

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

На правах рукописи

РЫБАЛЬЧЕНКО Ольга Владиславовна

**ВЛИЯНИЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА
СТРУКТУРУ, МЕХАНИЧЕСКИЕ И СЛУЖЕБНЫЕ СВОЙСТВА
СТАЛИ 08Х18Н10Т**

Специальность 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка
металлов и сплавов»

Диссертация на соискание учёной степени

кандидата технических наук

Научный руководитель:

доктор технических наук,

профессор

С.В. Добаткин

Москва, 2014

СОДЕРЖАНИЕ		Стр.
ВВЕДЕНИЕ.....		7
1	АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ.....	15
1.1	Методы интенсивной пластической деформации (ИПД).....	15
1.1.1	Кручение под гидростатическим давлением (КГД).....	15
1.1.2	Равноканальное угловое прессование (РКУП).....	17
1.1.3	Современные методы ИПД для промышленного производства.....	20
1.2	Структурообразование при интенсивной пластической деформации металлических материалов.....	21
1.2.1	Структурообразование при КГД.....	23
1.2.2	Структурообразование при РКУП.....	26
1.3	Структура аустенитных коррозионностойких сталей после интенсивной пластической деформации.....	28
1.3.1	Особенности структурообразования аустенитных коррозионностойких сталей при КГД.....	28
1.3.2	Структура и фазовый состав аустенитной коррозионностойкой стали после РКУП.....	32
1.4	Механические и эксплуатационные свойства аустенитных коррозионностойких сталей после интенсивной пластической деформации.....	33
1.4.1	Влияние ИПД на характеристики прочности и пластичности аустенитных сталей.....	33
1.4.2	Влияние УМЗ структуры на усталостную прочность аустенитных нержавеющей сталей.....	35
1.4.3	Радиационная стойкость наноструктурных и ультрамелкозернистых металлов и сплавов после ИПД.....	38
1.5	Выводы по главе.....	40

2	МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ	42
2.1	Исследуемые материалы и их обработка	42
2.2	Методики исследования	45
2.2.1	Металлографический анализ	45
2.2.2	Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ)	46
2.2.3	Рентгеноструктурный анализ (РСА).....	46
2.2.4	Методы растровой электронной микроскопии (РЭМ) и дифракции обратноотраженных электронов (EBSD).....	47
2.2.5	Измерения микротвердости по Виккерсу.....	47
2.2.6	Испытания на одноосное растяжение	48
2.2.7	Методика испытаний на многоцикловую усталость.....	49
2.2.8	Исследование радиационной стойкости.....	50
2.2.9	Метод «Shear Punch».....	51
3	СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И СВОЙСТВА КОРРОЗИОННОСТОЙКОЙ СТАЛИ 08X18N10T ПОСЛЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ МЕТОДОМ КРУЧЕНИЯ ПОД ГИДРОСТАТИЧЕСКИМ ДАВЛЕНИЕМ (КГД).....	52
3.1	Структура, фазовое состояние и термическая стабильность коррозионностойких сталей после КГД при комнатной температуре.....	52
3.1.1	Измерения микротвердости в ходе кручения под гидростатическим давлением.....	52
3.1.2	Структурообразование исследуемых сталей при КГД.....	54
3.1.3	Особенности фазовых превращений в аустенитных коррозионностойких сталях 08X18N10T и 05X15N9ДТАМФ при КГД..	57
3.1.4	Структура сталей 08X18N10T и 08X18T1 после КГД и последующего нагрева.....	58
3.1.5	Анализ текстуры сталей 08X18N10T и 08X18T1 после КГД и последующего нагрева.....	62
3.1.6	Выводы по разделу 3.1	69

3.2	Структурно-фазовые превращения и механические свойства коррозионностойкой стали 08X18H10T после КГД в интервале температур 20-450°C	70
3.2.1	Микротвердость стали после КГД в интервале температур 20-450 °C	70
3.2.2	Термическая стабильность стали 08X18H10T	73
3.2.3	Структура стали 08X18H10T после КГД по различным режимам	74
3.2.4	Рентгеноструктурный количественный фазовый анализ.....	76
3.2.5	Рентгенографический анализ тонкой структуры стали 08X18H10T после КГД.....	77
3.2.6	Механические свойства стали 08X18H10T после КГД.....	79
3.2.7	Выводы по разделу 3.2	80
4	СТРУКТУРА, ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОСЛЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ (РКУП) И ПОСЛЕДУЮЩЕГО НАГРЕВА	81
4.1	Интенсивная пластическая деформация стали 08X18H10T методом равноканального углового прессования	81
4.1.1	Структурообразование стали 08X18H10T при РКУП.....	81
4.1.2	Фазовые превращения в аустенитной коррозионностойкой стали 08X18H10T в ходе РКУП.....	85
4.1.3	Механические свойства стали 08X18H10T после РКУП.....	85
4.2	Нагрев стали 08X18H10T после РКУП.....	87
4.2.1	Термостабильность стали X18H10T после РКУП	87
4.2.2	Структообразование в стали 08X18H10T после РКУП и последующего отжига.....	89
4.2.3	Фазовые превращения в стали после РКУП и последующего отжига	92

4.2.4	Механические свойства стали 08X18H10T после РКУП и последующего отжига.....	93
4.3	Выводы по главе 4.....	94
5	УСТАЛОСТНАЯ ПРОЧНОСТЬ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТАЛИ 08X18H10T ПОСЛЕ РКУП.....	95
5.1	Усталостная прочность и структурно – фазовые превращения в ходе циклической обработки стали 08X18H10T после РКУП в интервале температур 20-400 °С	95
5.1.1	Структурные исследования стали 08X18H10T в исходном состоянии	95
5.1.2	Структурные изменения стали 08X18H10T в ходе РКУП.....	98
5.1.3	Механические свойства стали 08X18H10T при статическом и циклическом нагружении	101
5.1.4	Структура стали 08X18H10T после РКУП и последующей циклической обработки	104
5.1.5	Выводы по разделу 5.1	112
5.2	Усталостная прочность и структурно-фазовые превращения в ходе циклической обработки стали 08X18H10T после РКУП при комнатной температуре и последующего нагрева.....	113
5.2.1	Исходная структура исследуемой стали.....	113
5.2.2	Структура после РКУП и нагрева	116
5.2.3	Механические свойства стали 08X18H10T после различных обработок	120
5.2.4	Структура стали 08X18H10T после циклической обработки	121
5.2.5	Выводы по разделу 5.2	126
6	ВЛИЯНИЕ НЕЙТРОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ, МЕХАНИЧЕСКИЕ И КОРРОЗИОННЫЕ СВОЙСТВА УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТАЛИ 08X18H10T.....	127

6.1	Радиационная стойкость стали	127
6.1.1	Электронномикроскопические исследования.....	127
6.1.2	Определение плотности наноструктурной стали	131
6.1.3	Исследование микротвердости облученной наноструктурной стали 08X18H10T	132
6.1.4	Результаты механических испытаний по методу Shear-Punch наноструктурной стали 08X18H10T.....	132
6.1.5	Обратное мартенситное $\alpha' \rightarrow \gamma$ - превращение при отжиге наноструктурной стали 08X18H10T.....	134
6.2	Коррозионная стойкость облученной стали 08X18H10T в наноструктурном и крупнозернистом состояниях.....	135
6.3	Выводы по главе 6.....	138
ВЫВОДЫ.....		140
ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ		142
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ		150

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время значительный научный интерес к конструкционным объемным ультрамелкозернистым (УМЗ) материалам обусловлен тем, что их механические, физические и функциональные свойства существенно отличаются от свойств крупнозернистых аналогов. Особенности структуры УМЗ материалов (размер зерен, доля большеугловых границ) определяются методами получения и оказывают существенное влияние на их свойства.

Эффективным путем получения УМЗ материалов является использование методов интенсивной пластической деформации (ИПД), в основе которых лежит сочетание больших степеней деформаций сдвига в условиях низких гомологических температур и высоких давлений. Среди методов интенсивной пластической деформации широко используются равноканальное угловое прессование [1, 2], кручение под гидростатическим давлением [3, 4], мультиосевая деформация [5], винтовая экструзия [6], аккумулируемая прокатка с соединением [7] и др. С новыми необычными свойствами, полученными благодаря ИПД, УМЗ материалы имеют потенциал для использования в разных отраслях производства, особенно для изготовления прецизионных инструментов, деталей микроэлектромеханических систем (MEMS) [8], а также для биомедицинского применения [9].

В последнее десятилетие значительно возросло количество работ по изучению эволюции микроструктуры, механических свойств и термостабильности УМЗ структур, полученных методами ИПД. Большинство исследований было сфокусировано преимущественно на чистых металлах, что позволило проследить за изменениями структурного состояния при отсутствии других фаз, а так же на легких сплавах. На основе полученных результатов были построены модели формирования высокопрочного состояния.

Сталям уделялось меньше внимания, несмотря на то, что это один из важнейших конструкционных материалов, который обеспечивает широкий диапазон механических и физических свойств. Аустенитные коррозионностойкие стали используются во многих отраслях промышленности, в том числе в химическом и реакторном машиностроении. В медицине аустенитные коррозионностойкие стали используются в ортопедии, для изготовления сосудистых стентов, электродов, проводов и корпусов генераторов импульсов систем кардиостимуляции, для медицинского инструмента.

Повышенный интерес к аустенитным коррозионностойким сталям вызван еще и возможностью дополнительного регулирования структурного состояния за счет фазовых превращений в ходе интенсивной пластической деформации [10]. Поскольку основным эффектом УМЗ материалов после ИПД является не только значительное повышение прочности при достаточной пластичности, но и, возможно, *одновременное* повышение эксплуатационных свойств, регулируя структурные и фазовые превращения в стали, можно добиться оптимального сочетания механических и служебных свойств данного материала.

В настоящее время развитие методов получения объемных УМЗ металлов выходит за рамки лабораторных исследований и вступает в область промышленного производства. Исследования, связанные с получением высоких служебных характеристик УМЗ металлов способны обеспечить разработчиков важной технологической информацией при внедрении перспективных продуктов в производство.

Цель работы заключается в выявлении возможных механизмов управления структурным (состояние границ зерен и их размер) и фазовым (аустенит, мартенсит, феррит, специальные карбиды) состоянием при интенсивной пластической деформации (ИПД) для одновременного

повышения прочностных, усталостных свойств, коррозионной и радиационной стойкости аустенитных сталей типа 08X18H10T.

Для достижения поставленной цели ставились следующие задачи:

1. Изучить закономерности структурообразования аустенитной стали 08X18H10T в процессе КГД при комнатной температуре и последующем нагреве, с определением вклада типа кристаллической решетки, фазовых превращений и увеличения доли зернограничных поверхностей в упрочнение и термостабильность стали.

2. Изучить возможность получения в стали 08X18H10T нано- и субмикроструктурной структуры в полностью аустенитном состоянии в ходе КГД по различным режимам в интервале температур 20 - 450 °С.

3. Определить деформационные режимы формирования УМЗ структуры в ходе РКУП и исследовать структурно-фазовые превращения в процессе РКУП и последующего нагрева.

4. Определить влияние РКУП в интервале температур 20-400 °С и последующего нагрева на прочность стали 08X18H10T при статическом и циклическом нагружении.

5. Установить структурно-фазовые превращения в ходе циклического деформирования стали 08X18H10T после РКУП.

6. Исследовать влияние нейтронного облучения на микроструктуру, механические и коррозионные свойства УМЗ стали 08X18H10T полученной методом КГД.

Научная новизна

1. Установлено, что деформация по ступенчатому режиму с понижением температуры КГД 450→300→20 °С последовательно уменьшает размер зерна метастабильной стали 08X18H10T, тем самым понижая температуру появления мартенсита деформации, что позволяет получить наноструктурное состояние в полностью аустенитной матрице.

2. В ходе циклической деформации стали 08X18H10T при комплексном исследовании с помощью методов рентгеноструктурного анализа, электронной просвечивающей и сканирующей микроскопии, а также метода обратно отраженных электронов (EBSD -анализ) установлены процессы интенсивного вторичного динамического двойникования, динамического возврата, увеличение доли большеугловых границ (процессы рекристаллизации) и частичное мартенситное превращение.

3. Установлено значительное повышение предела усталости стали 08X18H10T за счет созданной РКУП и нагревом на 550°C с выдержкой 20 часов рекристаллизованной структуры с размером зерна 15 мкм и большой плотностью дисперсных двойников отжига.

4. Обнаружено, что нейтронное облучение наноструктурной стали 08X18H10T вплоть до флюенса 2×10^{20} н/см² (~0.05 сна) не приводит к появлению дефектов радиационного происхождения с сохранением прочностных свойств материала после облучения.

Практическая значимость работы

1. В ходе исследований были разработаны режимы РКУП стали 08X18H10T для одновременного повышения статической и усталостной прочности, что стало возможным благодаря целенаправленному изменению структурного и фазового состояния за счет изменения параметров ИПД. РКУП значительно повышает механические свойства стали 08X18H10T: предел прочности повышается в 1,5-2 раза, предел текучести в 3,8-5,2 раза, предел усталости в 1,4-1,7 раза, но при этом уменьшается пластичность. В результате РКУП и последующего нагрева предел усталости стали 08X18H10T был повышен до 650 МПа, что в более чем в 2 раза превышает предел усталости этой стали в исходном состоянии.

2. Предложены режимы КГД для получения полностью аустенитного состояния стали 08X18H10T для повышения коррозионной стойкости с размером зерна 85-125 нм:

- деформация в интервале температур 300 - 450°C, то есть выше температуры появления мартенсита деформации;

- деформация по ступенчатому режиму 450→300→20°C, для понижения температуры появления мартенсита деформации в область субкритических температур. Используемые схемы КГД позволили получить высокий комплекс механических свойств (предел текучести 1640-1820 МПа при удлинении 6-10 %). В дальнейшем данная обработка может быть использована при изготовлении небольших изделий простой формы для применения в медицине, и в качестве деталей микромеханических систем.

Положения, выносимые на защиту

1. Закономерности структурообразования стали 08X18H10T в процессе интенсивной пластической деформации и последующего отжига.

2. Влияние легирования, типа кристаллической решетки, фазовых превращений, и наличия частично субзеренной структуры сплавов на основе железа на упрочнение и термостабильность после КГД.

3. Особенности структурно-фазовых превращений в стали 08X18H10T в ходе циклической деформации при испытаниях на многоцикловую усталость после РКУП.

4. Влияние размеров структурных элементов, доли специальных границ, мартенситного превращения и изменения доли большеугловых границ на прочность стали при статическом и циклическом нагружении.

5. Влияние нейтронного облучения до флюенса 2×10^{20} н/см² (~0.05 сна) на механические свойства и коррозионную стойкость наноструктурной стали 08X18H10T.

Достоверность и надежность полученных результатов, а также аргументированность сформулированных заключений и выводов диссертации обусловлена большим количеством экспериментального материала и использованием современных методов исследования структуры. Интерпретация результатов механических испытаний, проведенных в

соответствии с ГОСТ, основывалась на данных анализа структуры и фазового состава сплавов. Работа выполнена на высоком исследовательском уровне с использованием современных методов и методик обработки, испытания и исследования материалов.

Личный вклад соискателя

Соискатель принимал непосредственное участие в обсуждении и постановке задачи и анализе результатов. Все экспериментальные результаты, включенные в диссертацию, получены либо самим соискателем, либо при его непосредственном участии. Анализ полученных результатов и подготовка публикаций выполнена при участии соавторов.

Соответствие диссертации паспорту специальности

Диссертация соответствует пунктам 2,3,4,6,8 паспорта специальности 05.16.01 Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Апробация работы

Основные положения и результаты диссертационной работы были доложены и обсуждены на 26 национальных и международных конференциях, в том числе Международной научно - технической конференции “High Technologies In Advanced Materials Science And Engineering” Санкт–Петербург, Россия, 1997; Международной конференции «International Conference on Growing and Physics of Crystals named by M.P. Shaskolskaya» Москва, Россия, 1998; Международной конференции «IV International Conference on Nanostructured Materials NANO'98» Стокгольм, Швеция, 1998; Международной конференции «NATO Advanced Research Workshop. Investigation and Application of Severe Plastic Deformation» Москва, Россия, 1999; Международной конференции «IV International Conference on Recrystallization and Related Phenomena ReX'99» Цукуба, Япония, 1999; Международной конференции «Second International Congress Mechanical Engineering Technologies'99» София, Болгария, 1999; Всероссийской конференции по наноматериалам Москва, Россия, 2004, 2011, 2013;

Международной конференции «International Symposium of Croatian Metallurgical Society “Materials and Metallurgy» Шибеник, Хорватия, 2008, 2010, 2012, 2014; Международной конференции «Second International Symposium Bulk Nanostructured Materials: from fundamentals to innovations» Уфа, Россия, 2009; Международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» Москва, Россия, 2011, 2013; научно-техническом семинаре «Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов» Москва, Россия, 2011, 2014; Международной конференция «19th International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials (ISMANAM 2012)», Москва, Россия, 2012; Международной конференции «9th European Symposium on Martensitic Transformations (ESOMAT 2012)» Санкт-Петербург, Россия, 2012; Международной конференции «Seventh International Symposium on Ultrafine Grained Materials. 141-st Annual TMS Meeting» Орlando, Флорида, США, 2012; Международной конференции, посвященной 110 – летию со дня рождения академика Г.В. Курдюмова «Фазовые превращения и прочность кристаллов» Черноголовка, Россия, 2012; Международной научно-технической конференции «Современные металлические материалы и технологии» (СММТ’13) Санкт-Петербург, Россия, 2013; Международной конференции «International Conference On Processing & Manufacturing Of Advanced Materials THERMEC’2013» Лас Вегас, США, 2013; Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур», Москва, Россия, 2014; научных чтениях им. чл.-корр. РАН И.А. Одингга «Механические свойства современных конструкционных материалов», Москва, Россия, 2014.

Публикации

По теме диссертации опубликовано 10 научных работ и 27 тезисов конференций. Семь статей опубликованы в изданиях, рекомендованных ВАК.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, шести глав, включающих обзор литературы, общих выводов, а также списка публикаций по теме диссертации и списка цитируемой литературы. Работа изложена на 167 страницах, содержит 72 рисунка и 18 таблиц. Список цитируемых источников включает 170 наименований.

Исследования проведены в Федеральном Государственном Бюджетном Учреждении Науки Институте металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова РАН (ИМЕТ РАН) при финансовой поддержке РФФИ (Грант № 10-03-00996-а) и при финансовой поддержке Минобрнауки РФ (Госконтракт №14.А12.31.0001 от 24.06.2013).

1 АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Методы интенсивной пластической деформации (ИПД)

Наиболее развитые методы, обеспечивающие измельчение структуры до ультрамелкозернистого (УМЗ) состояния - кручение под гидростатическим давлением (КГД), а также равноканальное угловое прессование (РКУП).

1.1.1 Кручение под гидростатическим давлением (КГД)

Схема современной установки для обработки методом кручения под гидростатическим давлением (КГД), описанная в работах [11-15], представлена на рисунке 1. Её отличие от наковальни Бриджмена [5] заключается в углублении в нижней штанге установки. Это предотвращает вытекание образца и обеспечивается квазигидростатичность давления, что позволяет образцам долго деформироваться без разрушения. При вращении нижней наковальни образец деформируется простым сдвигом за счет сил поверхностного трения.

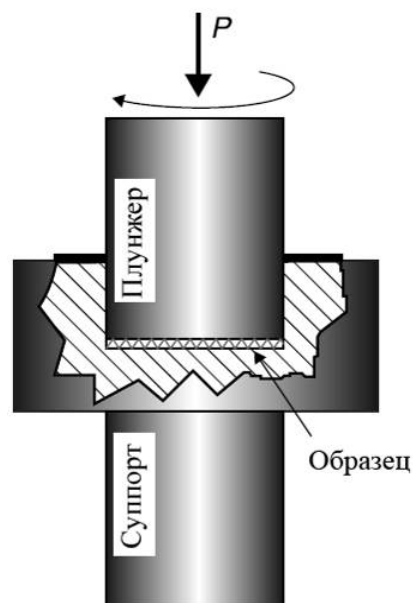


Рисунок 1 - Схема ИПД кручением под гидростатическим давлением (КГД) [14]

Для расчета степени деформации методом КГД используют формулы (1.1) – (1.4). В работе [16] истинная деформация при кручении оценивалась по формуле:

$$\varepsilon = \ln \left(1 + \frac{\varphi^2 r^2}{h^2} \right)^{1/2}, \quad (1.1)$$

где r и h – радиус и толщина образца соответственно, а φ – угол поворота при деформации, рад.

Поскольку $\varphi \cdot r/h \gg 1$ и $\varphi=2\pi N$, где N – количество целых оборотов при деформации диска, то выражение (1.1) можно переписать в виде:

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{\varphi \cdot r}{h}\right) = \ln\left(\frac{2\pi N \cdot r}{h}\right), \quad (1.2)$$

Формулы были использованы в ранних работах при исследовании Cr-Ni стали [17] и ГЦК металлов [18] после КГД. Первыми важными результатами этих работ было получение среднего размера зерна d_{cp} менее 100 нм при КГД ($P=6$ ГПа, $\varepsilon=7,1$), уменьшение d_{cp} с уменьшением энергии дефекта упаковки (ЭДУ) [18], возможность низкотемпературной рекристаллизации монокристаллов никеля и меди деформированных КГД (ε более 5) при температуре ниже гомологической температуры $\sim 0.4T_{nl}$, [19], возможность фазовых превращений в железо - никелевом сплаве вызванных КГД (при $P=8-10$ ГПа $\varepsilon \approx 5$) [20]. При статическом сжатии для получения такого эффекта необходимо было бы применить нагрузку порядка 20-22 ГПа.

При расчете сдвиговой деформации γ для метода КГД используют формулу (1.3):

$$\gamma = 2\pi R \frac{N}{h}, \quad (1.3)$$

где N – число оборотов, h – толщина образца, R – расстояние от центра образца.

Для возможности сравнения степени сдвиговой деформации при КГД со степенью деформации при использовании других методов ИПД используется эквивалентная деформация, которая согласно критерию Мизеса вычисляется по следующей формуле (1.4):

$$\varepsilon_{эkv} = \frac{\gamma}{\sqrt{3}}. \quad (1.4)$$

Из формул (1.2) и (1.3) следует, что деформация сдвигом в центре образца равна нулю, и растёт с увеличением радиуса, при условии, что толщина заготовки

остается постоянной. Однако близкие значения микротвердости в различных точках свидетельствуют о том, что структура в центре образца измельчается так же, как и в других местах радиуса [21-23]. Возможной причиной исчезновения зоны пониженной микротвердости в центре образца является несоосность бойков или другие отклонения от идеальной схемы КГД [24]. Кроме того в процессе КГД исходная толщина образца после деформации несколько уменьшается, и использование в формуле исходной толщины занижает расчетную величину деформации по сравнению с истинной.

В реальных условиях формулы (1.1) – (1.4) можно считать лишь приблизительно равными действительным степеням деформации. Принимая во внимание, что формирование нанокристаллической структуры идет под действием не только внешних, но и внутренних напряжений, которые не связаны с истинной деформацией, часто при исследовании структурообразования в процессе КГД оперируют не величинами деформации, рассчитанными по формуле, а количеством оборотов.

Размер используемых при КГД образцов обычно не превышает 20 мм в диаметре и 1 мм по высоте. Тем не менее, метод КГД обеспечивает достаточно высокие приложенные напряжения для получения практически однородных структур с предельно измельченным зерном [24-26].

1.1.2 Равноканальное угловое прессование (РКУП)

В отличие от кручения под гидростатическим давлением, равноканальное угловое прессование (РКУП) позволяет получать достаточно массивные образцы с УМЗ структурой диаметром до 60 мм и длиной до 200 мм. Метод представляет собой деформацию, при которой образец продавливают через два пересекающихся под углом канала равного поперечного сечения. При прохождении заготовкой плоскости пересечения каналов осуществляется деформация простым сдвигом. Поперечные размеры заготовки при деформации остаются неизменными, позволяя тем самым многократную обработку одного образца, что приводит к большим приложенным деформациям. Эквивалентная деформация ϵ , за один проход при РКУП с углом пересечения каналов 90° достигает 1,15 [3, 27]. Деформированное

состояние при простом сдвиге в процессе РКУП характеризуется высокой степенью однородности. Для осуществления РКУП деформация должна быть локализована в плоскости пересечения каналов. В работе [1] сформулированы граничные условия, при которых деформация простым сдвигом становится возможной. Эти условия касаются трения между образцом и оснасткой и наличия противодействия. В противном случае осуществляется деформация изгибом и реализуются различные варианты неоднородного пластического течения.

При многократной обработке возможны различные маршруты РКУП с поворотами заготовки вокруг оси прессования между проходами [28,29].

Принципиальная схема РКУП представлена на рисунке 2.

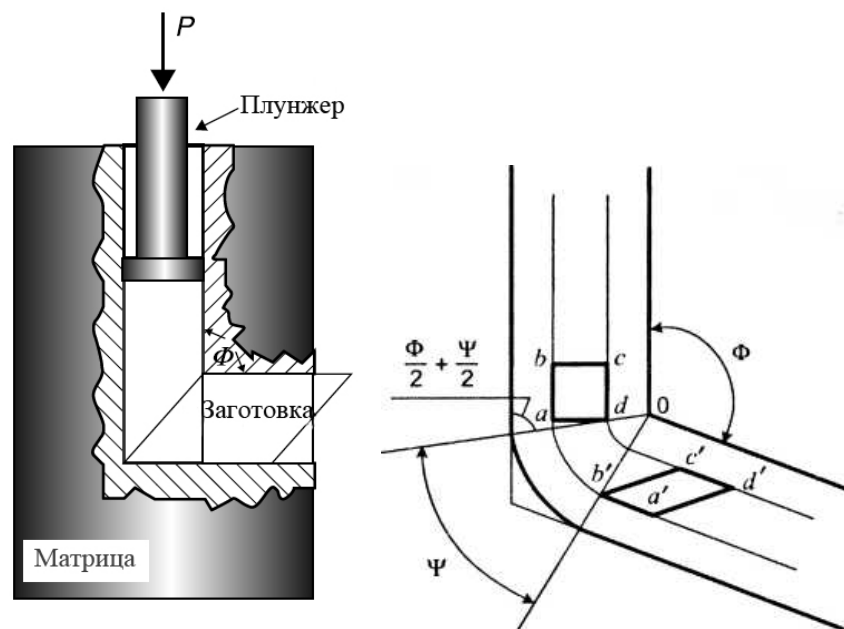


Рисунок 2 - Схема равноканального углового прессования (РКУП), где Φ – угол пересечения и Ψ – угол дуги искривления каналов [30, 31].

Значительное влияние на структурообразование оказывает угол пересечения каналов Φ при РКУП (рисунок 2) [30, 31] и дополнительный угол Ψ, определяющий кривизну угла пересечения внешней поверхности каналов. Рассчитать степень деформации при РКУП можно по формуле, предложенной Iwahasi и др. [30, 31]:

$$\varepsilon_N = \frac{2N}{\sqrt{3}} \left(\cot \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right), \quad (1.5)$$

где N- количество проходов каналов прессования;

Φ- угол пересечения каналов, рад;

Ψ - внешний угол кривизны между каналами, рад.

Температура деформации должна быть ниже температуры рекристаллизации. Чем ниже температура деформации, тем меньше размер зерна, но более неравновесные границы зерен.

В работе [32] было предложено альтернативное выражение для расчета степени деформации :

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot\left(\frac{\Phi + \Psi}{2}\right) + \Psi \right], \quad (1.6)$$

Из формулы (1.5) следует, что деформация зависит только от углов Φ и Ψ . С увеличением угла Φ степень достигаемой деформации уменьшается.

Серия экспериментов на чистом Al с использованием оснастки со значениями Φ в диапазоне от 90° до 157.5° показала, что ультрамелкозернистая структура с преимущественно равноосными зёрнами и с большеугловыми разориентировками границ структурных элементов намного проще достигается при значении Φ близком к 90° [33]. Влияние угла Ψ заметно только при $\Phi=90^\circ$. Степень деформации при фиксированном $\Phi=90^\circ$ и $\Psi=0^\circ$ максимальна и равна 1,15 и монотонно уменьшается до 0,9, когда $\Psi=90^\circ$.

В процессе прохождения через каналы при РКУП суммарные сдвиговые характеристики в кристаллическом образце могут быть изменены вращением между отдельными проходами, т.е. маршрутом РКУП, поэтому структурообразование в процессе деформации напрямую зависит от маршрута РКУП [34, 35]. Существуют три наиболее распространенных маршрута. Маршрут А представляет собой многократное прессование образца без поворота вокруг оси образца. В процессе прессования по маршруту В образцы между проходами поворачивают на 90° . Маршрут С предполагает вращение на 180° .

Исследования структуры чистого Al после РКУП по маршрутам А, В, С при комнатной температуре [30, 36, 37] показали, что на процесс структурообразования, однородность структуры, равноосность зерен, долю большеугловых границ структурных элементов оказывает влияние не только степень деформации, но, в большей мере, геометрия оснастки и маршрут прессования. Наиболее быстрое

превращение субзеренной структуры в преимущественно ультрамелкозернистую с высокоугловыми границами происходит при прессовании по маршруту В.

Из разновидностей маршрута В: В_А с вращением по часовой и против часовой стрелки на 90° и В_С с вращением только по часовой стрелке на 90°, В_С – наиболее оптимальный маршрут для достижения СМК структуры из равноосных зерен с преимущественно большеугловой разориентировкой границ зерен [36].

Таким образом, возможность получения объемного образца с ультрамелкозернистой структурой и преимущественно большеугловыми разориентировками границ зерен методом РКУП зависит от многих параметров: число проходов, маршрут, температура деформации, угол пересечения каналов, радиус закругления в месте пересечения каналов, скорость прохода образца, материал образца, смазка, уменьшающая коэффициент трения между каналами и материалом.

1.1.3 Современные методы ИПД для промышленного производства

В последнее время предпринимаются попытки внедрения методов ИПД в промышленное производство. Например, РКУП - Conform - новая методика, объединяющая 2 процесса РКУП и - Conform [37]. В то же время, начинают появляться новые методы непрерывного кручения под гидростатическим давлением [38, 39], сдвига труб под высоким давлением [40] и изгиба труб под высоким давлением [41]. Как показано на рисунке 3, устройство непрерывного кручения под высоким давлением состоит из двух наковален, верхняя наковальня имеет наполовину кольцеобразный паз, нижняя опора - шероховатую кольцевую поверхность. U-образный образец помещают в канавку между двумя наковальнями, и прикладывают давление на образец, поднимая нижнюю наковальню до контакта с верхней, что напоминает метод КГД. Поворачивая нижнюю наковальню с фиксированной верхней, образец подвергается деформации сдвигом под высоким давлением [38, 39].

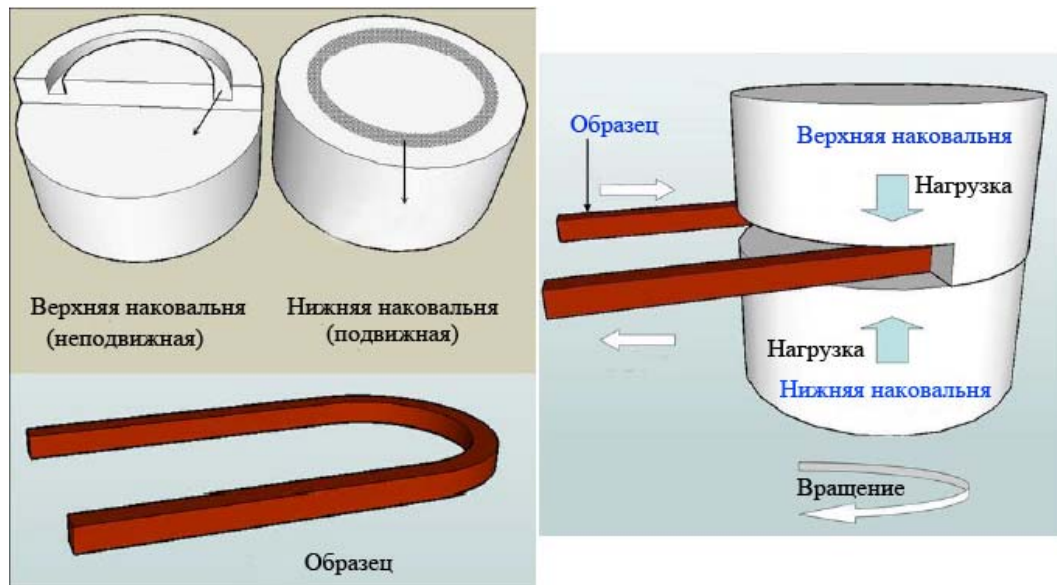


Рисунок 3 - Схематическая иллюстрация непрерывного КГД [38, 39].

Сдвиг труб под высоким давлением [40], и изгиб труб под высоким давлением [41] производится на установках аналогичных конструкций с непрерывным кручением. По сравнению с обычной обработкой КГД, эти новые методы обеспечивают возможность получения образцов с более однородной микроструктурой, кроме того, открытая форма устройств может быть использована для непрерывного процесса производства как металлических листов, так и прутков большой длины.

1.2 Структурообразование при интенсивной пластической деформации металлических материалов

Основной эффект УМЗ материалов после ИПД – повышение прочностных характеристик получаемого материала за счет сильного измельчения исходной крупнозернистой структуры. Экспериментальные результаты [42-46] подтверждают возможность применения методов ИПД как к хорошо деформируемым, так и ко многим трудно деформируемым материалам. Особенности получаемой структуры являются маленький размер зерна, преимущественно высокоугловые разориентировки границ структурных элементов, малая плотность дислокаций внутри зерен и неравновесные границы зерен.

Для понимания процессов структурообразования в ходе интенсивной пластической деформации были проведены масштабные исследования однофазных

материалов, и материалов с незначительным содержанием второй фазы [47-51]. На основании этих исследований было выделено два основных механизма измельчения зерна при ИПД.

Первый механизм основан, прежде всего, на дислокационной активности, которая заключается в накоплении дислокаций, их взаимодействии и пространственной перегруппировке, в результате чего крупные зерна делятся на множество мелких путем образования дислокационных ячеек, и эволюции границ с низким углом разориентировки в высокоугловые границы зерен [48-53]. В ходе структурообразования в местах повышенной плотности дислокаций происходит выстраивание дислокаций в дислокационные «стенки», которые с увеличением деформации преобразуются в полосы деформации [52, 53]. Дислокационные стенки, окружающие области с относительно низкой плотностью дислокаций, образуют ячеистую структуру. Особенности и внешний вид таких структур зависят от материала и определяются ЭДУ, степенью и температурой деформации. С ростом температуры происходит снижение толщины стенок до образования субзеренных границ и, соответственно, снижение числа внутренних дислокаций. Степень деформации влияет на размер и разориентацию соседних ячеек. Увеличение степени деформации ведет к уменьшению среднего размера ячеек и увеличению угла разориентировки между соседними ячейками.

Структурообразование в ходе ИПД по второму механизму, где доминирует деформационное двойникование, обычно наблюдают в ГЦК металлах с низкой энергией дефекта упаковки, например в TWIP сталях [54, 55], Cu-Zn сплавах [56] и Cu-Al сплавах [57, 58]. Механизмы деформационного двойникования были достаточно широко исследованы. В ГЦК материалах были предложены несколько механизмов формирования деформационных двойников [59-64]. Более подробно информацию можно найти в обзорной статье [65].

Wang и др. [56] отметили, что для второго механизма измельчения зерна в процессе ИПД характерно не только первичное, но и вторичное двойникование, которое взаимодействием между дислокациями и границами двойников делит крупные ГЦК зерна, преобразуя границы двойников в обычные большеугловые

границы зерен. В работе [56] авторы сообщили, что минимально достижимые размеры зерен определяются минимальной толщиной двойников. Известно, что средняя толщина двойника в сильно деформированных материалах является функцией энергии дефекта упаковки материала [66]. Можно получить толщину двойника менее 2 нм в материале с очень низкой энергией дефекта упаковки [67]. Однако, до настоящего времени не было получено зерен размером менее 10 нм, что указывает на большую сложность процесса измельчения зерна в ГЦК материалах с очень низкой энергией дефекта упаковки, чем описанный Wang с соавторами для сплава Cu-Zn [56]. Наблюдали случаи, когда деформация приводит не только к двойникованию, но и к раздвойникованию [58], [68-73].

Следует отметить, влияние температуры деформации на механизм структурообразования при деформации. Поперечное скольжение и подвижность дислокаций требуют термической активации. Но при холодной деформации двойникование может быть более выгодно, чем движение дислокаций. Таким образом, механизмы структурообразования при деформации одного и того же материала при разных температурах могут отличаться.

1.2.1 Структурообразование при КГД.

В одной из ранних работ [18], авторы на основании анализа изменений микроструктуры и микротвердости исследовали последовательность структурных превращений в процессе КГД таких материалов, как Ni, Cu, с ГЦК решеткой и высокой энергией дефекта упаковки (ЭДУ). На основании полученных результатов [18, 75] была разработана и предложена следующая стадийная модель структурообразования. Первая стадия упрочнения характеризуется увеличением плотности дислокаций, которые с ростом деформации перестраиваются в границы ячеек, размер которых стабилизируется при величине меньше 1 мкм при достижении деформации $\varepsilon=1,5-2$. Далее при деформации $\varepsilon =2-4$ процесс характеризуется накоплением дислокаций в границах ячеек. Наблюдается рост углов разориентировок границ ячеек до углов порядка 10° . Когда встраивание дислокаций в субграницы становится невозможным, начинается дальнейшее накопление дислокаций внутри ячеек, сопровождающееся деформационным упрочнением при

$\varepsilon = 4-5$. Высокий уровень внутренних напряжений вызывает в условиях КГД образование большеугловых разориентировок границ структурных элементов, которые служат стоком для большого числа избыточных дислокаций. Это проявление ротационных мод деформации распространяется на весь объем образца и деформация выходит на установившуюся стадию.

Исследования, проведенные на армко-железе в работе [76] подтверждают стадийность формирования наноструктур при интенсивной пластической деформации кручением. На первой стадии, при деформации N от $1/4$ до 1 оборота наблюдается ячеистая структура с малоугловыми разориентировками границ структурных элементов и размером ячеек порядка 400 нм. Далее на второй стадии от 1 до 3 оборотов формируется переходная структура с признаками ячеистой и зеренной структуры. С увеличением степени деформации средний размер ячеек уменьшается, а углы разориентировок границ увеличиваются, постепенно эволюционируя в однородную ультрамелкозернистую структуру зеренного типа на третьей стадии. При этом решетка зерен на третьей стадии сильно искажена, в результате дальнедействующих напряжений от неравновесных границ зерен с высокой плотностью зернограницных дислокаций.

Проведенные в работе [76] электронномикроскопические исследования после КГД выявили схожесть стадий формирования наноструктур в армко- железе и в однофазных сталях 13X23T и AISI 316L. Практически единственным отличием является формирование в сталях более мелкого зерна на третьей стадии. Таким образом, можно утверждать, что процесс формирования структуры при КГД чистых металлов и сплавов имеет общие черты.

Похожий процесс формирования наноструктуры, а так же растворение перлитных пластин в промышленной перлитной стали ($\sim 0.7\% \text{ C}$) в процессе КГД наблюдали Ivanisenko с соавторами [77-79]. После сдвиговой деформации равной 100 при комнатной температуре микроструктура образца состояла из ячеистой структуры и частично растворенных пластин цементита. Дальнейшее увеличение сдвиговой деформации до уровня 200 приводило к неоднородной структуре зерен. В ходе деформации получили зерна 100 нм длиной и 15 нм толщиной. Вытянутые

зерна были отделены дислокационными стенками с большой плотностью дислокаций. Расстояние между пластинами цементита уменьшалось в процессе деформации. После деформации сдвигом, равной 300, наблюдалась однородная наноструктура с размером зерен около 10 нм и полное растворение цементита.

Однако в сплаве ХН77ТЮР с низкой ЭДУ [18] разориентированная ячеистая структура не образовывалась даже при очень больших степенях деформации. Измельчение структуры происходило с возникновением и распространением полос сдвига, которые с увеличением деформации заполняли весь объем образца. Для установившейся стадии деформации $\varepsilon \geq 5$ характерна структура с областями, практически не содержащими дислокаций и разориентированных между собой на большие углы. Размер структурных элементов уменьшается с уменьшением ЭДУ.

В работе [80] исследовали структурные изменения ферритной и аустенитной стали во время кручения под гидростатическим давлением (КГД) при комнатной температуре. При эквивалентной деформации равной $\varepsilon_v=8$ и $\varepsilon_v=32$ авторы получали микроструктуру со средним размером структурных элементов менее 100 нм. При сравнении полученных результатов для армко – железа, аустенитной и ферритной стали было показано, что деление исходной зеренной структуры на мелкие кристаллиты в случае обеих сталей по сравнению с армко – железом, сдвинуто в сторону меньших степеней деформации. Для эквивалентных деформаций выше $\varepsilon_v=16$ для стали не было замечено значительных изменений, а размер структурных элементов меньше, чем в армко - железе. Авторы [80] делают вывод, что уменьшение размеров зерен обусловлено как увеличением количеством легирующих элементов, так и уменьшением энергии дефекта упаковки. Оба фактора являются достаточно выраженными для сталей.

Таким образом, при КГД процесс структурообразования является стадийным, а средний размер структурных элементов зависит как от параметров деформации, так и от самого материала, его ЭДУ и легирующих элементов.

