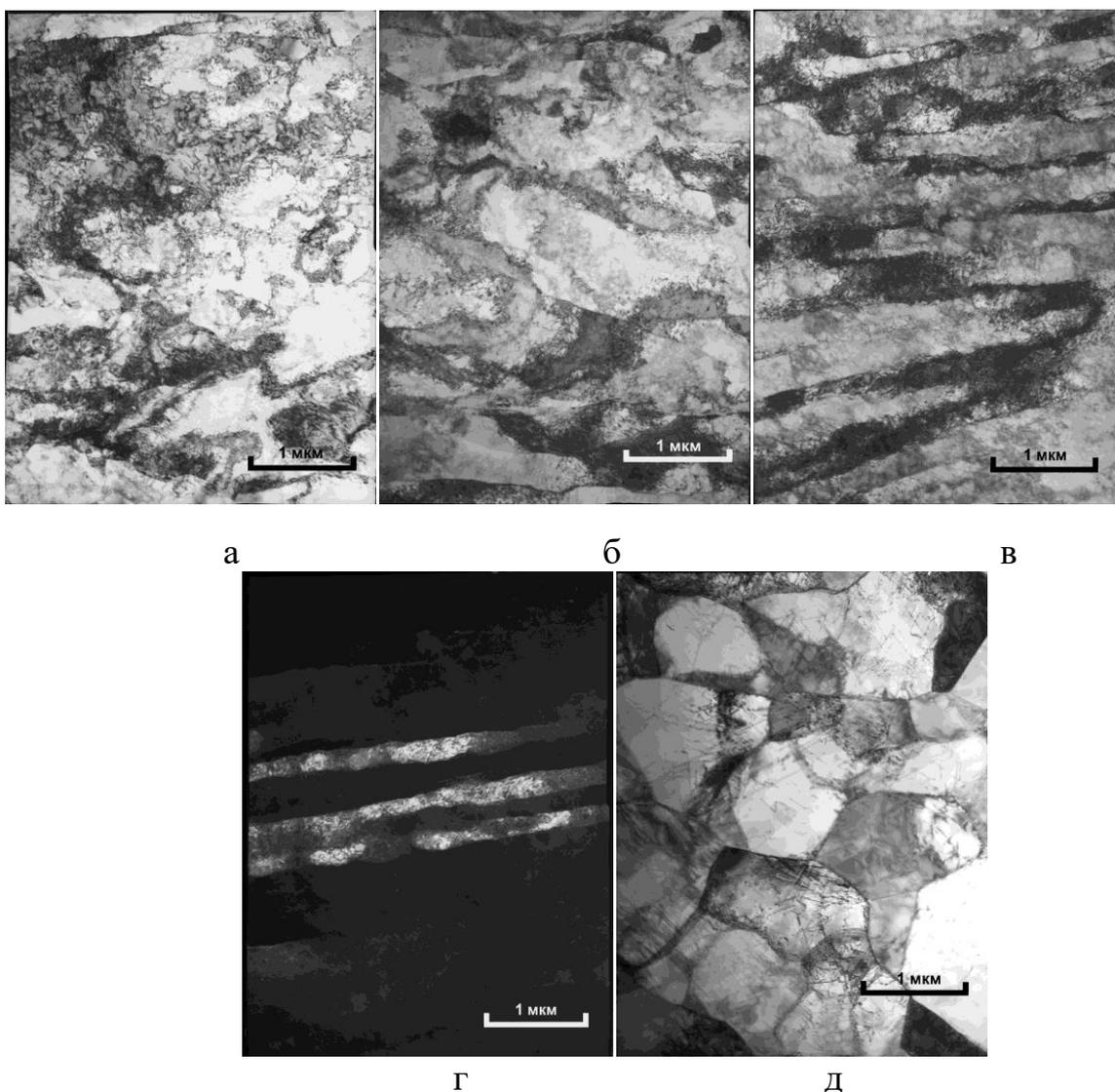


Рисунок 3.23 - Дислокационные фрагменты плавки 1 после прокатки при 1100-900°C:
а) с обычным углом разориентировки; б) с более высоким углом разориентировки;
в) полосчатая фрагментированная структура;
г) колонии рекристаллизованных зерен (темное поле в рефлексе аустенита);
д) равноосные области рекристаллизованной структуры.

В принципе структура плавки 1 аналогична той, которая соответствует плавке 2 после прокатки 1000-900°C. Следует отметить, что области рекристаллизованных зерен иногда имели равноосную форму (рисунок 3.23 д), а также то, что внутри зерен часто наблюдалась определенная плотность дислокаций, что свидетельствует о более раннем начале динамической рекристаллизации. В плавке 3 динамической рекристаллизации не обнаружено. Наблюдающиеся области полосчатой структуры представляют собой полосы деформации – границы между

областями стабильной ориентировки при горячей прокатке, в которых происходит резкое изменение ориентировки от одного текстурного компонента к другому. В плавках 2 и 1 частично протекают процессы динамической рекристаллизации (объемная доля рекристаллизованных зерен в плавке 2 больше). Рекристаллизация протекает в полосах деформации, где легче возникают зародыши, поскольку угол разориентировки фрагментов в них существенно выше и имеются четко сформировавшиеся границы фрагментов. В плавке 1 рекристаллизация протекает более однородно и охватывает не только полосы деформации.

3.4. Стареющие аустенитные Mn-Ni и Cr-Mn-Ni стали, упрочняемые дисперсными частицами VC

Относительно невысокие значения прочности ($\sigma_{0,2} < 400 \text{ МПа}$) у широко применяемых аустенитных сталей 12X18H10T, 03X13AG19, 10X14Г14Н4Т, 07X13H4AG2 и 03X20H16AG6 [168] затрудняют использование их в качестве высоконагруженных деталей и конструкций. Применение для низкотемпературной техники стареющих аустенитных сталей типа X12H22T3P [169] также ограничено из-за высокого содержания никеля и низкой пластичности при криогенных температурах, обусловленной выделением при старении большого количества пластинчатых частиц Ni_3Ti . Лучшее сочетание высоких значений механических свойств достигается у экономнолегированных никелем стареющих немагнитных Mn-Ni сталей, упрочняемых дисперсионными частицами VC. В [170] показана перспективность совместного использования марганца и никеля в качестве элементов, стабилизирующую аустенитную структуру Mn-Ni-C-V сталей. Такая система легирования обеспечивает преимущество перед другими системами в отношении условий растворения и выделения карбидов. В частности она позволяет получать значительное пересыщение γ -твердого раствора ванадием после нагрева под закалку до относительно невысоких

температур и исключения образования карбидов типа $Me_{23}C_6$ при старении. У сталей, содержащих 14-20% Mn; 8-13% Ni; 0,4-0,5% Si 0,8-2% V при нагреве, охлаждении и пластической деформации в широком интервале температур от -269 до $+1300^{\circ}C$ не образуются ферромагнитные фазы (δ -феррит или α -мартенсит) и охрупчивающие фазы типа σ или фаз Лавеса, а в процессе старения может быть обеспечена в основном матричное (внутризеренное) выделение карбидов VC диаметром 50-100 Å. Лучшее сочетание механических свойств у таких сталей достигается после закалки и старения при условии полного связывания ванадия углеродом ($C_V/C_c \sim 1$). Избыточное содержание ванадия ($C_V/C_c > 1$) ускоряет процесс зарождения частиц VC и может значительно снижать стабильность аустенитной структуры не приводя к повышению прочности. При превышении содержания углерода по отношению к необходимому для образования карбида VC ($C_V/C_c < 1$) при незначительном увеличении прочности резко снижается пластичность и вязкость стали в результате образования кроме дисперсных частиц VC, других карбидов, например $Me_{23}C_6$. В [164] показана возможность получения у аустенитных Mn-Ni сталей содержащих 0,35-0,45% C; 1,0-1,2% V; 10-16% Ni; 18-22% Mn после закалки и старения повышенной прочности ($\sigma_{0,2}^{+20} \geq 650$ МПа) и повышенной ударной вязкости при криогенных температурах ($KCU^{-196} \geq 1$ МДж/м²). Наилучшее сочетание механических свойств может быть достигнуто у сталей 40Г20Н13Ф и 40Х15Г15Н10Ф после оптимальных режимов термической обработки.

В разделе 3.4 представлены результаты влияния закалки от температур 1100, 1150 и 1200^oC с охлаждением в воде и температуры старения при 600, 650 и 700^oC длительностью до 30 час на структуру и механические свойства немагнитных сталей 40Г20Н13Ф и 40Х15Г15Н10Ф. В процессе нагрева под закалку, с выдержкой при указанных температурах в течение 1 часа достигается диссоциация и растворение в аустените этих сталей заметных количеств карбида ванадия. С повышением температуры закалки от 1100 до 1200^oC, доля растворившихся карбидов возрастает. После нагрева до 1200^oC

карбидная фаза практически полностью растворяется в аустените. При последующем нагреве при 600, 650 и 700°С длительностью до 30 часов наблюдается интенсивный процесс карбидообразования. На рисунках 3.24 и 3.25 приведены типичные кривые изменения механических свойств при +20 и -196°С для стали 40Г20Н13Ф и 40Х15Г15Н10Ф.

Повышение температуры старения обеих марок стали от 650 до 700°С приводит к увеличению размера частиц VC в 3 - 4 раза. Если температура конца горячей пластической деформации составляет менее 1000°С, процесс старения имеет место и без предварительного нагрева для растворения избыточной фазы. Например, сталь 40Х15Г15Н10Ф послековки иковки с последующим старением при 650°С в течение 10 часов характеризуется хорошим сочетанием механических свойств при температурах +20 и -196°С (рисунок 3.25). Высокий уровень прочности при комнатной температуре ($\sigma_{0,2} = 800$ МПа) и повышенной ударной вязкости при -196°С ($KCU = 0,8$ МДж/м²) имеет сталь 40Г20Н13Ф после закалки от 1150°С и старения при 650°С - 10 часов. Такое сочетание свойств у этой стали достигается при наличии в ее структуре около 0,5 масс.% дисперсных (около 70 Å) частиц VC. Особенностью структуры

этих сталей после деформации при криогенных температурах является образование большого количества тонких (около 0,1 мкм) деформационных двойников, способствующих значительному упрочнению без существенного снижения пластичности.

Для установления возможности использования сталей 40Г20Н13Ф и 40Х15Г15Н10Ф при более низких температурах изучено влияние температуры испытания от +20 до -253°С на их структуру и механические свойства. Снижение температуры испытания от +20 до -196°С приводит к непрерывному увеличению показателей прочности (σ_b и $\sigma_{0,2}$) и незначительному снижению относительного сужения сталей 40Г20Н13Ф и 40Х15Г15Н10Ф (рисунок 3.26).

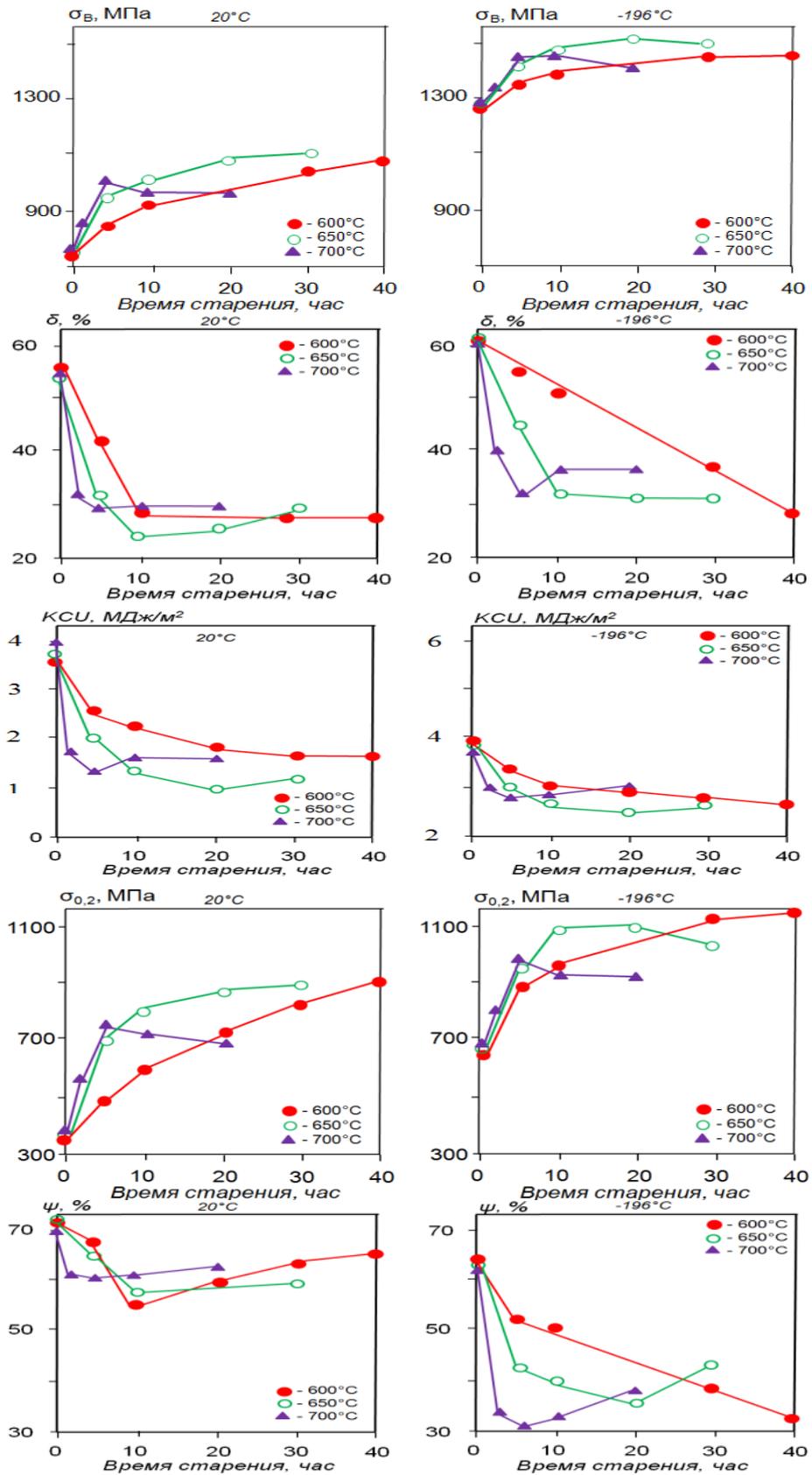


Рисунок 3.24 - Изменение механических свойств закаленной от 1100°C стали 40Г20Н13Ф

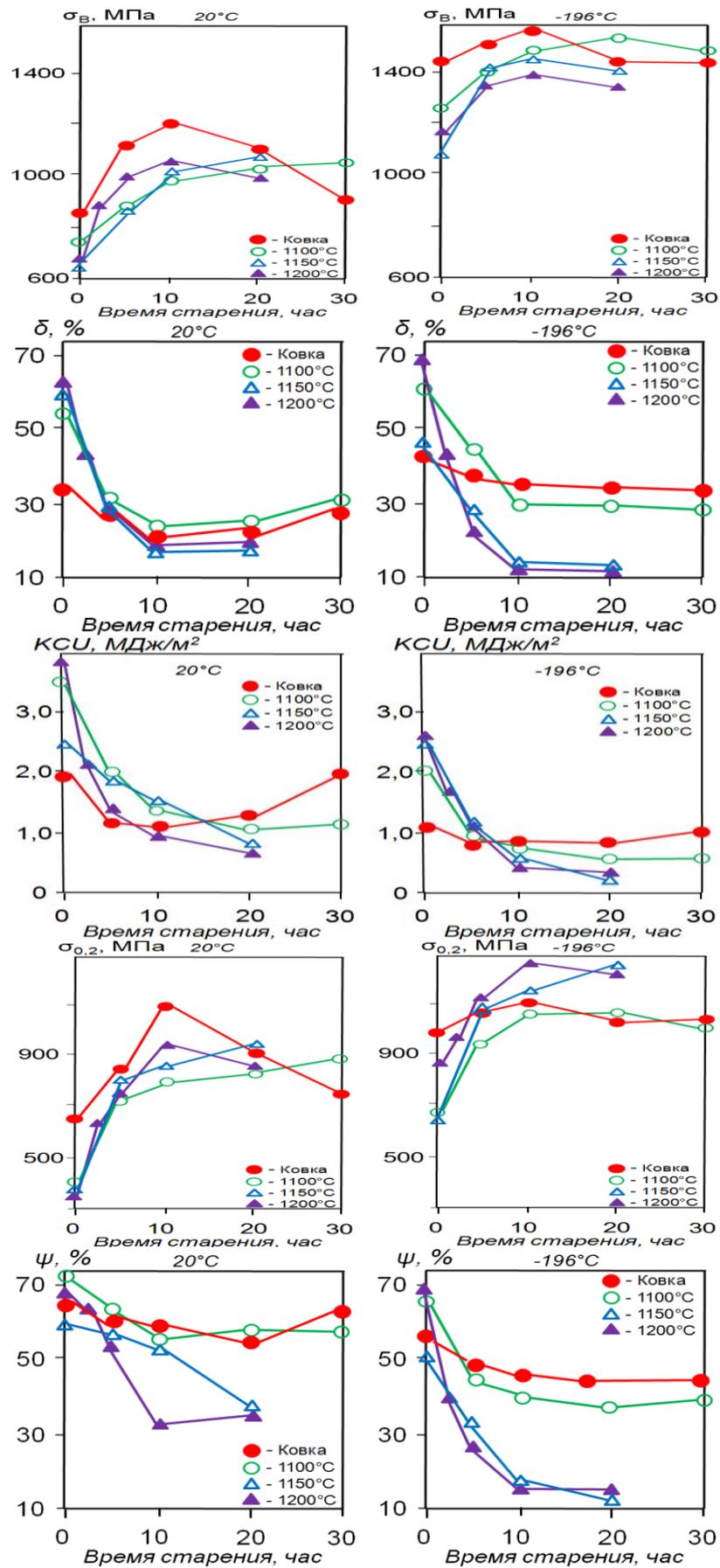


Рисунок 3.25 - Влияние длительности старения при 650°C на механические свойства стали 40X14Г15Н10Ф

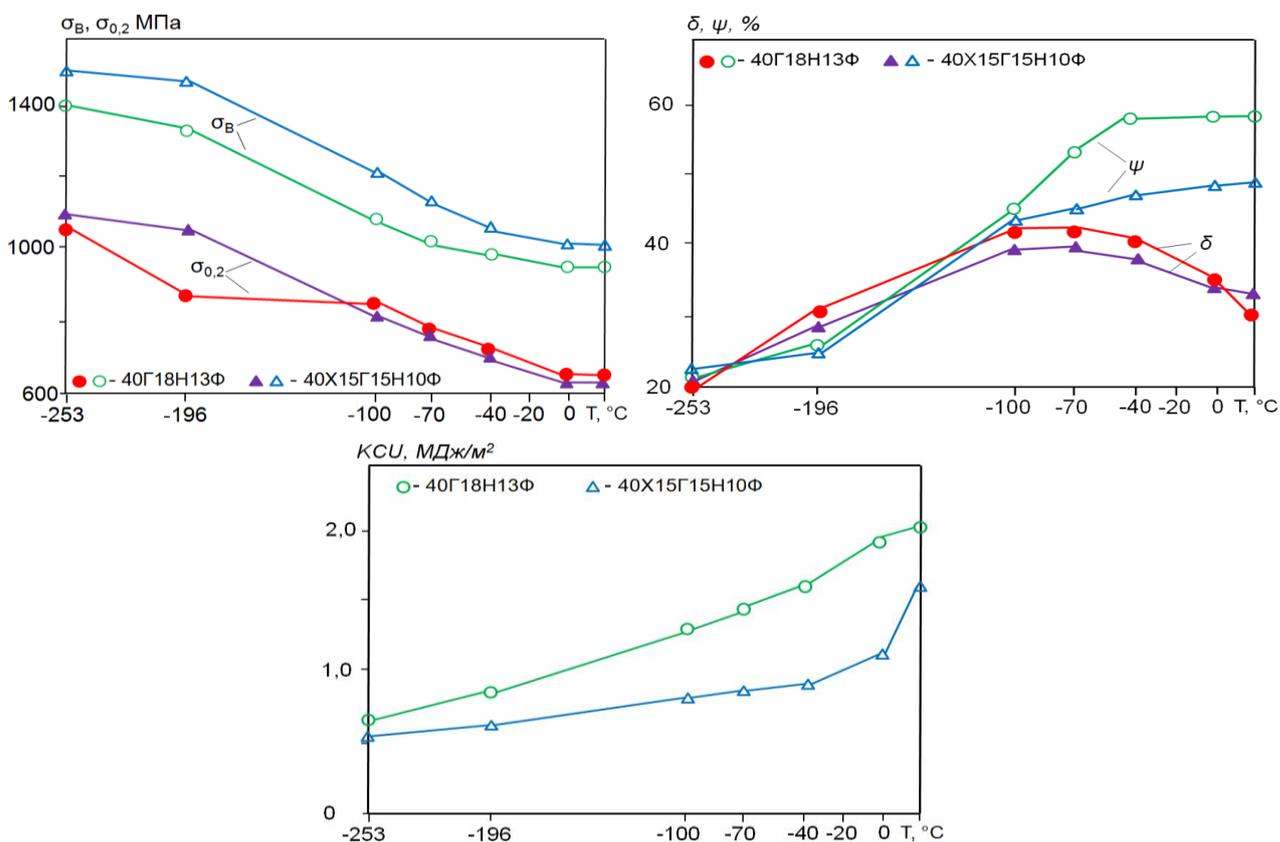


Рисунок 3.26 - Температурная зависимость механических свойств стареющих немагнитных сталей после закалки от 1150°С и старения при 650°С – 10 час.

Однако относительное удлинение этих сталей при снижении температуры от +20 до -100°С повышается, что в значительной мере связано с образованием в процессе низкотемпературного деформирования большого количества тонких двойников. В работе [172] показано, что легирование немагнитных стареющих Mn-Ni-C-V молибденом в количестве 1-2% повышает прочность этих сталей за счет повышения дисперсности и равномерности распределения карбидов VC. Проведенные нами исследования подтвердили возможность увеличения прочности легированных 1% Mo сталей 40Г20Н13ФМ (плавка 1) и 40Х15Г15Н10ФМ (плавка 2) после закалки от 1100 и 1150°С с последующим старением при 650°С в течение 10 часов (таблица 3.12).

Результаты исследования фазового состава Mn – Ni сталей с переменным содержанием Ni и Mn показали, что при содержании 16% Ni в сталях с 14 и 18% Mn предотвращается образование в процессе деформации

при -196°C мартенситных α - и ε -фаз, но не исключается образование деформационных двойников (рисунок 3.27).

Таблица 3.12 - Механические свойства плавок 1 и 2 при температурах $+20$ и -196°C .

Термическая обработка:	№ плавки	Механические свойства									
		$+20^{\circ}\text{C}$					-196°C				
		$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	φ , %	КСУ, МДж/м ²	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	φ , %	КСУ, МДж/м ²
1100 $^{\circ}\text{C}+$ 650 $^{\circ}\text{C}$ -10 час	1	1007	803	30	64	1,90	1460	1100	40	43	1,12
	2	1007	773	32	61	1,70	1482	1025	47	50	0,93
1150 $^{\circ}\text{C}+$ 650 $^{\circ}\text{C}$ -10 час	1	1002	825	29	59	1,63	1434	1107	47	42	1,13
	2	1024	827	33	59	1,60	1493	1182	38	35	1,00

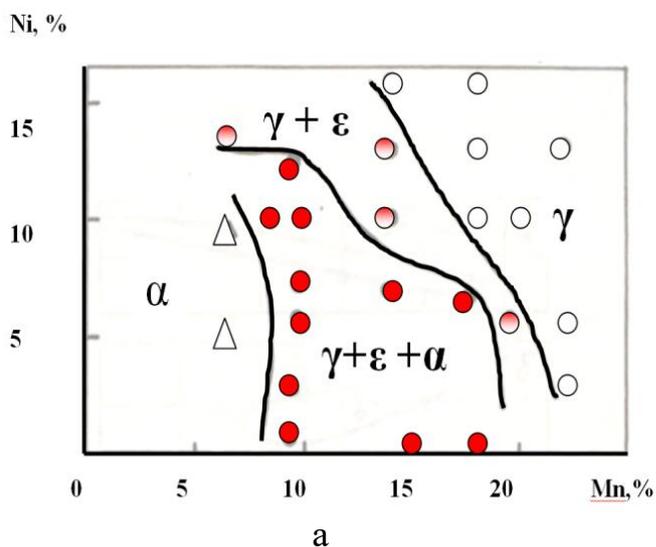


Рисунок 3.27 - Концентрационные области существования α , ε и γ -фаз (а) и структура (б) стареющих ванадийсодержащих сталей после деформации при -196°C , $\times 38000$

В работе [173] для марганцевых сталей было установлено повышение пластичности и прочности стали после испытания при -196°C вблизи границы устойчивости γ - и ε -фаз. Авторы указанной работы одновременное повышение прочности и пластичности связывают с развитием процесса деформационного двойникования. При электронномикроскопическом исследовании стали 40Г14Н16Ф после испытания на растяжение при -196°C выявлено большое количество двойников деформации, имеющих толщину нескольких сот ангстрем (рисунок 3.27 б).

Стареющие немагнитные стали типа 40Г20Н13Ф могут быть эффективны в качестве криогенного материала для высоконагруженных деталей криогенной техники при отсутствии требований по коррозионной стойкости. Комплексное легирование дисперсионно-твердеющих немагнитных Mn-Ni-V-C сталей с добавками меди (~ 2%) и молибдена (~ 1%) позволяют повысить не только их коррозионную стойкость но и значительно снизить в этих сталях содержание марганца [174]. Введение 1 – 4% Cu в стали содержащие ~ 0,4% C и 1,4% V 10 – 15% Ni и Mn, повышает стабильность аустенита этих сталей к мартенситному превращению $\gamma - \alpha$ при холодной пластической деформации [175]. Легирование Mn-Ni-V-C сталей медью приводит к повышению прочности сталей при незначительном снижении пластичности и ударной вязкости за счет интенсификации процесса выделения карбидов VC при старении [176]. В таких сталях медь не входит в состав карбидов ванадия и не образует собственных выделений. Стали типа 25Г10Н10Д2МФ после закалки от 1100 - 1150°C и старения при 625 - 650°C – 10 час обладают высокой прочностью ($\sigma_b \sim 800$ МПа), пластичностью ($\delta \sim 30\%$, $\varphi \sim 60\%$) и повышенной стойкостью к коррозии под напряжением в 3,5% растворе NaCl. Сталь 40ГН13Д2МФ успешно прошла опытное опробывание в ЦНИИ КМ «Прометей» и на НПО «Ижорский завод Коминетфть» и Ноябрьск-нефтегазпром как материал для корсетных труб телеметрических систем буровых установок для добычи нефти методом направленного бурения. Проведенное в начале работы исследование стали 37Г10Н7Д2МФ показало, что эта сталь после закалки 1050°C и старения при 650°C – 10 час имеет высокие значения прочности при комнатной температуре ($\sigma_b = 950 - 980$ МПа, $\sigma_{0,2} = 830 - 840$ МПа) и повышенную ударную вязкость при -196°C ($KCV = 1,0$ МДж/м²).

3.5. Стареющие аустенитные Cr-Mn-Ni стали упрочняемые дисперсными частицами VN.

Немагнитные стареющие углеродистые Mn-Ni-V и Cr-Mn-Ni-V стали, упрочняемые карбидами VC могут быть использованы для высоконагруженных изделий криогенной техники, к которым не предъявляются требования по коррозионной стойкости и свариваемости. Для повышения надежности и долговечности высоконагруженных сварных и коррозионно-стойких изделий перспективно использовать стареющие азотсодержащие немагнитные Cr-Mn-Ni-V стали, упрочняющей фазой в которых является нитрид ванадия.

В отличие от углерода азот не образует с хромом соединений, аналогичных по кинетике зарождения и роста карбиду $M_{23}C_6$, что должно благоприятно сказываться на уровне пластичности, вязкости и сопротивления коррозии и свариваемости. Рост частиц $M_{23}C_6$ определяется диффузией углерода, а нитридов хрома - диффузией хрома. В связи с тем, что сродство азота к ванадию выше, чем к хрому, в содержащей ванадий и азот Cr-Mn и Cr-Mn-Ni стали азот преимущественно связывается в нитриды ванадия. Из-за более низкой диффузионной подвижности при температурах выше $500^{\circ}C$ атомов азота по сравнению с атомами углерода в структуре азотсодержащих сталей в процессе старения должны образовываться более дисперсные нитриды ванадия, чем карбиды ванадия в аналогичных углеродистых сталях. У ванадийсодержащих азотистых сталей в отличие от других типов сталей наиболее эффективно реализовать одновременно несколько механизмов упрочнения: твердорастворный, деформационный и дисперсионное твердение. Введение в сталь азота и ванадия в количествах при которых ванадий полностью связывает азот должно предотвращать протекание прерывистого распада и, как следствие снизить охрупчивание стали при тепловых выдержках и улучшить ее свариваемость. При введении в Cr-Mn-Ni стали с ванадием азота вместо углерода достигается улучшение

их механических свойств из-за преимущественного выделения в процессе старения дисперсных частиц нитридов VN. В [177] показано, что низкоуглеродистая сталь X15Г14Н8 с 0,39% N и 1,1% V после закалки от 1150°C и старения при 650°C в течение 10 час. имеет: при 20°C $\sigma_{0,2} = 700$ МПа; при -196°C KCU=0,4 МДж/м².

С целью разработки новой высокопрочной (с пределом текучести при комнатной температуре более 550 МПа) немагнитной стали для работы при криогенных температурах - исследовали структуру и механические свойства при +20 и -253°C стареющих Cr-Mn-Ni сталей, упрочняемых нитридами ванадия (таблица 3.13).

Таблица 3.13- Химический состав сталей, вес. %.

№ пл.	Сталь*	C	Mn	Cr	Ni	N	V	Si	Mo	S,P
1	06X14AG26H6Ф	0,06	25,6	13,5	5,9	0,33	0,9	0,46	-	-
2	06X14AG22H6ФМ	0,06	22,0	13,5	5,8	0,33	0,8	0,47	1,50	-
3	06X14AG22H6Ф	0,06	21,9	13,5	5,9	0,33	0,9	0,49	-	-
4	05X13AG18H6Ф	0,05	18,1	13,4	5,8	0,33	0,9	0,49	-	-
5	06X13AG14H6Ф	0,06	14,2	13,4	5,9	0,33	0,9	0,49	-	-
6	06X14AG22H9ФМ	0,06	22,0	13,5	9,1	0,33	0,9	0,46	1,48	-
7	05X14AG22H9Ф	0,05	22,0	13,5	9,2	0,33	0,9	0,46	-	-
8	06X13AG18H9Ф	0,06	18,1	13,3	9,1	0,31	0,8	0,48	-	-
9	05X13AG14H9Ф	0,05	14,2	13,4	9,1	0,32	0,8	0,44	-	-
10	05X14AG10H9Ф	0,05	9,8	13,5	9,2	0,32	0,9	0,43	-	-
11	04X15AG18Ф	0,041	18,47	14,8	0,68	0,31	1,04	0,38	-	0,011 0,013
12	04X14AG18H13Ф	0,041	18,35	14,2	13,22	0,33	0,92	0,33	-	0,010 0,013
13	05X15AG22H13Ф	0,052	22,56	14,5	14,7	0,33	0,93	0,40	-	0,11 0,013
14	05X14AG27H10Ф	0,047	26,77	14,6	10,0	0,33	1,02	0,34	-	0,09 0,013
15	05X15AG18H15ФМ	0,051	18,3	14,6	14,6	0,32	0,98	0,32	1,61	0,011 0,013

*Содержание в сталях S, P 0,013 – 0,09%

Послековки стали были подвергнуты закалке от 1170°C для пересыщения азотом и ванадием в результате растворения большого количества нитридов ванадия и получения мелкозернистой структуры (с величиной зерна аустенита менее 20 мкм) за счет нерастворившихся при нагреве под закалку нитридных частиц. Последующее старение для плавов №5 – 10 проводили при температуре 650°C в течение 10 час.

Микроструктура стали после указанной термической обработки приведена на рисунке 3.28.

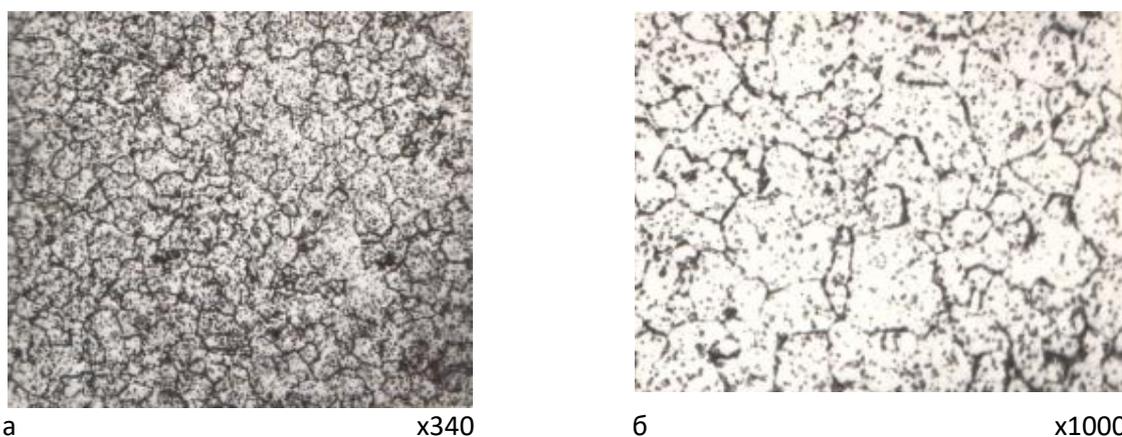


Рисунок 3.28 - Микроструктура стали X14AG14N5Ф после закалки от 1170°C и старения при 650°C 10 час.

Присутствие ванадия в стали подавляет прерывистый распад аустенита при старении. Крупные видимые на рисунке включения, как показал микрорентгеноспектральный анализ, представляет собой сложные нитриды типа M_2N , где в качестве металлической составляющей присутствуют (Fe, Cr, Mn). В структуре сталей с молибденом, по сравнению со сталями без молибдена не наблюдали скоплений нитридов на границах зерен. Основной упрочняющей фазой этих сталей были округлые частицы ($d_{cp} \sim 40 \text{ \AA}$) нитриды ванадия типа VN равномерно распределенные по объему аустенитной матрицы.

По данным измерения магнитной проницаемости образцов перед испытанием на растяжение при +20 и -196°C, все исследованные стали в закаленном и состаренном состояниях не содержали ферромагнитных фаз феррита и мартенсита. Магнитная проницаемость (μ) этих сталей не

превышала 1,005 Гс/э. В структуре сталей X14AG14H5Ф и X14AG10H9Ф после растяжения при -196°C наблюдали небольшое количество мартенсита деформации. Увеличение содержания марганца от 10 до 14% или никеля от 5 до 9% в этих сталях приводит практически к полному подавлению мартенситного превращения в процессе их пластической деформации при $+20$ и -253°C . Важной особенностью всех изученных сталей после растяжения или ударного изгиба при -196°C является наличие большого количества тонких ($\sim 0,07$ мкм) пересекающихся двойников деформации различных кристаллографических систем, которые образуют ромбические ячейки со средним размером 0,2 мкм.

Результаты механических испытаний сталей плавов №5 - 10 после закалки и старения при 650°C в течение 10 час показали, что при увеличении содержания марганца в стали до 22% растут ее характеристики прочности прикомнатной и низкой температурах и падает пластичность и ударная вязкость (рисунок 3.29). Результаты механических испытаний сталей плавов №5-10 после закалки и старения при 650°C в течение 10 час показали, что при увеличении содержания марганца в стали до 22% растут ее характеристики прочности прикомнатной и низкой температурах и падает пластичность и ударная вязкость (рисунок 3.29). Такое влияние марганца на механические свойства указанных сталей в значительной степени связано с его влиянием на повышение растворимости нитридов ванадия при нагреве под закалку (т.е. с увеличением степени пересыщения γ - твердого раствора азотом и ванадием) и соответственно большим количеством выделяющихся при старении нитридов VN. Увеличение в сталях содержания никеля от 5 до 9% не оказывает существенного влияния на механические свойства.

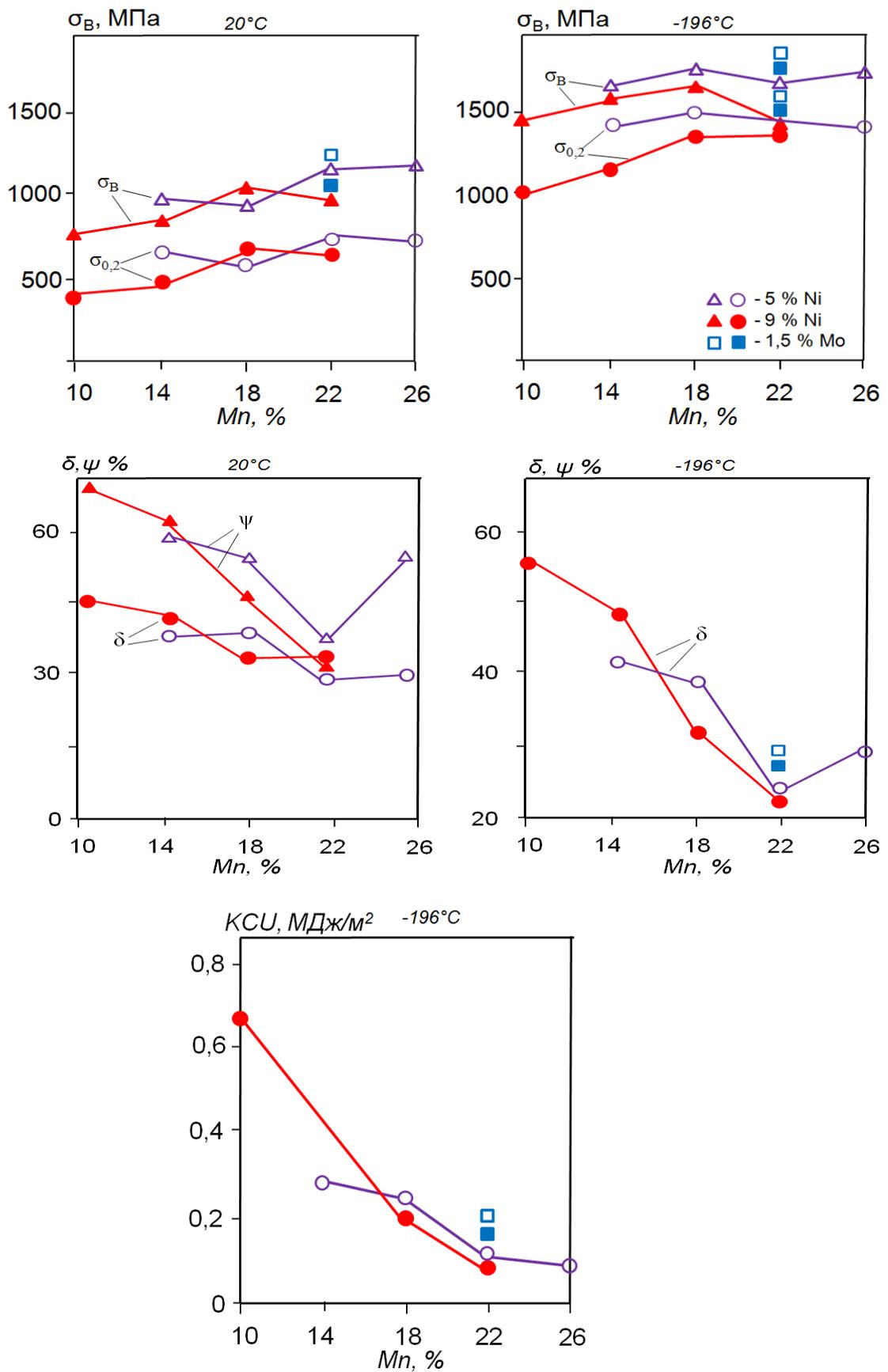


Рисунок 3.29 - Влияние содержания марганца на механические свойства при +20 и -196°C сталей X14AG1426H5Ф и X14AG1022H9Ф после закалки от 1150 и старения при 650°C 10 час.

Легирование стали молибденом в количестве около 1,5% существенно улучшает показатели прочности и пластичности в результате увеличения дисперсности и равномерности распределения нитридов по объему аустенитных зерен (рисунок 3.30).

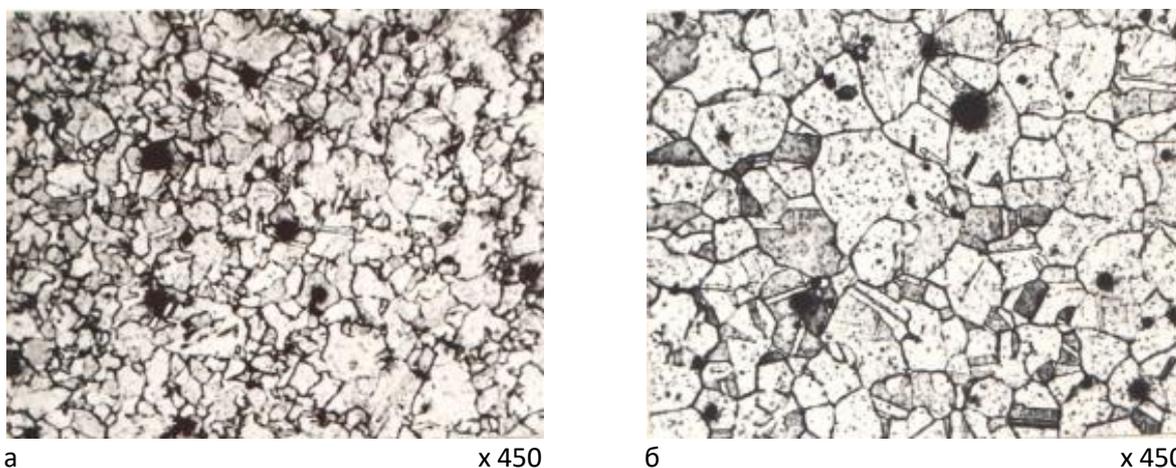


Рисунок 3.30 - а) Микроструктура стали X14AG22N9ФМ послековки и б) заковки от 1170°C + старение 650°C 5 час.

Изученные стали после заковки от 1170°C и старения при 650°C в течение 10 час имели при +20 и -196°C повышенные значения прочности и пластичности, но низкую ударную вязкость при -196°C. Результаты испытаний сталей после различных температур и времени старения показали, что при снижении температуры старения от 650 до 600°C или от продолжительности старения от 10 до 5 час существенно повышается их ударная вязкость при -196°C при незначительном снижении прочности (таблица 3.14).

Наилучшее сочетание механических свойств достигалось у стали X14Г22Н9АФМ после старения 650°C в течение 5 час. ($\sigma_{0,2}^{20} = 800 \text{ МПа}$ при $KCU^{-196} = 0,88 \text{ МДж/м}^2$).

Таблица 3.14 - Механические свойства хромомарганцевоникелевых сталей после закалки от 1170°C и старения.

№ плавки	Сталь	Старение		$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	КСУ, МДж/м ²
		Т, °С	Время, час.			
306	X14AG10N9AF	600	5	490/*	43/-	2,29/0,9
		650	3	480/	45/-	-/0,77
		650	5	495/	42/-	2,22/0,85
		650	10	411/992	45/52	-/0,8
307	X14AG14N9AF	600	5	545/-	40/-	2,19/0,72
		650	3	522/-	41/-	-/0,77
		650	5	425/-	40/-	1,94/0,46
		650	10	510/1150	43/43	-/0,51
311	X14AG14N5AF	600	5	571/-	45,0/-	1,91/0,53
		650	3	582/-	45,2/-	-/1,43
		650	5	610/-	45,6/-	1,88/0,43
		650	10	710/1430	39/32	-/0,343
314	X14AG22N5AFM	600	5	511/-	46,0/-	2,60/0,88
		650	3	589/637	42,0/-	1,92/0,78
		650	5	856/-	37,0/-	1,77/0,55
		650	10	861/1470	40/12	-/0,27
310	X14G22N9AFM	600	5	-/-	-	2,38/0,88
		650	3	-/-	40/-	-/0,55
		650	5	800/-	32/-	-/1,88
		650	10	861/1480	27/26	-/0,25

* в числителе приведены свойства при +20°C
в знаменателе при -196°C

Увеличение содержания никеля в аустенитных нержавеющей сталях, как правило повышает их пластичность и ударную вязкость при комнатной и криогенной температурах за счет более равномерного распределения дислокаций, вызванного повышением энергии дефектов упаковки аустенита этих сталей. В связи с этим для дальнейшего улучшения соотношения прочности и пластичности исследованных сталей изучали стали с более высоким содержанием никеля (порядка ~ 13%) после закалки от 1170°C и старения при 650°C в течение 5 час. (таблица 3.15).

Результаты испытаний показали, что при таком высоком содержании никеля у сталей после указанного режима старения не достигается повышения уровня механических свойств. Так, например, сталь X14AG18Ф

по сравнению со сталью X14AG18H13Ф имеет существенное преимущество по показателям прочности и пластичности при +20 и -196°С (таблица 3.15).

По-видимому, отрицательное влияние высокого содержания никеля на свойства стареющих сталей в значительной мере связано с его влиянием на снижение растворимости нитридов ванадия при нагреве под закалку.

Таблица 3.15 - Механические свойства хромомарганцевоникелевых сталей после закалки от 1170°С и старения при 650°С в течение 5 часов.

№ плавки	Сталь	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %	KCU, МДж/м ²
488	X14AG22H13Ф	969	663	28,0	38,6	0,59/0,15*
489	X14AG26H9Ф	1052	810	17,0	28,8	0,38/0,08
491	X14AG\18H13ФМ	958	584	33,2	60,7	1,89/0,53
485	X14AG18H13Ф	900	529	26,8	43,5	1,39/0,33
486	X14AG18Ф	965	585	45,8	64,4	1,52/0,56

* в числителе приведены свойства при +20°С
в знаменателе при -196°С

Снижение прочности такой стали обусловлено меньшим количеством выделяющихся при старении частиц из-за меньшего пересыщения γ -твердого раствора азотом и ванадием, а снижение пластичности и ударной вязкости за счет увеличения количества крупных не растворившихся при закалке нитридных частиц.

Фрактографическое исследование образцов, испытанных при +20 и -253°С стали X14AG22H9ФМ, обработанных по оптимальному режиму, показало, что вязкий ямочный характер разрушения сохраняется вплоть до -253°С (рисунок 3.31).

Участки сглаженных поверхностей, появляющиеся в большом количестве в изломе после разрушения при криогенных температурах, проявляют следы активной сдвиговой деформации в виде полос ступенек скольжения. Характер микрорельефа, таким образом, свидетельствует о большом запасе пластичности при криогенных температурах. Сталь X14AG14H9ФМ отличает благоприятное соотношение внутризеренной сдвиговой и межзеренной отрывной прочности определяющее

реализацию высокой вязкости разрушения в условиях статического и ударного нагружения во всем исследованном интервале температур.

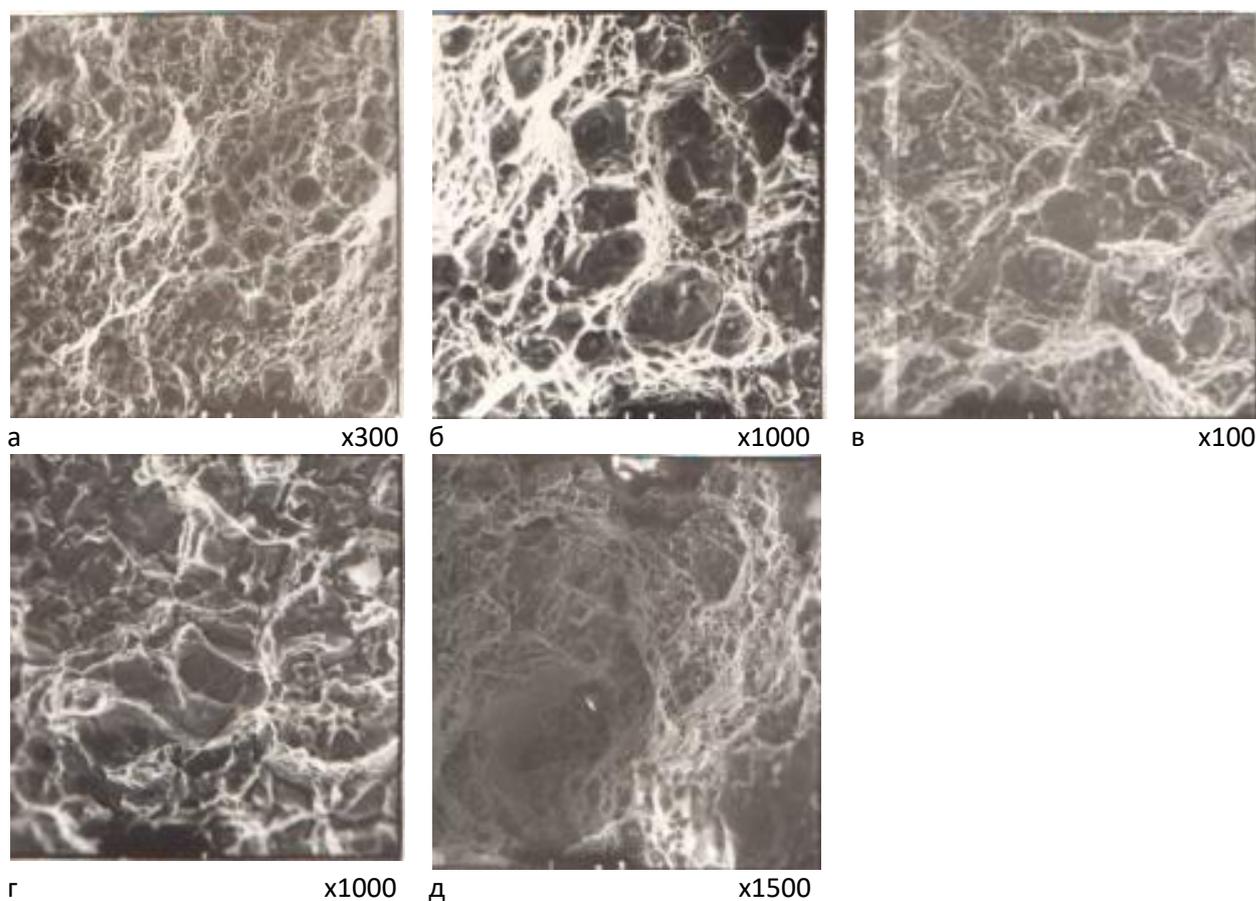


Рисунок 3.31 - Фрактограммы стали X14AG22N9FM после испытаний при: +20°C (а, б); -196°C (в,г); -253°C (д).

Исследована структура и механические свойства аустенитной стали 02X18N10AG12MФБ (0,34% N, плавка 21 таблица 3.13) с пониженным содержанием углерода и добавками ниобия. У этой стали возможно реализовать одновременно комплексное упрочнение (твердорастворное, зернограничное и дисперсионное). Химический состав этих сталей выбран с учетом обеспечения заданной растворимости азота в жидкой стали и стабильности аустенита в процессе пластической деформации при низких температурах. 1,3 -1,4% Mo вводили в стали для увеличения дисперсности и распределения нитридов ванадия, а 0,10 – 0,11% Nb для полного растворения при нагреве под закалку нитридов ванадия при сохранении мелкозернистой структуры из-за нерастворившихся при нагреве нитридовниобия. Эту сталь закаливали от 1170°C и старили при 600 – 650°C в течение 5 и 10 часов.

Микроструктурный анализ показал, что эта сталь после закалки имеют мелкозернистую структуру с величиной зерна аустенита $\gamma \approx 10$ мкм и небольшим количеством относительно крупных (0,3 – 0,8 мкм) частиц NbN. В структуре стали после старения при 650°C наблюдали большое количество дисперсных (40 – 60 Å) равномерно распределенных в объеме аустенитных зерен частиц VN. Важной особенностью структуры исследованных сталей после растяжения или ударного изгиба при -196°C является наличие большого количества тонких (около 0,07 мкм) пересекающихся деформационных двойников, которые образуют ромбические ячейки со средним размером около 2 мкм. Сталь 02X18H10AG12MФБ после закалки от 1170°C и старения 650°C - 5 часов имеет следующие свойства: при $\pm 20^\circ\text{C}$ $\sigma_{\text{в}} = 1020$ МПа, $\sigma_{0,2} = 650$ МПа, $\delta = 44,5\%$, KCU = 2,69 МДж/м², при -253°C $\sigma_{\text{в}} = 1790$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1520$ МПа, $\delta = 39,1\%$, KCU = 0,69 МДж/м². Уровень этих свойств зависит в большей мере от количества выделившихся в процессе старения частиц VN.

Как видно на рисунке 3.32 сталь 02X18H10AG12MФБ после закалки от и старения для получения предела текучести не выше 900МПа характеризуется повышенной ударной вязкостью при комнатной температуре.

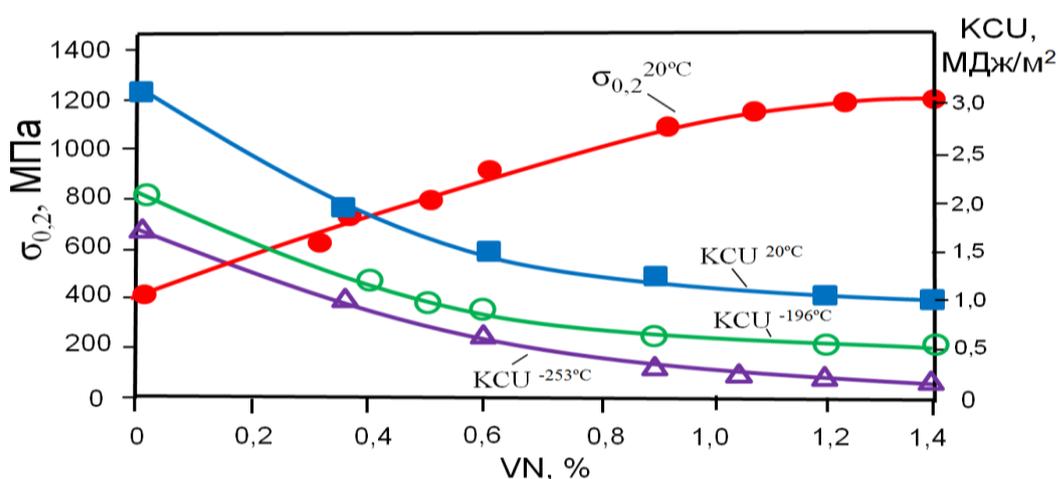


Рисунок 3.32 - Влияние %VN на $\sigma_{0,2}$ и KCU стали 04X18Г18АН8Ф2М

Однако при снижении температуры испытания до -253°C ударная вязкость стали резко падает, что обусловлено большим количеством выделившихся при старении нитридов и низким уровнем ЭДУ (менее 20 МДж/м^2) аустенита этой стали.

Сталь 02X18H12Г11АМФ в структурных состояниях послековки,ковки с последующими закалкой 1150°C и старением при 650°C 10 часов, имеет высокую прочность при $+20^{\circ}\text{C}$ ($\sigma_{0,2} = 770 - 827 \text{ МПа}$) и высокую ударную вязкость в интервале температур от $+20$ до -196°C (таблица 3.16). В разупрочненном состоянии после старения при 750°C – 10 час сталь сохраняет повышенную ударную вязкость. Все исследованные после испытания на ударный изгиб изломы имели ямочное строение присуще вязкому внутризеренному разрушению фасеток скола, свидетельствующих о развитии трещин не обнаружено, в том числе и после испытания при -196°C . Величина ударной вязкости коррелирует с размером ямок. Микроструктурные исследования показали, что повышение температуры нагрева под закалку от 1000 до 1200°C приводит к росту аустенитного зерна от 15 до 70 мкм . После закалки от 1150°C у стали сохраняется мелкозернистая структура ($\sim 20 \text{ мкм}$) с большим количеством двойников. Нагрев после закалки при 650°C в течение 10 час приводит к уменьшению параметра кристаллической решетки от $3,612$ до $3,608 \text{ \AA}$, что связано с распадом пересыщенного азотом γ - твердого раствора с выделением дисперсных ($\sim 60 \text{ \AA}$) частиц VN. По данным электронномикроскопического исследования установлено различие в стали послековки наноразмерной субструктуры, образованной очень малыми ($50 - 300 \text{ нм}$) участками, свободными от дислокаций, окруженными границами с широкими дислокационными клубками.

Таблица 3.16 - Механические свойства стали 02X18H12Г11АМФ (0,34%N) после различных термодформационных обработок.