1.2.2 Структурообразование при РКУП

Для изучения процессов структурообразования в металлических образцах, полученных методами РКУП, проведено большое количество экспериментов, в которых изменялись параметры деформации, температурные режимы и материалы исследования [30, 35, 81-89]. Большинство имеющихся работ на тему структурообразования при РКУП описывает процессы, происходящие в структуре чистых металлов или традиционных сплавов на основе меди или алюминия. Выявлено, что уже после одного прохода РКУП происходит значительное измельчение среднего размера зерна [90] и процесс измельчения зерна не зависит от скорости прессования [91]. Однако при небольших деформациях РКУП в 1 проход получают в основном ячеистые структуры с малоугловыми разориентировками границ структурных элементов. Преимущественно большеугловые разориентировки границ зерен наблюдали при деформации 8 проходов и более.

В работе [76] Валиевым была предложена модель структурообразования, которая заключалась в непрерывном образовании новых границ зерен путем внедрения дислокаций в процессе деформации. Однако, Хи с соавторами [14], заметили, что такая модель не согласуется с результатами, полученными при РКУП, а размер зерен чистого Al как после 1 прохода РКУП, так и после 12 составляет около 1.3 мкм [30, 35, 91]. Terhune с соавторами [92] при исследовании алюминия предложили новую модель измельчения зерна при РКУП, которая получила дальнейшее развитие у Langdon [93]. На рисунке 4 представлено схематическое изображение модели, где каждое изображение - вид микроструктуры на плоскости Y после 1, 2 и 4 проходов РКУП по маршрутам A, Bc и C с указанием угла между различными системами скольжения, η под каждой иллюстрацией. При деформации по маршруту Bc несколько пересекающихся систем скольжения создают высокую плотность дислокаций, которые потом перестраиваются и аннигилируют по тому же принципу, что и в [76]. В результате после 4 прохода по маршруту Bc микроструктура в плоскости Y представляет собой равноосную зеренную структуру. Как видно деформация по маршруту A и C не столь эффективна.

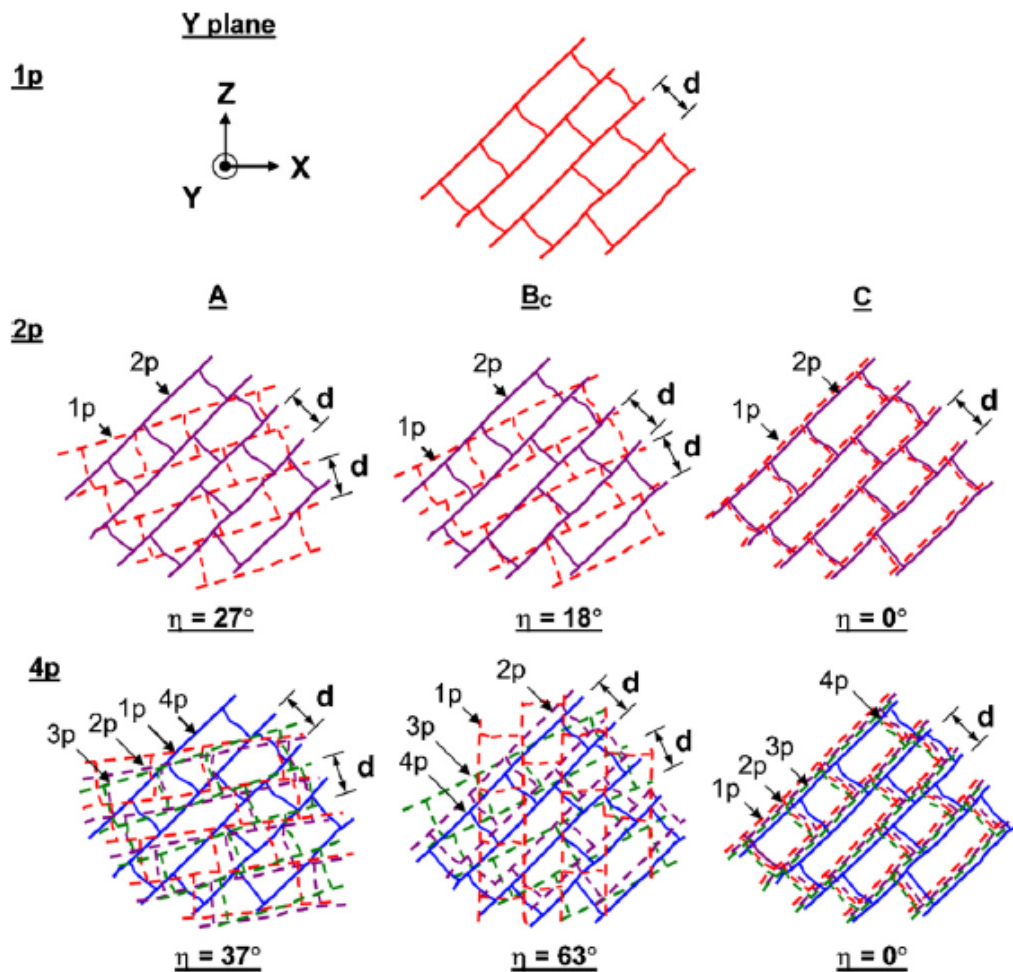


Рисунок 4 - Модель для измельчения зерна при РКУП [94]

Данная модель достаточно хорошо подтверждается результатами экспериментов. Структурообразования сплавов на основе железа в процессе РКУП было изучено в работах [94-103]. Исследования α -Fe методами трансмиссионной и сканирующей электронной микроскопии, а так же методом EBSD в работе [94] выявили формирование частичной субмикроструктурной структуры с размером зерен 200-500 нм при $\epsilon \approx 4.5$. Так же было показано, что доля высокоугловых границ в α -Fe в процессе РКУП при комнатной температуре с углом пересечения каналов $\Phi=90^\circ$ и $N=4$ проходам зависит от маршрута и увеличивается от минимального значения при деформации по маршруту B_A до максимального по маршруту B_C .

Микроструктура низкоуглеродистых сталей после различного количества проходов РКУП была исследована в работах Shin [95-101] и Fukuda [102] с соавторами. Уже после первого прохода РКУП образцов из низкоуглеродистой стали (0.15% C) при 350°C по маршруту C ($\epsilon = 1.0$) [95] микроструктура состояла из

параллельных вытянутых структурных элементов толщиной приблизительно 0,3 мкм с преимущественно малоугловыми разориентировками границ и относительно низкой плотностью дислокаций внутри субграниц. В низкоуглеродистой стали с феррито-перлитной структурой после РКУП при $N=4$ по маршруту Вс ($\epsilon=4.0$) авторам удалось получить субмикроструктурное равноосное ферритное зерно размером 0,2-0,3 мкм [102]. При дальнейшем деформировании доля границ с большеугловыми разориентировками постепенно увеличивалась. В результате после РКУП в работе [102] получили микроструктуру с преимущественно большеугловыми разориентировками границ зерен.

Дополнительное легирование Ti и V низкоуглеродистой стали не влияет на измельчение феррита в процессе РКУП [103]. Однако было отмечено положительное влияние нитридов Ti, V на повышение деформационного упрочнения стали за счет скопления дислокаций вокруг них.

1.3 Структура аустенитных коррозионностойких сталей после интенсивной пластической деформации

1.3.1 Особенности структурообразования аустенитных коррозионностойких сталей при КГД

Различные фазовые составляющие по-разному ведут себя под действием приложенной деформации в одних и тех же условиях. Так, в работе [104] была исследована дуплексная нержавеющая сталь DP3W с примерно одинаковыми объемными долями феррита и аустенита. В процессе деформации авторы наблюдали сразу два механизма структурообразования. В ходе КГД измельчение зерна феррита проходило в основном посредством дислокационной активности по первому механизму, описанному выше. Измельчение аустенитной структуры по второму механизму описанное в работе [104], состояло из четырех стадий, как показано на рисунке 5. В исходном состоянии аустенит представлял собой крупнозернистую структуру с низкой плотностью хаотично распределенных дислокаций (рисунок 5a). На первой стадии в ходе КГД происходит формирование деформационных двойников в крупнозернистом аустените со средней толщиной двойников около 7

нм. При этом активируется одна – две системы двойников в каждом зерне, в зависимости от ориентировок отдельных зерен, которые влияют на результирующие сдвиговые напряжения в различных системах двойникования (рисунок 5б).

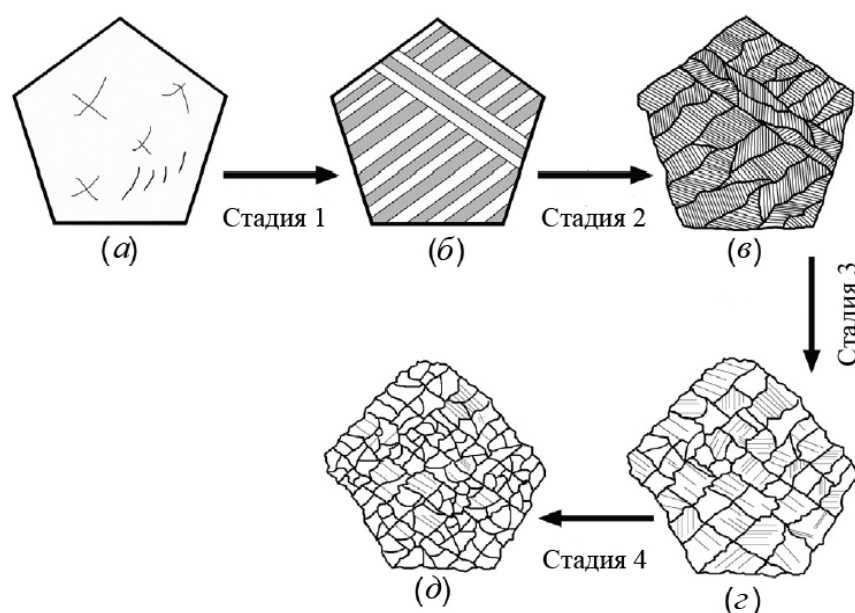


Рисунок 5 - Схема измельчения зерна аустенита при КГД [100].

Во второй стадии деформации аустенита происходит процесс раздвойникования, в ходе которого на наклонных плоскостях скольжения возникают дефекты упаковки/вторичные нанодвойники, которые, в свою очередь, взаимодействуют с двойниками, сформировавшимися на первой стадии. Процесс раздвойникования увеличивает расстояние между двойниковыми границами с 7 нм до 200 нм и преобразует оставшиеся двойниковые границы в обычные большеугловые границы зерен через взаимодействие дислокаций и границ двойников, изменяя размер зерен до УМЗ и значительно увеличивая плотность вторичных двойников размером $\sim 1,7$ нм (рисунок 5в).

В процессе деформации на третьей стадии полученная УМЗ структура с большим количеством двойников проходит непосредственно через вторичное раздвойникование, протекающее благодаря выделению частичных дислокаций из границ двойников [68] и стыков границ зерен [72].

Пониженная плотность двойников, полученная вторичным раздвойникованием, задействует дислокационную активность [67], что ведет к активному взаимодействию дислокаций и границ двойников и последующему

преобразованию оставшихся границ двойников в обычные высокоугловые границы зерен. В результате получают зерна со средним размером зерна ~ 30 нм, как представлено на рисунке 5з. На четвертой стадии деформации дефекты упаковки и нанодвойники непрерывно формируются вследствие выделения частичных дислокаций из границ зерен в нанокристаллические зерна. Дальнейшее деформирование происходит посредством взаимодействия между недавно сформированными дислокациями и нанодвойниками [69], что ведет к дальнейшему измельчению зерна до среднего размера ~ 23 нм (рисунок 5д).

В работе [80] показано, что по сравнению с ферритной сталью и другими материалами, структурные элементы в аустенитной стали при одинаковом уровне интенсивной пластической деформации значительно меньше и более однородны по размеру. С увеличением пластической деформации до эквивалентной деформации $\varepsilon_v=32$ происходит измельчение структурных элементов. Из-за большего количества легирующих элементов и меньшей энергии дефекта упаковки аустенитная сталь состоит из меньших структурных элементов, чем в ферритной стали и армко железе.

Кроме того в работе [80] проводился нагрев после КГД образцов аустенитной стали на 700, 750 и 800 °С, а также, для сравнения, ферритной стали на 450, 500 и 550°С с выдержкой 1 час. Первые видимые структурные изменения были замечены при наименьших температурах отжига. В ходе исследования [80] при увеличении температуры отжига в ферритной стали размер структурных элементов увеличивался со 100 нм (при 450°С) до 500 нм (при 550°С), а в аустенитной стали - с 80 нм (при 700°С) до 350 нм (при 800°С). Авторами [80] был сделан вывод, что структура после КГД в аустенитной стали является термически более стабильной, чем в ферритной стали. Наблюдаемые в аустенитной стали изначально высокая температура появления первых структурных изменений и меньший размер структурных элементов после отжига, по сравнению с ферритной сталью, являются следствием как наличия большого количества легирующих элементов, так и более низкой энергии дефекта упаковки в аустенитной стали.

При исследовании структурообразования в процессе КГД аустенитной нержавеющей стали 12Х18Н10Т в работах [105, 106] было выявлено образование

субмикроструктурной структуры, характеризующейся большой плотностью дефектов упаковки, наличием двойников, полос локализации деформации и образованием ячеистой структуры, свойственной для материалов с высокой ЭДУ. Авторами [105, 106] предложено следующее описание процессов структурообразования в ходе КГД. После сжатия ($P = 8 \text{ ГПа}$) измельченная микроструктура характеризуется наличием микродвойников и дислокационных ячеек. Полосы локализованной деформации свидетельствуют о неравномерности деформации. Микродифракция с участка такой полосы представляет собой размытые рефлексы в виде дуг. При кручении ($\varepsilon \approx 1.8$) вместе с двойниками и дефектами упаковки появляется мелкодисперсная структура. Так же замечено присутствие ε -фазы в виде упорядоченных двойников в γ -матрице.

С повышением логарифмической степени деформации (до $\varepsilon \approx 3.2$) повышается доля мелкодисперсной составляющей с фазовым составом $\varepsilon + \gamma + \alpha$, при среднем размере структурных элементов $d \approx 110 \text{ нм}$. На дифракционных картинах наблюдаются точечные рефлексы с имеющих двойники участков, и размытые рефлексы в виде дуг с участков ячеистой структуры.

Следующий этап ($\varepsilon \approx 3.9$) характеризуется очень неоднородной структурой, с осколками раздробленных двойников и крупными фрагментами размером $d \approx 200 \text{ нм}$. При среднем размере кристаллитов $d \approx 90 \text{ нм}$, средний размер структурных элементов составил $d \approx 30\text{-}40 \text{ нм}$.

С увеличением степени деформации (до $\varepsilon \approx 5.1$) структура измельчается ($d \approx 60 \text{ нм}$), в результате из-за множества рефлексов от структурных элементов, наблюдается практически кольцевая дифракционная картина. Дальнейшее увеличение степени деформации ($\varepsilon \approx 5.5$) ведет к более мелкодисперстной структуре ($d \approx 45 \text{ нм}$) и, как следствие, к более размытой дифракционной картине. Однако встречаются области, состоящие из структурных элементов с близкой ориентировкой размером порядка 500 нм .

При максимальной степени деформации в работах [105, 106] ($\varepsilon = 6.2$) происходит измельчение структуры до $d \approx 30 \text{ нм}$ при прежнем структурном типе и

при одинаковом измельчении структурных элементов γ - и ε – фаз. Наиболее крупные субзерна измельчаются до 140 нм.

В работе [107] исследовали процесс структурообразования аустенитной нержавеющей стали 316L в ходе КГД в диапазоне температур от минус 196°C до 720°C. Было выявлено, что процесс изменения микроструктуры при различных температурах деформации аналогичен процессу эволюции микроструктуры других материалов с низкой энергией дефекта упаковки: при высоких температурах деформации ($T_{деф} > 450^\circ\text{C}$) доминирующим механизмом деформации является скольжение дислокаций, в то время как для средних температур деформации $450^\circ\text{C} > T_{деф} > 20^\circ\text{C}$ характерно механическое двойникование. При низких температурах деформации ($20^\circ\text{C} > T_{деф} > -196^\circ\text{C}$) механическое двойникование заменялось механизмом деформационно индуцированного мартенситного превращения γ (ГЦК) $\rightarrow \varepsilon$ (ГПУ).

1.3.2 Структура и фазовый состав аустенитной коррозионностойкой стали после РКУП

В аустенитных нержавеющей сталях после РКУП чаще всего наблюдают двойниковую структуру. Huang с соавторами [108] посредством РКУП при комнатной температуре получили нанокристаллическую зеренную структуру в массивном образце из нержавеющей стали с ультранизким содержанием углерода. ПЭМ исследования в работе [108] показали, что в процессе деформации формируется два типа наноструктур: нанокристаллиты мартенсита деформации со средним размером структурных элементов ~ 74 нм и нанокристаллический аустенит размером 31 нм, отличающийся частыми двойниками деформации. Такой результат, по мнению авторов, является следствием низкой энергии дефекта упаковки нержавеющей стали.

В работах [109, 110] изучены особенности структурообразования при РКУП с истинной степенью деформации $\varepsilon=2.1$ аустенитной стали 12X18H10T. Авторами была получена микроструктура из достаточно равноосных кристаллитов аустенита и мартенсита (70-140 нм), а также более мелких кристаллитов порядка 20-50 нм, возникших при дроблении мартенситных пластин и двойников. По границам и в

теле зерна были выявлены отдельные карбиды TiC или Cr₂₃C₆. Из-за большой плотности дислокаций и мелких разориентированных микрокристаллитов дифракционная картина в работе [109] почти кольцевого распределение рефлексов с сильным азимутальным размытием.

1.4 Механические и эксплуатационные свойства аустенитных коррозионностойких сталей после интенсивной пластической деформации

1.4.1 Влияние ИПД на характеристики прочности и пластичности аустенитных сталей.

В работе [110] РКУП стали 12X18H10T (в исходном состоянии предел прочности $\sigma_B=560$ МПа, предел текучести $\sigma_{0.2}=210$ МПа, относительное удлинение $\delta=70\%$, относительное сужение $\psi=69\%$), привело к сильному упрочнению при некотором снижении пластичности ($\sigma_B=1550$ МПа, $\sigma_{0.2}=1340$ МПа, $\delta=27.5\%$, $\psi=41\%$). Авторы [110] объясняли относительно высокое значение пластичности для данной обработки с метастабильностью исследуемой аустенитной стали и реализацией в ней TRIP эффекта. Образующиеся при растяжении кристаллы α -мартенсита вызывают релаксацию пиковых напряжений, локально упрочняют материал, пластическое течение переходит на другие зерна, что предотвращает преждевременное разрушение образцов и вызывает повышение пластичности [110].

В работе [110] приводится сравнение РКУП с прокаткой. При одинаковой истинной деформации РКУП и прокатки достигается одинаковый уровень упрочнения, однако пластичность после прокатки ($\delta=2.5\%$, $\psi=29\%$) уступает пластичности при РКУП ($\delta=27.5\%$, $\psi=41\%$), что связано как с особенностями пластического деформирования и формирования равновесной микрокристаллической структуры, так и с созданием благоприятных условий для развития TRIP-эффекта в метастабильном аустените.

Следует заметить, что в чистых металлах и стабильных сплавах при интенсивной холодной деформации методом РКУП не удастся сохранить такую высокую пластичность при близких степенях упрочнения, как в этом случае.

Для трудно деформируемого материала, каким являются аустенитные коррозионностойкие стали, деформационная обработка часто проводится при повышенной температуре. Таким образом, температура обработки становится важным параметром, который может влиять на микроструктуру и связанные с ней механические свойства этих материалов. В работе [111] аустенитная коррозионностойкая сталь 304L была деформирована методом РКУП в интервале температур 500-900°C. Авторами [111] была показана зависимость предела текучести (0,2 % условный предел текучести), предела прочности при растяжении и значения удлинения от температуры деформации методом РКУП стали 304L (рисунок 6).

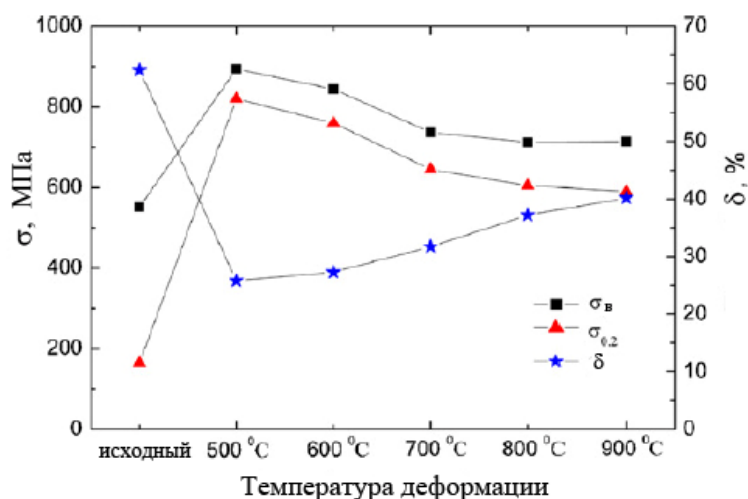


Рисунок 6 - Зависимость механических свойств от температуры деформации [111].

В работе [80] изучали механические свойства аустенитной и ферритной сталей после интенсивной пластической деформации методом КГД при температурах деформации 20°C и 450°C вплоть до эквивалентных степеней деформации, равных 32. Обе стали показывали явно выраженные изменения механических свойств для эквивалентных степеней деформации менее 8. Вне зависимости от температуры деформации, установившаяся стадия достигается выше степеней деформации ~ 8 и ~16 для аустенитной и ферритной стали, соответственно. В случае аустенитной стали изменения как предела прочности так и относительного удлинения с увеличением деформации идентичны для обеих температур. Предел прочности увеличивается с 1000 МПа до 1850 МПа, а относительное удлинение падает с 20%

до 15% на установившейся стадии. Однако, предел текучести сильно зависит от температуры деформации. И, если после КГД при комнатной температуре на установившейся стадии предел текучести на ~50 МПа ниже предела прочности, то после деформации при повышенной температуре предел текучести на ~450 МПа ниже предела прочности. Это значительное отличие не наблюдается в случае с ферритной сталью. С увеличением степени деформации предел прочности увеличивается с 650 до 1850 МПа, а относительное удлинение монотонно снижается с 17% до 2,5% на установившейся стадии. Для обеих температур разница между пределом прочности и пределом текучести составляла 400 МПа.

Таким образом, благодаря созданной методами ИПД ультрамелкозернистой структуре, в аустенитной коррозионностойкой стали отмечают значительное повышение прочностных характеристик при достаточной пластичности.

1.4.2 Влияние УМЗ структуры на усталостную прочность аустенитных нержавеющей сталей.

Усталостная прочность является одним из ключевых свойств, касающихся практического использования ультрамелкозернистых сталей. Как уже было сказано, аустенитные нержавеющие стали находят свое применение в качестве материала для изготовления имплантатов в ортопедической хирургии и элементов внутри корпусного устройства (ВКУ) в атомной энергетике. Эти две области являются одними из самых требовательных к созданию микроструктур, среди свойств которых усталостная прочность вызывает повышенный интерес.

Усталостная прочность металлических биоматериалов была хорошо изучена и описана в работах [112, 113]. В обзоре [113] подчеркнуто, что усталостное разрушение является главной проблемой, ответственной за разрушение имплантата. Предел прочности при многоциклового усталости для литой и отожженной стали 316L составляет порядка 299-220 МПа, для кованной - 350 МПа [114, 115]. Тем не менее, эта величина проигрывает «конкурирующим» со сталью 316L Ti- и Co-сплавам, усталостная прочность которых превышает 500 МПа. Измельчение структуры до ультрамелкозернистой может существенно улучшить предел выносливости стали.

На сегодняшний день большое количество работ сосредоточено на исследовании усталостной прочности УМЗ цветных металлов и сплавов [116-121]. Хорошо известно, что небольшой размер зерен повышает предел прочности и предел текучести при растяжении, а также улучшает усталостную прочность, особенно в материалах с низкой энергией дефекта упаковки, затрудняя зарождение трещины [122, 123]. С другой стороны, малый размер зерна может негативно влиять на устойчивость роста усталостной трещины, так как трещины могут распространяться вдоль границ зерен [124].

Усталостное поведение УМЗ аустенитных сталей исследовано мало. Di Schino с соавторами [125,126] изучали влияние мелкого зерна размером 1 - 47 мкм на усталостную прочность аустенитных нержавеющей сталей, стали типа 304 и Cr-Mn стали с высоким содержанием азота. Было обнаружено, что измельчение зерна оказывает большое влияние на усталостную прочность стали типа 304 и незначительно влияет на усталостную прочность Cr - Mn стали с высоким содержанием азота вследствие образования полос скольжения, чему способствует легирование азотом.

Изучение усталостного поведения аустенитной нержавеющей ультрамелкозернистой 17Cr–7Ni стали типа 301LN и TWIP стали с высоким содержанием Mn в работе [127] показали, что долговечность до разрушения аустенитной нержавеющей стали превышает 4×10^6 циклов при напряжении 630 МПа и 560 МПа для TWIP стали, по сравнению с пределами усталости 350 МПа и 400 МПа в крупнозернистых аналогах соответственно. Было установлено, что разрушение в УМЗ стали 301LN происходит из-за зернограничного растрескивания, в то время как в крупнозернистой стали 301LN растрескивание идет по полосам скольжения.

В работе [128] были исследованы свойства аустенитной нержавеющей стали SUS 316L при циклическом и статическом нагружении в исходном состоянии (нагрев при $T=1080^{\circ}\text{C}$ с охлаждением в воде) и после РКУП при температуре деформации 150°C по маршруту Вc с углом пересечения каналов 90° . Однородная

наноструктура в стали SUS 316L была сформирована путем деформационного двойникования в процессе РКУП уже после трех проходов.

Механические свойства стали SUS 316L после РКУП при температуре деформации 150°C представлены в таблице 1.

Таблица 1 - Механические свойства стали SUS 316L после РКУП при температуре деформации 150 °C [128].

Образцы	$\sigma_{0.2}$ (МПа)	σ_B (МПа)	δ (%)	σ_R (МПа)	σ_R/σ_B
Исходное состояние	220 ± 10	560 ± 10	60 ± 5	210 ± 20	0.38
1 проход	850 ± 20	900 ± 20	73 ± 4	360 ± 5	0.40
2 проход	1040 ± 20	1120 ± 10	80 ± 5		
3 проход	1300 ± 40	1340 ± 20	52 ± 3	570 ± 10	0.40
4 проход	1480 ± 40	1560 ± 40	44 ± 3		

В соответствии с обычно наблюдаемым соотношением между статической и циклической прочностью [129, 130], в работе [131] было показано, что предел усталости обычной крупнозернистой нержавеющей стали 316 сильно зависит от прочности материала. Эта тенденция наблюдается и после того, как размер зерна понижен до наноразмерного диапазона (рисунок 7).

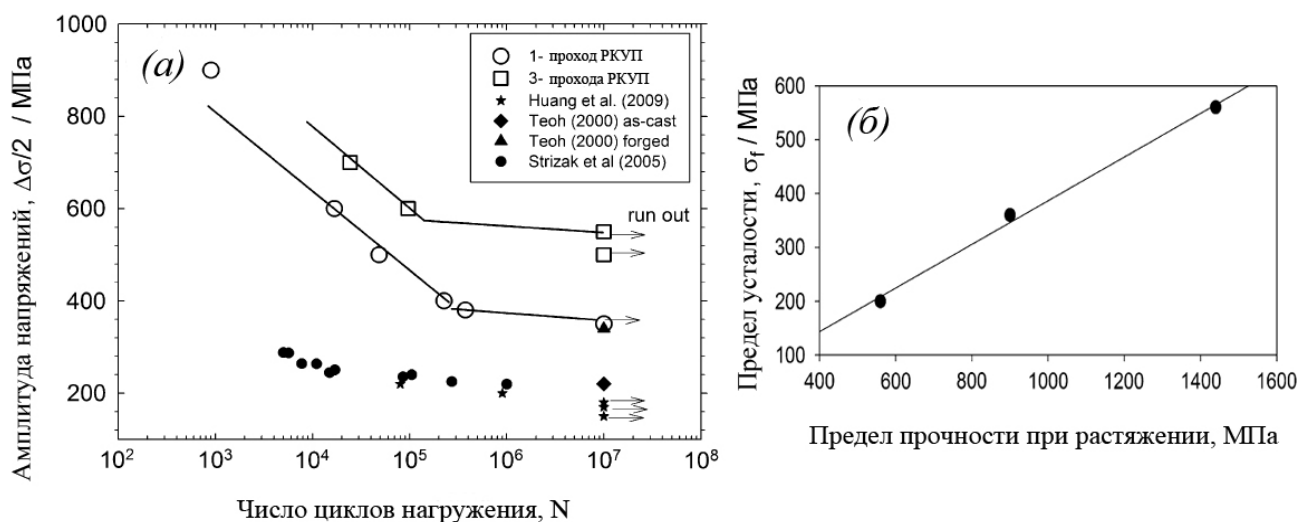


Рисунок 7 - Кривые усталости стали SUS 316L (а); соотношение между статической и циклической прочностью (б) [129].

Для метастабильных аустенитных нержавеющей сталей следует учесть возможность фазовых $\gamma \rightarrow \alpha$ или $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$ превращений в процессе циклической

деформации, что влияет на усталостную прочность сталей в крупнозернистом состоянии [132-136]. Мартенситное превращение, протекающее в ходе циклической деформации в крупнозернистой стали X18H10T [137], приводит к существенному повышению предела выносливости на базе испытания 10^6 циклов нагружения. Более того, для метастабильных никельсодержащих аустенитных сталей наблюдается прямая зависимость между усталостной прочностью и склонностью аустенита к образованию мартенсита деформации [138].

1.4.3 Радиационная стойкость наноструктурных и ультрамелкозернистых металлов и сплавов после ИПД

Сталь типа 08X18H10T используются в реакторных установках как материал для изготовления элементов внутрикорпусного устройства (ВКУ), в частности, как материал выгородки, расположенной по периметру активной зоны и предназначенной для уменьшения неравномерности энерговыделения периферийных ТВЭЛов активной зоны. Кроме того, трубы аустенитной нержавеющей стали 08X18H10T используются в качестве теплообменных труб в парогенераторах реакторных установок с водо-водяным энергетическим реактором (ВВЭР).

Облучение материалов ВКУ при температуре эксплуатации реактора ведет к изменениям микроструктуры, что выражается в образовании большой плотности радиационно-внесённых дефектов (межузельных дислокационных петель или петель Франка [139], межузельных атомов и вакансий, кластеров [140], пор [141, 142]) и в фазовых трансформациях. Кроме того, химический состав на границах зерен во время облучения изменяется. Наблюдается обеднение хромом и обогащение никелем и кремнием [143, 144], что так же является следствием перенасыщения точечными дефектами (межузельными атомами и вакансиями).

Изменения в структуре приводят к деградации механических свойств облучаемых материалов: радиационному набуханию и охрупчиванию, снижению трещиностойкости, усталостным повреждениям, износу и т.д. [145].

К настоящему времени уже выявлены основные возможности по созданию новых сплавов с требуемыми свойствами за счёт варьирования их химического состава. Поэтому особое значение приобретает радикальное повышение свойств уже

существующих материалов за счёт модификации их микроструктуры. Границы зёрен являются эффективными стоками для радиационно-внесённых дефектов. Так как объёмная доля границ зерен возрастает с уменьшением размера зерна, большая часть точечных дефектов, созданных при облучении, должна будет аннигилировать, а радиационное повреждение, особенно внутризеренное, может резко снизиться. Об этом свидетельствуют недавние экспериментальные и теоретические исследования радиационной стойкости наноматериалов [146-149]. Кроме того, ожидается, что количество точечных дефектов, аннигилирующих на единицу поверхности границы зерна, уменьшится с возрастанием объёмной доли границ зерен. Поэтому, можно надеяться, что в УМЗ материалах межкристаллитные радиационно-индуцированные сегрегации могут быть менее интенсивными.

Первые результаты исследования влияния ионного излучения на наноструктурный сплав TiNi с эффектом памяти формы и сталь 316 [150, 151] продемонстрировали значительный научный потенциал данного направления исследований. В работе [151] были исследованы образцы УМЗ аустенитной нержавеющей стали AISI 316 после КГД при комнатной температуре под гидростатическим давлением 5 ГПа, облученные в ВКУ французского реактора PWR. Средний размер зерна стали после деформации составил 40 нм. После обработки часть деформированных образцов подвергали отжигу при 350°C в течение 24 часов. Другую часть после деформации облучали ионами железа при 160 кэВ и температуре 350°C. При сравнении облученных и отожженных при той же температуре образцов обнаружено, что во время облучения происходит увеличение размера зерен. Это увеличение индуцировано не температурой, а радиацией, поскольку отжиг при 350 °C в течение 24 часов не влиял на размер зерна. Это хорошо согласуется с работой [152], в которой Беляков и другие не наблюдали рекристаллизации после отжига в течение 450 секунд, при температуре ниже температуры рекристаллизации аустенитной нержавеющей стали. В работе [151] было отмечено отсутствие внутризеренных дефектов, выделений или сегрегаций. Авторы [151] объясняют это аннигиляцией точечных дефектов на границах зерен.

Работы по исследованию влияния радиации на механические свойства УМЗ материалов под воздействием высоких доз нейтронного облучения, являющегося основным источником радиационного воздействия на материал в ядерных реакторах, демонстрируют крайне высокую актуальность проведения таких исследований [153, 154]. Так, например, авторы [154] показали, что интенсивная пластическая деформация методом РКУП 4 прохода под углом пересечения каналов 90° по маршруту Вс повышает прочность и вязкость облученной низкоуглеродистой стали за счет большей объемной доли границ структурных элементов. В работе [153] представлено исследование образцов аустенитной коррозионностойкой стали AISI 321 после РКУП в интервале температур 20-650°C и нейтронного облучения в реакторе на быстрых нейтронах с максимальной дозой облучения до 5,3 сна при температуре 350°C. В работе изучалось влияние фрагментированной и в значительной степени неоднородной структуры, где наряду с вытянутыми зернами с размером до нескольких микрометров после РКУП наблюдалась равноосная структура с размером 300-400 нм. Авторами [153] было установлено, что механические характеристики облученной стали после РКУП не уступают свойствам исходного материала в крупнозернистом состоянии.

Вышеизложенное дает основание полагать, что применение наноструктурных материалов в ядерной энергетике может позволить продлить ресурс работы ответственных узлов атомных реакторов. Для более детальной проработки данного вопроса необходимо проведение дальнейших экспериментальных исследований.

1.5 Выводы по главе

1. Методы интенсивной пластической деформации являются эффективными способами получения УМЗ структуры зеренного типа, с преобладанием большеугловых границы зерен, которые оказывают значительное влияние на механические и служебные характеристики материала.

2. Развитие методов ИПД для создания высокопрочных УМЗ материалов, и внедрение их в промышленное производство предполагают получение научно обоснованных режимов обработки для каждого материала. Исследования,

направленные на получение высоких служебных характеристик УМЗ металлов способны обеспечить важной технологической информацией внедрение перспективных продуктов в производство.

3. В процессе ИПД в аустенитных сталях благодаря низкой энергии дефекта упаковки (ЭДУ) и большому количеству легирующих элементов может быть получена структура с размером структурных элементов до 100 нм, обладающая относительно высокой термической стабильностью.

4. В случае аустенитных сталей типа 08X18H10T существует возможность дополнительного регулирования структурообразования благодаря фазовым превращениям.

5. Испытания аустенитной коррозионностойкой стали после РКУП на многоцикловую усталость показывают повышение усталостных характеристик. Однако причины такого повышения в УМЗ аустенитных сталях не достаточно ясны, а структурные и фазовые изменения в процессе циклических испытаний после РКУП не исследованы.

6. Так как с уменьшением размера зерна объемная доля границ зерен возрастает, то при облучении большая часть точечных дефектов, должна будет аннигилировать, а радиационное повреждение, особенно внутриверенное, может снизиться, благодаря действию границ зерен как стоков для радиационно-внесённых дефектов. Исследований влияния нейтронного облучения на структуру и свойства ультрамелкозернистых коррозионностойких сталей очень мало.

2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Исследуемые материалы и их обработка

В качестве материала исследования использовали коррозионностойкую аустенитную сталь 08X18H10T. Для изучения влияния легирования и типа кристаллической решетки на упрочнение и термостабильность после КГД использовали аустенитную сталь 05X15H9ДТАМФ с азотом, ванадием и молибденом с ГЦК решеткой, коррозионностойкую ферритную сталь 08X18T1, и армко-железо с ОЦК решеткой (глава 3). Химический состав исследуемых материалов представлен в таблице 2.

Таблица 2 - Химический состав

Марка стали	Массовая доля легирующего элемента, вес.%										
	C	Cr	Ni	V	Cu	N	Mo	Ti	Si	Mn	S, P
08X18H10T (гл.3)	0,08	18,3	9,8	-	0,1	-	-	0,6	0,6	0,27	0,003
08X18H10T (гл. 4-6)	0,07	17,29	9,16	-	0,19	-	-	0,69	0,57	1,44	0,003
08X18T1	0,08	18,4	0,4	-	0,1	-	-	0,6	0,6	0,33	0,002
Армко-железо	0,01	-	-	-	-	-	-	-	0,1	0,03	0,02
05X15H9ДТАМФ	0,04	14,35	9,5	0,23	2,0	0,1	1,48	0,42	0,1	0,45	0,02

Стали обрабатывали в исходно горячекатаном состоянии, а армко-железо – после отжига. Размер исходного зерна составлял 20-25 мкм для сталей 08X18H10T и 05X15H9Д2ТАМФ и 100-110 мкм для стали 08X18T1 и армко-железа соответственно.

После закалки с температуры 1050°С ($\tau = 1$ ч) в структуре стали 08X18H10T содержалось до 10 % δ – феррита. Исходная микроструктура стали 08X18H10T представлена на рисунке 8.

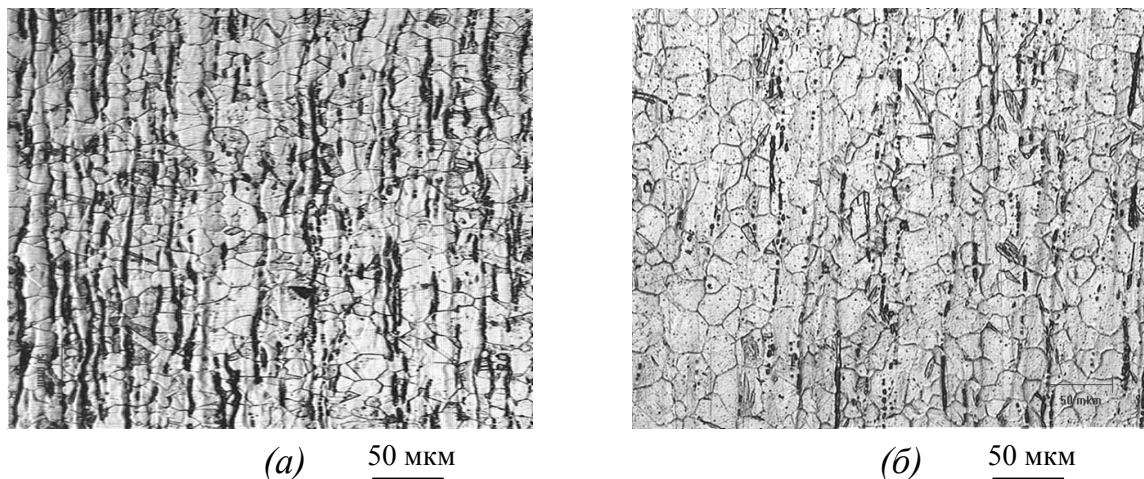


Рисунок 8 - Микроструктура стали 08X18N10T (а) в состоянии поставки (горячекатаное состояние); (б) после нагрева на $T=1050^{\circ}\text{C}$, $\tau=1$ ч. с охлаждением в воде

Деформацию кручением под давлением 6 ГПа проводили на установке типа наковален Бриджмена. Образцы диаметром 10 мм и толщиной 1 мм предварительно деформировали сжатием на 50 % и далее - кручением до разных степеней деформации вплоть до девяти оборотов, что соответствует логарифмической степени деформации 6,4 на середине радиуса образца по формуле [16]:

$$\varepsilon = \ln [d_o(1 + \varphi) r/d^2] \quad (1.8)$$

где d_o - начальная толщина образца;

d - толщина после приложения давления;

φ - угол поворота, рад.;

r – радиус образца.

Образцы диаметром 20 мм и толщиной 1 мм подвергались КГД до $N=10$ оборотов ($\varepsilon=7,4$ по формуле (1.1)) по изотермическим режимам при температурах деформации (T_{δ}) 20°C , 300°C и 450°C и по ступенчатым режимам с повышением ($T_{\delta}=20^{\circ}\text{C}$, ($N=5$) \rightarrow $T_{\delta}=450^{\circ}\text{C}$, ($N=5$)) и понижением ($T_{\delta}=450^{\circ}\text{C}$ ($N=3$) \rightarrow $T_{\delta}=300^{\circ}\text{C}$ ($N=3$) \rightarrow $T_{\delta}=20^{\circ}\text{C}$ ($N=4$)) температуры деформации (рисунок 9).

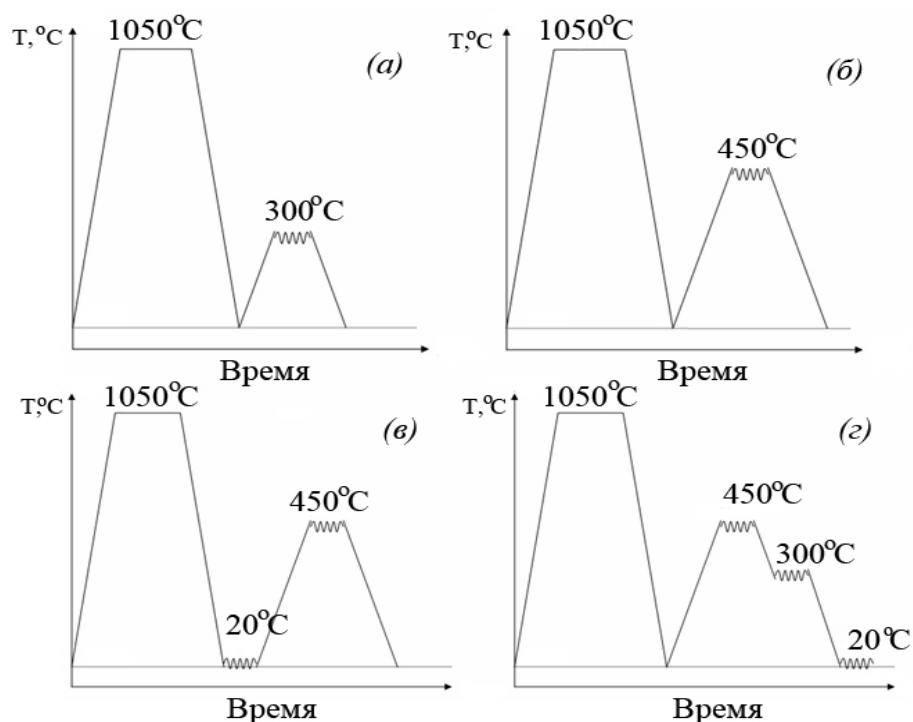


Рисунок 9 - Схемы режимов деформации стали 08X18H10T методом КГД $N = 10$ при $T_{\partial}=300^{\circ}\text{C}$ (а); при $T_{\partial}=450^{\circ}\text{C}$ (б); при $T_{\partial}=20^{\circ}\text{C}$, ($N=5$) $\rightarrow T_{\partial}=450^{\circ}\text{C}$, ($N=5$) (в); и при $T_{\partial}=450^{\circ}\text{C}$ ($N=3$) $\rightarrow T_{\partial}=300^{\circ}\text{C}$ ($N=3$) $\rightarrow T_{\partial}=20^{\circ}\text{C}$ ($N=4$) (г)

Для исследования термостабильности структуры и упрочнения стали после КГД проводили отжиг стали в диапазоне температур от 250 до 900°C с шагом от 50 до 100 °C и выдержкой $\tau = 1$ ч. Схема режимов термообработки представлена на рисунке 10 а.

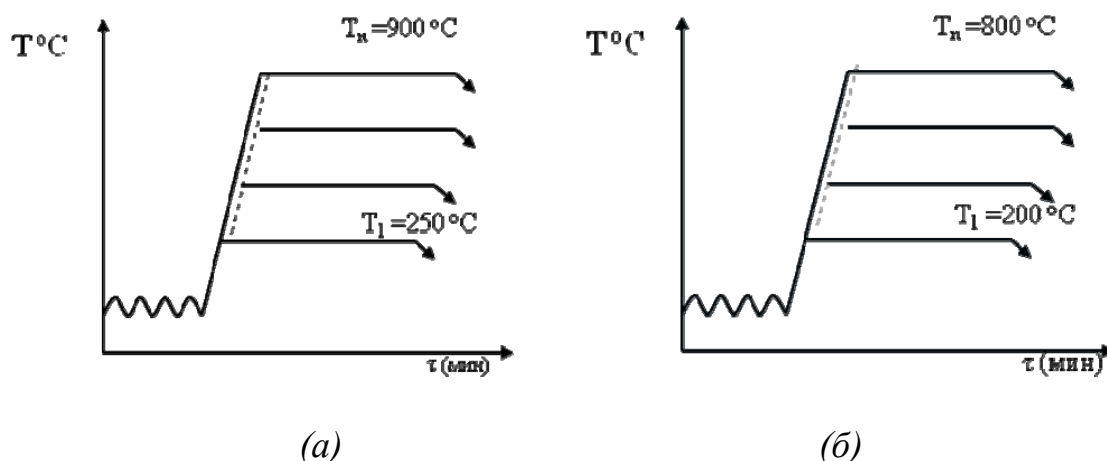


Рисунок 10 - Схема режимов термообработки после КГД (а) и РКУП (б).

РКУП проводили на образцах исследуемой стали 08X18H10T диаметром 20 мм и длиной 80 мм по трем режимам по маршруту Вc: (1) - 4 прохода (1 проход с

углом пересечения каналов 90° и 3 прохода – с углом 120°) при комнатной температуре; (2) - 4 прохода при комнатной температуре при угле пересечения каналов 120° ; (3) - 6 проходов при температуре 400°C при угле пересечения каналов 120° (рисунок 11)

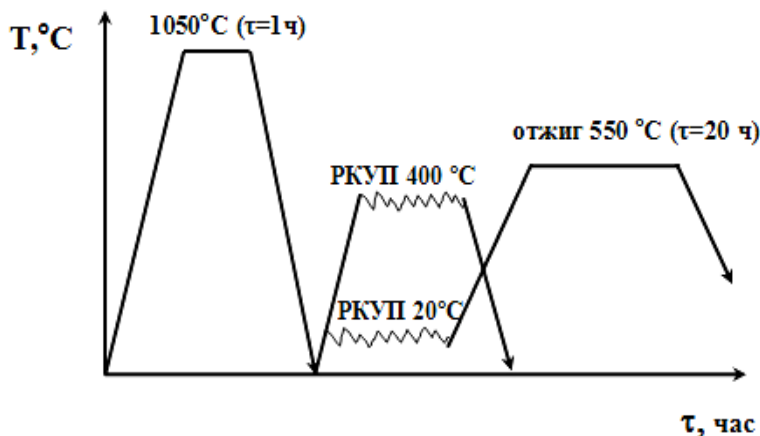


Рисунок 11 - Схема режимов деформации стали 08X18H10T методом РКУП

После деформации методом РКУП образцы подвергали отжигу в интервалах температур $200\text{--}800^\circ\text{C}$ с выдержкой $\tau = 0,5$ часа, и $400\text{--}600^\circ\text{C}$ с выдержками от 0,5 до 30 часов. Схемы режимов термообработки после РКУП представлены на рисунке 10 б.

2.2 Методики исследования

2.2.1 Металлографический анализ

Микроструктуру образцов изучали с помощью оптических микроскопов Olympus PME-3, NEOPHOT-2 и “Jenavert”(Carl Zeiss Yena). Шлифы готовили в сечении поперечном направлению прокатки, используя бумажную шлифовальную шкурку (ГОСТ 6456-82) с последовательно уменьшающейся зернистостью. При переходе к шкурке следующего номера, направление шлифования изменялось на 90° и проводилось до полного удаления всех рисок, образовавшихся во время предыдущей операции.

Для удаления мелких рисок, оставшихся после шлифования, и получения гладкой зеркальной поверхности шлифа проводили полирование на алмазной пасте. Полированные образцы подвергались электролитическому травлению в концентрированной азотной кислоте, либо – химическому травлению в насыщенном

растворе хлорного железа в соляной кислоте добавлением некоторого количества азотной кислоты.

Количественный металлографический анализ проводили с использованием программы ImageExpertPro3 фирмы «Nexsys»

2.2.2 Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ)

Субмикроструктурную структуру образцов исследовали с помощью просвечивающего электронного микроскопа «JEM-200CX». Заготовки толщиной 0,5 мм вырезали в плоскости шлифа на отрезном станке «BuehlerIsomet 4000» тонким наждачным кругом при обильном охлаждении водой. Затем заготовки механически утоняли до толщины 0,12 мм на наждачной бумаге и полировали в электролите (H_3PO_4 : Cr_2O_3 = 866 мл: 10 г). Механически утоненную заготовку полировали в закрытом пинцете (с напряжением от 3 до 5 В) до появления отверстия. Размеры структурных элементов определяли по темнопольным изображениям ПЭМ с использованием программы ImageExpertPro3 фирмы «Nexsys».

2.2.3 Рентгеноструктурный анализ (РСА).

Рентгеноструктурный анализ осуществлялся на дифрактометре ДРОН 4,07 с использованием монохроматизированного CoK_α излучения (длина волны излучения Co -1.79021 Å) в интервале углов 2θ от 0 до 130° с шагом $0,1^\circ$ и экспозицией в каждой точке 3-5 секунд в геометрии Брегга - Брентано. Для монохроматизации излучения использовался графитовый монохроматор. Обработка полученных спектров проводилась при помощи пакета программ, разработанного на кафедре физического материаловедения НИТУ МИСиС [155]. Для определения объемных долей фаз использовалась программа PHAN%, представляющая собой усеченный метод Ритвельда [156]. При этом проводится минимизация многомерной функции, представляющей собой сумму квадратов разностей интенсивностей экспериментального и модельного спектров в каждой точке съемки. Модельный спектр является суммой модельных теоретических спектров отдельных фаз, вклад от каждой фазы пропорционален объемным долям фаз.

При расчете модельного спектра от каждой фазы учитывается вклад блочного и деформационного уширения с учетом инструментальной ширины. Форма линий аппроксимировалась с использованием описания инструментального профиля либо функцией Коши, либо функцией Гаусса, а физического профиля - функцией Гаусса.

По результатам расчета были определены: объемные доли фаз (и по рентгеновским плотностям рассчитаны их весовые доли); периоды решетки фаз (относительная ошибка определения периодов, $\Delta a/a = 0.0015$); определены размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) и величины среднеквадратичной микродеформации при измерении геометрического уширения.

2.2.4 Методы растровой электронной микроскопии (РЭМ) и дифракции обратноотраженных электронов (EBSD)

Для исследования методами EBSD и РЭМ образцы подвергали полировке сначала механической, затем электролитической в течение 20 секунд в растворе 60 мл хлорной кислоты, 600 мл метанола (CH_3OH) и 360 мл бутилгликоля ($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_2$) при напряжении 35 В.

Все EBSD – карты снимались на растровом электронном микроскопе Carl Zeiss Ultra 55, снабженном CCD камерой. Для того чтобы уменьшить размер области генерации электронов (увеличить разрешающую способность), выбрано низкое ускоряющее напряжение 11 кэВ, что позволило провести анализ с малым шагом: 40 нм для карт, изображенных далее в тексте на рисунке 59 *а,б,г*, 66 *а,б*, и 200 нм для карты на рисунке 59 *в*. Карты на рисунке 59 *а-г* и 66 *а* выполнены в цветах углов Эйлера, а изображение на рисунке 66 *б* – в цветах фаз (черный цвет – ОЦК фаза, белый – ГЦК фаза). Для анализа данных EBSD использовалось программное обеспечение Channel 5. Съемку вели на детекторе обратно отраженных электронов. Тот же микроскоп использовали для РЭМ анализа.

2.2.5 Измерения микротвердости по Виккерсу

Измерения микротвердости стали 08X18H10T после КГД и РКУП проводили с помощью автоматического твердомера для определения микротвердости по

Виккерсу 402 MVD *Wolpert Wilson*[®] с нагрузкой 1Н. Метод измерения микротвердости регламентируется ГОСТ 9450 - 76.

При сравнении образцов после КГД в данной работе анализировали значения микротвердости, измеренные на середине радиуса образца в плоскости, проходящей через середину толщины. Благодаря возможности автоматической расстановки отпечатков по заданным координатам, исследовалась однородность микроструктуры после деформации как по распределению микротвердости по диагонали образца, так и по распределению микротвердости по всей площади образца. Вся обработка данных и управление аппаратными средствами осуществлялась с помощью программного обеспечения PRECIDUR фирмы *Wolpert Wilson*[®]. В обоих случаях задавались координаты матриц. По результатам анализа строились графики распределения микротвердости по диагонали образца, либо профили однородности микротвердости образца по сечению.

2.2.6 Испытания на одноосное растяжение

Испытания на одноосное растяжение проводили по ГОСТ 1497-84 на разрывных машинах «INSTRON 3382» (максимальная нагрузка 10 т) при скорости растяжения 1 мм/мин на гладких образцах прямоугольного сечения $1,5 \times 7$ мм и на образцах диаметром рабочей части 3 мм и длиной 18 мм (глава 4,5; рисунок 12 а), а также на гладких образцах, вырезанных из диска после КГД толщиной 0,9 – 1,0 мм, с шириной рабочей части 1 мм и длиной 2 мм (рисунок 12 б). Для управления испытанием, для сбора данных, анализа результатов и формирования отчета использовалось программное обеспечение Bluehill[™] фирмы *Wolpert Wilson*[®].

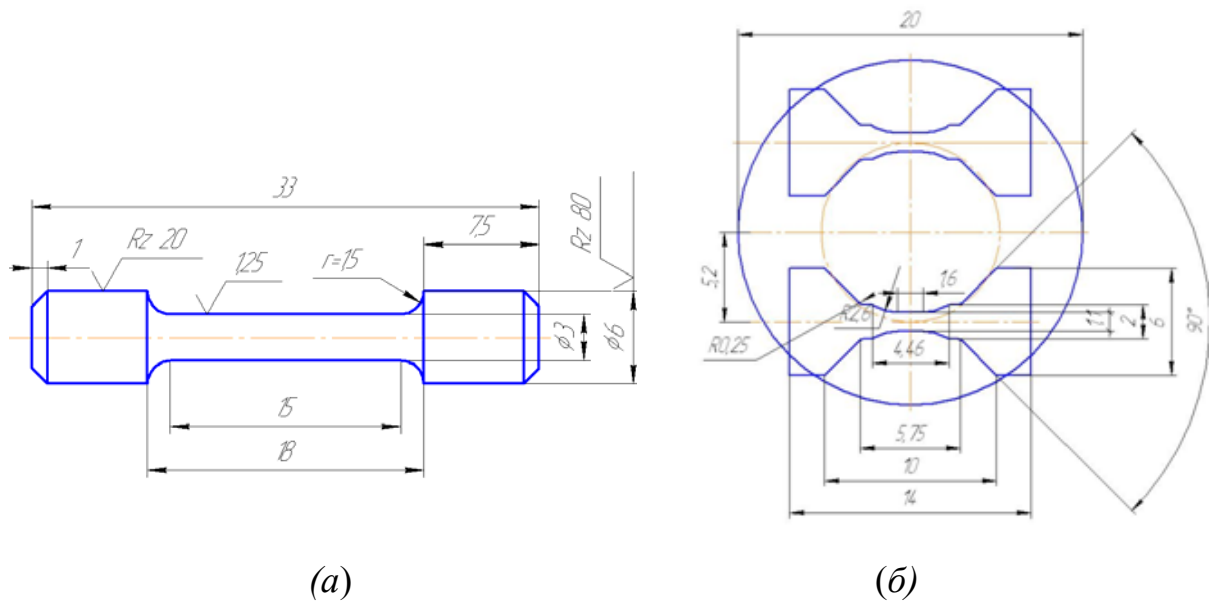


Рисунок 12 - Схемы образцов на одноосное растяжение

2.2.7 Методика испытаний на многоцикловую усталость

Испытания на усталость проводились при комнатной температуре, в условиях повторного растяжения при частоте циклов 30 Гц и коэффициенте асимметрии цикла $R=0,1$. Суммарная погрешность измерений в процессе испытаний на сервогидравлической машине Instron 8801 не превышала 1 % измеряемой величины. В ходе проведения испытаний было использовано программное обеспечение Wave Matrix фирмы *Wolpert Wilson*®. Метод испытания на многоцикловую усталость регламентируется ГОСТ 25.502-79.

Для проведения испытаний были изготовлены плоские образцы с рабочей частью размером $1 \times 7 \times 15$ мм, вырезанные вдоль плоскости прокатки. Образцы были отшлифованы на шлифовальной бумаге разной зернистости. Далее была проведена полировка на сукне с использованием взвеси Cr_2O_3 в воде и электролитическая полировка (раствор хромового ангидрида CrO_3 в 850 мл ортофосфорной кислоты). Поверхность рабочей части образцов после механической и химической полировки имела среднеарифметическое отклонение неровностей профиля (шероховатость) $R_a = 0,29$ мкм. На рисунке 13 представлена схема вырезки и вид образцов для проведения циклических испытаний.

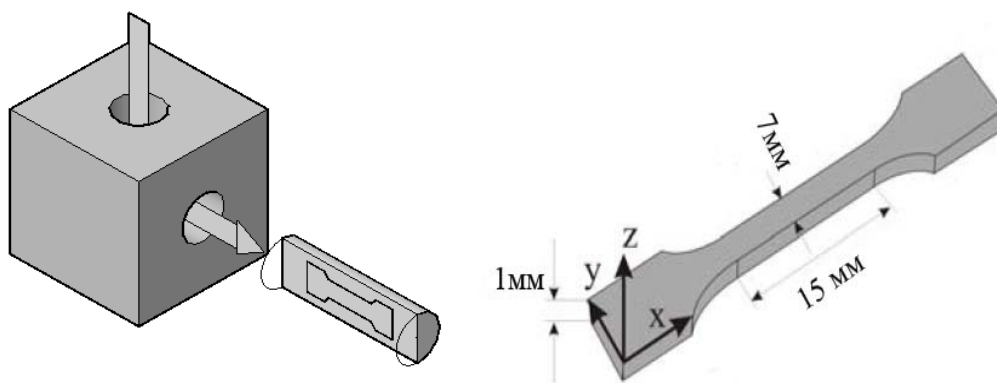


Рисунок 13 - Схема вырезки и вид образцов для проведения циклических испытаний

2.2.8 Исследование радиационной стойкости

Объектом исследования служили образцы аустенитной нержавеющей стали 08X18H10T после КГД при гидростатическом давлении $P=6$ ГПа и деформации с $N=5$ оборотов. Полученные образцы имели вид плоскопараллельных дисков диаметром 10 мм и толщиной от 0,3 до 0,45 мм. Степень истинной деформации составила 6 - 6,8.

Образцы стали после КГД были разделены на три партии, две из которых помещены в специальные алюминиевые ампулы и облучены в экспериментальных водонаполненных каналах исследовательского реактора ВВР-К при температуре не выше 60°C до флюенсов нейтронов 5×10^{19} и 2×10^{20} н/см² ($E > 0,1$ МэВ).

Перед облучением часть образцов подвергалась восстановительному отжигу при 550°C с выдержкой 1 час с целью уменьшения содержания α фазы и снижения внутренних напряжений в материале. После облучения проводили комплексное изучение изменений физико-механических свойств данных образцов. Вследствие высокой радиоактивности, безопасное время работы с облученными стальными образцами было ограничено 2-3 минутами.

Просвечивающую электронную микроскопию исходных и облученных стальных образцов выполняли с использованием микроскопа JEM 100CX. Для определения доли мартенсита деформации в аустенитной матрице использовали прибор Feritscope MP30 с поправкой на толщину пробы. Металлографические исследования проводили на микроскопе NEOPHOT-2. Плотность образцов измеряли методом гидростатического взвешивания на аналитических весах KERN-770

(рабочая жидкость – метиловый спирт). Коррозионную стойкость материала исследовали в ускоренном режиме испытаний в коррозионной среде водного 5% раствора FeCl_3 при 20°C .

2.2.9 Метод «Shear Punch»

Для определения механических свойств облученных образцов использовали испытание на сдвиг методом «Shear Punch» на универсальной испытательной машине INSTRON -1195 при 20°C со скоростью перемещения пуансона 0.5 мм/мин. [157]. Метод позволяет применять для механических испытаний образцы, подобные образцам для просвечивающей электронной микроскопии и определять значения как прочностных, так и пластических характеристик. Практическое значение метода Shear-Punch заключается в возможности получения предела текучести на растяжение $\sigma_{0,2}$ облученного материала по результатам определения предела текучести при испытаниях на сдвиг τ , используя заранее полученную зависимость между величинами τ и $\sigma_{0,2}$ для исследуемой стали.

В ходе испытаний по схеме Shear-Punch пластина облученного материала (рисунок 14) фиксируется между параллельными стальными пластинами матрицы и продавливается пуансоном с определенной скоростью до образования отверстия. Одновременно регистрируется кривая «напряжение – перемещение пуансона».

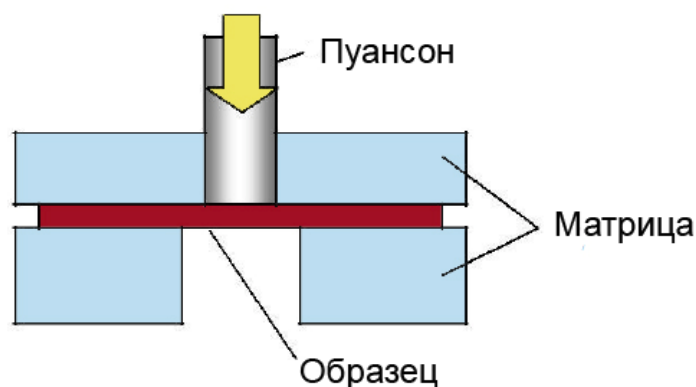


Рисунок 14 - Схема метода Shear-Punch

3 СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И СВОЙСТВА КОРРОЗИОННОСТОЙКОЙ СТАЛИ 08X18H10T ПОСЛЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ МЕТОДОМ КРУЧЕНИЯ ПОД ГИДРОСТАТИЧЕСКИМ ДАВЛЕНИЕМ (КГД)

3.1 Структура, фазовое состояние и термическая стабильность коррозионностойких сталей после КГД при комнатной температуре

Преимущества коррозионностойких аустенитных сталей типа X18H10T заключаются в высокой исходной пластичности и возможности дополнительного регулирования структурного состояния благодаря мартенситному превращению в ходе холодной деформации [109, 158-160]. Но остается не вполне ясным вклад зернограничного упрочнения, легирования и фазового состава в упрочнение и термическую стабильность этих сталей после ИПД.

Целью исследования данной части работы было изучение структуры, текстуры и микротвердости коррозионностойких сталей после КГД при комнатной температуре и последующего нагрева. Схема КГД была выбрана как обеспечивающая максимальное измельчение зерна и возможность протекания мартенситного превращения при прикладываемых высоких давлениях. Исследовали коррозионностойкие аустенитные стали с ГЦК решеткой: классическую хромоникелевую 08X18H10T с добавкой титана и 05X15H9Д2ТАМФ с добавками азота, ванадия и молибдена, а так же коррозионностойкую ферритную сталь 08X18Т1 и армко-железо с ОЦК решеткой для определения влияния легирования и типа кристаллической решетки на упрочнение и термостабильность после КГД.

3.1.1 Измерения микротвердости в ходе кручения под гидростатическим давлением

Интенсивная пластическая деформация приводит к значительному повышению микротвердости во всех исследуемых материалах (рисунок 15). Значения микротвердости для этих материалов при увеличении степени деформации возрастают и выходят на установившуюся стадию при $N=5$ оборотов, что соответствует истинной степени деформации $\varepsilon=5,8$ (рисунок 15)

Если аустенитные стали 08X18H10T и 05X15H9Д2ТАМФ и ферритная сталь 08X18Т1 в исходном состоянии имели микротвердость 1,8- 2,2 ГПа, после предварительного сжатия на 50% - 2,5 - 3,0 ГПа, то после КГД на установившейся стадии ($\varepsilon = 6,4$) микротвердость на поверхности образца достигала значений 5,5 - 6 ГПа, что практически в 3 раза выше исходных значений. Для ферритной стали на установившейся стадии значения микротвердости несколько ниже, чем для аустенитных сталей, но находятся в пределах ошибки измерения. Для армко-железа значения микротвердости на установившейся стадии (4,2- 4,4 ГПа) ниже, чем в сталях, хотя относительное деформационное упрочнение больше: по сравнению с исходным состоянием микротвердость повысилась более чем в 4 раза.

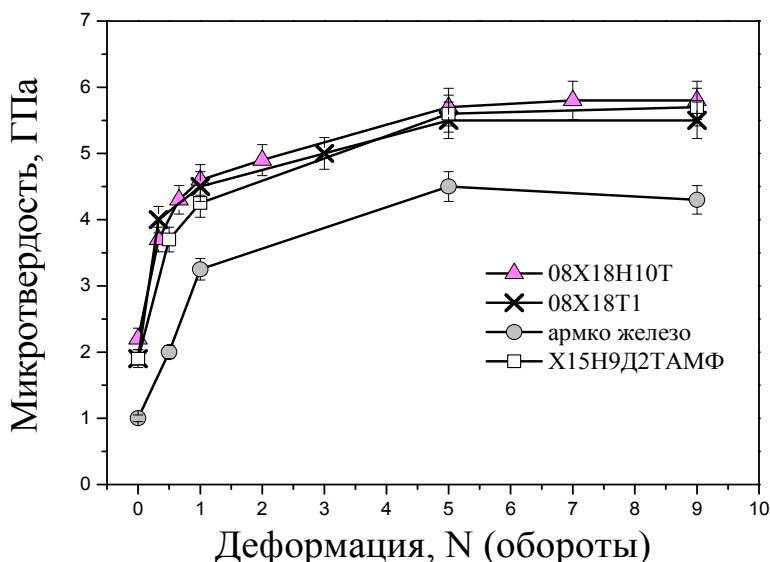


Рисунок 15 - Микротвердость исследуемых сталей на середине толщины образца в зависимости от степени деформации (числа обороты) при КГД

Степень деформации при КГД возрастает с увеличением расстояния от центра образца. В связи с этим в работе исследовали однородность структуры образцов аустенитной стали 08X18H10T после КГД вплоть до $N=9$ оборотов путем анализа микротвердости (рисунок 16). Все исследованные образцы после КГД до $N = 5$ оборотов показали низкие значения микротвердости в центре образца и увеличение значений микротвердости по мере удаления от него (рисунок 16). После 9 оборотов микротвердость в центре образца сравнялась с микротвердостью на краях, что свидетельствует о равномерной проработке структуры.

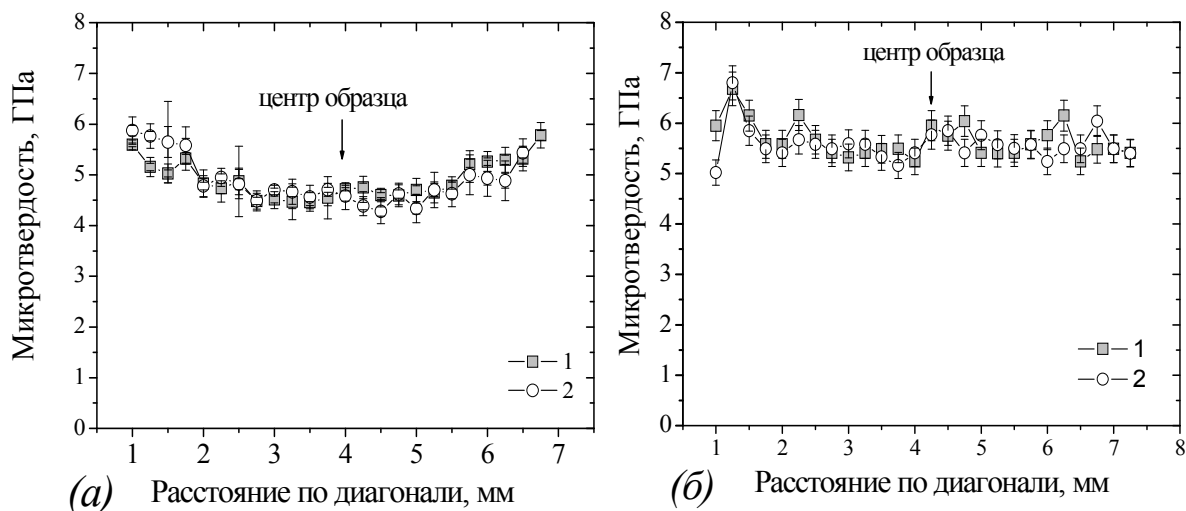


Рисунок 16 - Распределение микротвердости по двум диаметрам (1 и 2) образца стали 08X18N10T после КГД с N=5 (а) и с N=9 (б)

Таким образом, после КГД двух аустенитных и одной ферритной сталей, а также армко-железа достигнуто значительное упрочнение: в 3-4 раза по сравнению с исходным состоянием. Относительное деформационное упрочнение больше для менее легированных материалов (армко-железо). Неожиданным оказалось то, что микротвердость ферритной стали после КГД на установившейся стадии деформации близка по значениям микротвердости аустенитных сталей, несмотря на меньшее (примерно на треть) легирование и большую энергию дефекта упаковки. Высокие значения микротвердости после ИПД, почти втрое превышающие значения микротвердости в исходном состоянии для этих сталей вызывают закономерный вопрос о структурных причинах такого упрочнения.

3.1.2 Структурообразование исследуемых сталей при КГД

По результатам электронно-микроскопического анализа исследованные материалы после сжатия на 50 % имели структуру холодного наклепа ячеистого типа с высокой плотностью дислокаций ($\sim 10^{11}$ см⁻²). При деформации кручением $\varepsilon=4,3$ (один оборот) формируются отдельные структурные элементы с большеугловой разориентировкой границ. Процесс формирования большеугловых границ в ОЦК поликристаллах (ферритная сталь 08X18T1 и, особенно, армко-железо) происходит быстрее, чем в ГЦК поликристаллах (аустенитные стали), возможно, из-за большего

числа систем скольжения и большей энергии дефекта упаковки, влияющей на процессы поперечного скольжения и переползания при холодной деформации. В стали 08X18T1 уже при истинной степени деформации кручением $\varepsilon=5,3$ (три оборота) уже большой объем занимают структурные элементы размером 100-400 нм с большеугловой разориентировкой границ. При $\varepsilon=5,3-5,8$ (три-пять оборотов) формируется большей частью ориентированная структура (субзерна, полосы сдвига), которая при дальнейшем увеличении степени деформации постепенно преобразуется в относительно равноосную. Но даже при $\varepsilon=6,4$ (девять оборотов) наблюдаются участки ориентированной структуры, что свидетельствует о запаздывании формирования "постоянной" (равноосной) структуры относительно установившегося уровня значений микротвердости (рисунок 17з). Наблюдали так же образование зеренной структуры через ячеистую. При деформации кручением $\varepsilon=6,4$ (девять оборотов) во всех материалах размер структурных элементов составлял 30-200 нм. Характер дифракционной картины позволяет судить о наличии как мало-, так и большеугловых границ между структурными элементами (рисунок 17 а, в, з). Наибольший размер структурных элементов (зерен) выявлен в ОЦК поликристаллах: 100-150 нм в ферритной стали 08X18T1 и 150-200 нм в армко-железе, а наименьший – в ГЦК поликристаллах: 30-60 нм в стали 05X15H9Д2ТАМФ и 50-80 нм в стали 08X18H10Т (рисунок 17 а, б, г, д), что можно объяснить различиями в энергии дефекта упаковки (разный тип решетки) и легировании.

Меньший средний размер структурных элементов среди ОЦК поликристаллов у ферритной стали, по-видимому, обусловлен большим легированием, а меньший средний размер среди ГЦК поликристаллов у стали 05X15H9Д2ТАМФ предположительно можно объяснить наличием добавок азота, ванадия и молибдена. Следует отметить, что близкие значения микротвердости, полученные на аустенитных и ферритной сталях, свидетельствуют о большой роли границ структурных элементов, доля которых после ИПД в материалах велика.

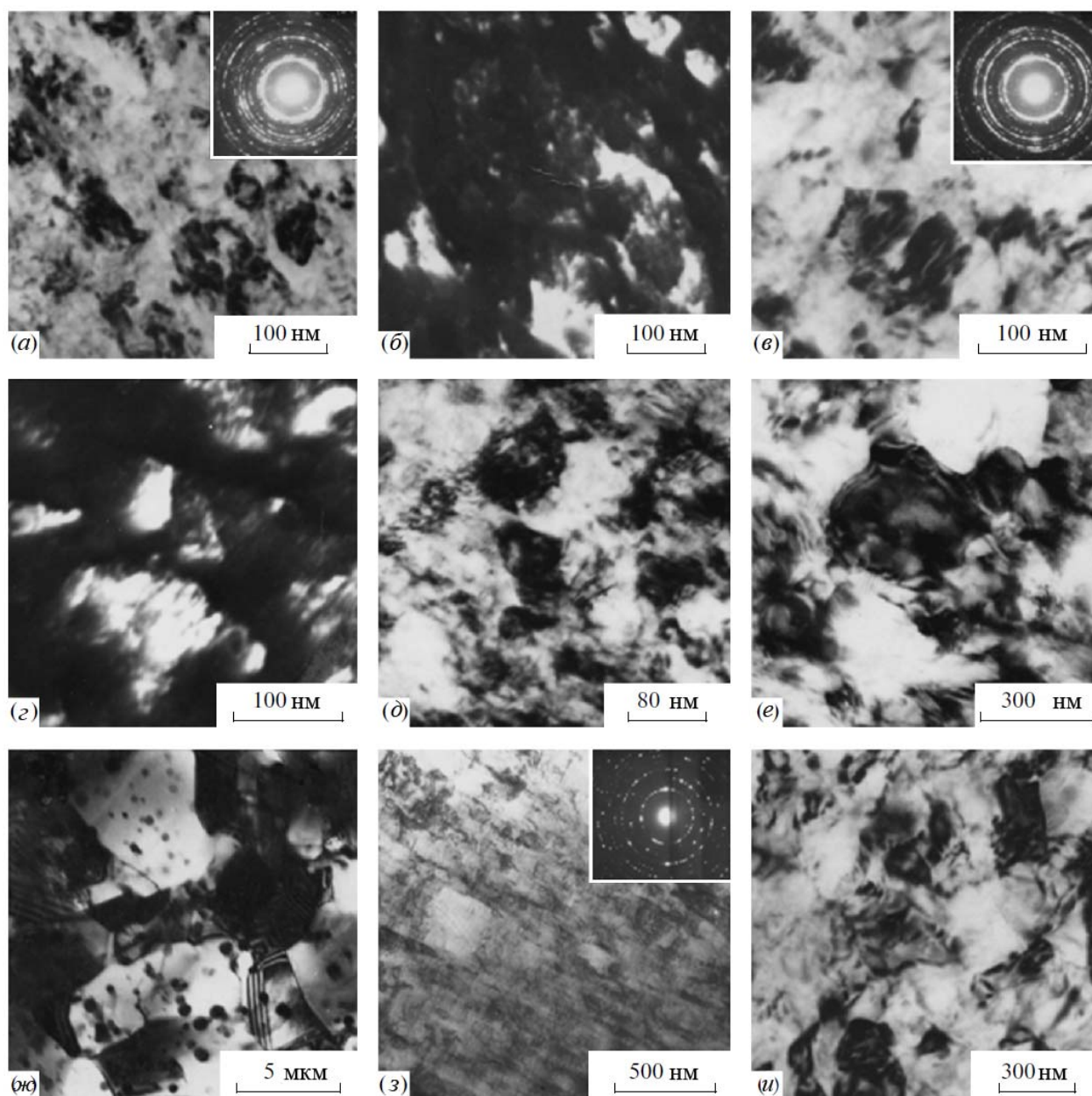


Рисунок 17 - Структура стали 05X15N9Д2ТАМФ после КГД с $\varepsilon = 6,4$ (а, б), после КГД и нагрева до 500 °С (в, г), стали 08X18Н10Т после КГД с $\varepsilon = 6,4$ (д), после КГД и нагрева до 500 и 700 °С (е, ж), стали 08X18Т1 после КГД с $\varepsilon = 6,4$ (з), после КГД и нагрева до 200 °С (и) – ПЭМ, светлое поле; (б, г) – ПЭМ, темное поле

Таким образом, только в аустенитных сталях в ходе интенсивной сдвиговой деформации получена нанокристаллическая структура (размер зерна меньше 100 нм). Структуру ферритной стали и армко-железа можно характеризовать как субмикроструктурную (СМК; размер зерна 0,1-1 мкм).

3.1.3 Особенности фазовых превращений в аустенитных коррозионностойких сталях 08X18H10T и 05X15H9ДТАМФ при КГД

Рентгеноструктурный анализ аустенитных сталей выявил протекание мартенситных превращений $\gamma \rightarrow \alpha$ и $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$ в ходе интенсивной пластической деформации методом КГД при комнатной температуре (рисунок 18).

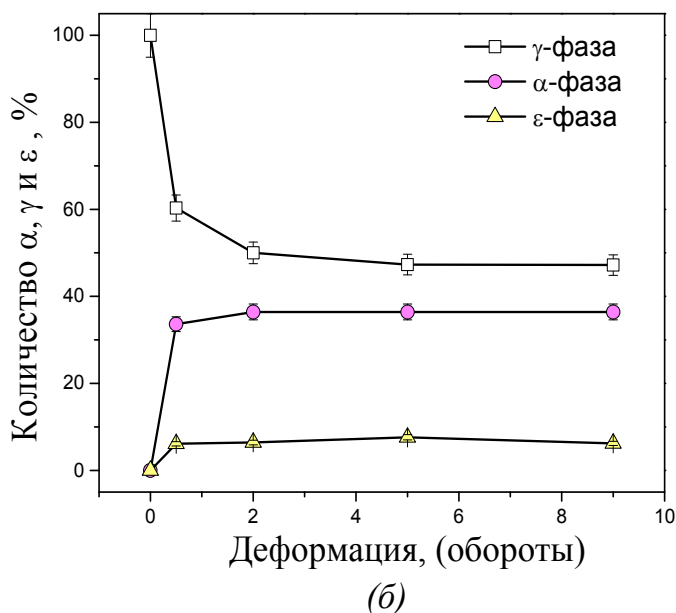
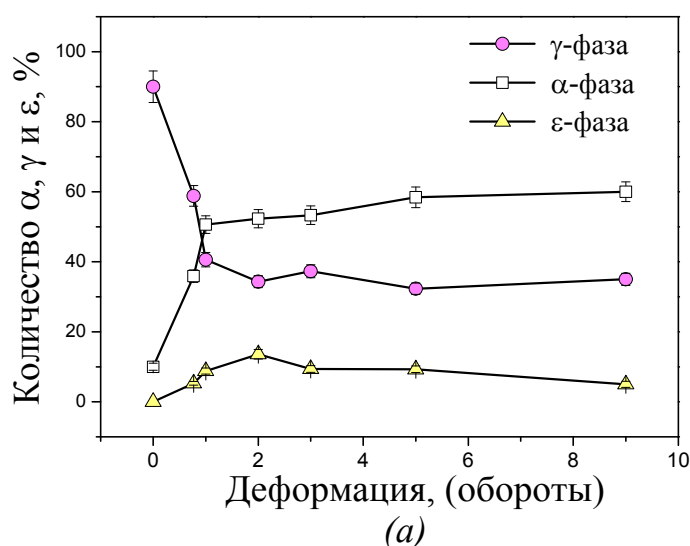


Рисунок 18 - Изменение фазового состава от степени деформации при КГД в сталях 08X18H10T (а) и 05X15H9ДТАМФ (б)

В структуре аустенитной стали 08X18H10T в исходном состоянии содержится ~10 % δ-феррита. На рисунке 18 а зависимость доли α – фазы от степени деформации включает ~10 % δ-феррита. При деформации кручением с

$\varepsilon=4,9$ (два оборота) содержание α - фазы увеличивается до $\sim 50\%$ за счет образования α – мартенсита, кроме того, в структуре появляется 15% ε – мартенсита (рисунок 18 а). В дальнейшем количество ε - мартенсита несколько уменьшается за счет превращения $\varepsilon \rightarrow \alpha$. В конечной структуре обнаружено $\sim 50\%$ α -мартенсита, $\sim 35\%$ аустенита, $\sim 10\%$ - δ -феррита и $\sim 5\%$ ε -мартенсита. Превращения не идут до конца. Их интенсивность уменьшается с увеличением степени деформации (рисунок 18 а). В азотистой аустенитной стали 05X15N9Д2ТАМ наблюдали аналогичную кинетику мартенситного превращения в ходе КГД и после достижения степени деформации $\varepsilon=6,4$ (девять оборотов): обнаружено 40% α -мартенсита и $\sim 10\%$ ε -мартенсита (рисунок 16 б). Таким образом, можно говорить уже о двухфазных аустенито - мартенситных сталях.

3.1.4 Структура сталей 08X18N10T и 08X18T1 после КГД и последующего нагрева

Нанокристаллическая структура после ИПД характеризуется высокой плотностью зернограничных поверхностей и неравновесными границами зерен с высокой плотностью зернограничных дислокаций и полями напряжений около границ. Такая структура нестабильна к нагреву. В двухфазных сталях в данном случае вторая фаза может способствовать торможению роста матричной.

При нагреве нанокристаллической стали 08X18N10T после КГД исходный размер зерна ~ 60 нм мало меняется вплоть до температуры $400\text{ }^\circ\text{C}$, при $500\text{ }^\circ\text{C}$ немного увеличивается до 250 нм, а интенсивный рост начинается с $600\text{ }^\circ\text{C}$ (рисунок 19, 20).

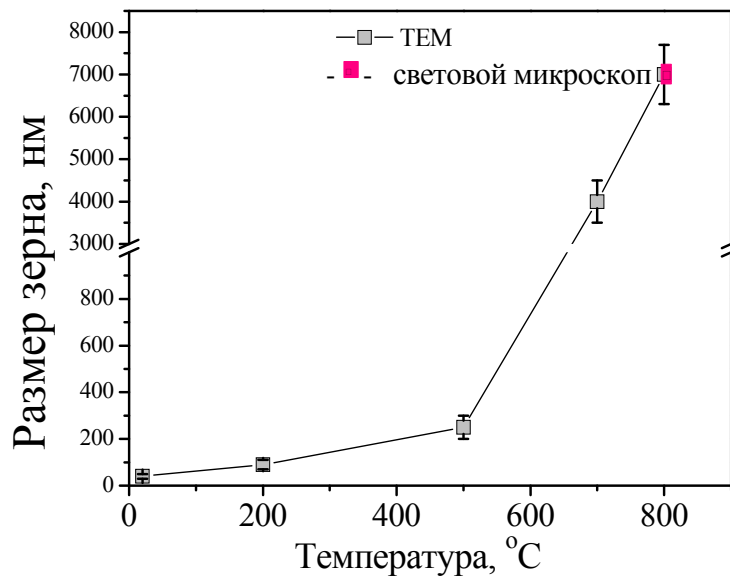


Рисунок 19 - Зависимость размера структурных элементов стали 08X18H10T от температуры нагрева после КГД

Это соответствует изменению объемной доли фазовых составляющих при нагреве (рисунок 20). Выше 400°C доля мартенсита в структуре начинает уменьшаться. При 550 °C доли фазовых составляющих становятся равными, что еще сдерживает интенсивный рост зерна, который начинается при 600 °C, когда количество аустенита достигает ~ 80%.