Обработка	Температура испытания, °С	$\sigma_{в}$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	φ , %	КСУ, МДж/м ²
Ковка	20	990	827	39	58	2,28
	0	-	-	-	-	2,56
	-40	-	-	-	-	1,89
	-70	-	-	-	-	1,70
	-196	-	-	-	-	1,45
Ковка+ закалка 1150°С+ старение 650°С-10час.	20	1050	470	44	62	2,81
	0	-	-	-	-	2,25
	-40	-	-	-	-	1,90
	-70	-	-	-	-	1,60
	-196	-	-	-	-	1,10
Ковка+ закалка 1150°С+ старение 750°С-10час.	20	750	495	31	52	1,98
	0	-	-	-	-	1,98
	-40	-	-	-	-	2,44
	-70	-	-	-	-	1,70
	-196	-	-	-	-	1,35

Электронномикроскопическое исследование тонких фольг изученных сталей после закалки от 1170°С показало типичную аустенитную структуру с двойниками (рисунок 3.33 а) и дефектами упаковки (рисунок 3.33 б), характерную для сталей с низкой ЭДУ, и наличие небольшого количества (0,3-0,6 масс.%) относительно крупных (0,2-0,7 мкм) частиц VN.

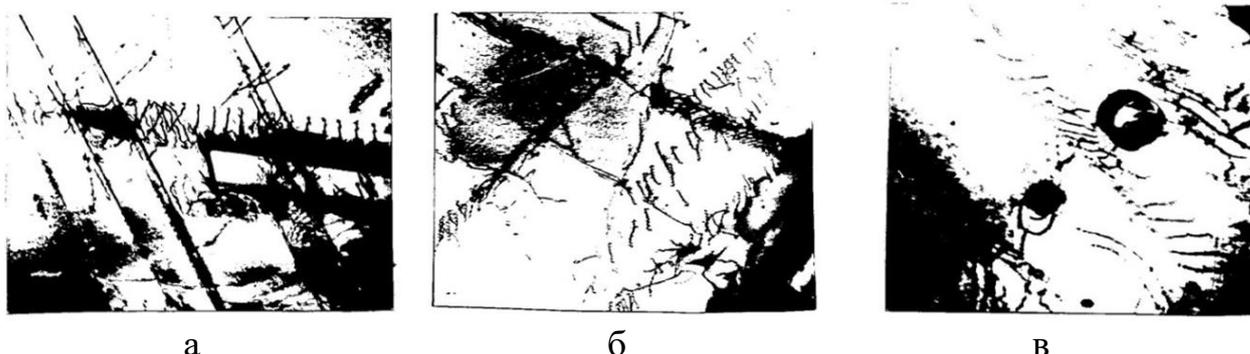


Рисунок 3.33 - Структура немагнитной высокопрочной стали 04X18Г18АН8ФМ

По данным изучения тонких фольг такое повышение прочности после старения при 650°С продолжительностью до 30 час обусловлено выделением

большого количества мелких (30-100Å) частиц (рисунок 3.34 а, б). На электроннограммах полученных от матрицы с такими частицами, вблизи матричных отражений наблюдались слабые размытые отражения от выделений (рисунок 3.34 в). Симметрия и место их расположения показали, что кристаллическая решетка этих частиц изоморфна решетке аустенита, а периоды ее несколько больше. В соответствии с данными рентгеноструктурного анализа электролитически выделенных из стали осадков эти выделения являются нитриды ванадия типа VN.

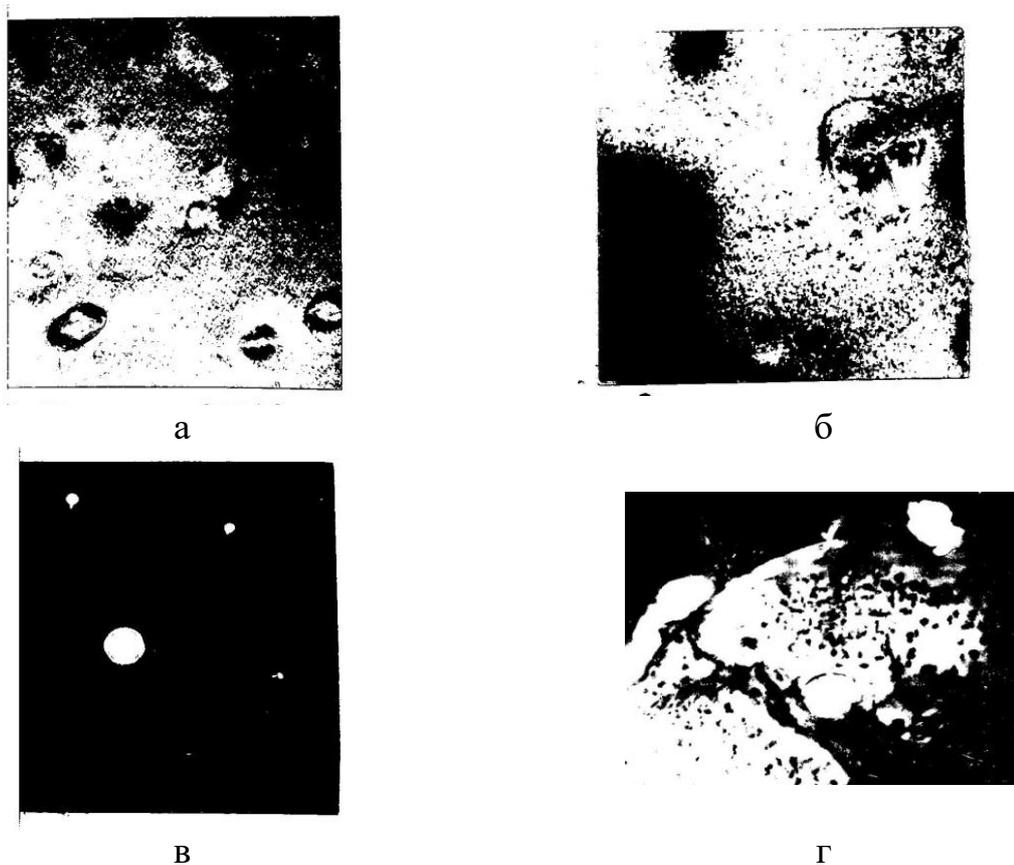


Рисунок 3.34 - Структура немагнитной стали X21AG14N9F2 (плавка2) после закалки от 1200°C и старения: а – 650°C – 10 час, х 26000; б – 650°C - 100 час, х 30000; в – электроннограмма участка с мелкими частицами; г – 800°C – 5 час, х 15000.

Уровень прочности и пластичности изученных сталей зависит в большей мере от объемной доли выделяющихся при старении частиц VN (рисунок 3.35), которую легко варьировать изменением содержания ванадия и азота в стали или режимами термической обработки для стали при постоянной концентрации азота и ванадия. С увеличением количества

матричных выделений нитрида ванадия до 0,9 масс.% достигается значительное повышение прочности ($\sigma_{0,2}$ до 1150 МПа) стали при сохранении удовлетворительной ударной вязкости ($KCU=0,8$ МДж/м²). При дальнейшем увеличении объемной доли частиц VN предел текучести незначительно растет, а ударная вязкость снижается до величины, затрудняющей практическое использование стали.

С целью определения возможности применения для низкотемпературной техники немагнитных стареющих сталей, упрочняемых нитридами ванадия, изучены структура и свойства аустенитных Cr-Mn-Ni сталей с относительно невысоким содержанием 0,18-0,43% N и 0,5-1,7% V [178, 179]. Состав стали (таблица 3.17) выбран с учетом обеспечения заданной растворимости азота в жидкой стали и стабильности аустенитной структуры в процессе пластической деформации при низких температурах.

Таблица 3.17- Химический состав сталей, масс.%*.

Сталь	C	Mn	Cr	Ni	N	V	Mo
X14AG14H5Ф	0,06	14,2	13,4	5,9	0,33	0,9	-
X14AG18H5Ф	0,05	18,1	13,2	5,9	0,32	0,8	-
X14AG22H5Ф	0,06	21,9	13,5	5,9	0,33	0,8	-
X14AG26H5Ф	0,06	25,6	13,5	5,9	0,33	0,9	-
X14AG10H9Ф	0,05	9,8	13,5	9,2	0,32	0,9	-
X14AG14H9Ф	0,05	14,2	13,4	9,1	0,32	0,8	-
X14AG18H9Ф	0,06	18,1	13,3	9,1	0,31	0,8	-
X14AG22H9Ф	0,05	22,0	13,5	9,2	0,33	0,9	-
X14AG18H13Ф	0,41	18,4	14,2	13,2	0,33	0,9	-
X13AG22H13Ф	0,52	22,5	14,5	12,7	0,32	0,9	-
X14AG22H5ФМ	0,06	22,0	13,5	5,8	0,33	0,8	1,50
X14AG22H9ФМ	0,06	22,1	13,5	9,1	0,32	0,9	1,48
X14AG18H13ФМ	0,04	18,3	14,6	13,5	0,32	1,0	1,61
X14AG15H4ФМ	0,01	15,0	13,1	4,2	0,18	0,6	0,75
X14AG17H6ФМ	0,01	16,5	13,2	6,0	0,23	1,0	1,00
X14AG22H9ФМ	0,02	21,2	13,2	9,6	0,37	1,3	1,40
X14AG22H11ФМ	0,04	22,0	15,2	11,0	0,39	1,5	1,60
X16AG23H12ФМ	0,05	23,2	16,4	11,5	0,43	1,7	1,80

*Содержание во всех сталях Si – 0,33 – 0,49%; S и P ≤ 0,02%; Nb -0,1 – 0,2%.

Свойства стали связано с его воздействием на повышение растворимости нитридов ванадия при нагреве под закалку (т.е. с увеличением

степени пересыщения γ -твердого раствора азотом и ванадием) и, следовательно, с большим количеством выделяющихся при старении частиц VN.

Увеличение концентрации никеля от 5 до 9% в сталях с 14%Mn незначительно влияет на их механические свойства. Легирование стали X14AG22H9Ф молибденом, снижающим так же как и никель вероятность образования дефектов упаковки [180], в количестве 1,5% существенно улучшает показатели прочности в результате увеличения дисперсности нитридов и пластичности в следствие повышения ЭДУ аустенита до 25-30 МДж/м². Изученные стали без молибдена с содержанием более 14% Mn после закалки и старения от 650°C – 10 час имели высокую прочность при +20 и -196°C, но низкую ударную вязкость при -196°C. При уменьшении количества выделяющихся при старении нитридов ванадия в результате снижения температуры старения от 650 до 600°C или сокращения продолжительности старения при 650°C от 10 до 5 час существенно повышается их ударная вязкость в интервале температур от +20 до -253°C при сохранении повышенной прочности. Лучший комплекс механических свойств достигается у стали X14AG22H9MФ после закалки и старения при 650°C – 5 час. Сталь X14AG22H9MФ [181] после указанной термообработки обладает низкой чувствительностью к концентрации напряжений и имеет хорошее сочетание прочности и удовлетворительной пластичности и ударной вязкости в интервале температур от +20 до -253°C ($\sigma_b = 970 - 1920$ МПа, $\sigma_{0,2} = 700 - 1600$ МПа, $\delta = 14-31\%$, $KCU = 0,6-2,1$ МДж/м²). Эта сталь по комплексу механических свойств в интервале температур от -253 до +20°C существенно превосходит применяемые в криогенной технике аналогичные немагнитные стали.

Добавки молибдена и ванадия в количествах около 1% каждого оказывает благоприятное воздействие на формирование структуры и механических свойств сварных соединений.

Исследование стали 04X18Г18АН8МФ с 0,43% N после закалки от 1170°C и старения 650°C в течение 3, 5, 10, 15, 20 и 30 часов показало, что при наличии в структуре этой стали выделившихся при старении частиц VN в количестве 0,4 – 0,6% высокая прочность ($\sigma_{0,2} = 710 - 830$ МПа) при комнатной температуре сочетается с повышенной ударной вязкостью при температурах -196 и -253°C (КСУ = 1,2 и 0,8 МДж/м²).

Выводы по 3 главе

1. В процессе кристаллизации сплава 05X22АГ15Н8М2Ф формируется тонкостолбчатая дендритная структура, в которой дендриты по сравнению с междендритными пространствами обогащены хромом и молибденом. В структуре литого сплава, после закалки от 1100°C наблюдали малоугловые границы, которые фрагментируют крупные аустенитные зерна и небольшое количество дендритных выделений на границах зерен. Гомогенизация при 1200°C – 3 ч + закалка от 1100°C приводит к измельчению дендритной ликвации.

2. Литой сплав 05X22АГ15Н8М2Ф, после гомогенизации при 1200°C-3 час и последующей закалки от 1100°C обладает высокой прочностью ($\sigma_B = 820$ МПа, $\sigma_{0,2} = 437$ МПа), повышенной пластичностью ($\delta = 77\%$, $\psi = 48\%$).

3. Рентгенофазовый анализ стали 05X20АГ10Н3МФ в литом состоянии показал, что при снижении содержания азота от 0,53 до 0,40% формируется двухфазная аустенито-ферритная структура, в которой присутствует -35% α -фазы, и сталь становится магнитной. После нагрева под закалку от 1200°C в результате растворения карбонитридов CrV(C,N) в структуре литой стали с концентрацией 0,40% N количество ферромагнитной δ -фазы уменьшается до 18%.

4. С повышением температуры нагрева исследованных сталей под закалку от 1100 до 1200°C из-за растворения частиц CrV(C,N) увеличиваются периоды кристаллической решетки аустенита от 3,619 до 3,622 Å у стали

05X21АГ10Н3МФ и от 3,618 до 3,620 Å у стали 05X20АГ10Н3МФ. При этом содержание азота в аустените увеличивается, что должно приводить к упрочнению стали.

5. По данным электронно-микроскопического исследования сталь 05X21АГ10Н3МФ с содержанием 0,53%N в литом состоянии имеет аустенитную структуру с небольшим количеством δ -феррита и ультрадисперсных частиц карбонитрида CrV(C,N), при этом δ -феррит расположен в виде прослоек между зернами аустенита, плотность дислокаций в котором ниже, чем в δ -феррите. Сталь 05X20АГ10Н3МФ (0,40% N) по сравнению со сталью 05X21АГ10Н3МФ (0,53% N) имеет тот же фазовый состав, но при большем количестве δ -феррита.

6. После закалки от 1100°C в структуре литой стали 05X20АГ10Н3МФ с 0,40%N кроме аустенита, δ -феррита и карбонитридов CrV(C,N) присутствуют крупные частицы ограненной формы γ -фазы, которые могут снижать пластичность стали.

7. ВГНК является одним из эффективных способов улучшения структуры литых заготовок высокоазотистых сталей. Дендриты в образцах после ВГНК более однородны по химическому составу, чем дендритные образования в образцах после РК. Процедура гомогенизации способствует выравниванию химического состава на границе «дендрит-междендритная область» за счёт частичного растворения дендритов.

8. Горячая прокатка стали 05X19АГ10Н7М2ФБ при 950 и 1100°C приводит к формированию качественно одинаковой субструктуры аустенита, но с более высокой плотностью дислокаций при прокатке при температуре 950°C. С наличием в структуре стали после прокатки при 950°C ультрадисперсных выделений карбонитридов и более высокой плотностью дислокаций связана более высокая прочность ($\sigma_b = 1058$ МПа, $\sigma_{0,2} = 957$ МПа) и меньшая пластичность ($\delta = 31,4\%$, $\psi = 66\%$) по сравнению с прокаткой при 1050°C ($\sigma_b = 1363$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1171$ МПа, $\delta = 15,8\%$, $\psi = 64\%$).

9. Особенностью аустенитной структуры стали 04X22AG16H8M2Ф после прокатки при 1100°С, является ее разносторонность и наличие зернограницных крупных выделений σ -фазы, неравномерно распределенной по объему аустенитных зерен и содержащей кроме хрома и железа повышенное количество молибдена.

10. После изученных режимов прокатки в структуре исследованных сталей не наблюдали ферромагнитных фаз (феррита и мартенсита) и рекристаллизованных аустенитных зерен.

11. Лучший комплекс механических свойств и магнитной проницаемости достигаются у стали плавки 3 после прокатки и ковки при температурах 1100-900°С ($\sigma_B=1148-1186$ МПа, $\sigma_{0,2}=1046-1087$ МПа, $\delta=26-28\%$, $\psi=50,6-62,0\%$, $KCV= 1,08 - 1,09$ МДж/м², $\mu < 1,01$ Гс/э). После прокатки при температурах 950-900°С сталь плавки 2 имеет высокую прочность ($\sigma_B=1166$ МПа, $\sigma_{0,2}=1142$ МПа), но пониженную ударную вязкость ($KCV= 0,23$ МДж/м²).

12. Получение высоких показателей механических свойств у листовых и кованных заготовок связано с формированием в процессе исследованных режимов термомеханической обработки фрагментированной с выраженной полосчатостью структуры. В структуре стали плавки 1 после прокатки при 1100-900°С и плавки 2 после прокатки при 1000-900°С и 950-900°С частично протекают процессы динамической рекристаллизации. Объемная доля рекристаллизованных зерен в листовых образцах металла плавки 2 несколько больше, чем у плавки 3.

13. По уровню прочности листовые и кованные заготовки из немагнитной стали 04X21Г9Н7АМФ (0,556%N) существенно превосходят аналогичные заготовки из применяющихся немагнитных сталей, в том числе зарубежных сталей AISI 304, 316 и 321.

14. В процессе кристаллизации сплава 05X22AG15H8M2Ф формируется тонкостолбчатая дендритная структура, в которой дендриты по сравнению с междендритными пространствами обогащены хромом и молибденом. В

структуре литого сплава, после закалки от 1100°C наблюдали малоугловые границы, которые фрагментируют крупные аустенитные зерна и небольшое количество дендритных выделений на границах зерен. Гомогенизация при 1200°C – 3 ч + закалка от 1100°C приводит к измельчению дендритной ликвации.

15. Литой сплав 05X22AG15N8M2Ф, после гомогенизации при 1200°C-3 час и последующей закалки от 1100°C обладает высокой прочностью ($\sigma_B=820$ МПа, $\sigma_{0,2}=437$ МПа), повышенной пластичностью ($\delta=77\%$, $\psi=48\%$).

16. Проведены систематические исследования закономерностей изменения структуры и физико-механических свойств дисперсионно-твердеющих немагнитных Mn-Ni-C-V сталей в зависимости от их легирования и режимов их термопластической обработки. Показана перспективность совместного использования марганца и никеля в качестве элементов, стабилизирующих аустенитную структуру указанных сталей. Такая система легирования обеспечивает преимущества перед другими системами в отношении условий растворения и выделения карбидов, в частности, позволяет получать значительное пересыщение γ -твердого раствора ванадием после нагрева под закалку до относительно невысоких температур и исключение образования карбидов типа $M_{23}C_6$ при старении. У сталей содержащих 14 – 20% Mn, 8-13% Ni, 0,4 – 0,5% C и 0,8 – 2% V при нагреве, охлаждении и пластической деформации в широком интервале температур от -269 до +1300°C не образуются ферромагнитные фазы (δ -феррит или α -мартенсит) и охрупчивающие фазы типа σ или фаз Лавеса.

17. Лучшее сочетание механических свойств исследованных сталей достигается после закалки от 1150°C и старения при 650°C в течение 15 – 20 час при условии полного связывания ванадия углеродом ($C_V/C_C \sim 1$). Избыточное содержание ванадия ($C_V/C_C < 1$) ускоряет процесс зарождения частиц VC и может значительно снижать стабильность аустенитной структуры, не приводя к повышению прочности. При превышении же

содержания углерода по отношению к необходимому для образования карбида VC ($C_V/C_C < 1$) при незначительном увеличении прочности резко снижается пластичность и вязкость стали в результате образования, кроме дисперсных частиц VC, других карбидов, например $M_{23}C_6$.

18. Для высокого упрочнения стареющих ванадийсодержащих сталей с помощью пластической деформации эффективно комплексное легирование элементами, снижающими ЭДУ их аустенита. Например у стали содержащей 13% Cr, 6-8% Ni, 13-14% Mn, 0,8-1,2% Si, 0,35-0,45% C, 0,8-1,2% V и 0,8-1,2% Mo, обеспечивается высокое деформационное упрочнение аустенита с ЭДУ = 12-15 МДж/м² без образования мартенсита и дополнительное упрочнение в результате выделения в процессе последеформационного нагрева дисперсных частиц VC.

19. Показана возможность получения у немагнитных Mn – Ni сталей, содержащих 0,35-0,45% C, 1,0-1,2% V, 10-16% Ni, 18-22% Mn, после закалки от 1100°C и старения при 650°C в течение 10 час высокой прочности при комнатной температуре ($\sigma_{0,2}^{+20} \geq 650$ МПа) и повышенной ударной вязкости при криогенных температурах ($KCU^{-196} \geq 1,0$ МДж/м²). Такое сочетание свойств достигается при наличие в их структуре около 0,5 масс. % дисперсных (60 – 100 Å) частиц карбида VC. Особенностью структуры этих сталей после деформации при криогенных температурах является образование большого количества тонких (~0,1 мкм) деформационных двойников, способствующих значительному упрочнению без существенного снижения пластичности.

Глава 4. Исследование механических и химических свойств сталей типа 05X22АГ15Н8М2Ф

4.1. Усталостная прочность высокоазотистых аустенитных сталей

Циклическая прочность и вязкость разрушения высокоазотистых коррозионностойких аустенитных сталей существенно зависят от структурного состояния аустенитной матрицы и характеристик образующихся при старении карбидных и/или нитридных частиц. В диссертационной работе исследована усталостная прочность высокоазотистых аустенитных сталей 05X22АГ15Н8М2Ф – Ш и 09X19АГ10Н6М2 [182]. Химический состав исследованных сталей приведен в таблице 4.1. Испытания на усталость проводили при комнатной температуре на сервогидравлической машине INSTRON 8801 в условиях повторного растяжения при коэффициенте асимметрии цикла $R=0,1$ (отношение минимального напряжения к максимальному) и частотой 30 Гц.

Таблица 4.1 - Химический состав стали, масс. %.

Сталь	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V	N
09X19АГ10Н6М2	0,096	0,23	10,12	0,011	0,005	18,72	1,68	6,13	-	0,31
05X22АГ15Н8МФ	0,05	0,31	15,10	0,009	0,006	21,5	1,10	7,90	0,1	0,51

Сталь 05X22АГ15Н8МФ

Исследованы 3 серии образцов из стали 05X22АГ15Н8МФ, в различном структурном состоянии и обработанных по следующим режимам [182]:

Серия 1. Ковка при 1100°C + закалка от 1100°C. После этой обработки сталь имела следующие механические свойства: $\sigma_{0,2} = 484$ МПа; $\sigma_B = 866$ МПа; $\delta = 58\%$, $\psi = 75\%$. Размер аустенитного зерна составлял ~ 25 мкм.

Серия 2. Прокатка при 900°C в 3 прохода, с суммарным обжатием ~ 40%. Структура состояла из вытянутых аустенитных зерен с поперечным размером ~ 8 - 10 мкм.

Серия 3. Ковка при 1100°C + закалка от 1100°C + старение при 500°C в течение 10 часов. Механические свойства: $\sigma_{0,2} = 489$ МПа; $\sigma_B = 904$ МПа; $\delta = 60\%$, относительное сужение $\psi = 51\%$. В процессе старения происходило выделение части Cr₂N.

На рисунке 4.1 приведены кривые усталости гладких образцов из стали 05X22AG15N8M2Ф. Видно, что максимальный предел выносливости (500 МПа) и максимальные значения ограниченной долговечности наблюдаются у горячедеформированных образцов серии 2. Сталь этой серии имела также наибольшие значения прочности при испытании на растяжение. Относительное удлинение у этой серии образцов почти в три раза меньше, чем у образцов 1 и 3 серий. Ранее было показано [183], что у высокопрочных аустенитных сталей с 0,5%N и с близкими характеристиками механических свойств предел выносливости изменяется в диапазоне 460 – 540 МПа. Резкое увеличение ограниченной долговечности при напряжениях выше предела выносливости по сравнению с образцами серий 1 и 3, по видимому, связано резким увеличением числа циклов, необходимых для зарождения усталостных трещин. В пользу этого заключения свидетельствует меньший наклон кривой усталости и низкое значение предела выносливости образцов с резким концентратором напряжений.

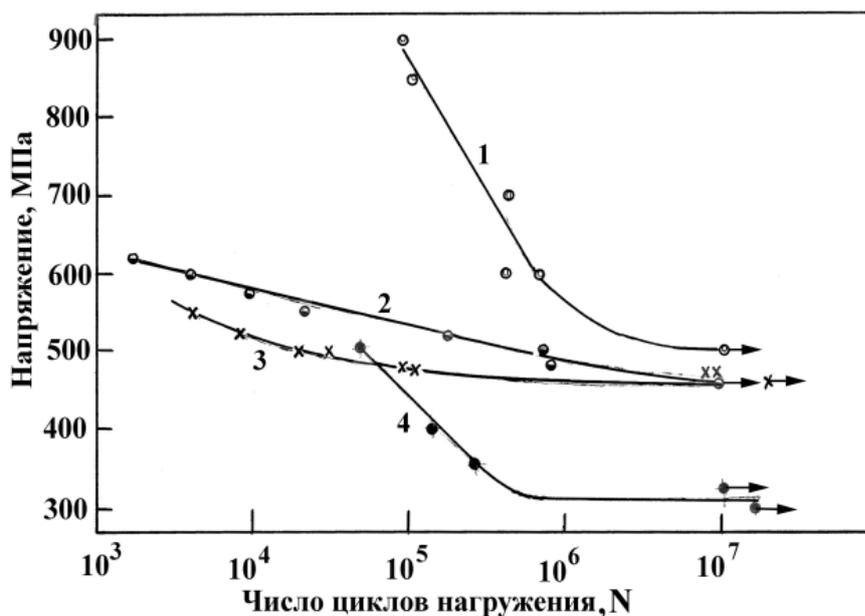


Рисунок 4.1- Кривые усталости гладких и надрезанных образцов из стали 05X22AG15H8M2Ф: 1 – гладкие образцы (серия 2); 2 – образцы после закалки (серия 1); 3 – образцы после закалки и старения (серия 3); 4 – образцы с концентратором напряжений (серия 2).

Кривые усталости образцов серий 1 и 3 незначительно отличаются друг от друга (рисунок 4.1). Хотя, долговечность и предел выносливости образцов после закалки (серия 1) несколько выше, чем у образцов серии 3 (закалка и старение). Механические свойства при статическом растяжении этих серий мало отличаются. Предел выносливости образцов серий 1 и 3 находится в интервале 430 – 460 МПа. Фрактографические исследования усталостного разрушения азотсодержащей стали 05X22AG15H8MФ (рисунок 4.2) показали, что зарождение усталостной трещины происходит в поверхностных слоях по сдвиговому механизму. Распространение усталостной трещины связано с образованием квазивязких усталостных бороздок с частичным растрескиванием металла у вершины распространяющейся трещины. Зарождение микротрещин происходило в результате процессов сдвигообразования в поверхностном слое металла. Начальная стадия развития трещины развивается в условиях смешанных мод разрушения. У образцов с концентратором напряжений усталостная трещина распространяется от многих очагов зарождения трещины в

поверхностном слое. В зоне распространения усталостной трещины у гладких образцов при всех испытанных напряжениях наблюдается бороздчатый рельеф на поверхности разрушения с наличием вторичного растрескивания у вершины трещины (рисунок 4.3), у образцов с надрезом рельеф поверхности разрушения на стадии развития усталостной трещины более грубый по сравнению с разрушением гладких образцов (рисунок 4.4 а). Зона статического долома имеет вязкий ямочный рельеф с малым количеством включений на дне ямок (рисунок 4.4 б).

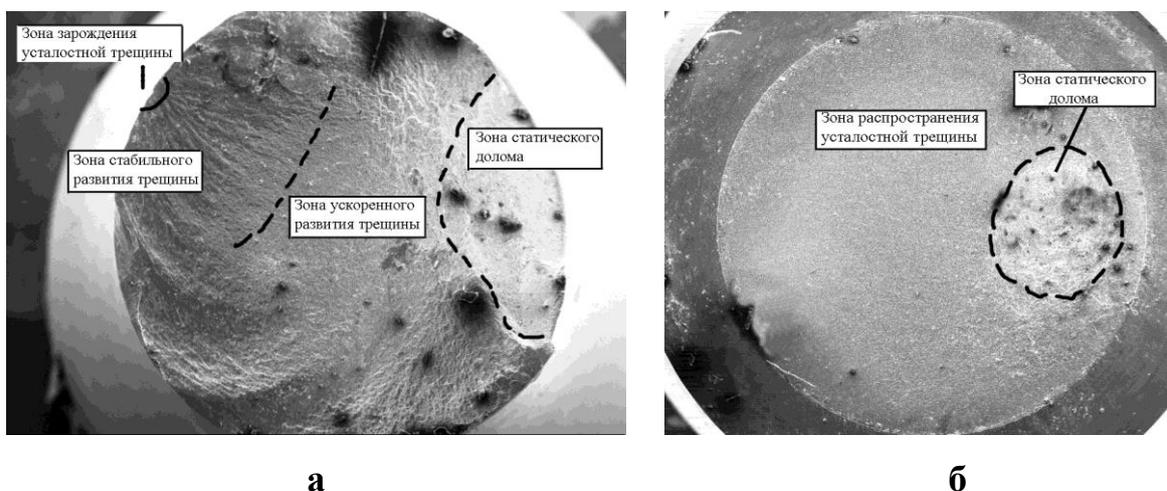


Рисунок 4.2 - Общий вид поверхностей усталостного разрушения образцов (x25):
 а - гладкие образцы ($\sigma = 600\text{МПа}$); б – образцы с надрезом ($\sigma = 350\text{МПа}$).

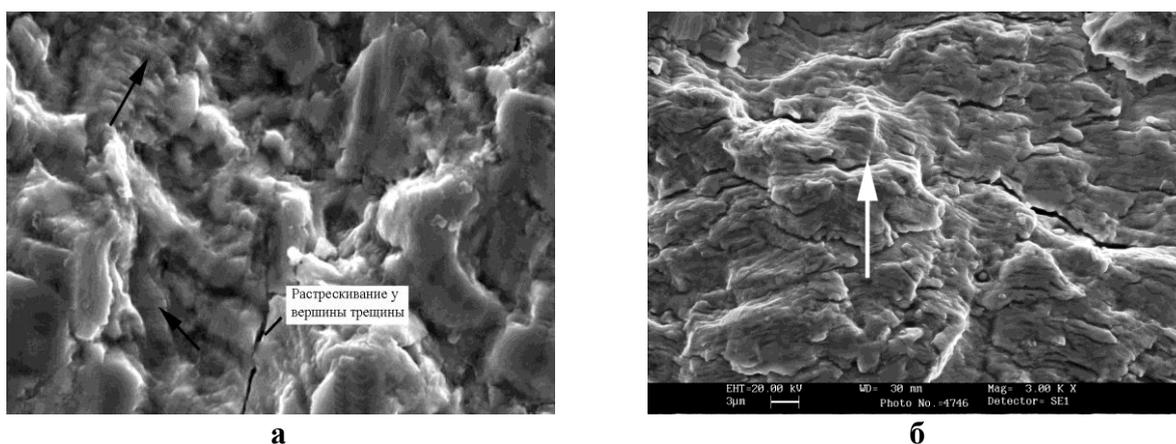


Рисунок 4.3 - Поверхность разрушения гладких образцов в зоне распространения усталостной трещины ($\sigma = 600\text{ МПа}$).

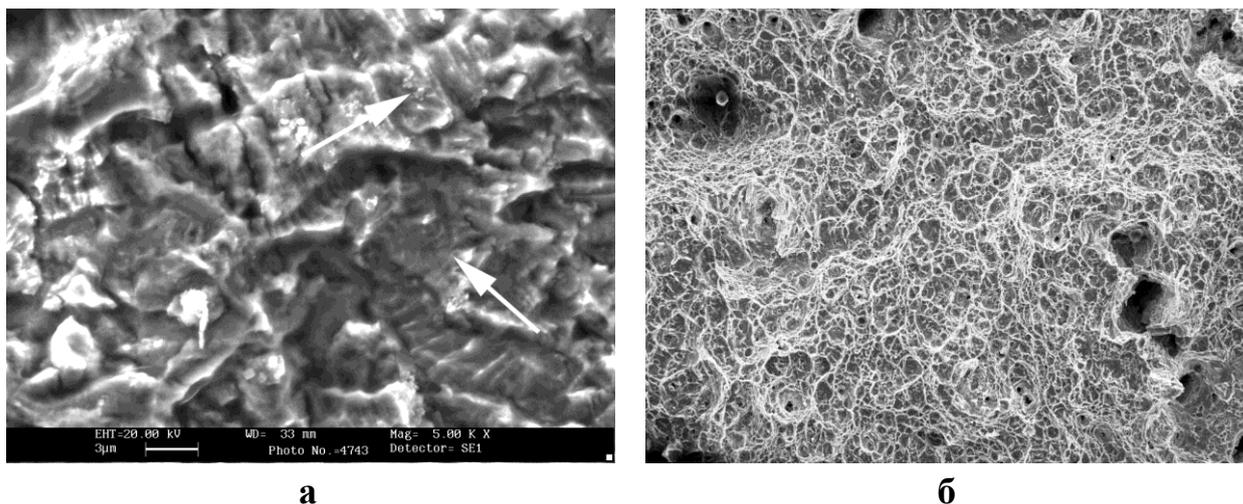


Рисунок 4.4 - Поверхность разрушения надрезанных образцов в зоне распространения усталостной трещины (а) и зоне статического долома (б) ($\sigma = 350$ МПа) (x 1000).

Сравнение данных по циклической прочности, представленных на рисунке 4.1 показывает, что при примерно равных пределах прочности $\sigma_b \sim 870$ МПа и равном количестве азота (0,5%) долговечность и предел выносливости на базе 10^7 циклов у стали 05X22AG15H8M2Ф-Ш значительно выше, чем у сталей 0X18H5Г11БАФ и 0X18H5Г12АБ [184].

Смачивание искусственной морской водой не снизило значения долговечности стали 05X22AG15H8M2Ф-Ш (рисунок 4.5) при всех напряжениях, а даже несколько повысило циклическую прочность. Возможно, что этот результат связан с тем, что поверхность рабочей части образцов не подвергалась коррозионному воздействию в этих условиях, но в то же время происходило охлаждение образцов в потоке соляного раствора. Значительное снижение предела выносливости в морской воде наблюдали при испытании на усталость у азотистой стали 0X18H5Г11БАФ и аустенитной стали 08X18H10Т (с 220 до 160 МПа) [183].

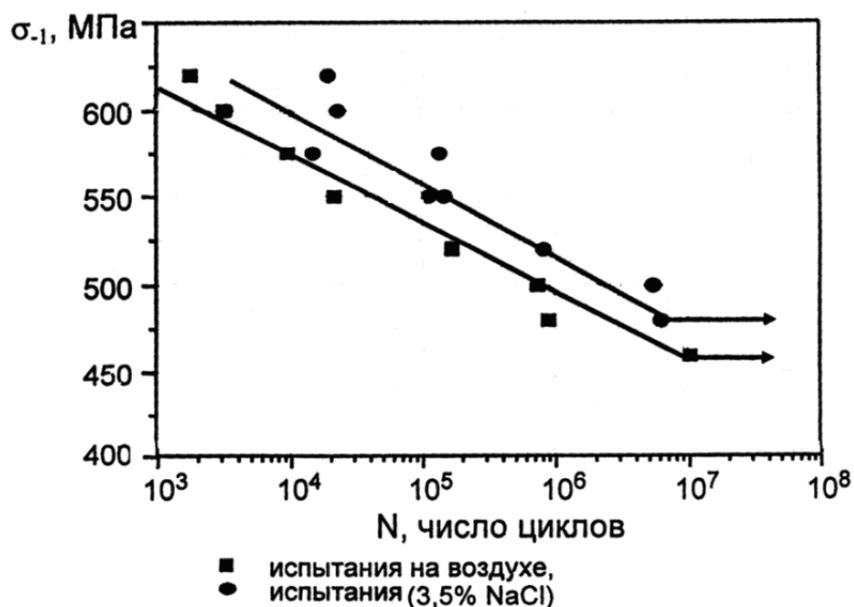


Рисунок 4.5 - Кривые усталости образцов после закалки.

Сравнительные исследования сталей 09X19АГ10Н6М2 и 05X22АГ15Н8М2Ф с различной стабильностью аустенита к γ - α превращению при пластической деформации показали, что после прокатки при 1050°C они имеют мелкозернистую, аустенитную структуру со средним размером зерна 20 – 25 и 10 – 12 мкм соответственно. В структуре стали наблюдали большое количество двойников деформации, что характерно для высокоазотистого аустенита с низкой энергией дефектов упаковки. По данным электронномикроскопического исследования этот аустенит имел высокую плотность дислокаций, внесенных в процессе горячей деформации.

Результаты испытаний на растяжение и ударную вязкость (таблица 4.2) показали, что по уровню прочности при примерно одинаковой пластичности и ударной вязкости сталь 05X22ФГ15Н8М2Ф (0,51%N) значительно превосходит сталь 09X19АГ10Н6М2 (0,31%N).

Таблица 4.2 - Механические свойства сталей 09X19АГ10Н6М2 и 05X22ФГ15Н8М2Ф после прокатки при 1050°C.

Сталь	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	φ , %	KCU, МДж/м ²
09X19 АГ 10Н6М2	926	691	32,8	61,9	2,92
05X22АГ15Н8М2Ф	1095	853	44,0	66,1	2,70

Испытания на усталость проводили по трем режимам с различным максимальным напряжением цикла: 1 режим – $\sigma_{\max} = 600$ МПа, число циклов до разрушения $N = 1,6 \cdot 10^5$; 2 - $\sigma_{\max} = 470$ МПа, $N = 4,5 \cdot 10^5$; 3 - $\sigma_{\max} = 460$ МПа, $N = 5,5 \cdot 10^5$. Первый режим нагружения по долговечности до разрушения близок к переходному режиму от малоциклового усталости к многоциклового. Режимы 2 и 3 соответствуют области многоциклового усталости.

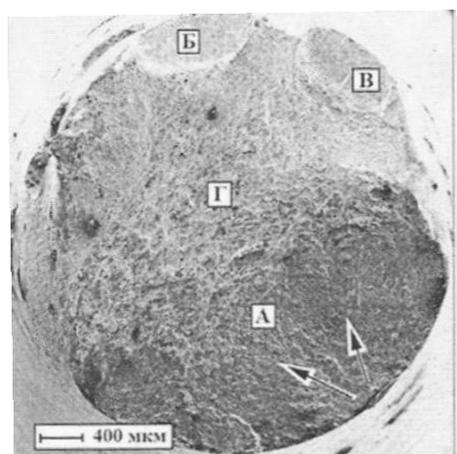
В таблице 4.3 приведены результаты испытания на усталость сталей 09X19AG10H6M2 и 05X22FG15H8M2F. При максимальном напряжении цикла 600 МПа долговечность до разрушения у стали 05X22AG15H8M2F в несколько раз меньше, чем у стали 09X19AG10H6M2, аустенит которой менее стабилен по отношению к образованию мартенсита при деформации из-за меньшего содержания никеля и азота. Однако при напряжении 500 МПа большую долговечность показала сталь 05X22AG15H8M2F с большим содержанием азота и меньшим размером зерна.

Таблица 4.3 - Долговечность при циклических нагрузках сталей 09X19AG10H6M2 и 05X22FG15H8M2F.

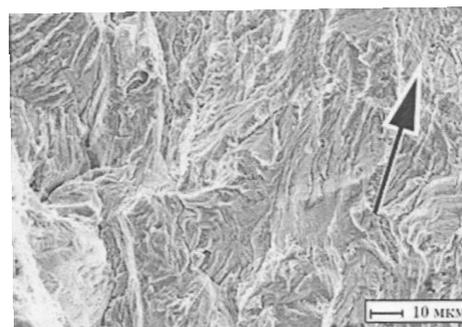
Сталь	Максимальное напряжение цикла, МПа	Число циклов до разрушения
09X19 AG10H6M2	600	$1,6 \times 10^5$
	500 470	$4,0 \times 10^5$ $4,5 \times 10^5$
	460	$5,5 \times 10^5$
	450	$8,0 \times 10^5$
05X22AG15H8M2F	600	$0,32 \times 10^5$
	500	$7,5 \times 10^5$

На рисунке 4.6 представлены результаты фрактографических исследований поверхностей усталостного разрушения образца из стали 09X19AG10H6M2, испытанного при максимальном напряжении цикла 600 МПа (долговечность до разрушения $N = 1,6 \cdot 10^5$ циклов). На общем снимке усталостного излома хорошо видно, что усталостная трещина развивалась с трех участков поверхности образца: усталостные зоны А (главная), Б и В на рисунке 4.6 а. Такая закономерность свойственна сравнительно высоким уровням максимальных усталостных напряжений. Статический долом связан

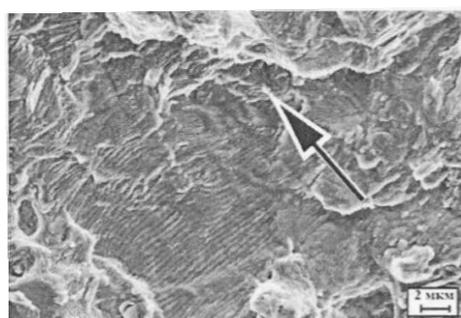
с зоной г. В начальной зоне усталостного разрушения наблюдается вязкий рельеф, связанный с различными модами (отрыв и сдвиг) распространения трещины (рисунок 4.6 б). На стадии стабильного роста усталостной трещины можно видеть типичный усталостный бороздчатый рельеф поверхности разрушения (рисунок 4.6 в), свойственный пластичным металлическим материалам, в частности, аустенитным сталям. На стадии ускоренного роста трещины перед началом окончательного разрушения также наблюдается бороздчатый рельеф, однако между некоторыми бороздками наблюдаются микротрещины (рисунок 4.6 г). На рисунке 4.6 д представлена переходная зона разрушения: на ряду с усталостными бороздками появляются вязкие ямки. Окончательное разрушение связано с типичным вязким ямочным разрушением (рисунок 4.6 е).



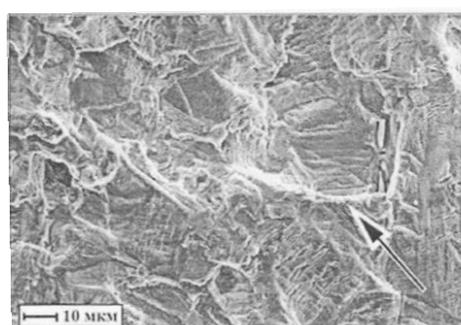
а



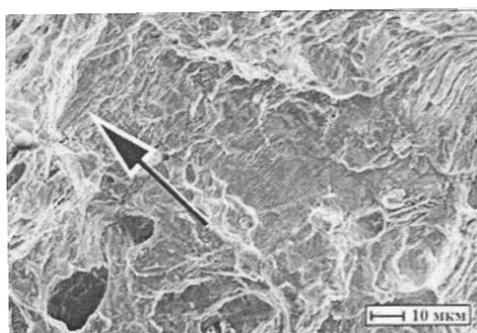
б



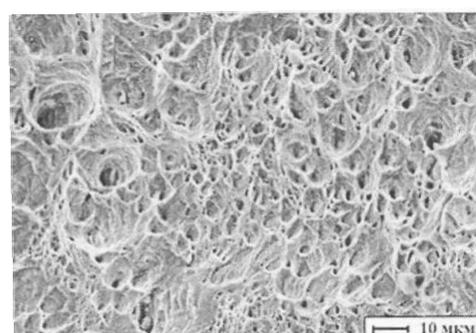
в



г



д



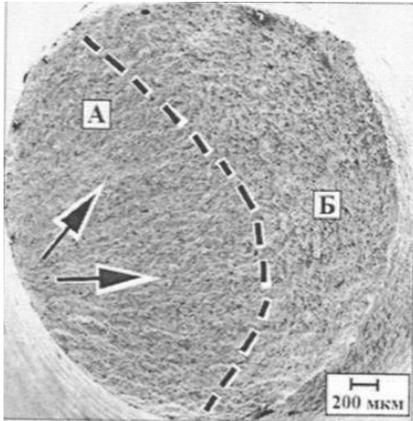
е

Рисунок 4.6 -Фрактография усталостного разрушения образца из азотосодержащей аустенитной стали (максимальное напряжение цикла 600МПа, $N=,6 \cdot 10^5$ циклов).

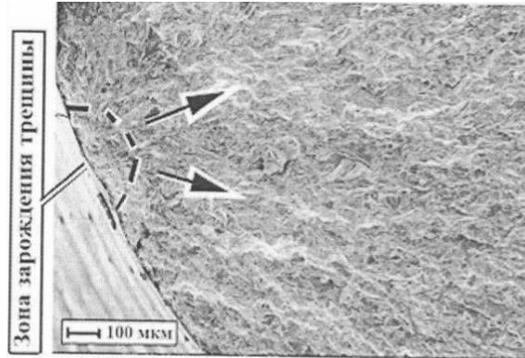
Стрелками указано направление распространения усталостной трещины.

Фрактографические картины рельефа усталостного разрушения 09X19AG10H6M2 для меньшего максимального напряжения цикла и соответственно большей долговечности ($\sigma_{\max} = 470$ МПа, $N=4,5 \cdot 10^5$ циклов) представлены на рисунке 4.7. В этом случае существует только один очаг зарождения усталостной трещины и поверхность разрушения состоит из двух областей: усталостной (область А) и области статического долома (область Б) (рисунок 4.7 а). На рисунке 4.7 б представлена зона зарождения усталостной трещины и область стабильного распространения трещины. В

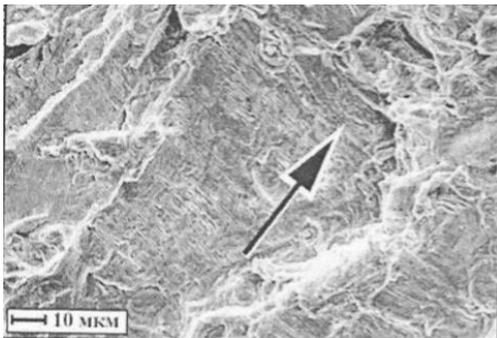
самой начальной стадии стабильного роста трещины, также, как и в случае образца испытанного при $\sigma_{\max} = 600$ МПа, наблюдается сложный вязкий рельеф поверхности разрушения, но уже с наличием бороздок в локальных зонах разрушения (рисунок 4.7 в).



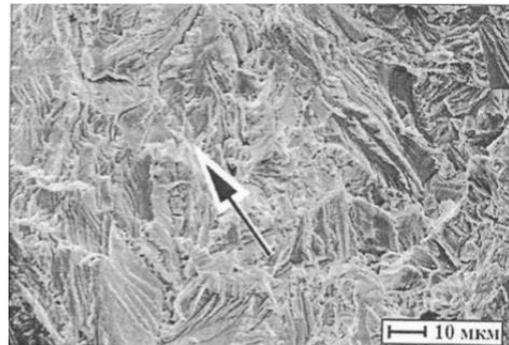
а



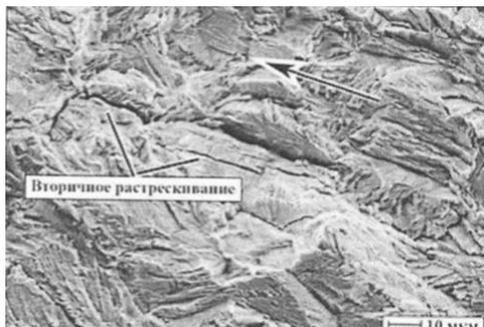
б



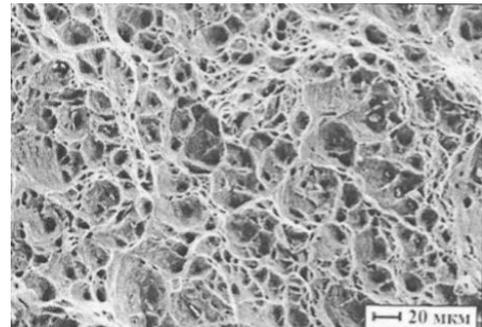
в



г



д



е

Рисунок 4.7 - Фрактография усталостного разрушения образца из аустенитной азотсодержащей стали (максимальное напряжение цикла 470 МПа, $N=4,5 \cdot 10^5$ циклов).

Стрелками указано направление распространения усталостной трещины.

На рисунках 4.8 и 4.9 приведены результаты фрактографического анализа, проведенного на изломах усталостных образцов сплава 05X22AG15H8M2Ф. При большом циклическом напряжении ($\sigma = 600$ МПа, число циклов до разрушения $N = 3200$) на общей картине излома хорошо можно выделить зону распространения усталостной трещины и зону статического долома (рисунок 4.8 а) зарождение трещины происходило в нескольких приповерхностных участках у края образца, что хорошо видно на общем виде излома (рисунок 4.8 а). Зарождение микротрещин происходило скорее всего в результате процессов сдвигообразования во внутренних областях зерен. Причем начальная стадия развития трещины развивается в условиях смешанных мод разрушения (рисунок 4.8 б).

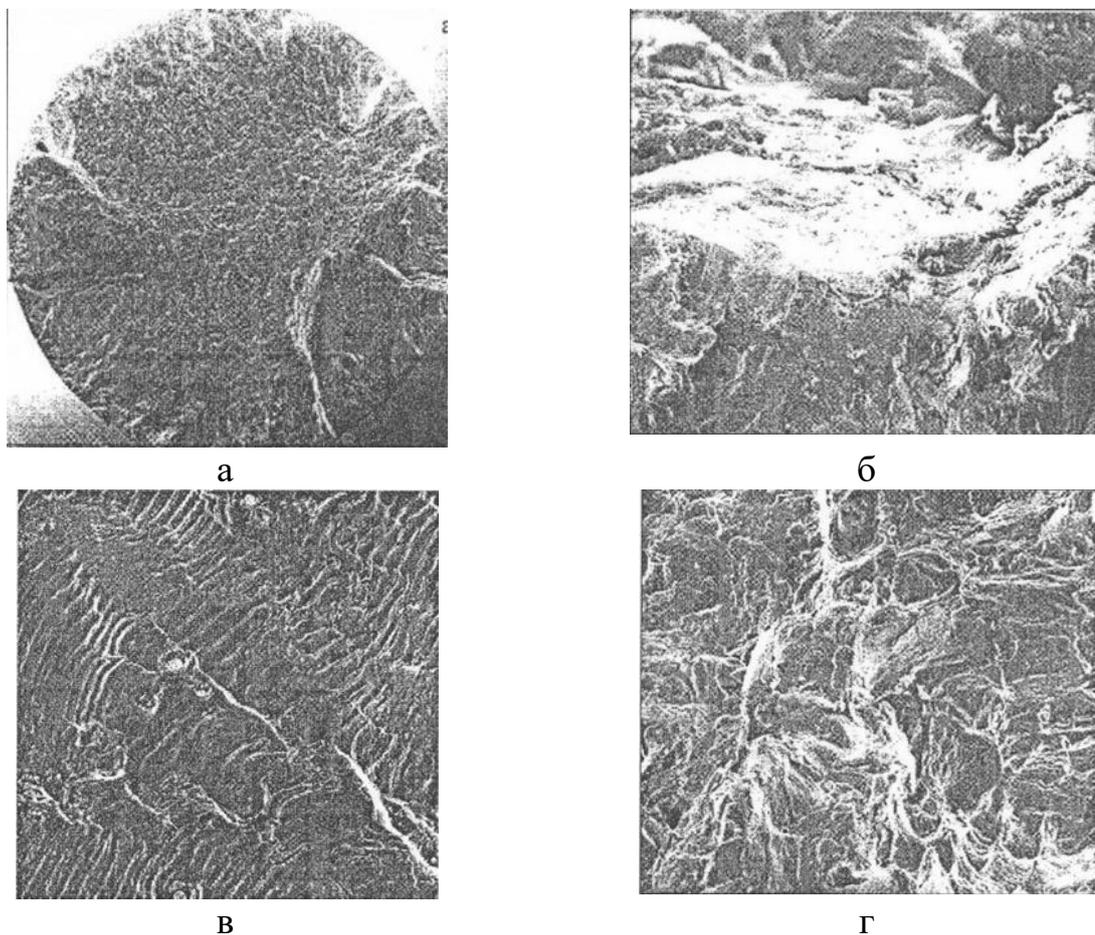


Рисунок 4.8 -Фрактография усталостного разрушения сплава 05X22AG15H8M2Ф, закаленного от 1100°C (1 час вода) после испытаний на воздухе при напряжении 600МПа, $N=3200$; а – общий вид излома (x 25), б- зона зарождения трещины (x 3000), в – зона стабильного роста трещины (x1000), г – зона долома (x1000).

В зоне распространения усталостной трещины наблюдается четко выраженный квазивязкий бороздчатый рельеф (рисунок 4.8 в), а в зоне статического долома типичный ямочный рельеф (рисунок 4.8 г). Аналогичная картина усталостного разрушения наблюдается при испытаниях на усталость вблизи предела выносливости ($\sigma = 500\text{ МПа}$, $N = 753500$ циклов) (рисунок 4.9).

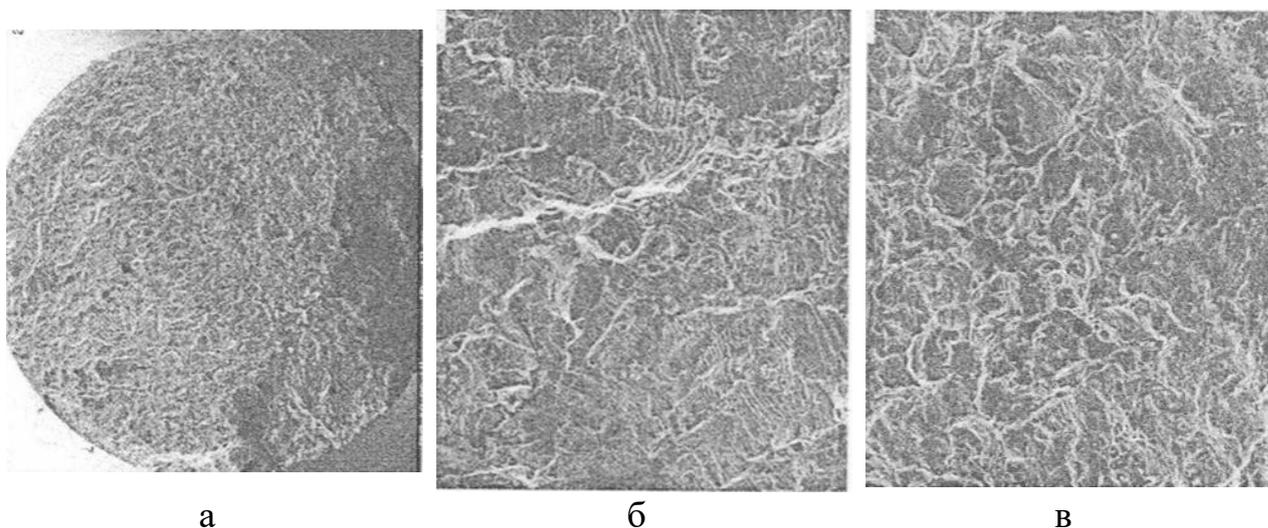


Рисунок 4.9 - Фрактография усталостного разрушения стали 05X22AG15H8M2Ф, закаленного от $1100^{\circ}\text{C} - 1$ час, вода после испытаний на воздухе при напряжении 500 МПа , $N=753500$: а – общий вид излома ($\times 25$), б – зона стабильного роста трещины ($\times 1000$), в – зона долома ($\times 1000$).

Характерной особенностью аустенитных сталей с высоким содержанием азота является склонность к выделению частиц нитридов хрома типа Cr_2N по механизму прерывистого распада [185]. Это проявление нестабильности аустенита выражается тем сильнее, чем выше содержание азота в стали. Данный процесс приводит к снижению одновременно пластичности и прочности при статическом нагружении [187]. Влияние выделений нитридов Cr_2N на характеристики усталостной прочности высокоазотистых аустенитных сталей практически не изучено. В работе [185] исследовали усталостную прочность выплавленной на заводе «Электросталь» стали 05X22AG15H8MФ. Химический состав стали, мас. %: $\text{C}=0,045$; $\text{N}=0,50$; $\text{Cr}=21,73$; $\text{Mn}=14,18$; $\text{Ni}=8,03$; $\text{Mo}=0,98$; $\text{V}=0,14$; $\text{Si}=0,31$; $\text{S}=0,003$; $\text{P}=0,011$; $\text{Ca}=0,022$; Fe-остальное. Исследовали образцы четырех серий: 1 — после

горячей прокатки при 1100°C; 2 — после закалки в воду с нагрева при 1150°C, 1 час; 3 — закалка от 1150°C + отжиг при 800°C, 1 час, охлаждение на воздухе; 4 — то же, что 2, + отжиг при 800°C, 10 час. По данным [186] нагрев стали 05X22AG15H8MФ при 800°C в течение 1 и 10 час приводит к выделению нитридов Cr₂N по механизму прерывистого распада. Микроструктуры образцов стали 05X22AG15H8MФ приведены на рисунке 4.10. Видно, что структура стали после горячей прокатки однофазная аустенитная со средним размером зерна 20 мкм и большим количеством двойников деформации, что характерно для высокоазотистого аустенита (рисунок 4.10 а). По данным электронномикроскопического исследования этот аустенит имел высокую плотность дислокаций, внесенных в процессе горячей деформации. После закалки от 1150°C размер зерна аустенита увеличился до 50 мкм, но в структуре также наблюдаются двойники отжига (рисунок 4.10 б). Отжиг при 800°C в течение 1 час после закалки не приводит к изменению величины зерна аустенита, но на границах зерен отмечается образование скоплений относительно крупных частиц (рисунок 4.10 в). После отжига в течение 10 ч возрастает количество и увеличивается размер частиц на границах зерен (рисунок 4.10 г). В таблице 4.4 приведены результаты механических испытаний образцов в различных структурных состояниях. Испытания на усталость проводили при комнатной температуре в условиях повторного растяжения при одинаковом для всех образцов коэффициенте асимметрии цикла R= 0,1 и частоте циклов 30 Гц.