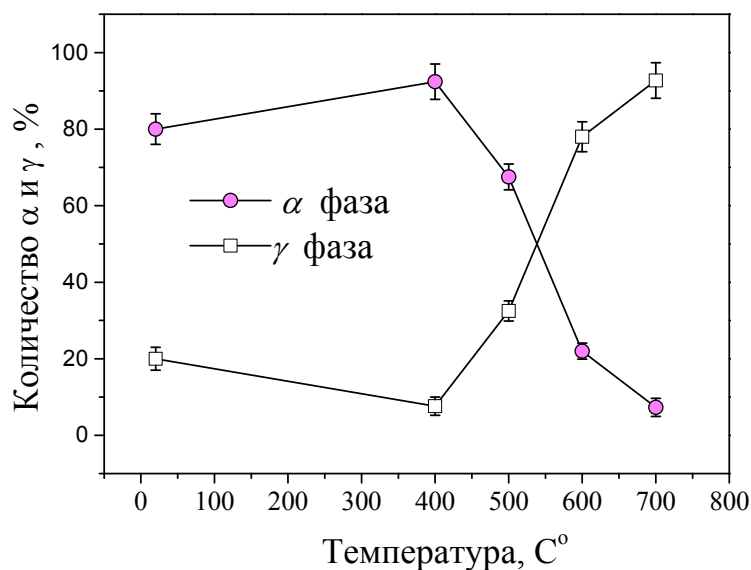


Рисунок 20 - Изменение количества α и γ фазы в зависимости от температуры нагрева стали 08X18H10T после КГД с N=5

Таким образом, при нагреве нанокристаллической стали 08X18H10T до 600 °С размер зерна сохраняется в субмикроструктурном интервале, т.е. $\leq 1\text{мкм}$. Определенный металлографическим методом размер зерна после нагрева на 800 °С, составил $\sim 7\text{мкм}$. (рисунок 19).

Изменение микротвердости нанокристаллической стали 08X18H10T при нагреве практически соответствует приведенным результатам: до температуры 400 °С значения микротвердости не меняются (рисунок 21). Нагрев выше 400 °С сопровождается снижением микротвердости из-за возврата границ зерен, небольшого подрастания зерен и, возможно, за счет уменьшения доли мартенсита в структуре.

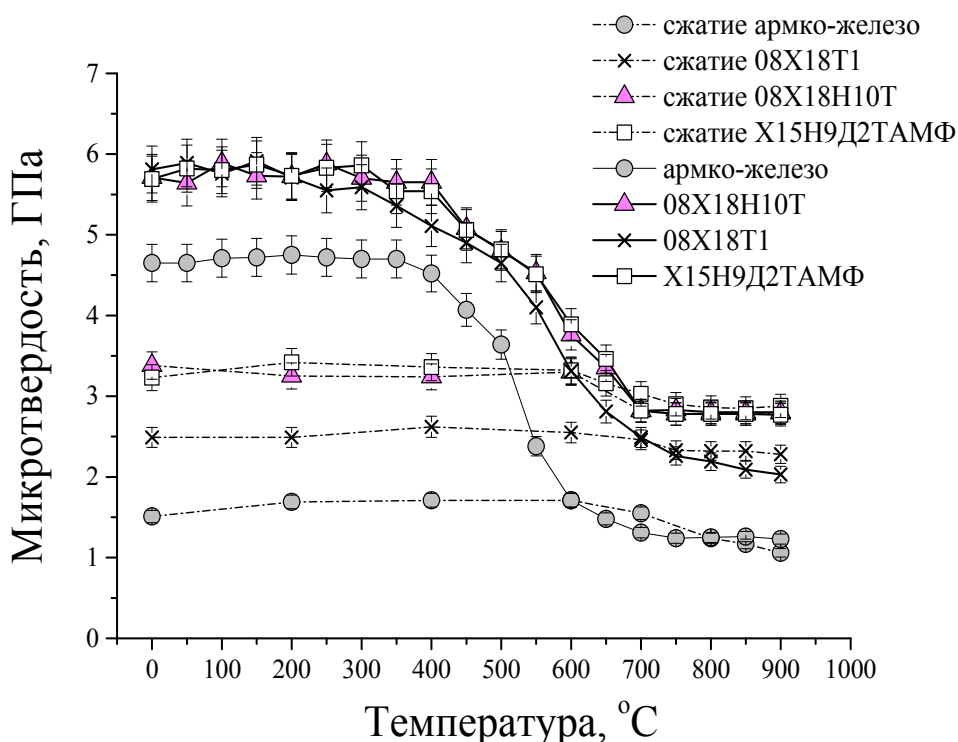


Рисунок 21 - Микротвердость сталей после КГД (N=9) и последующего нагрева.

Разделить вклады значительной объемной доли границ зерен, легирования и фазовых составляющих (аустенит, феррит, мартенсит) в упрочнение при деформации и разупрочнение при нагреве достаточно сложно. Легирование обычно способствует повышению упрочнения и термической устойчивости благодаря замедлению диффузии, уменьшению энергии дефекта упаковки и инициированию в некоторых случаях фазовых превращений. Разделить влияние диффузии и энергии дефекта упаковки на термическую стабильность также достаточно трудно.

Например, если судить по термической стабильности зерен, то термическая стабильность СМК армко-железа значительно ниже, чем СМК ферритной стали 08X18T1, имеющей такую же ОЦК-решетку и большие коэффициент диффузии и энергию дефекта упаковки.

Легирование и микролегирование молибденом, ванадием и азотом аустенитной стали 05X15H9Д2ТАМ приводит к получению размера зерна ~ 45 нм при КГД при комнатной температуре. Размер зерна в этой стали, нагретой на 500°C, остается менее 100 нм, в то время как в СМК аустенитной стали 08X18H10Т такой нагрев приводит к росту зерна с 60 до 250 нм.

Следует различать термическую стабильность зерен и термическую стабильность упрочнения. Упрочнение при нагреве может сохраняться или увеличиваться даже при росте зерен в процессе старения. Также упрочнение при нагреве может сохраняться, если деформационная структура помимо высокоугловых границ содержит ячеистую или субзеренную: в случае преимущественно зеренной структуры с высокоугловыми границами при нагреве быстрее начинается рост зерна и отмечается уменьшение микротвердости, а для ячеистой или субзеренной структуры необходимо, чтобы малоугловые границы трансформировались в высокоугловые, и только потом начинаются рост зерен и разупрочнение.

Обычная меньшая исходная величина исходного зерна способствует более быстрому разупрочнению при нагреве. В случае же наблюдаемых нами СМК и наноструктур, полученных в процессе ИПД, уменьшение упрочнения в результате нагрева происходило практически при одинаковых температурах около 400 °С, несмотря на некоторое различие в размерах зерен. Это может быть следствием неодинакового легирования и наложения фазовых превращений, а также наличия частично субзеренной структуры.

Безусловно, следует отметить превалирующий вклад зернограницных поверхностей в нано- и СМК-структурах после КГД в упрочнение по сравнению с вкладом легирования и фазового состава (рисунки 15, 21). На рисунке 21 хорошо видно, что в случае сжатия на 50% с формированием структуры холодного наклепа

и ячеистого типа упрочнение в ферритной стали больше, чем в армко-железе, но значительно меньше, чем в аустенитных сталях, в соответствии с меньшим легированием и меньшим упрочнением от α – фазы (феррита). После КГД деформационное упрочнение в аустенитных и ферритных сталях примерно одинаковое и в большей степени определяется нано- и СМК – структурами, а роль легирования и фазового состава уменьшается.

3.1.5 Анализ текстуры сталей 08X18H10T и 08X18T1 после КГД и последующего нагрева

Для обеих сталей в исходном состоянии и после КГД и нагрева строили и изучали прямые полюсные фигуры (ППФ). ППФ показывают вероятность, с которой нормаль к кристаллографической плоскости $\{hkl\}$ совпадает с разными направлениями в исследуемом образце, дают представление об ориентировках кристаллитов в исследуемом материале. Важным является не только представление идеальных ориентировок, которым соответствуют наиболее интенсивные максимумы на ППФ, но и форма, а также интенсивность областей рассеяния, характеризующих более слабые ориентировки.

В исходном горячекатаном состоянии как аустенитная сталь, так и ферритная имеют многокомпонентную плоскостную текстуру с преимущественной ориентировкой $(111)_\gamma$ и $(110)_\alpha$ (таблица 3).

Для ферритной стали после одноосного сжатия имеем текстуру сконцентрированную вокруг $\langle 110 \rangle$ и простирающуюся от $\langle 110 \rangle$ до $\langle 311 \rangle$ (таблица 3, рисунок 22). Для аустенитной стали с ГЦК решеткой эти ориентировки сохраняются для мартенситной составляющей; для аустенита характерна ориентировка $\langle 211 \rangle$ (таблица 3, рисунок 23)

Деформация кручением только увеличивает интенсивность этих ориентировок. По мере увеличения деформации в обеих сталях исходная многокомпонентная плоскостная текстура постепенно преобразуется в аксиальную (кольцевую) с преимущественными направлениями $\langle 211 \rangle_\gamma$ и $\langle 110 \rangle_\alpha$ и $\langle 311 \rangle_\alpha$ (рисунок 22, 23). В аустенитной стали этот переход происходит быстрее и уже при

1/3 оборота текстура мартенситной составляющей соответствует той концентрации, которую ферритная сталь приобретает только после пяти оборотов (таблица 3).

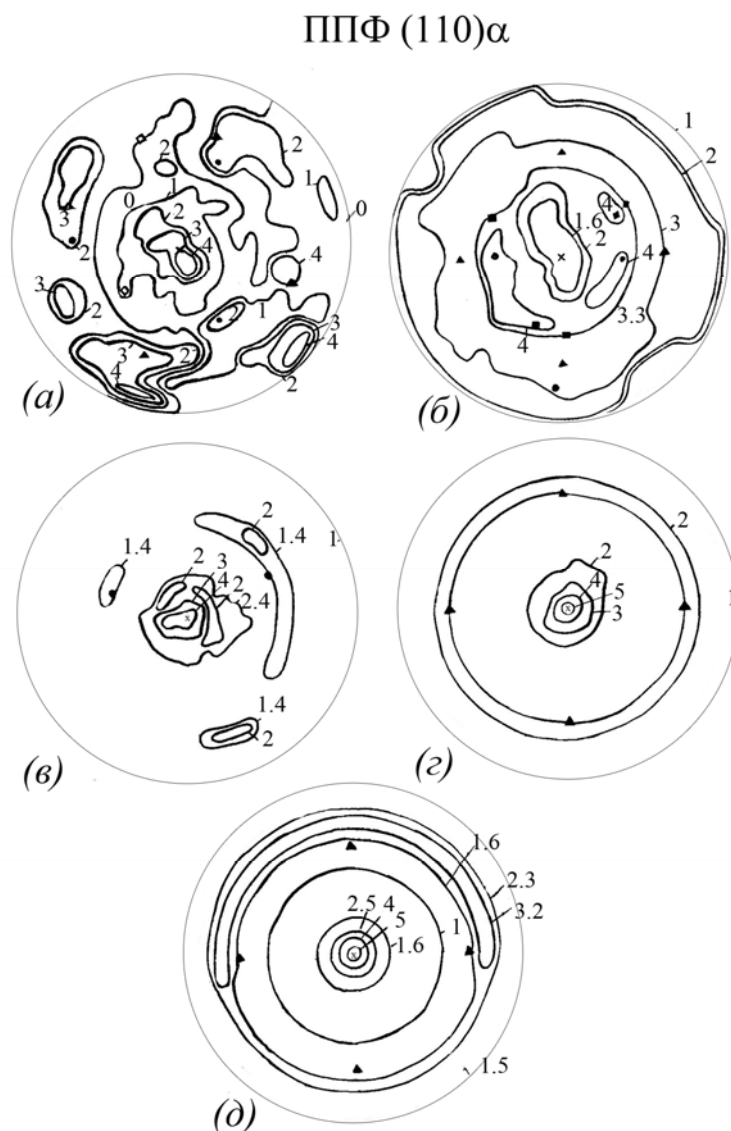


Рисунок 22 - Текстура стали 08X18T1 в исходном состоянии (а), после осадки (б) и после КГД (в) – N=1 оборот, (г)- N=5 оборотов, (д) – N=9 оборотов

Количество мартенсита в ходе деформации аустенитной стали составляет до 60 % после пяти оборотов ($\epsilon=5,8$). При увеличении деформации в стали 08X18H10T формируется нанокристаллическая структура, которая занимает практически весь объем после пяти оборотов, когда значения микротвердости достигают установившейся стадии. Размер зерна в аустенитно - мартенситной стали составил около 60 нм, в ферритной - 150 нм. Полученные результаты показывают, что для аустенитной стали 08X18H10T нет связи между формированием текстуры и образованием нанокристаллической структуры.

Таблица 3 - Изменение текстуры сталей 08X18T1 и 08X18H10T после КГД.

Состояние	Уровни интенсивности колец на ППФ в стали		
	08X18T1	08X18H10T	
		Аустенит	Мартенсит
Исходное	{111}-2 {001}-2 {110}-4	{111}-5 {001}-3.5 {110}-2.5 {130}-2.5 {113}-1.5	-
Сжатие	{112}-4 {113}-4 <110>-3 <311>-1.5	-	{112}-3 {130}-2.5 <110>-2 <311>-2
КГД: N= 1/3 оборота	-	{112}-4 <211>-5	{130} - 2.5 <110> - 5 <311> - 5
N= 1 оборот	<110>-5 <311>-5	-	-
N= 5 оборотов	<110>-5 <311>-5	<211>-5	<110>-5 <311>-5 {130}-3
N= 9 оборотов	<110>-5 <311>-5	<211>-5	<110>-5 <311>-5 {130}-2

При нагреве происходит некоторое рассеяние ориентировок (рисунки 24, 25, таблица 4). Для ферритной стали интенсивность ориентировки $\langle 110 \rangle_\alpha$ с повышением температуры возрастает. Для мартенситной составляющей аустенитной стали концентрация ориентировок вокруг направлений $\langle 110 \rangle_\alpha$ и $\langle 311 \rangle_\alpha$ ослабляется уже при температуре 450 °С, что соответствует уменьшению микротвердости стали, обусловленной возвратом границ зерен и превращением мартенсита в феррит (таблица 4). Преимущественная ориентировка аустенитной составляющей стали 08X18H10T более устойчива к нагреву, и ее интенсивность начинает падать только при 700 °С, что совпадает с интервалом интенсивного роста зерен (таблица 4).

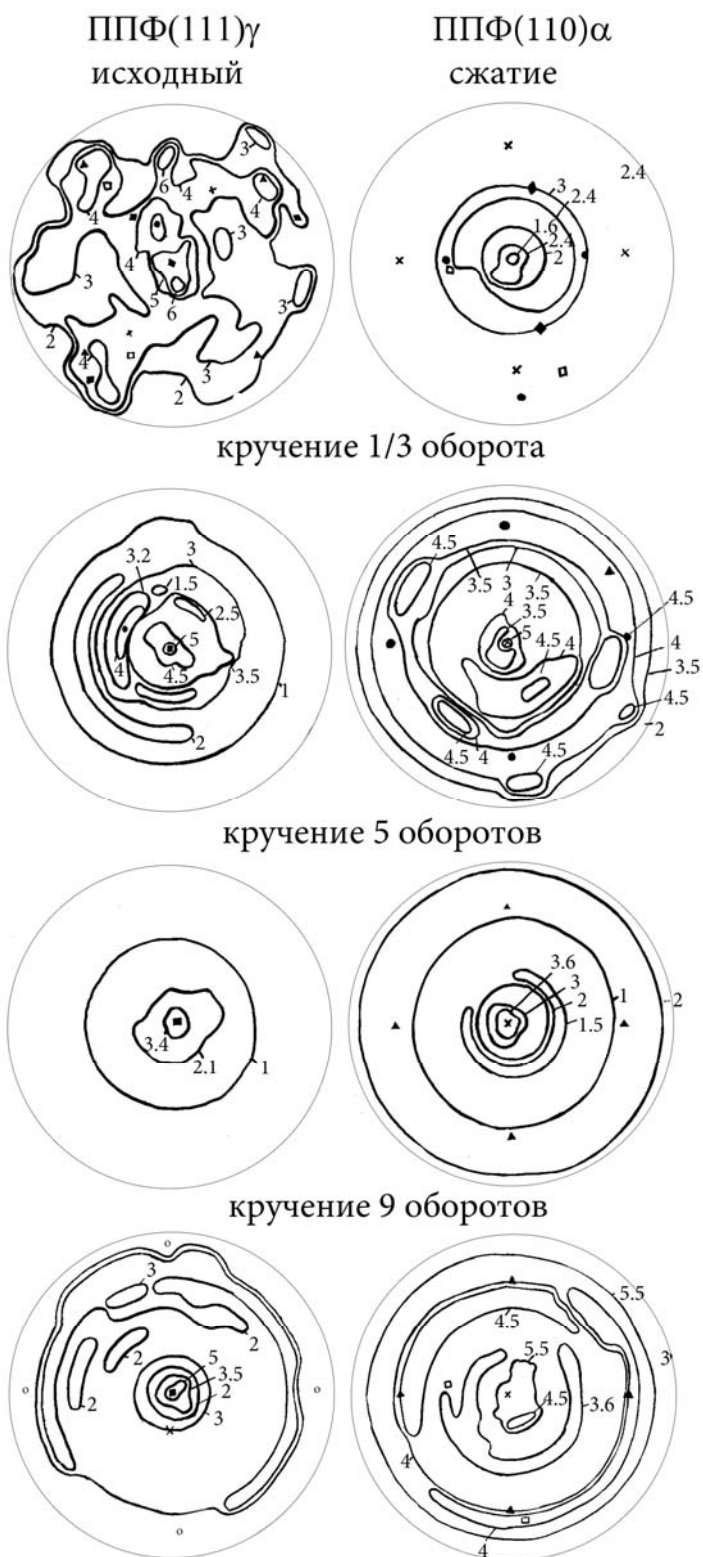


Рисунок 23 -

Текстура стали 08X18N10T в исходном состоянии и после деформации

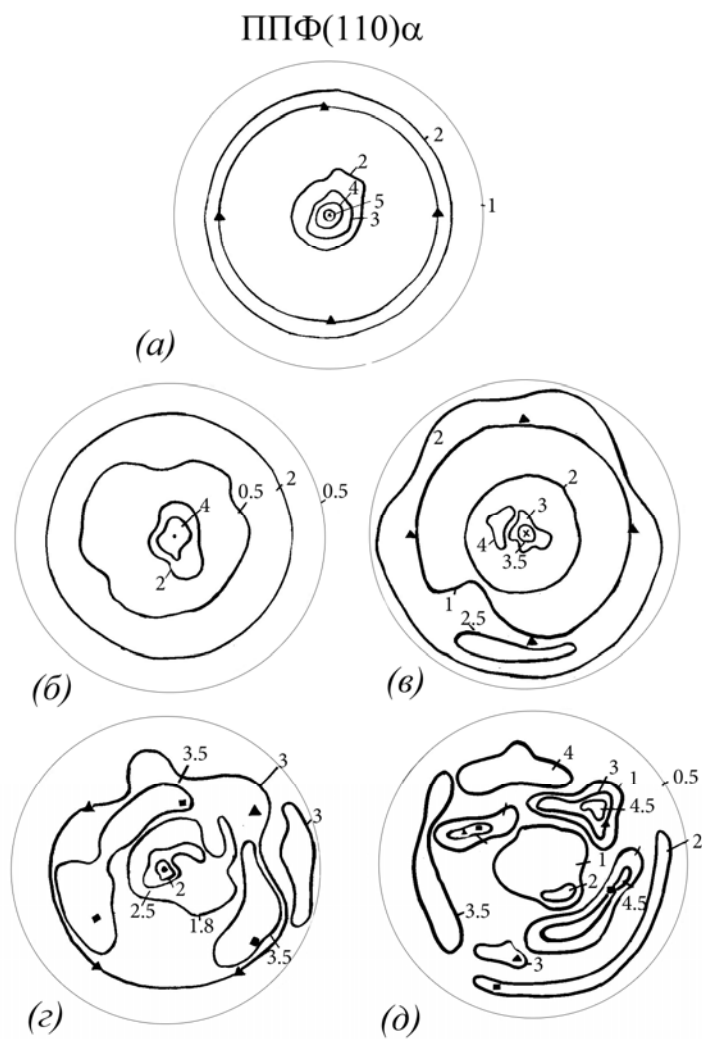


Рисунок 24 - Текстура стали 08X18T1 после КГД (N=5) и нагрева: (а) – КГД; (б)- КГД+отжиг при T= 250°C; (в) - КГД+отжиг при T= 350°C; (г)- КГД+отжиг при T=450°C; (д)- КГД+отжиг при T= 650°C.

Таблица 4 - Изменение текстуры сталей 08X18T1 и 08X18H10T после КГД и нагрева

Состояние стали	Уровни интенсивности колец на ППФ в стали		
	08X18T1	08X18H10T	
		Аустенит	Мартенсит
Исходное (КГД N=5 оборотов)	<110>-5 <311>-5	<211>-5	<110>-5 <311>-5 {130}-3
После нагрева до температуры, °С:			
350	<110>-5 <311>-5	<211>-5	<110>-5 <311>-5 {130}-3
450	<110>-5 <311>-3	<211>-5	<110>-4 <311>-3 {130}-3
550	<110>-5 <311>-3 <001>-2	<211>-5	<110>-3 <311>-3 {130}-3
650	<110>-5 <311>-2 <001>-2	<211>-5	<110>-3 <311>-3 {130}-3
700	<110>-6 <001>-2 {130}-2	<211>-4	<110>-3 <311>-3 {130}-3
750	<110>-6 <001>-2 {130}-2	<211>-4	<110>-3 <311>-3 {130}-2 {001}-2
800	<110>-6 <001>-2 {130}-3	<211>-2	<110>-3 <001>-3 {130}-3 {001}-3

3.1.6 Выводы по разделу 3.1

1. Кручение под гидростатическим давлением (КГД) 6 ГПа при комнатной температуре приводит к формированию нанокристаллической структуры с размером структурных элементов 30-80 нм в коррозионностойких сталях 05X15H9Д2ТАМФ и 08X18H10Т и субмикроструктурной структуры с размером структурных элементов 100-200 нм в коррозионностойкой ферритной стали 08X18Т1 и в армко-железе.

2. Рентгеноструктурный анализ обеих аустенитных сталей выявил протекание мартенситных превращений $\gamma \rightarrow \alpha$ и $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$ в ходе интенсивной пластической деформации при комнатной температуре. Превращения не идут до конца. Интенсивность превращений с увеличением деформации уменьшается.

3. Нано- и субмикроструктурная структура исследованных сталей и армко-железа обеспечивают более чем трехкратное увеличение микротвердости по сравнению с исходным состоянием. После КГД деформационное упрочнение в аустенитных и ферритной сталях примерно одинаково и в большей степени определяется нано- и субмикроструктурными структурами, а роль легирования и фазового состава уменьшается. Термическая стабильность упрочнения как аустенитных, так и ферритной сталей практически одинакова: $\sim 400^\circ\text{C}$.

4. В результате КГД сталей 08X18H10Т и 08X18Т1 выявлена аксиальная текстура с преобладающими направлениями $\langle 211 \rangle_\gamma$ в аустените, $\langle 110 \rangle_\alpha$ и $\langle 311 \rangle_\alpha$ в мартенсите и феррите. Развитие текстуры в аустенитной стали 08X18H10Т не связано с формированием нанокристаллической структуры. Аксиальная текстура сохраняется в обеих сталях вплоть до температуры нагрева 750°C . Уменьшение преимущественной ориентировки $\langle 211 \rangle_\gamma$ в аустените стали 08X18H10Т при нагреве до 750°C совпадает с началом интенсивного роста зерен.

3.2 Структурно-фазовые превращения и механические свойства коррозионностойкой стали 08X18H10T после КГД в интервале температур 20-450°C

В предыдущем разделе было показано, что кручение под гидростатическим давлением (КГД) при комнатной температуре инициирует мартенситное превращение в стали 08X18H10T, а также протекание обратного мартенситного превращения после КГД при нагреве. Наличие мартенсита в стали способствует упрочнению, но уменьшает коррозионную стойкость. Поэтому целью следующей части работы являлось изучение возможности получения в стали 08X18H10T в ходе КГД нано- и субмикроструктурной структуры в полностью аустенитном состоянии. В работе образцы из стали 08X18H10T диаметром 20 мм и толщиной 1 мм в исходно закаленном состоянии подвергались кручению на 10 оборотов по изотермическим режимам при температурах 20, 300°C и 450°C, а также по ступенчатым режимам с повышением 20→450°C и понижением 450→300→20 °C температуры. Истинная степени деформации по всем режимам на середине радиуса образцов составила ~7,4.

3.2.1 Микротвердость стали после КГД в интервале температур 20-450 °C

Интенсивная пластическая деформация кручением под гидростатическим давлением приводит к значительному повышению микротвердости. Из гистограммы сравнения микротвердости деформированных образцов на середине радиуса со значением микротвердости стали 08X18H10T в состоянии после закалки (рисунок 26) видно, что если аустенитная сталь в состоянии после закалки имела микротвердость 2,2 ГПа, то после КГД по всем режимам микротвердость повышается до значений 5,8 ГПа. Это подтверждает вывод о том, что в субмикроструктурных материалах, полученных ИПД, основной вклад в прочностные характеристики вносят зерно- и субзернограницные поверхности.

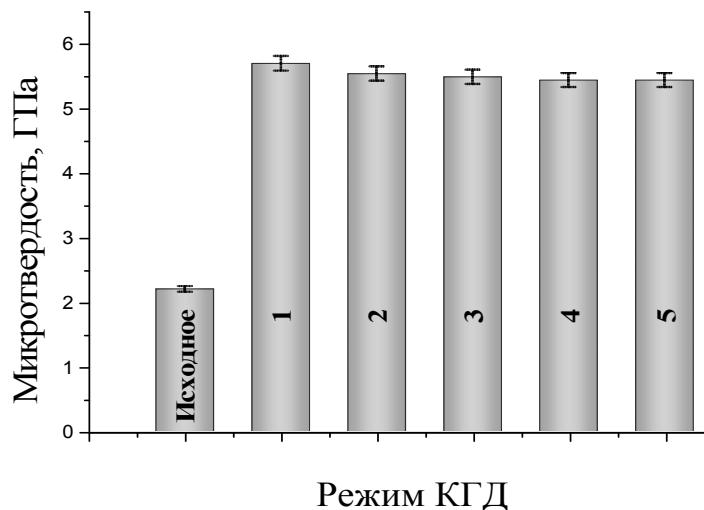


Рисунок 26 - Микротвердость стали 08X18H10T после закалки и на середине радиуса образцов после КГД по режимам: 1- $T\partial = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($N = 10$); 2- $T\partial = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($N = 10$); 3- $T\partial = 450\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($N = 10$); 4- $T\partial = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($N = 5$) $\rightarrow T\partial = 450\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($N = 5$) 5- $T\partial = 450\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($N = 3$) $\rightarrow T\partial = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($N = 3$) $\rightarrow T\partial = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($N = 4$).

Все исследованные образцы после КГД показали значения микротвердости в центре образца 3,7 – 6,0 ГПа и рост значений микротвердости с увеличением расстояния от центра образца до 5,7 – 6,2 ГПа. На рисунке 27 показаны распределения микротвердости по диагоналям на поверхности образцов со стороны подвижной и неподвижной наковальни. Как видно из рисунка 27 разница между микротвердостью в центре образца и на краю значительно меньше со стороны подвижной наковальни, а уровень микротвердости выше. Наиболее однородно деформированную структуру наблюдали при КГД по 1 режиму что, наглядно изображено на рисунках 27, 28.

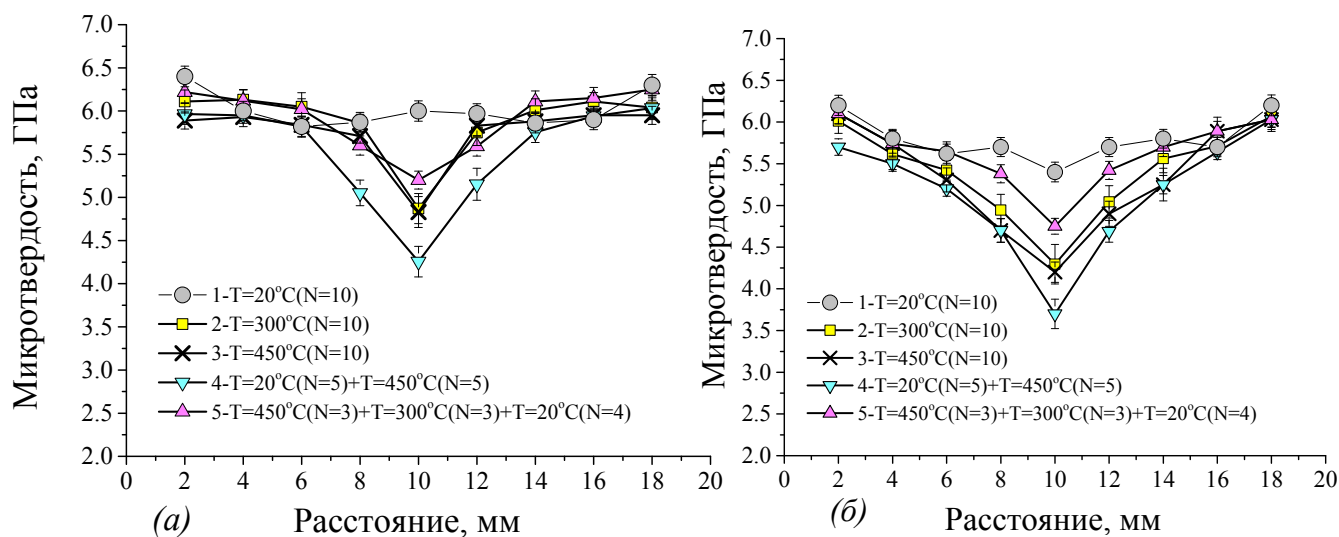


Рисунок 27 - Распределение микротвердости образцов после КГД по различным режимам по диаметру (а) со стороны подвижной наковальни, (б) со стороны неподвижной наковальни.

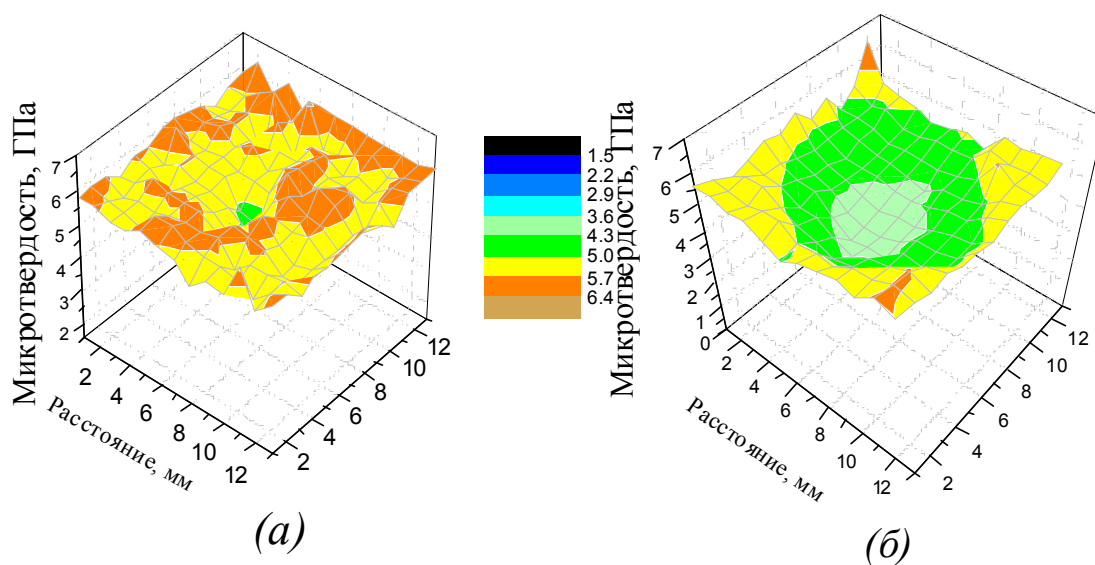


Рисунок 28 - Распределение микротвердости по площади образца стали 08X18H10T после КГД (а) по 1 режиму ($T = 20^\circ\text{C}$, $N = 10$) (б) по 2 режиму ($T = 300^\circ\text{C}$, $N = 10$).

3.2.2 Термическая стабильность стали 08X18H10T

Термостабильность стали 08X18H10T после КГД изучали по зависимости изменения микротвердости от температуры нагрева в интервале температур 20 – 900°C с выдержкой в 1 час и охлаждением на воздухе. На рисунке 29 представлена зависимость микротвердости стали от температуры отжига. Увеличение температуры нагрева до 400°C с часовыми выдержками немного повышает микротвердость стали, по-видимому, из-за выделения карбидов. Резкое падение микротвердости начинается выше температуры 550 °C (рисунок 28). Можно предположить, что в интервале температур от 400 до 600 °C происходят значительные преобразования структуры.

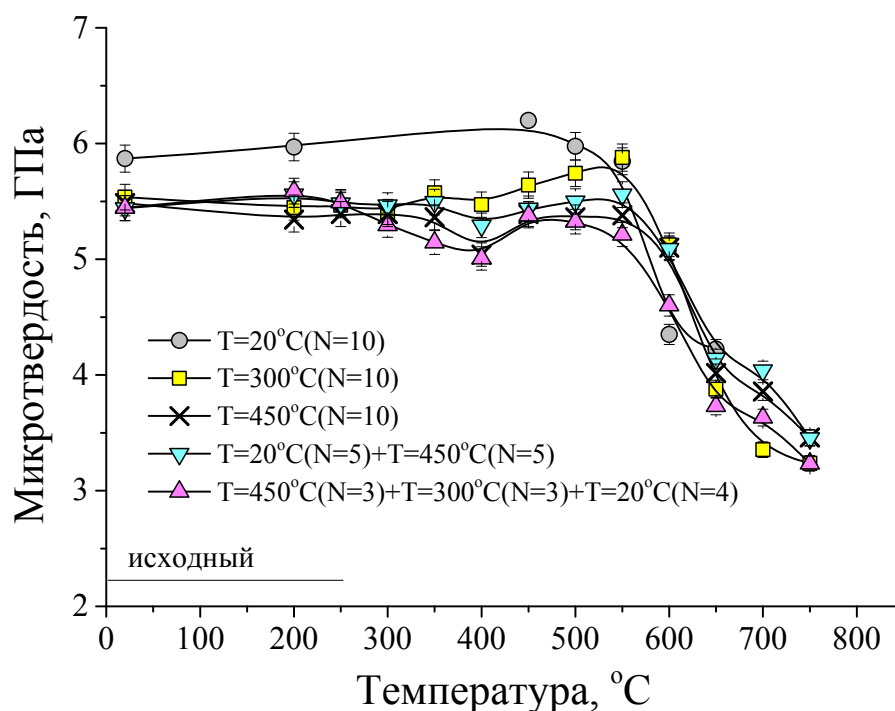


Рисунок 29 - Зависимость микротвердости стали 08X18H10T после КГД от температуры нагрева.

Высокие значения микротвердости после КГД по различным режимам, почти в 3 раза превышающие значения микротвердости в исходном состоянии, а также высокий уровень термической устойчивости вызывают вопрос о структурных причинах такого упрочнения.

3.2.3 Структура стали 08X18H10T после КГД по различным режимам

Электронно-микроскопический анализ стали 08X18H10T после КГД по всем режимам выявил формирование нано- и субмикроструктурной структуры (рисунок 30). При температуре деформации 300 °С наблюдали нанокристаллическую структуру со средним размером структурных элементов 87 нм. О наличии преимущественно большеугловых границ, т.е. зеренной структуры, судили по наличию кольцевой электронограммы с точечными рефлексами и полосчатому контрасту на границах (рисунок 30 а, б). При увеличении температуры КГД до 450 °С характер формирующейся структуры не изменился, но средний размер зерна увеличился до 125 нм и структура перешла на субмикроструктурный уровень (рисунок 30 в). Режим КГД с повышением температуры деформации 20→450 °С ведет к меньшему размеру зерна 93 нм, чем деформация только при 450 °С, по-видимому, из-за большей плотности дислокаций, введенной при комнатной температуре. Хотя в целом, структура характеризуется как достаточно равновесная, о чем свидетельствует полосчатый контраст на границах зерен (рисунок 30 г). Наименьший средний размер зерна 60 нм выявленный в аустените получили при режиме КГД с понижением температуры деформации от 450→300→20°С. Но в этом случае структура несколько неравновесная из-за повышенной плотности свободных дислокаций и более неоднородна по размерам структурных элементов (рисунок 30 а, д). Средний размер зерен, выявленный с помощью электронной микроскопии приведен в таблице 5.

Таблица 5 - Размер зерен стали 08X18H10T после КГД

	1	2	3	4	5
Режим	T = 20 °C (N=10)	T = 300 °C (N =10)	T = 450°C (N=10)	T = 20 °C (N =5) +T = 450 °C (N =5)	T = 450 °C (N =3) +T _д = 300 °C (N =3) +T _д = 20 °C (N =4)
Средний размер зерна, нм	60±5 нм	85±5 нм	125±5 нм	95±5 нм	60±5нм

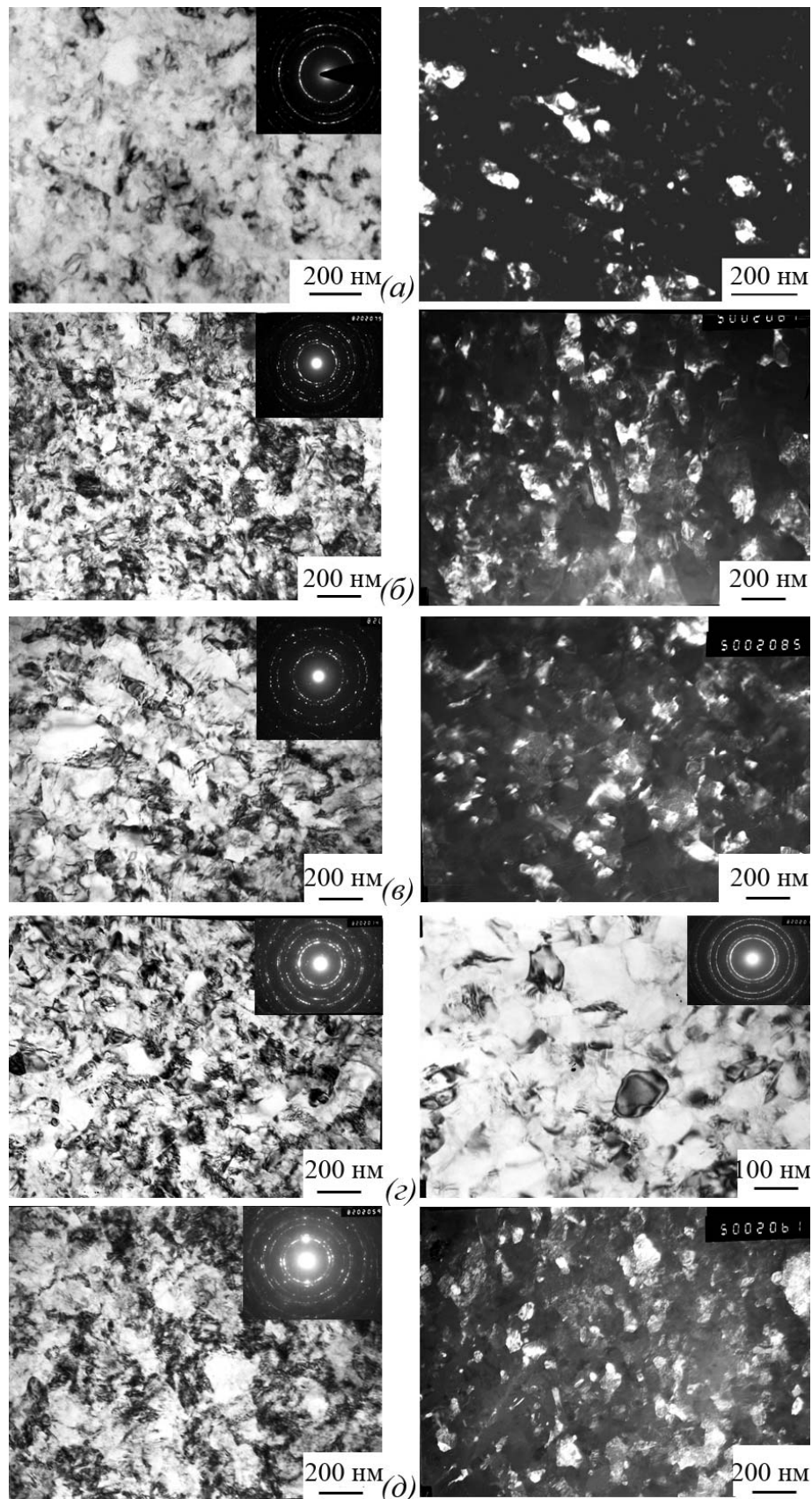


Рисунок 30 - Микроструктура стали 08X18H10T после КГД по режимам: (а)- $T\partial = 20^{\circ}\text{C}$ ($N = 10$); (б)- $T\partial = 300^{\circ}\text{C}$ ($N = 10$); (в)- $T\partial = 450^{\circ}\text{C}$ ($N = 10$); (з)- $T\partial = 20^{\circ}\text{C}$ ($N = 5$) $\rightarrow T\partial = 450^{\circ}\text{C}$ ($N = 5$) (д)- $T\partial = 450^{\circ}\text{C}$ ($N = 3$) $\rightarrow T\partial = 300^{\circ}\text{C}$ ($N = 3$) $\rightarrow T\partial = 20^{\circ}\text{C}$ ($N = 4$).

3.2.4 Рентгеноструктурный количественный фазовый анализ

Рентгеноструктурный количественный фазовый анализ выявил наличие полностью мартенситной фазы при КГД при 20°C и только аустенитной фазы в стали 08X18H10T, деформированной по остальным режимам. В данном случае температуры деформации 300 и 450 °C лежат выше температуры образования мартенсита деформации. При повышении температуры деформации 20→450 °C, по-видимому, мартенсит, образовавшийся при комнатной температуре, превращается в аустенит в ходе КГД при 450 °C. При режиме КГД с понижением температуры деформации 450 →300→20 °C некоторая доля мартенсита есть, но посчитать ее не удалось из-за очень малого содержания фазы. Видимо, ступенчатое понижение температуры КГД понизило температуру появления мартенсита деформации. Фазовый состав образцов после деформации представлен в таблице 6. На рисунке 31 представлены дифракционные картины стали 08X18H10T в исходном состоянии после КГД по первому и пятому режиму.

Таблица 6 - Фазовый состав стали 08X18H10T после КГД

№	Режим	Фаза	Структурный тип	Об.доля, %	Периоды, Å
1.	Исходное состояние	alpha-Fe(type A2)	cI2/1	8.6 ± 0.1	2.878
		gamma-Fe(type A1)	cF4/1	91.4 ± 0.1	3.595
2.	T ∂ = 20 °C (N=10)	alpha-Fe(type A2)	cI2/1	100.0 ± 0.0	2.873
3.	T ∂ = 300 °C (N =10)	gamma-Fe (type A1)	cF4/1	100.0 ± 0.0	3.592
4.	T ∂ = 450 °C (N=10)	gamma-Fe (type A1)	cF4/1	100.0 ± 0.0	3.590
5.	T ∂ = 20 °C (N =5) →T ∂ = 450 °C (N -5)	gamma-Fe (type A1)	cF4/1	100.0 ± 0.0	3.592
6.	T ∂ =450°C (N =3) →T ∂ =300°C (N =3) →T ∂ =20°C (N =4)	gamma-Fe (typeA1)	cF4/1	100.0 ± 0.0	3.592

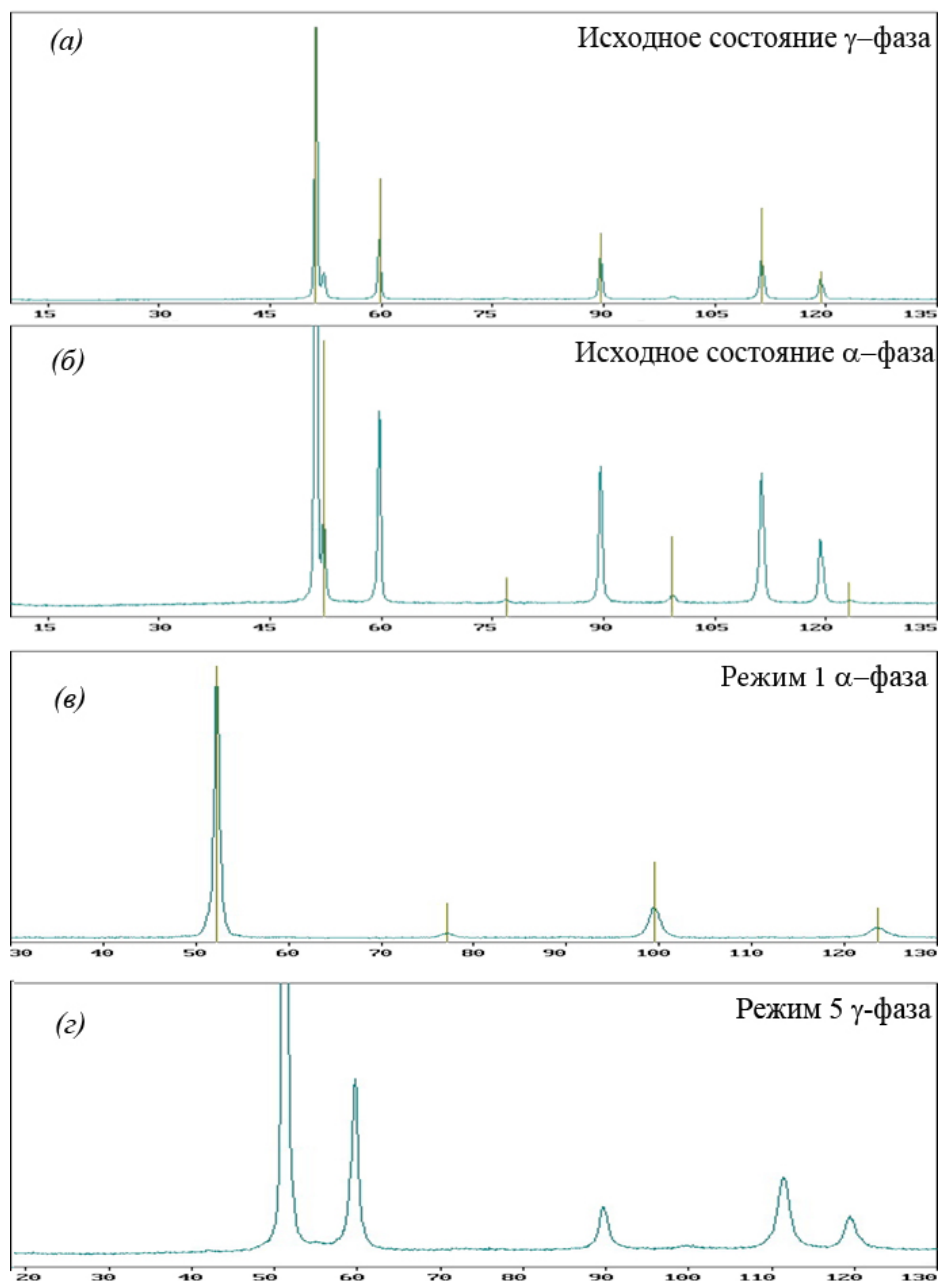


Рисунок 31 - Дифракционные картины стали 08X18N10T в исходном состоянии (а,б) и после КГД по режиму $T_d = 20^\circ\text{C}$ ($N=10$) (в) и по режиму $T_d=450^\circ\text{C}$ ($N=3$) $\rightarrow T_d=300^\circ\text{C}$ ($N=3$) $\rightarrow T_d=20^\circ\text{C}$ ($N=4$) (г)

3.2.5 Рентгенографический анализ тонкой структуры стали 08X18N10T после КГД

С помощью рентгеноструктурного анализа по ширине пары отражений аустенита (111) и (222) определяли параметры тонкой кристаллической структуры стали 08X18N10T после КГД: размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) и величину среднеквадратичной микродеформации. Профили линий аппроксимировали с использованием функций Коши и Гаусса. Как видно из

таблицы 7, значения ОКР и микродеформаций, полученные при аппроксимации различными функциями, близки и имеют одинаковые закономерности. Значения микродеформаций уменьшаются при увеличении температуры и при температуре 450 °С практически не зависят от режима предыдущей деформации.

Таблица 7 - Параметры тонкой кристаллической структуры стали 08X18H10T после КГД

№	Режим	B_{111} / B_{222} ,	$\beta_{111} / \beta_{222}$,	Аппроксимирующие функции Коши/Гаусса		Аппроксимирующие функции Гаусса/Гаусса	
				ОКР, нм	ϵ , %	ОКР, нм	ϵ , %
1.	T δ = 20 °С (N=10)		0.713 / 2.80	48	0.51	42	0.58
2.	T δ = 300 °С (N=10)	0.709/1.700	0.505 / 1.469	47	0.19	40	0.23
3.	T δ = 450 °С (N=10)	0.52/1.070	0.288 / 0.821	78	0.10	68	0.12
4.	T δ = 20 °С (N=5) →T δ = 450 °С (N=5)	0.577/1.154	0.351 / 0.906	54	0.09	51	0.13
5.	T δ =450°С (N=3) →T δ =300°С (N=3) →T δ =20°С (N=4)	0.869 / 2.343	0.664 / 2.112	47	0.31	35	0.35

Режим КГД с понижением температуры деформации 450→300→20 °С соответствует наибольшим значениям микродеформаций в *аустените*, что хорошо согласуется с результатами электронномикроскопического анализа, который выявил наличие неравновесной неоднородной нанокристаллической структуры с повышенной плотностью свободных дислокаций. Изменения значений ОКР соответствуют изменению размеров зерен, выявленных при электронномикроскопическом анализе. При увеличении температуры КГД с 300 до 450 °С размер ОКР увеличился с 40 – 47 нм до 68 – 78 нм. Режим КГД с повышением температуры деформации 20 →450 °С привел к меньшему значению ОКР – 51 – 54 нм, чем деформация только при 450 °С, по-видимому, из-за большей плотности дислокаций, введенной при комнатной температуре. Наименьший размер ОКР – 35 – 47 нм получился при режиме КГД с понижением температуры деформации 450 → 300 →20 °С.

Размеры зерен, выявленных электронномикроскопически, и размеры ОКР, определенные рентгеноструктурным анализом, хоть и отличаются в 1,5-2 раза, но имеют один порядок. Возможно, различие размера зерен и ОКР связано с тем, что

рентгеноструктурный анализ учитывает субзеренную структуру, трудноразрешимую электронномикроскопически.

3.2.6 Механические свойства стали 08X18H10T после КГД.

В работе были определены механические свойства стали после КГД по различным режимам, представленные в таблице 8. Обработка методом КГД значительно увеличивает прочностные характеристики стали 08X18H10T: предел текучести повышается в 6 раз, предел прочности - в 3 раза. При этом пластичность значительно уменьшается. Прочность увеличивается в соответствии с уменьшением размера зерен и ОКР и повышением значений микродеформаций. Предел текучести максимален при режиме КГД с понижением температуры деформации $450 \rightarrow 300 \rightarrow 20$ °С и составляет 1820 МПа. Минимальное значение предела текучести – 1640 МПа при достаточно высокой для такой прочности пластичности $\delta=10\%$ зафиксировано при температуре деформации 450°С. В образцах после КГД по первому режиму разрушение происходит в упругой области. На рисунке 32 представлены кривые испытаний на прочность при растяжении.

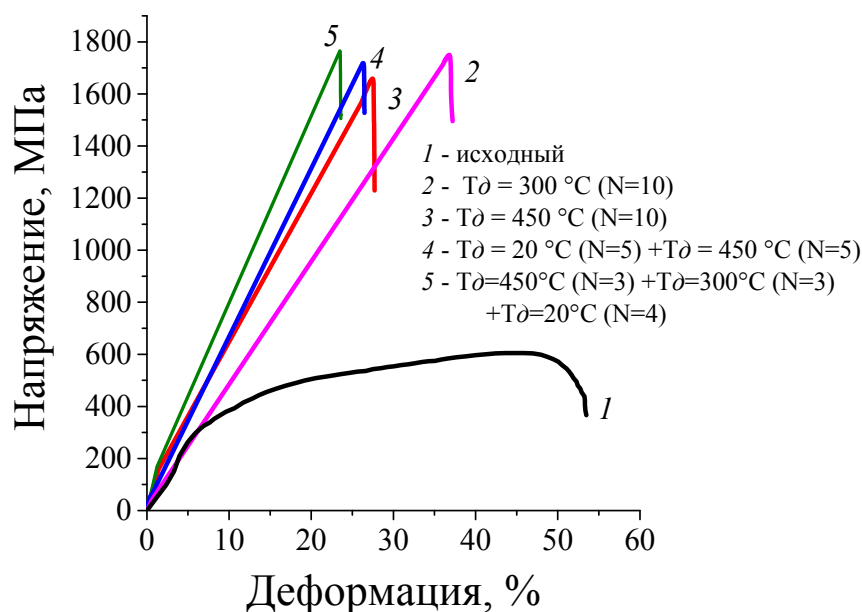


Рисунок 32 - Диаграммы растяжений стали 08X18H10T после КГД

Таблица 8 - Механические свойства стали 08X18H10T после КГД

№	Режимы деформации	Предел прочности, σ_b МПа	Предел текучести, $\sigma_{0,2}$ МПа	Удлинение, δ %
	Исходное состояние после закалки	600	280	45
1.	$T\partial = 20$ °C (N=10)	-	-	-
2.	$T\partial = 300$ °C (N =10)	1760	1740	6
3.	$T\partial = 450$ °C (N =10)	1680	1640	10
4.	$T\partial = 20$ °C (N =5)→ $T\partial=450$ °C (N=5)	1720	1685	8
5.	$T\partial=450$ °C (N =3) → $T\partial=300$ °C (N =3) → $T\partial=20$ °C (N =4)	1855	1820	4

3.2.7 Выводы по разделу 3.2

1. Кручение под гидростатическим давлением 6 ГПа стали 08X18H10T при температурах 20-450°С приводит к формированию преимущественно нано- и субмикроструктурной структуры с размером зерна 60-120 нм.

2. С помощью рентгеноструктурного анализа линий (111) и (222) определены параметры тонкой кристаллической структуры стали 08X18H10T после КГД: размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) и величины среднеквадратичной микродеформации. Значения микродеформаций в аустените уменьшаются при увеличении температуры и при температуре 450°С практически не зависят от режима предыдущей деформации. Размеры зерен, выявленных электронномикроскопически, и размеры ОКР, определенные рентгеноструктурным анализом, хоть и отличаются в 1,5-2 раза, но имеют один порядок.

3. КГД значительно увеличивает прочностные характеристики стали 08X18H10T: предел текучести повышается в 6 раз, а предел прочности - в 3 раза. При этом пластичность значительно уменьшается.

4. Показана возможность получения нанокристаллической структуры с размером зерна 60 нм при комнатной температуре в полностью аустенитной матрице стали 08X18H10T при ступенчатом режиме КГД (450°С→300°С→ 20°С), когда последовательное уменьшение размера зерна способствует понижению температуры появления мартенсита деформации в область отрицательных температур.

4 СТРУКТУРА, ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОСЛЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ (РКУП) И ПОСЛЕДУЮЩЕГО НАГРЕВА

В данной главе представлено исследование возможности формирования УМЗ структуры в аустенитной стали 08X18H10T в ходе РКУП, а также определение механических свойств стали после РКУП.

Используемая в работе установка с уменьшенным трением во входном канале и использованием противодействия в выходном канале позволила деформировать образцы диаметром 20 мм и длиной 80 мм по первому режиму до $N = 4$ проходов: один проход с углом пересечения каналов 90° и три прохода – с углом 120° , что соответствует истинной деформации $\varepsilon = 3,2$.

4.1 Интенсивная пластическая деформация стали 08X18H10T методом равноканального углового прессования

4.1.1 Структурообразование стали 08X18H10T при РКУП

После РКУП металлографией выявлена вытянутая в направлении оси образца исходная зеренная структура при всех числах проходов (рисунок 33). Структура внутри вытянутого зерна не вытравливается. Внутриверенная структура выявляется только методом электронно-микроскопического анализа.

Структура внутри зерна после РКУП представляет собой структуру с размером ориентированных структурных элементов 100–250 нм (расстояние между границами и/или субграницами; рисунок 34). Наблюдали отдельные равноосные зерна того же размера. Наличие отдельных точечных рефлексов на кольцевой электронограмме свидетельствует о присутствии большеугловых границ.

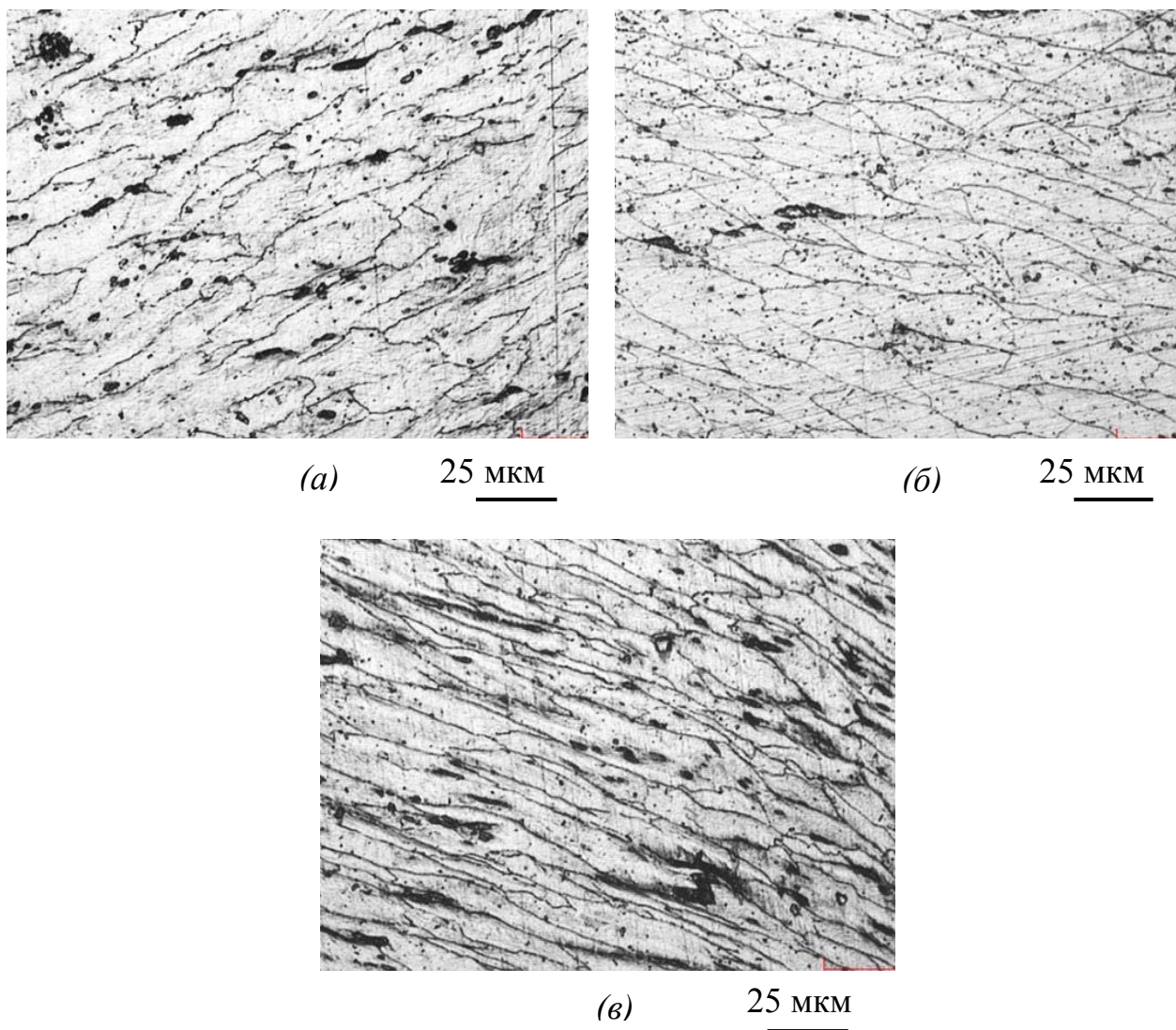


Рисунок 33 - Структура стали 08X18N10T после РКУП: 2 прохода (а), 3 прохода (б), 4 прохода (в)

Такими ориентированными структурными элементами после РКУП могут являться полосы сдвига и деформации, двойники, мартенситные пластины и ориентированные субзерна (ячейки) [161]. Различить тип структуры достаточно сложно при такой дисперсности. Часто ориентированные структурные элементы пересекаются под углом. Иногда встречаются колонии пластин мартенсита и/или двойников с расстоянием между границами ~ 50 нм. Ориентированные структурные элементы превращаются в равноосные за счет образования дислокационных перемычек. Рост разориентировки субграниц приводит к образованию новых зерен. Зарождение равноосных зерен наблюдали и через развитие ячеистой структуры: уменьшение плотности дислокаций, утонение границ ячеек с увеличением их разориентировки. Формирование новых более совершенных зерен, чем исходные

деформированные, т.е. динамическая рекристаллизация при холодной деформации РКУП, напоминает известные при горячей деформации процессы рекристаллизации «in situ» (по Россарду) [161], непрерывной рекристаллизации (по Дохерти) [162] и динамической собирательной полигонизации [163].

С увеличением степени деформации доля зеренной структуры увеличивается, но даже при $N = 4$ (рисунок 34 *ж, з, и*) структура остается далеко не совершенной (ориентированность, повышенная плотность дислокаций). Для получения совершенной субмикроструктурной структуры необходимо либо увеличить степень деформации, либо подвергнуть полученную структуру нагреву [164]. Большая достигнутая степень деформации (четыре прохода при угле пересечения каналов 90°) позволила авторам [111] получить более совершенную структуру с размером зерен ~ 100 нм. Увеличить число проходов, т.е. повысить степень деформации, на используемом оборудовании не представлялось возможным, поэтому изучалась возможность получения развитой субмикроструктурной структуры при нагреве стали 08X18H10T после РКУП.

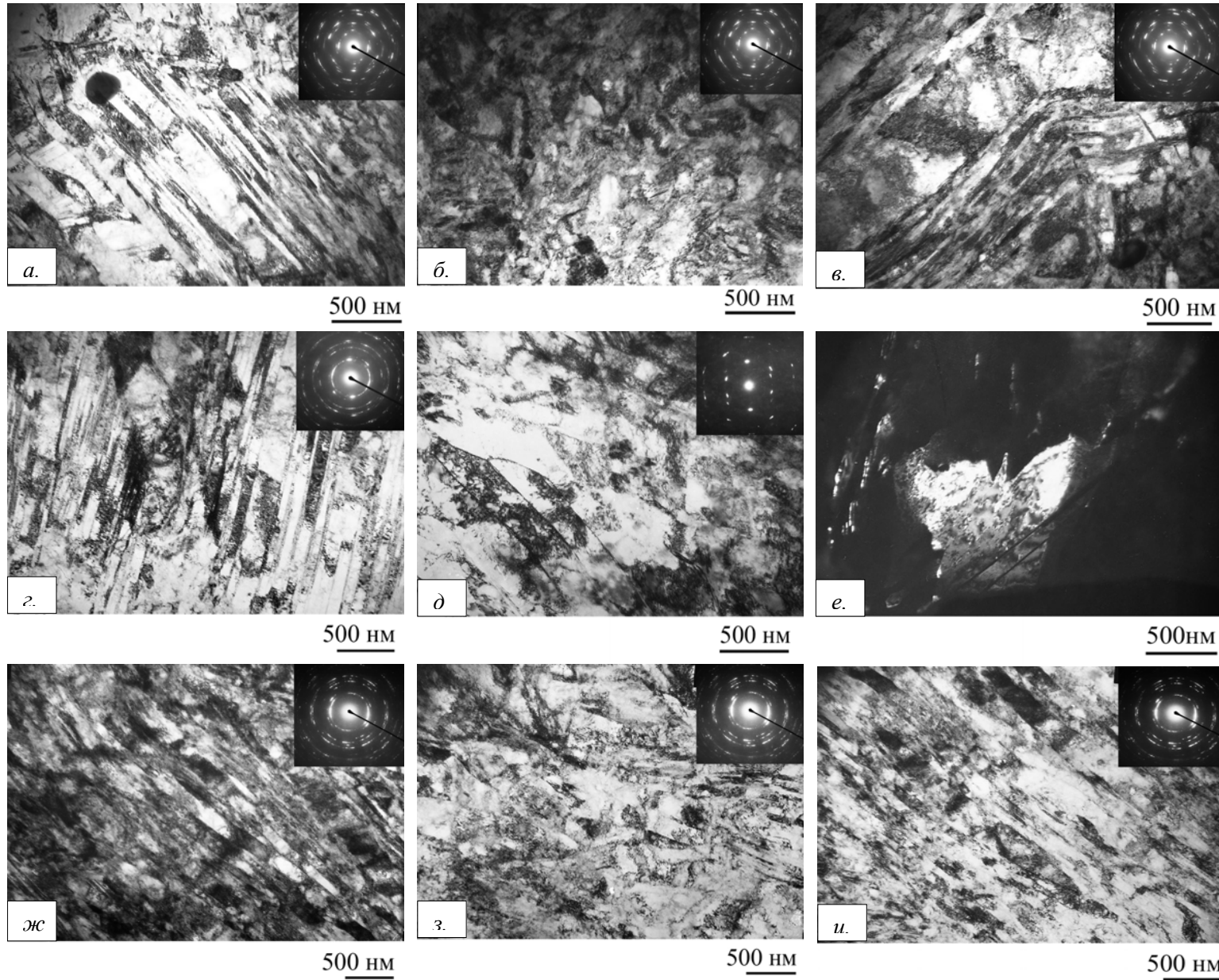


Рисунок 34 - Микроструктура стали 08X18H10T после РКУП

4.1.2 Фазовые превращения в аустенитной коррозионностойкой стали 08X18H10T в ходе РКУП

В данной работе выявлено, что в ходе РКУП в используемых условиях в аустенитной стали 08X18H10T происходит мартенситное превращение (рисунок 35).

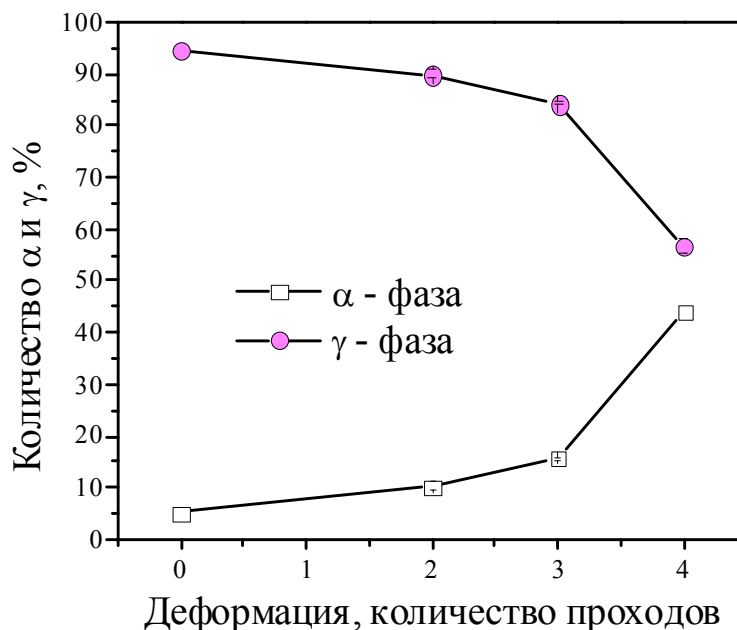


Рисунок 35 - Фазовые превращения стали 08X18H10T при РКУП.

При этом превращение не идет до конца и интенсифицируется только после четвертого прохода, когда количество мартенсита достигает 45%. Такое «вялое» протекание мартенситного превращения можно объяснить меньшими прикладываемыми давлениями при РКУП в данных условиях, по сравнению с кручением под давлением 6 ГПа.

4.1.3 Механические свойства стали 08X18H10T после РКУП

РКУП приводит к значительному повышению микротвердости (рисунок 35). Если аустенитная сталь в состоянии после закалки имела микротвердость 2,2 ГПа, то после РКУП уже после 2-х проходов микротвердость повышается до значений ~ 4 ГПа и дальнейшее изменение микротвердости незначительно.

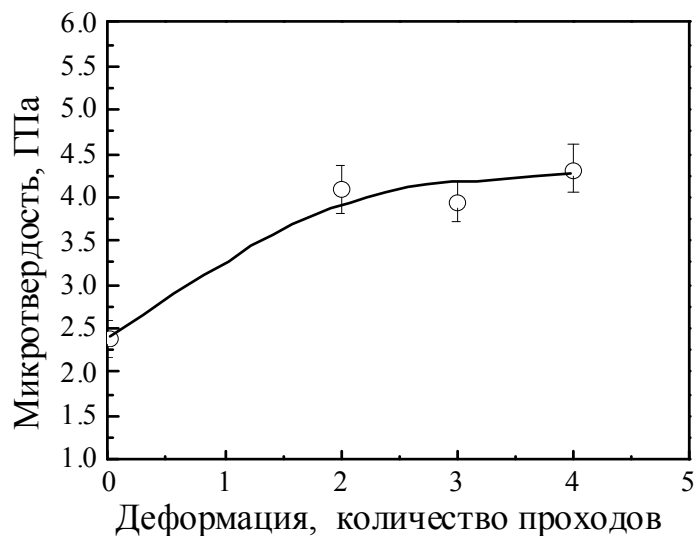


Рисунок 36 - Зависимость микротвердости стали 08X18H10T от числа проходов образцов при РКУП

Даже повышение доли мартенсита на 30% при четвертом проходе не изменяет существенно значения микротвердости. Это подтверждает вывод о том, что в нано- и субмикроструктурных материалах, полученных ИПД, основной вклад в прочностные характеристики вносят зерно- и субзернограницные поверхности, а фазовый состав второстепенен.

Как показали механические испытания на растяжение, даже далекая от совершенства ориентированная субмикроструктурная структура после РКУП определила высокий комплекс механических свойств (таблица 9). Уже при $N = 2$ предел текучести составил 990 МПа при удлинении 13%. Дальнейшая деформация до $N = 4$ увеличила предел текучести до 1315 МПа при $\delta = 11\%$, что свидетельствует о том, что при $N = 4$ мы находимся еще на неустановившейся стадии структурообразования. Монотонное увеличение предела текучести при испытаниях на растяжение с увеличением степени деформации при РКУП вплоть до $N=4$ свидетельствует о его большей чувствительности к структурным и фазовым превращениям в ходе ИПД по сравнению с микротвердостью.

Таблица 9 - Механические свойства стали 08X18H10T после РКУП

Состояние	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
Исходное	570	250	58	77
Закалка (T=1050°C; τ =1 ч)	623	319	62	81
РКУП, N=2 прохода	1080	990	13	64
РКУП, N=3 прохода	1180	1120	13,5	56,5
РКУП, N=4 прохода	1400	1315	11	58

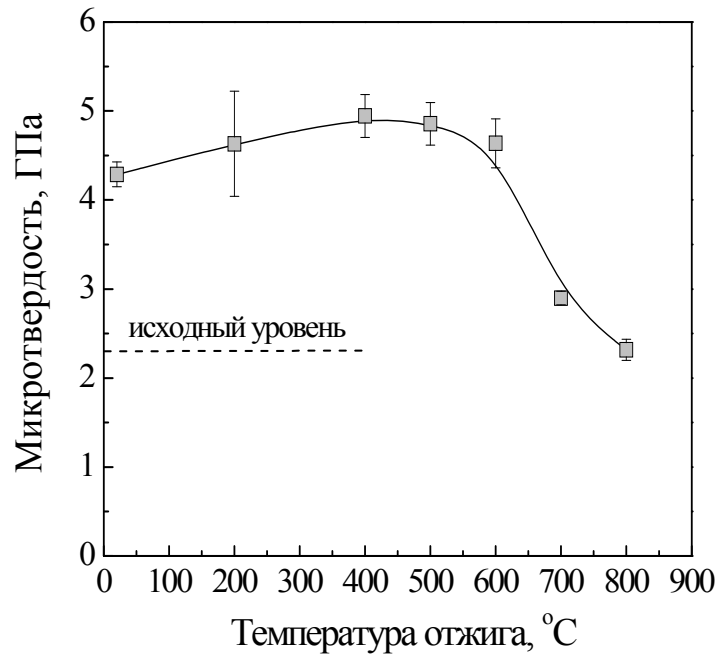
Бóльшие степени достигаемой деформации и бóльшие используемые давления позволили в работе [111] получить более совершенную структуру с размером зерна около 100 нм, что определило большую пластичность $\delta = 27\%$ при чуть большей прочности $\sigma_{0,2} = 1340$ МПа.

4.2 Нагрев стали 08X18H10T после РКУП

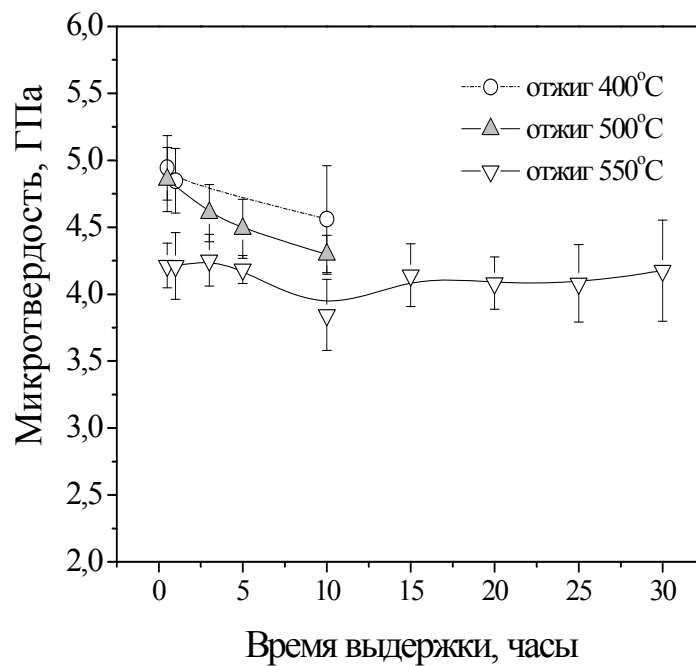
Увеличить число проходов, т.е. степень деформации, не представлялось возможным на используемом оборудовании, поэтому изучалась возможность получения развитой субмикроструктурной структуры при нагреве стали X18H10T после РКУП.

4.2.1 Термостабильность стали X18H10T после РКУП

Термическую стойкость стали 08X18H10T после РКУП изучали по зависимости изменения ее микротвердости от температуры нагрева в интервале 20 – 800 °C (рисунок 37а). Некоторое увеличение микротвердости стали при повышении температуры нагрева до 400 °C с получасовой выдержкой и резкое падение микротвердости выше температуры 600°C дают основания предположить, что в интервале температур 400-600 °C происходят значительные преобразования структуры.



(a)



(б)

Рисунок 37 - Изменение микротвердости образцов стали 08X18N10T после РКУП от температуры (при $\tau = 0,5$ ч) (a) и продолжительности последующего отжига (б)

В интервале температур 400 - 600 °С деформированные образцы подвергались нагреву с выдержками до 30 часов с целью получения более совершенной структуры, а значит, и более высоких механических свойств.

Критерием формирования субмикроструктурной структуры считали некоторое падение микротвердости при отсутствии металлографически выявленных новых зерен. Новые зерна металлографически были выявлены только при температуре нагрева 600°С с выдержкой более 3-х часов. В интервале температур нагрева 400 – 550°С микротвердость с увеличением выдержки уменьшается (рисунок 36 б), причем уменьшение тем больше, чем выше температура, но сохраняется на уровне ~ 4 ГПа, что значительно выше микротвердости после закалки 2,2 ГПа (рисунок 36 б).

При нагреве до $T=550$ °С микротвердость уменьшается до значений ~ 4,5 ГПа уже при выдержке 0,5 часа, по сравнению с микротвердостью после РКУП. По данным металлографического структурного анализа и измерения микротвердости были выбраны режимы нагрева для электронномикроскопического структурного анализа: 500°С ($\tau = 10$ ч), 550°С ($\tau = 1$ ч и $\tau = 20$ ч) и 600 °С ($\tau = 0,5$ ч).

4.2.2 Структообразование в стали 08X18H10T после РКУП и последующего отжига

При нагреве стали 08X18H10T после РКУП можно выделить следующие структурные превращения: процессы рекристаллизации, в которых следует различать первичную рекристаллизацию при нагреве участков с ячеистой структурой и ориентированной субструктурой и собирательную рекристаллизацию при росте субмикронных зерен, образованных в ходе РКУП; выделение и рост карбидов; превращение мартенсита (феррита) в аустенит.

Электронно-микроскопический анализ показал, что при нагреве на 500°C с выдержкой 10 часов структура, несмотря на наличие субмикроструктурных зерен размером около 150 нм, сохраняет ориентированность, наблюдаемую непосредственно после РКУП (рисунок 38).

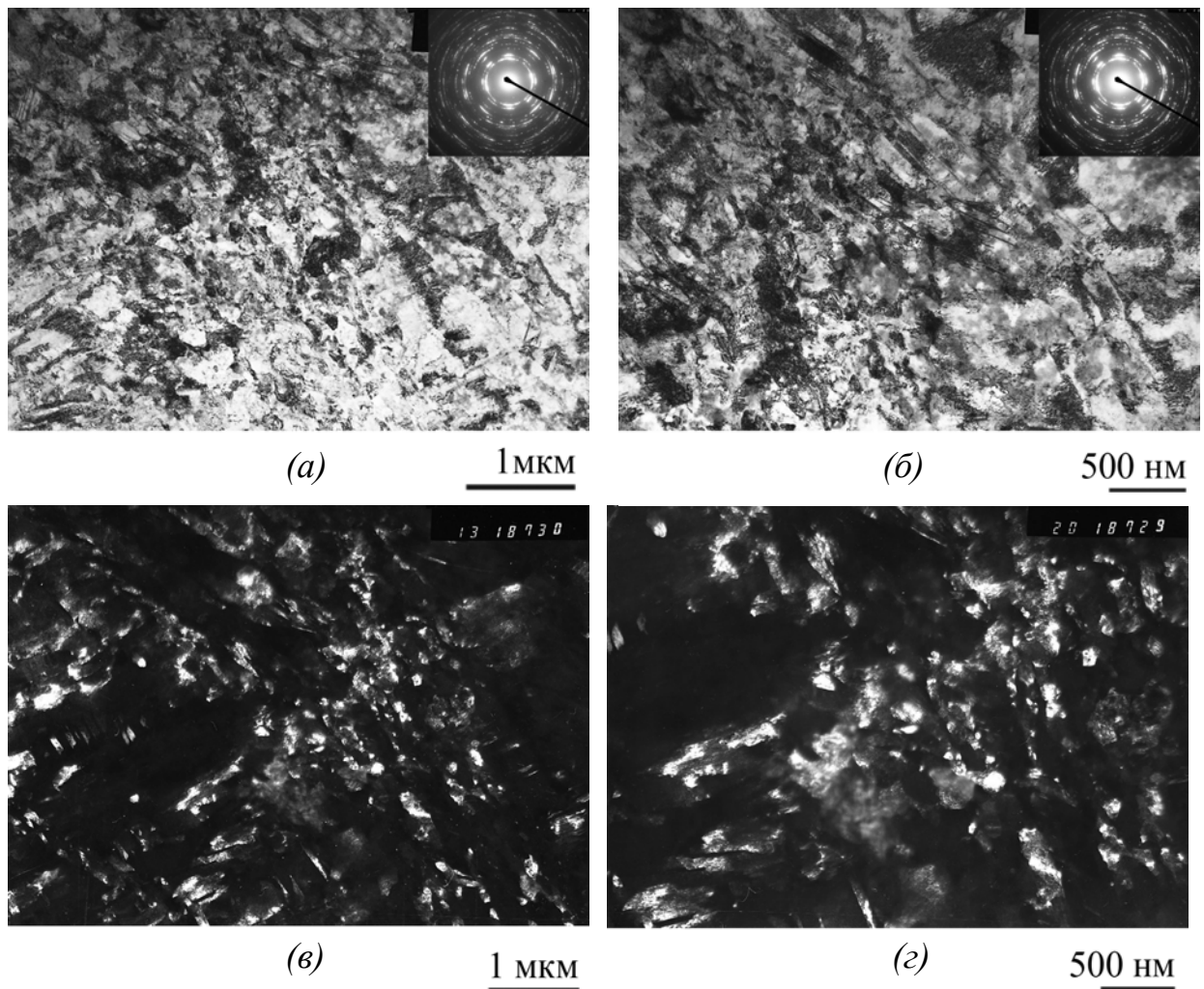


Рисунок 38 - Микроструктура стали 08X18N10T после РКУП и последующего отжига при $T=500^{\circ}\text{C}$, $\tau=10$ ч.

При нагреве на 550°C с выдержкой 1 час наблюдали частично ориентированную субзеренную структуру. В этих ориентированных субзернах формируются зерна с большеугловыми границами, о чем можно судить по полосчатому контрасту (рисунок 39).

Наиболее равноосную зеренную структуру с размером зерна от 150 до 200 нм наблюдали при нагреве на 600°C ($\tau=0,5$ ч) (рисунок 40), но при этом

рентгеноструктурный анализ выявил присутствие малого количества σ -фазы, что может привести к охрупчиванию стали.