Таблица 4.4 - Механические свойства образцов стали 05X22AG15H8MФ серий 1 – 4 в различных структурных состояниях.

Серия образцов	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	σ_R^* , МПа
1	956	420	28,96	400
2	901	409	36,79	345
3	872	411	29,86	312
4	860	409	27,49	375

* Предел выносливости на базе 10^7 циклов нагружения.

Образцы серии 1 имеют максимальные прочностные свойства при достаточной пластичности ($\delta = 29\%$). По данным для образцов серии 2 закалка при 1150°C приводит к повышению относительного удлинения ($\delta = 37\%$) и снижению пределов прочности и текучести по сравнению с образцами серии 1. Последующий отжиг при 800°C в течение 1 часа сопровождается снижением прочностных и пластических свойств стали по сравнению с закаленным состоянием из-за выделения нитридов хрома Cr_2N . При увеличении длительности нагрева при 800°C до 10 час снижения уровня механических свойств при испытании на растяжение незначительное.

Лучшие характеристики усталости получены для горячекатаных образцов серии 1 (рисунок 4.11), что связано с более мелким размером аустенитного зерна и более высокой плотностью дислокаций. Долговечность до разрушения этих образцов во всем исследованном диапазоне максимальных усталостных напряжений в два и более раз превышает долговечность других исследованных серий образцов. Предел выносливости на базе 10^7 циклов горячекатаных образцов составляет 400 МПа. Пределы выносливости образцов серий 2—4 лежат в интервале 312 (серия 3) — 375 МПа (серия 4). Предел выносливости образцов серии 2 равняется 345 МПа (таблица 4.4). Полученные результаты усталостных испытаний горячекатаных плоских образцов сравнивали с данными ранее проведенных исследований усталостной прочности горячекатаных цилиндрических образцов этой же стали в условиях чистого изгиба с вращением [188] (рисунок 4.12).

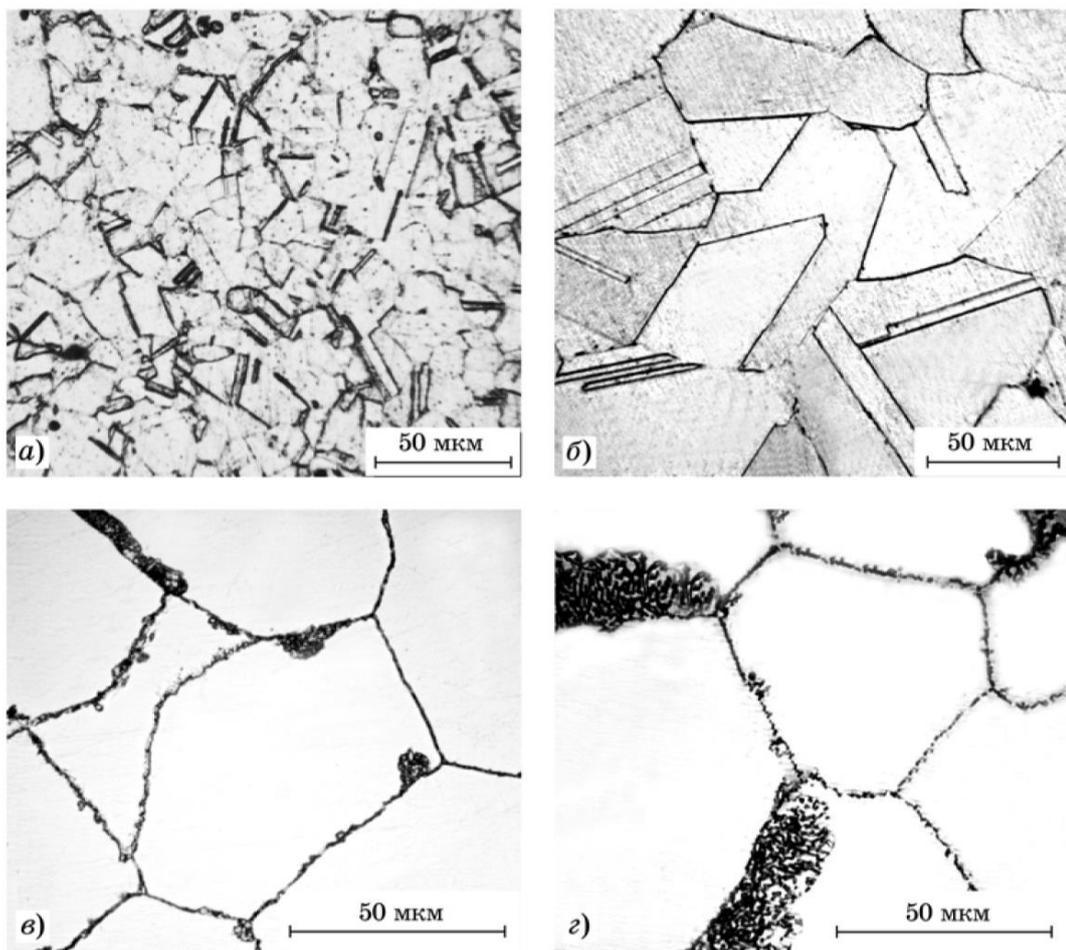


Рисунок 4.10 - Микроструктуры а – г образцов стали 05X22AG15H8MФ соответственно серий 1 – 4.

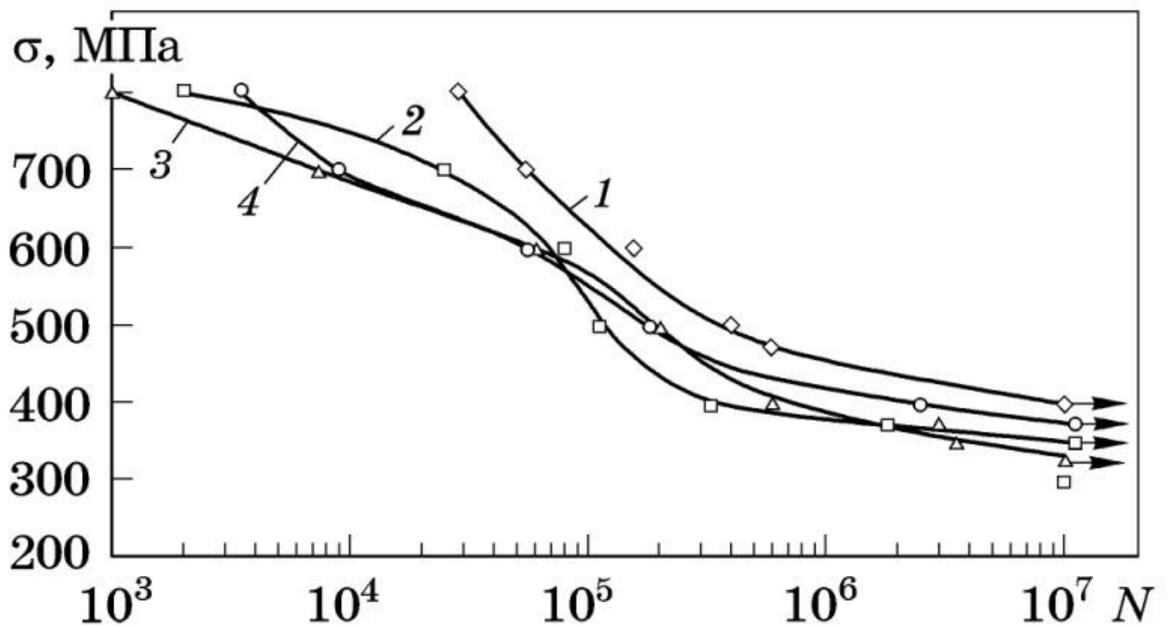


Рисунок 4.11 - Кривые усталости плоских катанных образцов стали 05X22AG15H8MФ серий 1 – 4, полученные в условиях повторного растяжения; N- число циклов нагружения.

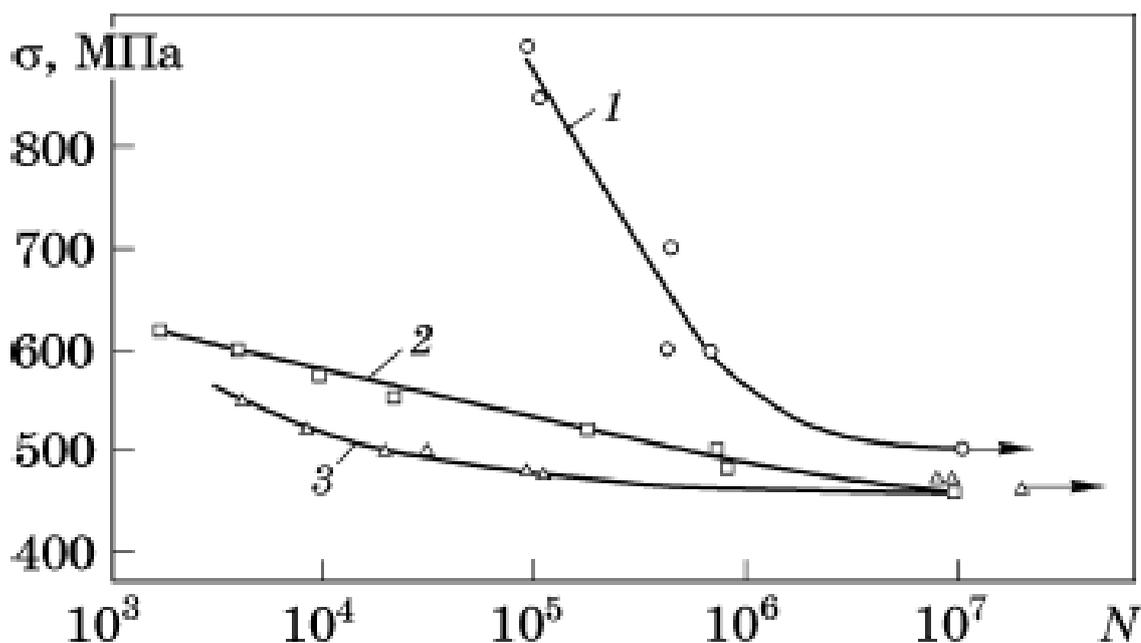


Рисунок 4.12 – Кривые усталости кованых гладких цилиндрических образцов стали 05X22AG15N8MФ в состояниях: 1 – исходное; 2 – после закалки; 3 – после закалки и старения [188].

Предел выносливости кованых цилиндрических образцов, испытанных в условиях чистого изгиба с вращением, находится в интервале 490— 530 МПа, т.е. заметно выше, чем у катаных плоских образцов, испытанных на повторное растяжение (см. рисунки 4.13 и 4.14). Такой результат объясняется некоторыми различиями в структуре стали 05X22AG15N8MФ, видом усталостного нагружения (изгиб и повторное растяжение), а также типами образцов для испытаний. В условиях циклического изгиба при максимальном напряжении работают только поверхностные слои металла, в то время как при повторном растяжении максимальные напряжения распределяются равномерно по всему сечению образца. В плоских образцах дополнительным концентратором напряжений являются углы образцов, где, как правило, и происходит зарождение усталостных трещин.

Фрактография поверхностей усталостного разрушения образцов исследованных серий показана на рисунках 4.14-4.17.

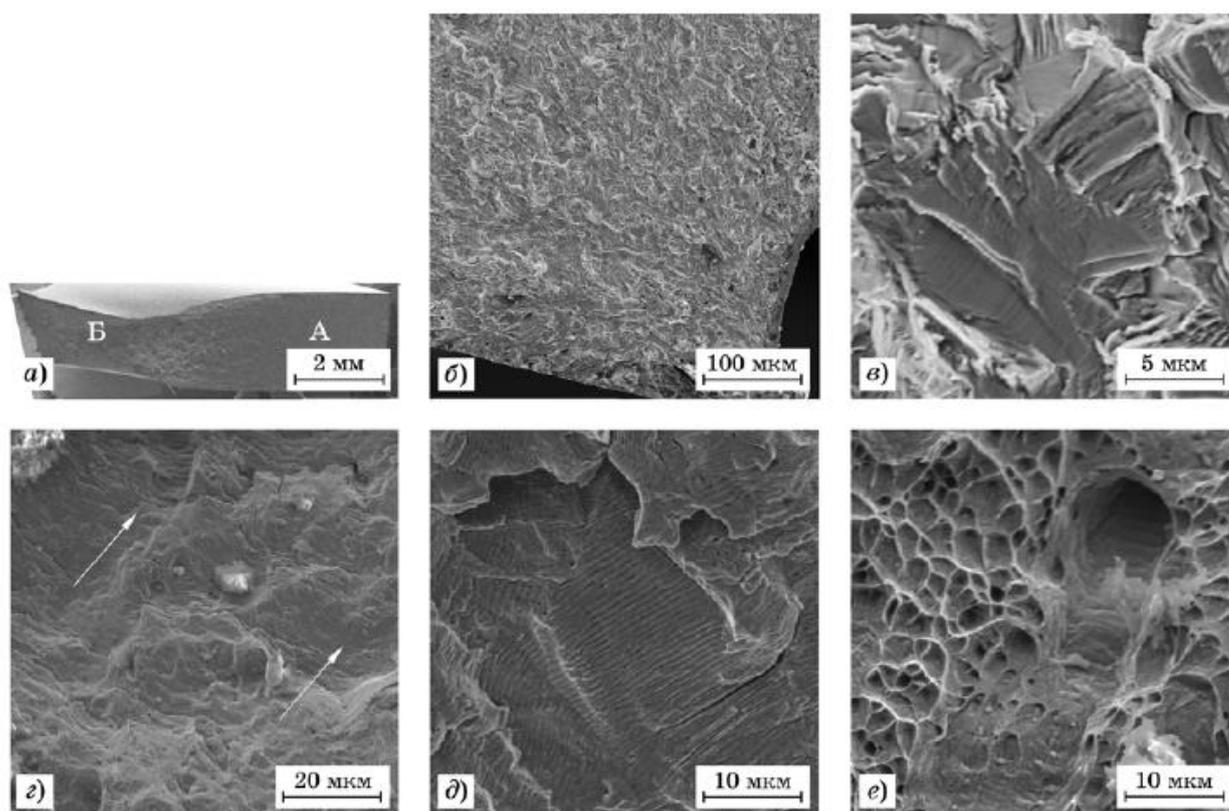


Рисунок 4.13 – Фрактография усталостного разрушения образцов серии 1 (а – в, д – $\sigma_{\max} = 500$ МПа, $N_p = 10^5$ циклов; г, е - $\sigma_{\max} = 700$ МПа, $N_p = 2,5 \cdot 10^5$ циклов). Стрелками указано направление распространения усталостной трещины.

На рисунке 4.14 представлен общий вид усталостного разрушения образца серии 2 (закалка от 1150°C) с основными зонами разрушения (ОУР — область усталостного разрушения, ОСД — область статического долома). В отличие от состояния после прокатки на образцах после закалки отсутствует сужение рабочей части образца при статическом доломе. Рядом с поверхностью разрушения на боковой поверхности образца имеются множественные усталостные трещины, которые обычно образуются наряду с основной магистральной трещиной при больших амплитудах циклического деформирования на рисунке 4.14 б на эту область указывает черная стрелка). В начальной стадии распространения усталостной трещины наблюдается вязкий рельеф с признаками усталостной бороздчатости (рисунок 4.14 в). На стадии стабильного и ускоренного распространения усталостной трещины довольно плоский рельеф разрушения с типичной усталостной бороздчатостью. При этом видны ориентация отдельных зерен и вторичное

растрескивание по границам зерен (рисунок 4.14 д). Статический долом и в этом случае связан с вязким ямочным разрушением (рисунок 4.14 е).

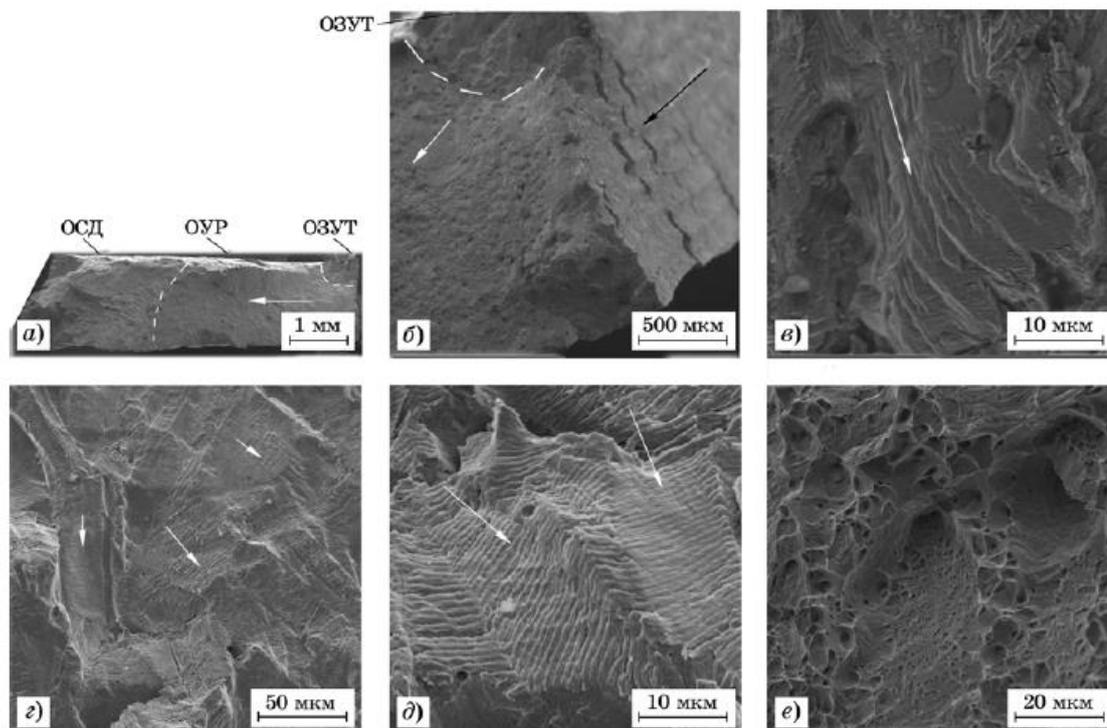


Рисунок 4.14 – Фрактография усталостного разрушения образца серии 2:
 а, б, в, е – $\sigma_{\max} = 700$ МПа, $N_p = 2,5 \cdot 10^4$ циклов; г, д – $\sigma_{\max} = 500$ МПа, $N_p = 1,1 \cdot 10^5$ циклов.
 Светлыми стрелками указано направление распространения усталостной трещины, черной стрелкой показана область вторичного растрескивания на поверхности образца.

На общем виде усталостного излома образца серии 1 (состояние после горячей прокатки) хорошо видна зона усталостного распространения усталостной трещины (область А на рисунке 4.13 а) без видимых изменений макроскопических размеров сечения рабочей части образца. Переход к статическому долому (зона Б на рисунке 4.13 а) связан с сужением поперечного сечения образца. На рисунке 4.13 б представлена область зарождения усталостной трещины (ОЗУТ), а на рисунке 4.14 в, г - поверхность усталостного разрушения на начальной стадии распространения трещины. В ОЗУТ проявляется действие разной ориентации зерен и наличия смешанных мод разрушения (рисунок 4.13 в), однако уже в этом случае в отдельных зернах наблюдаются типичные усталостные бороздки. На стадии стабильного и ускоренного распространения усталостной трещины отмечены

довольно плоский поверхностный борозчатый рельеф с расстоянием между бороздками ~ 1 мкм (рисунок 4.13 д). Статический долом связан с типичным вязким ямочным разрушением, причем видны ямки, связанные с отрывом, а также имеющие сдвиговый характер (рисунок 4.13 е).

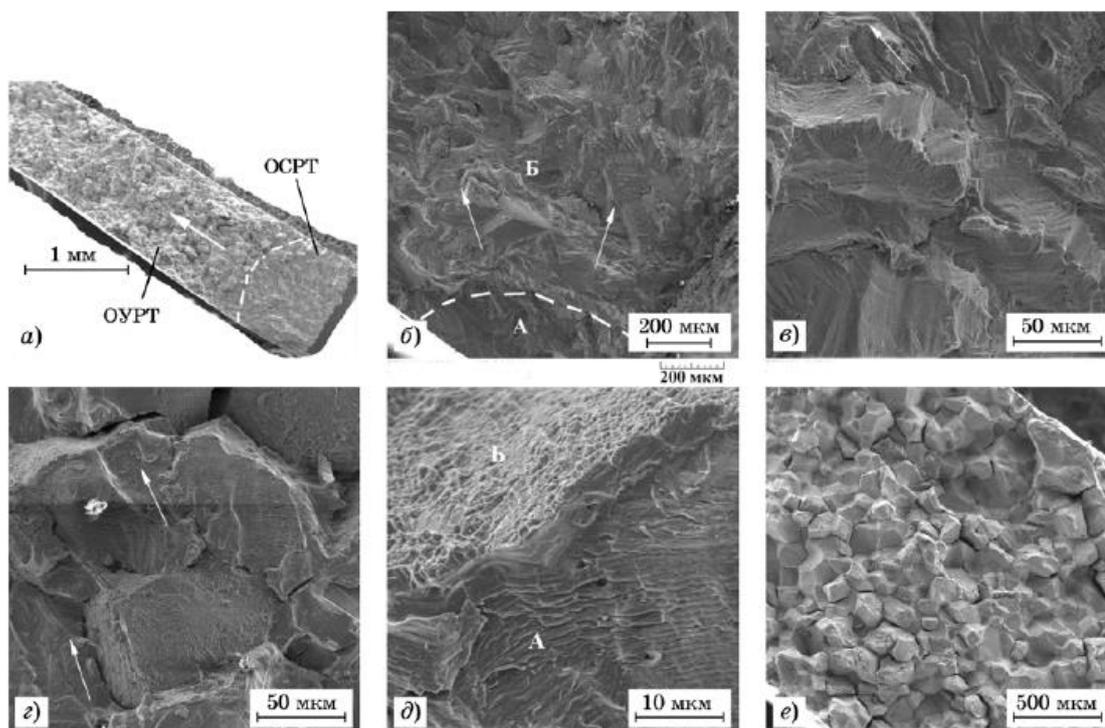


Рисунок 4.15 - Фрактография усталостного разрушения образца серии 3 ($\sigma_{\max} = 500$ МПа, $N_p = 2,5 \cdot 10^5$ циклов). Стрелками указано направление распространения усталостной трещины.

На общем виде усталостного излома образца серии 1 (состояние после горячей прокатки) хорошо видна зона усталостного распространения усталостной трещины (область А на рисунке 4.13 а) без видимых изменений макроскопических размеров сечения рабочей части образца.

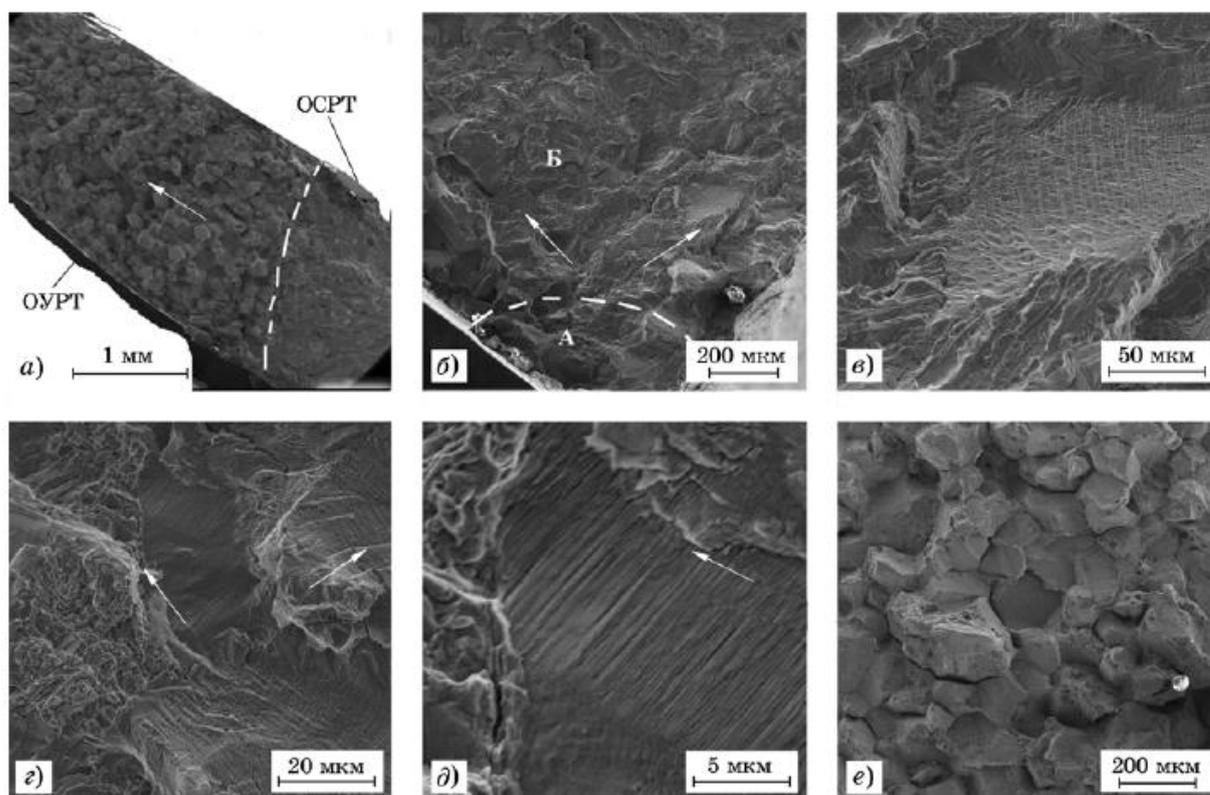


Рисунок 4.16 – Фрактография усталостного разрушения образца серии 4 ($\sigma_{\max} = 500$ МПа, $N_p = 1,8 \cdot 10^5$ циклов). Стрелками указано направление распространения усталостной трещины.

Переход к статическому долому (зона Б на рисунке 4.13 а) связан с сужением поперечного сечения образца. На рисунке 4.13 б представлена область зарождения усталостной трещины (ОЗУТ), а на рисунке 4.14 в, г - поверхность усталостного разрушения на начальной стадии распространения трещины. В ОЗУТ проявляется действие разной ориентации зерен и наличия смешанных мод разрушения (рисунок 4.13 в), однако уже в этом случае в отдельных зернах наблюдаются типичные усталостные бороздки. На стадии стабильного и ускоренного распространения усталостной трещины отмечены довольно плоский поверхностный бороздчатый рельеф с расстоянием между бороздками ~ 1 мкм (рисунок 4.13 д). Статический долом связан с типичным вязким ямочным разрушением, причем видны ямки, связанные с отрывом, а также имеющие сдвиговый характер (рисунок 4.13 е).

На рисунке 4.14 а представлен общий вид усталостного разрушения образца серии 2 (закалка от 1150°C) с основными зонами разрушения

(ОУР— область усталостного разрушения, ОСД — область статического долома). В отличие от состояния после прокатки на образцах после закалки отсутствует сужение рабочей части образца при статическом доломе. Рядом с поверхностью разрушения на боковой поверхности образца имеются множественные усталостные трещины, которые обычно образуются наряду с основной магистральной трещиной при больших амплитудах циклического деформирования на рисунке 4.14 б на эту область указывает черная стрелка). В начальной стадии распространения усталостной трещины наблюдается вязкий рельеф с признаками усталостной бороздчатости (рисунок 4.14 в). На стадии стабильного и ускоренного распространения усталостной трещины довольно плоский рельеф разрушения с типичной усталостной бороздчатостью. При этом видны ориентация отдельных зерен и вторичное растрескивание по границам зерен (рисунок 4.14 д). Статический долом и в этом случае связан с вязким ямочным разрушением (рисунок 4.14 е).

Особенности усталостного разрушения образцов серии 3 (закалка от 1100°С + отжиг при 800°С в течение 1 час) прослеживаются на рисунке 4.15. Общий вид поверхности разрушения приведен на рисунке 4.15 а (ОСРТ, ОУРТ — области соответственно стабильного и ускоренного роста трещины), а на рисунке 4.15 б, отображены закономерности распространения усталостной трещины на начальной стадии ее роста от зарождения (зона А) и дальнейшего развития (зона Б). Видно, что трещина распространяется как по границам зерен, так и внутризеренно. В последнем случае на поверхности разрушения наблюдается усталостный бороздчатый рельеф (рисунок 4.15 г). Такая же картина отмечается и на стадии стабильного развития усталостной трещины (рисунок 4.15 д). На стадии ускоренного развития трещины и статического долома реализуется типичное межзеренное разрушение (рисунок 4.15 е).

На рисунке 4.16 а представлен общий вид поверхности усталостного разрушения образца серии 4, а на рисунке 4.16 б выделены ОЗУТ (зона А) и начальная стадия ее распространения (зона Б). В этих зонах наблюдается в

основном вязкое усталостное разрушение, связанное с наличием бороздок и рельефом сдвигообразования по нескольким системам пластического деформирования (рисунок 4.16 в). Стабильная стадия распространения усталостной трещины проявляется в основном типичным бороздчатым рельефом с учетом ориентации отдельных зерен (рисунке 4.16 г). На стадии ускоренного распространения трещины рельеф поверхности разрушения бороздчатый (рисунок 4.16 д), далее он сменяется, переходя на межзеренный характер разрушения (рисунок 4.16 е).

Циклическая прочность стареющих Mn-Ni-C-V и Cr-Mn-Ni-V-N сталей.

Циклическая прочность и вязкость разрушения существенно зависят от структурного состояния аустенитной матрицы и характеристик образующихся при старении частиц [189].

Крупные и мелкие частицы карбидов и нитридов ванадия и хрома оказывают не одинаковое влияние на показатели прочности при циклическом нагружении стареющих немагнитных сталей. Значительное повышение циклической прочности стали в результате выделения мелкодисперсных частиц в процессе старения должно достигаться в тех случаях, когда плотность их достаточно велика (межчастичное расстояние достаточно мало), чтобы воспрепятствовать развитию локальной пластической деформации, необходимой для зарождения и роста усталостной трещины. Наличие в структуре стали крупных частиц второй фазы, например, карбида $M_{23}C_6$, расстояние между которыми велико и существенно превышает размер зоны пластической деформации, необходимой для распространения усталостной трещины, при прочих равных условиях, по-видимому, не должно приводить к существенному изменению циклической прочности по сравнению со сталью, не содержащей этих выделений. Замена в немагнитных стареющих Cr-Mn-Ni-V сталях углерода азотом существенно снижает охрупчивание и повышает циклическую прочность их за счет равномерного

выделения частиц при старении более дисперсных, чем карбиды типа $Cr_{23}C_6$, нитридных частиц типа Cr_2N и VN . Например, у сталей 40X15Г14Н8Ф2 с 0,4% С и X15АГ14Н8Ф2 с 0,4% N после закалки 1150°С и старения при 650°С – 16 часов предел усталости равен 390 и 460 МПа соответственно таблице 4.5. Одновременное повышение содержания азота и ванадия в стали, увеличивая количество выделяющихся при старении дисперсных частиц VN , приводит к значительному повышению циклической прочности. У стали X20АГ27Н4Ф2 с 0,92%Nи 1,75%V после закалки от 1200°С и старения при 650°С предел усталости составляет 550МПа.

Таблица 4.5– Механические свойства высокопрочных немагнитных сталей*

Марка и хим. состав стали, вес. %	σ_{-1} , МПа	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	Ψ , %	КСУ, МДж/м ²	КСV, МДж/м ²	K_{1C} , н/мм ^{3/2}
40Г14Н8Ф2 (0,4%С, 14,1%Mn, 8,2%Ni,1,4% V)	230	820	330	58	62	2,5	1,7	1210
	550	1200	1000	23	34	1,6	1,1	2800
40X15Г14Н8Ф2 (0,41%С, 14,0%Mn, 8,3%Ni, 15,1%Cr, 1,45% V)	320	860	430	49	60	1,9	0,8	1490
	390	1200	950	25	30	0,8	0,4	2020
X15АГ14Н8Ф2 (0,4%N, 14,9%Cr, 8,0%NI, 13,9%Mn, 1,4% V)	460	1150	800	30	52	0,8		

* В числителе – свойства после закалки от 1150°С, в знаменателе – свойства после закалки от 1150°С и старения при 650°С – 16 час для 40Г14Н8Ф2, 40X15Г14Н8Ф2, 60Г18Ф2, X15АГ14Н8Ф2, закалки от 1200°С и старения при 650°С в течение 5 час – X25АГ14Н8. 16 час – X20АГ27Н4Ф2. 30 час – X25АГ14Н8Ф.

Наличие в структуре высокоазотистых сталей после старения, кроме дисперсных частиц нитридов ванадия, крупных частиц нитрида хрома типа Cr_2N выделяющихся по механизму прерывистого распада, существенно снижает циклическую прочность их. Так сталь X25АГ14Н8Ф с 0,92%N и 1,28% V в структуре которой после закалки от 1200°С и старения 650°С – 30 час наблюдали дисперсные нитриды ванадия и крупные частицы нитрида хрома, имела относительно невысокий предел усталости при испытании на воздухе и в морской воде.

По сравнению с рассмотренными стареющими сталями с ванадием наименьшие значения усталостной прочности имеют высокоазотистые стали

без ванадия у которых в процессе старения выделяются только крупные частицы нитрида хрома. Так, в результате испытания на усталость стали X25AG14N8Ф с 0,88% N после закалки от 1200°C и последующего отпуска 650°C – 5 час показали, что выделение в процессе отпуска большого количества крупных частиц нитридов хрома снижает предел усталости с 300 до 280 МПа (таблица 4.5). Испытания образцов с надрезом изготовленных после указанной термической обработки из этой стали показали незначительное снижение предела усталости из-за надреза при его изготовлении. В структуре стали X25AG14N8Ф после отжига при 900°C, так же как и после закалки от 1200°C и отпуска при 650°C – 5 часов, наблюдали преимущественное выделение по границам крупных частиц нитрида хрома, но количество их после отжига было меньше и соответственно была выше и усталостная прочность ($\sigma_{-1} = 280$ МПа). Наибольшей долговечностью и циклической прочностью эта сталь обладает в кованном состоянии. В этом состоянии сталь характеризуется очень мелким зерном ($d_{cp} \sim 5$ мкм) и небольшим количеством некрупных нитридов хрома, а также повышенной плотностью дислокаций и двойников.

Исследование циклической прочности немагнитных стареющих, упрочняемых частицами VN, после различной длительности старения позволили установить, что максимальный предел усталости этих сталей достигается при наличии в их структуре частиц VN с размерами в объемной доле примерно такими же, как у карбидов ванадия VC в Mn-Ni сталях после старения на максимум циклической прочности. Из-за меньшей скорости роста при старении нитридов ванадия по сравнению с карбидами ванадия структура у высокоазотистых ванадийсодержащих сталей с указанными параметрами частиц VN формируется при более длительном старении, чем в сталях с дисперсными частицами VC. Например у стали X20AG27N4Ф2 с 0,92% N и 1,75% V максимальная величина предела усталости достигается после старения при 650°C в течение 25 часов, когда в структуре этой стали

присутствуют частицы VN с равномерным выделением по объему зерна в количестве 0,9 масс. % со средним диаметром около 65 Å.

Максимальная вязкость разрушения стали K_{IC} 40Г18Н13Ф достигается при пределе текучести около 900 МПа (Рисунок 4.17).

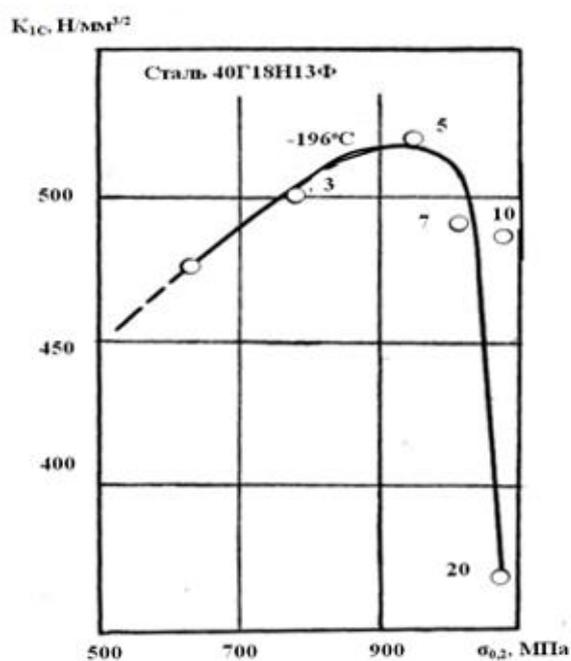


Рисунок 4.17 – Зависимость вязкости разрушения от предела текучести стали 40Г18Н13Ф.

Испытания на малоцикловую усталость сталей 40Г18Н13Ф и 40Х14Г16Н10Ф показали существенное повышение циклической прочности при снижении температуры от +20°C до -196°C (рисунок 4.18) [190].

Стали после старения при -196°C по сравнению с +20°C сильно различаются между собой по выносливости, а разница между закаленным и состаренным состоянием заметно меньше, чем при комнатной температуре (рисунок 4.19).

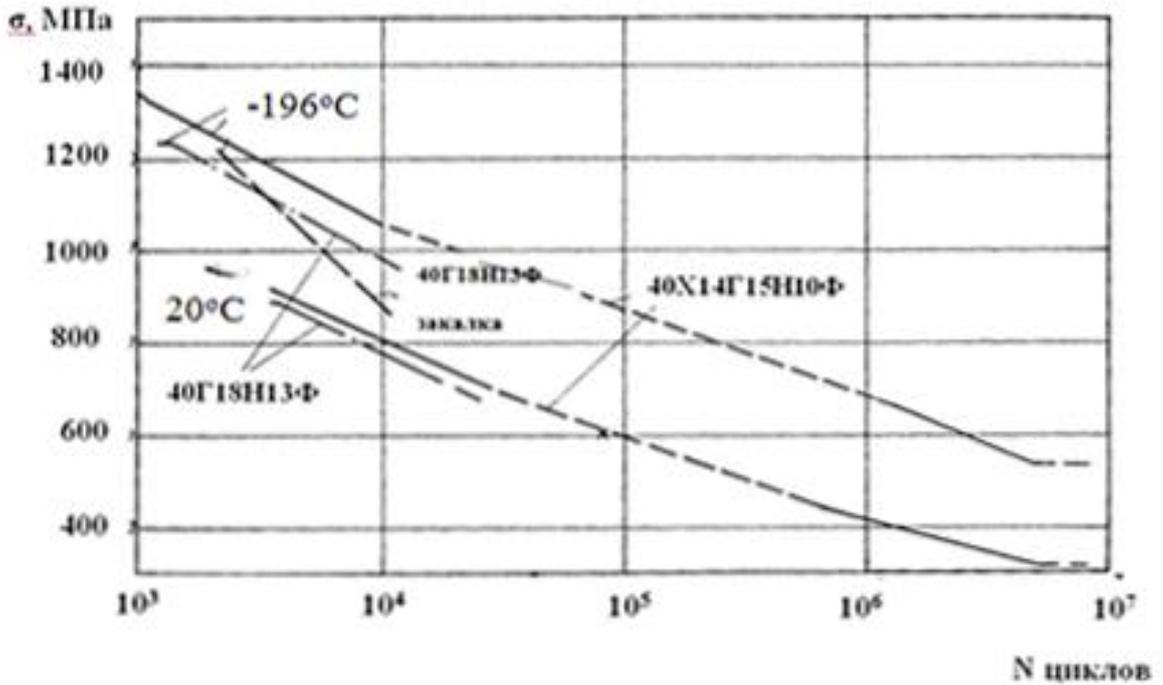


Рисунок 4.18 – Малоцикловая и многоцикловая усталость сталей 40X14Г16Н10Ф и 40Г18Н13Ф при -196°C и +20°C.

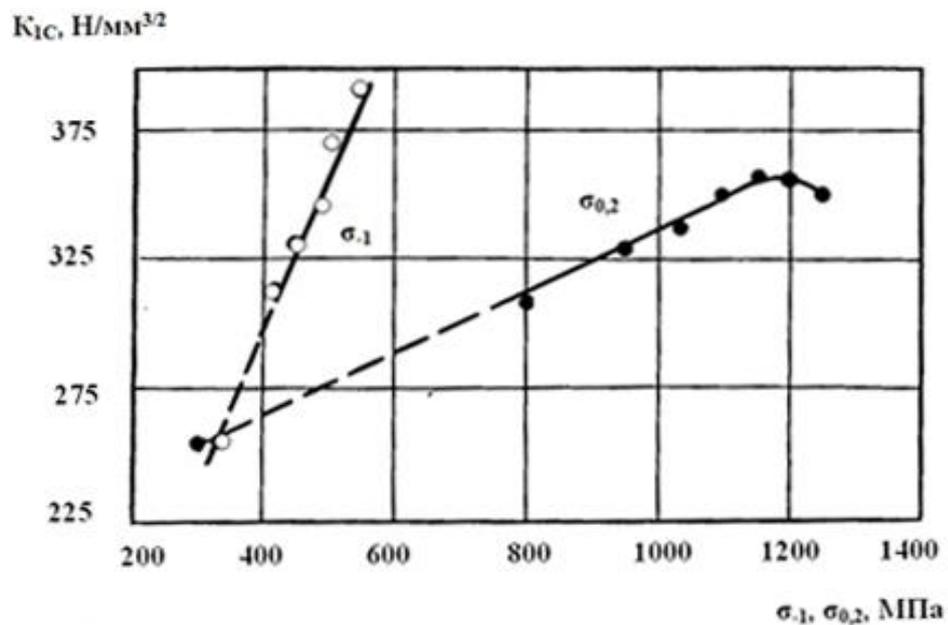
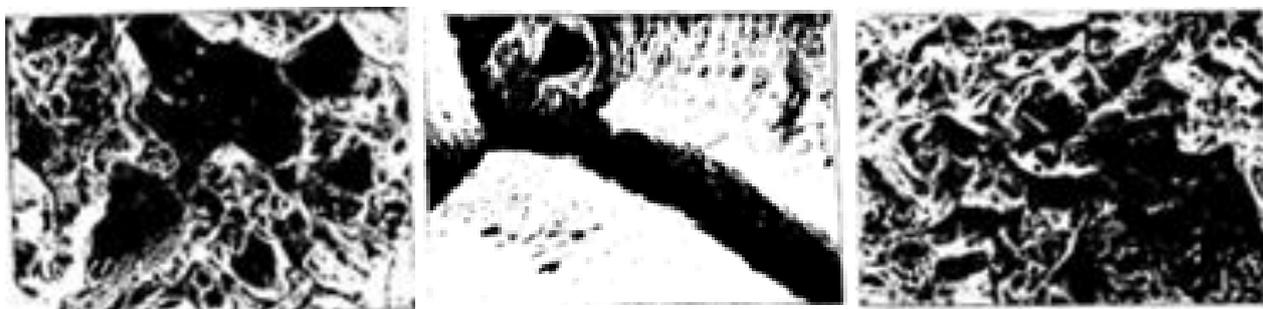


Рисунок 4.19 – Зависимость между вязкостью разрушения K_{1C} и пределами усталости и текучести стали 40Г14Н8Х3ЮФ после различных режимов термической обработки.

Анализ данных по структуре и циклической прочности сталей позволяет заключить, что упрочнение за счет мелкодисперсных карбидных выделений, образующихся при старении, дает основной вклад в повышение циклической выносливости изученных сталей при комнатной температуре.

При -196°C сохраняется вклад дисперсионного упрочнения, однако главная роль в повышении выносливости, по-видимому, переходит к температурно-зависимому изменению сопротивления пластическому течению в матрице, которое может сопровождаться и изменением механизмов такого течения, приводящим, например, к возрастанию роли деформационного двойникования в результате снижения ЭДУ. После испытаний при -196°C в структуре сталей наблюдали повышенное количество дефектов упаковки и деформационных двойников. Наибольшее увеличение температурной компоненты напряжения течения происходит у стали 40X14Г16Н10Ф с меньшим содержанием никеля, т.е. с более низкой ЭДУ аустенита. Микрофрактографическое изучение выявило ряд особенностей, связанных определенным образом с различием в структурном состоянии изученных сталей и с его влиянием на температурно-зависимое изменение их прочности при циклическом нагружении. Сталь 40X14Г16Н10Ф после старения отличается заметным развитием межзеренного разрушения (рисунок 4.20 а), доля которого особенно велика при -196°C .



а $\times 600$, $T_{\text{исп.}} = -196^{\circ}\text{C}$ б $\times 6000$, $T_{\text{исп.}} = -196^{\circ}\text{C}$ в $\times 600$, $T_{\text{исп.}} = 20^{\circ}\text{C}$

Рисунок 4.20-Фрактограммы образцов стали 40X14Г16Н10Ф, разрушенных в условиях циклического растяжения при -196 и $+20^{\circ}\text{C}$, закалка от 1150°C и старение при $650^{\circ}\text{C} - 10$ час.: а- $\sigma = 1400$ МПа, $N_p = 692$, б- $\sigma = 1400$ МПа, $N_p = 692$, в- $\sigma = 975$ МПа, $N_p = 30$.

Кроме межзеренного в изломе присутствует внутризеренный ямочный рельеф, преобладающий в случае испытаний при $+20^{\circ}\text{C}$ (рисунок 4.20 б). Важно отметить, что наблюдаемое межзеренное разрушение не является по своей природе хрупким при $+20^{\circ}\text{C}$ и -196°C . На межзеренных фасетках (рисунок 4.20 в) видны четкие признаки «субмикровязкого» рельефа. Он

свидетельствует о том, что процесс разрушения не ограничивается разобщения зерен на поверхности раздела, а связан с интенсивным течением в узком слое зерен, примыкающим к их границе. У стали 40Г18Н13Ф после старения ямочный внутриверенный рельеф излома является основным. Небольшие участки межзеренного разрушения, напоминающие межзеренное разрушение стали 40Г14Г16Н10Ф, редко встречается при -196°C и практически полностью отсутствуют при комнатной температуре. В основном межзеренное микровязкое разрушение присуще образцам, испытанных при высоких напряжениях $\sigma_{-1} = 0,95 \sigma_{\text{в}}$ или в зоне ускоренного роста усталостной трещины или долома образцов при $\sigma_{-1} = 0,96 \sigma_{0,2}$. По нашему мнению, причиной формирования микровязкого рельефа межзеренного разрушения в изученных сталях являются призернограницные, свободные от упрочняющих мелкодисперсных выделений. В условиях резкого повышения сопротивления внутриверенному течению за счет совместного вклада дисперсионного упрочнения и возросшей термической компоненты ЗСВ являются тем резервом, который обеспечивает частичную релаксацию разрушающих напряжений и способствует сохранению значительной вязкости при разрушении высокопрочной немагнитной стали с хромом даже при криогенных температурах. Отсутствие развитого призернограницного разрушения стали 40Г18Н13Ф можно объяснить более низким, чем у стали 40Г14Г16Н10Ф, сопротивлением течения матрицы и отсутствием развитых зернограницных выделений типа M_{23}C_6 , которые в стали 40Х14Г16Н10Ф являются дополнительными стимуляторами зарождения зернограницных трещин.

Высокие значения прочности и пластичности аустенитных сталей при растяжении еще не гарантируют их работоспособность в изделии, подвергнутом циклическому нагружению. При выборе стали или режима термической обработки необходимо учитывать критерии, характеризующие сопротивление распространению трещины. В качестве такого критерия часто выбирают энергетический критерий Ирвина $K_{1\text{C}}$, характеризующий энергию

распространения трещины в момент ее самопроизвольного распространения в условиях плоской деформации [191]. Чем больше величина K_{1C} для данного материала, тем больше и его сопротивление распространению трещины. K_{1C} есть степенная функция совокупности нескольких механических свойств (11) [192]:

$$K_{1C}=(A \cdot E \cdot \sigma_{0,2} \cdot \varepsilon \cdot n^2)^{1/2} \quad (11)$$

где A - эмпирическая константа, связанная с размерностью длины;

E - модуль упругости;

$\sigma_{0,2}$ - предел текучести;

ε - удлинение разрушения;

n -коэффициент деформационного упрочнения.

Характеристика трещиностойкости K_{1C} наиболее чувствительна к изменению величины n , с которой она связана линейной зависимостью. Интенсивность деформационного упрочнения n обратно пропорционально зависит от величины ЭДУ. K_{1C} зависит также от $\sigma_{0,2}$ и, по-видимому. Может существенно изменяться от количества, дисперсности и распределения упрочняющих фаз в стареющих сталях. Следовательно, значительное повышение K_{1C} дисперсионно-твердеющих сталей возможно при снижении ЭДУ их аустенита за счет направленного легирования и правильного выбора режимов термической обработки, при которых высокое упрочнение стали не связано с катастрофическим охрупчиванием материала в результате образования сегрегации в тонком слое на границах зерен или непрерывных выделений избыточных фаз.

Вязкость разрушения при низких температурах и прочность связаны между собой зависимостью с максимумом (рисунок 4.28). Увеличение продолжительности старения при 650°C до 5 - 7 час, обуславливающее получение предела текучести при -196°C на уровне 900 - 950 МПа, приводит к росту K_{1C} , тогда как при увеличении продолжительности старения более 10 часов, приводящим к дальнейшему повышению прочности, вязкость разрушения заметно снижается [193].

Сопоставляя данные механических испытаний и анализа микроструктуры, можно отметить, что увеличение объемной доли VC изученных сталей в процессе старения сопровождается ростом вязкости разрушения.

Таким образом, изменяя режимы нагрева под закалку, температуру и продолжительность старения аустенитных Ni-Mn и Cr-Ni-Mn сталей, легированных углеродом и азотом в количествах, обеспечивающих развитие дисперсионного твердения, можно оптимизировать механические свойства и, в частности, уровень прочности и вязкость разрушения для условий службы при криогенных температурах.

Особенности разрушения азотсодержащих аустенитных сталей

Сравнение особенностей сопротивления усталостному разрушению традиционных аустенитных сталей (например, сталь X18H10T) и азотсодержащих аустенитных нержавеющей сталей (например, сталь 05X22AG15H8M2Ф-Ш) показывает следующие различия.

1. У азотсодержащих аустенитных сталей наблюдаются более высокие характеристики прочностных свойств (σ_B , $\sigma_{0,2}$) при сохранении высокой пластичности материала. Однако, хорошо известно, что у аустенитных сталей наблюдается линейная зависимость между значениями предела прочности σ_B и предела усталости σ_R [194]. Следовательно, усталостные характеристики (долговечность до разрушения и предел усталости) азотсодержащих сталей, как правило, выше, чем у обычных аустенитных сталей.
2. У обоих типов сталей наблюдаются общие закономерности развития усталостных трещин на всех стадиях (зарождения трещин, стабильного роста, ускоренного распространения усталостных трещин и статического долома). Однако, из-за более высоких прочностных характеристик у азотсодержащих аустенитных сталей на стадии ускоренного роста трещин

чаще наблюдается вторичное растрескивание вдоль усталостных бороздок. Однако, это никак не сказывается на ресурсе работы в условиях циклического деформирования реальных конструкционных изделий, поскольку стадия ускоренного роста усталостной трещины не учитывается при определении ресурса надежности (учитывается, и то далеко не всегда, стадия стабильного распространения трещины). В подавляющем числе случаев конструкторов интересует только критический размер зарождающейся усталостной трещины.

3. На стадии ускоренного распространения усталостной трещины из-за большой пластичности исходного материала у обычных аустенитных сталей может наблюдаться наряду с бороздчатым рельефом наличие участков с вязким ямочным разрушением [195].

Таким образом, азотсодержащие аустенитные нержавеющие стали могут эффективно использоваться в реальных ответственных конструкциях, работающих в условиях циклического деформирования и наличия агрессивной среды.

4.2. Особенности разрушения высокоазотистых сталей (вязко-хрупкий переход)

Известно, что рост предела текучести азотистых сталей с увеличением содержания азота до некоторого предельного значения не сопровождается снижением вязкости, т.е. изменения структуры стали, легированной азотом, компенсируют эффект охрупчивания, обусловленный присутствием азота в качестве атомов внедрения. В [196] установлено, что причина высокой вязкости связана с характером межатомной связи, а именно с увеличением концентрации свободных электронов в сплаве, обеспечивающей высокие значения трещиностойкости и ударной вязкости [197].

Величину K_{IC} можно изменять путем изменения содержания никеля и азота в аустенитных сталях. Так, например, в стали X21Г6М2 при увеличении содержания никеля от 2,1 до 8,2 % K_{IC} возрастает, а при увеличении

концентрации азота от 0,45 до 0,82% K_{IC} уменьшается [198]. Фрактографический анализ образцов выявил различный тип разрушения в зависимости от содержания азота и никеля. В стали с 5% Ni и 0,45 % N обнаружено смешанное разрушение – наличие мелких (диаметром 2 мкм) ямок и участки со сколом. При содержании в стали 8% Ni и 0,45 % N в изломе наблюдали вязкий характер разрушения: мелкие диаметром ~2 мкм и крупные диаметром ~ 17 мкм ямки без участков разрушения сколом [200]. Величина трещиностойкости и характер разрушения высокоазотистых аустенитных сталей может зависеть также от структуры этих материалов, формирующейся в процессе упрочнения путем горячей деформации или при нагреве под закалку.

В разделе 4.2 представлены результаты изучения влияния закалки на трещиностойкость горячекатанной стали 04X20H6Г11M2АФБ. Исследовали две серии образцов из стали 04X20H6Г11M2АФБ, содержащей 0,5% N: **1** – после прокатки при 1100 – 900°C и **2** – после закалки от 1100°C в воду. Механические свойства изучаемой стали представлены в таблице 4.6.

Таблица 4.6 - Механические свойства стали 04X20H6Г11M2АФБ

№ серии	Механические свойства при растяжении				σ_{-1} , МПа	KCV ₊₂₀ , МДж/м ²
	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %		
1	979,5	798,5	35,8	62,8	680	2,06
2	940,0	591,9	47,7	69,7	540	2,38

Оценку трещиностойкости образцов проводили согласно [199]. Используя компактные образцы на внецентренное растяжение (тип 3 по ГОСТ 25.506-85). Наведение усталостной трещины осуществляли при снижающемся размахе коэффициента интенсивности напряжений ΔK , при асимметрии цикла $R = 0,1$, частоте $f=30$ Гц. Зарождение трещины и испытания проводили на универсальной испытательной машине с датчиком раскрытия трещины. В результате испытаний были получены диаграммы «P-v» нагрузка - раскрытие вершины трещины (рисунок 4.21), по которым определялись

значения расчетной (P_Q) и максимальной (P_C) нагрузки, действующей на образец. Значения коэффициента интенсивности напряжений (КИН) определяли по формуле (12):

$$K = \frac{P}{t \cdot \sqrt{b}} \cdot 13,74 \cdot \left[1 - 3,380 \frac{l}{b} + 5,572 \left(\frac{l}{b} \right)^2 \right] \quad (12)$$

где P – нагрузка на образец;

t – толщина образца;

b – ширина образца;

l – длина исходной усталостной трещины.

Расчетную величину коэффициента интенсивности напряжений K_Q вычисляли, подставляя в формулу (1) нагрузку P_Q . Значения K_C^* – условного критического коэффициента интенсивности напряжений для образца данной толщины – вычисляли, подставляя в формулу (12) нагрузку P_C .

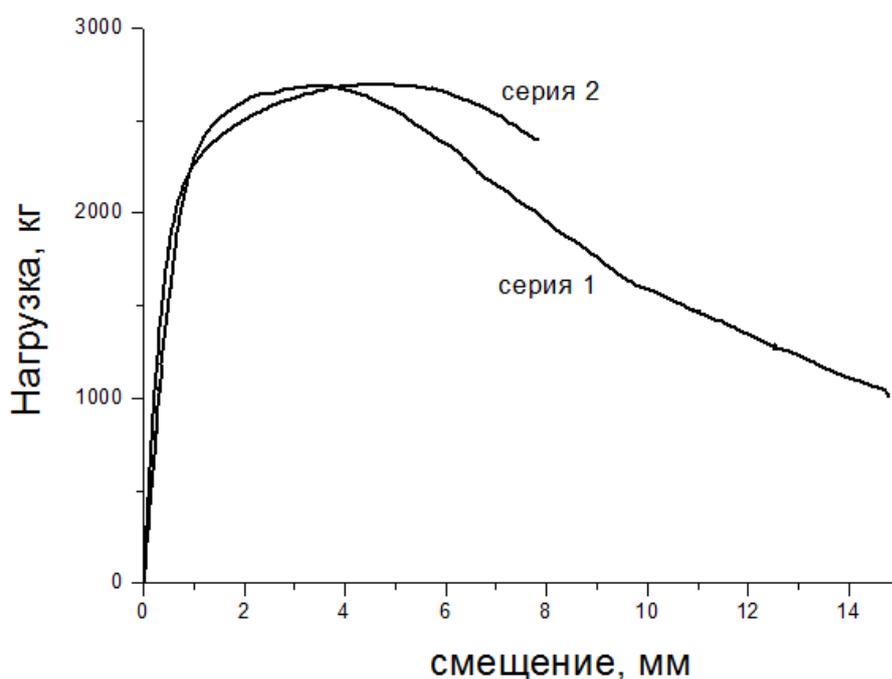


Рисунок 4.21 - Характерные диаграммы «P-v» (нагрузка - раскрытие вершины трещины)

Затем, в соответствии с [199], по соотношению (13) оценивали критерий корректности определения трещиностойкости:

$$t_{PK} \geq 2,5 \cdot \left(\frac{K_Q}{\sigma_{0,2}} \right)^2 \quad (13)$$

где $\sigma_{0,2}$ - предел текучести материала;

t_{PK} – расчетная толщина образца при вычислении K_{IC} .