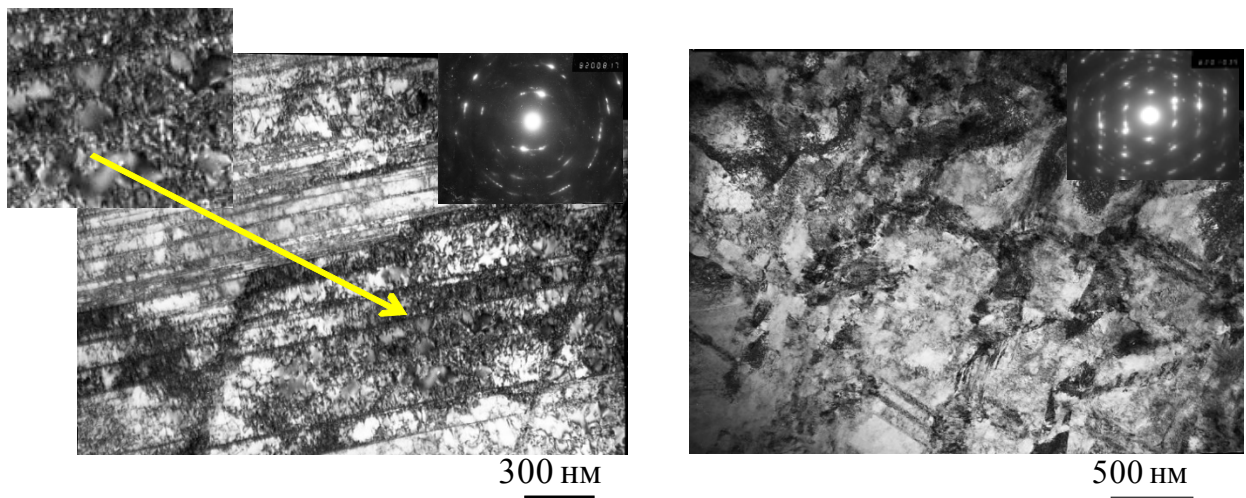


Рисунок 39 - Микроструктура стали 08X18H10T после РКУП и последующего нагрева по режиму: $T=550^{\circ}\text{C}$ $\tau=1$ час. $T=550^{\circ}\text{C}$ $\tau=20$ ч.

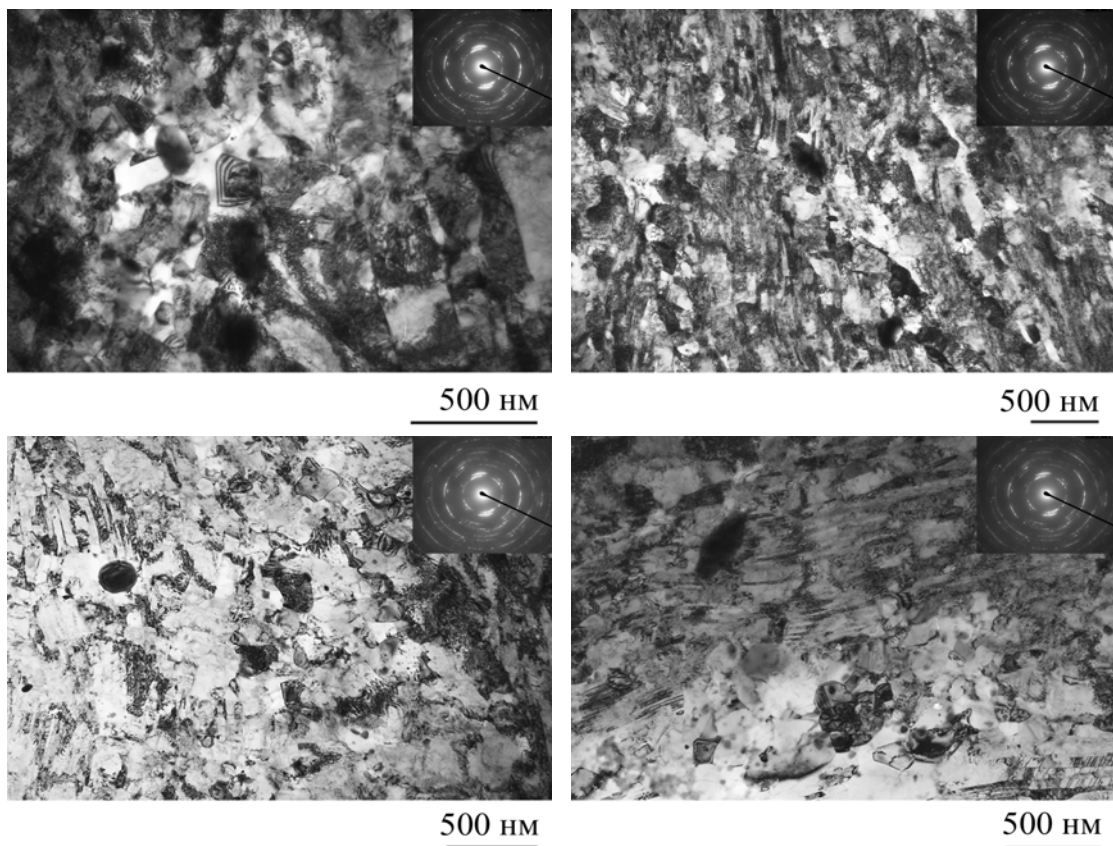


Рисунок 40 - Микроструктура стали 08X18H10T после РКУП и последующего нагрева по режиму $T=600^{\circ}\text{C}$, $\tau=30$ мин.

4.2.3 Фазовые превращения в стали после РКУП и последующего отжига

В стали 08X18H10T после РКУП при комнатной температуре присутствует 45% мартенсита и 55% аустенита. Следует учесть, что по данным рентгеноструктурного метода находят общее количество α -фазы и в количество определяемого мартенсита входят 5% исходного δ -феррита, т.е. реально присутствует 40% мартенсита. При нагреве до 400 °С происходит выделение карбидов, мартенсит теряет свою тетрагональность и превращается в феррит. При дальнейшем нагреве феррит превращается в аустенит (рисунок 41 а).

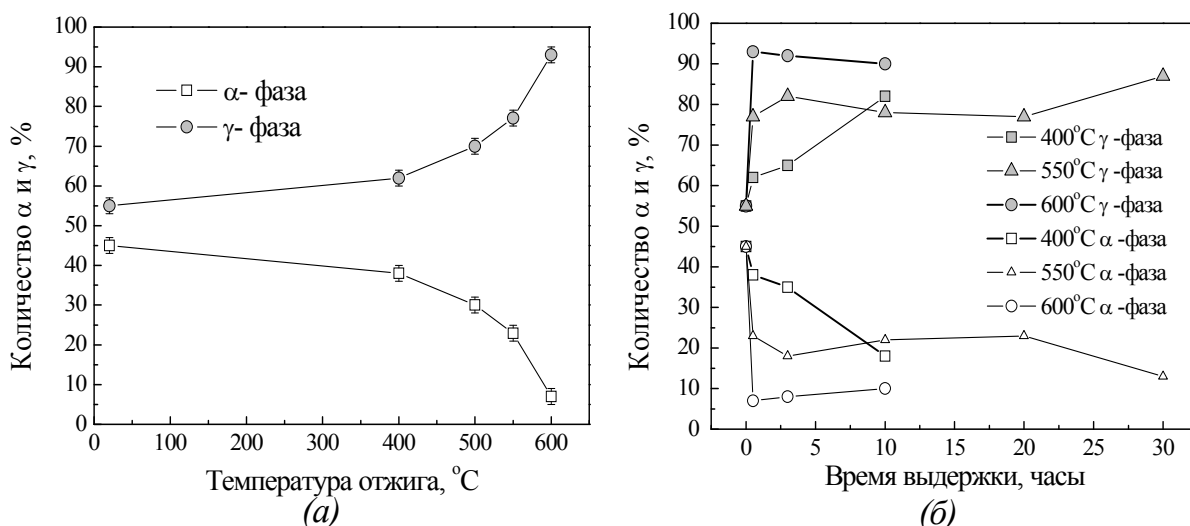


Рисунок 41 - Изменение фазового состава стали 08X18H10T после РКУП от температуры ($\tau = 0,5$ ч) (а) и продолжительности (б) последующего отжига

При выдержке 0,5 ч уже при 500 °С доля аустенита увеличивается до ~ 70%, а при 600 °С становится более 90%. В интервале температур от 400 до 600 °С с увеличением времени выдержки доля аустенита возрастает, причем тем быстрее и полнее, чем выше температура нагрева (рисунок 41 б).

Отжиг при 600 °С опасен в связи с возможностью выделения сигма-фазы, поэтому для получения максимальной доли аустенита в структуре стали 08X18H10T целесообразно нагревать на 550 °С, получая в интервале выдержек от 0,5 до 20 часов около 80% аустенита. Вопрос о фазовом состоянии стали 08X18H10T, а точнее о получении максимальной доли

аустенитной составляющей очень важен, так как уменьшение аустенита в структуре приводит к ухудшению коррозионной стойкости. Таким образом, задача состоит в получении субмикроструктурной структуры в преимущественно аустенитной матрице.

4.2.4 Механические свойства стали 08X18H10T после РКУП и последующего отжига

Определение механических свойств деформированной стали 08X18H10T проводили после ее отжига на температуру 550 °С в течение 1 и 20 ч. Как следует из данных рисунка 42, прочностные характеристики стали несколько понизились, например предел текучести составил ~ 1090 МПа, что меньше, чем после РКУП ($\sigma_{0,2} = 1315$ МПа), а пластичность повысилась, но незначительно.

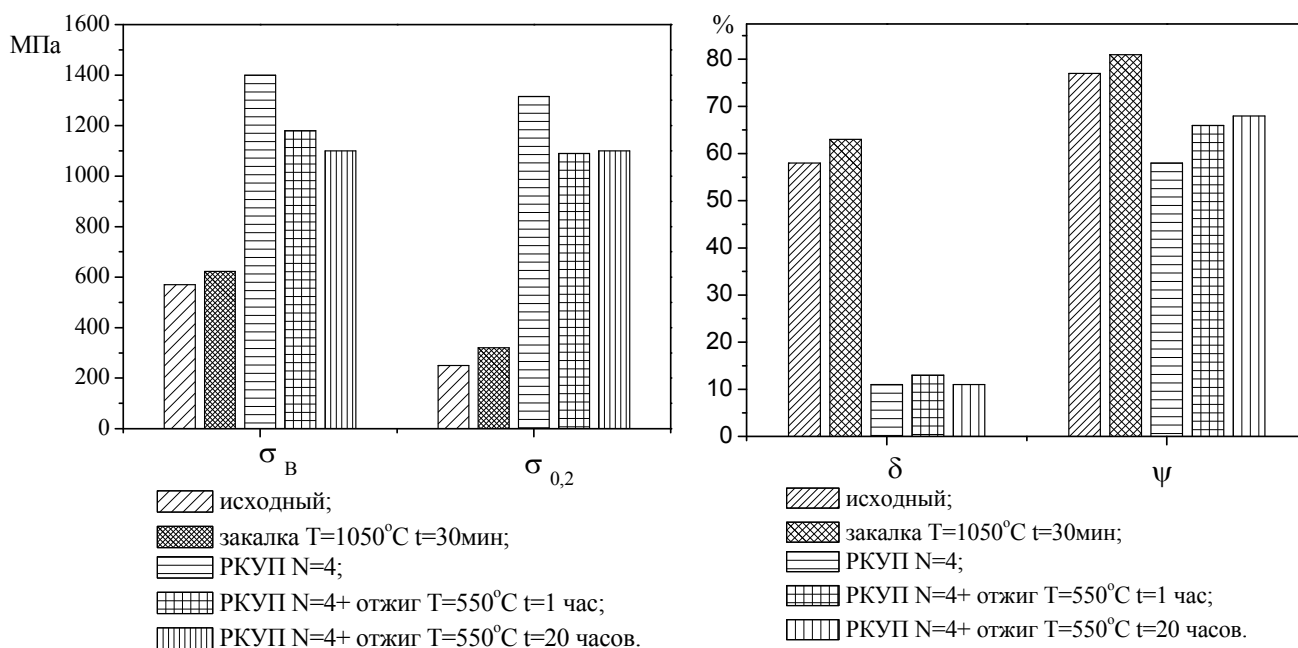


Рисунок 42 - Механические свойства стали 08X18H10T после РКУП и последующего отжига при T=550°C ($\tau=1$ ч и 20ч)

Таким образом, нагрев стали 08X18H10T после РКУП в интервале температур 550-600 °С, в котором возможно формирование развитой

субмикроструктурной структуры, не позволяет получить высокую пластичность высокопрочного состояния.

4.3 Выводы по главе 4

1. При РКУП стали 08X18H10T в изученных условиях формируется, в основном, частично субмикроструктурная ориентированная структура с расстоянием между границами 100-250 нм.

2. В ходе РКУП при комнатной температуре аустенитной стали 08X18H10T протекает мартенситное превращение. Количество мартенсита при $N=4$ ($\epsilon = 3,2$) достигает 45%. При нагреве мартенсит (феррит) превращается в аустенит. Наиболее интенсивно превращение протекает в интервале температур 500 - 600 °С.

3. Частично субмикроструктурная ориентированная структура после РКУП в стали 08X18H10T в аустенитном (55%) - мартенситном (45%) состоянии определяет сильное деформационное упрочнение ($\sigma_{0,2} = 1315$ МПа) по сравнению с исходным состоянием ($\sigma_{0,2} = 250$ МПа) и пластичность $\delta = 11\%$. После нагрева на 550°С субмикроструктурная аустенитная (80%) - ферритная (20%) сталь имеет предел текучести $\sigma_{0,2} = 1090$ МПа при $\delta = 11\%$.

5 УСТАЛОСТНАЯ ПРОЧНОСТЬ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТАЛИ 08X18H10T ПОСЛЕ РКУП

5.1 Усталостная прочность и структурно – фазовые превращения в ходе циклической обработки стали 08X18H10T после РКУП в интервале температур 20-400 °С

Известно [131], что применение интенсивной пластической деформации методом РКУП ведет к повышению усталостной прочности аустенитной коррозионностойкой стали. Однако причины такого повышения в УМЗ аустенитных сталях не достаточно ясны, а структурные и фазовые изменения процессе циклических испытаний после РКУП не исследованы.

5.1.1 Структурные исследования стали 08X18H10T в исходном состоянии

В качестве исходного материала исследования использовали сталь 08X18H10T после нагрева на 1050°С ($\tau=1$ час) с охлаждением в воде, со средним размером зерна 20-30 мкм (рисунок 43 *а, б*). Рентгеноструктурный анализ выявил в исходном состоянии около 5,2% ОЦК - фазы (δ – феррит) (таблица 10).

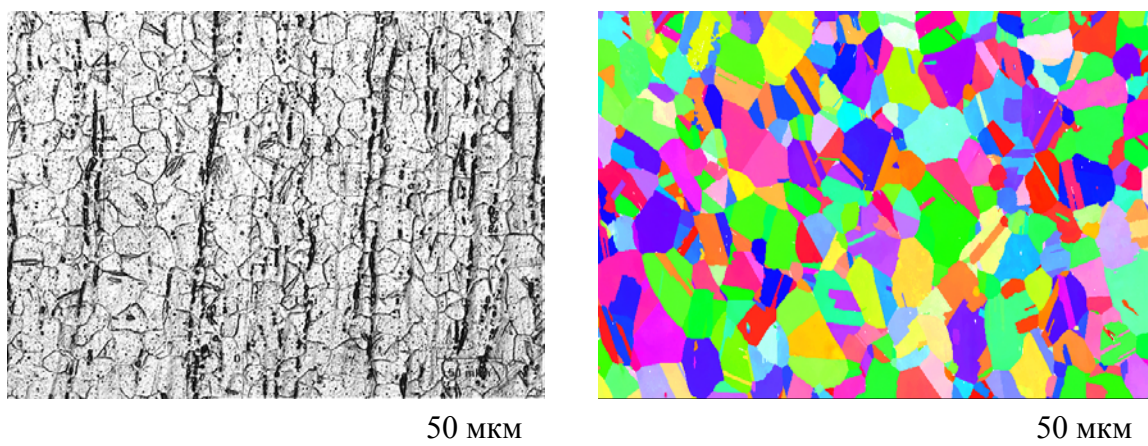


Рисунок 43 - Микроструктура (*а*) и EBSD-карта (*б*) стали 08X18H10T в исходном состоянии после нагрева на $T=1050^{\circ}\text{C}$, $\tau= 1$ ч с охлаждением в воде

EBSД анализ выявил в исходной структуре ~23% ОЦК - фазы (таблица 11). Это явно завышенное значение, так как, во-первых, в сталях такого состава δ – феррита в количестве более 10% обычно не наблюдают, а

мартенсит при охлаждении в воде с температуры 1050°C не образуется, и во-вторых, EBSD анализ часто дает завышенное значение доли второй фазы из-за методических особенностей.

Таблица 10 - Фазовый состав стали 08X18H10T после РКУП

Режим	Обработка	Фаза	Об.доля, %	ОКР, Å	ε, %
T=1050 °C, τ= 1ч, вода	Без циклики	alpha-Fe (type A2)	5,2± 0.1	-	-
		gamma-Fe(type A1)	94,8± 0.1	1032 ± 100	0,176±0,009
	σ _{max} =300 МПа; σ _{min} = 30 МПа N = 10 ⁷	alpha-Fe (type A2)	10,8 ± 0,1	-	-
		gamma-Fe (type A1)	89,2 ± 0,1	1235 ± 180	0,000
РКУП N=4 прохода <120°; Тдеф=20 ° C	Без циклики	alpha-Fe (type A2)	38,3 ± 0.1	1228 ± 250	0,277 ± 0,027
		gamma-Fe (type A1)	61,7 ± 0.1	667 ± 100	0,205 ± 0,020
	σ _{max} =600 МПа; σ _{min} =30 МПа N=7·10 ⁴	alpha-Fe (type A2)	43,8 ± 0.2	761 ± 100	0,301 ± 0,029
		gamma-Fe (type A1)	56,2 ± 0.2	861 ± 150	0,228 ± 0,023
РКУП N=6 проходов <120°; Тдеф=400 °C	Без циклики	gamma-Fe (type A1)	100,0 ± 0.0	781 ± 150	0,122 ± 0,033
	σ _{max} = 450 МПа; σ _{min} = 30 МПа N = 10 ⁷	alpha-Fe (type A2)	10,3 ± 0,1	-	-
		gamma-Fe (type A1)	89,7 ± 0,1	763 ± 420	0,133 ± 0,035

Метод EBSD позволяет определить разориентировку между соседними структурными элементами и их долю. В нашем случае в исходной структуре было выявлено 85% большеугловых границ (БУГ), соответствующих углу разориентировки более 15°, причем 50% границ соответствуют специальным границам $\Sigma 3$, характерным для двойников с разориентировкой, близкой к 60° (таблица 11). Средний размер структурных элементов (как зерен с разориентировкой более 15°, так и субзерен с разориентировкой 2-15°) и средний размер зерен примерно одинаковы, что свидетельствует о том, что субзеренной структуры немного (15%) и размер субзерен близок к размеру зерен. Средний размер структурных элементов и средний размер зерен без учета двойников также близки по значениям, но значения эти выше (23-25 мкм), что подтверждает вышесказанное и наличие большого количества двойников в структуре. Таким образом, исходная структура стали

08X18H10T представляет собой в основном зеренную структуру (доля 85%) с большим количеством двойников. В данном случае, по-видимому, мы имеем дело с двойниками отжига, появившимися при нагреве (рисунок 44).

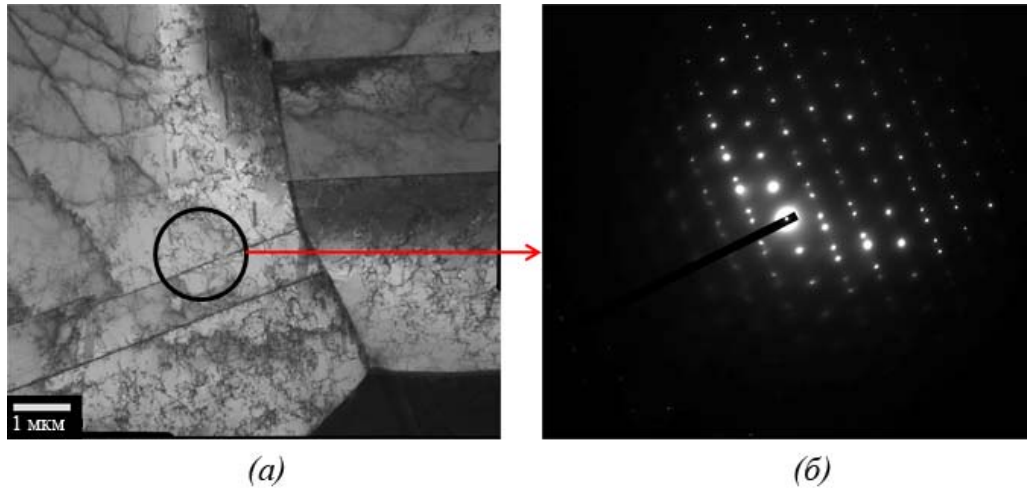


Рисунок 44 - Двойники отжига в стали 08X18H10T в исходном состоянии

Таблица 11 - Параметры структуры стали 08X18H10T по данным EBSD анализа РКУП и циклических испытаний

Обработка образца	Средний размер				Доля			Об. доля ОЦК фазы	
	(СЭ) (>2°), мкм	СЭ (>2°) без учета двойников, мкм	Зерна (>15°), мкм	Зерна (>15°) без учета двойников, мкм	Σ3 грани ц%	МУГ (<15°)	БУГ (>15°)	Рентгеновский анализом, %	EBSD, %
исходный	13,2	23	13,7	25,4	50	15	85	5,2	23
РКУП при T=20°C	0,37	0,36	0,43	0,41	2,6	41	59	38,3	36
РКУП при T=20°C + циклика (σ _{max} =600 МПа; N=7·10 ⁴)	0,36	0,37	0,45	0,45	1,0	35	65	43,8	50
РКУП при T=400°C	0,5	0,5	0,94	0,94	0,3	46	54	0	0,3
РКУП при T=400°C + циклика (σ _{max} =600 МПа; N=1,9·10 ⁵)	0,46	0,47	0,63	0,64	0,6	30	70	10,3	13,8

5.1.2 Структурные изменения стали 08X18H10T в ходе РКУП

Методом EBSD выявлено, что после РКУП при комнатной температуре формируется преимущественно зеренная структура (доля большеугловых границ – 59%) со средним размером зерна 410 нм (таблица 11). С учетом субзеренной структуры средний размер структурных элементов составил 360 нм, что говорит о несколько меньшем размере субзерен по сравнению с зернами. Средний размер как зерен, так и субзерен не зависит от учета двойников. Доля специальных границ $\Sigma 3$ по данным EBSD анализа составила примерно 3%.

Электронно-микроскопический анализ показал, что после РКУП при комнатной температуре формируется зеренно-субзеренная структура с размером структурных элементов 100–250 нм, то есть несколько меньшим по сравнению с EBSD анализом (рисунок 45). Субзеренная структура носит несколько ориентированный характер.

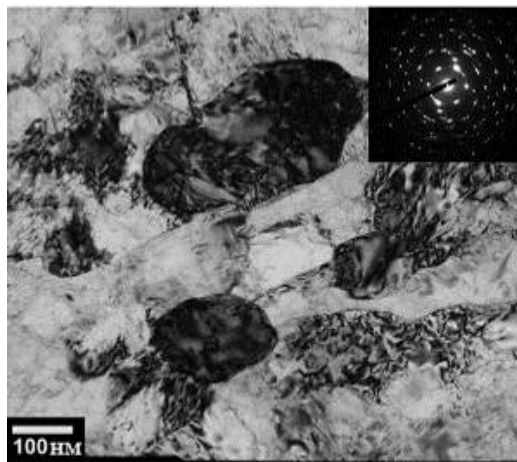


Рисунок 45 - Микроструктура стали после РКУП при $T=20^{\circ}\text{C}$

Рентгеноструктурный анализ выявил, что в ходе РКУП мартенситное превращение не идет до конца и количество мартенсита достигает 38,3% (включая долю δ – феррита) (таблица 11). По данным EBSD анализа количество мартенсита составляет 36%. Электронно-микроскопический анализ также выявил наличие мартенсита в стали после РКУП (рисунок 46 а-в, е).

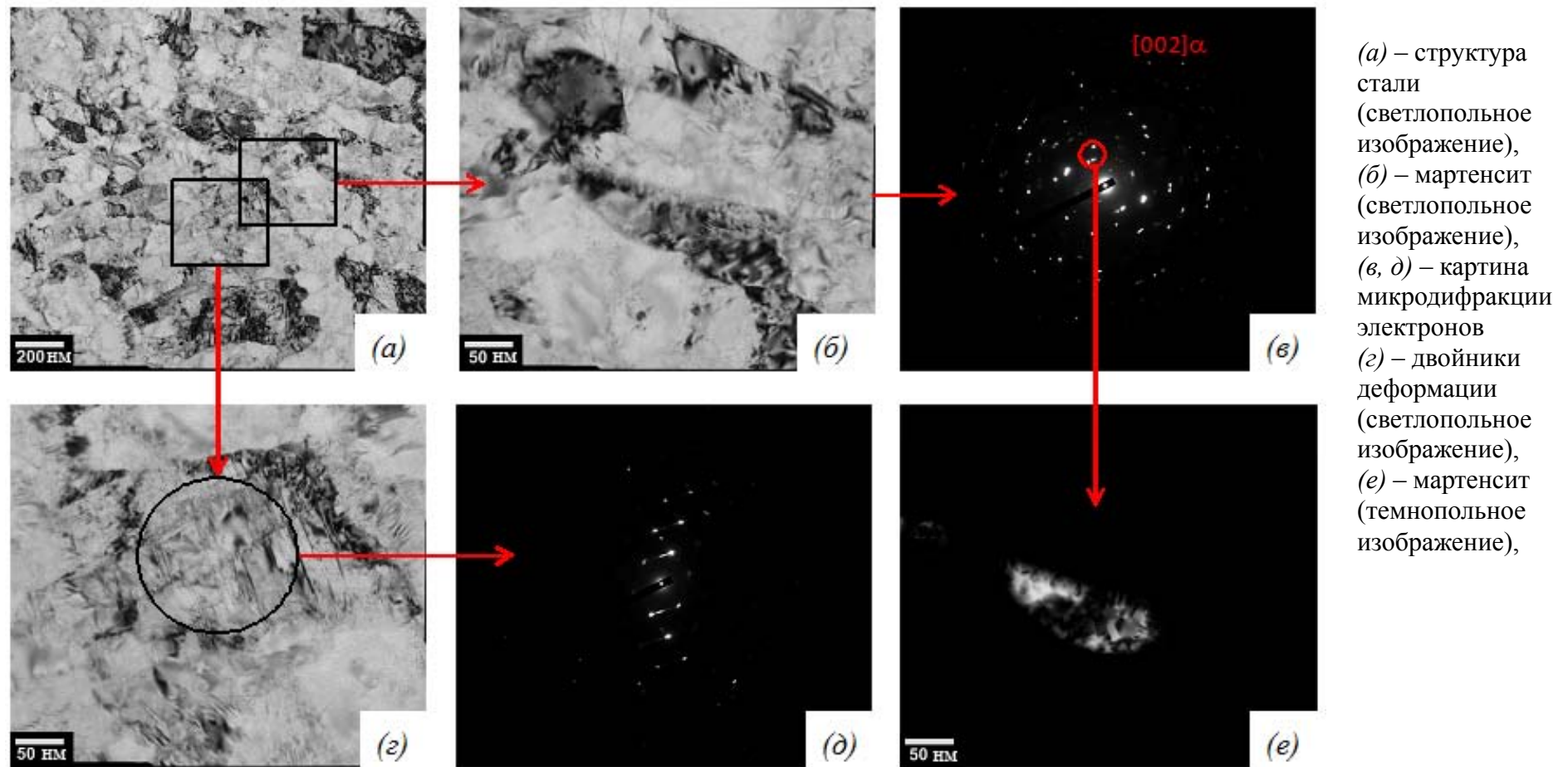


Рисунок 46 - Мартенсит и двойники деформации после РКУП при $T=20^{\circ}\text{C}$

Наблюдали также дисперсные деформационные двойники (рисунок 48 *з, д*). EBSD анализ в изученных условиях распознает двойники шириной не менее 50 нм, в то время как ПЭМ анализ - двойники толщиной 5-10 нм. Можно сказать, что EBSD анализ не дает точного значения плотности двойников.

По данным EBSD анализа после равноканального углового прессования при $T = 400$ °С формируется зеренно-субзеренная структура со средним размером структурных элементов 500 нм (таблица 11). Субзеренная структура носит частично ориентированный характер. Доля большеугловых границ составляет 54%, а средний размер зерен – 940 нм. Следовательно, размер субзерен практически вдвое меньше, чем зерен. Доля двойников, выявленная EBSD анализом, минимальна ~1%. Но ПЭМ анализ выявляет дисперсные деформационные двойники (рисунок 47). Структура после РКУП при $T = 400$ °С полностью аустенитная.

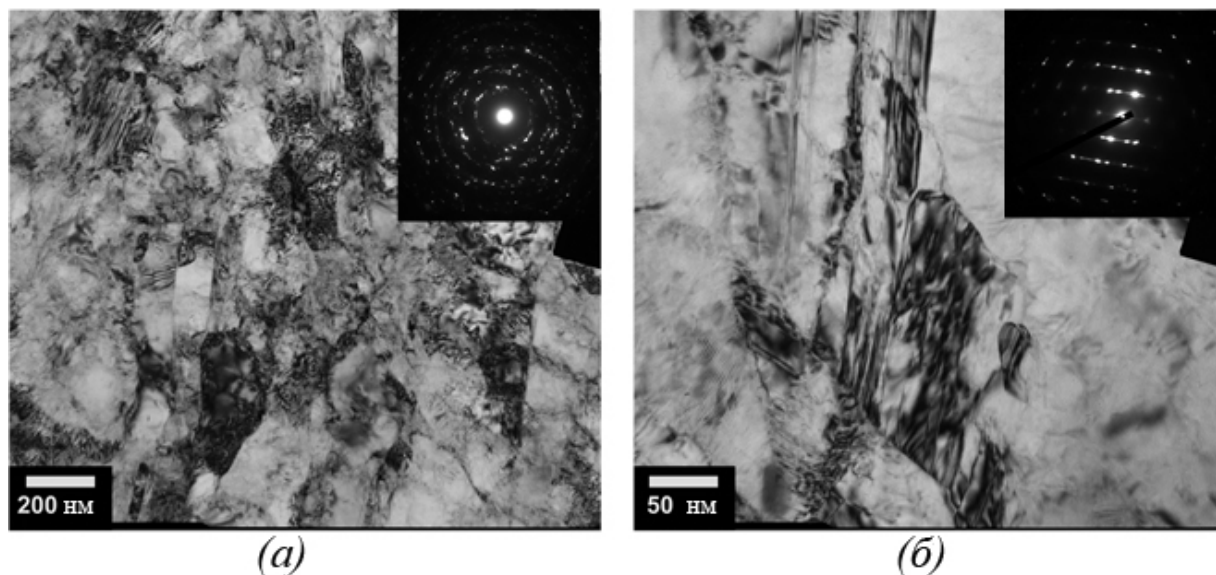


Рисунок 47 - Микроструктура (а) и двойники деформации (б) в стали после РКУП при $T=400$ °С

5.1.3 Механические свойства стали 08X18H10T при статическом и циклическом нагружении

Как показали механические испытания на растяжение субмикроструктурная структура после РКУП определила высокий комплекс механических свойств стали 08X18H10T (рисунок 48, таблица 12). В исходном состоянии при статическом растяжении предел прочности равен 612 МПа, предел текучести – 225 МПа, а относительное удлинение 80 %. После РКУП при комнатной температуре предел прочности составил 1228 МПа, предел текучести – 1173 МПа, относительное удлинение – 10 %. На рисунке 48 показаны кривые испытаний на прочность при растяжении.

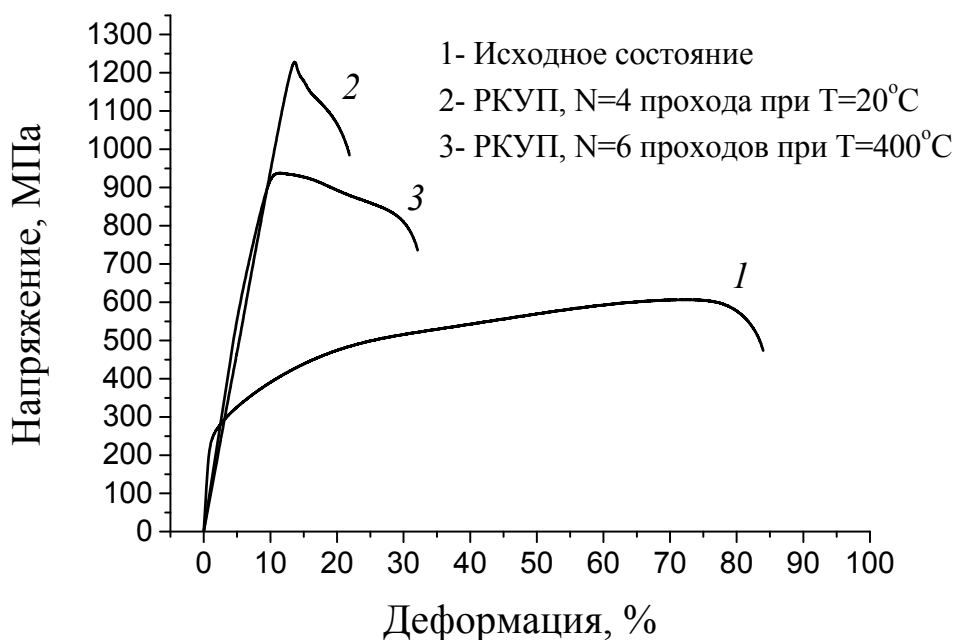


Рисунок 48 - Диаграммы растяжений стали 08X18H10T в исходном состоянии (1) и после РКУП при комнатной температуре(2) и температуре 400 °C (3)

Таблица 12 - Механические свойства стали 08X18H10T при растяжении

Обработка	Предел прочности σ_B , МПа	Предел текучести $\sigma_{0.2}$, МПа	Относительное удлинение δ , %	Предел усталости σ_R , МПа	σ_R / σ_B
08X18H10T, $T_H=1050$ °C, $\tau=1$ ч (охл. в воде)	612	225	80	275	0,45
08X18H10T, РКУП, $T_d=20$ °C, N=4	1228	1173	10	375	0,31
08X18H10T, РКУП, $T_d=400$ °C, N=6	934	860	25	475	0,51

Видно, что интенсивная пластическая деформация аустенитной стали 08X18H10T методом РКУП резко повышает прочностные механические характеристики ($\sigma_{0.2}$, σ_B) и в то же время приводит к существенному снижению пластичности. Характерным является также то, что у образцов, подвергнутых РКУП практически нет стадии деформационного упрочнения, а после достижения уровня напряжения, соответствующего пределу прочности, который близок к пределу текучести, наблюдается разупрочнение материала. Это свидетельствует о нестабильности структурного состояния материала после РКУП. РКУП стали 08X18H10T при температуре 400°C также приводит к высоким значениям механических характеристик: по сравнению с РКУП при комнатной температуре прочностные характеристики немного уменьшаются (предел текучести - 860 МПа и предел прочности – 934 МПа) а пластичность увеличивается (удлинение 27%).

Таким образом, интенсивная пластическая деформация методом равноканального углового прессования значительно повышает механические свойства стали 08X18H10T, предел прочности повышается в 1,5-2 раза, а предел текучести в 3,8-5,2 раза, но при этом значительно падает пластичность.

Характеристики усталостной прочности также являются важными критериями оценки стабильности структурного состояния материала и его работоспособности в условиях циклических нагрузок. В таблице 12 приведены значения пределов выносливости σ_R исследованных образцов, а на рисунке 51 приведены кривые усталости образцов из стали 08X18H10T в закаленном состоянии и после различных режимов РКУП.

Из рисунка 49 и таблицы 12 следует, что циклическая прочность (долговечность до разрушения и σ_R) значительно выше у образцов из стали 08X18H10T, подвергнутых РКУП. σ_R образцов после РКУП при 400°C составляет 475 МПа, что в 1,7 раза больше σ_R образцов после закалки. В области высоких циклических напряжений у образцов после РКУП при 400°C долговечность до разрушения больше, чем у образцов, подвергнутых РКУП при комнатной температуре. РКУП при 400°C приводит также к более высокому значению σ_R .

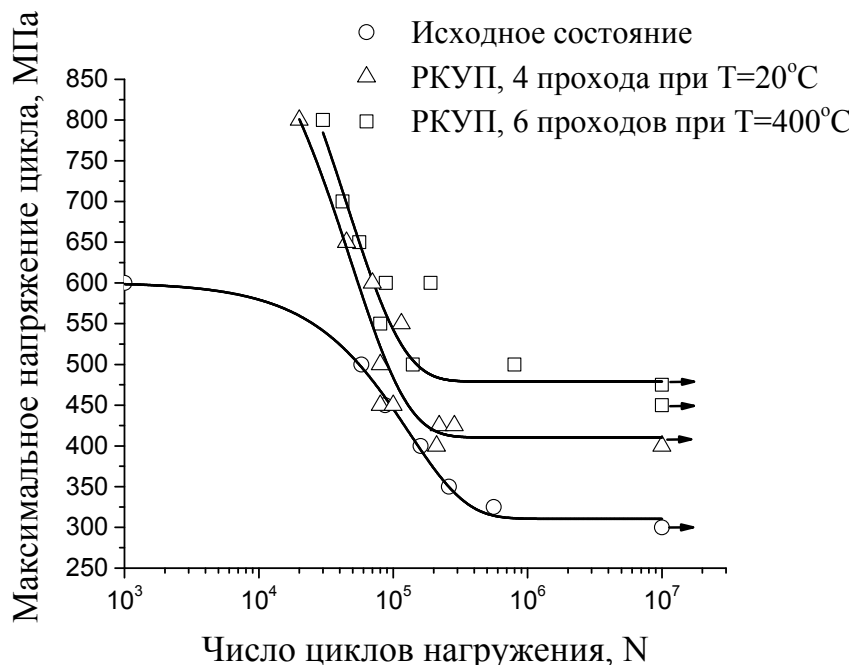


Рисунок 49 - Кривые циклической прочности стали 08X18H10T в исходном состоянии и после РКУП при комнатной температуре и при температуре 400 °C

Более высокие характеристики усталостного разрушения образцов из стали 08X18H10T после РКУП при $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$, чем у образцов, подвергнутых РКУП при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$, могут также объяснены тем, что в первом случае структура стали после РКУП практически является аустенитной. Поэтому в области многоциклового усталости дополнительное деформационное упрочнение может быть связано не только с перестройкой дислокационной структуры и дополнительным повышением плотности дислокаций, но и с возможностью образования мартенсита деформации в локальных зонах металла.

Важным показателем механических свойств является отношение σ_R / σ_B (таблица 12). Считается, что чем выше значение этого отношения, тем лучше работоспособность материала в условиях циклического нагружения. По этому показателю лучшим является материал после РКУП при 400°C . Несмотря на то, что у него не максимальный предел прочности, составляющий 934 МПа, он обладает в 2,5 раза большей пластичностью, чем материал, подвергнутый РКУП при комнатной температуре.

Причину повышения усталостной прочности следует искать не только в исходной структуре, но и в тех структурных и фазовых превращениях, которые имеют место в ходе циклических испытаний.

5.1.4 Структура стали 08X18H10T после РКУП и последующей циклической обработки

В ходе циклической деформации стали 08X18H10T после исследованных обработок наблюдали процессы интенсивного динамического (вторичного) двойникования, процессы динамического возврата, начальные стадии динамической рекристаллизации и частичное мартенситное превращение.

Электронно-микроскопический анализ стали после усталостных испытаний выявил, что в областях двойников идет дополнительное поперечное двойникование. Внутри «первичных» двойников идет образование ячеистой структуры, которая может выходить за рамки одного двойника, а так же появляются отдельные зерна с высокоугловыми разориентировками по границам. Наблюдается повышенная плотность дислокаций. Субструктура образуется как в первичных двойниках, так и во вторичных. В первичных двойниках образуются поперечные переемычки за счет дислокационных субграниц и вторичных двойников. Наблюдали мартенситную структуру. Когда она образовалась, сказать трудно. Но в некоторых случаях проявления мартенситных кристаллов небольшого размера, можно предположить, что они появились в ходе усталостных испытаний.

Электронно-микроскопический анализ выявил протекание частичного мартенситного превращения и динамического двойникования в ходе циклических испытаний как исходного состояния, так и состояний после обоих режимов РКУП (рисунок 50- 52).

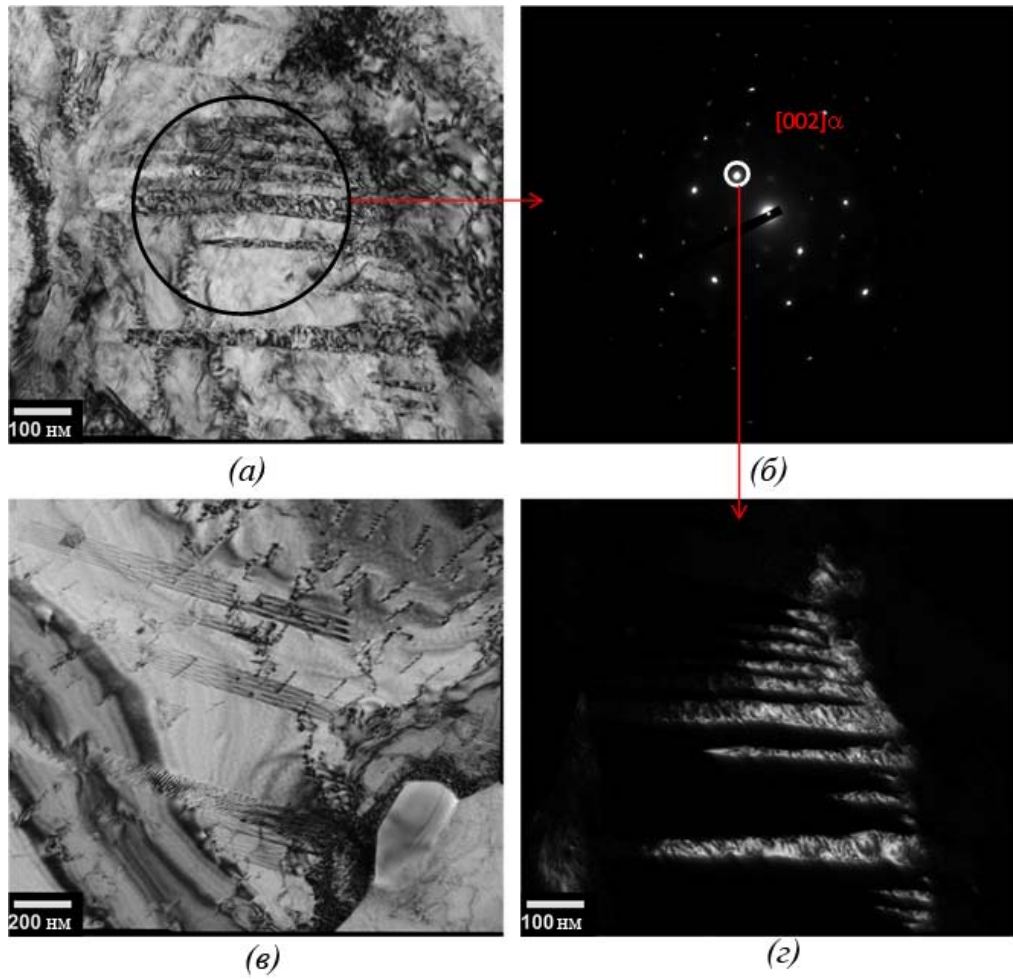


Рисунок 50 - Микроструктура стали 08X18H10T в исходном состоянии с последующей циклической обработки ($\sigma_{\max}=300$ МПа; $N=10^7$): (a, c) – деформационный мартенсит; (б)- картина микродифракции электронов; (в)- деформационно-индуцированные дефекты упаковки

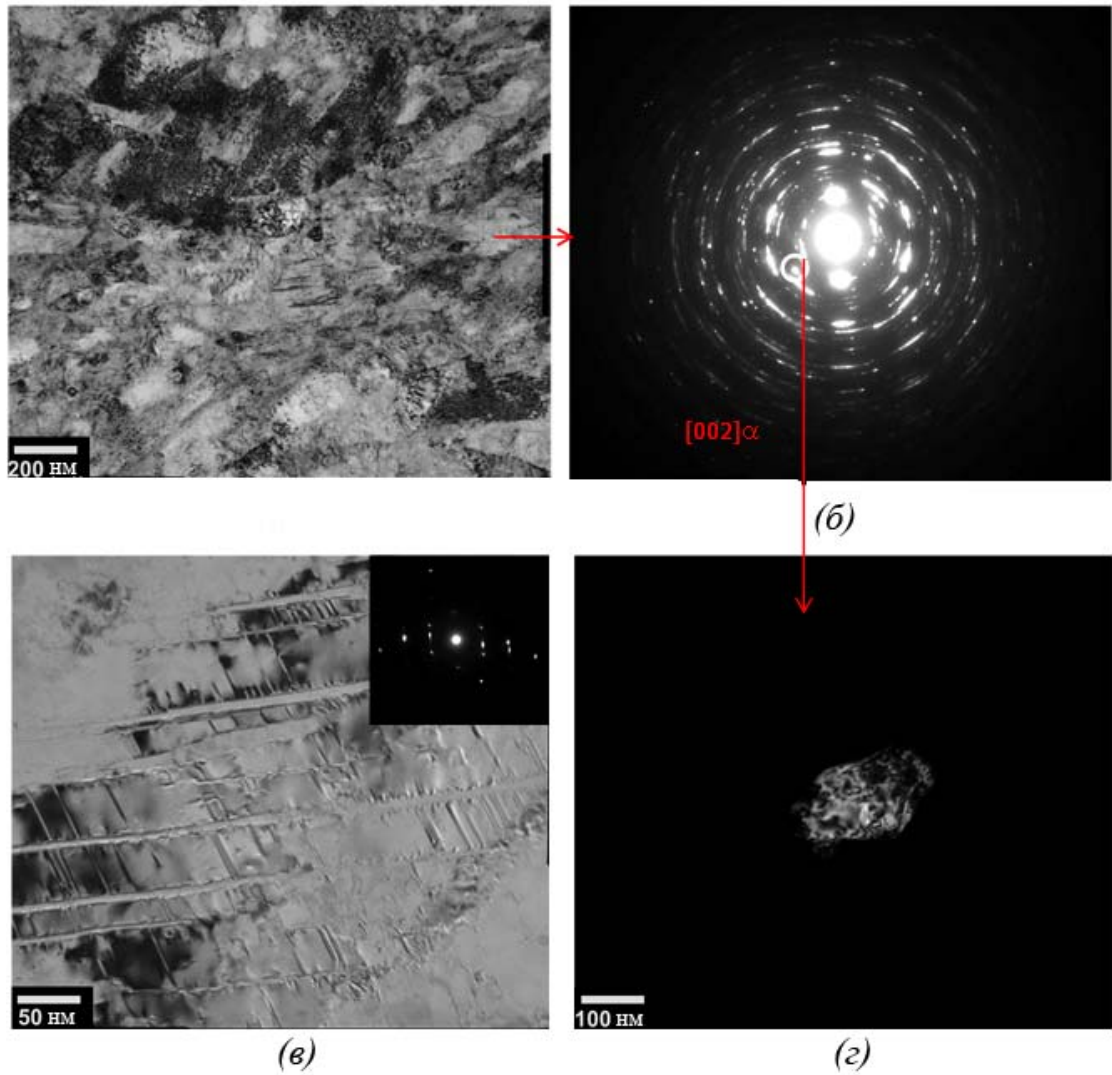


Рисунок 51 - Микроструктура стали 08X18N10T после РКУП при $T=20^{\circ}\text{C}$ и последующей циклической обработки ($\sigma_{\text{max}}=600$ МПа; $N=7\cdot 10^4$):

(a, c) – деформационный мартенсит; (b) - картина микродифракции электронов;

(d) - деформационные двойники

Рентгеноструктурный фазовый анализ выявил протекание мартенситного превращения в ходе циклических испытаний (таблица 10). После $8 \cdot 10^6$ циклов в образцах после РКУП при $T = 20^{\circ}\text{C}$ количество мартенсита увеличилось на 5,5 %, а в чисто аустенитной СМК матрице после РКУП при $T = 400^{\circ}\text{C}$ появилось 10 % мартенсита (рисунки 53 - 55).

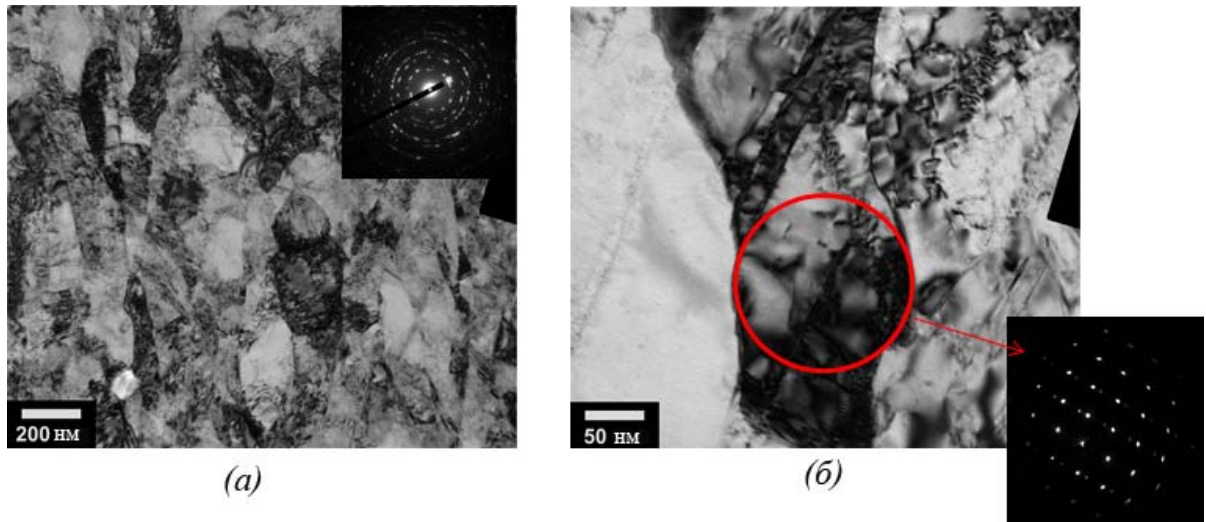


Рисунок 52 - УМЗ структура стали (а,з) 08X18N10T после РКУП при $T=400^{\circ}\text{C}$ и последующей циклической обработки ($\sigma_{\text{max}}=450$ МПа; $N=10^7$);
(б)- деформационные двойники

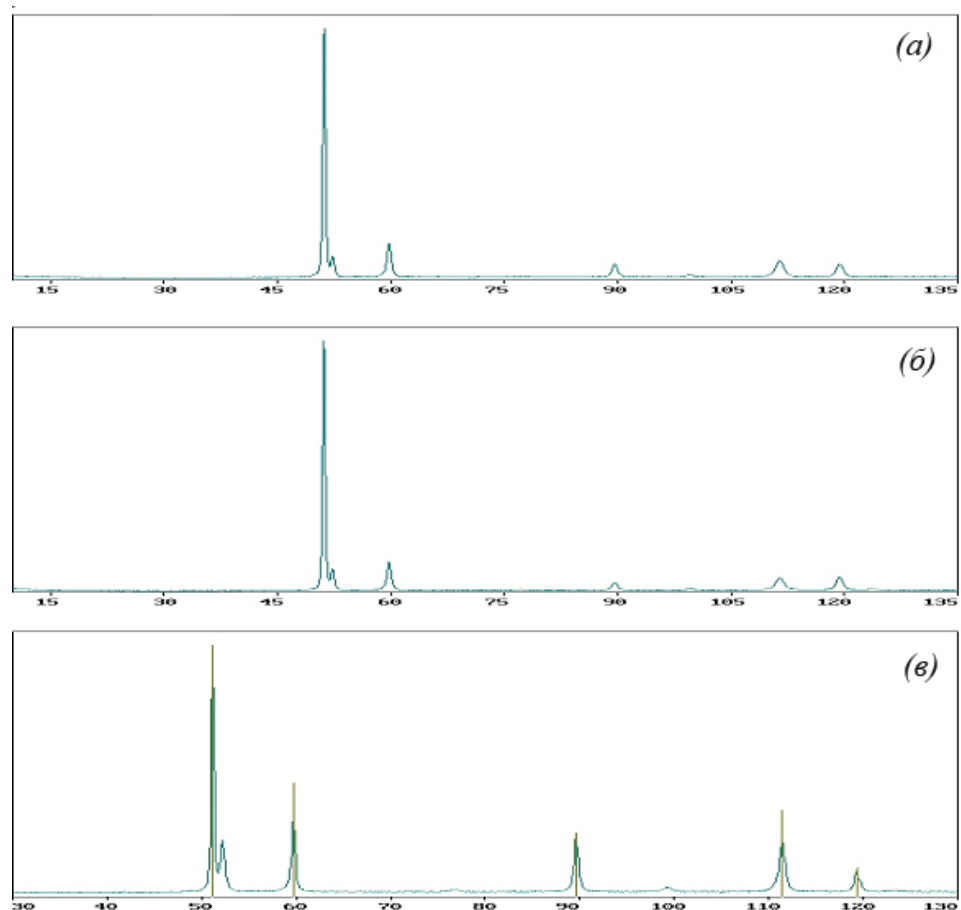


Рисунок 53 - Дифракционная картина стали 08X18N10T в исходном состоянии (а); после циклических испытаний при $\sigma_{\text{max}} = 650$ МПа, $N = 10^4$ (б);
и при $\sigma_{\text{max}} = 300$ МПа, $N = 10^7$ (в).

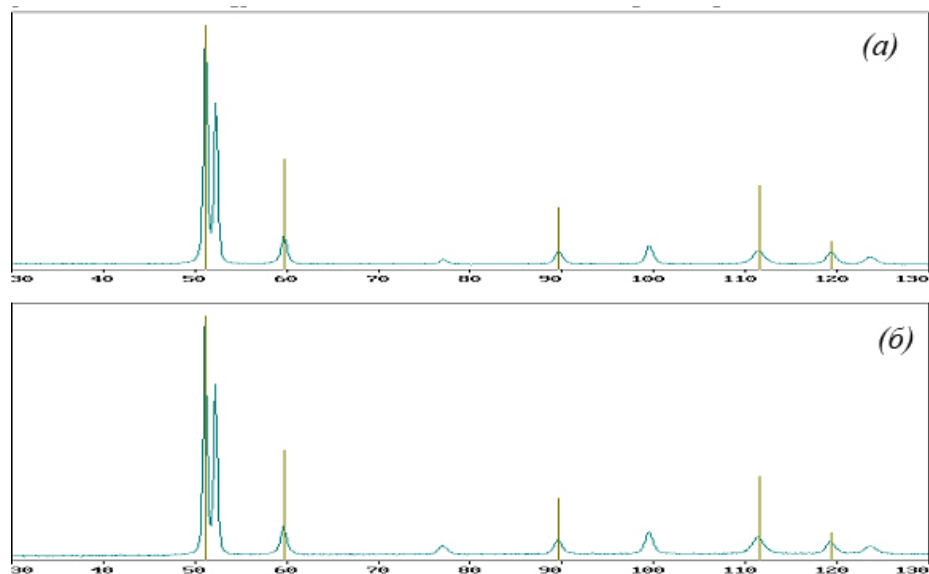


Рисунок 54 - Дифракционная картина стали 08X18N10T после РКУП 20 °С
(*a*) и после циклических испытаний при $\sigma_{\max} = 600$ МПа, $N = 1,9 \times 10^5$ (*б*).

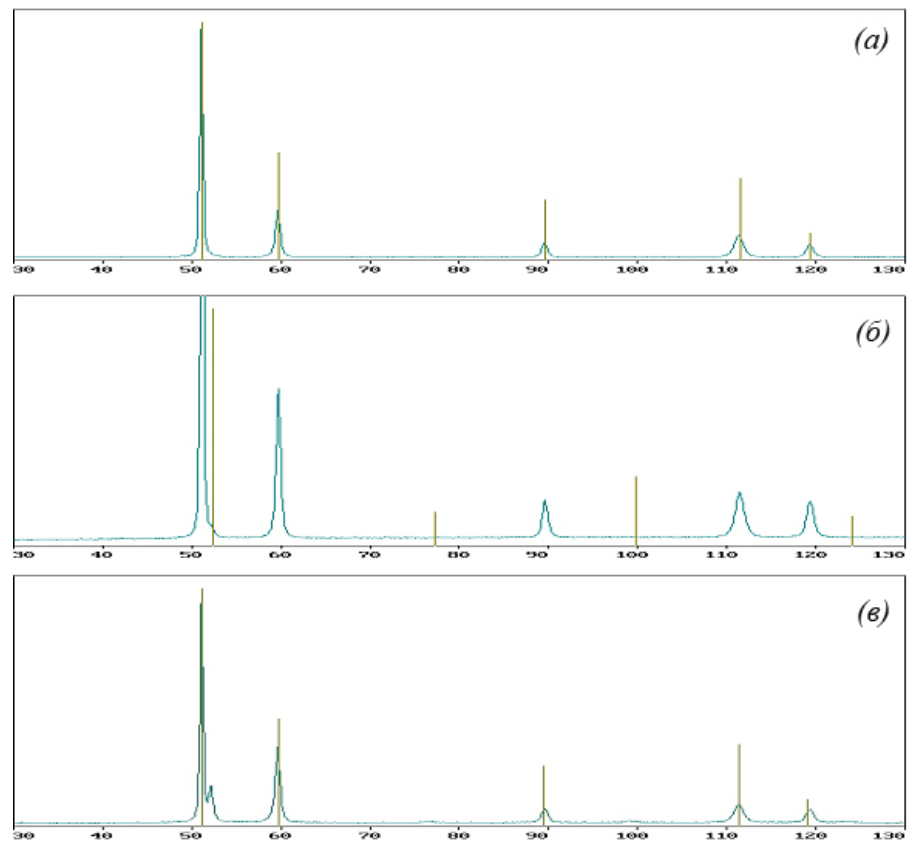


Рисунок 55 - Дифракционная картина стали 08X18N10T после РКУП 400 °С
(*a*) и последующих циклических испытаний: $\sigma_{\max} = 600$ МПа, $N = 10^7$ (*б*) и $\sigma_{\max} =$
450 МПа, $N = 10^7$ (*в*)

С помощью рентгеноструктурного анализа ширины пары отражений аустенита (111) и (222) определяли параметры тонкой кристаллической структуры стали 08X18H10T после РКУП: размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) и величину среднеквадратичной микродеформации. Профили линий аппроксимировали функцией Гаусса (таблица 13).

Таблица 13 -Параметры тонкой кристаллической структуры стали 08X18H10T

Режим	Обработка	Фаза	$b_1, ^\circ$	$b_2, ^\circ$	ОКР, Å	$\varepsilon, \%$
T=1050 °C, 1 час, вода	Без циклики	alpha-Fe (type A2)	-	-	-	-
		Fe gamma (type A1)	0,252	-	1032 ± 100	0,176 ± 0,009
	$\sigma_{\max} = 650$ МПа; $\sigma_{\min} = 30$ МПа N = 10 ⁴	alpha-Fe (type A2)	-	-	-	-
		Fe gamma (type A1)	0,232	-	1067 ± 100	0,190 ± 0,010
	$\sigma_{\max} = 300$ МПа; $\sigma_{\min} = 30$ МПа N = 10 ⁷	alpha-Fe (type A2)	-	-	-	-
		gamma-Fe(type A1)	0,135 ± 0,014	0,270 ± 0,027	1235 ± 180	0,000
РКУП N=4 <120°; T=20 °C	Без циклики	alpha-Fe (type A2)	0,388 ± 0,039	1,523 ± 0,152	1228 ± 250	0,277 ± 0,027
		gamma-Fe (type A1)	0,328 ± 0,033	1,125 ± 0,112	667 ± 100	0,205 ± 0,020
	$\sigma_{\max} = 600$ МПа; $\sigma_{\min} = 30$ МПа N = 7 × 10 ⁴	alpha-Fe (type A2)	0,415 ± 0,042	1,656 ± 0,166	761 ± 100	0,301 ± 0,029
		gamma-Fe (type A1)	0,346 ± 0,035	1,250 ± 0,125	861 ± 150	0,228 ± 0,023
	$\sigma_{\max} = 400$ МПа; $\sigma_{\min} = 30$ МПа N = 10 ⁷	alpha-Fe (type A2)	0,460 ± 0,050	1,627 ± 0,160	902 ± 400	0,296 ± 0,029
		gamma-Fe (type A1)	0,365 ± 0,040	1,145 ± 0,110	540 ± 250	0,178 ± 0,047
РКУП N=6 <120°; T=400 °C	Без циклики	gamma-Fe (type A1)	0,259 ± 0,026	0,833 ± 0,083	781 ± 150	0,122 ± 0,033
		alpha-Fe (type A2)	-	-	-	-
	$\sigma_{\max} = 600$ МПа; $\sigma_{\min} = 30$ МПа N=1,9 × 10 ⁵	gamma-Fe (type A1)	0,226 ± 0,023	0,798 ± 0,080	1087 ± 200	0,145 ± 0,015
		alpha-Fe (type A2)	-	-	-	-
	$\sigma_{\max} = 450$ МПа; $\sigma_{\min} = 30$ МПа N = 10 ⁷	alpha-Fe (type A2)	-	-	-	-
		gamma-Fe (type A1)	0,277 ± 0,030	0,864 ± 0,086	763 ± 420	0,133 ± 0,035

Рентгенографический анализ выявил изменение областей когерентного рассеяния (ОКР) и микродеформаций после РКУП и испытаний на усталость. ОКР уменьшаются после РКУП. При РКУП при T = 20 °C ОКР в α - фазе

больше, чем в γ -фазе. ОКР в γ -фазе после РКУП при $T = 400^\circ\text{C}$ больше, чем при $T=20^\circ\text{C}$. При циклических испытаниях ОКР практически не изменяются.

После РКУП при $T = 20^\circ\text{C}$ микродеформация ε в γ -фазе меньше, чем в α -фазе. РКУП при $T = 20^\circ\text{C}$ повышает микродеформацию в аустените, а РКУП при $T = 400^\circ\text{C}$ уменьшает ее. В ходе циклических испытаний значения микродеформации изменяются мало как в исходном состоянии, так и после РКУП.

Метод дифракции обратно отраженных электронов (EBSD анализ) также показал значительное измельчение структуры после РКУП, а после циклических испытаний – увеличение доли мартенсита и доли большеугловых границ, особенно после РКУП при $T = 400^\circ\text{C}$ (таблица 11).

Циклические испытания после РКУП при комнатной температуре не приводят к изменению среднего размера как структурного элемента, так и зерна (таблица 11). Доля двойников очень мала, поскольку метод EBSD не определяет дисперсных вторичных двойников. Доля большеугловых границ увеличивается в ходе циклических испытаний на 6%, а доля мартенсита – на 14%. После РКУП при 400°C и циклических испытаний средний размер структурных элементов не изменился, а средний размер зерен уменьшился с 940 до 640 нм. При этом доля большеугловых границ увеличилась на 16%. Доля мартенсита увеличилась на 10%.

Таким образом, усталостная прочность повышается за счет измельчения структуры и двойникования в аустените в ходе РКУП, а также за счет интенсивного динамического двойникования, частичного мартенситного превращения и увеличения доли большеугловых границ в ходе циклической деформации. Основным фактором повышения предела усталости стали после РКУП при $T = 400^\circ\text{C}$ по сравнению с $T = 20^\circ\text{C}$, предположительно, является измельчение зеренной структуры, повышение доли высокоугловых границ и протекание частичного мартенситного

превращения в преимущественно аустенитной УМЗ матрице в ходе циклических испытаний.

5.1.5 Выводы по разделу 5.1

1. Показано, что после равноканального углового прессования в стали 08X18H10T формируется зеренно-субзеренная структура с размером структурных элементов 100-250 нм и долей большеугловых границ 59%, а также появляется 38% пакетного мартенсита. После РКУП при 400°C структура становится полностью аустенитной с размером зерна 200-400 нм и долей большеугловых границ 54%.

2. Равноканальное угловое прессование значительно повышает механические свойства стали 08X18H10T, предел прочности повышается в 1,5-2 раза, предел текучести в 3,8-5,2 раза, предел усталости в 1,4-1,7 раза, но при этом уменьшается пластичность.

3. Выявлено, что усталостная прочность повышается за счет измельчения структуры и двойникования в аустените в ходе РКУП, а также за счет интенсивного динамического двойникования, частичного мартенситного превращения и увеличения доли большеугловых границ в ходе циклической деформации. Основным фактором повышения предела усталости стали после РКУП при 400°C по сравнению комнатной, является измельчение зеренной структуры, повышение доли высокоугловых границ и протекание частичного мартенситного превращения в преимущественно аустенитной УМЗ матрице в ходе циклических испытаний.

5.2 Усталостная прочность и структурно-фазовые превращения в ходе циклической обработки стали 08X18H10T после РКУП при комнатной температуре и последующего нагрева

Влияние нагрева после РКУП на структурообразование и усталостную прочность стали 08X18H10T изучали с помощью методов просвечивающей (ПЭМ) и растровой (РЕМ) электронной микроскопии, а также дифракции обратно отраженных электронов (EBSD).

5.2.1 Исходная структура исследуемой стали

В качестве исходного материала исследования использовали образцы из стали 08X18H10T в горячекатаном состоянии со средним размером зерна 20-30 мкм (рисунок 56а). По данным рентгеноструктурного анализа образцы стали в исходном состоянии содержали ~8 об. % δ – феррита (таблица 14).

Таблица 14 -Рентгеноструктурный анализ стали 08X18H10T в разных состояниях до и после циклической обработки

№	Состояние	Циклическая обработка	Объемная доля γ , %	Объемная доля α , %	Период решетки γ , А	Период решетки α , А
1	Исходное	-	92,4	7,6	3,592	2,873
		$\sigma_{\max}=500$ МПа; $N=3 \times 10^4$ ЦИКЛОВ	90,4	9,6	3,592	2,872
2	РКУП	-	57,7	42,3	3,594	2,875
		$\sigma_{\max}=600$ МПа; $N=7 \times 10^4$ ЦИКЛОВ	52,6	47,4	3,593	2,873
3	РКУП + нагрев 550°C, 20 ч	-	97,6	2,4	3,590	2,872
		$\sigma_{\max}=700$ МПа; $N=3,5 \times 10^4$ ЦИКЛОВ	94,6	5,4	3,591	2,872
		$\sigma_{\max}=600$ МПа; $N=10^7$ ЦИКЛОВ	94,9	5,1	3,591	2,872

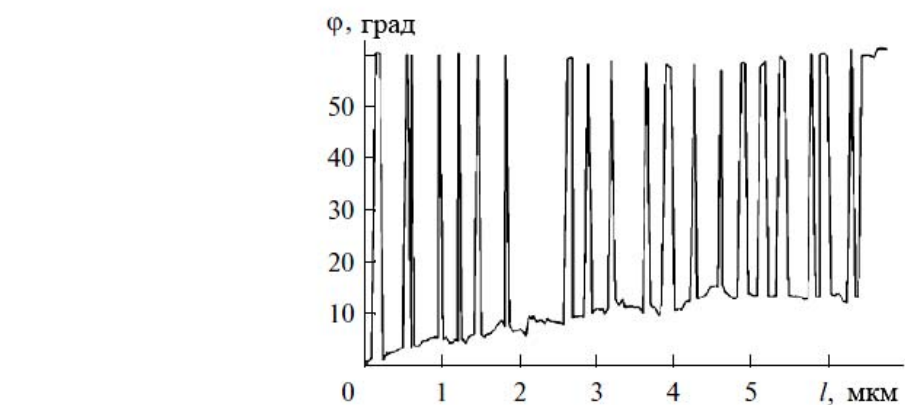
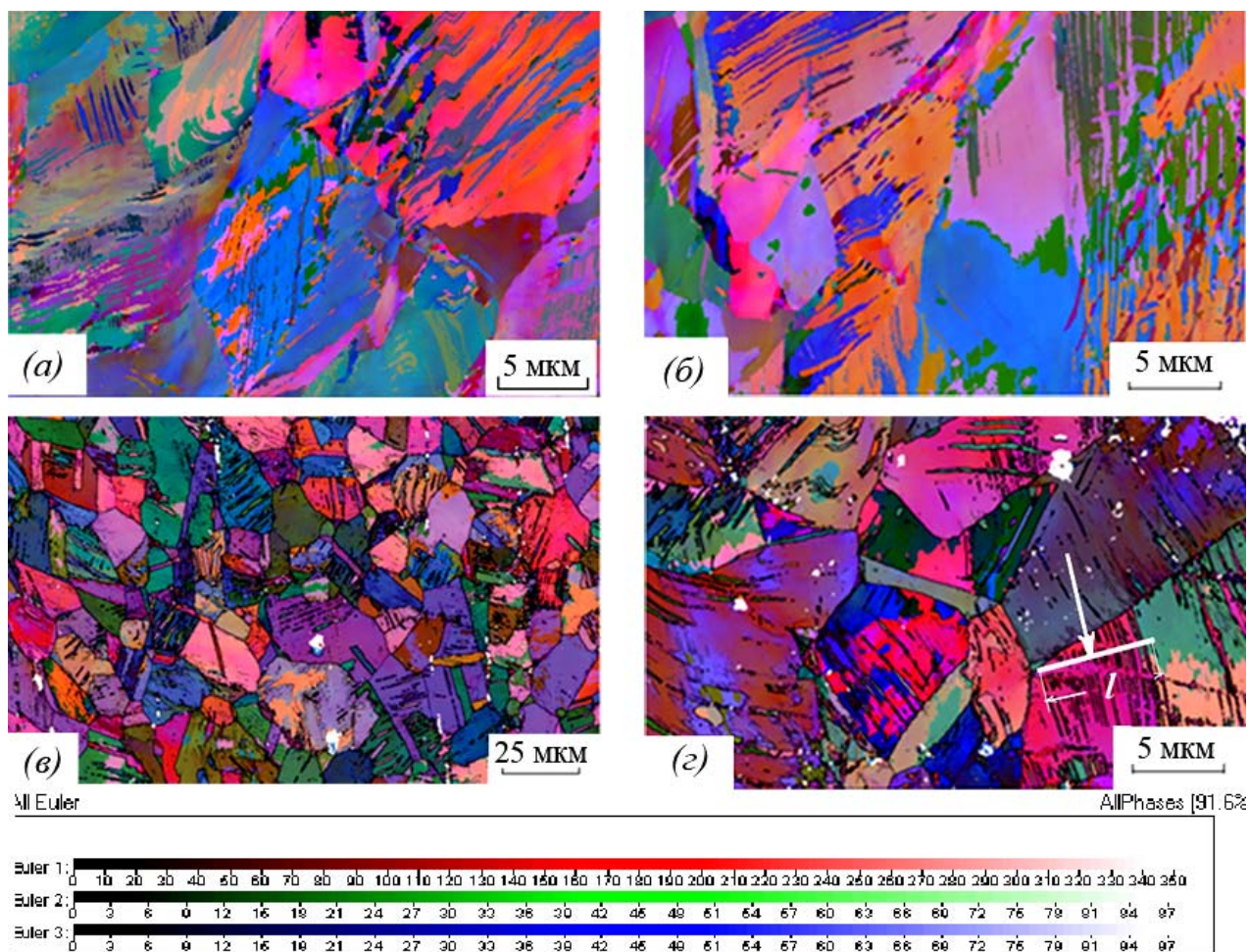


Рисунок 56 - Структура стали 08X18H10T (EBSD анализ) в исходном горячекатаном состоянии до (а) и после (б) циклических испытаний ($\sigma_{\text{max}}=500$ МПа; $N=3 \times 10^4$ циклов) и в состоянии после РКУП и нагрева на 550°C ($\tau=20$ ч) до (в) и после (г) циклических испытаний ($\sigma_{\text{max}}=700$ МПа, $N=3,5 \cdot 10^4$ циклов).

По данным EBSD анализа в исходной структуре содержится около 23% ОЦК - фазы (δ – феррит), что является завышенным значением (таблица 15). В исходно горячекатаной структуре методом EBSD было выявлено 34 об.% большеугловых границ (БУГ), соответствующих углу разориентировки более 15°, причем 11 об.% – доля специальных границ $\Sigma 3$, характерных для двойников с разориентировкой, близкой к 60° (таблица 15).

Таблица 15 -Результаты структурного анализа методом EBSD образцов стали 08X18H10T до и после циклической обработки

№	Состояние	Циклическая обработка	Доля малоугловых границ (<15°), %	Доля большеугловых границ (>15°), %	Доля $\Sigma 3$ границ, %	Объемная доля ОЦК -фазы
1	Исходное	-	66	34	11	23,3
		$\sigma_{\max}=500$ МПа $N=3 \times 10^4$ циклов	65	35	8	25,6
2	РКУП + нагрев 550°С ($\tau=20$ ч)	-	24	76	9	1,4
		$\sigma_{\max}=700$ МПа $N=3.5 \times 10^4$ циклов	15	85	35	8,7

Это наглядно иллюстрирует рисунок. 57а, на котором можно наблюдать два максимума на распределении углов разориентировок структурных элементов в стали в горячекатаном состоянии: первый – в области формирования субзерен с малоугловыми границами, углы разориентировки менее 15°, второй – в области углов разориентировок 60°, что обусловлено существованием двойников. Таким образом, исходная горячекатаная структура стали 08X18H10T в основном субзеренная (доля 66%) с двойниками (доля 11%), в данном случае, по-видимому, с двойниками отжига, появившимися при нагреве под прокатку. Они хорошо видны на рисунке 56 а.

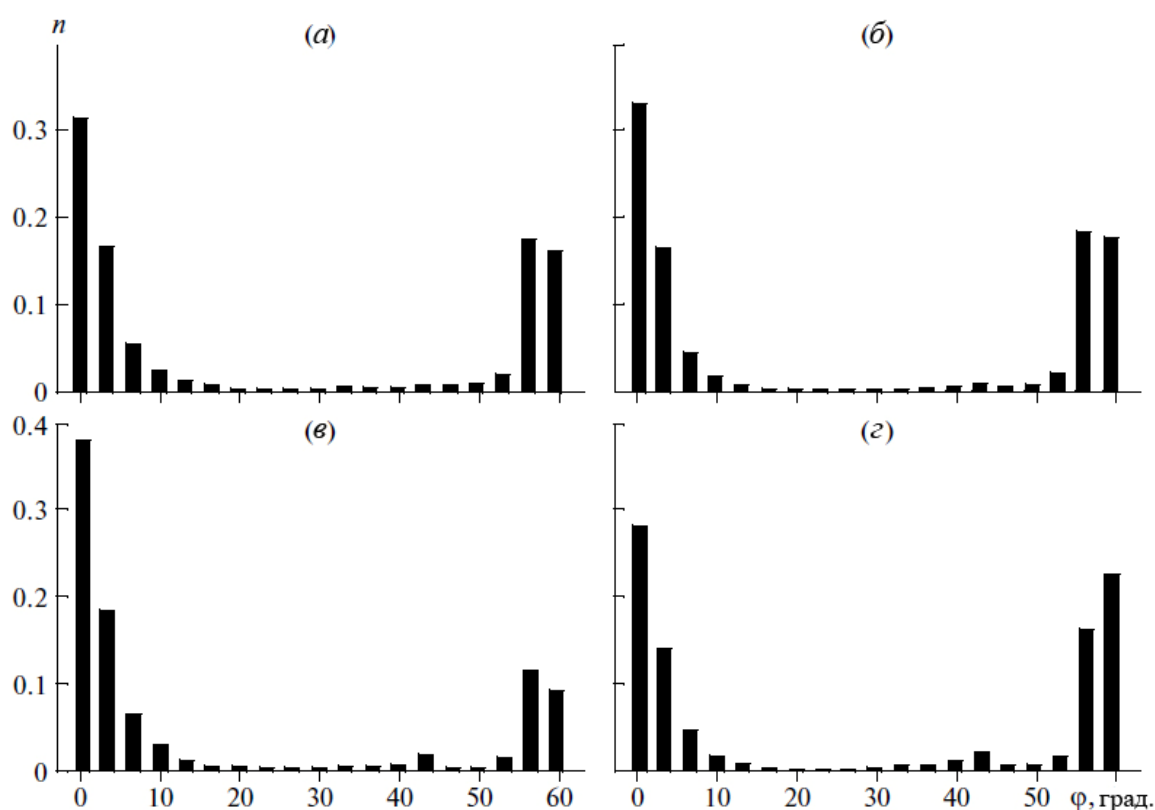


Рисунок 57 - Распределение углов разориентировок структурных элементов в стали 08X18H10T (EBSD анализ) в исходном горячекатаном состоянии до (а) и после (б) циклических испытаний ($\sigma_{\max}=500$ МПа; $N=3 \times 10^4$ циклов) и в состоянии после РКУП и нагрева 550°C ($\tau=20$ ч) до (в) и после (г) циклических испытаний ($\sigma_{\max}=700$ МПа; $N=3,5 \cdot 10^4$ циклов).

5.2.2 Структура после РКУП и нагрева

После РКУП металлографически выявлена вытянутая в направлении оси образца исходная зеренная структура. Структура внутри вытянутого зерна не вытравливается. Электронно-микроскопический анализ показал, что структура внутри зерна после РКУП представляет собой ориентированную структуру с размером структурных элементов 100–250 нм (расстояние между границами и/или субграницами) (рисунок 58). При имеющей место дисперсности различить тип структуры достаточно сложно. В нашем случае надежно выявлены мартенситная структура, субзеренная структура аустенита (рисунок 58а) и двойники в аустените (рисунок 58б).

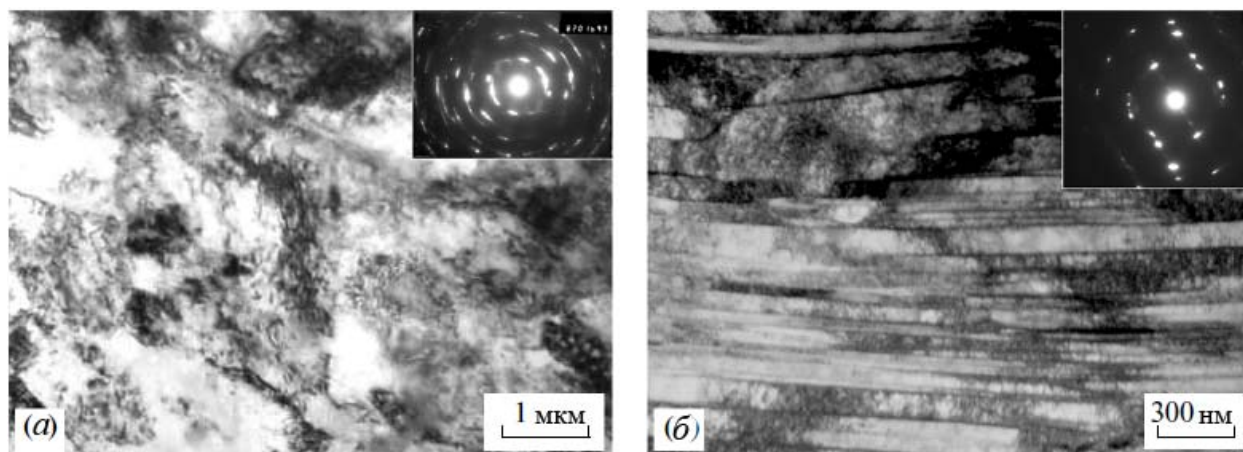


Рисунок 58 - Микроструктура стали 08X18N10T после РКУП (N=4).

На рисунке 58 *a* наблюдаются отдельные равноосные зерна, наличие точечных рефлексов на кольцевой электронограмме свидетельствует о присутствии большеугловых границ. Ориентированные структурные элементы превращаются в равноосные за счет образования дислокационных перемычек. Увеличение разориентировки субграниц приводит к формированию новых зерен. Зарождение равноосных зерен наблюдали также и через развитие ячеистой структуры: уменьшение плотности дислокаций, утонение границ ячеек с увеличением углов их разориентировки.

Рентгеноструктурный анализ выявил, что в ходе РКУП в используемых условиях в аустенитной стали 08X18N10T мартенситное превращение не идет до конца и количество мартенсита достигает ~42 об. % (сюда входит и доля δ – феррита см. таблицу 14). Периоды решетки как ОЦК, так и ГЦК фазы после РКУП увеличиваются, а после нагрева на 550°C с выдержкой 20 часов уменьшаются до исходных значений (таблица 14). Нагрев стали 08X18N10T на 550°C после РКУП приводит к рекристаллизации деформированной структуры. Металлографический анализ выявил зерна размером 10 - 15 мкм с высокой плотностью двойников отжига (рисунок 59).



25мкм

Рисунок 59 - Структура стали 08X18H10Т после РКУП и нагрева на 550°С, $\tau=20$ ч. (световая микроскопия)

Данные растровой электронной микроскопии подтвердили результаты металлографического анализа, но выявили бóльшую плотность двойников (рисунок 60 б). В центре рисунка 60б расположено зерно, полностью заполненное двойниками отжига. По результатам EBSD анализа также выявлена преимущественно рекристаллизованная структура с зернами размером 10-15 мкм и достаточно высокой плотностью двойников отжига (рисунок 56 в), но количественная оценка доли специальных границ $\Sigma 3$, характерных для двойников, показала, что их доля не увеличилась по сравнению с горячекатаным исходным состоянием (доля 9 об.% см. таблицу 14). Заниженная оценка доли двойников методом EBSD может быть объяснена тем, что разрешающая способность данного метода позволяет визуализировать двойники минимальной толщины 50-80 нм, а методом электронной микроскопии можно определять двойники меньшего размера. EBSD анализ показал, что при нагреве на 550°С после РКУП доля БУГ увеличивается с 34 до 76 об.% по сравнению с горячекатаным исходным состоянием, причем, как было отмечено, не за счет увеличения двойников (таблица 15). Действительно, увеличение доли БУГ происходит за счет

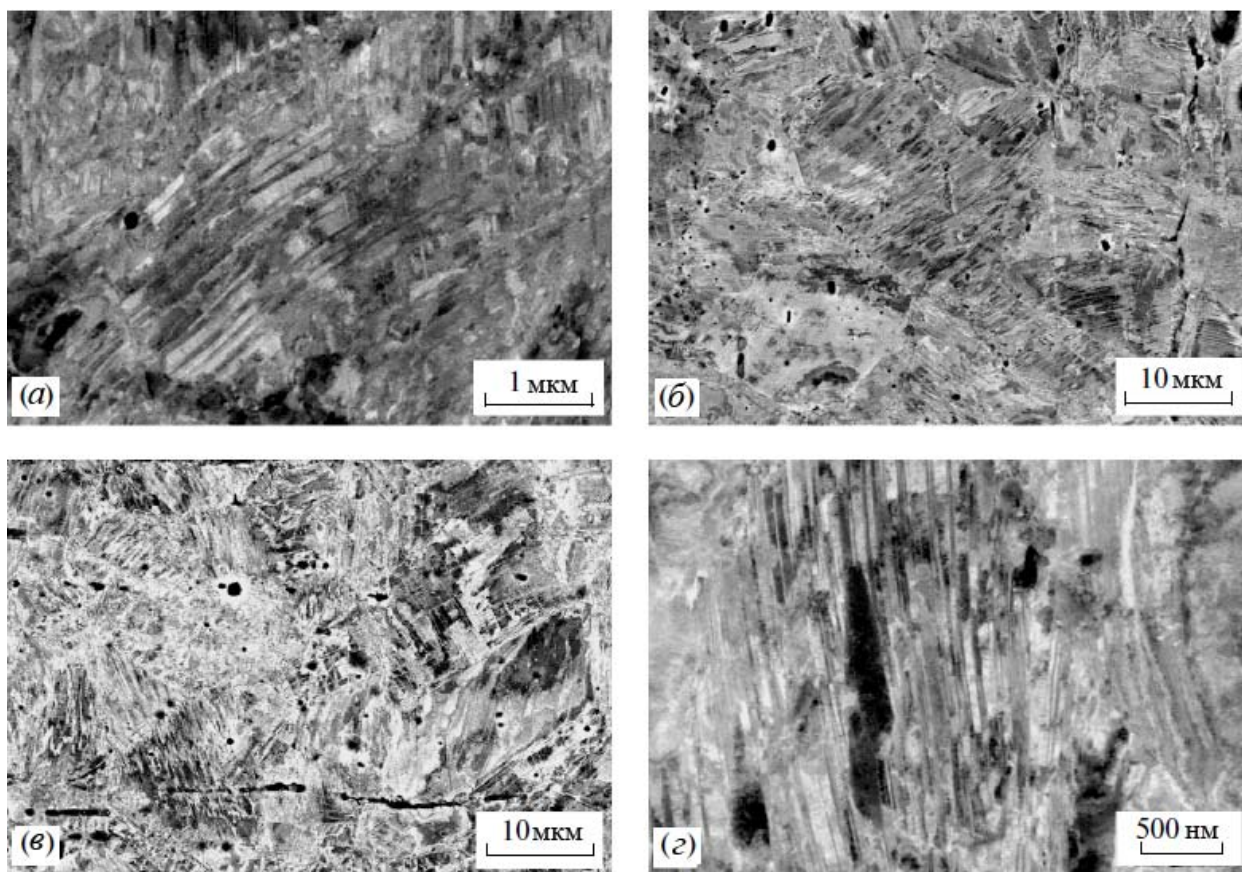


Рисунок 60 - Структура стали 08X18N10T (РЭМ) в исходном горячекатаном состоянии после циклической обработки ($\sigma_{\max}=500$ МПа, $N=3 \times 10^4$ циклов) (а) и в состоянии после РКУП и нагрева на 550°C (20 час.) до (б) и после (в, г) циклической обработки ($\sigma_{\max}=700$ МПа, $N=3,5 \cdot 10^4$ циклов).