Основные результаты испытаний приведены в таблице 4.7.

Таблица 4.7 - Результаты испытаний.

№ серии	№ образца	K_Q , МПа·м ^{1/2}	Средние K_Q , МПа·м ^{1/2}	t_{PK} , мм	K_C^* , МПа·м ^{1/2}	Средние K_C^* , МПа·м ^{1/2}
1	1-1	87,1	81,6	29,6	154,9	156,0
	1-2	73,9		21,4	151,3	
	1-3	83,9		27,5	161,8	
2	2-1	64,1	68,8	29,5	141,1	140,1
	2-2	73,5		38,8	136,9	
	2-3	68,8		34,0	142,3	

Анализ результатов испытаний показал, что образцы серии 1 обладают большим (на 18,6 %) значением трещиностойкости (K_Q) по сравнению с образцами серии 2. Значения условного критического коэффициента интенсивности напряжений (K_C^*) в образцах серии 1 выше на 11,4%. Следует отметить, что вследствие высокой вязкости материала обеих серий, критерий корректности определения критического коэффициента интенсивности напряжений (K_{IC}) не выполнялся, в связи с этим в качестве характеристики трещиностойкости для исследуемой стали принимали значения K_C^* . Для выявления причин изменения значений трещиностойкости было проведено исследование структуры и анализ изломов испытанных образцов. Снижение трещиностойкости горячекатанной стали после закалки обусловлено структурными изменениями стали в процессе закалки от 1100°C. Результаты электронно-микроскопического исследования стали 04X20H6Г11М2АФБ после прокатки от 1100-900°C показали наличие в ее структуре высокой плотности дислокаций и большого количества тонких деформационных двойников, которые после закалки от 1100°C не наблюдали [183].

На рисунке 4.22 а, б показан макрорельеф изломов исследованных образцов с предварительно нанесенной усталостной трещиной в вершине надреза (УТ). Следует отметить, что на изломе образцов серии 2 наблюдалась

светлая полоса в зоне долома образца (показана стрелками на рисунке 4.22 б - заштрихована на рисунке 4.22 в - связанная, по всей видимости, со скачкообразным малоэнергетическим продвижением трещины в этой области. Схема изломов показана на рисунке 4.22 в с выделенными зонами развития трещины, включающими зону вытягивания в вершине надреза (l_1), треугольную зону стабильного роста трещины (l_c), губы среза (λ) и зону долома образца с полосами скачкообразного подрастания трещины, параллельными надрезу. В центральной части изломов образцов наблюдались расслоения, причем длина этих расслоений была больше в образцах 2-ой серии (рисунок 4.22 б).

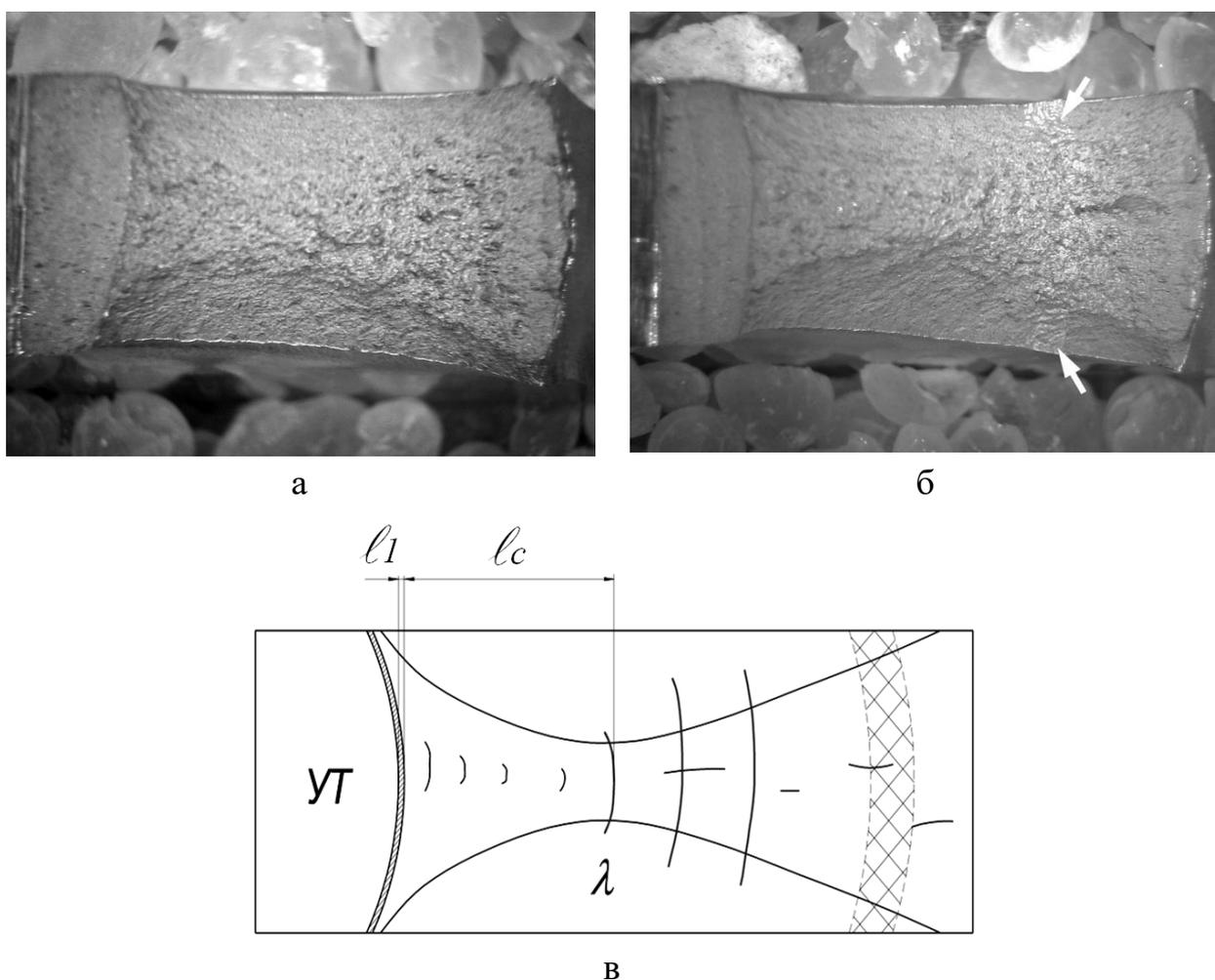


Рисунок 4.22 - Общий вид изломов образцов серии 1 (а); серии 2 (б); схема изломов (в)

Измерение выделенных зон развития трещины показало, что изменение режима термической обработки практически не оказало влияние на их размеры, т.е. размер зон не изменился. Это следует и из сравнения рисунков 4.23 а и 4.23. б.

Рассмотрим микрорельеф разрушения образцов двух серий, представленный на рисунках 4.23 и 4.24. В зоне развития предварительной усталостной трещины в образцах первой серии наблюдаются усталостные бороздки и редкие вторичные трещины (рисунок 4.23 а). За зоной усталости следует зоны вытягивания, или зона преимущественно сдвигового разрушения (рисунок 4.34 б), заканчивающаяся вязкими гребнями стабильного роста трещины.

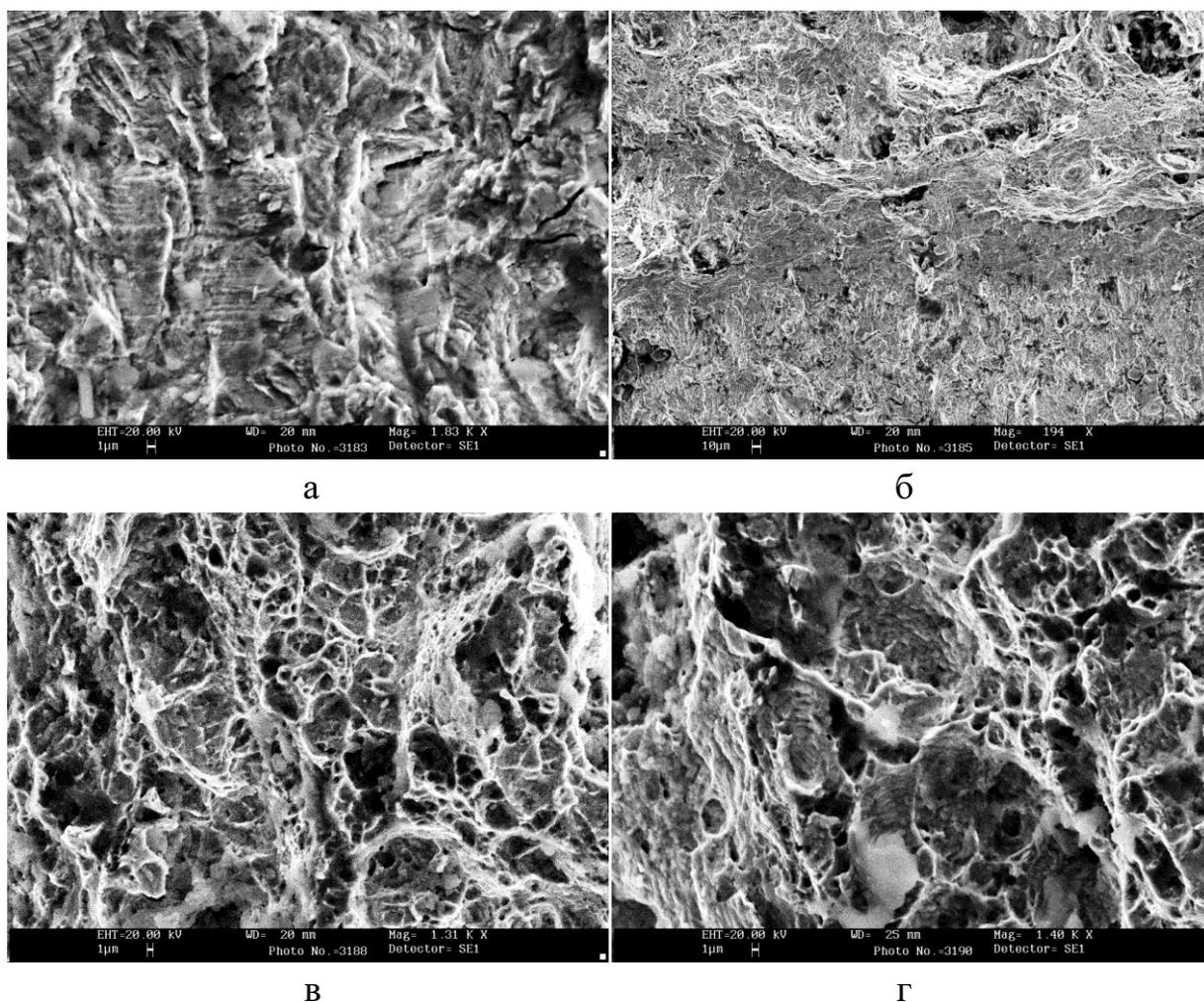


Рисунок 4.23 - Микрорельеф разрушения образцов серии 1 в зоне усталостной трещины (а), зоне вытягивания (б), зоне стабильного роста трещины (в) и в зоне долома образца (г).

Микрорельеф излома в треугольной зоне стабильного развития трещины – вязкий, ямочный с небольшими трещинами расслоения, ориентированными вдоль излома (рисунок 4.23 в). Такой же вязкий рельеф обнаруживается и в зоне долома образца (рисунок 4.23 г) с той разницей, что в этом случае глубина и диаметр ямок, а также раскрытие трещин расслоения больше.

В образцах второй серии, в отличие от первой, в области предварительной усталостной трещины обнаруживаются не только усталостные бороздки, но и участки разрушения по межфазным границам (рисунок 4.24 а). Микрорельеф зоны вытягивания (рисунок 4.24 б) мало отличается от микрорельефа этой зоны, наблюдаемого на образцах серии 1 (рисунок 4.23 б). Изменения появляются на участке стабильного роста трещины (рисунок 4.24 в, г), в которой обнаруживается малоэнергетичный микрорельеф, близкий к квазисколу, а также в области полосы скачкообразного роста трещины (заштрихованная область на рисунке 4.22 г, показана стрелками рисунок 4.22 б), в которой также обнаруживается подобный малоэнергетичный микрорельеф (рисунок 4.24 д). Долом образцов второй серии вязкий, однако глубина ямок меньше (рисунок 4.24 е) в сравнении с глубиной ямок образцов первой серии.

Полученные значения трещиностойкости исследуемой стали несколько ниже значений K_{IC} , характерных для высокоазотистых аустенитных сталей X18AG20 и X5Г18А с содержанием азота в пределах от 0,58 до 0,84 %, имеющих большой предел текучести (~ 1000 МПа) и сохраняющих высокую трещиностойкость (~ 250 МПа \cdot м^{1/2}) [198]. Однако сочетание высокой прочности и пластичности стали 04X20H6Г11M2АФБ со сравнительно невысокими, но достаточными для многих применений значениями трещиностойкости и ударной вязкости, делает ее перспективным материалом для деталей и конструкций, работающих в условиях одновременного воздействия высоких статических и динамических нагрузок. Результаты усталостных испытаний этой стали, показавшие высокие значения предела

выносливости для исследуемой стали [183] после закалки с прокатного нагрева позволяют рекомендовать эту сталь и для использования при циклических нагрузках.

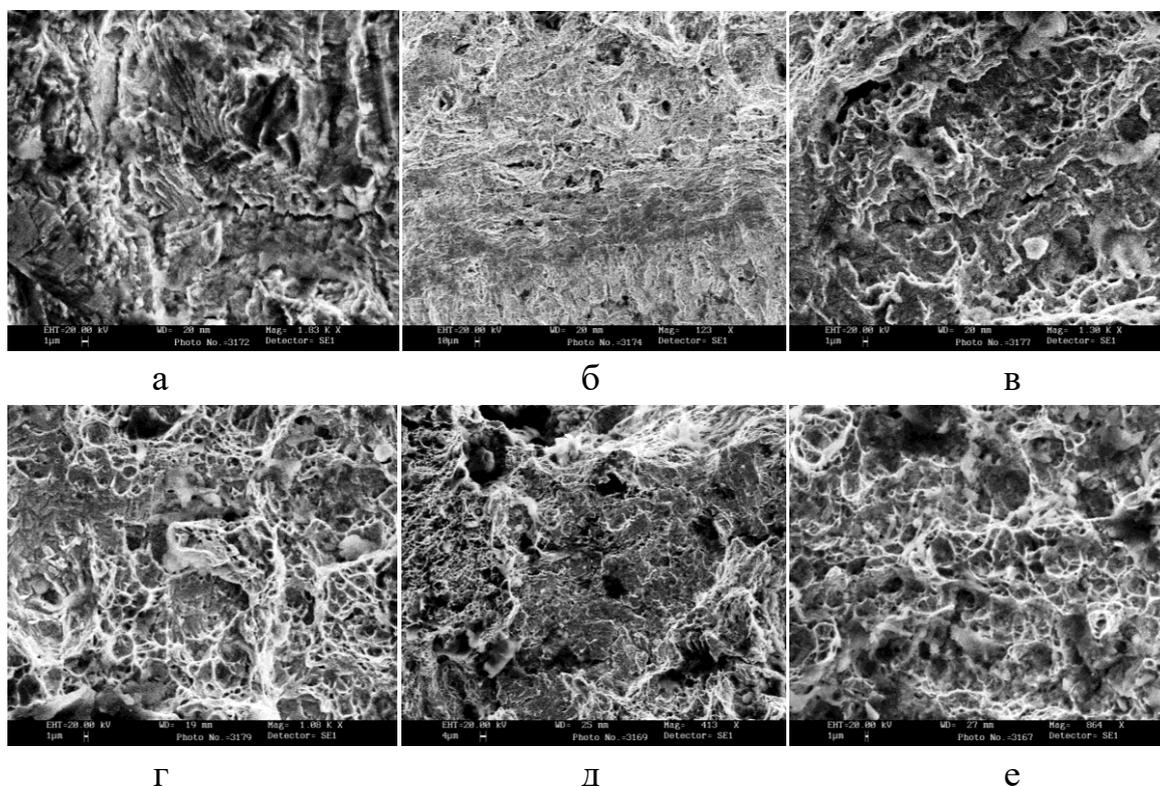


Рисунок 4.24 - Микрорельеф разрушения образцов серии 2 в зоне усталостной трещины (а), зоне вытягивания (б), зоне стабильного роста трещины (в, г) и в зоне долома образца (д, е).

Особенности разрушения при ударном нагружении высокоазотистой стали 05X20Г10НЗАМФ

Азотистые нержавеющие стали принадлежат к материалам, проявляющим при разрушении особенности как аустенитных, так и ферритных сталей. Подобно аустенитным сталям с гранцентрированной кристаллической решеткой они являются коррозионностойкими и сохраняют высокую прочность и трещиностойкость при криогенных температурах, но, подобно ферритным сталям, проявляют вязко-хрупкий переход, свойственный материалам с объемно центрированной решеткой. Согласно [196, 198], причина такого двойственного поведения обусловлена характером

межатомной связи, а именно - увеличением концентрации в сплаве свободных электронов.

Вязко-хрупкий переход, наблюдаемый в азотистых аустенитных сталях при определенном содержании азота, протекает по механизму, отличному от механизма разрушения ферритных сталей, и связанному, по мнению [201, 202] с формированием квазихрупких фасеток вдоль полос скольжения в плоскости $\{111\}$ в результате интенсивной локализованной пластичности [200, 203]. Другие авторы [204] полагают, что хладноломкость аустенитных сталей обусловлена взаимодействием двойников вследствие низкой энергии дефектов упаковки, а согласно [205] она является следствием противоположной зависимости напряжения хрупкого разрушения и напряжения течения от содержания азота, поскольку напряжение течения возрастает с увеличением содержания азота и напряжение хрупкого разрушения достигается раньше, чем напряжение пластического течения. Важной особенностью высокоазотистых аустенитных сталей является их склонность к выделению нитридов хрома при 500-900°C по механизму прерывистого распада, который снижает пластичность и ударную вязкость [206].

Отмеченные особенности высокоазотистых аустенитных сталей в значительной степени зависят от термической обработки, которая позволяет изменять в их структуре дефектность (плотность дислокаций) аустенита, величину зерна, а также количество и размер нитридных частиц [207, 208]. Изучение влияния термической обработки на механическое поведение высокоазотистой аустенитной стали 05X20Г10НЗАМФ [209] при ударном нагружении и составляло цель исследования.

Исследована сталь 05X20Г10НЗАМФ, содержащая (вес. %) C=0,05; Cr=20,4; Mn=10,3; Ni=3,1; Mo=1,1; V=0,18; N=0,53; Si=0,24; S=0,007. Слитки гомогенизировали при 1200°C в течение 2 час и ковали при 1150-950°C на заготовки сечением 14 × 14 мм (режим 1). Часть кованных образцов закаливали от 1100°C в воде (режим 2) далее часть из них подвергали нагреву

при 850°C в течение 0,5 (режим 3) и 6 час. (режим 4) с охлаждением на воздухе. Испытания на растяжение осуществляли по ГОСТ 1497-84 на установке Instron 3382.

Для испытаний на ударную вязкость использовали стандартные образцы Шарпи с V-образным надрезом и образцы Менаже с U-образным надрезом.

Испытания на ударный изгиб проводили в соответствии с ГОСТ 9454-78 при 7 температурах (20, -20, -60, -80, -100, -115, -196°C) на копре Zwick/Roell RKP 450 с записью диаграммы деформирования и последующей оценкой ударной вязкости (KCV и KCU), динамической трещиностойкости на стадии зарождения трещины J_{id} и работы ее распространения (A_p) по соотношениям: (1, 2).

$$J_{id} = \frac{2A_3}{B(W-a)}, \text{ где} \quad (14)$$

A_3 – работа зарождения трещины, т.е. площадь под кривой нагрузка-смещение, ограниченная областью от начала нагружения до достижения максимальной нагрузки;

B – ширина образца;

W – высота образца;

a – глубина надреза.

Работа распространения трещины (A_p) оценивалась по соотношению:

$$A_p = A - A_3, \quad (15)$$

где A – полная работа разрушения,

а A_3 – работа на стадии развития и зарождения трещины, соответственно.

Микрорельеф разрушения исследовали на электронном растровом микроскопе Leo 430i; на оптическом микроскопе МБС-10 измеряли параметры изломов – полуширину губ среза ($\lambda / 2$) и глубину зоны стабильного роста трещины на поверхности изломов (l_c), характеризующие пластичность материала на стадии зарождения трещины и его вязкость на стадии роста трещины, соответственно.

Характеристики разрушения при ударном нагружении

На рисунке 4.24 представлена структура стали 05X20Г10Н3АМФ после различных режимов обработки. В процессековки при 1150-950°C (режим 1) формируется субзеренная (размер зерна 4-5 мкм) аустенитная структура с высокой плотностью дислокаций, большим количеством деформационных двойников и небольшим количеством относительно крупных нитридных частиц (рисунок 4.24 а).

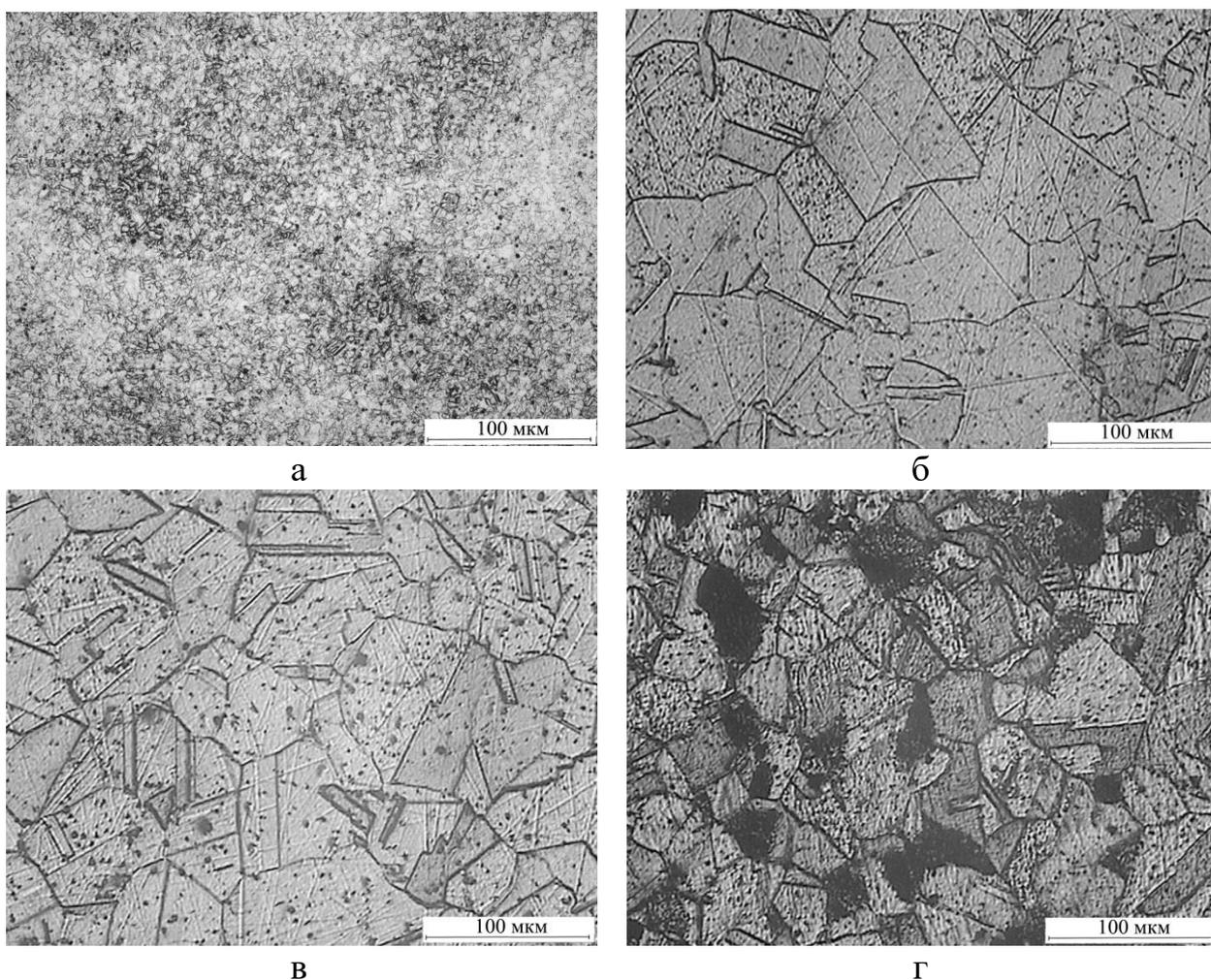


Рисунок 4.24 - Микроструктура стали 05X20Г10Н3АМФ после обработки по режимам:
а) 1, б) 2, в) 3, г) 4.

Нагрев кованных заготовок при 1100°C в течение 1 час. с последующим охлаждением в воде (режим 2) приводит к практически полному растворению нитридных частиц, рекристаллизации и увеличению среднего размера зерна аустенита до 20-25 мкм и образованию двойников отжига, характерных для высокоазотистых Cr-Mn и Cr-Mn-Ni аустенитных сталей

(рисунок 4.24 б). После нагрева при 850°C длительностью 0,5 час. (режим 3) в структуре закаленной стали наблюдали небольшое количество зернограницных выделений (рисунок 4.24 в). Увеличение длительности нагрева до 6 час при 850°C (режим 4) приводит к интенсивному распаду пересыщенного азотом аустенита с образованием крупных частиц нитридов Cr₂N по механизму прерывистого распада (рисунок 4.24 г). После указанного нагрева процент распавшегося объема аустенита составляет около 17%.

В таблице 4.8 приведены стандартные механические свойства стали при растяжении. Видно, что сталь послековки обладает высокой прочностью и удовлетворительной пластичностью. Наиболее худшими свойствами обладает сталь, обработанная по режиму 4.

Таблица 4.8 - Механические свойства стали после обработки по режимам 1-4/

Режим обработки	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %	T_C , °C	J_{20} , Дж/м ²	J_{-196} , Дж/м ²	KC_{20} , Дж/м ²	KC_{-196} , Дж/м ²
1	1064	918	28,9	38,9	-80	164,4	103,6	139	53
2	900	530	56,5	59,2	-115	288,4	157,3	355	81
3	849	476	54,3	60,1	-100	267,7	125,3	336	59
4	845	464	52,3	58,0	-80	247,6	57,9	295	29

Примечание. J_{20} , J_{-196} – значения динамической трещиностойкости при температурах + 20 и – 196°C, соответственно. KC_{20} , KC_{-196} – значения ударной вязкости при температурах + 20 и – 196°C, соответственно.

На рисунке 4.25 представлены температурные зависимости ударной вязкости образцов из исследуемой стали с U- и V-образными надрезами для четырех режимов обработки. Ковка и закалка от 1100°C с последующим нагревом при 850°C в течение 6 час. приводят к получению наименьших значений ударной вязкости при всех исследованных температурах. Закалка от 1100°C, а также закалка 1100°C с кратковременным (0,5 час.) нагревом обеспечивают наибольшие значения ударной вязкости, оцененной на образцах с надрезами обоих видов. Влияние надреза на ударную вязкость было незначительным после всех режимов обработки.

Температурные зависимости ударной вязкости показывают, что снижение температуры испытания приводит к резкому уменьшению ударной вязкости (в три раза послековки и в шесть раз после заковки). Это позволяет предположить, что материал претерпевает вязко-хрупкий переход, причем критическая температура хрупкости (T_C), оцененная по температуре резкого снижения ударной вязкости и работы распространения трещины, снижается после заковки по сравнению с T_C послековки. Оцененные значения температуры хрупкости указаны в таблице 4.8. Для материала после заковки от 1100°C с последующим нагревом и без него (режимы 2-3) она составляет ~ минус $100-115^{\circ}\text{C}$, а для материала послековки (режим 1) и после заковки 1100°C с длительным нагревом (режим 4) она равна ~ -80°C .

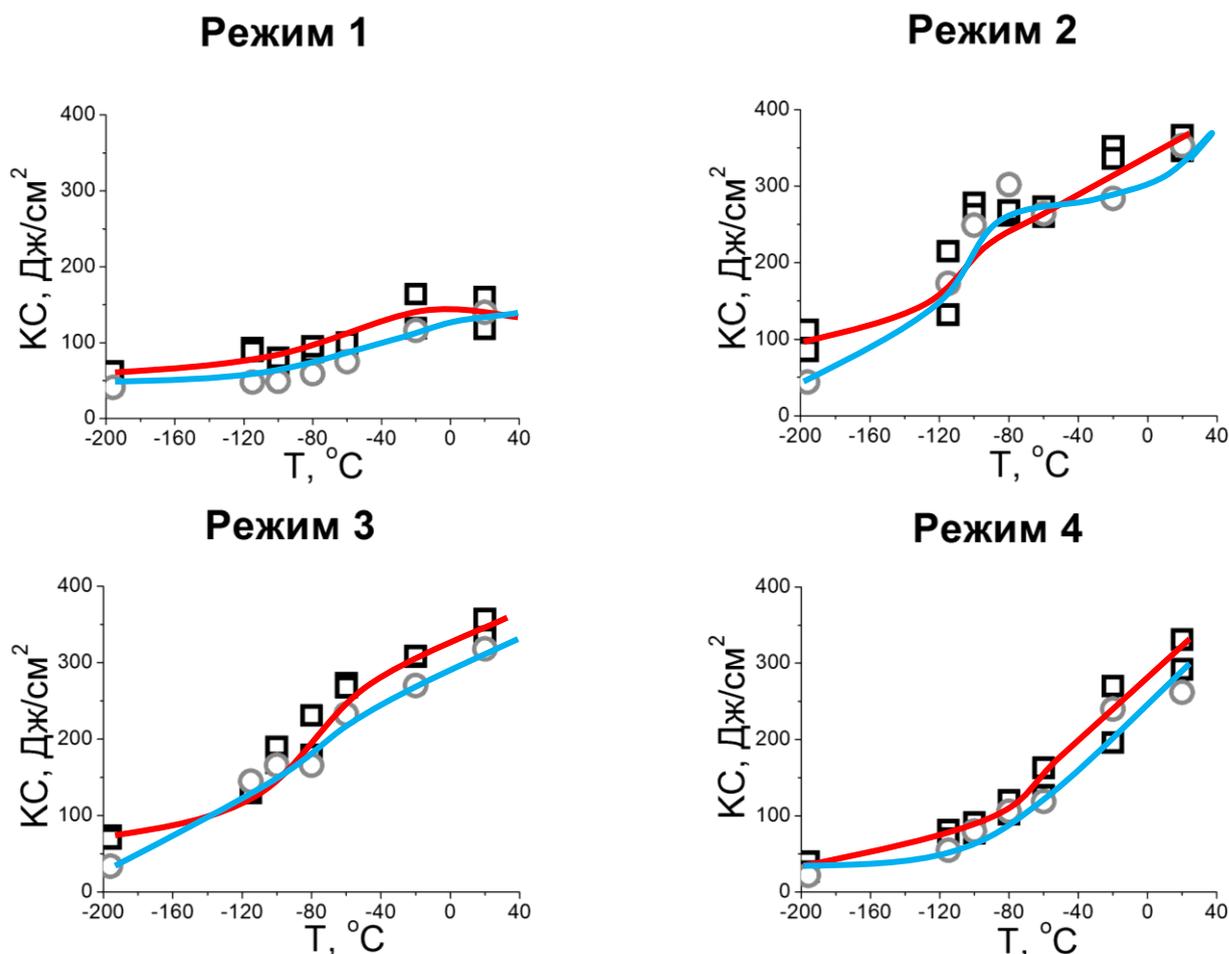
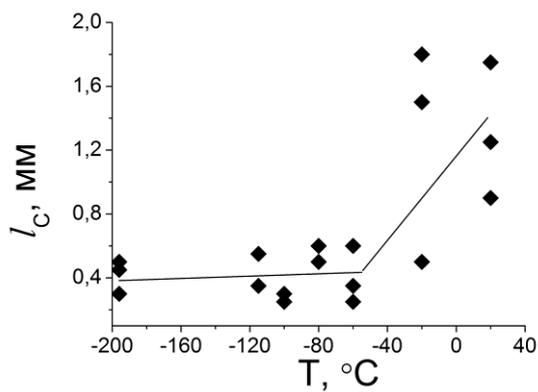


Рисунок 4.25 - Температурные зависимости ударной вязкости образцов из стали 05X20Г10НЗАМФ; круглые и квадратные точки соответствуют образцам с V- и U-образными надрезами, соответственно.

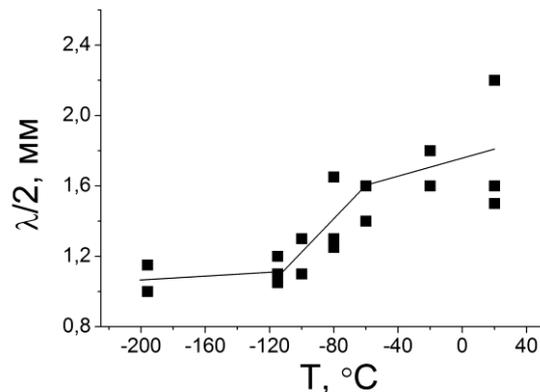
Оценка критических температур хрупкости была подтверждена данными измерения параметров макрорельефа изломов ударных образцов, в частности, полуширины губ среза ($\lambda / 2$) и глубины зоны стабильного роста трещины (l_c), которые, как известно, резко снижаются при испытании материалов с объемно центрированной решеткой в интервале вязко-хрупкого перехода. Из сравнения рисунков 4.27 а - г следует, что температурные зависимости l_c и $\lambda/2$ для материала послековки (режим 1) сдвинуты в сторону положительных температур. Их значения (особенно глубина зоны стабильного роста трещины, рисунок 4.27 а и в) значительно ниже таковых, построенных для образцов после закалки (рисунок 4.27 в и г). Это свидетельствует о пониженной пластичности и вязкости разрушения образцов послековки.

Для сравнения режимов обработки по диаграммам ударного нагружения были оценены значения работы зарождения и распространения трещины, и значения динамической трещиностойкости материала (J_{id}).

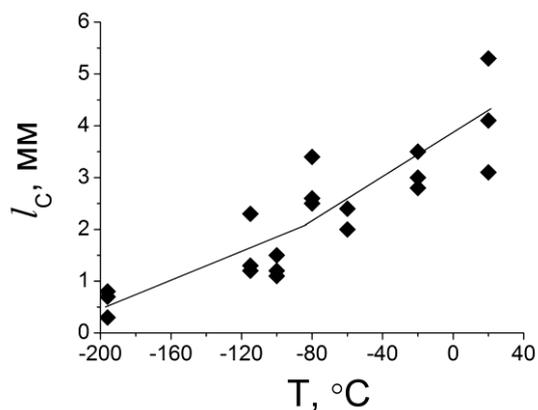
Из графиков на рисунке 4.27 следует, что работа зарождения трещины плавно снижается с понижением температуры, тогда как работа распространения трещины меняется резко, что позволяет оценить критическую температуру хрупкости, достижение которой связано с резким снижением работы распространения трещины. Результаты оценки T_C подтвердили данные, представленные в таблице 4.8. Закаленные образцы, как было отмечено выше, обладают более низкой критической температурой в сравнении с материалом послековки.



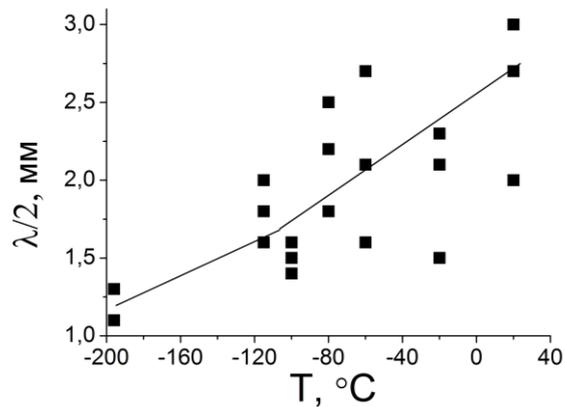
а



б



в



г

Рисунок 4.27 - Температурные зависимости глубины зоны стабильного роста трещины (l_c) (а, в) и полуширины губ среза ($\lambda / 2$) (б, г) для образцов из стали 05X20Г10НЗАМФ после обработки по режиму 1 (а, б) и режиму 2 (в, г).

Термическая обработка приводит к пересечению температурных зависимостей работ зарождения и распространения трещины в области вязко-хрупкого перехода. Этого не наблюдается в образцах послековки (рисунок 4.27).

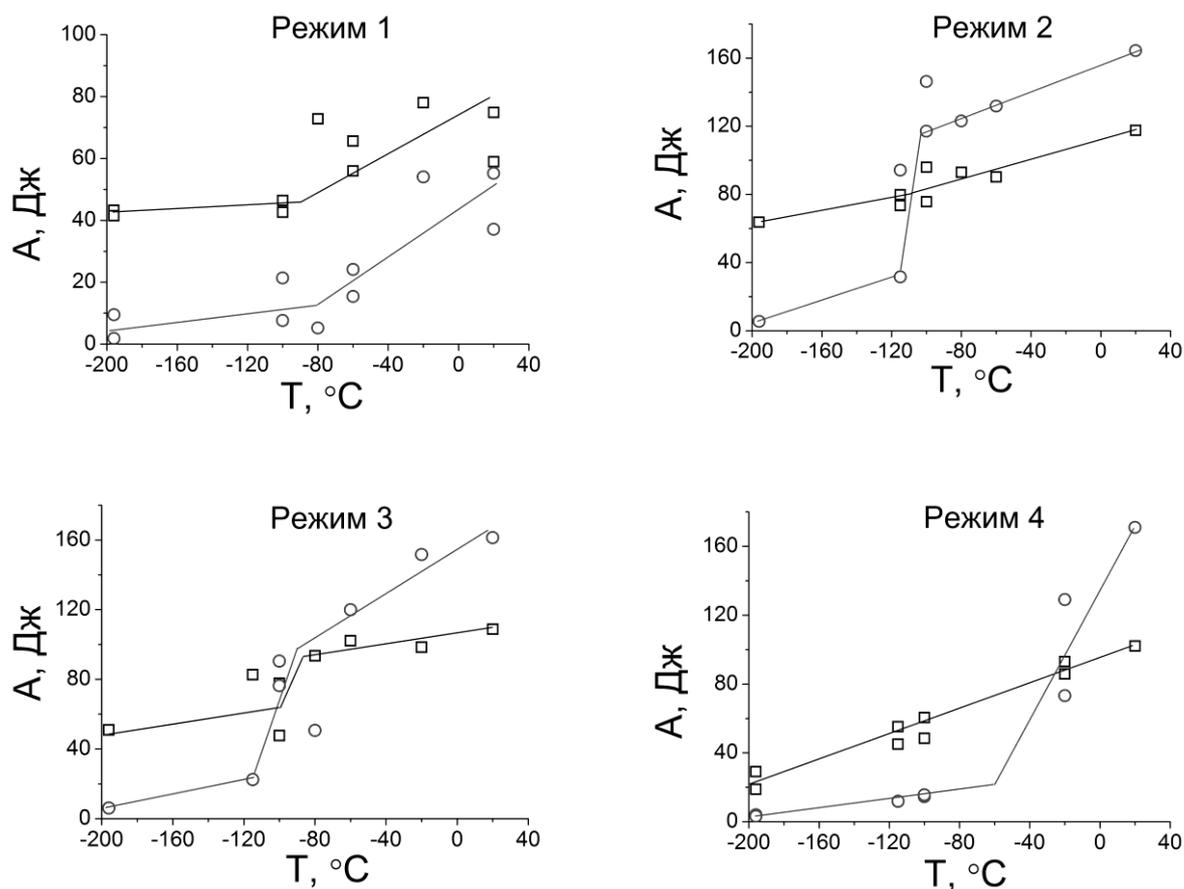
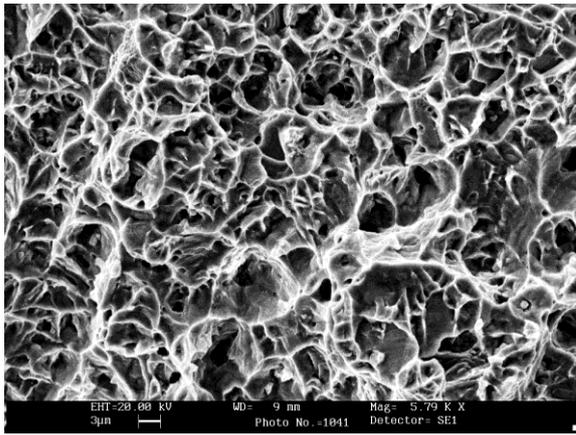


Рисунок 4.27 - Температурные зависимости работы зарождения (\square) и работы распространения (\circ) образцов из исследуемой стали с U-образными надрезами.

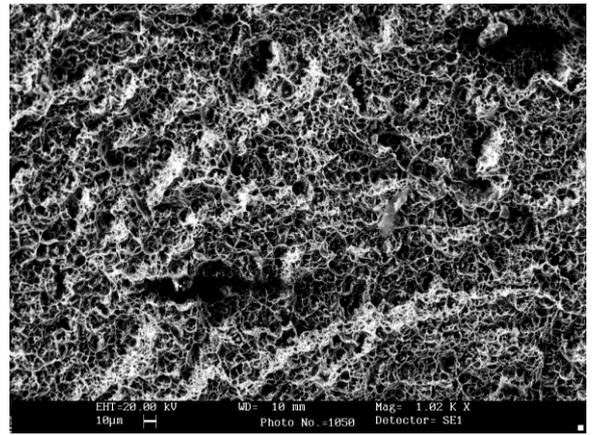
В таблице 4.8 приведены и значения динамической трещиностойкости J_{id} . Поскольку они оценивались по работе зарождения трещины (соотношение 1), температурные зависимости этого параметра не имели резкого перехода в области порога хладноломкости. Однако они подтвердили выводы, полученные из сравнения ударной вязкости для исследованных режимов термической обработки. Так, наименьшие значения динамической трещиностойкости были обнаружены у материала послековки, а наибольшие – после закалки.

Анализ микрорельефа разрушения

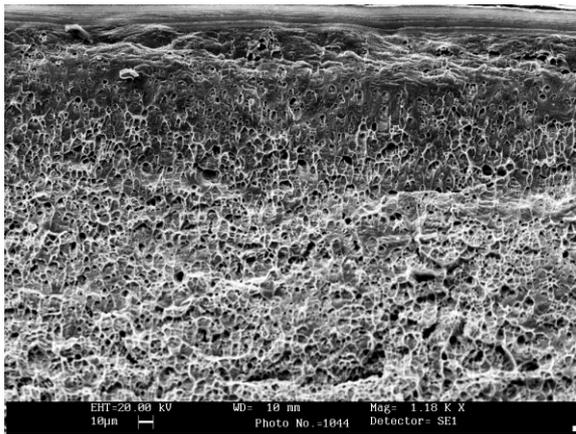
Детальный анализ микрорельефа изломов ударных образцов (рисунки 4.28 - 4.31) позволил выявить основные механизмы разрушения исследуемой стали и объяснить отмеченные особенности температурных зависимостей.



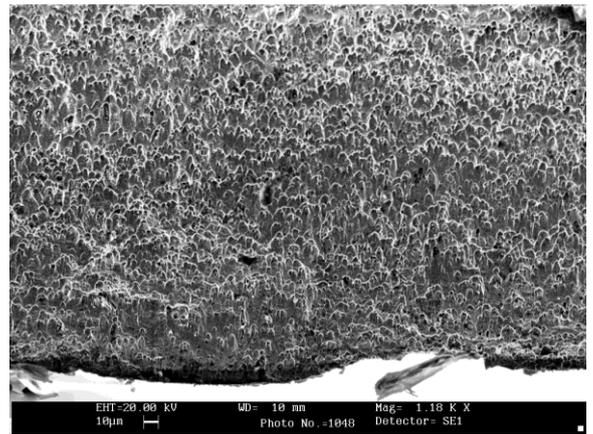
а



б



в



г

Рисунок 4.28 - Микрорельеф разрушения ударных образцов из стали 05Х20Г10НЗАМФ послековки (режим 1)

Снижение с температурой ударной вязкости стали *послековки* (режим 1) связано с появлением в центральной области изломов плоских малоэнергоемких ямок (рисунок 4.28 а) и многочисленных расслоений (рисунок 4.28 б).

В области надреза и в зоне долома образца наблюдались сдвиговые ямки (рисунок 4.28 в, г), свидетельствующие о том, что разрушение на начальной и конечной стадиях происходило под действием сдвиговой составляющей ударной нагрузки.

Исследование изломов образцов стали *после закалки* от 1100°C (режим 2), испытанных при температуре $T > T_c$ (рисунок 4.29 а), обнаружило сдвиговое разрушение с ямками, вершинами направленными навстречу развивающейся трещине, которое при температурах, близких к критической, переходило в ямочное разрушение, по своему виду подобное квазискольному

разрушению (рисунок 4.29 б). Ямки в этой области температур были неглубокими, имели огранку и полосы скольжения, содержали сферические и призматические включения и иногда сливались с образованием области квазискола, отмеченной стрелкой на рисунке 4.29 б.

При более низких температурах, т.е. в области $T < T_C$ (рисунок 4.29 в), наблюдался микрорельеф с гладкими фасетками внутризеренного разрушения, покрытыми параллельными полосами скольжения и окаймленными вязким ямочным рельефом. По границам фасеток иногда обнаруживались межзеренные микротрещины. Одна из таких фасеток показана в большем масштабе на рисунке 4.29 г. Видно, что при этой температуре ямочный рельеф по границе фасетки перешел в рельеф, подобный сколу с линиями, похожими на ручьиистые линии фасетки скола. Фасетки внутризеренного хрупкого разрушения, отличные от обычных фасеток скола, наблюдаемых при разрушении металлов с ОЦК-структурой, можно было заметить и в очагах зарождения магистральной трещины вблизи вершины надреза (рисунок 4.29 д); за такими ГЦК-фасетками следовало сдвиговое разрушение. Долом образца даже при температуре жидкого азота был также сдвиговый, с плоскими сдвиговыми ямками и полосами скольжения (рисунок 4.29 е).

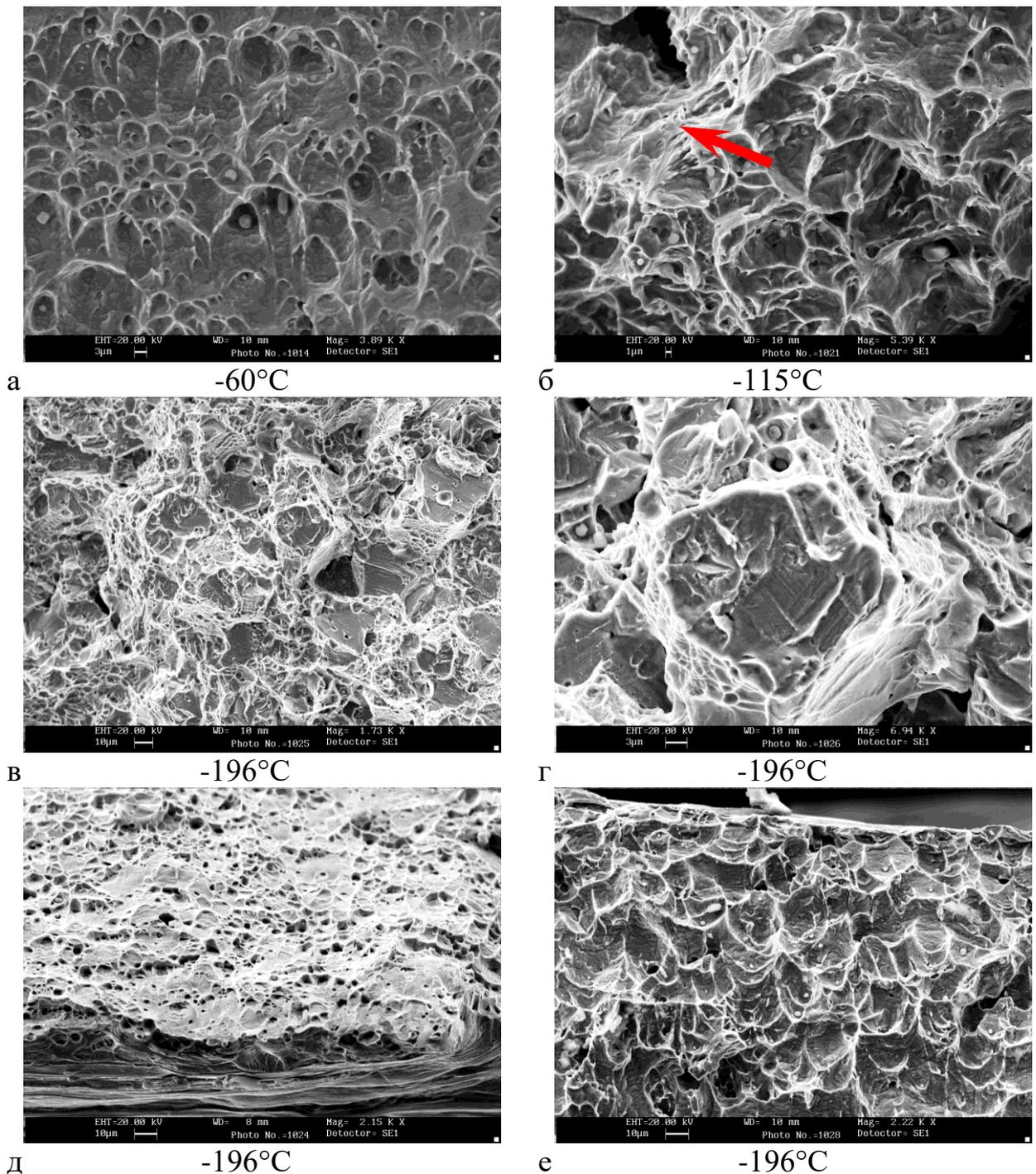


Рисунок 4.29 - Микрорельеф центральной части изломов при $T > T_C$ (а), при $T \sim T_C$ (б), при $T < T_C$ (в) и микрорельеф зоны долома образца при $T < T_C$ ударных образцов из стали 05X20Г10НЗАМФ после закалки (режим 2).

Изломы образцов стали после закалки от 1100°C и кратковременного (0,5 час.) нагрева при 850°C (режим 3) отличались появлением характерных для сдвигового разрушения язычков сдвига [206] (рисунок 4.30 а), показанных стрелками, а также кластеров сдвиговых участков в виде полос сдвига, чередующихся с участками отрыва (рисунок 4.30 б, в).

Преимущественный сдвиговой микрорельеф наблюдался и при температуре, близкой к температуре хрупкости (рисунок 4.30 г).

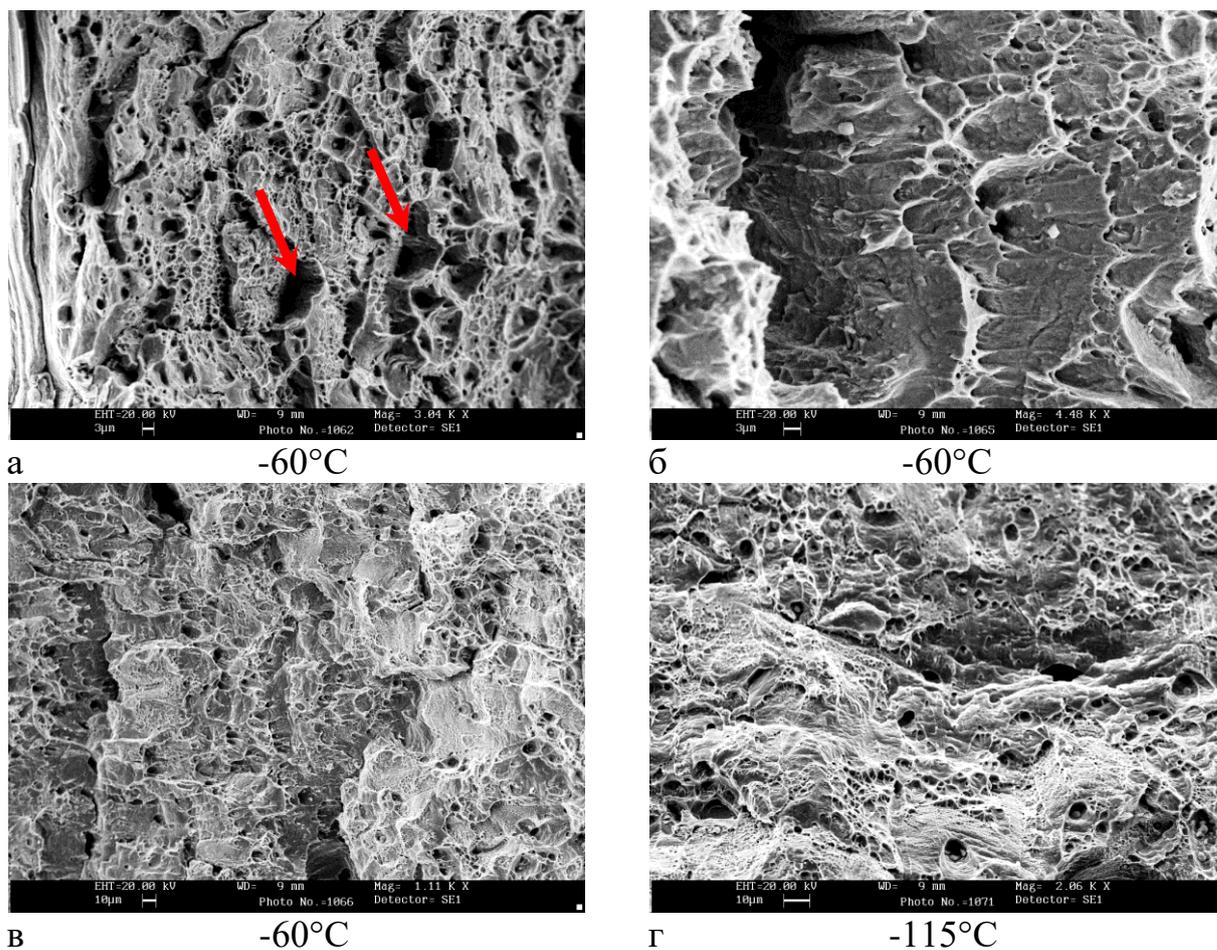


Рисунок 4.30 - Микрорельеф изломов при $T > T_C$ (а-в) и при $T \sim T_C$ ударных образцов из стали 05X20Г10НЗАМФ после закалки и кратковременного отпуска (режим 3) (г).

После закалки от 1100°C и длительного нагрева (6 час.) при 850°C (режим 4) микрорельеф изломов становится еще более хрупким. На стадии зарождения трещины вблизи надреза наблюдаются участки квазискольного разрушения с плоскими ямками, микротрещинами и порами по границам зерен (рисунок 4.31 а). В центральной части изломов при комнатной температуре развивается сдвиговой микрорельеф (рисунок 4.31 б), а при низкой температуре, в области хрупкого разрушения – внутризеренные плоские фасетки и фасетки межзеренного разрушения (рисунок 4.31 в).

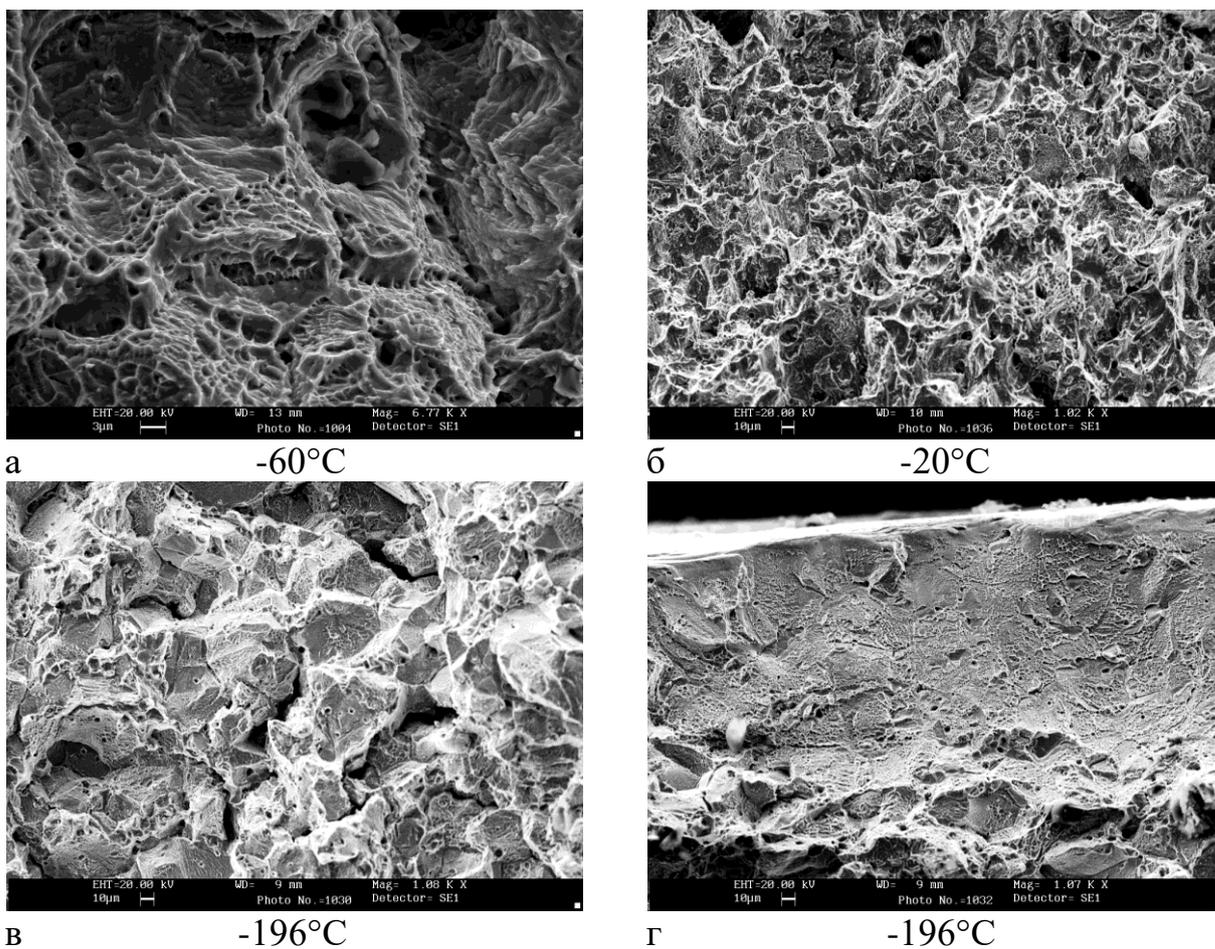


Рисунок 4.31 -Микрорельеф изломов при $T > T_C$ (а, б) и при $T \sim T_C$ (в, г) ударных образцов из стали 05X20Г10НЗАМФ после закалки и длительного отпуска (режим IV).

Долом образца состоит из двух зон и включает особенности как сдвигового, так и хрупкого межзеренного разрушения.

Таким образом, снижение характеристик ударного разрушения после закалки и последующего нагрева при 850°C является следствием развития межзеренного разрушения, которое связано с выделением в процессе нагрева при 850°C нитридов хрома Cr_2N по границам зерен.

Исследование механического поведения аустенитной высокоазотистой стали 05X20Г10НЗАМФ при динамическом нагружении, подтвердили литературные данные, свидетельствующие о появлении порога хладноломкости в азотистых сталях с гранецентрированной кристаллической решеткой.

Температура хрупкости исследуемой стали после закалки оказалась близкой температуре хрупкости высокоазотистой аустенитной нержавеющей

стали 1Cr22Mn15N, составившей -110°C [210]. Механизмы разрушения изменялись с понижением температуры по схеме ямки, ямки+квазихрупкий излом, хрупкий внутризеренный излом.

На изломах ударных образцов исследуемой стали наблюдались плоские фасетки хрупкого разрушения. Подобные фасетки, названные ГЦК-фасетками, были обнаружены [211] на начальной стадии развития трещины при усталостном разрушении сплава В95Т1 с гранцентрированной структурой. Их появление объяснялось стадийностью развития деформации в ГЦК - материалах, включающей, как и у монокристаллов, стадию легкого и поперечного скольжения. Предполагалось, что образование таких фасеток, напоминающих фасетки хрупкого разрушения ОЦК - материалов, связано с предшествующим развитием легкого скольжения в ГЦК - материалах под действием сдвигающего напряжения и разрушением по плоскостям сдвига при напряжении, меньшем напряжения текучести.

С увеличением длины усталостной трещины коэффициент интенсивности напряжения в ее вершине увеличивался, поэтому стадия легкого скольжения при предшествующей деформации заканчивалась, и начиналась стадия поперечного скольжения. В этом случае, т.е. при большей длине трещины, фасетки скола на поверхности усталостных изломов не обнаруживались.

Как отмечено в работе [203], подобное исчезновение фасеток скола наблюдается с увеличением длины трещины и при хрупком разрушении азотистых сталей.

Таким образом, образование плоских фасеток обусловлено деформационным поведением ГЦК – материалов, точнее, зависимостью напряжения сдвига от деформации, включающей стадию легкого скольжения при низких напряжениях. Условием образования таких фасеток является разрушение при низком напряжении, меньшем напряжения начала поперечного скольжения. Такое условие реализуется как при

низкоамплитудном усталостном разрушении, так и при низкотемпературном ударном нагружении.

В отличие от стали с ОЦК - структурой, влияние радиуса вершины надреза образца на ударную вязкость исследуемой стали было незначительным. Хотя из [203] следует, что размер пластической зоны, формирующийся при разрушении, влияет на проявление вязко-хрупкого перехода в азотистых аустенитных сталях: порог хладноломкости, наблюдаемый при испытании образцов Шарпи с V-образным надрезом, исчезает при испытании гладких образцов без надреза, разрушающихся вязко, с образованием ямок. Авторы объясняют такое поведение стали повышением температуры при деформировании гладких образцов и диссипацией локального нагрева в образцах с надрезом.

С позиций развиваемого подхода влияние надреза объясняется просто: локализация деформации в надрезе приводит к легкому скольжению материала при низком напряжении сдвига вдоль семейства плоскостей $\{111\}$ с последующим разрушением по этим плоскостям. В гладких образцах благодаря малой стесненности пластической деформации локализация деформации в начале нагружения отсутствует, поэтому стадия легкого скольжения при низком напряжении не реализуется, а развивается поперечное скольжение, которое приводит к ямочному вязкому разрушению без образования ГЦК - фасеток скола.

Фрактограммы ударных образцов азотистой стали подтвердили взаимосвязь образования ГЦК - фасеток с действием сдвигающего напряжения, поскольку при всех режимах термической обработки на изломах наблюдались особенности сдвигового разрушения и, в частности, язычки сдвига, впервые обнаруженные на изломах стали 30ХГСА, полученных под действием сдвигающей нагрузки [212].

4.3. Исследование износостойкости сплава 05X22AG15H8M2Ф

На сопротивление износу в условиях трения скольжения высокоазотистого аустенитного сплава 05X22AG15H8M2Ф значительное влияние оказывает его исходная (до испытания) структура. По данным [165] для субструктуры этого сплава после прокатки при 1100°С с обжатием 70% (образец №5, таблица 4.9) характерно наличие высокой плотности дислокаций, которые при переплетении между собой, образуют клубки.

Таблица 4.9 - Режимы обработки горячекатаных сплавов, фазовый состав и микротвердость до и после испытаний на износостойкость с нагрузкой 10Н.

Сталь	Образец	Обработка	Фазовый состав и микротвердость образцов стали					
			До испытания			После испытания		
			α , %	γ , %	HV, МПа	α , %	γ , %	HV, МПа
05X22AG15H8M2Ф	5*	Прокатка при 1100°С, $\varepsilon=70\%$	0	99	3380	0	99	4800
	6*	Закалка 1000°С – 1 час (вода)	0	99	2750	0	99	5350
08X18H10T	7	Закалка 1050°С – 1 час (вода)	0	100	2050	5	95	2200

* – в структуре стали кроме α и γ фаз присутствуют нитриды в количестве около 1%.

В структуре горячекатанной стали 05X22AG15H8M2Ф наблюдаются малые (< 0,2 мкм) свободные от дислокаций области, окруженные границами с широкими дислокационными клубками, что характерно для начальной стадии формирования ячеистой субзеренной структуры. Границы аустенитных зерен в некоторых местах имеют извилистый вид, характерный для горячедеформированного металла. По границам и в теле зерен присутствует небольшое количество мелких (< 0,2 мкм) частиц нитрида хрома Cr₂N.

Структура стали после прокатки при 1100°С с последующей закалкой от 1000°С (образец №6, таблица 4.9) характеризуется наличием на полигональных и зеренных границах дисперсных (в сечении 100 x 300 нм) выделений округлой формы нитридов Cr₂N [165]. В структуре стали в

некоторых местах сохранилась высокая плотность нерегулярных дислокационных скоплений (клубков), формирующих ячеистую субзеренную структуру. Однако в основном плотность дислокаций по сравнению с состоянием после горячей прокатки уменьшилась, что обусловлено процессами возврата и полигонизации при нагреве и выдержке перед закалкой. Рекристаллизованные зерна аустенита мелкие (несколько микрометров), внутри них отсутствуют дислокации и широкие γ -двойники. Закалка от 1000°C горячекатаной стали, снижая плотность дефектов кристаллического строения, приводит к снижению прочности и повышению пластичности (образцы №5 и 6, таблица 4.10).

Таблица 4.10 - Механические свойства сталей 05X22АГ15Н8М2Ф и 08Х18Н10Т после разных режимов обработки (см. таблицу 4.9).

Сталь	№ образца	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
05X22АГ15Н8М2Ф	5	1207	1084	32	64
	6	997	639	52	73
08Х18Н10Т	7	665	250	58	72

В процессе испытания на износ при трении скольжения увеличивается микротвердость поверхности образцов стали 05X22АГ15Н8М2Ф и стали 08Х18Н10Т выбранной для сравнения [213]. Наибольший рост микротвердости отмечен для образцов у № 6 азотосодержащей стали 05X22АГ15Н8М2Ф (таблица 4.9) после испытания в течение 240 мин под нагрузкой 2 кг. Наименьший прирост микротвердости имели образцы № 7 углеродосодержащей стали 08Х18Н10Т (рисунок 4.32).

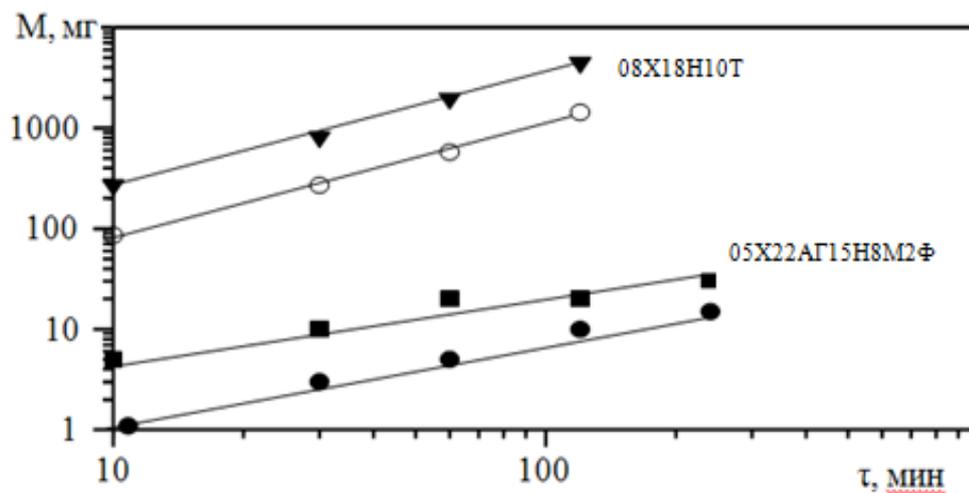


Рисунок 4.32 – Зависимость потери массы (M , мг) от длительности испытания (τ , мин) на износ с нагрузкой 5 Н образцов 5 и 6 стали 05X22AG15H8M2Ф и под нагрузками 5 и 10 Н образца 7 стали 08X18H10Т . (■), (●).

Глубина упрочненного поверхностного слоя образцов сталей 05X22AG15H8M2Ф и 08X18H10Т составляла около 10 мкм (рисунок 4.33).

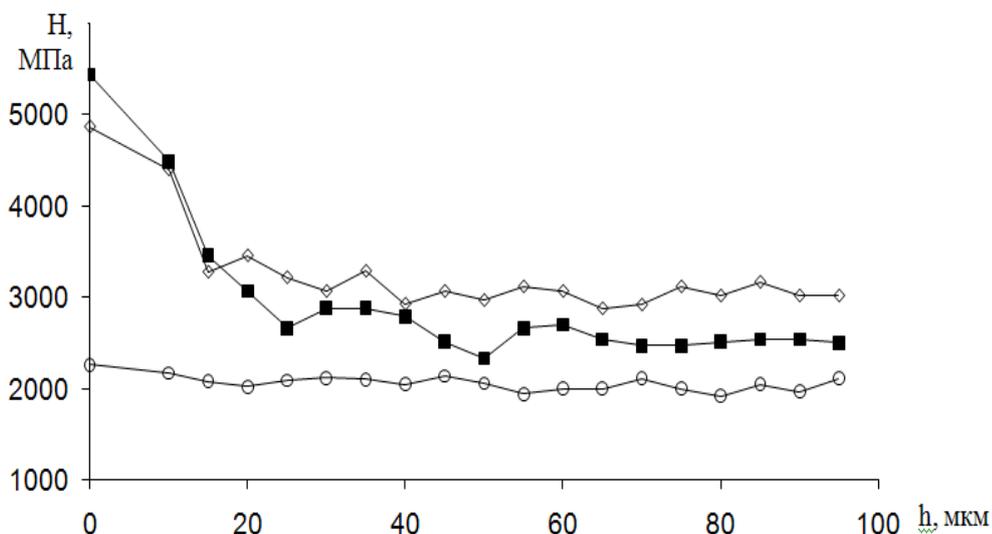


Рисунок 4.33 - Изменение микротвердости (H , МПа) по глубине поперечного сечения образцов стали 05X22AG15H8M2Ф после прокатки (◇) и последующей закалки (■) и стали 08X18H10Т после испытаний на износ в течении 240 мин. Под нагрузкой 20Н (○), h -расстояние от поверхности (изношенного слоя).

При испытании под нагрузкой 5 Н образец 5 стали 05X22AG15H8M2Ф и под нагрузками 5 и 10 Н образец 7 стали 12X18H10Т при скорости вращения контртела ($\varnothing 200$ мм) - 1160 мин.^{-1} получена линейная зависимость потери массы образцов от времени испытания (рисунок 4.32). При нагрузке 5

Н и скорости вращения контртела ($\varnothing 200$ мм) - 460 мин.^{-1} износостойкость этих сталей практически одинаковая.

При больших нагрузках и скорости вращения контртела выявляется значительное преимущество по сопротивлению износу стали 05X22AG15H8M2Ф по сравнению со сталью 08X18H10T, что связано с высокой интенсивностью деформационного упрочнения высокоазотистого аустенита и большей дефектностью его кристаллической решетки, период которой равен $3,620 \text{ \AA}$.

Увеличение нагрузки от 5 до 10 и 20 Н или скорости вращения контртела от 460 до 1160 мин.^{-1} приводит уже при длительности испытания 60 мин к резкому возрастанию потери массы образцов стали 08X18H10T (таблица 4.11), несмотря на образование при трении 5% мартенсита деформации. Хромоникелевый аустенит стали 08X18H10T в отличие от азотистого стали 05X22AG15H8M2Ф обладает низкой упрочняющей способностью при деформации и имеет до и после испытания на износ небольшой период кристаллической решетки $3,590 \text{ \AA}$.

Износостойкость аустенитных сталей 05X22AG15H8M2Ф и 08X18H10T не зависит от исходной (до испытания) твердости, а определяется в большей мере степенью деформационного упрочнения их аустенита.

В процессе испытания на износ при трении скольжения наблюдали разный характер износа образцов стали 05X22AG15H8M2Ф и 08X18H10T. У стали 08X18H10T с пониженной способностью к упрочнению при деформации износ происходит в условиях пластической деформации со сдвигом значительной массы металла к краю образца с последующим его отрывом. У стали 05X22AG15H8M2Ф характеризуемой высокой интенсивностью деформационного упрочнения независимо от режима обработки наблюдали равномерный медленный износ металла по всей поверхности образца.

Таблица 4.11 - Влияние условий испытания на трение скольжения (τ – длительности, Р – нагрузки на образец и V – скорости вращения контртела) на потерю массы (М) образцов аустенитных сталей 05X22АГ15Н8М2Ф и 08Х18Н10Т.

Сталь	№ образца	Р, кг	τ , мин	М, мг	
				V = 460 об/мин	V = 1160 об/мин
05X22АГ15Н8М2Ф	5	0,5	10	0	5
			30	1	10
			60	2	10
			120	5	20
			240	10	30
		1,0	60	8	10
			120	10	20
			240	18	30
		2,0	60	12	18
	120		22	30	
	240		42	50	
	6	0,5	10	3	1
			30	5	3
			60	5	5
			120	5	10
240			7	15	
05X22АГ15Н8М2Ф	6	1,0	60	3	10
			120	6	20
			240	8	35
		2,0	60	2	15
			120	70	25
			240	170	53
08Х18Н10Т	7	0,5	10	0	85
			30	1	270
			60	1	575
			120	2	1428
			240	8	>10000
		1,0	10	2	267
			30	12	802
			60	242	1927
			120	902	4402
			240	2257	>10000
		2,0	60	10445	>30000

4.4. Исследование коррозионной стойкости стали 05X22АГ15Н8М2Ф

Испытания на питтинговую коррозию в 6% р-ре FeCl_3 и на МКК-коррозию показали у образцов стали 05X22АГ15Н8М2Ф высокую коррозионную стойкость [214].

Испытания на общую коррозию сплава 05X22АГ15Н8М2Ф показали, что этот сплав после закалки и пластической деформации не склонен к общей коррозии [215]. У всех испытанных образцов трещины не наблюдали.

Коррозионная стойкость выпуклых и вогнутых сторон изогнутых пластин в водных растворах серной и соляной кислот

Сочетание весового метода и метода измерения объема выделившегося водорода позволило установить ряд эффектов, дополняющих общую картину коррозии металлических образцов в коррозионно-активной среде под напряжением [216]. На рисунке 4.34 показано изменения массы изогнутых пластин стали 05X22АГ15Н8М2Ф в 2н растворе серной кислоты с добавлением 1н. KCl в зависимости от продолжительности опыта. В течение длительного периода наблюдения (около 5-6 минут) для обеих сторон изогнутой пластины проявляется общая тенденция к увеличению массы, сменяющаяся затем ее уменьшением. На растянутой стороне пластины в течение примерно 40 минут растворение идет быстрее ($3 \cdot 10^{-6} \text{ с}^{-1}$), чем на сжатой ($2 \cdot 10^{-6} \text{ с}^{-1}$). На участке уменьшения массы образца скорость процесса для пластин из стали 05X22АГ15Н8М2Ф меньше, чем для пластин из некоррозионностойкой стали 45Г. Через 15 часов выдержки в 2 н. серной кислоте скорость растворения пластины из стали 05X22АГ15Н8М2Ф становится близкой к скорости растворения пластины из некоррозионностойкой стали 45Г.

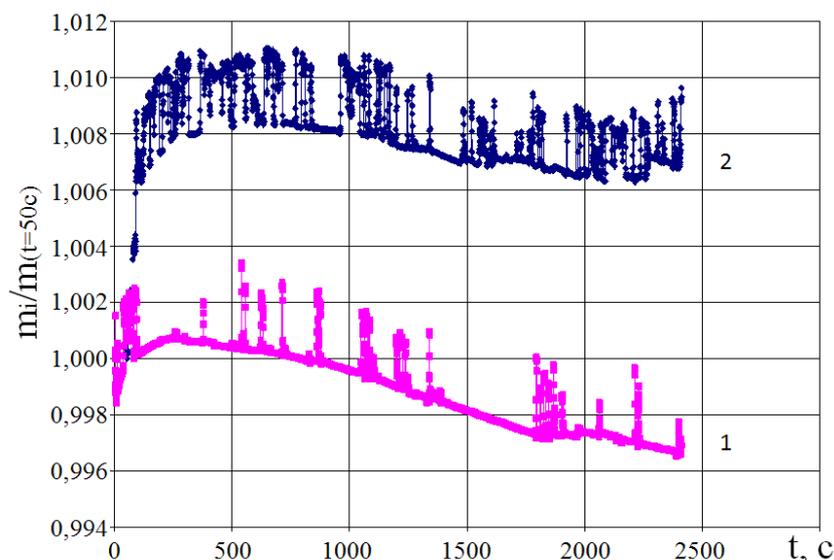


Рисунок 4.34 - Зависимость изменения массы $m_i / m_{(t=50c)}$ изогнутой пластины из стали 05X22АГ15Н8М2Ф от времени ($t = i$) при растворении в смеси 2 н. серной кислоты и 1н хлористого калия для вогнутой (2) и выпуклой (1) сторон: $m_{(t=10c)}$, m_i - значения массы при $t = 50$ и $t = i$ соответственно.

На рисунке 4.35 показано изменение скорости коррозии на двух сторонах изогнутой пластины из стали 05X22АГ15Н8М2Ф, оцениваемое по изменению объема водорода, выделившегося на единице площади пластины, при выдержке в 23%-ом растворе соляной кислоты.

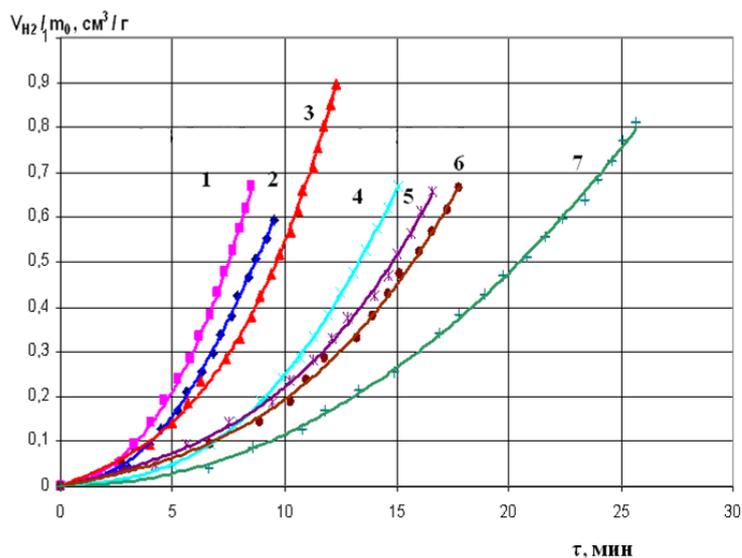


Рисунок 4.35 - Зависимость объема выделившегося водорода на единицу массы от времени для изогнутой пластины из стали 05X22АГ15Н8М2Ф в 23% растворе соляной кислоты при нагружении $P = 400$ МПа для растянутой (кр. 1, 2, 3) и сжатой (кр. 4, 5, 6) сторон пластины и ненагруженной пластины с одной изолированной стороной (кр. 7).

Время экспонирования достигало 26-минут и ограничивалось только объемом выбранной бюретки. При этом также, как и в случае весового метода, скорость растворения при растягивающем напряжении (выпуклая сторона) была больше, чем при сжимающем. Пластина без приложенного внешнего напряжения растворялась медленнее (кривая 7).

При испытании изогнутых шлифованных пластин из стали 05X22AG15H8M2Ф по сравнению с нешлифованными пластинами получены прямо противоположные результаты.

На рисунке 4.36 приведена аналогичная зависимость объема водорода, выделившегося в начальный период времени (в течение 5 минут), при проведении эксперимента в 23%-ном растворе соляной кислоты с пластиной, стороны которых были отшлифованы непосредственно перед испытанием.

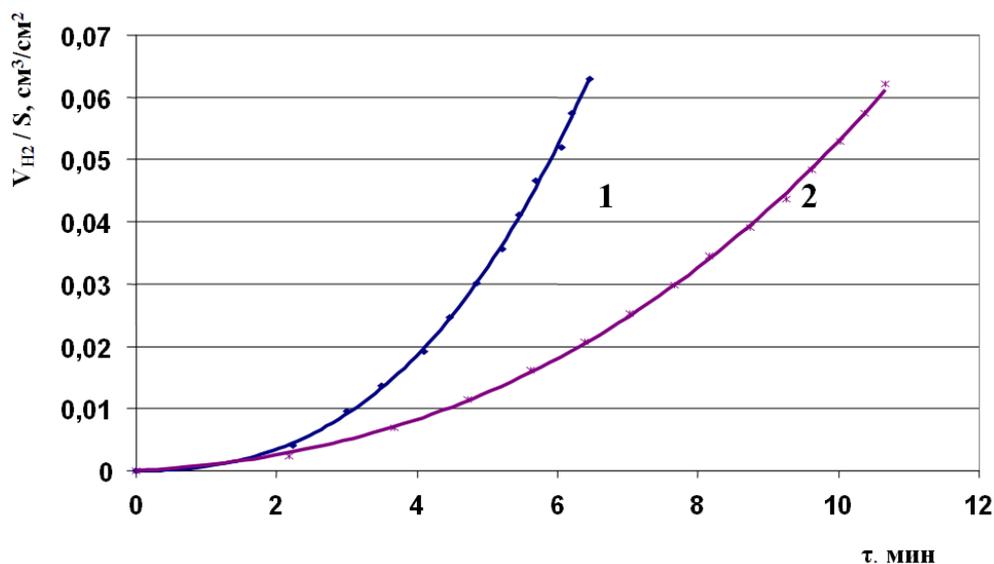


Рисунок 4.36 - Зависимость объёма выделившегося водорода на единицу площади от времени для сжатой (1) и растянутой (2) сторон шлифованной пластины из стали 05X22AG15H8M2Ф.

По наклону кривых, характеризующих интенсивность выделения водорода, скорость растворения стали на вогнутой стороне пластины (кр.1) выше, чем на выпуклой (кр.2). Аналогичные результаты повторялись неоднократно.

Полученные экспериментальные результаты для пластин из высоколегированного сплава в значительной мере связаны с повышенным

содержанием в ней хрома, который формирует на поверхности образца тонкую пассивирующую окисную пленку, препятствующую заметному растворению сплава на начальном этапе экспонирования в агрессивной среде. В кислой среде оксид хрома CrO_2 переходит в хромовый ангидрид CrO_3 , растворимый в воде. Тонкая пассивирующая пленка разбухает, утолщается и этим можно объяснить увеличение массы образца, фиксируемое чувствительным весовым методом в начальный период выдержки. Чем толще и менее дефектна пассивирующая пленка, тем дольше будет защищен основной металл от агрессивной среды. Но со временем оксидная пленка разрушается, отслаивается от матрицы и ее защитное действие прекращается.

Высокочувствительный весовой метод не позволяет использовать концентрированные кислоты, а разрушение оксидной пленки в слабых кислых средах идет медленно. Водородный метод определения скорости коррозии допускает использование концентрированных сред, однако его инерционность по сравнению с весовым методом затрудняет фиксирование кинетики коррозионного растворения стали в первые минуты экспозиции. По-видимому, что по этой причине наблюдали повышенную скорость растворения на выпуклой стороне пластины. Ускоренное растворение стали в растянутой зоне свидетельствует о развитии в поверхностном слое металла микротрещин, которые способствуют ускорению химических реакций на выпуклой поверхности.

На рисунке 4.37 показана структура поверхности в центре растянутой и сжатой сторон пластины при ее максимальном нагружении после 15 минут испытания в 23% растворе серной кислоты. На растянутой (рисунок 4.37 а) по сравнению со сжатой (рисунок 4.37 б) стороной пластины количество микротрещин больше.

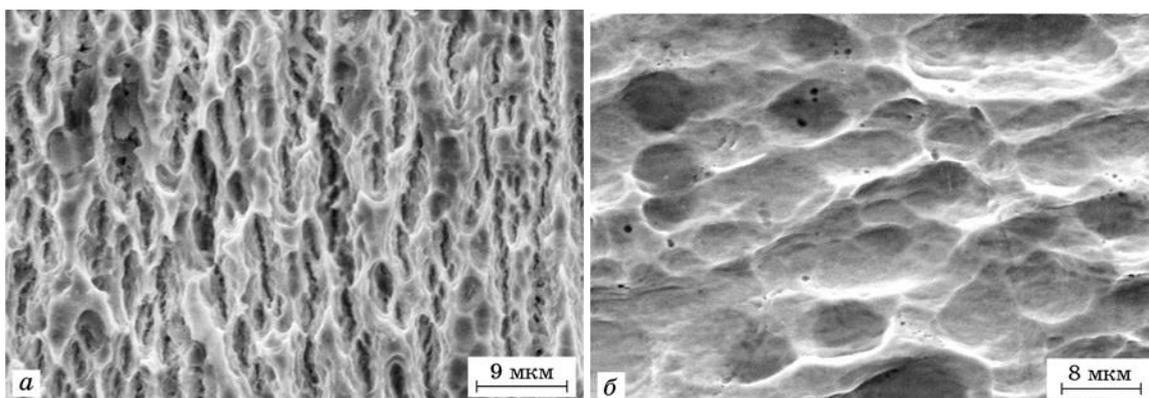


Рисунок 4.37-Микрофотографии структуры поверхностей в центре изогнутой пластины после 15 мин ее выдержки в 23%-ном растворе соляной кислоты: а — растянутая сторона пластины; б — сжатая сторона пластины.

Появление микротрещин приводит к увеличению шероховатостей поверхности, которая влияет на величину угла смачивания. Было замечено, что в результате длительной коррозии металла углы смачивания на растянутой поверхности металлических пластин все время уменьшаются и достигают нулевого значения при суточной выдержке металла в серной кислоте. Измеренные величины краевых углов (рисунок 4.36) согласуются с результатами проведенных экспериментов. На растянутой поверхности пластины угол смачивания ($\Theta = 35-40^\circ$) меньше, чем на сжатой ($\Theta = 43-53^\circ$). Такое поведение, предсказанное правилом Венцеля для острых углов, подтверждает развитие трещин на выпуклой стороне пластины.

Деформационные искажения металлических образцов приводят к их упрочнению. Результаты измерения твердости в центре пластин из стали 05X22AG15H8M2Ф показали, что твердость на растянутой поверхности пластины больше ($HV_{10} = 530$), чем на сжатой стороне ($HV_{10} = 508$). Как правило, влияние деформационных искажений усиливается на растянутой стороне по сравнению со сжатой, что способствует увеличению скорости коррозии, т.е. ускоренному растворению тех микроучастков на поверхности образца, которые характеризуются более высоким значением химического потенциала и большим химическим сродством к химически-активной среде.

Определение разницы в свойствах растянутой и сжатой поверхностей изогнутой пластины из стали 05X22AG15H8M2Ф, прородированных в

течение 20 минут в 23 %-ом растворе серной кислоты, проводилось неконтактным лазерным методом. На рисунке 4.38 приведен график зависимости разности фаз $\Delta\psi$ между возбужденным и зарегистрированными сигналами в зависимости от частоты f . По оси абсцисс отложена полоса частот поверхностной тепловой волны в диапазоне 70-420 Гц, а по оси ординат – разница фаз в градусах.

На рисунке 4.38 видно, что скорость распространения тепловой волны, в соответствующей кривой 1 (сжатая сторона), выше, чем для кривой 2 (растянутая сторона). Из этого следует, что на растянутой поверхности коэффициент теплопроводности металла меньше, чем на сжатой, т.е. это может свидетельствовать о наличии микротрещин на растянутой стороне пластины. Более жесткому материалу поверхности соответствует большая скорость распространения и соответственно меньшее время задержки между фазами возбужденной и зарегистрированной тепловой поверхностной волны. Наоборот, более рыхлой поверхности соответствует меньшая скорость распространения тепловой волны и большие значения времени задержки.

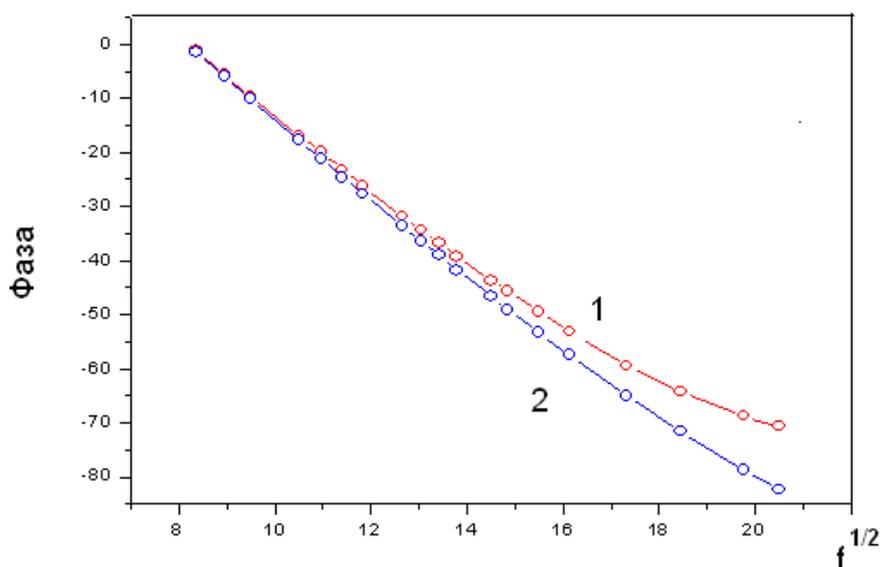


Рисунок 4.38 - Влияние частоты (f) на разницу фаз поверхностной волны в точке регистрации f для сжатой стороны (1) и растянутой стороны (2) пластины из стали 05X22AG15H8M2Ф после испытания в течение 20 минут в 23% растворе серной кислоты.

Результат, полученный при испытании шлифованных образцов (рисунок 4.38) связан с тем, что, в процессе шлифовки с поверхности

пластины, по-видимому, частично устраняется пассивирующая пленка и микродефекты, являющиеся источниками ускоренного процесса растворения в растянутой зоне. Основной металл как бы «оголяется» и в этом случае скорость растворения в начальный период превалирует на сжатой стороне (отрицательный знак поверхностного напряжения). Известно, что в процессе растворения металла происходит переход в раствор преимущественно катионов (ввиду их более сильной гидратации), что приводит к зарядению твердой поверхности. В результате одноименные заряды поверхностного монослоя взаимно отталкиваются и создают поверхностное давление, дающее отрицательный вклад в поверхностное напряжение, что и приводит к его отрицательному знаку.

Таким образом, полученные экспериментальные данные по коррозии под напряжением в агрессивных средах изогнутых пластин из стали 05X22AG15H8M2Ф показали, что химические реакции на противоположных сторонах пластин идут с разной скоростью, это и подтверждает существование механохимического эффекта знака деформации. В условиях конкуренции этого эффекта и коррозионного растрескивания то, что скорость коррозии превалирует на сжатой стороне пластины (отрицательное поверхностное напряжение), иллюстрирует эффект знака деформации. Именно сравнение скорости коррозии на выпуклой и вогнутых сторонах пластины дает информацию о поверхностном напряжении, этой трудно определяемой величине. При небольшой продолжительности испытания и небольшой величине действующих напряжений коррозия протекает быстрее в условиях сжатия (на вогнутой стороне).

Проведенные испытания на коррозионное растрескивание в 3% растворе NaCl немагнитной стареющей азотосодержащей стали X15AG14H8Ф (0,406% N, 1,26% V) после закалки от 1200°C и старения при 650°C – 16 час плоских образцов, с предварительно полученной усталостной трещиной, на изгиб с постоянной нагрузкой показало, что марганцевоникелевые стали с дисперсными частицами нитрида ванадия

имеют повышенное сопротивление коррозионному растрескиванию в 3% растворе NaCl (рисунок 4.39).

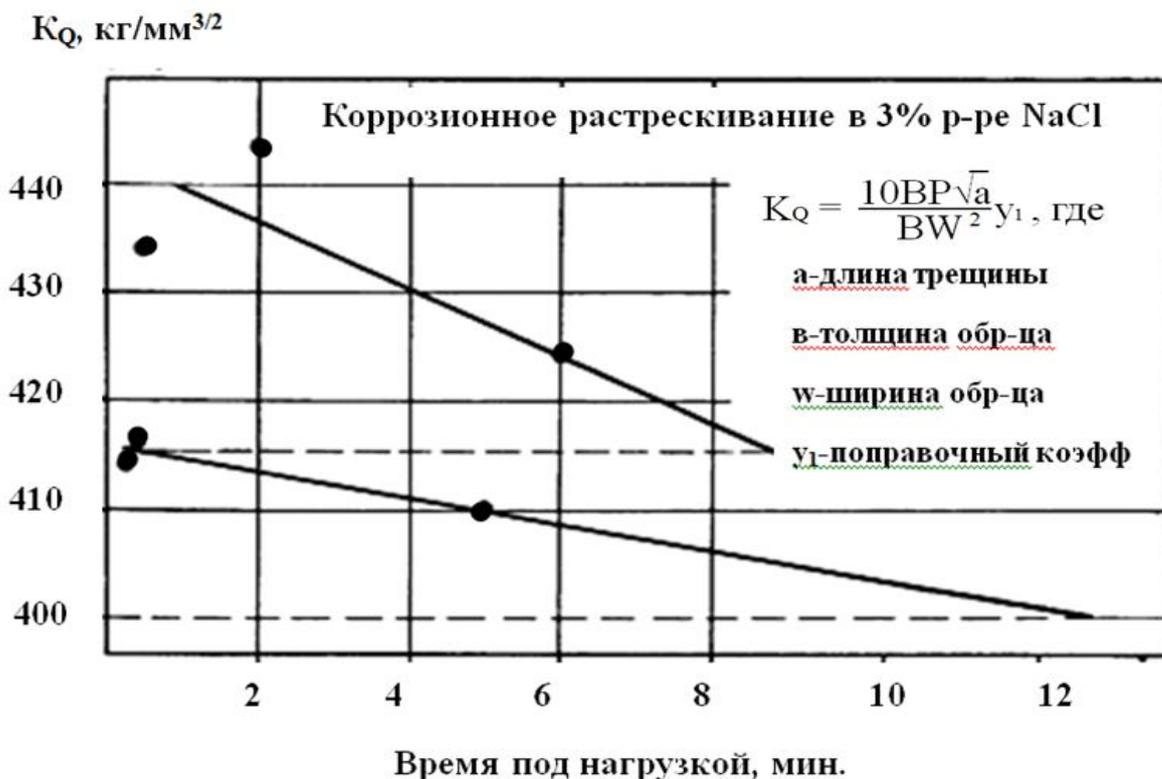


Рисунок 4.39 – коррозионное растрескивание в 3,5% растворе NaCl немагнитной стареющей азотосодержащей стали X15AG14N8Ф (0,406% N; 1,26% V) после закалки от 1200°C и старения при 650°C – 16 час.

Натурные коррозионные испытания образцов из сталей 05X22AG8M2Ф и 12X18H10T в морской воде – приведены в таблице 4.12.

Таблица 4.12 - Основные коррозионные характеристики образцов в 3,5% NaCl.

Сталь	$K, \text{ г/м}^2 \text{ год}$	$E_k, \text{ мВ (х.с.э.)}$	C_{s-g}	$J_k, \text{ А/см}^2$	$R_p, \text{ Ом}\cdot\text{см}^2$	$ Z _{f=0}, \text{ Ом}\cdot\text{см}^2$
До проведения натуральных испытаний						
12X18H10T	-	-40	39,7	$2,7 \cdot 10^{-8}$	$1,5 \cdot 10^6$	$3,3 \cdot 10^5$
05X22AG8M2Ф	-	-30	25,1	$6,5 \cdot 10^{-9}$	$3,9 \cdot 10^6$	$7,3 \cdot 10^5$
После 12 месяцев атмосферной экспозиции						
12X18H10T	0,10	6	28,1	$2,4 \cdot 10^{-9}$	$1,2 \cdot 10^7$	$5,3 \cdot 10^5$
05X22AG8M2Ф	0,06	-15	26,5	$2,1 \cdot 10^{-9}$	$1,3 \cdot 10^7$	$7,7 \cdot 10^5$
После 12 месяцев экспозиции в морской воде						
12X18H10T	0,378	-36	35,7	$5,0 \cdot 10^{-9}$	$7,1 \cdot 10^6$	$3,6 \cdot 10^5$
05X22AG8M2Ф	0,235	-9	29,3	$4,0 \cdot 10^{-9}$	$7,3 \cdot 10^6$	$4,0 \cdot 10^5$

Выводы по главе 4

1. Исследована статическая и усталостная прочность коррозионно-стойкой аустенитной азотсодержащей стали 05X22AG15N8MФ в разных структурных состояниях после горячей прокатки при 1100°С, закалки от 1150°С и закалки от 1150°С с последующим нагревом при 800°С в течение 1 и 10 ч. Присутствие в структуре образцов относительно крупных частиц Cr₂N, выделившихся по механизму прерывистого распада в процессе нагрева при 800°С, не приводит к повышению механических характеристик изученной стали. Показано, что максимальную долговечность и более высокий предел выносливости (400 МПа) имели образцы, у которых в процессе прокатки при 1100°С формируется мелкозернистая аустенитная структура с большим количеством двойников и высокой плотностью дислокаций. У образцов после закалки от 1150°С с крупнозернистой структурой достигается меньший предел выносливости (345 МПа). Образцы после закалки и после закалки и последующего старения имеют практически одинаковый предел выносливости, однако ограниченная долговечность больше у образцов после закалки без старения. Концентратор напряжения снижает предел выносливости образцов после прокатки с 500 МПа (гладкие образцы) до 300 МПа (образцы с V – образным надрезом). Коррозионная среда в случае закаленных образцов не снижает циклическую прочность, а некоторое ее увеличение связано с охлаждением поверхности образцов коррозионной средой.

2. Фрактографические исследования усталостного разрушения стали 05X22AG15N8MФ показали, что зарождение усталостной трещины практически во всех случаях происходит в углах ребер плоских образцов по сдвиговому механизму. Распространение усталостной трещины в образцах после горячей прокатки и закалки связано с образованием усталостных бороздок с частичным растрескиванием металла у вершины распространяющейся трещины. Статический долом связан с вязким ямочным

разрушением. Нагрев после закалки приводит к резкому увеличению размера зерна и, как следствие, к смешанному механизму распространения усталостной трещины (внутризеренному и межзеренному). Ускоренный рост усталостной трещины и статический доллом связаны с межзеренным разрушением.

3. Изучено влияние режимов термической обработки на характеристики и механизмы разрушения высокоазотистой аустенитной стали 05X20Г10Н3АМФ при ударном нагружении. Показано, что сталь проявляет хладноломкость, свойственную материалам с объемно центрированной кристаллической решеткой. И использованные режимы термической обработки понижают температуру вязко-хрупкого перехода (T_C) ~ на 30°C: от -80 до -100÷115°C для образцов послековки и после закалки от 1100 °C и нагрева 0,5 час при 850°C, соответственно. Более длительный нагрев (6 час.) после закалки приводит к повышению T_C до -80 °C. Повышенными характеристиками ударной вязкости (255 Дж/м²) и трещиностойкости (288,4 Дж/м²) на стадии зарождения трещины обладает сталь после закалки от 1100°C. Влияние радиуса вершины надреза на ударные свойства исследуемой стали незначительно. Анализ диаграмм ударного разрушения показал, что закалка от 1100°C и последующий нагрев 0,5 и 6 час. при 850°C исследованной стали приводят к значительному увеличению работы распространения трещины, наиболее высокие значения (164,4 Дж) работы распространения трещины имеет сталь в состоянии после закалки от 1100 °C.

4. Основным механизмом разрушения в интервале вязко-хрупкого перехода стали после закалки от 1100°C и нагрева при 850°C является образование ГЦК-фасеток внутризеренного разрушения, сдвиговых и плоских ямок, языков сдвига и фасеток межзеренного разрушения. Предложена модель образования ГЦК - фасеток скола в аустенитных сталях, связанная с предшествующим разрушению легким скольжением стали под действием низкого напряжения сдвига и развитием разрушения при напряжении, меньшем предела текучести материала.

5. Высокоазотистая аустенитная нержавеющая сталь 04X20H6Г11М2АФБ в горячекатанном при 1100-900°C и закаленном от 1100°C состояниях обладает достаточно высокой трещиностойкостью. После закалки от 1100°C значения трещиностойкости K_c^* горячекатанной стали снижаются на 11,8 %. Снижение трещиностойкости горячекатанной стали после закалки в значительной мере связано с уменьшением плотности дислокаций и количества деформационных двойников. Анализ изломов образцов после прокатки и после закалки показал, что характер разрушения стали вязкий, однако после закалки на участке стабильного роста трещины появляются области малоэнергетического разрушения, близкие к квазисколу.

6. В результате эксперимента установлено, что наибольшей износостойкостью обладает сталь 05X22АГ18Н8М2Ф после закалки от 1100°C с отпуском в 800°C в течение 1 часа, что обусловлено наличием в ее структуре наличием твёрдых частиц нитридов хрома которые формируют $\gamma + Cr_2N$ структуру, что обусловлено наличием твёрдых частиц – нитридов хрома Cr_2N и мартенсит деформации в тонких поверхностных слоях. Установлено, что для снижения температуры вязко-хрупкого перехода (T_x) ниже -196°C в аустенитных Cr-Mn-NiCr-Mn-Ni-N сталях с содержанием азота в них γ -твердом растворе должно быть не более 0,4%. Скорость износа существенно зависит от деформационного упрочнения аустенита образования мартенсита деформации и наличие твёрдых частиц – нитридов, типа Cr_2N . С увеличением нагрузки, времени длительности испытания, скорости оборотов износостойкость уменьшается, масло же позволяет получить наивысшую износостойкость с нулевым износом в течение 1 часа испытания. Характер изменения твердости и износостойкости аустенитных коррозионно-стойких сталей 05X22АГ15Н8М2Ф и X18Н10Т от условий испытания и наклепа сталей существенно различаются. При нагрузке на образец 0,5 кг и скорости вращения контртела 460 об/мин потеря массы образцов после испытания практически одинаковая. С увеличением скорости вращения контртела от 460 до 1160 об/мин при нагрузках на образец 0,5 и 1,0 кг для стали X18Н10Т

и 0,5 кг для стали 05X22АГ15Н8М2Ф получена линейная зависимость потери массы образцов от времени испытания на износ. При этом выявляется значительное преимущество по сопротивлению износу стали 05X22АГ15Н8М2Ф, аустенит которой по сравнению со сталью 12Х18Н10Т обладает большей дефектностью кристаллической решетки.

Износостойкость при трении скольжения азотосодержащего сплава 05X22АГ15Н8М2Ф определяется его способностью к деформационному упрочнению, в структуре которого присутствует достаточное количество азотосодержащего аустенита в сочетании с небольшим количеством карбонитридов $Cr_2(C,N)$ или нитридов Cr_2N .

7. Коррозионные исследования двух видов высокопрочной стали: испытания КРН и электрохимические испытания, показали, что выдержка при 500°C повысила коррозионные свойства стали при испытании без нагрузки. В коррозионной среде под нагрузкой (КРН) прочность стали, наоборот, понизилась, что связано с гомогенным распадом аустенита. После 3-часовой выдержки при 800°C присутствие в структуре σ -фазы привело к ухудшению коррозионных свойств.

8. Используемые методы (весовой и водородный) определения скорости коррозии изогнутых пластин из высокоазотистой стали 05X22АГ15Н8М2Ф в растворах серной и соляной кислот показали, что скорость растворения металла на растянутой стороне выше, чем на сжатой стороне. Преобладание коррозии на вогнутой стороне свидетельствует об отрицательном знаке поверхностного натяжения стали на границе с раствором. Высокое содержание хрома в стали 05X22АГ15Н8М2Ф, формирующее пассивирующую пленку, замедляет процесс коррозии на начальной стадии процесса в изученных средах.

9. Показано, что одновременное воздействие механического деформирования и агрессивной среды в реакционном пространстве «твердое тело-электролит» стимулирует коррозию компонентов сплава и, как следствие, формирование оксидного слоя продуктов взаимодействия металла со средой.

Глава 5. Исследование технологических свойств новых азотосодержащих сталей

5.1. Исследование свариваемости коррозионностойких аустенитных сталей для низкотемпературной службы

Относительно невысокий уровень прочности ($\sigma_{0,2} < 400\text{МПа}$) применяющихся в криогенной технике коррозионностойких аустенитных сталей ограничивает возможности их применения для высоконагруженных сварных конструкций. Одним из перспективных путей повышения прочности таких сталей является легирование их азотом в количествах, близкой к максимальной его растворимости в расплаве при температуре сварки, в сварном шве [217]. Для повышения прочности сварных соединений (СС) химический состав сталей должен обеспечивать:

- высокую растворимость азота в жидком металле и кристаллизацию без образования δ – феррита, обеспечивающую высокое содержание азота в γ – твердом растворе;
- стабилизацию аустенита сварного шва (СШ) и основного металла (ОМ) по отношению к $\gamma \rightarrow \alpha$, $\gamma \rightarrow \sigma$, $\gamma \rightarrow \varepsilon$ превращениям;
- формирование структуры с малым количеством нитридов с целью измельчения аустенитного зерна при отсутствие карбидов типа $M_{23}C_6$ в основном металле и δ – феррита в сварном шве (это выполняется у низкоуглеродистых сталей с соотношением $C / N < 0,15$ в хромомарганцевых сталях и $< 0,09$ в хромоникелевых сталях).

При этом необходимо иметь близкое по величине содержание азота на всех участках СС, минимальную реакцию ОМ на термический цикл сварки и получение беспористых швов. Определяя химический состав высокоазотистых сталей и режимы их термической и термопластической обработки, следует учитывать их склонность к выделению нитридов хрома при 500-900°С по механизму прерывистого распада. Проявление

нестабильности аустенита выражено тем более резко, чем больше степень пересыщения аустенита азотом. Прерывистый распад аустенита, пересыщенного азотом, с образованием перлитоподобных колоний типа аустенит с равновесным содержанием азота – нитрид типа Cr_2N . Скорость прерывистого распада зависит от скорости изменения температуры, что приводит к неоднородности механических свойств по сечению деталей больших размеров. Кроме того, прерывистый распад снижает пластичность и ударную вязкость, а также ухудшает свариваемость стали. Устранение отрицательного влияния прерывистого распада на механические свойства стали может быть достигнуто несколькими путями в том числе:

- использованием горячей пластической деформации с окончанием при температурах выше температуры протекания прерывистого распада, но ниже температуры собирательной рекристаллизации аустенита;
- легированием ванадием, обеспечивающим смену механизма прерывистого распада на непрерывный, что осуществимо при соотношении $V_{\text{ат}} / N_{\text{ат}} \geq 1$.

Исследована структура и механические свойства стали типа 05X22AG15H8M2Ф с различным содержанием азота (0,2 – 0,34%). Стали сваривали аргодуговой сваркой. При сварке стали X22AG15H8M2Ф (0,20 – 0,34% N) в ОМ и в зоне термического влияния (ЗТВ) сварного шва формируется структура «аустенит + σ -фаза» а в СШ – структура «аустенит + δ -феррит», σ -фаза в стали с соотношением $1,00 < \text{Cr}_{\text{ЭКВ}} / \text{Ni}_{\text{ЭКВ}} < 1,40$ не образуется. У стали с $\geq 0,53\%$ N структура ОМ и ЗТВ представляет собой двойникованный аустенит, а структура СШ – ячеисто-дендритный аустенит. При содержании N $\sim 0,70\%$ в ЗТВ по границам аустенитных зерен присутствует большое количество нитридов, в СШ – аустенитная ячеисто-дендритная структура с обогащенным никелем междендритными областями.

Влияние содержания азота на механические свойства сварных соединений стали X22AG15H8MФ после горячей прокатки показано в таблице 5.1.

Таблица 5.1- механические свойства сварных соединений стали типа X22AG16H8MФ с различным содержанием азота после горячей прокатки при 1150°С.

N,%	σ_b , МПа	σ_{02} , МПа	δ ,%	ψ ,%	КСУ, МДж/м ²	
					20°С	-196°С
0,20	629	615	6	5,1	0,15	0,09
0,32	821	629	14	11,8	0,31	0,21
0,44	795	601	19	40,7	0,90	0,39
0,53	897	589	49	67,3	2,59	0,70
0,59	863	628	24	29,9	1,21	0,41
0,70	860	595	24	41,8	0,95	0,30

Вязкость сталей с относительно низким содержанием азота существенно ниже, чем у высокоазотистых сталей. Низкие значения пластичности и ударной вязкости СС стали, содержащей 0,32% N, обусловлены наличием σ -фазы в структуре ОМ и δ -феррита в СШ, что иллюстрируется данными таблицы 5.2.

Таблица 5.2- Механические свойства ОМ и СШ стали типа X22AG16H8MФ после прокатки при 1150°С (числитель) и закалки от 1150°С (знаменатель).

N, масс %	Зона СС	σ_b , МПа	σ_{02} , МПа	δ ,%	ψ ,%	КСУ, МДж/м ²	
						20°С	-196°С
0,34	ОМ	821	629	14,0	11,8	0,31	-
		805	483	58,9	68,1	3,21	-
	СШ	827	629	13,1	14,2	0,33	0,15
		809	485	39,3	41,2	1,97	0,90
0,53	ОМ	897	589	49,0	67,3	2,63	0,73
		823	446	62,1	68,3	2,97	1,95
	СШ	892	569	28,9	42,8	2,87	0,63
		773	493	33,4	41,1	1,95	1,05

СС стали X22AG16H8MФ, содержащей 0,53% и 0,70% N, состоят из 100% γ - фазы и являются немагнитными ($\mu \leq 1,01$ Гс / э) даже не будучи подвергнуты термической обработке после сварки.

В процессе исследования стабильности аустенита в ЗТВ СС изучено влияние температуры нагрева и скорости охлаждения на ударную вязкость стали, с целью определения реакции ОМ на термический цикл сварки. Сталь

X22AG16H8MФ сохраняет высокое значение ударной вязкости ($KCU=3,2$ МДж/мм²) после выдержки при 800°С продолжительностью до 1 часа, что обусловлено незначительным развитием процесса выделения нитридов хрома типа Cr₂N.

Исследования свариваемости сталей 03X20H16AG6 и 05X22AG15H8M2Ф показали, что они свариваются аргонно-дуговой и дуговой сваркой под флюсом. Сварные соединения горячекатаной стали 05X22AG16H8MФ по прочностным свойствам превышают аналогичные свойства сварных соединений стали 03X20H16Г6 (таблица 5.3).

Таблица 5.3 - Механические свойства сварных соединений горячекатанных заготовок сталей 05X22AG16H8M и 03X20H16Г6.

Сталь	Сварочные материалы	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %	ψ , %	KCU, МДж/м ²
05X22AG16H8MФ	св-05X22AG16H8MФ аргон	641	853	24	43	2,1
	св-05X22AG16H8MФ флюс АНК-67	623	891	29	45	1,9
	св-05X22AG18H18MB2 флюс АНК-67	683	931	27	40	1,2
03X20H16AG6	св-01X19H15AG6M2B2 флюс АН-26	374	650	39	49	1,7
	св-01X19H18Г10АМ4 аргон	408	663	34	41	2,1
	св-01X19H18Г10АМ4 флюс АН-5	391	661	49	71	2,9
	св-01X15H9AG6M флюс АН-26С	391	687	43	57	1,9

При этом по величине относительного удлинения сварные соединения первой стали уступают второй, а по относительному сужению и ударной вязкости находятся с ними почти на одном уровне.

В сварных швах стали 05X22AG16H8M структура неоднородная. У линии сплавления шва формируется развитая ячеистая структура, а в центральной части шва – типично дендритная или ячеисто-дендритная, образование которой связано с пониженной скоростью охлаждения этой зоны шва. Получение равных значений прочности и вязкости сварных

соединений и основного металла обеспечивается при минимальном изменении структуры стали в зоне термического влияния сварки (З.Т.В.). В З.Т.В. стали наблюдали две зоны с различной структурой: 1 – околосшовная зона, где наблюдается рост зерна и 2 – зона, в которой выделяется нитридная фаза.

Для известных свариваемых аустенитных хромоникелевых сталей, содержащих 0,2-0,3% N при содержании азота более 0,30% отмечается увеличение вероятности порообразования в сварном шве, что не позволяет повышать в них содержание азота более 0,3%. Радиографический контроль сварных швов стали 05X22AG15H8M2Ф не обнаружил в ней дефектов типа пор из-за высокой растворимости азота в расплаве этих сталей.

Как показали результаты изучения распределения азота в сварных соединениях изученных сталей, их сварной шов по сравнению с основным металлом имеет пониженное содержание азота. Азот распределен равномерно в сварном шве и в зоне термического влияния.

Использование при сварке исследованных сталей керамического флюса марки АНК-67 приводит к незначительному росту содержания кремния и снижению концентрации марганца в швах. При этом концентрация вредных примесей – серы и фосфора в металле шва сохраняется на уровне характерном для основного металла.

Вязкость разрушения стали 05X22AG15H8M2Ф зависит от ее структурного состояния при криогенных температурах. Сравнение механических свойств сварных и не сварных образцов стали 05X22AG15H8M2Ф в различных структурных состояниях (послековки,ковки и закали от 1100°С) показало, что они имеют примерно тот же уровень прочностных свойств, что и не сварные образцы в состоянии послековки и закали от 1100°С. При этом предел текучести кованого сварного образца в 2 раза ниже кованого не сварного образца. Относительное удлинение сварных образцов, не подвергнутых закалке после сварки, примерно в 2 раза ниже, чем у не сварного образца послековки и закали и

составляет 25-30%. Ударная вязкость сварных образцов при 20°C является довольно высокой и в зависимости от вида их обработки до и после сварки, колеблется примерно от 1,8 до 3,5 МДж/м², т.е. близка по уровню, либо превышает ударную вязкость кованных не сварных образцов в тех же условиях испытаний. Более высокую ударную вязкость в сочетании с пластичностью из испытанных сварных образцов имели те, которые были закалены послековки. Структура стали после сварки и последующей закалки более однородная, граница между основным металлом и сварным швом не столь резкая, как в отсутствие закалки после сварки. Большая однородность микроструктуры стали подтверждается и результатами измерений микротвердости, проведенных для этих образцов от центра сварного шва в зону основного металла.

Закалка от 1100°C кованных образцов до или после сварки увеличивает полную работу разрушения (A), работу зарождения (A_3) и распространения (A_p) трещин при испытании на ударную вязкость при температурах + 20 и – 196°C (таблица 5.4). Снижение температуры испытания от + 20 до – 196°C приводит к уменьшению энергии, затрачиваемой на A_3 и A_p . Такое изменение A_3 и A_p , по-видимому, связано с упрочнением (повышением плотности дислокаций) из-за снижения энергии дефектов упаковки высокоазотистого аустенита изученных сталей. Наибольшие значения A_3 , A_p и A обеспечивает закалка от 1100°C до и после сварки (таблица 5.4).

Высокие показатели характеристик разрушения сварных соединений стали 05X22AG15H8M2Ф, особенно после закалки, в значительной мере обусловлены высокой стабильностью ее аустенита к мартенситному превращению при пластической деформации и охлаждении до – 196°C.

Таблица 5.4 - Влияние закалки от 1100°С до и после сварки на характеристики разрушения (A , A_z и A_p) образцов сварных соединений стали 05X22AГ15Н8М2Ф, испытанных на ударную вязкость.

Обработка	Температура испытания, °С	A_z , Дж	A_p , Дж	A , Дж
Ковка + сварка	20	61,4	90,6	152,0
	-196	22,2	4,8	27,0
Ковка + закалка + сварка	20	64,6	99,4	164,0
	-196	49,0	6,0	55,0
Ковка + сварка + закалка	20	89,7	147,3	237,0
	-196	42,7	25,3	68,0
Ковка + закалка + сварка + закалка	20	122,6	154,4	277,0
	-196	61,5	22,5	84,0

Изломы всех образцов после испытаний оставались немагнитными. При исследовании изломов образцов сварных соединений, испытанных при +20°С наблюдали вязкий характер разрушения (рисунок 5.1 а). У изломов образцов после сварки и закалки от 1100°С, размер ямок увеличивается. При снижении температуры испытания от +20 до -196°С в изломах образцов наблюдали квазивязкий характер разрушения с образованием мелких ямок, глубоких гребней и микротрещин (рисунок 5.1 б, в).

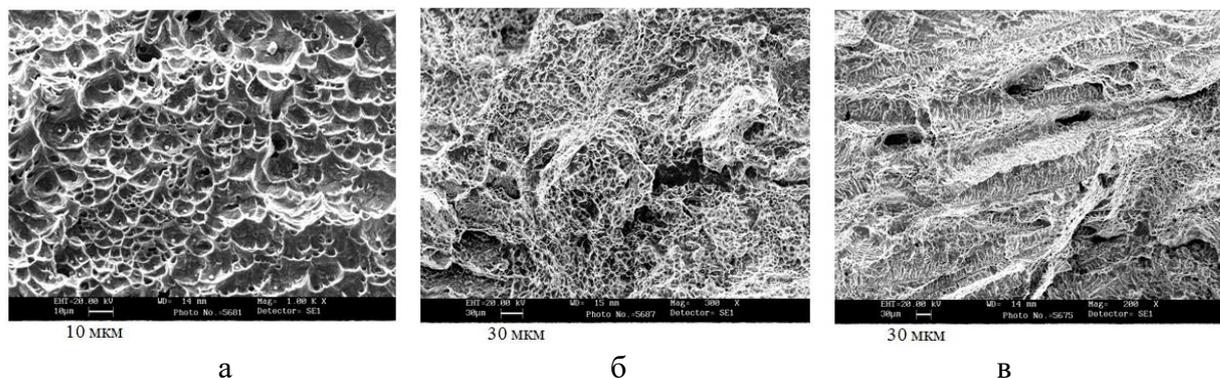


Рисунок 5.1 - Фрактограммы образцов сварных соединений сплава 05X22AГ15Н8М2Ф, испытанных на ударную вязкость при +20°С (а - $\times 1000$) и -196°С (б, в - $\times 300$), обработка: закалка + сварка + закалка (а и б), закалка + сварка (в).

Для оценки свариваемости стареющей стали X14AГ18Н13ФМ, упроченной дисперсными частицами VN, изучали ее микроструктуру и механические свойства после вакуумной электроннолучевой сварки.

Сварку проводили на двух пластинах размерами 15 x 50 x 500 мм по следующему режиму:

Напряжение холостого хода	72 к / Вт
Ток фокусировки	30ма
Ток луча	50ма
Скорость сварки	35,6м/час
Вакуум	5×10^{-5} мм рт. ст.

Из сварной пластины вырезали заготовки под образцы со швом и без шва на растяжение и ударную вязкость. Часть заготовок подвергали термической обработке: закалке от 1150°C и последующему старению в течение 5 час при 650°C.

Результаты испытаний (таблица 5.5) показали, что после сварки сталь сохраняет хорошее сочетание механических свойств при комнатной температуре. Микроструктурный анализ сварного шва показал наличие мелкозернистой и однородной структуры без крупных нитридных и карбидных частиц (рисунок 5.2).

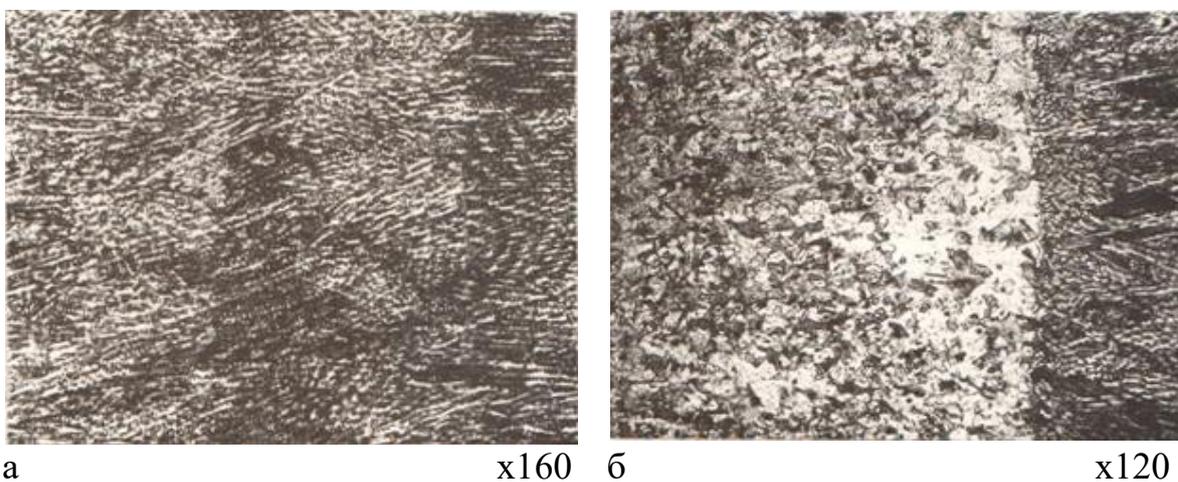


Рисунок 5.2 - Микроструктура сварного шва а) и околошовной зоны б) стали X14Г22Н9ФМ без термической обработки.

Последующая термическая обработка сварных образцов по указанному режиму приводит к повышению показателей прочности и снижению пластичности и ударной вязкости.

Таблица 5.5. Механические свойства стали X14AG18H13Ф после сварки

Обработка	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %	КСУ, МДж/м ²
Без сварки (ковка)	955	708	36,2	64,7	1,81
Сварка без обработки	885	720	21,5	63,4	0,75
Сварка + закалка 1200°C + 650°C 5 час	1106	814	19	35,2	0,30

Фрактографическое исследование образцов, испытанных при +20 и -253°C стали X14AG22H9ФМ, обработанных по оптимальному режиму показало, что вязкий ямочный характер разрушения сохраняется вплоть до -253°C (рисунок 5.3).

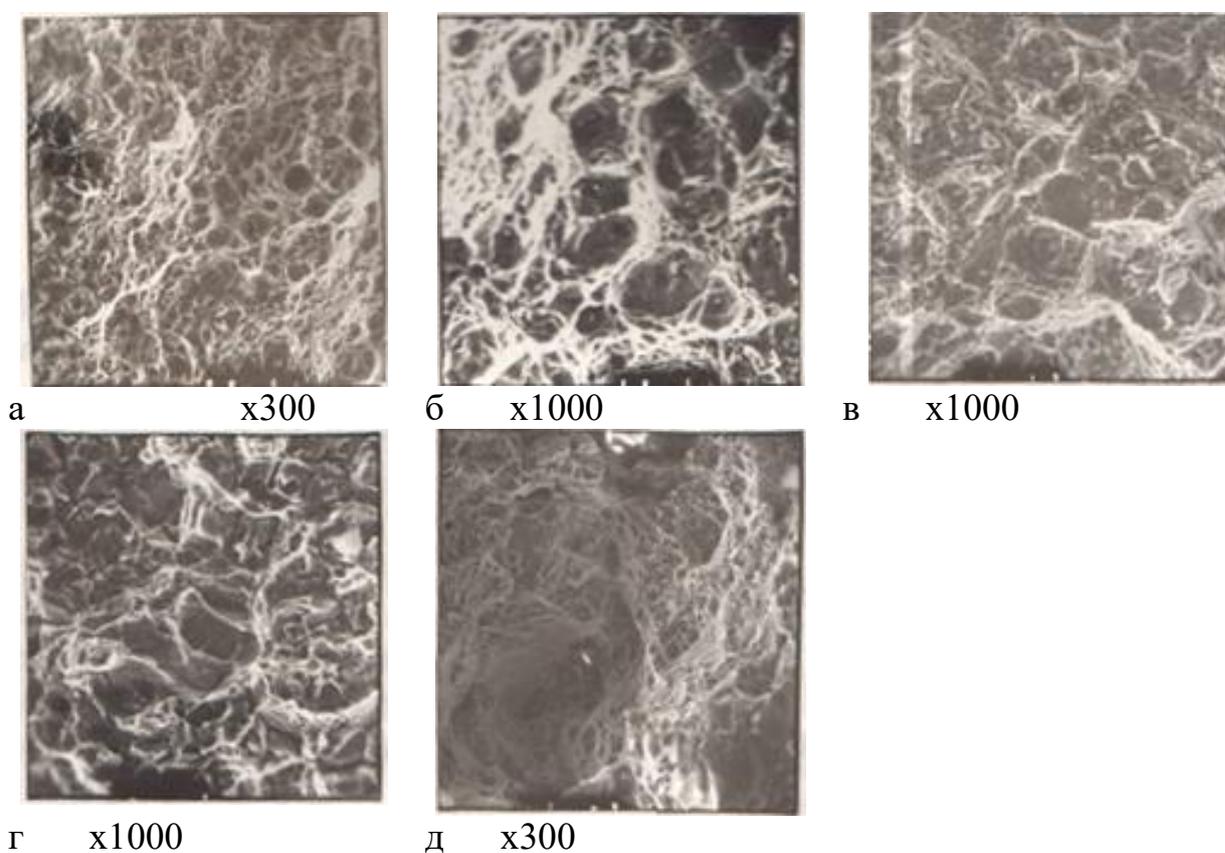


Рисунок 5.3 -Фрактограммы стали X14AG22H9ФМ, после испытания при: +20 а, б; -196 °С в, г; -253°C д.

5.2. Исследование обрабатываемости резанием при точении

Практическое использование высокоазотистой аустенитной стали 06X22AG15H8M2Ф для высоконагруженных изделий криогенной техники зависит от ее обрабатываемости резанием.

Исследование структуры поверхностных слоев заготовок стали 06Х22АГ15Н8М2Ф после точения показало, что эти слои металла в процессе резания подвергаются значительной пластической деформации [219]. В поверхностном слое глубиной около 5 мкм наблюдали текстурированную структуру, которая представляет собой полосы скольжения, ориентированные относительно движения резца (рисунок 5.4).

Таблица 5.6- Твердость участков поверхностных слоев кованных заготовок стали 06Х22АГ15Н8М2Ф после различных режимов точения.

№ заготовки	Режимы точения			Участок	HV ₅₀
	<i>v</i> , м/мин	<i>s</i> , мм/об.	<i>h</i> , мм		
1	9,5	0,15	0,25	а	685
				б	591
				в	502
				г	405
				д	339
10	169	0,30	0,75	а	717
				б	564
				в	503
				г	490
				д	337
11	186	0,60	0,50	а	816
				б	725
				в	598
				г	502
				д	332
2	25	0,15	0,25	а	1186
				в	598
				г	473
				д	315
4	24	0,15	0,75	а	1100
				б	922
				в	428
				г	425
				д	318

V – скорость резания, *s* – подача, *h* – глубина резания.

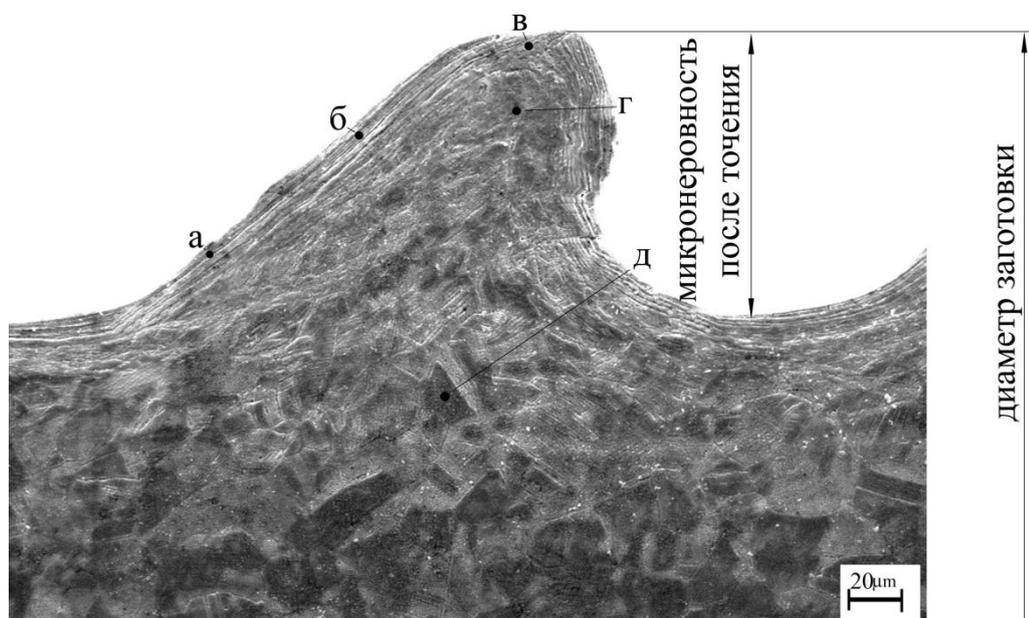


Рисунок 5.4 – Продольное сечение заготовки после точения.

Плотность полос скольжения и твердость в этом слое увеличиваются в направлении движения резца от участка «а» к участку «в» рисунок 5.4, таблица 5.6, что связано с величиной пластической деформации в процессе резания.

С увеличением степени пластической деформации при резании металлов неоднородность деформации проявляется в локализации полос скольжения и скопления отдельных дислокаций у границ зерен. Можно полагать, что этот процесс является результатом смещения зерен относительно друг друга, последующего их «заклинивания» и развития в местах заклинивания пластической деформации.

В структуре слоя, который расположен на глубине от 5 до 20 мкм от поверхности обработанной точением заготовки, наблюдали аустенитные зерна с большим количеством тонких деформационных двойников (см., например, участок «г» на рисунок 5.4) [220]. Твердость этого слоя, по сравнению с поверхностным слоем глубиной до 5 мкм (участки «а», «б», «в» на рисунке 5.4) значительно меньше, что подтверждается данными таблицы 5.6.

Обрабатываемость резанием при точении кованных заготовок стали 06Х22АГ15Н8М2Ф зависит от режимов резания. При низкой скорости

резания (9,5 м/мин) обработка заготовки №1 (таблица 5.6) была затруднительна из-за образования большого нароста на режущей кромке резца, приводящего к его поломке (таблица 5.7). Образующаяся при резании сливная стружка создает повышенное трение о заднюю поверхность резца.

Таблица 5.7 - Влияние скорости (v), подачи (s) и глубины (h) точения заготовок сталей 06X22AG15H8M2Ф и 08X18H10T на износ резцов.

Сталь	Обработка стали	№ заготовки	v , м/мин	s , мм/об	h , мм	R (площадь изношенной поверхности резца), мм ²	
06X22AG15H8M2Ф	Ковка	1	9,5	0,15	0,25	Разрушение резца при точении	
		2	25	0,15	0,25	0,0330	
		3	25	0,15	0,50	0,047	
		4	24	0,15	0,75	0,058	
		5	26	0,15	1,00	0,580	
		6	69	0,15	0,25	0,123	
		7	63	0,15	0,50	0,175	
		8	52	0,15	0,75	0,217	
		9	74	0,30	0,25	0,113	
		10	169	0,30	0,75	> 0,5	
		11	186	0,60	0,50	> 0,5	
		12	29	0,28	0,50	0,142	
		13	27	0,28	0,75	0,179	
		14	25	0,58	0,25	0,273	
		15	22	0,58	0,50	0,128	
		16	28	0,58	0,75	0,179	
		17	29	0,45	0,25	0,070	
		18	29	0,45	0,30	0,108	
		19	27	0,45	0,75	0,085	
		20	61	0,60	0,25	0,208	
		Закалка 1100°C	21	24	0,15	0,25	0,259
			22	22	0,15	0,50	0,520
		Отжиг 800°C -2 ч	23	25	0,15	0,25	0,255
08X18H10T	Ковка	24	26	0,15	0,25	0,090	
		25	25	0,15	0,50	0,118	
		26	25	0,15	0,75	0,132	
		27	25	0,15	1,00	0,710	
	Закалка 1100°C	28	28	0,30	0,25	0,133	
		29	26	0,30	0,50	0,142	

Увеличение скорости резания от 9,5 до 21-74 м/мин при глубине резания 0,25-0,75 мм и подаче 0,15-0,60 мм/об. приводит к повышению стойкости резцов при точении кованных заготовок №№ 2 - 9 и №№ 12 - 20 (таблица 5.7).

При таких режимах резания налипание металла на инструмент отсутствует, стружка светлая и сходит с обрабатываемой заготовки в виде «чешуек». Из-за большого наклепа металла при точении в поверхностном слое глубиной около 5 мкм твердость в участках «а», «б» и «в», по сравнению с участками структуры исходного металла до точения (например - «д»), , твердость примерно в 3 раза выше (таблица 5.6).

Обрабатываемость при точении азотосодержащей стали резко снижается при скорости резания 169 и 186 м/мин (заготовки №10 и №11, таблица 5.7) из-за значительного повышения температуры в зоне резания. Участки поверхностного слоя заготовок 10 и 11 на глубине до 5 мкм имели твердость равную соответственно HV₅₀ 717 и 816 (таблица 5.6).

Термическая обработка (закалка от 1100°С с охлаждением в воде или отжиг при 800°С в течение 2 ч с охлаждением на воздухе) кованных заготовок стали 06Х22АГ15Н8М2Ф, несмотря на снижение ее прочности (таблица 5.8), существенно снижает стойкость резцов при точении заготовок №№21, 22 и 23(таблица 5.7).

Таблица 5.8- Механические свойства стали 06Х22АГ15Н8М2Ф после различных обработок.

Обработка	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %	КСУ, Мдж/м ²
Ковка	1212	1151	15,8	56,5	2,14
Ковка + закалка 1100°С	866	484	58,0	75,0	5,45
Ковка + отжиг 800°С 2 часа	841	484	57,2	51,0	1,82

При одинаковых режимах резания ($v \sim 25$ м/мин, $s = 0,25$ мм/об., $h = 0,25$; 0,50 и 0,75 мм) стойкость резцов при точении кованных заготовок №№2, 3 и 4 (таблица 5.7) азотистой стали 06Х22АГ15Н8М2Ф по сравнению с заготовками №№24, 25 и 26 (таблица 5.7) стали 08Х18Н10Т примерно в 2

раза выше (рисунок 5.5), что связано с бóльшим наклепом поверхностного слоя стали 08X18H10T из-за образования мартенсита деформации.

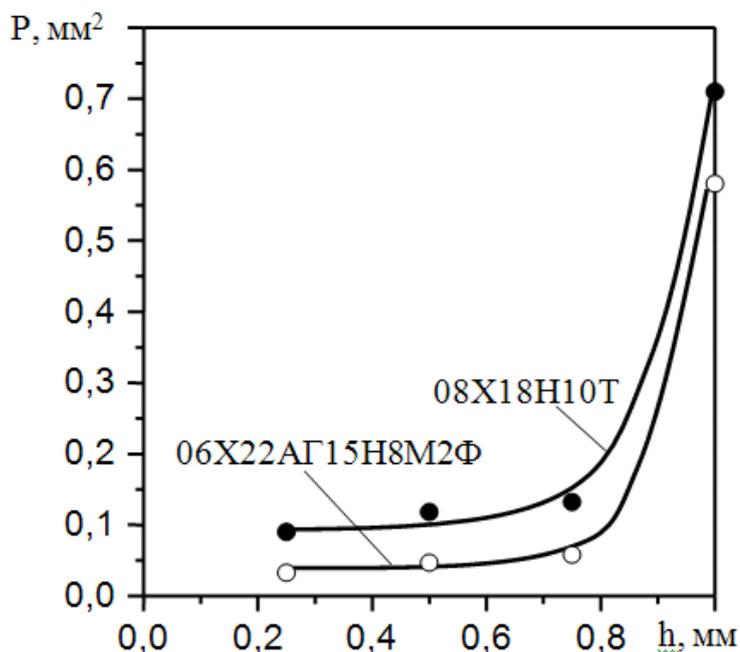


Рисунок 5.5 - Изменение площади износа резцов в зависимости от глубины точения при $v \sim 25$ м/мин и $s = 0,15$ мм/об. Кованых заготовок №№ 2-5 стали 06X22AG15H8M2Ф и кованых заготовок №№ 26-28 стали 08X18H10T.

Закалка от 1100°C кованых заготовок стали 06X22AG15H8M2Ф обеспечивает высокое пересыщение аустенита азотом в результате практически полного растворения нитридов хрома при нагреве под закалку. Закаленные от 1100°C заготовки №21 и №22 стали 06X22AG15H8M2Ф по сравнению с заготовками №28 и №29 стали 08X18H10T имели больший износ (таблица 5.8), т.к. интенсивность деформационного упрочнения азотистого аустенита стали выше углеродистого.

Стойкость резцов в процессе точения при $v \sim 25$ м/мин, $s = 0,25$ мм/об. $h = 0,15$ мм отожженной при 800°C в течение 2 час заготовки №23 такая же, как и закаленной заготовки №21 (таблица 5.7).

Максимальная стойкость резцов в процессе точения достигается при $v = 25$ м/мин, $s = 0,15$ мм/об., $h = 0,25$ мм. Методом тонких фольг «на просвет» была исследована структура формирующиеся в поверхностном слое

толщиной ~0,1 – 0,5 мкм в процессе торцевого точения следующих образцов (таблица 5.9).

Таблица 5.9 - Состояние и режим обработки образцов.

№ обр.	Состояние образца и режимы обработки
1	05X22АГ15Н8М2Ф-Ш, зак.+ 800°С, 6 ч, охл. с печью, глубина резания 1 мм.
2	05X22АГ15Н8М2Ф-Ш, зак.+ 800°С, 6 ч, охл. с печью, глубина резания 0,15 мм.
3	05X22АГ15Н8М2Ф-Ш, горячая прокатка, глубина резания 1 мм.
4	05X22АГ15Н8М2Ф-Ш, горячая прокатка +1100°С, 1 ч, зак. в воду, глубина резания 0,15 мм.
5	05X22АГ15Н8М2Ф-Л, литое состояние.+ 1200°С, 1 ч, зак. в воду, глубина резания 0,15 мм
6	05X22АГ15Н8М2Ф-Ш, горячая прокатка +1100°С, 1 ч, зак. в воду, глубина резания 1 мм.
7	05X22АГ15Н8М2Ф-Л, литое состояние.+ 1200°С, 1 ч, зак. в воду, глубина резания 1 мм
8	05X22АГ15Н8М2Ф-Ш, горячая прокатка,глубина резания 0,15 мм.
9	05X22АГ15Н8М2Ф-Л, литое состояние, глубина резания 0,15 мм
10	05X22АГ15Н8М2Ф-Л, литое состояние, глубина резания 1 мм

Заготовки для тонких фольг были отрезаны при интенсивном охлаждении струей воды отрезным диском толщиной 0,5 мм параллельно торцевой поверхности точения и далее утонялись односторонне. Для электронографического фазового анализа исследуемой поверхности точения были сняты кольцевые электроннограммы в режиме электронографа. Микродифракционные картины были получены с площади фольги диаметром 0,3 мкм и 1 мкм, а светлопольные и темнопольные изображения структуры при одинаковых для всех образцов увеличения 30 000 и 50 000.

На рисунке 5.6 представлены типовые (т.к. все электроннограммы очень похожи) кольцевые электроннограммы, снятые в режиме электронографа «на просвет».

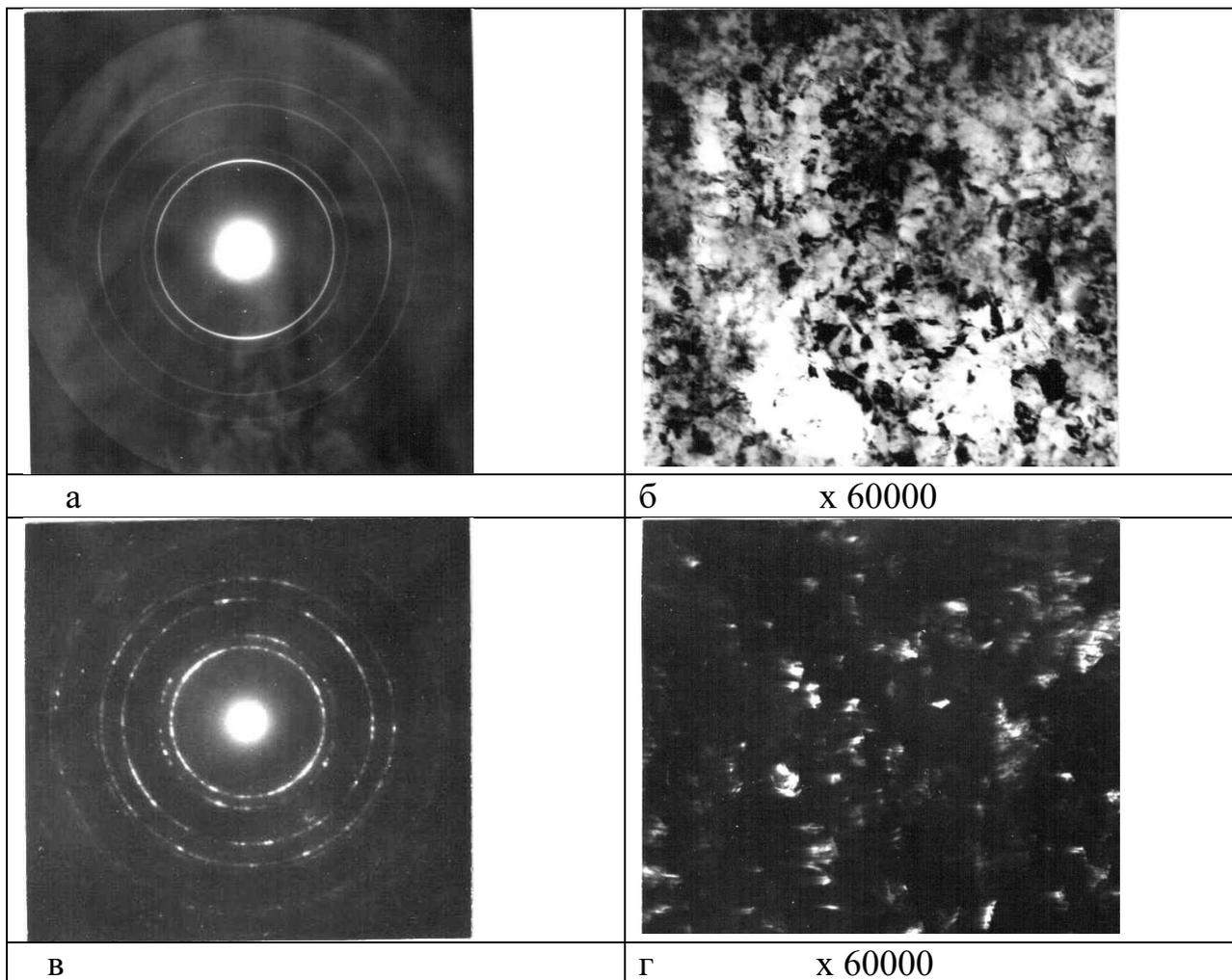


Рисунок 5.6 - Сталь 05X22АГ15Н8М2Ф-Ш, зак.+800°С, охл. с печью, глубина резания 0,15 мм: а – кольцевая электронограмма (режим электронографа), б – субструктура поверхностного слоя, в – микродифракция с площади Ø 1мкм, г – темнопольное изображение в рефл. 111_γ.

Все электронограммы содержат только линии аустенита. Отдельные точечные рефлексы, расположенные между линиями 111 и 002 аустенита, очевидно получены от нескольких зерен (частиц) σ – фазы, которая может присутствовать в данной стали в облучаемом электронами объеме металла. Все линии на кольцевой электронограмме сплошные и немного размытые из-за высокой дисперсности структуры, а интенсивность линий, в частности 111_γ и 002_γ, меняется вдоль окружности, что, очевидно, связано с текстурой, которая могла формироваться в процессе торцевого точения.

Анализ электронномикроскопических снимков субструктуры всех образцов и соответствующих микродифракционных картин показал, что

во всех исследованных образцах в поверхностном слое в результате течения произошла очень сильная пластическая деформация, которая привела к формированию нанокристаллической структуры. Об этом свидетельствуют светлопольные и темнопольные снимки структуры и кольцевой вид микродифракционных картин, снятых с площади фольги $\sim \varnothing 0,3$ мкм и 1,0 мкм, т.е. на локальном участке поверхности диаметром ~ 300 нанометров имеется множество наночастиц аустенита с большеугловыми границами между ними, нанокристаллическая структура, формирующаяся в процессе торцевого течения – неравномерна по размерам нанокристаллов. Размеры их колеблются в широких пределах – от нескольких единиц до десятков нанометров, большинство частиц σ – фазы находящихся в поверхностном слое в окружении нанокристаллов не претерпевают пластической деформации и остаются практически целыми. Внутри частиц σ – фазы не видно дислокаций или каких либо других дефектов кристаллической решетки кроме контуров экстинкции из-за упругих искажений (рисунок 5.7 а, б, в.).

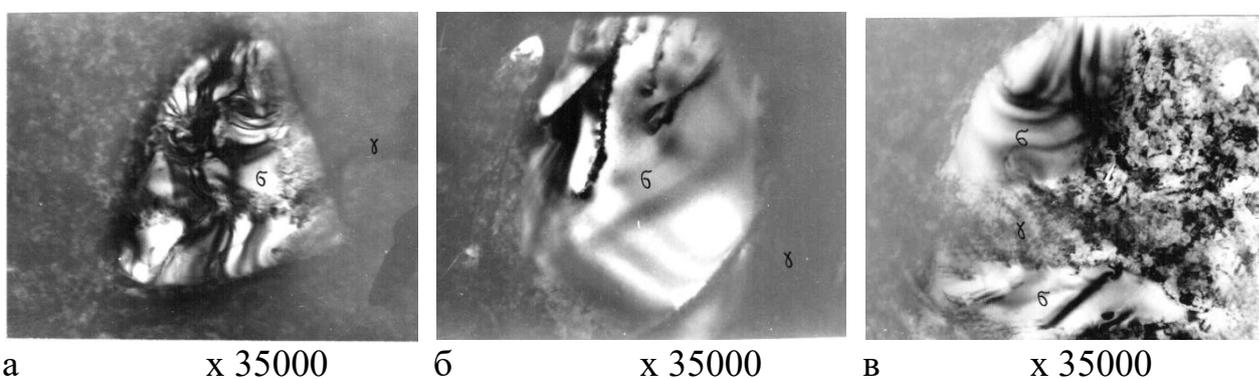


Рисунок 5.7– σ -фаза в поверхностном слое:

- а – 05X22AG15H8M2Ф-Ш, гор. прок. глубина резания 1 мм,
 б – 05X22AG15H8M2Ф-Ш, гор. прок. + 1100°C, 1 ч., зак. в воду, глубина резания 0,15 мм,
 в – 05X22AG15H8M2Ф-Ш, гор. прок. + 1100°C, 1 ч., зак. в воду, глубина резания 1 мм.

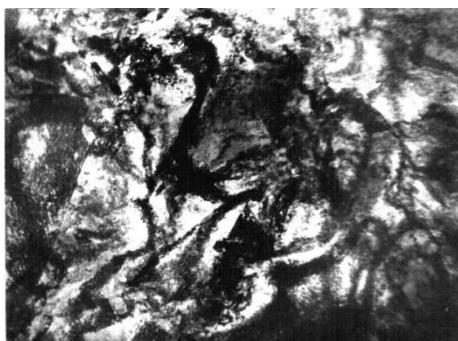
Только на рисунке 5.8 внутри крупной частицы σ – фазы видны плоские дефекты кристаллической решётки, связанные с пластической деформацией, приводит к фрагментации σ – фазы.



х 35000

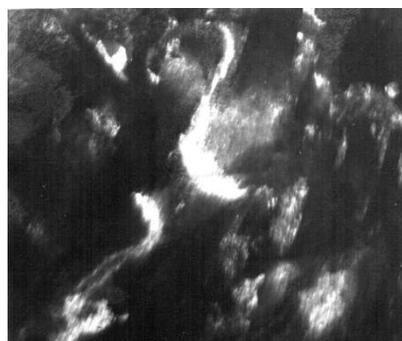
Рисунок 5.8- Сталь 05X22AG15N8M2Ф-Ш, зак.+800°С, охл. с печью, глубина резания 0,15 мм.(частица σ -фазы в поверхностном слое).

Субструктура поверхностного слоя (рисунок 5.9). характеризуется очень высокой плотностью дислокаций на фоне избыточных контуров и крупных фрагментов аустенита с широкими субграницами и деформационными двойниками.



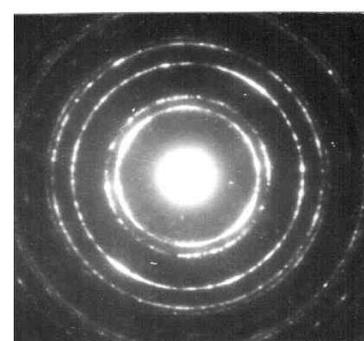
х 22000

- субструктура
подповерхностного слоя



х 22000

- темнопольное
изображение в рефл. 111_γ.



- микродифракция с
площади \varnothing 1 мкм

Рисунок 5.9- Сталь 05X22AG15N8M2Ф-Л (литое состояние, глубина резания 1 мм).

Образование нанокристаллической структуры на поверхности течения свидетельствует о том, что на определенном этапе интенсивного деформирования в условиях сдвига под давлением обычные механизмы пластической деформации аустенита скольжением и двойникованием в значительной степени исчерпывают себя и дальнейшая деформация осуществляется преимущественно относительными ротациями (до десятков

градусов) фрагментов субструктуры, которыми являются ячейки развитой дислокационной структуры и микрообъемы металла между пересекающимися деформационными двойниками аустенита.

Поскольку, как видно из представленных снимков, размеры нанокристаллов колеблются в широких пределах, то эволюция формирования нанокристаллической структуры на начальном этапе, ибо дальнейшая эволюция, как известно, связана с уменьшением среднего размера кристаллов, выравниванием их по размеру и ростом относительной разориентировки большеугловых границ, образованных частичными дисклинациями.

5.3. Исследование обрабатываемости давлением

Высокопрочные нержавеющие аустенитные стали относятся к материалам, которые трудно обрабатываются давлением из-за их высокого упрочнения азотистого аустенита и выделения большого количества нитридов в процессе горячей обработки давлением.

Для определения технологической пластичности стали 05X22AG15N8M2Ф [221] проведены испытания на растяжение и ударную вязкость в интервале температур 750-1250°C. Результаты этих испытаний приведены в таблице 5.10. Из них видно, что низкое сопротивление пластической деформации и повышенные показатели пластичности и вязкости исследуемого сплава наблюдаются в интервале температур 1160-1250°C. В этом интервале температур не наблюдали образования горячих трещин при ковке и последующей прокатке заготовок.

Таблица 5.10 - Механические свойства стали 05X22АГ15Н8М2Ф при высоких температурах (образцы изготовлены из заготовки диаметром 80 мм).

Температура испытания, °С	σ_b , МПа	δ , %	ψ , %	КСV, МДж/м ²
750	397	22	26,2	2,83
800	319	13,2	14,0	2,74
950	191	24,2	26,9	1,53
1000	117	45,6	41,3	1,25
1050	93	37,6	51,6	0,80
1100	50	73,2	62,2	0,74
1020	30	47,4	51,0	0,64
1160	24	70,6	56,7	0,76
1180	25	70,0	66,1	0,65
1200	16	44,8	65,8	0,73
1220	10	46,0	56,1	0,70
1250	10	44,0	83,7	0,78

С целью определения критической степени деформации прокаткой при различных температурах, вызывающих образование горячих трещин провели исследование клиновидных образцов, прокатанных при температурах 700, 800, 900, 1000 и 1100°С. Результаты прокатки свидетельствовали, что сталь 05X22АГ15Н8М2Ф обладает высокой стойкостью к образованию горячих трещин. После прокатки при указанных температурах с обжатиями от 10 до 90% за один проход через валки на поверхности образцов не наблюдали каких-либо дефектов в виде трещин, выкрашиваний или расслоения.

Лучшее сочетание механических свойств стали 05X22АГ15Н8М2Ф были получены после прокатки при 1050 - 1100°С и обжатии 70% (рисунок 5.10 и таблица 5.11).

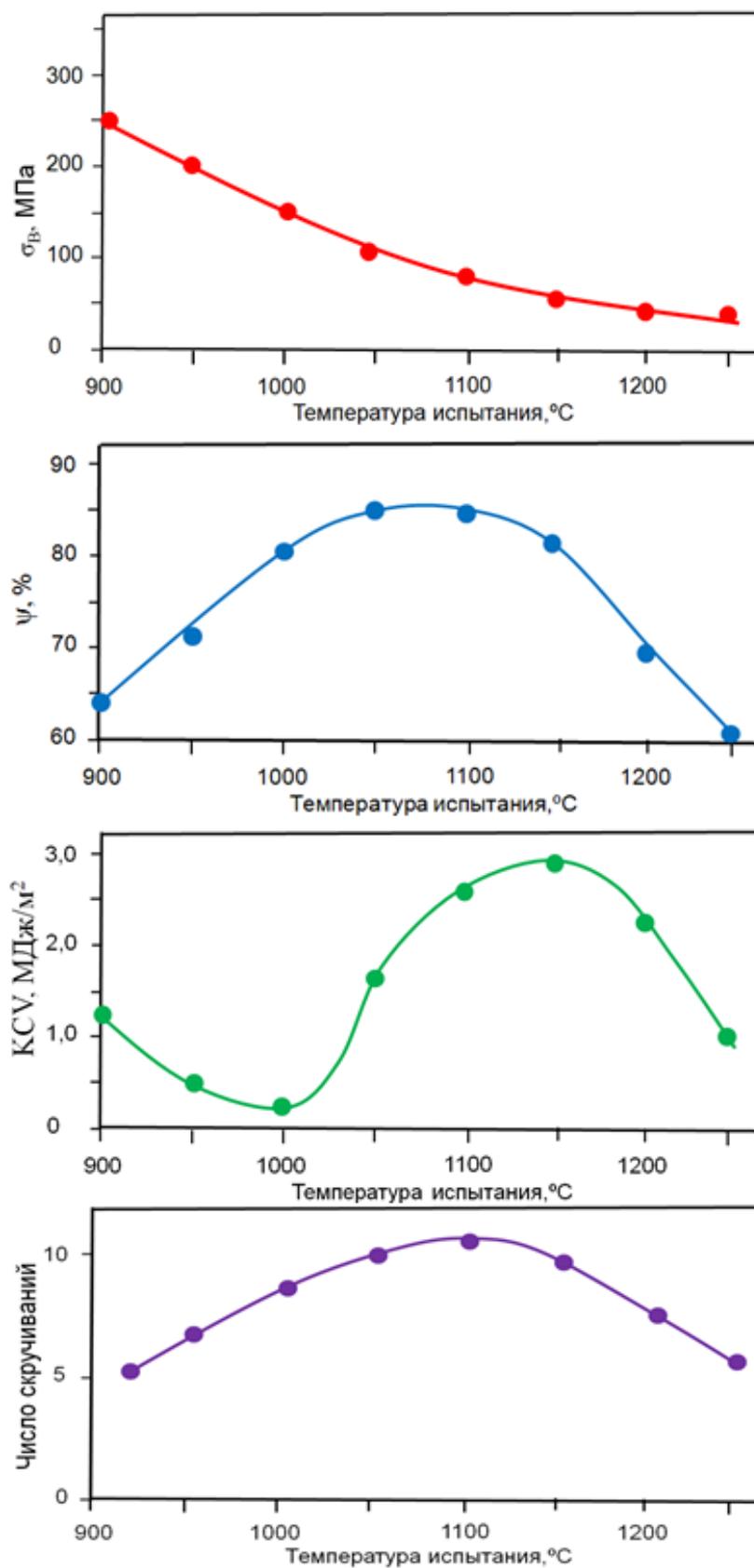


Рисунок 5.10 – Влияние температуры испытания на механические свойства стали 04X20AG15N8M (0,58%N).

Таблица 5.11 - Влияние горячей прокатки на механические свойства стали 05X22AG15H8M2Ф.

Обработка	$\sigma_{0,2}$, МПа	Ψ , %	KCV ⁻⁷⁰ , МДж/м ²
Прокатка 950°C, $\varepsilon=70\%$	1258	48	0,402
То же + закалка 1000°C	691	64	1,930
То же + закалка 1050°C	596	71	2,308
Прокатка 1000°C, $\varepsilon=70\%$	1238	54	0,501
То же + закалка 1000°C	611	71	2,998
То же + закалка 1050°C	590	71	2,456
Прокатка 1050°C, $\varepsilon=70\%$	1044	64	1,062
То же + закалка 1000°C	696	61	2,404
То же + закалка 1050°C	637	73	2,230
Прокатка 1000°C, $\varepsilon=70\%$	1084	64	1,068
То же + закалка 1000°C	589	71	2,206
То же + закалка 1050°C	639	73	2,324

В [222] исследовали аустенитные высокоазотистые стали с различным содержанием никеля и марганца, выплавленные в ФГУП «ВИАМ». Химический состав сталей приведен в таблице 5.12.

На основании анализа литературных данных выбраны режимы термомеханической обработки (ковки или прокатки при 1100-900°C, 1050-900°C, 950-900°C с суммарной степенью обжатия 70% с последующей закалкой в воде от температуры конца горячей деформации). С использованием этих режимов изготовлена опытная партия листовых (толщиной 5 мм) и кованых (сечением 14x14 мм) заготовок.

Таблица 5.12 - Химический (масс.%) состав сталей.

№ Плавки	C	N	Cr	Mn	Ni	Mo	V	Si	La
1	0,048	0,511	22,19	12,7	4,13	0,95	0,154	0,61	0,00041
2	0,040	0,489	22,05	11,8	4,1	0,99	0,161	0,75	0,00051
3	0,040	0,556	20,75	9	7,37	1,02	0,155	1,08	0,00096

На шлифах стали плавки 1 и 2 кроме зерен аустенита наблюдали небольшое количество δ -феррита. Его зерна слабо деформированы и располагаются группами, вытянутыми в направлении прокатки по границам зерен аустенита (рисунок 5.11 а, б). Зерна аустенита плавки 1 достаточно однородны по размеру (~ 10 – 15 мкм) с небольшим количеством двойников.

Многие из наблюдаемых зерен аустенита имеют практически правильную форму, что говорит о прошедшем в металле плавки 1 в заданных режимах деформации процессе рекристаллизации.

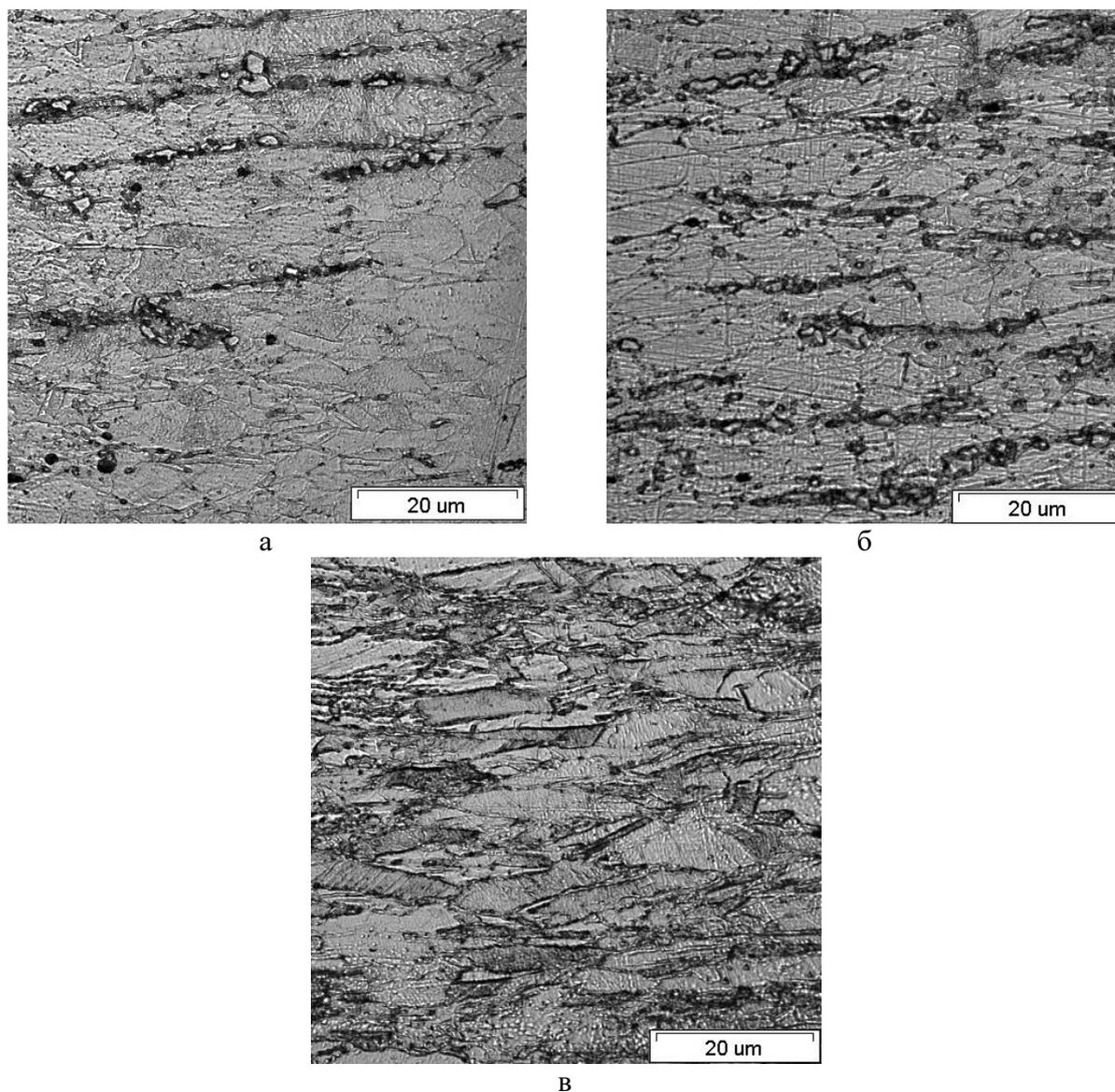


Рисунок 5.11 - Структура стали плавки 1 после прокатки при 1100-900°С (а);
структура стали плавки 2 после прокатки при 950-900°С (б);
структура стали плавки 3 после прокатки при 1000-900°С (в).

Структура металла плавки 2 аналогична структуре металла плавки 3, однако зерно аустенита имеет большие размеры (20 -40 мкм), наблюдается меньшее количество рекристаллизованных зерен. Зерна второй фазы имеют более вытянутую в направлении прокатки форму.

На шлифе плавки 3 видны вытянутые в направлении прокатки деформированные зерна аустенита длиной от 5 до 30 мкм. В структуре этой стали отсутствуют выделения по границам зерен (рисунок 5.11 в).

Таблица 5.13.- Механические свойства заготовок (плавки 1,2,3) после горячей прокатки и ковки с последующей закалкой.

№ плавки	Обработка	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	Ψ , %	KCV, МДж/м ²
1	Прокатка 1100-900°С	1100	977	32,3	53,0	1,14
2	Прокатка 950-900°С	1166	1142	21,2	18,8	0,23
	Прокатка 1100-900°С	1055	906	35	54	1,17
3	Прокатка 1000-900°С	1202	1139	33,3	54,4	0,75
	Прокатка 1100-900°С	1157	1067	28	53	1,08
1	Ковка 950-900°С	1062	873	28	54	-
	Ковка 1100-900°С	1069	914	30	66	-
2	Ковка 1050-900°С	1010	868	30	68	-
	Ковка 1100-900°С	1040	883	33,5	67	-
3	Ковка 950-900°С	1118	1010	26	59	-
	Ковка 1000-900°С	1131	1032	32,1	61	-
	Ковка 1050-900°С	1080	981	30	64	1,59
	Ковка 1100-900°С	1148	1049	26	62	-

Из представленных в таблице 5.13 результатов механических испытаний видно, что прокатка и ковка при температурах 1000-900°С, 1050-900°С, и 1100-900°С с суммарным обжатием 70% и последующим охлаждением в воде от температуры конца деформации обеспечивает получение у листовых (толщина 5 мм) и кованных заготовок (сечением 14x14 мм) высоких показателей механических свойств. Лучшее сочетание прочности, пластичности и ударной вязкости достигается у стали плавки 3 04X21AG9H7MФ [223] после ковки и прокатки при 1100-900°С (таблица 5.13).

Снижение температуры начала прокатки или ковки до 950°С приводит у стали плавки 2 к значительному снижению пластичности и ударной вязкости (KCV= 0,23 МДж/м²). Результаты определения количества ферромагнитной фазы (таблица 5.14) показали, что изготовленные из листовых и кованных заготовок образцы плавки 3 не содержат

ферромагнитных фаз ($\mu < 1,01$ Гс/э), а образцы плавок 1 и 2 содержат 1,5-4,9% ферромагнитных фаз ($\mu = 1,2-1,4$ Гс/э).

Таблица 5.14 Количество и периоды решеток α и γ -фаз стали плавок 1,2 и 3 после горячей прокатки.

№ плавки	Температура прокатки, °С	Количество фаз (об. %)	Периоды решеток фаз, Å
1	1000-900	γ – 97 % α – 3 %	3,614 2,870
	1100-900	γ – 90 % α – 10 %	3,615 2,878
2	950-900	γ – 89 % α – 11 %	3,616 2,878
3	1000-900	γ – 100 %	3,608
	1100-900	γ – 100 %	3,612

Проведенные испытания показывают, что лучший комплекс механических свойств и магнитной проницаемости достигается у стали плавки 3 после прокатки и ковки при температурах 1100-900°С ($\sigma_B = 1148-1186$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1046-1087$ МПа, $\delta = 26-28\%$, $\psi = 50,6-62,0\%$, $KCV = 1,08 - 1,09$ МДж/м², $\mu < 1,01$ Гс/э). После прокатки при температурах 950-900°С сталь плавки 2 имеет высокую прочность ($\sigma_B = 1166$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1142$ МПа), но пониженную ударную вязкость ($KCV = 0,23$ МДж/м²).

По уровню прочности листовые и кованные заготовки из немагнитной стали 04X21Г9Н7АМФ (0,556%N) существенно превосходят аналогичные заготовки из применяющихся немагнитных сталей, в том числе зарубежных сталей AISI 304, 316 и 321.

В [268] проведено исследование фазовых превращений в азотосодержащей (с 0,5%N) стали 05X22АГ15Н8М2Ф после закалки от 1200°С методом высокотемпературной рентгенографии.

Высокотемпературная рентгеновская съемка стали 05X22АГ15Н8М2Ф (рисунок 5.12) проводилась для уточнения поведения листовых полуфабрикатов из этой стали при прокатке и термической обработке.

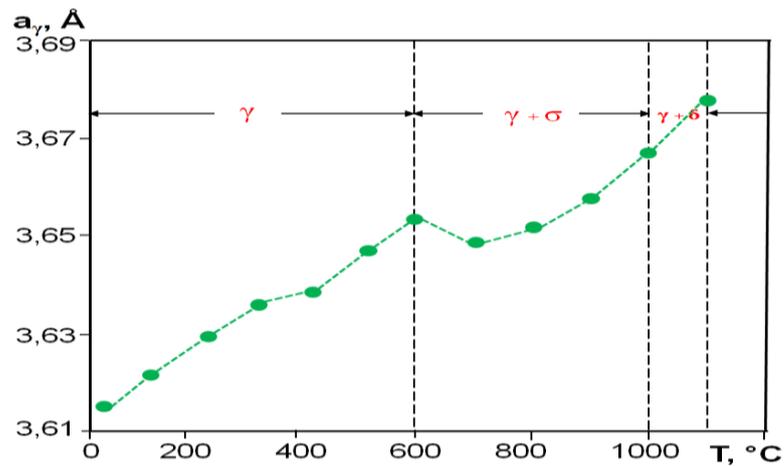


Рисунок 5.12- Зависимость периода решетки γ -фазы от температуры при высокотемпературной рентгеновской съемке горячекатаного образца стали 05X22AG15H8M2Ф

При повышении температуры нагрева до 600°C сталь остается однофазной (γ -фаза) — нет следов рефлексов второй фазы, увеличение периода решетки a_{γ} соответствует температурному изменению ТКЛР. Начиная с 700°C период решетки γ -фазы начинает уменьшаться, что, вероятно, обусловлено выделением нитридной фазы. При этом наблюдается выделение α -фазы, количество последней возрастает вплоть до 1000°C . При 1100°C σ -фаза растворяется и происходит выделение α -фазы, в результате формируется двухфазная ($\gamma+\alpha$)-структура.

Высокотемпературная рентгеновская съемка свидетельствует о том, что после нагрева до 700°C в материале начинаются процессы рекристаллизации. Если при нагреве до 600°C текстура материала в исследуемом образце не меняется, то при температурах 700°C и выше происходят отчетливые изменения текстуры, фиксируемые на рентгенограмме в виде ослабления сдвигового компонента $\{111\}\langle 110\rangle$, усиления интенсивности рефлекса (200). При этом интенсивности рефлекса (220), соответствующего компонента текстуры прокатки, не меняется. Таким образом, рекристаллизация стали происходит путем селективного роста зародышей из сдвигового компонента текстуры, когда приобретают усиление случайные ориентировки, т.е. протекает растекстурирование материала.

В многокомпонентной стали 05X22AG15H8M2Ф при температуре 600°C, происходит распад аустенита, который сопровождается выделением нитрида хрома и σ -фазы. Следует подчеркнуть, что информация об изменении периода решеток фаз дает во многих случаях более полную информацию о процессах фазовых превращений, поскольку на начальных стадиях процесса количественные изменения соотношения фаз сопоставимы с точностью анализа.

Высокотемпературная рентгеновская съемка дает возможность количественного изучения кинетики растворения нитрида Cr_2N и роста аустенитного зерна. Условно этот процесс можно разделить на две стадии, из которых первая характеризуется сравнительно медленным ростом зерна ($t < 1500$ с), который сдерживается присутствием частиц нитрида Cr_2N . После их растворения скорость роста зерна резко увеличивается.

Кинетику роста зерен количественно оценивали на первой стадии по интенсивности пиков на кривых качания, а на второй – по уменьшению интенсивности отражения от зерен аустенита. Это снижение интенсивности обусловлено поглощением сравнительно мелких зерен, удовлетворяющих условиям дифракции при рентгеновской съемке, крупными не дающими отражения соседними субзернами, ориентация которых не удовлетворяет условиям дифракции.

Изучение формирования остаточных напряжений в α и γ -фазах было направлено на решение двух задач. Величина периода решетки может изменяться при нагреве в результате следующих эффектов: 1) дилатация решетки, обусловленная температурным расширением; 2) изменение содержания легирующих элементов (в первую очередь азота, а также хрома); 3) упругая деформация решетки, вызываемая остаточными напряжениями. Чтобы разделить эти эффекты, необходимо знать величину остаточных напряжений, что и определяет первую из задач, которая направлена на повышение достоверности интерпретации экспериментальных результатов при высокотемпературной рентгеновской съемке.

Выводы по главе 5.

1. Изучена свариваемость высокоазотистых аустенитных сталей 05X22АГ16Н8М и 05X22АГ15Н8М2Ф, оцениваемая по величине снижения ударной вязкости в около шовной зоне сварного соединения. В процессе нагрева стали в течение 1 час при критической температуре 800°С формируется аустенитная структура, не содержащая σ - фазу и δ - феррит, с небольшим количеством преимущественно по границам зерен нитридов типа Cr_2N . После такого нагрева сталь сохраняет высокую ударную вязкость ($\text{KCU} = 3,0 \text{ МДж/м}^2$), несмотря на относительно небольшое ее снижение. Нагрев при 800°С длительностью 10 и 100 час приводит к резкому снижению ударной вязкости из-за образования σ - фазы и нитридов хрома по механизму прерывистого распада.
2. Исследована стабильность аустенита стали 05X22АГ16Н8М в зоне термического влияния сварного соединения. Показано, что в результате нагрева до 1200°С и медленного охлаждения с печью выделяется небольшое количество нитридов хрома. После такой обработки у стали сохраняется высокая ударная вязкость ($\text{KCU} = 3,3 \text{ МДж/м}^2$), свидетельствующая о ее высокой устойчивости аустенита против прерывистого распада при охлаждении металла в интервале температур 900 – 600°С.
3. Установлена оптимальная температура нагрева под закалку 1100°С основного металла стали 05X22АГ16Н8М и 05X22АГ15Н8М2Ф. После такой закалки стали имеют аустенитную мелкозернистую структуру с небольшим количеством нитридов Cr_2N и хорошее сочетание механических свойств при +20°С ($\sigma_{\text{в}} = 860\text{-}880 \text{ МПа}$, $\sigma_{0,2} = 495\text{-}520 \text{ МПа}$, $\delta = 60\text{-}62\%$, $\psi = 72\text{-}75\%$, $\text{KCU} = 3,7\text{-}4,0 \text{ МДж/м}^2$) и -196°С ($\text{KCU} = 2,9 \text{ МДж/м}^2$).
4. Исследование структуры металла сварных швов стали 05X22АГ16Н8М показало, что ее структура неоднородная. У линии сплавления шва формируется ячеистая структура, в центральной части шва – дендритная или ячеисто-дендритная. В зоне термического влияния присутствуют две зоны с

различной структурой: 1 – около шовная, где наблюдается рост зерна и 2 – зона, в которой выделяются нитриды. Азот равномерно распределен в шве и зоне термического влияния. В металле шва поры отсутствуют и по сравнению с основным металлом в нем пониженное содержание азота, хрома и марганца.

5. По уровню прочности и ударной вязкости сварные соединения горячедеформированных (послековки и прокатки) образцов сталей 05X22AG16H8M и 05X22AG15H8M2Ф превосходят в 1,6-1,8 раза применяющиеся стали 07X13Г20АН4 и 03X20Н16АГ6. Закалка от 1100°С стали 05X22AG15H8M2Ф до или после сварки повышает энергию, затрачиваемую на зарождение, распространение и полную работу разрушения при испытании образцов на ударную вязкость при температурах +20 и -196°С.

6. Впервые проведено систематическое исследование структуры и стойкости резцов в процессе точения заготовок высокоазотистой стали 06X22AG15H8M2Ф. Установлено, что в его поверхностном слое глубиной около 5 мкм формируется текстурированная структура, которая представляет собой полосы скольжения, ориентированные относительно движения резца. Плотность полос скольжения и твердость участков в этом слое увеличиваются в направлении движения резца. Под этим слоем расположен второй слой толщиной 5-20 мкм с мелкозернистой аустенитной структурой с большим количеством деформационных двойников и твердостью в 1,5-2 раза меньше по сравнению с первым слоем.

7. Точение стали 06X22AG15H8M2Ф при низкой скорости резания ($v=9,5$ м/мин) затруднительно из-за образования большого нароста на режущей кромке резца, приводящего к его поломке. Стойкость резцов значительно повышается в процессе точения этой стали при скорости резания 21-74 м/мин, глубине резания 0,25-0,75 мм и подачи 0,15-0,60 мм/об.. При таких режимах точения отсутствует налипание металла на инструмент.

При скорости резания 169 и 186 м/мин обрабатываемость стали резко снижается из-за повышения температуры в зоне резания.

8. Стойкость резцов при точении кованных заготовок выше у стали 06X22AG15H8M2Ф по сравнению со сталью 08X18H10T, что связано с бóльшим поверхностным упрочнением второй стали в результате образования мартенсита деформации. После закалки от 1100°C сталь 06X22AG15H8M2Ф, аустенит которой максимально пересыщен азотом, по сравнению со сталью 08X18H10T хуже обрабатывается из-за высокого деформационного упрочнения высокоазотистого аустенита. Отжиг при 800°C в течение 2 часстали 06X22AG15H8M2Ф, приводящий к образованию большого количества нитридов хрома типа Cr₂N, не уменьшает износ резцов по сравнению с закаленным состоянием.

9. Во всех обработанных по режимам 1 – 5 образцах высокоазотистой аустенитной стали 05X22AG15H8M2Ф в поверхностном слое в результате точения формируется нанокристаллическая структура с размерами нанокристаллов от нескольких единиц до десятков нанометров. Субструктура поверхностного слоя характеризуется высокой плотностью дислокаций и крупных фрагментов аустенита с широкими субграницами и деформационными двойниками.

10. Исследовано влияние режимов горячей деформации при ковке и прокатке на структуру и механические свойства азотосодержащих сталей с различной стабильностью их аустенита. Показано, что лучший комплекс механических свойств достигается у стали плавки 3 после прокатки иковки при температурах 1100-900°C ($\sigma_b=1148-1186$ МПа, $\sigma_{0,2}=1046-1087$ МПа, $\delta=26-28\%$, $\psi=50,6-62,0\%$, $KCV= 1,08 - 1,09$ МДж/м², $\mu < 1,01^{Гс/3}$). После прокатки при температурах 950-900°C сталь плавки 2 имеет высокую прочность ($\sigma_b=1166$ МПа, $\sigma_{0,2}=1142$ МПа), но пониженную ударную вязкость ($KCV=0,23$ МДж/м²). Получение высоких показателей механических свойств у листовых и кованных заготовок связано с формированием в процессе исследованных режимов термомодеформационной обработки

фрагментированной с выраженной полосчатостью структуры. В структуре стали плавки 1 после прокатки при 1100-900°С и плавки 2 после прокатки при 1000-900°С и 950-900°С частично протекают процессы динамической рекристаллизации. Объемная доля рекристаллизованных зерен в листовых образцах металла плавки 2 несколько больше, чем у плавки 3.

11. Особенностью аустенитной структуры стали 04X22AG16H8M2Ф после прокатки при 1100°С, является ее раззернистость и наличие зернограницных крупных выделений σ -фазы, неравномерно распределенной по объему аустенитных зерен и содержащей кроме хрома и железа повышенное количество молибдена.

Глава 6. Принципы легирования аустенитных сталей для высоконагруженных изделий низкотемпературной техники.

При разработке принципов легирования аустенитных сталей для высоконагруженных деталей низкотемпературной техники важно учитывать основные недостатки марганцевых, никелевых и хромоникелевых сталей и различия во влиянии на структуру и свойства сталей между никелем и хромом и между углеродом и азотом.

6.1 Различия между углеродом и азотом, никелем и марганцем, медью и никелем, хромом и молибденом во влиянии на их структуру и свойства аустенитных сталей.

Основные недостатки марганцевых, никелевых и хромоникелевых аустенитных сталей при использовании их для высоконагруженных изделий низкотемпературной техники.

Однофазную аустенитную структуру Fe-Mn сплавы сохраняют после нагрева и охлаждения, горячей и холодной пластической деформации при содержании марганца более 27%. Такие стали из-за высокого уровня ЭДУ ($>30 \text{ МДж/м}^2$ (рисунок 6.1)) аустенита имеют низкую интенсивность деформационного упрочнения, что способствует облегчению локализации пластической деформации образованию трещин.

Снижение содержания марганца до 15% в стали приводит к росту ее упрочнения при пластической деформации в результате снижения ЭДУ аустенита до 20 МДж/м^2 и образования ϵ -фазы в количестве до 50%. Структура двухфазных (γ и ϵ) сплавов нестабильна при пластической деформации, в результате которой развивается $\epsilon \rightarrow \alpha$ превращение, и они становятся ферромагнитными. Наличие в структуре марганцевых сплавов ϵ -фазы оказывает отрицательное влияние на пластичность и ударную вязкость при низких температурах. В марганцевых сплавах невозможно предотвратить при низких температурах переход γ -фазы из парамагнитного в антиферромагнитное состояние [224, 225]. Этот переход приводит к

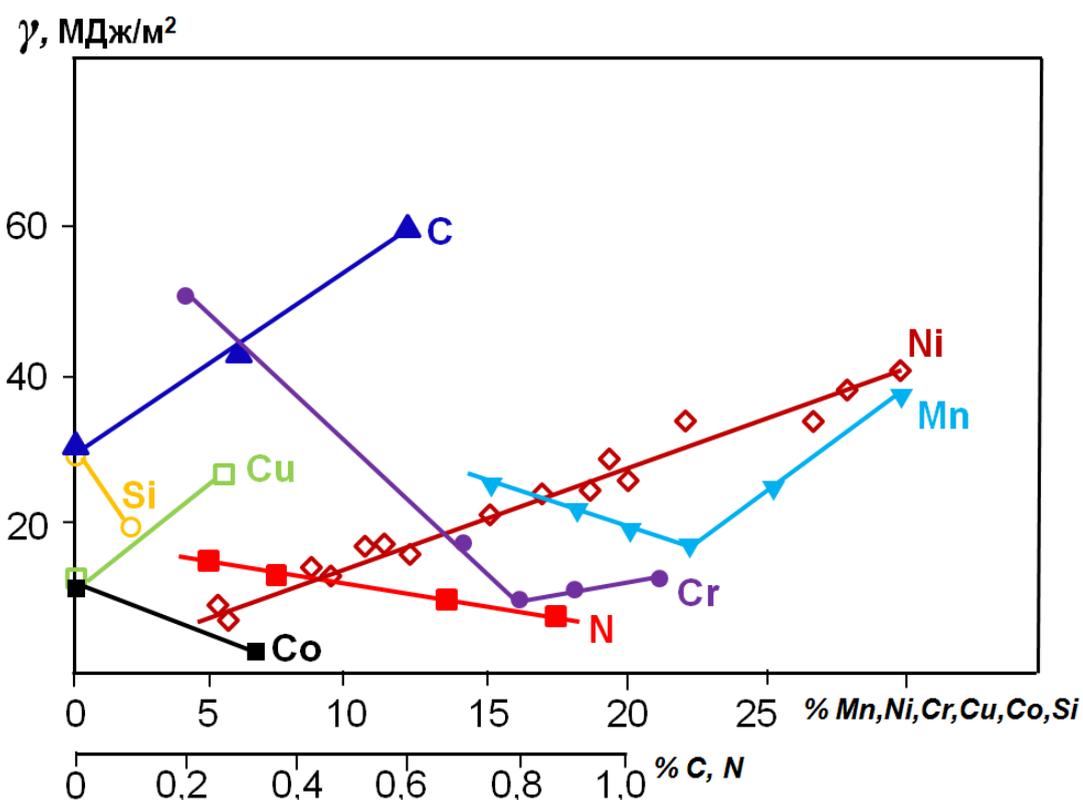


Рисунок 6.1 – Влияние легирующих элементов на ЭДУ аустенитных сталей.

незначительному повышению прочности и значительному снижению пластичности указанных сталей. С увеличением содержания марганца в стали температура такого перехода (T_n) возрастает. Марганец повышает порог хладноломкости Fe-Mn сплавов, что затрудняет использование их при низких температурах. Несмотря на увеличение параметра кристаллической решетки аустенита при легировании стали марганцем, упрочнение ее не велико. Марганец в отличие от никеля увеличивает взаимодействие между атомами углерода и дислокациями и тем самым повышает неоднородность пластической деформации, снижающей пластичность стали [226].

Более высокая химическая активность марганца по сравнению с никелем по отношению к кислороду, азоту и углероду оказывает (при высоких температурах) отрицательное влияние на сопротивление окислению Fe-Mn сплавов [227, 228]. При высоких температурах марганец может переходить в окалину с образованием в подокалинном слое феррита, а при наличии сильных карбидо- и нитридообразующих элементов в карбидные и нитридные фазы, снижая стабильность аустенита.

Из-за низкой теплопроводности и высокой наклепываемости марганцевые сплавы по сравнению с Mn-Ni, Mn-Cr и Mn-Ni-Cr значительно хуже обрабатываются резанием [229]. У высокомарганцевых сталей возникают определенные трудности при выплавке, связанные с высокотемпературным окислением на воздухе и сохранением немагнитности стали в результате высокой способности марганца испаряться в вакууме при высоких температурах с формированием ферритного слоя на поверхности стали. Высокий коэффициент термического расширения, низкая теплопроводность, образования легкоплавких соединений и резкий рост аустенитного зерна при температурах выше 1100°C у высокомарганцевых сталей (в том числе с ванадием и углеродом) затрудняют их горячую обработку давлением при ковке, штамповке и прокатке.

Использование Ni и Cr-Ni аустенитной стали также как и Mn стали менее эффективно, чем Mn-Ni, Cr-Mn и Cr-Mn-Ni сталей. Ni и Cr-Ni стали после нагрева до 1200°C, охлаждения до -269°C и холодной пластической деформации сохраняют однофазную аустенитную структуру без δ -феррита, α - и ϵ - мартенсита только при содержании дорогого и дефицитного никеля в количестве не менее 37 и 20% соответственно. Из-за относительно высокой ЭДУ аустенита (>25 МДж/м²) немагнитные Cr-Ni стали имеют низкую интенсивность деформационного упрочнения.

Малая растворимость азота и нитридов тугоплавких элементов в аустените Cr-Ni сталей затрудняет использование их в качестве немагнитных стареющих сталей с ванадием. Наличие высокого содержания никеля в немагнитных стареющих Cr-Ni-V сталях с азотом требует на 50-70°C более высокого нагрева под закалку для растворения нитридов, карбидов ванадия, чем для аналогичных Mn-Ni или Cr-Mn сталей. Например, для максимального упрочнения стали 05X17AH11Ф с 1%V и 0,2%N за счет выделения при старении нитридов VN необходим нагрев под закалку при температурах выше 1250°C. Качественную обработку деталей больших сечений при такой температуре закалки практически трудно осуществить, так как сложно

осуществить высокую скорость охлаждения без выделения крупных карбидонитридных частиц, снижающих пластичность и вязкость стали.

Введение в сталь 05X14АН11Ф небольших добавок марганца (2 – 3%) снижает температуру растворения нитридов VN при нагреве под закалку. При последующем старении при 700°С за счет выделения дисперсных (~60 Å) VN, предел текучести этой стали возрастает в 2 раза ($\sigma_{0,2}$) по сравнению с такой же сталью без ванадия.

Применяемые литые Cr-Ni аустенитные стали хорошо сопротивляются динамическим нагрузкам в криогенных условиях. Но имеют низкую прочность при комнатной температуре [230]. Эти стали склонны к образованию развитой, литой дендритной структуры, оказывающей отрицательное влияние на хладостойкость отливок. Более высокая растворимость азота в расплаве и γ -твердом растворе Cr-Mn аустенитных сталей позволяет получить беспористую плотную структуру отливок. Существенным недостатком аустенитных Ni и Cr-Ni сталей с высокой ЭДУ является невозможность получения высокого упрочнения при пластической деформации. Из-за малой интенсивности деформационного упрочнения их аустенита достигается незначительное повышение их усталостной прочности и износостойкости.

Различия между хромом и никелем, между углеродом и азотом во влиянии их на структуру и свойства немагнитных сталей.

Никель в отличие от хрома увеличивает термодинамическую активность углерода и азота в железе [231]. Из-за уменьшения взаимодействия этих атомов внедрения с атомами металла при легировании никелем возникает тенденция к равномерному распределению атомов углерода и азота в твердом растворе, препятствующая образованию неоднородностей. Легирование никелем уменьшает взаимодействие атомов внедрения с дислокациями, т.е. увеличивает подвижность дислокаций, что

облегчает протекание пластической деформации и снижает температуру перехода из вязкого в хрупкое состояние.

Никель по сравнению с хромом приводит к большему снижению интенсивности деформационного упрочнения аустенита марганцевых немагнитных сталей из-за более сильного его влияния на повышение ЭДУ аустенита и снижения интенсивности $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения. Никель значительно сильнее, чем хром стабилизирует аустенит [232]. Хром способствует, а никель затрудняет образование δ -фазы резко снижающей пластичность аустенитной стали. Никель уменьшает, а хром увеличивает растворимость азота в аустените сталей (рисунок 6.2).

Введение хрома в эти стали приводит к упрочнению γ -твердого раствора, увеличению параметра кристаллической решетки аустенита и снижению пластичности стали [233]. Никель оказывает противоположное влияние на параметр решетки аустенита и пластичность стали, не влияя на ее твердорастворное упрочнение.

Легирование железной матрицы хромом увеличивает энергию образования вакансий, т.е. хром усиливает связи растворенных атомов, тормозит обмен местами атомов и вакансий [234]. Никель практически не влияет на величину образования вакансий. Хром и никель существенно различаются по диффузионной подвижности в сплавах железа. Например, в немагнитных Cr-Ni сталях X16H14 с 0,03-0,20% С коэффициент объемной диффузии располагается в следующем порядке: $D_v(\text{Cr}) > D_v(\text{Fe}) > D_v(\text{Ni})$. Энергия активации диффузии располагается в обратном порядке. Порядок расположения коэффициентов граничной диффузии: $D(\text{Fe}) > D(\text{Cr}) > D(\text{Ni})$ соответствует высоким температурам закалки, а при невысоких температурах до 840°C, при котором достигается стабильность карбидов, этот порядок меняется на обратный. Энергия активации граничной диффузии располагается в следующем порядке: $Q(\text{Fe}) > Q(\text{Cr}) > Q(\text{Ni})$ [236].

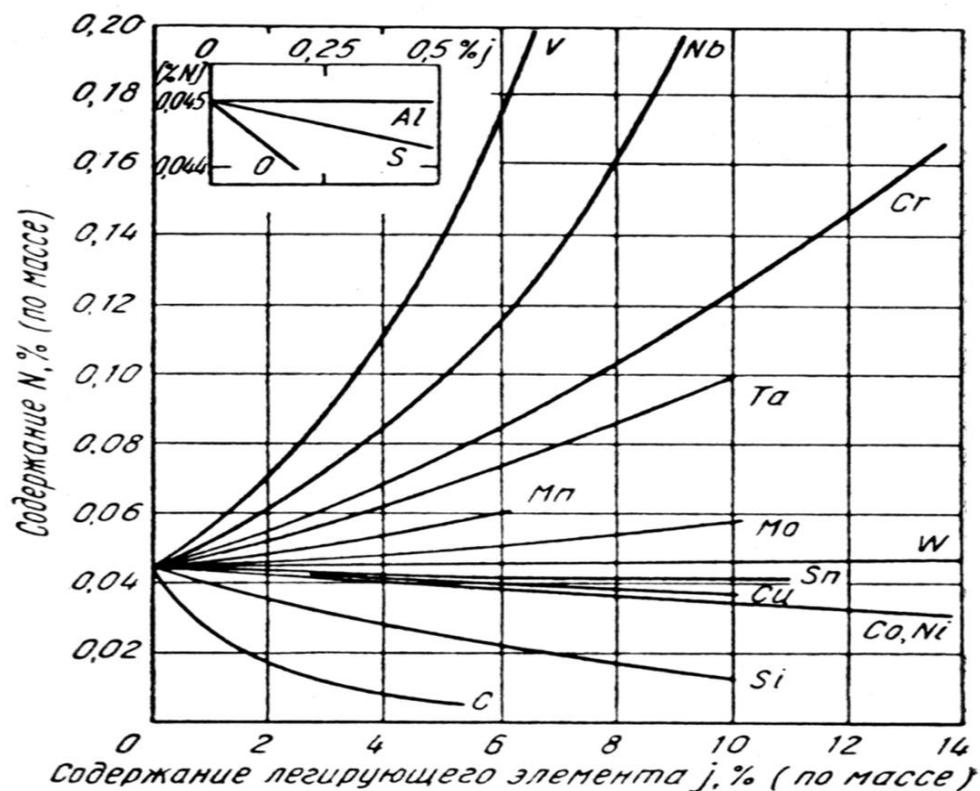


Рисунок 6.2 - Влияние концентрации легирующих элементов на равновесную растворимость азота в сталях [235].

Различия в поведении железа, хрома и никеля связаны с различным их участием в объеме аустенитных зерен. При повышенном содержании углерода ($>0,2\%$), когда превалирует объемная диффузия хрома в аустенитных сталях, наибольший коэффициент диффузии имеет хром, на основе которого образуется карбид типа $M_{23}C_6$. С увеличением содержания хрома и углерода повышается температура растворения при нагреве под закалки этих карбидов [237]. Никель не влияет на температуру растворения карбидов $M_{23}C_6$.

Азот, имея несколько меньший диаметр атома, по сравнению с углеродом оказывает более значительное влияние на твердорастворное упрочнение из-за больших искажений кристаллической решетки аустенита. Азот по упрочняющей способности значительно превосходит другие легирующие элементы (рисунок 6.3).

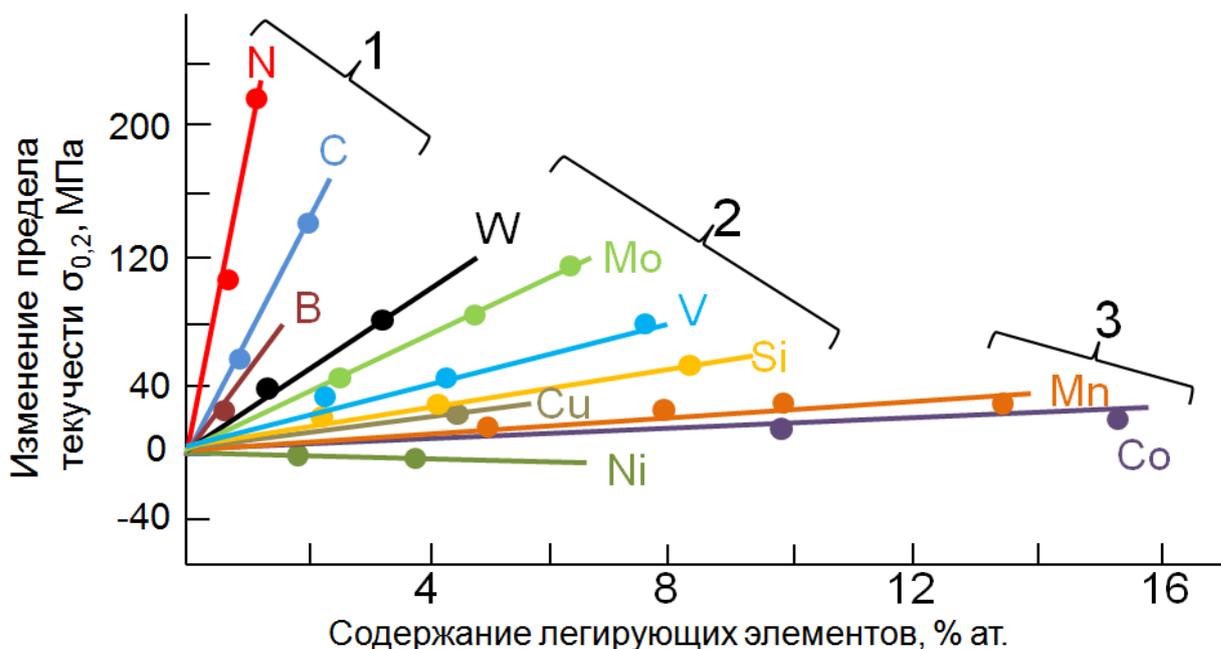


Рисунок 6.3 – Влияние легирующих элементов на твердорастворное упрочнение сталей.

Предел текучести низкоуглеродистых аустенитных сталей, содержащих хром, марганец, никели и азот, после высокотемпературной закалки зависит от содержания азота (N) и размера зерна:

$$(d): \sigma_{0,2} = 127 + 307 \cdot \sqrt{\%N} + (7 + 78\%N) - 1/\sqrt{a}. \quad (15)$$

Различное действие углерода и азота в аустенитных сталях на интенсивность деформационного упрочнения обусловлено противоположным влиянием их на величину ЭДУ аустенита (рисунок 6.4).

С этим связано более эффективное блокирование атомами азота углерода и азота с дислокаций аустените в сравнении с атомами углерода [238]. Исследование методом внутризеренного взаимодействия атомов углерода и азота с дислокациями в аустенитных сталях типа X20H16Г6 показало меньшую подвижность дислокаций в азотистом аустените. Значения энтальпии связи дислокаций с атомами азота равны 0,6-1,2 эВ при 0,1-0,5 мас.%N в стали X20H16Г6 и 1,16-1,54 эВ при 0,58-0,73 мас.%N в стали X20Г16H8MФ [239]. У аустенитных сталей в закаленном состоянии при увеличении концентрации азота и углерода от 0,4 до 1,2% ударная вязкость при комнатной температуре сохраняется на высоком уровне для

азотосодержащих сталей и резко снижается для углеродосодержащих сталей, что позволяет повысить в 2-3 раза прочность первых сталей. При снижении температуры испытания предельная концентрация этих элементов внедрения, обеспечивающая удовлетворительную ударную вязкость для сталей с азотом, в 3 раза выше, чем для сталей с углеродом.

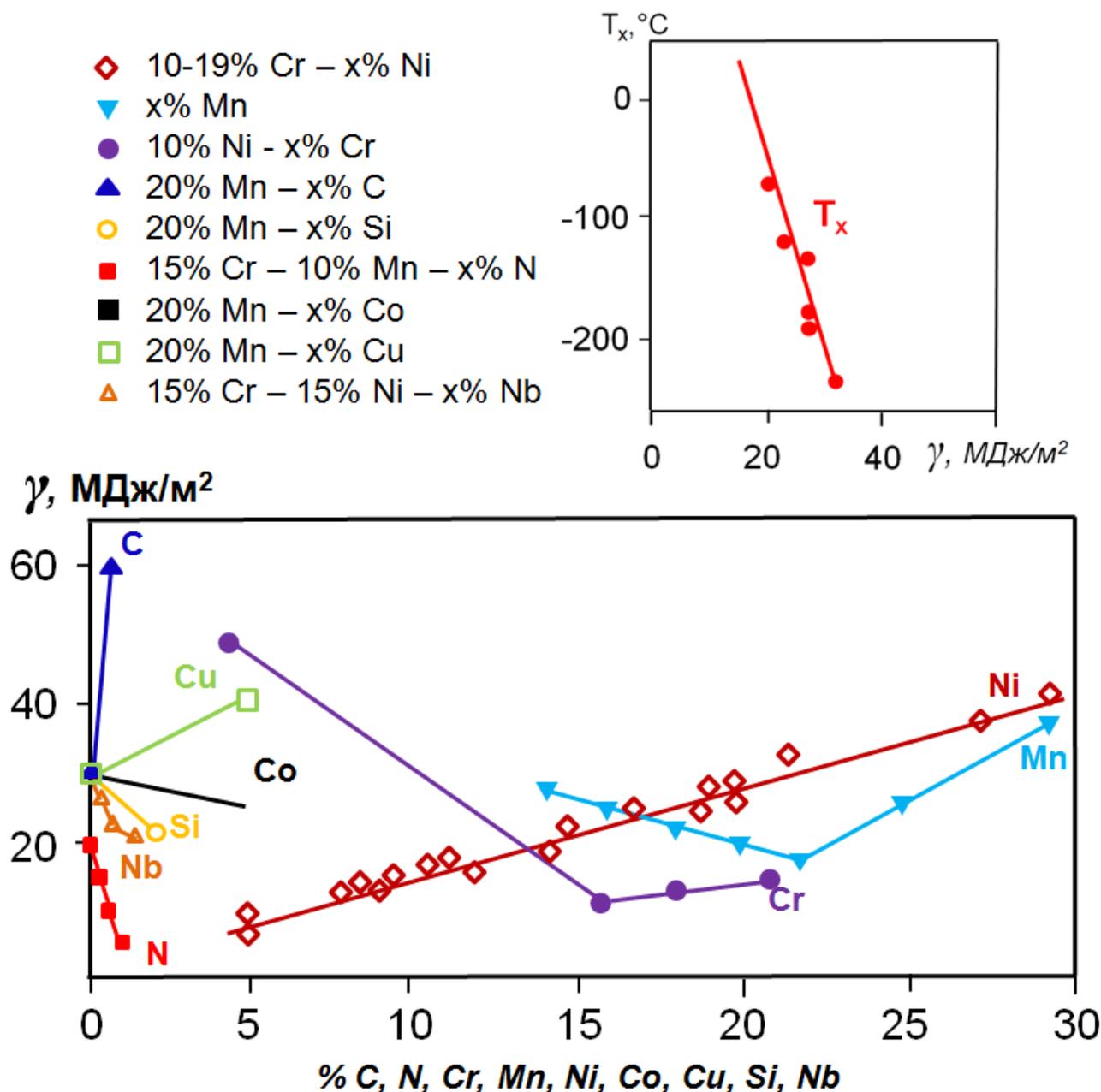


Рисунок 6.4 - Влияние легирующих элементов на энергию дефектов упаковки вязко-хрупкого перехода аустенитных сталей.

Легирующие аустенитных сталей азотом по сравнению со сталями углеродом обеспечивает в области низких температур при большем упрочнении γ -твердого раствора меньшую чувствительность стали к

концентрации напряжений [240]. Температура вязко-хрупкого перехода T_x в Cr-Mn аустените прямо зависит от концентрации азота ($T_x=300 \cdot \%N-30$) [241]. При содержании 1%N в γ -твердом растворе Cr-Mn стали температура T_x будет близка к 0°C. Легирование Cr-Mn-Ni сталей никелем снижает T_x [243]. С использованием данных [242] по влиянию никеля на ЭДУ рассчитана T_x для Cr-Mn-Ni-N сталей ($T_x=300 \cdot \%N - 6,2\%Ni - 30$). Температура T_x Cr-Mn-N и Cr-Mn-Ni-N сталей прямо зависит от содержания азота в аустените и обратно пропорционально величине ЭДУ.

Особенностью структуры высокоазотистых аустенитных сталей является также и формирование в процессе горячей прокатки при 1000-1100°C с суммарной степенью обжатия 60-70% развитой полигональной структуры (средний размер полигонов 0,6 мкм), сохраняющейся в процессе последующего нагрева при 650°C [244]. При образовании такой структуры, у высокоазотистой стали достигается сочетание высокой прочности с высокой пластичностью и ударной вязкостью.

При равных повышенных концентрациях азота и углерода в аустенитных сталях с содержанием хрома более 12% при тепловых выдержках выше 500°C выделяются карбиды типа $M_{23}C_6$, а не нитриды типа Cr_2N , что связано с большим (примерно в 1,5 раза) коэффициентом диффузии и меньшей растворимостью атомов углерода в аустените [227]. Углерод, имея больший атомный диаметр по сравнению с азотом, повышает растворимость азота в аустените. В карбиде типа $M_{23}C_6$ растворяется в 15-20 раз меньше азота, чем углерода. При образовании карбидов типа $Cr_{23}C_6$ происходит в 2 раза большее обеднение по хромю окружающих их участков матрицы по сравнению с наличием нитридов типа Cr_2N . При содержании в аустенитных сталях более 0,05%С резко ухудшается коррозионная стойкость и свариваемость стали в результате преимущественного выделения карбидов $Cr_{23}C_6$ по границам зерен. Для высокоазотистых аустенитных сталей характерно в процессе нагрева при температурах выше 550°C выделений нитридов хрома по механизму прерывистого распада, снижающих

пластичность, коррозионную стойкость и свариваемость стали [245]. Устранение отрицательного влияния прерывистого распада на механические свойства стали может быть достигнуто:

- легированием ванадием, обеспечивающим смену прерывистого распада $\gamma_s \rightarrow \gamma + Cr_2N$ на непрерывный распад $\gamma_s \rightarrow \gamma + VN$ (γ_s - пересыщенный азотом аустенит);
- термической обработкой, изменяющей форму и характер распределения частиц Cr_2N и формирующей структуру типа «микродуплекс»;
- горячей пластической деформацией с окончанием при температуре, превышающей температуру начала реакции прерывистого распада, но недостаточной для развития собирательной рекристаллизации аустенита.

6.2 Выбор типа упрочняющей фазы на структуру и свойства аустенитных сталей для тяжело нагруженных конструкций криогенной техники.

Дисперсионное твердение как способ упрочнения аустенитных сталей при правильном выборе типа упрочняющей фазы, ее количества и характера распределения обеспечивает сочетание высокой прочности с достаточной для практических целей пластичностью и вязкостью и может быть использовано для деталей различных форм и размеров. Соотношение между прочностью и пластичностью таких сталей существенно зависит от кристаллической структуры, твердости, пластичности, модуля упругости, упорядочения, коэффициента термического расширения и особенно от термодинамических свойств упрочняющих фаз. По теплоте образования карбиды и нитриды можно условно разделить в порядке уменьшения их растворимости в аустените на четыре группы: высокой растворимости $Cr_{23}C_6$, W_2C , Mo_2C ; повышенной растворимости – VC, VN ; труднорастворимые – NC, TaC, ZrC, TiC ; практически нерастворимые ZrN, TiN .

Степень пересыщения γ -твердого раствора карбидо- и нитридообразующими элементами и связанное с ней количество выделяющихся при следующем старении дисперсионных частиц карбидов и

нитридов определяет уровень прочности и пластичности сталей. При 1250°C в аустените растворяется небольшое количество карбидов третьей группы. При этом их растворимость по сравнению с Mo_2C меньше. Легирование стали хромом и марганцем несколько повышает растворимость этих карбидов и нитридов в аустените. Некоторое количество хрома и марганца растворяется в VC и VN , что обуславливает ослабление межатомных связей в кристаллической решетке этих фаз и облегчает диссоциацию их в γ -твердом растворе при более низких температурах. Это позволяет значительно повысить эффективность нагрева под закалку с целью обеспечения максимального растворения избыточных фаз в аустените и максимального упрочнения стали при последующем старении.

Дисперсные частицы карбидов NbC , TaC , VN и TiC , выделяются при старении в матрице на дислокациях и дефектах TaC , ZrC , VN , TiC повышают прочность стабильно-аустенитных сталей. Более высокая растворимость карбидов и нитридов ванадия и большее пересыщение γ -твердого раствора карбидообразующими элементами достигнуто у немагнитных Mn-Ni сталей и большее их упрочнение после старения. Эффективность упрочняющего влияния карбидов и нитридов ванадия выше, чем других типов нитридов, карбидов и интерметаллидов (рисунок 6.5).

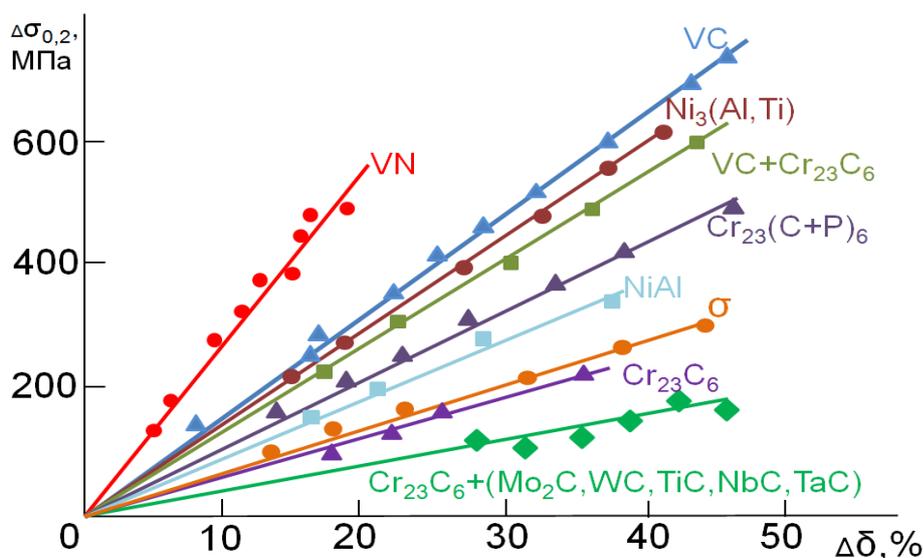


Рисунок 6.5 – Эффективность упрочняющего дисперсных частиц.

Дисперсные частицы VN и VC по сравнению с фазами других типов при одинаковом снижении пластичности в процессе старения обеспечивают больший прирост прочности. При равной степени упрочнения нитрид ванадия уменьшает пластичность стали примерно в 2 раза меньше, чем карбид ванадия, а карбид хрома типа $M_{23}C_6$ или δ -фаза снижает пластичность стали почти в 10 раз больше по сравнению с нитридом ванадия. Для стареющих аустенитных сталей после термической обработки желательно иметь зерно аустенита как можно более мелким, но температура нагрева под закалку этих сталей должна быть достаточно высокой, чтобы обеспечить по возможности более полную диссоциацию упрочняющих фаз и перехода в γ -твердый раствор легирующих элементов, входящих в состав избыточных фаз. Исследования [246] микроструктуры, фазового состава и твердости стали 60Г16Н8 с добавками ванадия, молибдена, вольфрама, титана, ниобия, циркония и тантала в количестве 1,5-2% каждого нагрева под закалку до различных температур показало, что при температурах до 1200°C только для стали с ванадием наблюдается значительное снижение твердости за счет растворения частиц карбида VC при сохранении мелкозернистой аустенитной структуры (рисунок 6.6).

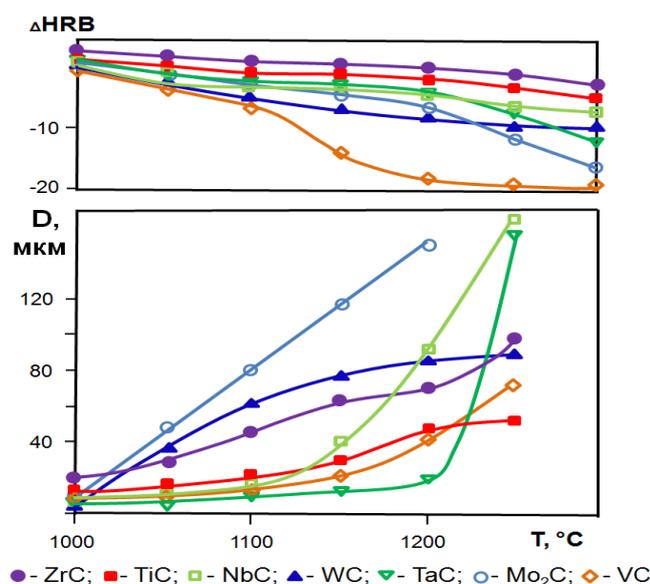


Рисунок 6.6 – Влияние температуры закалки на изменение размера зерна и твердости стареющих немагнитных сталей 60Г16Н8.

При электронномикроскопическом исследовании тонких фольг стали 60Г16Н8, легированной молибденом, вольфрамом, титаном, ниобием и танталом, после термической обработки, обеспечивающей максимальный прирост прочности, обнаружено большое количество крупных (2 – 4 мкм) частиц. В сталях с молибденом и вольфрамом ими являются не растворившиеся при нагреве под закалку или выделившиеся в процессе старения карбиды Mo_2C и W_2C округлой формы. В сталях с цирконием, ниобием и танталом крупные частицы представляют собой не растворившиеся при закалке карбиды ZrC , NbC , TiC , TaC прямоугольной формы. По данным механических испытаний, наибольший прирост прочности при старении сталей с такими карбидами не превышает 40% по сравнению с закаленным состоянием ($\Delta\sigma_{0,2} \approx 350 \text{ МПа}$). Оценка прироста предела текучести стали за счет крупных частиц по зависимости Анселла-Ленелла ($\Delta\sigma_{0,2} = \sqrt{\frac{6G'}{2\lambda C}}$) показывает примерно ту же величину. Независимо от типа этих фаз прирост предела текучести для стали 60Г16Н8 при наличии объемной доли 1% карбидных частиц размером 1,2 и 4 мкм соответственно составляет 100, 70 и 60 МПа. Определенный вклад в повышение прочности стали 60Г16Н8 с крупными карбидами ZrC , NbC , TiC и TaC связан с образованием вокруг них полей упругих напряжений, возникающих из-за различных коэффициентов линейного расширения и удельных атомных объемов карбидов и аустенитной матрицы, у которой удельный объем равен 11,28, а коэффициент линейного расширения при температурах от 20 до 100°C – $12 \cdot 10^{-6} \text{ град}^{-1}$.

Измельчение аустенитных зерен и связанное с этим увеличение межзеренной поверхности, как известно, приводит к резкому снижению удельной концентрации вредных примесей на их границах, уменьшению хрупкости и повышению пластичности. Одним из эффективных путей измельчения зерен является получение полигональной структуры из-за наличия карбидных частиц, имеющих большие различия в удельных атомных

объемах с матрицей стали [247]. Локализованные вокруг этих частиц напряжения могут достигать величин, превышающих предел упругости стали, что приводит к значительным искажениям кристаллической решетки и к возникновению скоплений дислокаций. При повторном нагреве входящие в такие скопления дислокации могут выстраиваться внутри зерна в стенки, образуя тонкую полигональную структуру. С целью получения такой структуры необходим выбор частиц с повышенной термодинамической стабильностью при высоких температурах, с небольшим несоответствием кристаллических решеток и когерентной связи карбидов с матрицей, хотя бы в одной из кристаллографических плоскостей. Изоморфность кристаллических решеток карбидов типа MC и аустенита способствует выполнению последнего условия. При ориентации частиц типа ZrC и $V_4C_3(100)_{MC} // (100)_\gamma$ в $[011]_{MC} // [011]_\gamma$ несоответствие решеток составляет 8 и 28% [248]. По-видимому, в аустенитных сталях после определенной термической обработки карбиды VC, TiC, NbC и TaC, которые отвечают этим требованиям, могут способствовать получению полигональной структуры.

Для разработки высокопрочных дисперсионно-твердеющих сталей аустенитного класса особенно перспективен ванадий как один из наиболее эффективных элементов, вызывающий при совместном его введении с углеродом или азотом после термической обработки образование карбидных, нитридных упрочняющих фаз. Карбиды и нитриды ванадия имеют наименьший среди тугоплавких карбидов и нитридов параметр кристаллической решетки. При гомогенном зарождении частиц этого карбида или нитрида напряжения на межфазной границе карбид (нитрид) – матрица минимальны. Карбиды и нитриды ванадия по сравнению с карбидами и нитридами титана, циркония, тантала и гафния имеют более низкую температуру растворения в аустените, т.е. обеспечивают при закалке стали большее пересыщение γ -твердого раствора ванадием и тем самым

большой эффект упрочнения при старении. Молибден увеличивает дисперсность и равномерность распределения частиц VC и VN.

Аустенитные дисперсионно-твердеющие стали с Mn-Ni и Cr-Mn-Ni основой, с добавками молибдена, упрочняемые карбидами ванадия, могут обеспечить хорошее сочетание прочности, пластичности и вязкости разрушения, необходимого для высоконагруженных деталей, работающих при температурах от -269 до $+550^{\circ}\text{C}$. Марганцево-никелевые стали не являются коррозионно-стойкими и плохо свариваются. Легирование таких сталей хромом в количестве не менее 13% для повышения коррозионной стойкости приводит к снижению усталостной прочности и вязкости разрушения из-за преимущественного выделения после закалки и старения крупных карбидов хрома типа Me_{23}C_6 по границам зерен. Предварительная пластическая деформация (при ковке или прокатке) перед старением изменяет характер выделения карбидов Cr_{23}C_6 от зернограничных объемным на деформационных дефектах. Введение азота в Cr-Mn-Ni стали с ванадием вместо углерода позволяет получить эффект дисперсионного твердения за счет образования частиц нитрида ванадия. Такие стали способны обеспечить надежную работу тяжело нагруженных коррозионно-стойких немагнитных деталей при низких температурах и в том числе сварных соединений.

6.3. Выбор химического состава новых азотосодержащих аустенитных сталей для тяжело нагруженных деталей криогенной техники.

Обобщение литературных данных [249-267] и выполненных в ИМЕТ РАН исследований [248] роли отдельных легирующих элементов, их комплексов, типа упрочняющих фаз, их количества и сочетания позволило разработать принципы легирования стареющих немагнитных сталей с ванадием, обеспечивающие получение у них высоких физико-механических свойств после упрочняющих обработок. С учетом методов упрочнения

можно сформулировать основные принципы легирования высокопрочных аустенитных сталей для низкотемпературной службы:

1. В качестве стабильно-аустенитной матрицы стареющих сталей, содержащих ванадий и углерод, при отсутствии требований по коррозионной стойкости перспективной является марганцево-никелевая матрица.
2. Для повышения вязкости разрушения стареющих Mn-Ni-V-C сталей полезно иметь в их структуре пластичные и способные к релаксации микронапряжений приграничные – зоны, свободные от выделений избыточных фаз.
3. Для получения лучшего сочетания прочности и пластичности у стареющих Mn-Ni и Cr-Mn-Ni сталей с упрочняющей фазой VC необходимо соблюдение условия полного связывания с углеродом $C_V^A / C_C^A = 1$. Избыточное содержание ванадия может снижать стабильность аустенита, способствует расширению температурной области δ -феррита и разупрочнению стали при старении в результате высокой скорости роста частиц карбидов. Избыток углерода незначительно увеличивает прочность, но резко снижает пластичность и вязкость стали с образованием, кроме карбидов VC, других карбидов (например $Me_{23}C_6$).
4. При малой степени пересыщения γ -твердого раствора ванадием (при общем содержании ванадия менее 0,7%) у сталей при старении наблюдается преимущественное выделение карбидов VC на дислокациях и границах зерен. Для получения преимущественно матричных выделений VC в стали содержание ванадия должно быть не менее 0,8%.
5. Для упрочнения азотосодержащих сталей с помощью пластической деформации целесообразно использовать стали с низкой ЭДУ в аустените (12-15 МДж/м²), которая обеспечивает высокую степень деформационного упрочнения.
6. Получение эффекта дисперсионного твердения у нержавеющей немагнитных сталей, легированных ванадием, возможно при замене

углерода азотом, что предотвращает образование карбида $M_{23}C_6$ по границам зерен аустенита. Эффективность упрочняющего влияние нитридов ванадия выше, чем других типов нитридов, карбидов и интерметаллидов.

7. Значительное повышение прочности, вязкости разрушения и пластичности немагнитных Cr-Mn-Ni сталей, упрочняемых дисперсными частицами VC, достигается при содержании 0,3-0,4%N и $C_V^A/C_N^A \approx 1$.
8. Для повышения вязкости и прочности при криогенных температурах перспективны стареющие Mn-Ni-V-C-Mo, Cr-Mn-Ni-V-C-Mo и Cr-Mn-Ni-V-N-Mo стали, у которых величина ЭДУ не менее 25 – 30 МДж/м².

С использованием указанных принципов легирования разработан ряд новых высокопрочных немагнитных сталей с уровнем прочности более высоким, чем у традиционных немагнитных сталей. Эти стали подразделяются на две группы: 1 – высокопрочные немагнитные, 2 – коррозионно-стойкие.

Результаты реализации этих сталей показаны в таблице 6.1.

Таблица 6.1 - Обработка, механические свойства и применение новых высокопрочных сталей.

Марка и упрочнение стали	Обработка	$\sigma_{0,2}$ (при +20°C), МПа	КСУ (при - 196°C), МДж/м ² ,	Применение
40Г16Н13ФМ д.т. VC	Зак. 1150°C + стар. 650°C 7 час	820	1,05	Детали криогенной техники
40Х14Г15Н10ФМ д.т. VC	Ковка при 1150°C + стар. 650°C 10 час	910	0,92	Детали криогенной техники
37Г10Н7Д2МФ д.т. VC	Зак. 1150°C + стар. 650°C 10 час	840	1,15	Листы, трубы
02Х18Н12Г11АМФ д.т. VN (0,34%N)	Зак. 1150°C + стар. 650°C 10 час	745	1,16	Детали криогенной техники
	ковка 1100°C	845	0,92	
06Х19Н6Г9АМ2 д.т. + з. + т.р. (0,3%N)	Прокатка при 1100°C $\varepsilon - 70\%$	549	1,45	Листы, сварные конструкции для перевозки сжиженных газов
06Х19Н6Г10АД2М д.т. + з. + т.р. (0,28%N)	Прокатка при 1150°C $\varepsilon - 70\%$	650	1,15	Сварные конструкции для перевозки сжиженных газов
05Х22АГ15Н8М2Ф т.р. + з. + д.т.	Зак. 1150°C со скоростью охлаждения 200 – 400°C/мин	595	2,3	Сварные конструкции для перевозки сжиженных газов
04Х20Г15Н8МАР т.р. + з. (0,52%N)	Закалка отливки от 1050 -1100°C	497	0,85	Запорная арматура для перекачки сжиженных газов.
04Н9АХ2 т.р. + з. (0,15%N)	Зак. 850°C + отп. 550°C 1 час	879	1,01	Емкости для перевозки сжиженных газов.
03Н27А т.р. (0,25%N)	Ковка. прокатка	360	1,8	Детали не изменяющие свои размеры при +100 – - 196 °C
02Х17Н11Г3АФ д.т. (0,20%N)	Зак. 1200°C + стар. 700°C 2 час	640	1,9	Трубы, сосуды.

д.т.-дисперсионное твердение,

з.- зернограничное,

т.р. -твердорастворное

6.4. Принципы легирования аустенитных сталей для высоконагруженных изделий криогенной техники.

Для получения высокой прочности при $+20^{\circ}\text{C}$ и удовлетворительной вязкости при $-153 - -269^{\circ}\text{C}$ аустенитных Cr-Mn-Ni-N сталей состав должен обеспечивать:

- высокую растворимость азота в жидком металле и кристаллизацию без образования δ -феррита, определяющую высокое содержание азота в γ -твердом растворе;
- стабилизацию аустенита по отношению к $\gamma \rightarrow \alpha$, $\gamma \rightarrow \sigma$, $\gamma \rightarrow \epsilon$ превращениям;
- формирование структуры с малым количеством нитридов (с целью измельчения аустенитного зерна), в котором отсутствуют карбиды типа M_{23}C_6 , это выполняется у углеродистых сталей с соотношением $\text{C}/\text{N} < 0,09, 0,15$ и $0,19$ соответственно в Cr-Ni, Cr-Mn и Cr-Mn-Ni сталях.

Определяя химический состав высокоазотистых сталей и режимы их термической и термопластической обработки, следует учитывать их склонность к выделению нитридов хрома при $500 - 900^{\circ}\text{C}$ по механизму прерывистого распада (ПР). Такое проявление нестабильности аустенита выражено тем более резко, чем больше степень пересыщения аустенита азотом. ПР аустенита, пересыщенного азотом, происходит с образованием перлитоподобных колоний типа «аустенит с равновесным содержанием азота – нитрид типа Cr_2N . Скорость ПР зависит от скорости изменения температуры, что приводит к неоднородности механических свойств по сечению деталей больших размеров. Кроме того, ПР снижает пластичность и ударную вязкость, а также ухудшает свариваемость стали. Устранение отрицательного влияния ПР на механические свойства стали может быть достигнуто использованием горячей пластической деформации с окончанием ее при температурах протекания прерывистого распада, но ниже температуры собирательной рекристаллизации аустенита.

Рассмотренным выше условиям удовлетворяет сталь, в том числе свариваемая, содержащая: 0,5 – 0,6% N, 20 – 22% Cr, 12 – 16% Mn, 7,7 – 9% Ni, 1,5-2,5% Mo, 0,1 – 0,3% V, 0,1 – 0,3% Nb, 0,04 – 0,09% C, 0,1 – 0,6% Si, 0,005 – 0,01%Ca. При указанном содержании легирующих элементов выполняется по диаграмме Шеффлера соотношение $Ni_{эКВ}/Cr_{эКВ}=0,7 – 0,9$ и критерий стабильности аустенита исключающий образование мартенсита при охлаждении до -253°C и пластической деформации $\varepsilon \leq 15\%$.

$$K = Ni + 0,46Mn + 11,8N + 12,6C + 0,65Cr + 0,35Si \text{ (Т. Такемото)} \geq 24. \quad (16)$$

Содержание в стали углерода $[C]=0,04$ и азота $[N]=0,45$ в минимальных указанных количествах достаточно для обеспечения высокой прочности. При содержании углерода более 0,09% и азота более 0,55% соответственно, трудно получить удовлетворительные показатели пластичности и ударной вязкости из-за образования при тепловых выдержках большого количества карбида хрома типа $Me_{23}C_6$ и нитридов хрома типа Cr_2N . Для предотвращения образования карбидов хрома типа $Me_{23}C_6$ отношение содержания углерода к содержанию азота не должно превышать 0,15. Введение в сталь 20 – 22% хрома необходимо для обеспечения требуемого уровня коррозионной стойкости и растворимости азота в указанных пределах. При содержании хрома более 22% и никеля менее 7% - сталь будет иметь пониженную пластичность из-за образования феррита и σ -фазы. С увеличением содержания никеля более 9% - из-за снижения растворимости азота в металле невозможно получить сталь с заданным количеством азота. Получение содержания марганца на уровне 12 – 16% обеспечивает стабильность аустенита по отношению к $\gamma \rightarrow \alpha$ (M) превращению, повышает растворимость азота и способствует раскислению металла. Введение в сталь ванадия и ниобия в количестве 0,1 – 0,3% каждого обеспечивает мелкозернистую структуру и повышение прочности (за счет образования мелкодисперсных нитридов ванадия и ниобия). При меньших концентрациях ванадия и ниобия положительный эффект от их введения незначителен.

Увеличение содержания ниобия и ванадия более 0,30% приводит к снижению прочност металла из-за обеднения твердого раствора азотом в результате образования термически устойчивых нитридов ванадия и ниобия, диссоциирующих в аустените при температурах выше 1150^oC. При содержании молибдена более 2,5% при концентрациях Ni и Mn на нижнем пределе в металле может образовываться ферромагнитная фаза (δ -феррит). Добавки кальция в количестве 0,005 – 0,010%, улучшая морфологию неметаллических включений, повышают пластичность металла и его технологичность, особенно обрабатываемость резанием. Если кальция в металле меньше 0,005% - значительного эффекта от его введения не наблюдается, при увеличении его содержания более 0,01% - дальнейшего улучшения свойств не наблюдается.

6.5. Исследование и испытание изделий из новых сталей

В центральном научно-исследовательском институте технологии судостроения из заготовок стали 06X22AG15H8M2Ф круг 50 мм изготовлена опытная партия литых корпусных деталей запорно-регулирующей арматуры. Эти детали были подвергнуты закалке от 1100^oC с целью улучшения структуры и механических свойств. Исследования деталей показали, что они имеют хорошее качество поверхности. Образцы металла, вырезанные из этих деталей, были испытаны на растяжение и ударную вязкость. По уровню прочности и или пластичности и ударной вязкости литые детали из стали 06X22AG15H8M2Ф значительно превосходят аналогичные детали из бронз и нержавеющей сталей (рисунок 6.7).

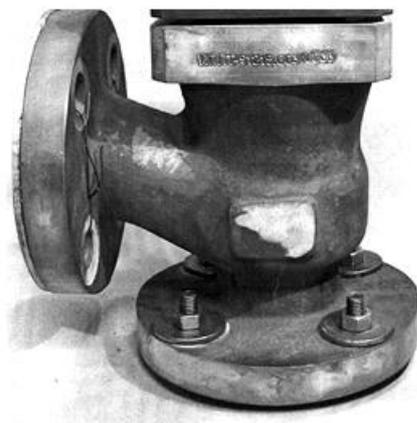


Рисунок 6.7 - Фотография корпуса запорно-регулирующей арматуры.

Методом «холодной высадки» в ОАО «Нормаль» изготовлена и испытана партия болтов из стали 05X22AG15H8M2Ф (рисунок 6.8).



Рисунок 6.8 - Фотографии болтов производства ОАО «Нормаль»

Результаты их испытаний на разрыв и срез болтов из стали 05X22AG15H8M2Ф после горячей прокатки в сравнении с болтами из высокопрочного титанового сплава ВТ6 после закалки и старения представлены в таблице 6.2.

Таблица 6.2 - Механические свойства болтов из стали 05X22АГ15Н8М2Ф и сплава ВТ6, испытанных на разрыв и срез.

Сплав	Усилие разрыва, кг	σ_b , кгс/мм ²	Усилие среза, кг	τ , кгс/мм ²
05X22АГ15Н8М2Ф	6100	166,66	2720	74,04
	6400	174,86	4720	93,95
	5400	147,50	4600	91,56
ВТ16	3980	108,74	3456	68,8
	3960	108,19	3230	64,3
	4200	114,75	3396	67,6

По прочностным характеристикам болты из стали 05X22АГ15Н8М2Ф в 1,5-2 раза превосходят аналогичные изделия из высокопрочного титанового сплава ВТ16. Характер разрушения болтов позволяет сделать заключение о высокой пластичности стали в готовом болте.

Изготовленная большая партия болтов и винтов имела превосходную коррозионную стойкость, отличный дизайн и повышенные характеристики прочности, надежности и ресурса, позволяющие эксплуатировать их в различных изделиях авиационной, автомобильной и бытовой технике, где эксплуатационная температура не превышает 400-450°С.

Технология изготовления полусферической «терки» предусматривает приваривание к нижней кромке полусферы кольцевого элемента. В связи с этим необходимо было оценить технологические параметры свариваемости новой стали. Исследование проводили на пластинах толщиной 1,5мм. Сварные соединения (СС) получали автоматической сваркой при токе 300-450А, напряжении 26-35 В, скорости сварки 28-32 м/час. Стыки пластин, собранные с зазором 2 мм, сваривали дуговой сваркой под опытным флюсом марки АНК-67 за 2 прохода. Для дуговой сварки применяли проволоку диаметром 3мм, химический состав которой соответствовал основному металлу (ОМ).

В СС стали наблюдали в основном металле и зоне термического влияния шва однофазную аустенитную структуру (с размером зерна аустенита не более 20 мкм) и большим количеством двойников (что характерно для аустенитных сталей с низкой энергией дефектов упаковки), а

в сварном шве – аустенитную ячеисто-дендритную структуру с относительно равноосными кристаллами. Относительно малый размер зерна обусловлен наличием в химическом составе стали добавки сильного нитридообразующего элемента – ванадия. δ -феррит и σ -фаза в структуре отсутствовали. В СС стали наблюдается равномерное распределение азота во всех участках СС.

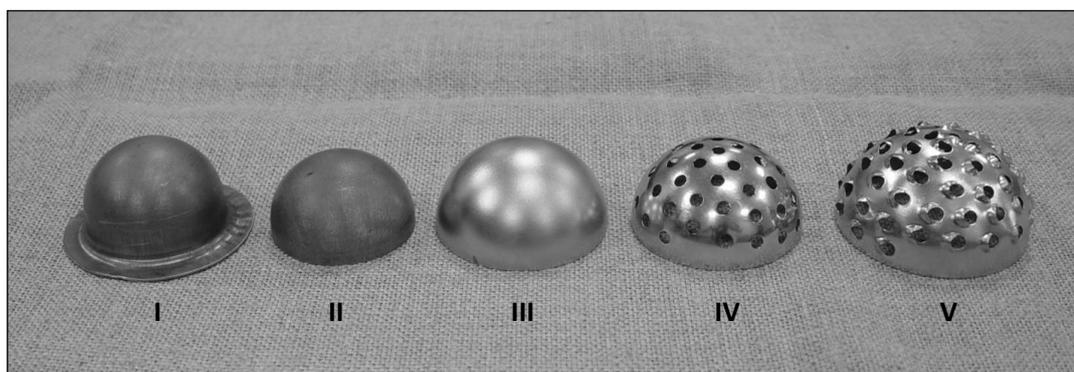
При изготовлении медицинского инструмента согласно ТЗ сталь должна иметь коррозионную стойкость в биологических средах, дезинфицирующих и стерилизационных растворах и обладать стойкостью к межкристаллитной коррозии (МКК) в состоянии поставки. Соответственно, согласно ТУ сталь в состоянии поставки должна обладать стойкостью к межкристаллитной коррозии.

В соответствии с ТУ склонность исследуемой стали к МКК определяли по ГОСТ 6032 на одном образце для листов и на двух образцах для прутков методом АМУ в течение 24 ч без провоцирующего нагрева (т.к. это нестабилизированная сталь (не содержащая титан или ниобий) с содержанием углерода более 0,030%). Проводили кипячение образцов в водном растворе $\text{CuSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ в присутствии металлической меди. После воздействия на образцы раствора их изгибали на оправке под углом 90° и определяли наличие/отсутствие МКК по наличию/отсутствию трещин при осмотре через лупу с увеличением в 10 раз. Из двух листов толщиной 1 мм в различных состояниях после холодной прокатки (Н), закалки (ТО), горячей прокатки (ТМО) были вырезаны (в направлении прокатки) образцы шириной 15 мм, длиной 60 мм. Из двух прутков (в каждом из состояний – ТО, ТМО) были изготовлены по 2 образца толщиной 2 мм, шириной 15 мм, длиной 60 мм. Поверхность образцов была механически отполирована. Т.к. провоцирующий нагрев не проводили, перед шлифовкой не требовалось удалять окалину после нагрева механическим, либо химическим способом. Изгиб всех образцов, изготовленных как из листов, так и из прутков, во всех состояниях поставки (Н, ТО, ТМО) характеризуется отсутствием трещин при

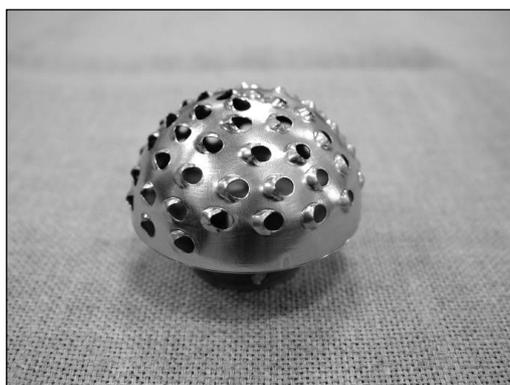
вышеуказанном увеличении. Полуфабрикаты из новой стали в состоянии поставки не склонны к МКК.

Проверка износостойкости показала, что инструменты из нержавеющей Cr-Ni стали аустенитного класса марки 12X18H10T достигли предельного состояния-износа рабочей части инструментов привел к потере работоспособности разверток после 5 циклов испытаний. При этом радиус притупления режущей кромки инструментов увеличился почти в 3 раза. При аналогичных условиях испытаний разверток из стали 05X22AG15H8M2Ф работоспособность инструментов и радиус притупления их режущей кромки не изменились. Предельное состояние одной из трех испытанных разверток из стали 05X22AG15H8M2Ф было достигнуто только после 26 циклов испытаний, что свидетельствует о высокой износостойкости режущих инструментов из новой стали.

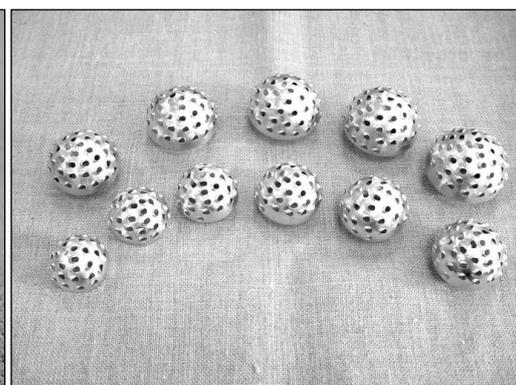
На производственной базе ЗАО «Имплант МТ» изготовлен комплект переходников и фрез типоразмеров 44, 46, 48, 50, 52, 54, 56, 58, 60, 62 и 64 из стали 05X22AG15H8M2Ф (рисунок 6.9).



а



б



в

Рисунок 6.9 - Фотографии полуфабрикатов (а), готовой фрезы (б) и комплекта фрез (в).

Для проведения испытаний на надежность изготовлена партия разверток из сплава 05Х22АГ15Н8М2Ф-Ш (рисунок 6.10).

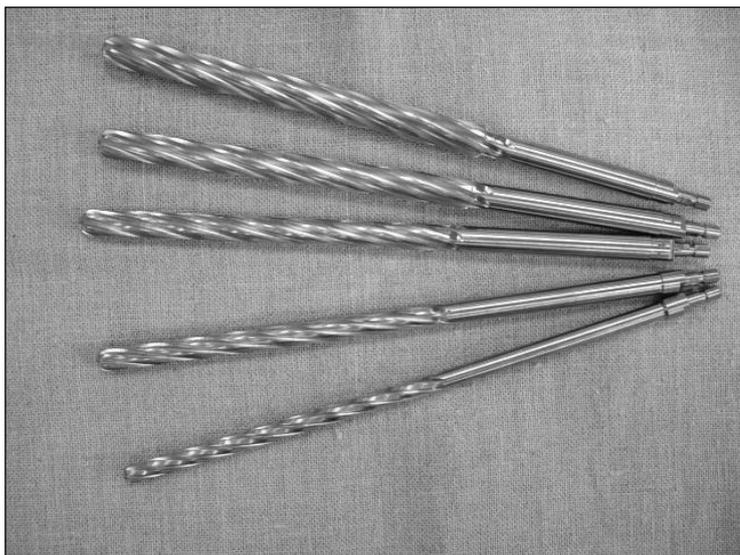


Рисунок 6.10 – Фотографии комплекта разверток.

Проверка биологической безопасности проводилась в соответствии с ГОСТ Р ИСО 10993 «Оценка биологического действия медицинских изделий». В результате испытаний установлено, что фрезы и развертки нетоксичны, отвечают требованиям нормативной документации.

Проверка коррозионной стойкости медицинских инструментов проведена следующим способом: -инструменты, промытые в теплой воде с мылом, тщательно ополаскивали в дистиллированной воде и помещали в электрический кипятильник с кипящей дистиллированной водой; -по истечении 30 минут нагрев воды выключали и инструмент находился в воде 1 час; -после извлечения инструмент оставляли на воздухе на 2 часа, протирали сухой хлопчатобумажной салфеткой. После завершения испытаний следы коррозии на изделиях не обнаружены.

Проверка устойчивости к дезинфекции, предстерилизационной очистки и стерилизации фрез и разверток проводилась следующим образом – дезинфекцию инструмента проводили паровым методом в насыщенном паре при температуре 110°C в течение 25 минут под избыточным давлением пара 0,05 МПа. Кроме того, изделия подвергали предстерилизационной очистке

следующим образом: - ополаскивание в проточной воде в течение 0,5 минут; - замачивание в моющем растворе (5 г. Моющего средства «Биолот» на 995 см³ питьевой воды) при температуре 40°C в течение 15 минут при полном погружении; - мойка в моющем растворе при этой же температуре в течение 0,5 минут; - ополаскивание под проточной водой и дистиллированной водой; - сушка горячим воздухом при температуре 75-80°C до полного исчезновения влаги. Стерилизацию инструментов проводили паровым методом в водяном насыщенном паре при температуре 132°C в течение 20 минут под избыточным давлением пара 0,2 МПа.

Проверка износостойкости изделий проводилась по ГОСТ 28684 при сравнительных испытаниях разверток из сплава 05X22AG15N8M2Ф и стали 12X18H10T. Износ рабочей части инструментов оценивали по изменению радиуса притупления режущей кромки в процессе испытания, которые проводили обработкой резанием пластины из текстолита толщиной 5 мм. Глубина врезания развертки составляла половину ее диаметра. Скорость вращения развертки составляла 15^{+0,1} с⁻¹. Обработка осуществлялась при давлении развертки на пластину с усилием 5+0,5 Н. Режим обработки: 15 с резания – 15 с пауза. Испытания проводились совместно с проверкой устойчивости инструментов к циклу обработки, включающему дезинфекцию, предстерилизационную очистку и стерилизацию, режимы и условия проведения которых приведены в технических условиях на изделия.

После клинических испытаний (12 операций эндопротезирования) разверток из стали 05X22AG15N8M2Ф на их поверхности не наблюдали следов коррозии. На всей поверхности разверток из стали 95X18 после трех операций эндопротезирования наблюдали следы коррозии.

Общие выводы

1. Развита научная основа создания аустенитных сталей высокой прочности, что позволяет повысить прочностные свойства на 50-100% по сравнению с традиционными аустенитными сталями и обеспечить возможность их использования в качестве материала высоконагруженных деталей и конструкций криогенной техники.
2. Эффективность изложенных в диссертации научных принципов легирования подтверждена лабораторными исследованиями, опытной проверкой и разработкой 8 марок новых высокопрочных сталей, защищенных авторскими патентами и удовлетворяющих разнообразным и сложным требованиям (по физико-механическим и специальным свойствам) предъявляемым к новой технике.
3. Разработаны режимы термической обработки, пластической деформации, сварки и точения, которые возможно осуществить на действующем оборудовании металлургических и машиностроительных заводов.
4. Технологическая пластичность новых сталей позволила получить опытные партии литых и кованных заготовок, высокопрочные листы, изделия криогенной арматуры и крепежа (болты и гайки разных размеров).
5. Разработанные новые высокопрочные стали могут быть использованы с большим технико-экономическим эффектом взамен применяющихся сталей для повышения надежности и долговечности высоконагруженных деталей и конструкций криогенной техники.

Библиографический список использованной литературы

1. Duryam T., Mc. Clintjck R., Reed H. Cryogenic material detahandbook, Washington, 1962.
2. Химушин Ф.Ф. Нержавеющие стали, М., «Металлургия», 1967, с.798.
3. Dixon H. Cryogenic Technology, 1968, v.4, № 3.
4. Watson I. and others. Electro-Technology, 1961, v.68.
5. Belton I. and others. ASTM Spec. Techn. Publ., 1960, №287.
6. Goodzeit C. Advances in Cryogenic Engineering, 1965, v.10.
7. Бабаков А.А., Лебедев Д.В., Овсянников Б.Н., Ульянин Е.А. Механические свойства стали X14Г14Н3Т при -253°C. «МиТОМ», 1966, №10, с.40.
8. Банных О.А., Ковнеристый Ю.К., Стали для работы при низкий температурах, М., «Металлургия», 1969.
9. Справочник по сварке под редакцией Винокурова, т.3, 1970, с.208.
10. Годт Ф. Коррозия и защита от коррозии, М-Л, «Химия», 1966.
11. Теоретические основы сварки под редакцией Фролова, М., «Высшая школа», 1970, 557 с..
12. Garben Jan Christer. Weld Desigen and Fabric, 1967, 40, №8, p.58-59.
13. Бабаков А.А., Лапин П.Г., Ульянин В.А., Успенская И.К., Федорова В.И. Влияние азота на свойства хромникельмарганцевой стали с молибденом при низких температурах. Специальные стали и сплавы, Сб.тр. ЦНИИЧМ, вып.77, 1970, с.113, «металлургия».
14. Ковнеристый Ю.К. Структура и свойства стали для работ при криогенных температурах. «МиТОМ», 1969, №9, с.10
15. Ульянин Е.А. Новые коррозионностойкие стали и сплавы- «МиТОМ», 1970, № 6, с.20.
16. Грикуров Г.Н., Товадзе Ф.Н., Антропов Н.П., Сухотин А.М. Влияние химического и фазового составов на механические свойства аустенитных нержавеющей хромомарганцевых сталей при низких температурах. Известия АН СССР, Металлы, 1975, №1, с.99.
17. Metal Frogress. August 1975, v.108, №3, p.50.

18. Alley Dig., 1975, March.
19. Владимирская С.Н., Зарецкий Я.М., Ульянин Е.А., Федорова В.И. «Вестник машиностроения», 1967, №5, с.67.
20. Солнцев Ю.П., Пряхин Е.И., Пирайнен В.Ю. Специальные материалы в машиностроении. Химиздат, 2004г.
21. Солнцев Ю.П., Степанов Г.А. Конструкционные стали и сплавы для низких температур. Москва. Металлургия .1985.
22. Солнцев Ю.П., Ермаков Е.С. Ресурс материалов низкотемпературных конструкций. Химиздат, 2006г.
23. Iwin K.I. Iron and steel Inst. Metals, 1964, 28, №12, p. 848-856.
24. Barker R. Metallurgia, 1967, 76, p.454.
25. Сорокина Н.А., Ульянин Е.А., Федорова В.И., Капуткин И.И., Беляева В.А. Структура и свойства нержавеющей стали легированной молибденом. «МиТОМ», 1974, №12, с.27-30.
26. Ульянин Е.А., Овсянников Б.Н., О легировании аустенитных сталей для службы в условиях глубокого холода. – «МиТОМ», 1970, №6, с.20.
27. Грикуров Г.Н., Гавадзе Ф.Н. Хромомарганцевые стали для криогенной техники. Известия АН СССР, Металлы, 1977, №5, с.14.
28. Гуляев А.П., Козлова Н.А. Стабильность аустенита и свойства хромоникелевых нержавеющей сталей при низких температурах. Специальные стали и сплавы., Сб. тр. ЦНИИЧМ, вып.46, 1966, с.5 М. «Металлургия».
29. Красовский А.Я. Хрупкость металлов при низких температурах. Научная думка, 1980.335с.
30. Journ. of the «Iron and Steel Inst.», 1969, 207, №8, p.1129-1140.
31. Ульянин Е.А., Сорокина Н.А., Георгиева И.Я. Свойства нержавеющей хромомарганцевых сталей с различной устойчивостью аустенита при деформации. «МиТОМ», 1976, №9, с.48.

32. Богачев И.Н., Марьевич В.П., Еголаев В.Ф. Влияние пластической деформации и фазового наклепа на параметры внутреннего трения Fe – Mn и Fe – Ni аустенитных сплавов. , «ФМЗ», 1966, том 22, вып. 3, с. 446.
33. Богачев И.Н., Еголаев В.С. Структура и свойства железомарганцевых сплавов., М., «Металлургия», 1973.
34. Келли П.М., Наттинг Дж. Механизмы упрочнения стали. В кн. «Высокопрочная сталь», М., «Металлургия», 1965.
35. Ульянин Е.А., Левин Ф.Л., Бабаков А.А. Влияние марганца на структуру и свойства аустенитной стали. Специальные стали и сплавы, Сб. тр. ЦНИИЧМ, вып.46, 1966, с.76, «Металлургия».
36. Овсянников Е.А., Ульянин Е.А. «Механические свойства сталей при 20 - - 253°С. «МиТОМ», 1969, №3, с.2-6.
37. Гаджибалаев Г.А. Прочность пластичность и вязкость аустенитных сталей при низких температурах, Диссертация на соискание ученой степени канд. техн. наук, Москва, 1973.
38. Богачев И.Н., Еголаев В.Ф., Звягинцева Г.Е., Фролова Т.А. Хрупкость аустенитных железомарганцевых сплавов. «МиТОМ», 1972, №8, с.51-53.
39. Гуляев А.П., Лебедев Д.В., Гаджибалаев Г.А. Прочность и пластичность аустенитных Cr-NiCr-Mn сталей при низких температурах.- «МиТОМ», 1973, №12, с.32-37.
40. Гаджибалаев Г.Р., Гумеев А.П., Лебедев Д.В. Вязкость Cr и Cr-Mn аустенитных сталей при низких температурах.-«МиТОМ», 1973, №9, с.8.
41. Сорокина Н.А., Лебедев Д.В., Ульянин Е.А., Антропов Н.П. «Проблемы прочности». 1972, №8.
42. Dijkstra H.I. J. of metals. 1949, 1, p.252-260.
43. Каховский Н.И., Ющенко К.А., Менько Г.Г., Квасновский О.Г. Проблемы прочности, 1974, №6, с.92.
44. Старцев В.И., Ильичев В.А., Пустовалов В.В. Пластичность и прочность металлов и сплавов при низких температурах. , м., «Металлургия», 1975.

45. Блинов В.М. Высокопрочные немагнитные стали. Влияние легирования γ -твердого раствора на структуру и механические свойства немагнитных сталей, стареющих с выделением карбида ванадия. Наука. 1978.
46. Toshiniko Takemoto, Effect of alloying elements and mechanical and magnetic properties of Cr-Ni austenitic stainless steel at cryogenic temperature. Research article Transactions ISIJ, 128, 1988.
47. Freidrich V. // Wissenschaftliche Zeitschrift Techn. Univers. Dresden. -1968. Bd. 17 №4. S.1003-1007.
48. Roberson J.A., Grosskreutz J.C. // Acta Metallurgica.- 1963.V.11. №7. P.795-
49. Smallman R.E. // Modern Physical Metallurgy. London, Butterworths.-1962. P. 356.
50. Эвери Д., Бэкоффен В. // Разрушение твердых тел. – М.: Металлургия.- 1967.-с.155.
51. Пиккеринг Ф. // Структура и механические свойства металлов. -М.: Металлургия.-1967.- С. 187-195.
52. Богачев И.Н., Журавль Л.В., Еголаев В.Ф. // ФММ.- 1968. Т.25. №4. – с.708-712, 408.
53. Coldman A.J., Wagner N.J. // Acta met. – 1963.V.11.№5. P.405-413.
54. Vasudevan R., Majdic A // Arch. Eisenhutt. – 1963. Bd. 34.№11.s.845-852.
55. Богачев И.Н., Литвинов В.С., Минц З.И. // ФММ.- 1963. Т.16. В.4. – с.596-602.
56. Schumann H., Heider F. // Z. Metallkunde.- 1965 Bd. 56. №3. s.165.
57. Павлов В.А., Носкова Н.И., Кузнецов Р.И. // ФММ.- 1967. Т.24. В.5. – с.947.
58. Криштал М.А., Миркин И.Л. Ползучесть и разрушение сплавов. –М.: Металлургия. – 1966. – с.33.
59. Кан Р. Физическое металловедение. М. :Мир. -1968. В. 2. с.335.
60. Лысак Л.И., Николин Б.И. // ФММ. -1965. т.20.№4.-с.547-554.
61. Лысак Л.И., Николин Б.И. // ФММ. -1964. т.17.В. 1.-с.40-44.
62. Лысак Л.И., Николин Б.И. // ФММ. -1964. т.17. В. 5.-с.703-713.

63. Schimizu K., Wajman C.M. // ElectronMicroscopy. -1966. V.1. p.459-460.
64. Kelly P.M. // Actamet. – 1965. V. 13 №6. P.635-647.
65. Whitte C.H. // J. of Iron Steel Inst. -1962. V. 200. №6.P. 457.
66. Reed R.P. // Acta met. – 1962. V. 10 №9. P.865-877.
67. Coldman A.J., Robertson W.D.// Trans. Met. Sjc. AIME. -1964.– V230. №1.P.240-241.
68. Звягинцева Г.Е., Богачев И.Н. // ФММ.- 1970. Т.30 В.6. –с.1182 -1188.
69. Charhock W. // MetalSciencejournal. -1967. V. 1. P.123.
70. Coldman A.J., Wagner N.J. // Acta met. – 1963.V.11.№5. P.405-413.
71. Vasudevan R., Majdic A // Arch. Eisenhutt. – 1963. Bd. 34.№11.s.845-852.
72. Gunter C.J., Reed R.P. // Trans. ASM.-1962. V.55. p.399.
73. Otte H. // Acta met. -1957. V. 5. №11.p.614.
74. Богачев И.Н. // ФММ.- 1963. Т.16. В.4. – С. 544-550.
75. Богачев И.Н. // ФММ.- 1963. Т.15. В.5. – С. 678-684.
76. Schumann H. // Wiss z. Univers. Rostok., Math.-NaturReine. – 1963.Bd. 12.№2.s.197-210.
77. Schumann H. // Technik.- 1963Bd. 18. №7.s.469-473.
78. Schumann H. //NeueHutte.- 1964Bd. 9. №4.s.223-228.
79. Schumann H. //NeueHutte.- 1965Bd. 10. №1.s.35-39.
80. Schumann H. // Wiss z. Univers. Rostok., Math.-NaturReine. – 1964. Bd. 13.№1.s.143-162.
81. Schumann H. Rekristallisation metall. – Werkstoffe Leipzig. – 1966. S.143-155.
82. Дюлье О., Наттинг Дж. // Высоколегированные стали – М.: Metallургия. – 1969. – С. 287-299.
83. Vasudevan R., Majdic A // Arch. Eisenhutt. – 1963. Bd. 34.№11.s.845-852.
84. R.E.Schramm and R.P.Reed, Metall, Trans.A, 1975,6A,1345.
85. D.Dulieu and Nutting:inProc.Conf.Metallurgical developments in nigh alloy steels. 1964, TheironandSteelInstitute, 140-145.

86. Клековкина Н. А. Разработка экономнолегированных аустенитных сталей для высоконагруженных пружин и упругих элементов. Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук. Москва 1984.
87. Зегер А. Дислокации и механические свойства кристаллов.- М.:ИИЛ. - 1960.
88. Seeger A., Statz H.// Stat. Sol. – 1962. V. 2. p.857.
89. Павлов В.А., Носкова Н.И., Кузнецов Р.И. // ФММ.- 1967. Т.24. В.5. – с.947.
90. Агеев Н.В., Гусева Л.Н. // Изв. АН СССР. ОХИ.-1940. Т. 4.- с.269.
91. Мотулович Г.П.// ЖЭТФ.- 1965. Т. 49 №5 (11). – с. 1431.
92. Пиккеринг Ф. //Структура и механические свойства металлов. -М.: Металлургия.-1967.- С. 187-195.
93. D.T.Llewllyn Work hardening effects in austenitic stainless steels, Materials Science and Technology May 1997 Vol. 13 389
94. Ding J., Zhang D., Nishida S. etc. Study on low cycle fatigue property of austenitic stainless steel under stress – controlled condition // Acta met. Sin. - 2002, vol. 38, № 12, p. 1261 – 1265.
95. Srinivasan V.S., Sandhya R., Rao B.S. etc. Effect of temperature on the low cycle fatigue behaviour of nitrogen alloyed type 316L stainless steel // International Journal of Fatigue. – 1991, vol.13, № 6, p. 471 – 478.
96. Degallix S., Degallix G., Foct J.Influence of nitrogen solutes and precipitates on low cycle fatigue of 316L stainless steels // ASTM STP 942 (American Society for Testing and Materials, 1988), p. 798 – 811.
97. Сун Х., Динер М., Угговитцер П.И., Малоцикловая усталость высокоазотистых сталей. 2-я международная конференция HNS 90, Аахен, Германия, 1990, с.150-155.
98. Nystrom M., Lindstedt U., Karlssonb B.etc. The influence of nitrogen and grain size on the cyclic deformation behaviour of austenitic stainless steel // Fatigue 96: Proceedings of the sixth International. Fatigue congress. Berlin, 1996, vol. 1, Kidlington, p. 233 – 238.

99. Hennessy D., Stecker G., Altstetter. Phase Transformation of Stainless Steel During Fatigue // Metallurgical Transactions A. – 1976, vol. 7A, March, p. 415 – 424.
100. Efros N., Korshunov L., Efros B., Chernenko N, Lobardze L. Nanostructure and tribological properties of nitrogen containing Fe-Mn-Cr-alloys upon friction and abrasive action. Proceedings of the 7th International Conference on High Nitrogen Steels 2004, // Belgium, September 2004, p.391-394.
101. Uggowitzer P.J., Magdowski R., Speidel M.O. Nickel free high nitrogen austenitic steels // Iron and Steel Institute of Japan International. - 1996. - Vol. 36, №7. - P. 901 – 908
102. Simmons J.W. Overview: high-nitrogen alloying of stainless steels // Materials Science and Engineering. Ser. A. 1996. Vol. 207. P. 159-169.
103. Гаврилюк В. Г., Ефименко С. П. Влияние азота на структуру и свойства γ и α -железа и перспективные направления разработки высокоазотистых сталей. Высокоазотистые стали. Труды I Всесоюзной конференции, // Киев, издательство Института металлофизики АН УССР, 1990, с. 5-26.
104. Rawers J., Tylczak J. Characterizing High Interstitial Concentrations in Stainless Steels. Proceedings of International Conference on High Nitrogen Steels 2006, // China, 2006, p.121-129.
105. Efros N., Korshunov L., Efros B., Chernenko N, Lobardze L. Nanostructure and tribological properties of nitrogen containing Fe-Mn-Cr-alloys upon friction and abrasive action. Proceedings of the 7th International Conference on High Nitrogen Steels 2004, // Belgium, September 2004, p.391-394.
106. Блинов В. М., Банных О. А., Пойменов И. Л. и др. Износостойкость высокоазотистых немагнитных хромомарганцевых сталей. // Металлы, 1982, №6, с. 142-145.
107. Банных О. А., Блинов В. М., Костина М. В. и др. О взаимосвязи износостойкости с фазовым составом и механическими свойствами новых высокоазотистых железохромистых сплавов, // Металлы, 2000, №2, с. 57-64.

108. Филиппов М. А., Белозерова Т. А., Блинов В. М. и др. Влияние термической обработки на износостойкость при абразивном изнашивании высокоуглеродистых и высокоазотистых сталей. // *Металловедение и термическая обработка металлов*, 2006, №4, с. 29-33.
109. Мушникова С.Ю., Легостаев Ю.Л., Харьков А.А., Калинин Г.Ю., Исследование влияния азота на стойкость к питтинговой коррозии. // *Вопросы материаловедения*, 2004, №2(38) с.126-135.
110. Калинин Г.Ю., Мушникова С.Ю., Нестерова Е.В., Фомина О.В., Харьков А.А., // *Вопросы материаловедения*, 2006, №1(45) с.45-54
111. Simmons J.W. Overview: high-nitrogen alloying of stainless steels // *Materials Science and Engineering. Ser. A*. 1996. Vol. 207. P. 159-169.
112. Uggowitzer P.J., Magdowski R., Speidel M.O. Nickel free high nitrogen austenitic steels // *Iron and Steel Institute of Japan International*. - 1996. - Vol. 36, №7. - P. 901 – 908
113. Ono A.A., Alonso N., Tschiptschin A.P. Corrosion resistance of nitrogen bearing martensitic stainless steels // *Iron and Steel Institute of Japan International*. 1996. Vol. 36. № 7. P. 813-817.
114. Menzel J., Kirchner W., Stein G. High nitrogen containing Ni-free austenitic steels for medical application // *Iron and Steel Institute of Japan International*. 1996. Vol. 36. № 7. P. 893-900.
115. H. Hänninen. Corrosion properties of HNS // *Abstracts of the 5th International Conf. On High Nitrogen Steels*. May 24-29 1998. Finland. Sweden. P. 40.
116. KamachiMudali U., Ningshen S., Tyagi A.K., Dayal R.K. Influence of metallurgical and chemical variables on the pitting corrosion behaviour of nitrogen-bearing austenitic stainless steels // *5-th Int. Conf. on High Nitrogen Steels*. Espoo-Finland.may 24-26. 1998. Stockholm-Sweden. may 27-28. 1998. Abstracts. P. 44.
117. Renner M., Heubner U., Rockel M.B. Temperature as a pitting and crevice corrosion criterion in the FeCl₃ test // *Werkstoffe und Korrosion*. 1986. Bd. 37. S. 183-190.

118. Grabke H.J. Role of nitrogen in the corrosion of iron and steels // Iron and Steel Institute of Japan International. 1996. Vol. 36, N^o 7. P. 777-786.
119. Strehblow H.-H. Mechanisms of pitting corrosion // Marcus P., Oudar J. Corrosion Mechanisms in Theory and Practies. Dresden: Marcel Dekker. 1995. P. 201-211.
120. Jargelius-Petterson R.F.A. Sensitization behaviour and corrosion resistance of austenitic stainless steels alloyed with nitrogen and manganese // Iron and Steel Institute of Japan International. 1996. Vol. 36, № 7. P. 818-824.
121. A.A. Ono, T. Shinohara, Sh. Tsujikawa/ On the effects of nitrogen alloying in the crevice corrosion of austenitic stainless steels.// Abstracts of the 5th International Conf. On High Nitrogen Steels. May 24-29 1998. Finland. Sweden. P. 46.
122. Исаев Н.И. Теория коррозионных процессов. // М, Металлургия, 1997, 368 с.
123. Suter T., Webb E.G., Bohni, and Alkire R.C. Pit Initiation on Stainless Steels in 1 MNaCl With and Without Mechanical Stress, J.Electrochemical Society, 2001, 148, № 5, В 174-В 185.
124. Есипова Н.Е., Емелина А.И., Русанов А.И. //Физика и химия стекла, 2006, т. 32, № 3, с. 369-374.
125. Королев М.М. Азот как легированный элемент в сталях.//М. Металлургия, 1961, 163 с.
126. Медовар Б.И., Сварка жаропрочных аустенитных сталей и сплавов, М. Машиностроение, 1966,с.428.
127. Каховский Н.И., Сварка нержавеющей сталей. Киев. // Техника. 1968. 312 с.
128. Каховский Н.И., Ющенко К.А., Манько Г.Г., Сварка чисто аустенитных сталей применительно к изделиям, работающим при весьма низких температурах. // Материалы семинара «Сварка конструкций из высоколегированных сталей», Л.ЛДНТП, 1968, с. 50-56.

129. Каховский Н.И., Сварка высоколегированных сталей. // Киев. Техника, 1970, с. 376.
130. Еспер Г., Веслинг В., Ахтелинг К., Прочностные свойства нержавеющей аустенитных сталей с повышенным содержанием азота и возможности их применения. // Черные металлы, 1966, №21, с.73.
131. Солнцев Ю.П., Борзенко Е.И., Вологжанина С.А. Материаловедение. Применение и выбор материалов. // Санкт-Петербург. Химиздат. 2007, с.154-158.
132. Шифрин А.Ш., Резницкий Л.М. « Обработка резанием коррозионностойких, жаропрочных и титановых сталей и сплавов» // Машиностроение, Москва, 1964г, с.440.
133. Merino Carlos Bertrand, GoniJosebaMolinero, “La maquinabilidad de los aceros inoxidables”. Novamaguinta 2000, Maguina-herrameinta e ing-prod.”187, №137, p.114-122.
134. Мотокура Йосинобу, Йокота Хироси, Аран Кадзуо «Нержавеющая сталь повышенной обрабатываемости», Патент Япония № 63-248566, 1988.
135. Сибата Морисеси, Кимура Аууеси, Дайдо Токусиоко. «Легкообрабатываемая аустенитная нержавеющая сталь». Патент Япония, № 60-170152, 1987.
136. Rhodess Geoffery O., Pinnow Kenneth E., Royer William E. «Низкоуглеродистая коррозионностойкая аустенитная сталь с азотом повышенной обрабатываемости. Пат. США № 910238., 1986.
137. «Высокопрочная немагнитная легкообрабатываемая нержавеющая сталь» Патент Япония №62-32396. с 22 с 38/60, 1987.
138. Ohtani Hiroo « Влияние малых добавок Se и Te на обрабатываемость и горячую пластичность немагнитных высокомарганцевых сталей» Сумитомо Киндзоку. 1986, пт.38, №1, с.1-9.
139. Приданцев М.В., Талов Н.П., Левин Ф.Л. Высокопрочные аустенитные стали.// М. Металлургия, 1969, 248 с.89.

140. Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В., Высокоазотистые коррозионностойкие аустенитные стали для высоконагруженных изделий. Сб. научных трудов. Институту металлургии и материаловедения им А.А. Байкова 60 лет. Москва «ЭЛИЗ» 1998г.с.192-200.
141. Гудремон Э. // Специальные стали, т.2, 1966.
142. Банных О.А., Блинов В.М. Дисперсионно-твердеющие немагнитные ванадийсодержащий стали. // М. Наука. 1980, 190 с.
143. Gavriljuk V.G. // Nitrogen in Iron and Steel. ISIJ International, v.36. No 7 p.738 – 745. 1996.
144. Blinov V.M., Bannykh O.A. Alloying of dispersion-hardened austenitic vanadium steels to obtain high strength. 6-th International Congress on heat treatment of materials, Chicago, 1988, p.219-225.
145. Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В., Азот как легирующий элемент в сплавах на основе железа. Труды школы-семинара «фазовые и структурные превращения в сталях», 25-30 ноября 2002г., Магнитогорск, с.157-192.
146. Свяжин А.Г., Капуткина Л.М., Стали, легированные азотом. Известия высших учебных заведений. // Черная металлургия 10. Физика металлов. 2005, с.36-46.
147. Григорович В.К. Электронное строение итермодинамик сплавов на основе железа. // М: Наука.-1970.292с.
148. Гаврилюк В.Г., Друзь В.А., Ефименко С.П., Квасневский О.Г. // ФММ.-1987.т.,».№6-с.1132-1133
149. Гаврилюк В.Г. Распределение углерода в стали.-Киев: // Наукова думка.-1987.203с
150. Блинов В.М., Банных О.А., Лукин Е.И., Костина М.В., Блинов Е.В. Влияние термической обработки и пластической деформации на структуру и механические свойства азотосодержащей стали 04Н9Х2А Металлы, 2014, №6, с.21-28
151. Солнцев Ю.П., Титова Т.И. Стали для Севера и Сибири. Спб.: Химиздат, 2002. 352с.

152. Солнцев Ю.П., Андреев А.К., Гречин Р.И. Литейные хладостойкие стали. – М.: Металлургия, 1991. -176с.
153. Брайн М.Г. Микролегирование стали. Киев. Наука думка, 1990.- с.248-253.
154. Pehlke R.D., Elliott J.F. Solubility of Nitrogen in Liquid Iron Alloys // Trans. AIME. 1960. v. 218. P. 1088.
155. Feichtinger H., Stein G. Melting of high nitrogen steels. 5-th Int. Conf. on High Nitrogen Steels. Espoo-Finland, may 24-26. 1998. Stockholm-Sweden. may 27-28. 1998 (Далее HNS '98).Book of abstracts.P. 14.
156. Wagner C. Thermodynamic of alloys. Addison Wesley Press. Cambridge// Mass. 1962
157. Satir-Kolorz A.H. Feichtinger H. On the solubility of nitrogen in liquid Iron and Steel Alloys elevated pressure. // Z. Metallkunde, 1991, v 82, no. 9, p.689-697.
158. Chipman J. Non-Metallic Elements Dissolved in Molten Alloy Steels // Trans. ISIJ, 1966. v.6. №5 p.207-212
159. Блинов В.М., Банных О.А., Костина М.В., Ригина Л.Г., Блинов Е.В.О влиянии легирования на предельную растворимость азота в коррозионно-стойких низкоуглеродистых сплавах Fe-Cr-Mn-Ni-Mo. // Металлы, №4 2004,с.42-49.
160. Uggowitzer H.,Magdowski R., Speidel M.O., Nickel free high nitrogen austenitic steels. // ISIJ International, -1996, v.36, №# 7 -, p.901-908.
161. Рашев Ц. В. Высокоазотистые стали, изд. Болгарской АН, 1995
162. Рашев Ц. В.Производство легированной стали., Москва. Металлургия. 1981. С.247.
163. Блинов В.М., Банных И.О., Бецоффен С.Я., Ходыев М.С., Блинов Е.В. Исследование структуры литой высокопрочной коррозионно-стойкой аустенитной стали типа 05X20AG10H3MФ, содержащей 0,40 и 0,53% азота. //Металлы, 2010,№1,стр.33-38.
164. Афанасьев И.А., Костина М.В., Блинов Е.В., Банных И.О., Бондаренко Ю.А. Структура и механические свойства литой немагнитной

высокоазотистой коррозионностойкой стали 05X22AG15H8M2Ф, полученной с использованием метода высокоградиентной направленной кристаллизации. // Металлы, 2007, №3, стр.48-52.

165. Банных О.А, Блинов В.М., Костина М.В., Блинов Е.В., Калинин Г.Ю. Влияние режимов горячей прокатки и термической обработки на структуру, механические и технологические свойства аустенитной азотосодержащей стали 05X22AG15H8M2Ф-Ш.//Металлы №4, 2006г, с.1-14.

166. Терентьев В.Ф., Колмаков А.Г., Блинов В.М., Блинов Е.В. Влияние азота на усталость коррозионностойких сплавов. // Деформация и разрушение материалов, 2007, №2, с.2-13.

167. Терентьев В.Ф., Колмаков А.Г., Блинов Е.В., Пруцков М.Е. Влияние азота на усталость нержавеющей сплавов. Материалы 1 - й международ. конф. «Деформация и разрушение материалов» Москва, 2006г., с.300-303.

168. Банных О.А, Блинов В.М., Дисперсионно-твердеющие немагнитные ванадийсодержащие стали. Наука 1980.

169. Ковнеристый Ю.К., Блинов В.М. –Металловедение и терм. обраб. мет., 1971, №1, с.52-54.

170. Банных О.А. Влияние легирования γ -твердого раствора на процессы старения аустенитных сталей.-Высокопрочные немагнитные сплавы.М.: Наука, 1973,с.28-33.

171. Рудман В.А., Трунина Е.В., Азотирование аустенитных дисперсионно-твердеющих сталей в среде аммиака, разбавленного азотом. СБ.НИИ ИНФОРМТЯЖМАШ. Сер.13-74-4. М., 1973, с.8-13.

172. Власов Я.Я., Блинов В.М., Ковнеристый Ю.К. и др. Высокопрочные немагнитные стали. М.: Наука, 1978, с.151-161.

173. Георгиева И.Я., Гуляев А.П., Кондратьева Е.Ю. МиТОМ. – 1976, №8. – с.56-58.

174. Сорокин Ю.В. – Металловед.и терм. обраб. мет., 1964, №2, с.62.

175. Соколов О.Г., Кацов К.Б., Карпенко Г.В. Сверхпластичность и коррозионно-механическая прочность двухфазных железомарганцевых сплавов. Киев: Наук. Думка, 1977, с.36.
176. Ершова И.С., Богачев И.Н., Шкляр Р.С. – ФММ, 1961, т. 12, вып. 5, с. 670-677.
177. Богачев И.Н. Металловед. и терм. обработка металлов. 1961, №11, с. 20-24.
178. Химушин Ф.Ф. Нержавеющие стали. М.: Metallurgy, 1967, с. 231.
179. Банов Ради. – Материалознание и технол., 1977, №4, с. 50-57.
180. Звигинцева Г.Е. – ФМ, 1970, т. 30, вып. 6, с. 1182-1188.
181. Vampton C. – Acta met., 1978, vol. 26, №1, p. 39-51.
182. Терентьев В.Ф., Банных И.О., Блинов Е.В. и др. Циклическая прочность аустенитной коррозионностойкой стали с повышенным содержанием азота // Деформация и разрушение материалов, 2009, №3, с. 29 – 35.
183. Терентьев В.Ф., Е.В. Блинов, С.Ю. Мушникова и др. Механические свойства аустенитной коррозионностойкой стали с повышенным содержанием азота // Деформация и разрушение материалов, 2011, №5, с. 12 – 18.
184. Костина М.В., Мурадян С.О., Терентьев В.Ф. Блинов Е. В. Статическая и циклическая прочность аустенитной коррозионно - стойкой литейной Cr – Ni – Mn – Mo – N – стали // Металлы, 2015, №3, с. 34 – 44.
185. . Терентьев, В.Ф. Влияние азота на усталость нержавеющей сталей / В.Ф. Терентьев, А.Г. Колмаков, Е.В. Блинов, М.Е. Пруцков // Deformation and fracture of materials - DFM2006 : book of articles ; ed. Yu.K. Kovneristiy [et al.]. — М. : Interkontakt Nauka, 2006. P.300—303.
186. Блинов Е.В., Терентьев В.Ф., Просвирнин Д.В., Блинов В.М., Бакунова Н.В. Циклическая прочность коррозионно-стойкой аустенитной азотсодержащей стали 05X22AG15N8MF в условиях повторного растяжения. Металлы, 2012, №1, с.80-88

187. Terentiev V.F., Bannykh I.O., Blinov E.V., Prutskov M.E., Kolmakov A.G. Cycle strength an Austenitic Corrosion-Resistant Still with a High Nitrogen Content. Russian Metallurgu (Metally), Vol. 2010, №4, pp. 346-353.
188. Терентьев В.Ф., Колмаков А.Г., Блинов В.М., Блинов Е.В. Влияние азота на усталость коррозионностойких сталей. Аустенитные стали. Деформация и разрушение материалов, 2007, №2, с.2-13
189. Терентьев В.Ф., Петухов А.Н. Усталость высокопрочных металлических материалов. М.: ИМЕТ РАН – ЦИАМ, 2013. 515 с.
190. Блинов В. М., Каблуковская М. А., Либеров Ю. П., Скольцов В. И., Степанов Г. А. // Изв. АН СССР. Металлы. 1981. № 4, с. 107-114.
191. Иванова В. С., Гурович С. Е., Копьев И. М., Кудряшов В. Г. И др. Усталость и хрупкость металлических материалов. М.: Наука. С. 55-59
192. Кудряшов В. Г., Вязкое и хрупкое разрушение. Итоги науки и техники. Сер. Металловедение и термическая обработка. М.: ВНИИТИ. 1978. Т. 12, с. 71-78.
193. Иванова В. С., Терентьев В. Ф. Природа усталости металлов, - М.:Металлургия, 1975, с. 456
194. Degallix S., Degallix G. Foct J. Influence of nitrogen solutes and precipitates on low cycle fatigue of 316L stainless steels. ASTM. STP 942 (American Society for Testing and Materials), 1988. – p.798-811.
195. Костина М.В., Мурадян С.О., Терентьев В.Ф., Блинов Е.В., Просвирнин Д.В. Статическая и циклическая прочность аустенитной коррозионностойкой литейной Cr-Ni-Mn-Mo-N стали. // М. «Металлы», 2015г., №1, с.34-44.
196. V.G. Gavriljuk Atomic interactions and mechanisms of strengthening in nitrogen steels // Proc. Of Int. Conf. On High Nitrogen Steels, Jiuzhaigou, China, Beijing: Metallurgical Industry Press, 2006, p.3-12
197. Katsutoshi Orita, Yasumi Ikeda, Tadao Iwadate and Junji Ishizaka. Development and production of 18Mn-18Cr non-magnetic retaining ring with high yield strength. ISIJ International, v. 30, N 8, 1990, p. 587-593.

198. M. Harzenmoser, R.P. Reed, P.J. Uggowitzer, M.O. Speidel. The influence of nickel and nitrogen on the mechanical properties of high-nitrogen austenitic stainless steels at cryogenic temperatures, Proc. of High Nitrogen Steels, HNS 90, Aachen, Germany, Verlag Stahleisen, Duesseldorf 1990. pp. 197-203
199. ГОСТ 25.506-85 «Расчёты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. Определение характеристик трещиностойкости (вязкости разрушения) при статическом нагружении».
200. Y.Tomota and S.Endo Cleavage-like Fracture at Low Temperatures in an 18Mn-18Cr-0.5N Austenitic Steel // ISIJ Int., 30(1990), pp. 656-662
201. Tobler R.L., Meyn D. Cleavage-like fracture along slip planes in Fe-18Cr-3Ni-13Mn-0.37N austenitic stainless steel at liquid helium temperature // Metallurgical Trans. 1988. V.19A. P. 1626
202. P.J. Uggowitzer, N. Paulus and M.O. Speidel Ductile to brittle transition in nitrogen alloyed austenitic stainless steels // Proc. Of Conf. Application for Stainless Steel, Stockholm, Sweden, 1992, ASM International, Vol.1, pp. 62-70
203. Tomota Y., Nakano J., Xia Y., Inoue K. Unusual strain rate dependence of low temperature fracture behavior in high nitrogen bearing austenitic steels // Acta Mater. Vol. 46, No 9, pp 3099-3108, 1998
204. Mulner P., Sollenthaler C., Uggowitzer P.J., Speidel M.O. Brittle fracture in austenitic steel // Acta metal. Mater., 1994. V. 42. No. 7. P. 2211-2217
205. Vogt, J.B. Messai, A. Foct, J. Cleavage fracture of austenite induced by nitrogen supersaturation // Scripta Metallurgica et Materialia. 1994. V. 31. No. 5. pp. 549-554
206. Bannykh O.A., Blinov V.M. On the effect of discontinuous on the structure and properties of high-nitrogen steels and methods for suppression thereof // Steel research, 1991, v. 62, p. 38-45
207. Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В. Исследование эволюции структуры азотистой коррозионностойкой аустенитной стали 06X21AG10H7MФБ при термомодеформационном и термическом воздействии. Вопросы материаловедения, 2006, №1, с. 9-20

208. Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В. Конструкционные высокоазотистые коррозионностойкие аустенитные и мартенситные стали. Сб. научных трудов «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН – 70 лет» М.: Наука, с. 122-135
209. Блинов В.М., Банных И.О., Блинов Е.В. Патент РФ № 2367710, 2009, С22С38/60 опубл. 20.09.2009. Бюл. №26
210. MA Yu-xi1, RONG Fan, ZHOU Rong, LANG Yu-ping, JIANG Ye-hua. Research of the Ductile to Brittle Transition of 1Cr22Mn15N Stainless Steel // Materials for Mechanical Engineering. 2007, V. 31, No.10
211. Ботвина Л.Р. Кинетика разрушения конструкционных материалов. М.: Наука, 1989. 230 с
212. Ботвина Л.Р., Ильченко Б.В. Структурные эффекты при смешанных модах нагружения// Деформация и разрушение материалов. 2008. №3
213. Блинов В.М., Банных О.А., Костина М.В., Афанасьев И.А., Блинов Е.В. Влияние термической обработки и пластической деформации на износостойкость при трении скольжения высокопрочных коррозионно-стойких азотосодержащих сплавов. // Металлы, №6, 2007, с.1- 8.
214. Березовская В.В., Костина М.В., Блинов Е.В., Банных И.О., Боброва В.Е. Влияние термической обработки на структуру высокоазотистых аустенитных коррозионностойких сталей 04X22AG17H8M2Ф и 07X20AGH8MФ. Металлы, 2009, №2, с.61-68
215. Березовская В.В., Костина М.В., Блинов Е.В., Банных И.О., Боброва В.Е., Мельник В.П. Коррозионные свойства аустенитных Cr-Mn-Ni-N-сталей с разным содержанием марганца Металлы, №1, 2008г, с.1-6
216. Есипова Н.Е., Блинов Е.В., Мовчан Т.Г., Банных И.О. Исследование коррозионной стойкости изогнутой пластины из высокоазотистой немагнитной стали 05X22AG15H8M2Ф в агрессивных средах. // Металлы, №2, 2007, стр.69-75.
217. Ларионов В.П. Сварка и проблемы вязко-хрупкого перехода. – Новосибирск.: Изд. СО РАН. 1998. -593с.

218. Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В., Блинов Е.В., Зверева Т.Н. Исследование свариваемости высокоазотистых коррозионностойких аустенитных сталей типа X22AG16N8M.// Металлы, №5,2007,с.15 - 21
219. Блинов Е.В., Костина М.В., Банных И.О. Об обрабатываемости резанием высокопрочной коррозионностойкой высоковязкой аустенитной стали 06X22AG15N8M2Ф» Металлы, №2,2008г., с.44-48
220. Блинов Е.В. Электронномикроскопическое исследование структуры поверхностного слоя высокоазотистой стали 05X22ФГ15N8M2Ф после торцевого точения. Металлы, 2016, №1, с.61-69.
221. Патент РФ на изобретение №2303648 Высокопрочная и высоковязкая немагнитная свариваемая сталь. Блинов В.М., Банных О.А., Ильин А.А., Костина М.В., Блинов Е.В. и др.
222. Банных О.А, Блинов В.М., Костина М.В., Блинов Е.В., Калинин Г.Ю. Влияние режимов горячей прокатки и термической обработки на структуру, механические и технологические свойства аустенитной азотосодержащей стали 05X22AG15N8M2Ф-Ш.//Металлы №4,2006г, с.1 – 14.
223. Е.В.Блинов, М.С.Ходыев, Исследование структуры и механических свойств высокоазотистых коррозионностойких сталей 04X22AG15N8M2Ф и 05X19AG10N7MФБ после горячей деформации. // Металлы2012г №2 стр 93-99.
224. Гуляев А.П.// МиТОМ.- 1979 №2. С. 17-22.
225. Богачев И.Н., Звягинцева Г.Е. // МиТОМ.- 1980 №3. С. 51-58
226. Сарак Я.И., Шилов А.И. // ФММ.- 1966.т.2 В.4. с. 606.
227. Гудермон Э. Специальные стали.- М.: Металлургия 1966.
228. Yuchi Seki, Hiroshi Hato. The effect of austenitic Hot work die steels. Prevented at the 99th ISIY Meeting. April 1980. Lecture №521.
229. Меськин В.С., Сомин Б.Е. Качественная сталь.-1935.№5. с.345.
230. Солнцев Ю.П. , Андреев А.К. Гркчин Р.И. Литейные хладостойкие стали. – М.: Металлургия, 1991. 176с.
231. Smith R.B. //Trans. Met. Soc. AIME. -1960. V. 281.№1. з.62.

232. Химушин Ф.Ф. Нержавеющие стали. М.: Металлургия. -1967. С.231.
233. Irwine K.I. // Iron and Steel Inst. Metals.- 1961. V.199.
234. Криштал М.А. Механизм диффузии в железных сплавах.-М.: Металлургия.-1972. С.398.
235. Блинов В.М., Банных О.А., Костина М.В., Ригина Л.Г., Блинов Е.В. О влиянии легирования на предельную растворимость азота в коррозионностойких низкоуглеродистых сплавах Fe-Cr-Mn-Ni-Mo.// Металлы, №4 2004,с.42-49.
236. Assassa W., Guiraldeng P. // Metaux. – 1977. V. 53.№ 621. P.170-181.
237. Whittenberg E.I., Rosenow E.R., Carney D.I. // Trans. AIME. 1957. V. 209.p.1151.
238. Гаврилюк В.Г., Дузь В.А., Ефименко С.П., Квасневский О.Г.// ФММ.- 1987. №6. С.1132-1133.
239. Гаврилюк В.Г. Распределение углерода в стали. – Киев: Наукова думка. - 1987. С.208.
240. Ульянин В.А., Сорокина Н.А., Зарецкий Я.М. // МиТОМ.- 1969. №9.с. 8-10.
241. Uccowitzer R.J., Magdowski R., Speidel M.J. ISIJ International, v.36, 1966. №7.p.901-908.
242. Tamoto Y. Nakano J. Unusal strain rate dependence of low temperature fracture behavior in hight nitrogen bearing austenitic steels. Acta materials. v.46, №9. p.3099-3108.
243. Lienwellyn D.T. Work hardening effects in austenitic stainless steel. Materials science and technology. May. 1997. v.13. p. 389.
244. Банных О.А., Блинов В.М., Блинов Е.В., Костина М.В.. Влияние режимов горячей прокатки и термической обработки на структуру, механические и технологические свойства аустенитной азотосодержащей стали 05X22AG15H8M2Ф-III. Металлы. 2006, №4, с.33-41.

245. Будуров С, Блинов В.М., Рашев Ц.В. Ячеистый распад в аустенитных сталях X18AG10Ф и X18ФГ20Ф Известия по химия. Болгарская академия наук. Т.Х111, книга 4.1980, с. 466-476.
246. Банных О.А., Блинов В.М. Дисперсионно-твердеющие немагнитные ванадийсодержащие стали. –М. Наука. -1980. С.190.
247. Мальцев М.В. Металлография тугоплавких, редких и радиоактивных металлов и сплавов. – М.: Металлургия. 1971. С.318.
248. Приданцев М.В., Талов Н.П., Левин Ф.Л. Высокопрочные аустенитные стали. – М.: Металлургия. – 1969.с.248.
249. Сагарадзе В.В., Уваров А.И. Упрочнение аустенитных сталей.- М.: Наука.- 1989.с.270.
250. Соколов А.Г., Кацов К.Б. Железомарганцевые сплавы. – Киев: Наукова думка. – 1982. С.212.
251. Гольдштейн М.И., Фарбер В.М. Дисперсионное упрочнение стали. – М.: Металлургия. – 1979.с.208.
252. Рашев Ц.В. Производство легированной стали. – М.: Металлургия. – 1981.с.248.
253. Патон Б.Е., Лакомский В.И., Торхов Г.Ф., Слышанкова В.А. Проблемы специальной металлургии. – Киев: Наукова думка. – 1975. С.68 - 88.
254. Гольдштейн М.И., Грачев С.В., Векслер Ю.Г. Специальные стали. М.: Металлургия. – 1985.с.408.
255. Грачев С.В., Бараз В.Р. Теплостойкие и коррозионностойкие пружинные стали. М.: Металлургия. – 1989.с.144.
256. Гольдштейн М.И., Литвинов В.С., Бронфин Б.М. Металлофизика высокопрочных сплавов. М.: Металлургия. – 1986.с.312.
257. Волынова Т.Ф. Высокомарганцовистые стали и сплавы. -. М.: Металлургия. – 1988.с.343.
258. Сб. Высокопрочные немагнитные сплавы. – Наука. 1973. С.119.
259. Сб. Высокопрочные немагнитные сплавы. – Наука. 1978. С.231.
260. Сб. Структура и свойства немагнитных сталей. – Наука. 1982. С.236.

261. Сб. Структура и физико-механические свойства немагнитных сталей. – Наука. 1986. С.204.
262. Сб. Высокопрочные аустенитные стали. – Наука. 1987. С.143.
263. Фарбер В.М. Закономерности карбидообразования и формирования структуры в конструкционных сталях и разработка на их основе режимов термической и термомеханической обработок. Автореф. Дис. Докт. Тех. Наук. Свердловск. 1984. С.38.
264. Баразз В.Р. Прочность и релаксационная стойкость пружинных сталей на аустенитной основе. Автореф. Дис. Докт. Тех. Наук. Свердловск. 1983. С.39.
265. Терещенко Н.А. Структура и свойства метастабильных неферромагнитных сталей, упрочняемых старением и превращением. Дисс. канд. тех. наук. Свердловск. 1985. С.191.
266. Домарева А.С. Влияние дислокационной структуры, сформированной при деформации в условиях высокого давления, на фазовые превращения в аустенитных сплавах. Дисс. канд. тех. наук. Донецк. 1980. С.164.
267. Жаринова В.С. Исследование метастабильных аустенитных сталей, упрочняемых деформационно-термическими методами. Дисс. канд. тех. наук. Москва. 1980. с.151.
268. Банных О.А., Бецофен С.Я., Блинов В.М., Ильин А.А., Костина М.В., Блинов Е.В., Костыкова О.С. Исследование фазовых превращений в азотосодержащих сталях методом высокотемпературной рентгенографии. //Металлы, №5,2006, с.16-22.