рекристаллизации при нагреве, о чем свидетельствует появление небольшого пика в районе 43° на распределении углов разориентировок структурных элементов на рисунке 57в. По данным EBSD анализа после нагрева структура стали 08X18N10T практически полностью аустенитная, доля ОЦК фазы составляет 1,4 об.% (таблица 15). Рентгеноструктурный анализ показал, что доля ОЦК фазы после нагрева при 550°C составляет 2,4 об.%, а периоды решетки уменьшаются по сравнению с состоянием после РКУП до значений исходного горячекатаного состояния (таблица 14). Таким образом, сталь 08X18N10T после РКУП и нагрева на 550°C с выдержкой 20 часов имеет практически полностью аустенитную структуру с преимущественно

рекристаллизованной структурой с размером зерна 10-15 мкм и высокой плотностью двойников.

5.2.3 Механические свойства стали 08X18H10T после различных обработок

Как показали механические испытания на растяжение, полученная в процессе РКУП субмикроструктурная структура стали 08X18H10T определила высокий комплекс ее механических свойств (таблица 16). Предел текучести увеличился до 1315 МПа, что более чем в пять раз выше, чем в исходном состоянии, при пластичности $\delta = 11 \%$.

Таблица 16 - Механические свойства стали 08X18H10T после РКУП

Состояние	σ_B , МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	δ , %	ψ , %
Исходное	570	250	58	77
РКУП	1400	1315	11	58

Из кривых усталости исследованных образцов, видно, что долговечность стали 08X18H10T после РКУП в интервале напряжений от 350 до 800 МПа значительно превышает долговечность аустенитной стали в исходном состоянии (рисунок 61). Предел выносливости на базе 10^7 циклов также выше у стали с субмикроструктурной структурой после РКУП и составляет 350 МПа, т.е. увеличивается по сравнению с исходным состоянием на 90 МПа. Последующий нагрев после РКУП приводит к дополнительному повышению уровня предела выносливости: 650 МПа для образцов с нагревом на $T = 550^\circ\text{C}$ ($\tau=20$ ч) после РКУП. Пластичность при этом остается неизменной. Причину повышения усталостной прочности следует искать не только в исходной структуре, но и в тех структурных и фазовых превращениях, которые имеют место в ходе циклических испытаний.

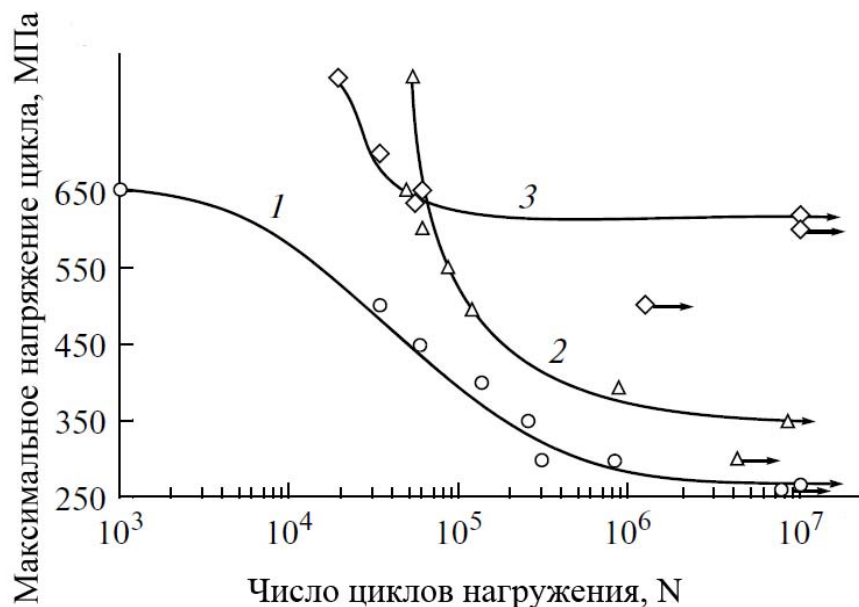


Рисунок 61 - Кривые усталостной прочности стали 08X18H10T в исходном горячекатаном состоянии (1), после РКУП (2) и последующего нагрева на 550°C (20 ч) (3).

5.2.4 Структура стали 08X18H10T после циклической обработки

В ходе EBSD анализа после циклической обработки образцов стали 08X18H10T с исходным горячекатаным состоянием наблюдали такие же деформированные зерна с двойниками (рисунок 56 б), как и в исходном состоянии. Наличие относительно высокой плотности двойников после циклической деформации подтверждено РЭМ анализом (рисунок 60 а). Количественный EBSD анализ не выявил заметных изменений ни в доле БУГ (34 и 35 об.%), ни в доле специальных двойниковых границ $\Sigma 3$ (11 и 8%) в исходно горячекатаной структуре до и после циклической обработки (таблица 15), что подтверждает сравнение распределения углов разориентировок структурных элементов на рисунке 57 а, б. Методом EBSD анализа выявлено увеличение доли мартенсита в структуре горячекатаной стали после циклической обработки с 23,3 до 25,6 об.% (таблица 15). Рентгеноструктурный анализ также показал увеличение доли мартенсита с 7,6 до 9,6 об.% (таблица 14), но на более реальном уровне значений. Как уже

отмечалось, EBSD анализ дает завышенные значения доли мартенсита. Периоды решетки в исходно горячекатаной структуре до и после циклической обработки практически не меняются (таблица 14).

Рентгеноструктурным анализом стали 08X18H10T после РКУП и циклической обработки выявлено увеличение доли мартенсита с 42,3 до 47,4 об.% и уменьшение периодов решетки как в ОЦК, так и в ГЦК фазах практически до исходного уровня (таблица 14).

Электронно-микроскопическим анализом стали 08X18H10T, подвергнутой РКУП, после усталостных испытаний выявлено (рисунок 62 *а-з*), что в областях двойников идет дополнительное поперечное двойникование (рисунок 62 *в, з*). Внутри «первичных» двойников образуются ячеистая и субзеренная структуры, которые могут выходить за рамки одного двойника, а также появляются отдельные зерна с высокоугловыми разориентировками границ (рисунок 62 *б*). Наблюдается повышенная плотность дислокаций в двойниках. Субструктура образуется как в первичных двойниках, так и во вторичных. В первичных двойниках образуются поперечные перемычки за счет дислокационных субграниц и вторичных двойников (рисунок 62 *в, з*). В местах, свободных от двойников, формируются относительно крупные субзерна (рисунок 62 *а*).

Для циклически обработанных образцов стали 08X18H10T, подвергнутой РКУП и нагреву при 550°C, EBSD анализом выявлены преимущественно рекристаллизованные при нагреве зерна с повышенной плотностью двойников (рисунок 56 *з*), что подтвердил и РЭМ анализ (рисунок 60 *з*).

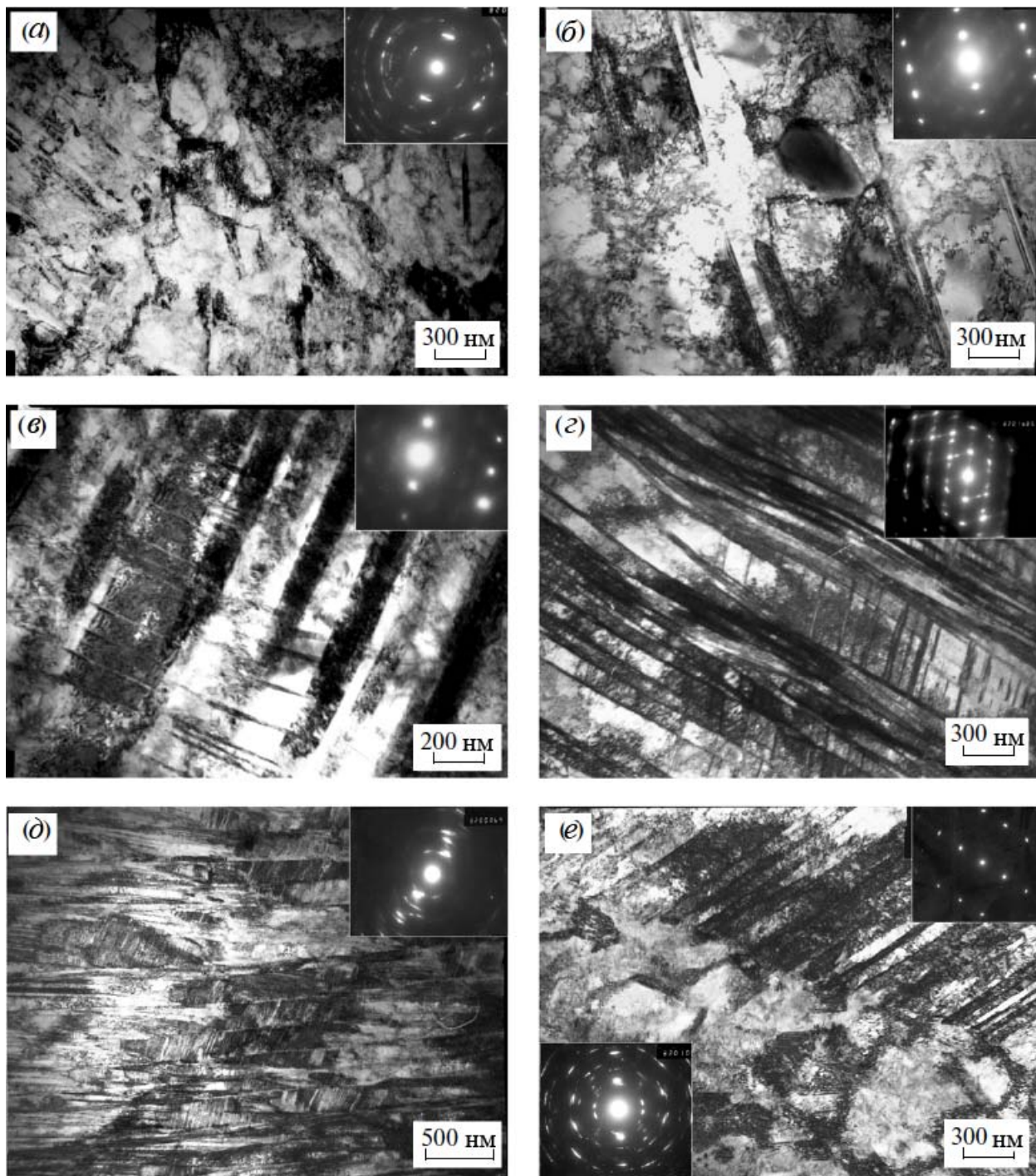


Рисунок 62 - Структура стали 08X18N10T (ПЭМ анализ) после РКУП (а-г), РКУП и нагрева при 550°C (20 час) (д, е) и последующих циклических испытаний по режиму: (а) - $\sigma_{\max}=500$ МПа; $N=2 \times 10^5$ циклов; (б, в)- 400 МПа; 8×10^5 циклов; (г)- 600 МПа; 6×10^4 циклов; (д, е)-620 МПа; 10^7 циклов. На вставках соответствующие картины микродифракции.

Из распределения разориентировок в двойникованной области, приведенного на рисунке 56 д для отрезка, указанного стрелкой на рисунке

56 з, следует, что ширина двойников с углом разориентировки, близким к 60° , составляет 50-150 нм (среднее – 90 нм), а расстояние между ними – 100 – 500 нм (среднее значение – 390 нм).

Ранее уже отмечалось, что EBSD анализом в изученных условиях выявлены двойники шириной не менее 50 нм, в то время как РЭМ и ПЭМ анализы позволяют наблюдать двойники толщиной соответственно 15-20 нм (рисунок 60 з), и 5-10 нм (рисунок 62 в-д). Таким образом, EBSD анализ, не давая точного значения плотности двойников, позволяет судить только о тенденциях изменения двойникованной структуры.

Как показал EBSD анализ, после циклической обработки стали 08X18H10T, подвергнутой РКУП и нагреву при 550°C , доля БУГ увеличивается с 76 до 85 об.%, а доля специальных границ $\Sigma 3$ – с 9 до 35 об.% (таблица 15). Причем доля БУГ возрастает не за счет границ рекристаллизованных при нагреве зерен, о чем свидетельствует небольшой пик в районе 43° , такой же, как и до циклических испытаний, а в результате интенсификации процессов двойникования в процессе циклической деформации. Именно этот фактор является основной причиной значительного повышения усталостной прочности.

В ходе ПЭМ анализа образцов после циклической обработки стали 08X18H10T, подвергнутой РКУП и нагреву при 550°C , выявлены аналогичные закономерности, что и для образцов после РКУП, вызванные «вторичным» двойникованием (рисунок 62 д). Субструктура образуется как в первичных двойниках, так и во вторичных двойниках, а в местах, свободных от двойников, формируются относительно крупные субзерна (рисунок 62 е). Появляются отдельные зерна с высокоугловыми разориентировками границ. Отмечена повышенная плотность дислокаций в двойниках. Наблюдали ОЦК фазу. Когда она образовалась, сказать трудно. Но в некоторых случаях проявления кристаллов ОЦК фазы небольшого размера, можно

предположить, что они появились в ходе мартенситного превращения при усталостных испытаниях (рисунок 62 д).

Рентгеноструктурные исследования показали увеличение доли ОЦК фазы на $\sim 3\%$ в ходе усталостных испытаний (таблица 14). Период решетки обеих фаз в ходе циклических испытаний практически не изменяется (таблица 14). С помощью EBSD анализа выявлено увеличение доли ОЦК фазы в ходе циклических испытаний с 1,4 до 8,7 об.% (таблица 15). Фазовый состав после циклической обработки стали 08X18H10T, подвергнутой РКУП и нагреву при 550°C , показан на рисунке 63. Изображение на рисунке 63 а сделано в цветах углов Эйлера, а изображение на рисунке 63 б – в цветах фаз (черный цвет – ОЦК фаза, белый цвет – ГЦК фаза). Две наклонные строчки фаз соответствуют δ – ферриту, а дисперсный мартенсит образуется в ходе циклических испытаний внутри двойников и на их пересечениях (рисунок 63), что наблюдали ранее в работах [167, 168] в ходе циклических испытаний Cr-Ni-Mn сталей.

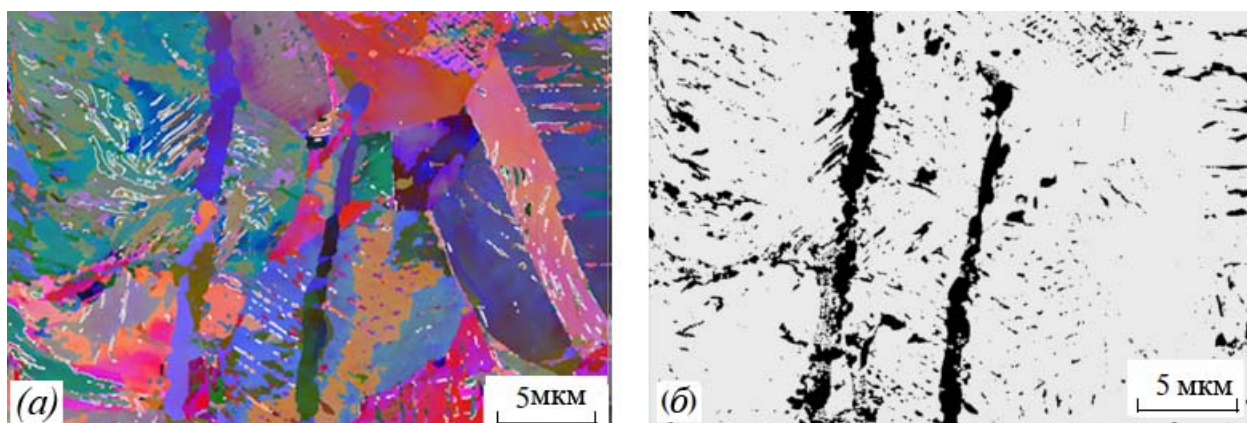


Рисунок 63 - Структура стали 08X18H10T (EBSD анализ) после РКУП и нагрева при 550°C (20 ч.) и последующих циклических испытаний ($\sigma_{\max}=700$ МПа; $N=3.5 \times 10^4$ циклов): (а,б) – изображения соответственно в цветах углов Эйлера; и в цветах фаз (черный цвет – ОЦК фаза, белый цвет – ГЦК фаза).

Более высокие характеристики усталостного разрушения образцов стали 08X18H10T после РКУП и нагрева при 550°C , чем у образцов, подвергнутых РКУП, могут быть объяснены тем, что структура стали после

РКУП является практически аустенитной. Поэтому в области многоциклового усталости дополнительное деформационное упрочнение может быть связано не только с перестройкой дислокационной структуры, дополнительным повышением плотности дислокаций и значительным увеличением плотности двойников, но и с образованием небольшого количества мартенсита деформации.

5.2.5 Выводы по разделу 5.2

1. Показано, что после равноканального углового прессования (РКУП) в аустенитной стали 08X18H10T формируется ориентированная в основном субзеренная структура с размером структурных элементов 100-250 нм и большой долей двойников деформации, а также появляется 42% пакетного мартенсита. После нагрева на 550°C, 20 ч структура становится преимущественно аустенитной с размером рекристаллизованных зерен 10-15 мкм и высокой плотностью двойников отжига.

2. В ходе циклической деформации стали 08X18H10T после исследованных обработок проходят процессы интенсивного динамического двойникования, динамического возврата, начальных стадий динамической рекристаллизации и частичного мартенситного превращения.

3. Усталостная прочность после РКУП в стали 08X18H10T повышается за счет измельчения структуры и двойникования в аустените и появления мартенсита. Наибольшие значения предела выносливости (650 МПа) получены после РКУП и нагрева на 550°C (20 ч), что обусловлено большой плотностью двойников отжига в рекристаллизованной преимущественно аустенитной матрице, интенсивным динамическим двойникованием и мартенситным превращением в ходе циклической деформации.

6 ВЛИЯНИЕ НЕЙТРОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ, МЕХАНИЧЕСКИЕ И КОРРОЗИОННЫЕ СВОЙСТВА УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТАЛИ 08X18N10T

Целью исследования, представленного в данной главе, являлось выявление изменений структурно-фазового состояния и механических свойств аустенитной коррозионностойкой стали 08X18N10T в наноструктурном состоянии после облучения нейтронами в реакторе ВВР-К.

Обработку стали осуществляли методом КГД при комнатной температуре с приложенным гидростатическим давлением 6 ГПа при числе оборотов равным пяти на образцах диаметром 10 мм и толщиной 1 мм. Толщина образцов после деформации составляла от 0,3 до 0,45 мм. Степень истинной деформации – от 6 до 6,8.

6.1 Радиационная стойкость стали

6.1.1 Электронномикроскопические исследования

Изучение микроструктуры центральной части образцов показало, что непосредственно после КГД размер структурных элементов стали 08X18N10T составлял 50 - 300 нм (рисунок 64).

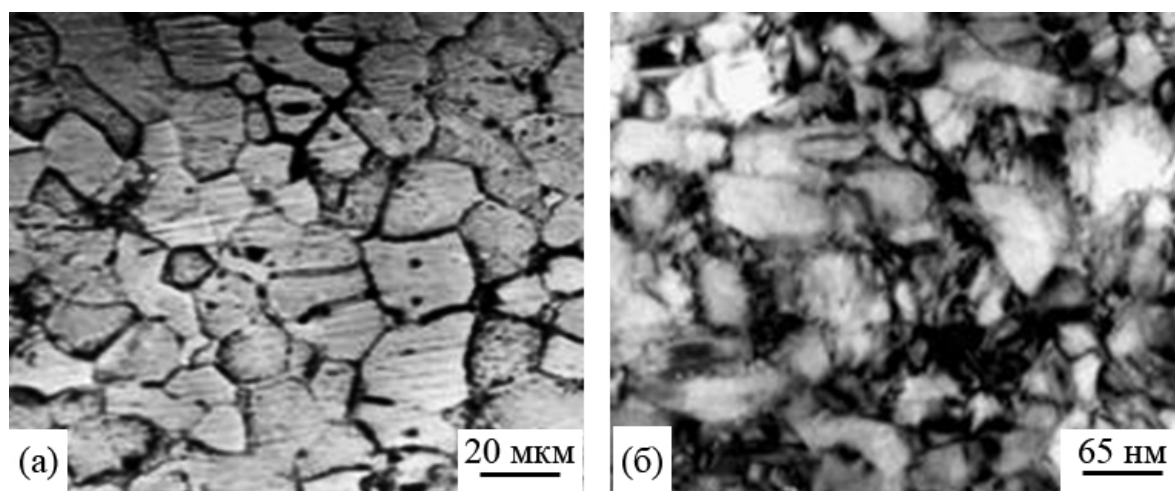


Рисунок 64 - Структура нержавеющей стали 08X18N10T в крупнозернистом (a) и УМЗ (b) состояниях

После облучения нейтронами максимальным флюенсом 2×10^{20} н/см² размер структурных элементов стали 08X18H10T после КГД сохранился: структура достаточно однородна, размеры отдельных кристаллитов изменяются в интервале от 60 до 230 нм (рисунок 65). При этом содержание мартенситной α' - фазы в центральной части диска значительно превышает содержание аустенитной фазы. По внешнему виду мартенситные кристаллиты не отличаются от аустенитных зерен. Радиационных дефектов (кластеров, петель и пр.) в структуре не выявлено.

На рисунке 66 приведена микроструктура образцов стали после, которые до облучения флюенсом 5×10^{19} н/см² подвергались предварительному нагреву при 550 °С в течение 1 часа. Как было показано в работе ранее, подобный нагрев ультрамелкозернистого состояния должен приводить к незначительному увеличению размеров зерен, возможному выделению карбидов и фазовому $\alpha \rightarrow \gamma$ превращению.

В результате нагрева и облучения в микроструктуре стали произошли существенные изменения: увеличились размеры отдельных зерен – от нано- до субмикромасштаба (рисунок 68); образовались вторичные выделения высокой концентрации - карбиды типа $M_{23}C_6$, скорее всего карбиды хрома [167]; наблюдались преимущественно аустенитные зерна, что свидетельствует о протекании $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения.

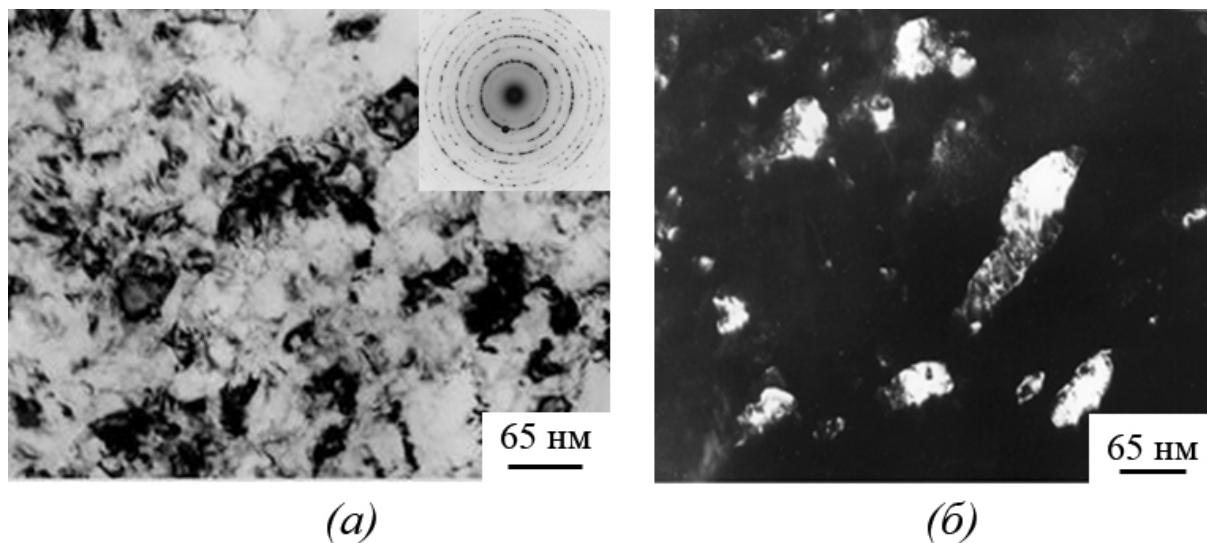


Рисунок 65 - Структура стали 08X18N10Т после КГД и облучения нейтронами (2×10^{20} н/см²) (светлопольное изображение) (а); кристаллиты α' - фазы (ОЦК) (темнопольное изображение) (б).

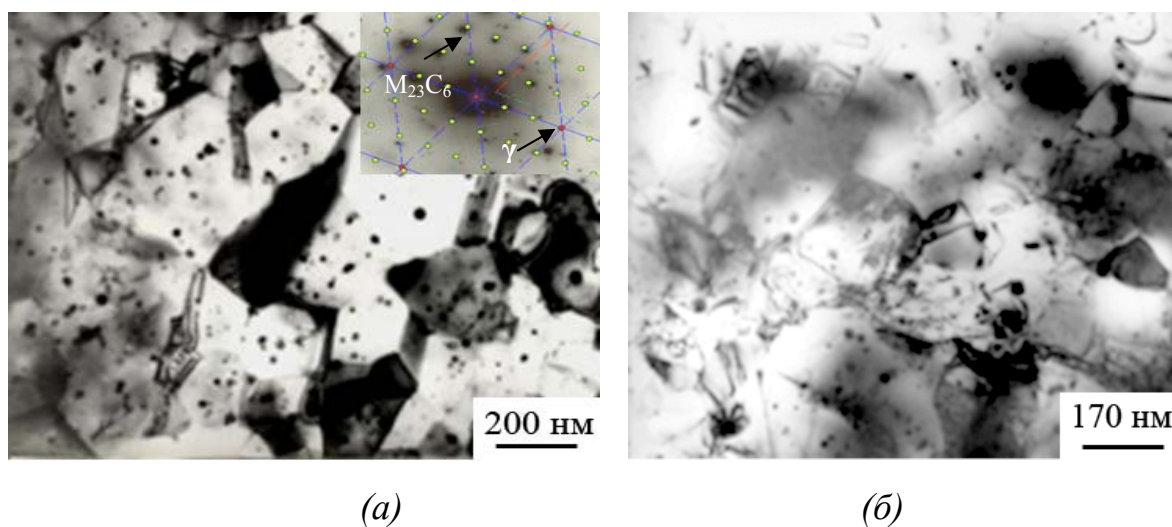


Рисунок 66 - Микроструктура стали 08X18N10Т после КГД, отжига при 550°С ($\tau=1$ ч) и облучения нейтронами до флюенса 5×10^{19} н/см² (а, б).

При этом микроструктура достаточно однородна и состоит из мелких равноосных зерен с размерами, изменяющимися в интервале 0.5–1.6 мкм, присутствуют двойники отжига (рисунок 66 а, б). Это указывает на то, что в материале прошли рекристаллизационные процессы, сопровождающиеся уменьшением субзеренных границ (то есть увеличением большеугловых границ) (первичная рекристаллизация) и некоторым ростом зерен

(собираетельная рекристаллизация). Наряду с этим, в структуре наблюдаются выделения вторичных фаз (рисунок 66) с глобулярной формой частиц, плотность которых составляет около $1.7 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-3}$, а размеры 10 - 125 нм. Видно, что наиболее крупные частицы контактируют с границами зерен, что свидетельствует об их первоначальном зарождении в приграничной области, являющейся эффективным стоком точечных дефектов. Наличие относительно крупных выделений внутри зерен, по-видимому, связано с тем, что границы (субграницы), на которых они образовались, исчезли в результате рекристаллизационных процессов. Более мелкие по размеру частицы образуются и растут на дислокациях. Расшифровка электронограмм от выделений показала, что они представляют собой фазу M_{23}C_6 с параметром решетки 1.06 нм.

В то же время микроструктура, приведенная на рисунке 65, позволяет сделать вывод, что даже максимальное облучение нейтронами до $2 \times 10^{20} \text{ н/см}^2$ не приводит к существенному изменению размера зерна и появлению хорошо различимых радиационных дефектов, которые в данных условиях облучения (низкая температура и повреждающая доза), представляют собой мелкие кластеры дефектов, практически не выявляемые при ПЭМ анализе [168]. Таким образом, увеличение размера зерна, интенсивное образование мелкодисперсных вторичных фаз (вероятнее всего, на участках, где имело место обратное превращение $\alpha' \rightarrow \gamma$) и рекристаллизационные процессы в аустенитной матрице есть прямое следствие предварительной термической обработки, а не облучения. Последующее радиационное воздействие ($5 \times 10^{19} \text{ н/см}^2$) лишь только ускоряет рост вторичных карбидов за счет некоторой интенсификации сегрегационных процессов. Следует отметить сильную реакцию холоднодеформированной стали на термообработку при относительно невысокой температуре 550°C , что можно связать с высокой плотностью запасенной энергии в наноструктурном материале. Это подтверждает график термической стабильности (зависимости

микротвердости от температуры нагрева) стали 08X18H10T после КГД, приведенный в третьей главе.

6.1.2 Определение плотности наноструктурной стали

Полученные данные плотности стальных образцов (таблица 17) показывают, что в результате перевода стали в наноструктурное состояние ее плотность снизилась на ~2%. Возможными причинами такого падения плотности являются дилатационные эффекты, связанные с наличием в материале дефектов кристаллической решетки высокой плотности в результате КГД [169,170], а также мартенситное $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращение в результате деформации.

Таблица 17 - Плотность наноструктурной стали 08X18H10T

Состояние	ρ , г/см ³	Изменение плотности $\Delta\rho$, %
Исходное	7.87	–
КГД	7.72	1.9
КГД и отжига (550°C, $\tau=1$ ч)	7.80	0.9

Как было показано выше, содержание мартенсита в нержавеющей стали после КГД при комнатной температуре может достигать 100%. Причем учитывая увеличение степени деформации вдоль радиуса от центра образца к краю, следует учитывать, что доля мартенсита тоже будет меняться. Измерение локальной намагниченности стальных образцов от центра к периферии показало, что зоны повышенного содержания α' -мартенсита чередуются с зонами, где содержание α' фазы на ~16 об.% ниже. В результате отжига (550°C, $\tau=1$ ч) плотность холодно-деформированного материала повысилась до 7.80 г/см³, что всего на 0.9% меньше исходного значения.

6.1.3 Исследование микротвердости облученной наноструктурной стали 08X18H10T

На рисунке 67 приведены данные по распределению величин микротвердости по радиусу диска необлученной и облученной стали 08X18H10T после КГД. Видно, что микротвердость образцов минимальна в центре, где деформация минимальна, и возрастает к краю образца, где степень деформация несколько больше. При сравнении результатов до и после облучения, принимая во внимание погрешность измерений, установлено, что значения микротвердости в результате воздействия нейтронов практически не изменились.

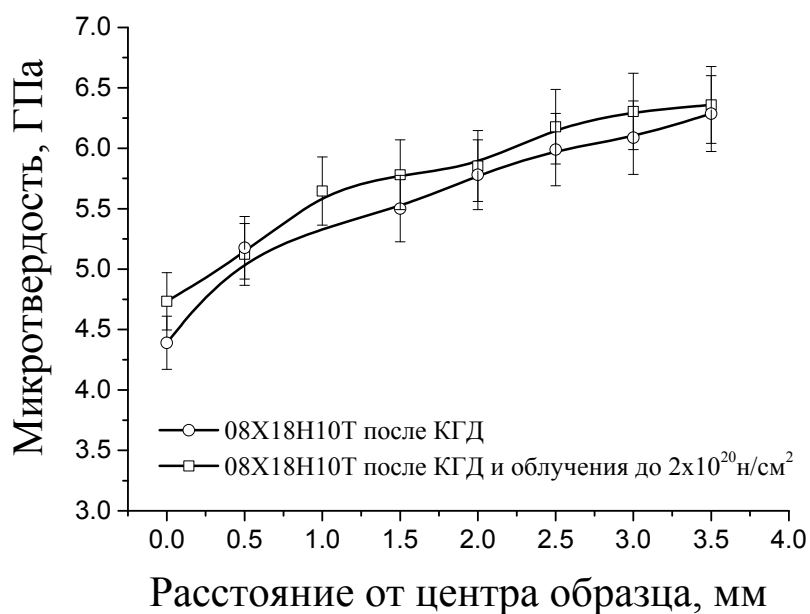


Рисунок 67 - Зависимость величины микротвердости от расстояния до центра образца для необлученной и облученной стали 08X18H10T после КГД.

6.1.4 Результаты механических испытаний по методу Shear-Punch наноструктурной стали 08X18H10T

Диаграммы в координатах «нагрузка, кгс - перемещение пуансона, мм», полученные в результате испытаний по методу Shear-Punch показаны на рисунке 68. В таблице 18 приведены значения предела текучести «на сдвиг»

(τ) и условного предела текучести при одноосном растяжении ($\sigma_{0.2}$), полученные с использованием ранее выведенной корреляционной зависимости « $\sigma_{0.2} - \tau_T$ ». Как следует из таблицы 18, предел текучести наноструктурной стали в результате нейтронного облучения практически не изменился по сравнению с его величиной до облучения.

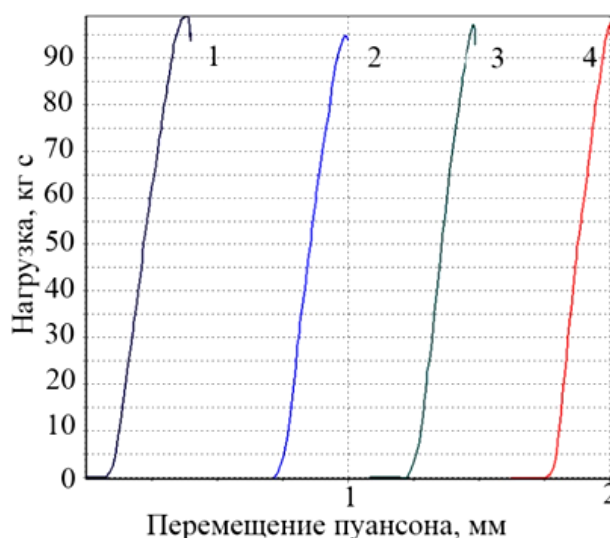


Рисунок 68 - Кривые в координатах «нагрузка, кг с– перемещение пуансона, мм» по методу Shear-Punch (обозначения образцов см. в таблице 18).

Таблица 18 - Влияние нейтронного облучения на предел текучести наноструктурной стали 08X18H10T

Код образца	Состояние	Флюенс, н/см ²	τ_T , кг/мм ²	$\sigma_{0.2}$, МПа
Исх.	КГД	0	75	1400±140
1.	КГД + отжиг 550°C, $\tau=1$ ч	$2 \cdot 10^{20}$	78	1460±140
2.	КГД + отжиг 550°C, $\tau=1$ ч	$5 \cdot 10^{19}$	76	1400±140
3.	КГД	$2 \cdot 10^{20}$	77	1440±140
4.	КГД	$5 \cdot 10^{19}$	70	1280±140

Результаты механических испытаний образцов после облучения, не выходят за пределы разброса, ожидаемого при Shear-Punch-испытаниях (5-8%). Полученные данные свидетельствуют о высокой стойкости наноструктурной стали под облучением.

6.1.5 Обратное мартенситное $\alpha' \rightarrow \gamma$ - превращение при отжиге наноструктурной стали 08X18H10T

Образцы стали после КГД и после отжига с последующим облучением нейтронами до $5 \cdot 10^{19}$ н/см² подвергали нагреву в интервале температур 400-800 °С с выдержкой 30 минут с последующим охлаждением на воздухе. Снижение содержания α' -мартенсита в обоих образцах при температурах отжига более 500°С соответствует падению микротвердости, которое наблюдается на рисунке 69.

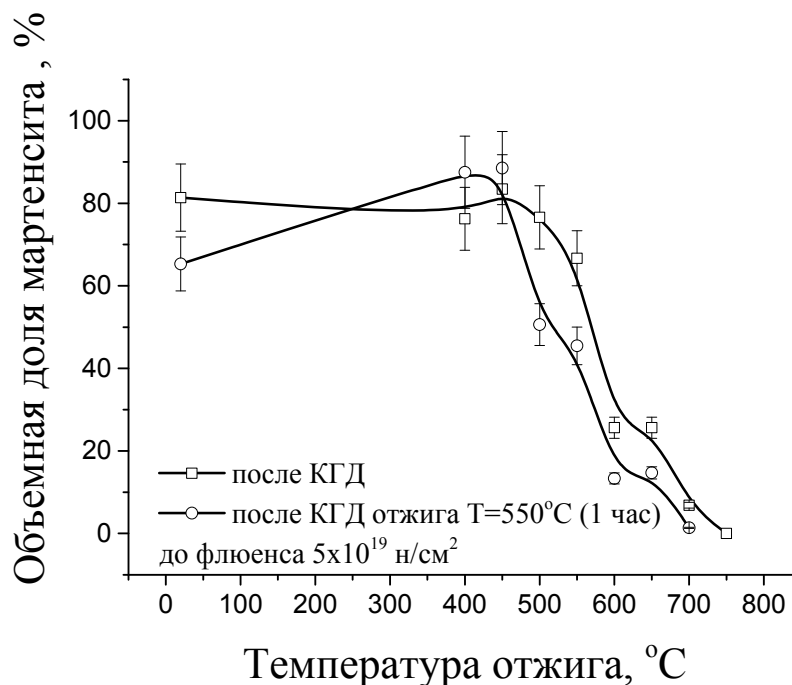


Рисунок 69 - Зависимость объемного содержания α' -фазы стали 08X18H10T после КГД от температуры отжига.

Металлографические исследования показали, что в результате высокотемпературного отжига при 800°С в аустенитной структуре стали обозначились карбонитриды титана (размером 5-10 мкм), а по границам (скорее всего бывших аустенитных зерен) произошло выделение дисперсных карбидов хрома.

6.2 Коррозионная стойкость облученной стали 08X18H10T в наноструктурном и крупнозернистом состояниях

Показателем коррозионной стойкости стали в работе служило отношение потерь веса образца за время его нахождения в агрессивном растворе 5% FeCl₃ к площади поверхности, а также скорость коррозии, которая определялась как отношение удельной величины изменения массы образцов к времени коррозии. На рисунке 70 приведены сравнительные результаты по изменению потерь массы образцов стали 08X18H10T после КГД и образцов в крупнозернистом состоянии в зависимости от времени выдержки в агрессивном растворе. Видно, что потери массы образцов в крупнозернистом состоянии (кривая 1, рисунок 70 а) меньше потерь массы образцов после КГД (кривая 2, рисунок 70 а), и значительно меньше, чем у образцов после КГД, отожженных при 550°С с выдержкой 1 час (кривая 3, рисунок 70 а).

На рисунке 70 б приведены данные по изменению скорости коррозии. Показатели скорости коррозии изменяются по кривой, близкой к экспоненциальной зависимости. Скорость коррозии образца после КГД выше скорости коррозии образца в крупнозернистом состоянии, причем с увеличением времени коррозии это различие уменьшается (кривые 1 и 2, рисунок 70 б). Скорость коррозии образца после КГД с последующим отжигом максимальна (кривая 3, рисунок 70 б). Различие в коррозионной стойкости образцов в исходном состоянии и образцов после КГД как без нагрева, так и с нагревом, можно объяснить влиянием границ зерен, как зон с повышенной дефектностью. Наличие карбидов хрома типа M₂₃C₆ также приводит к снижению коррозионной стойкости материала.

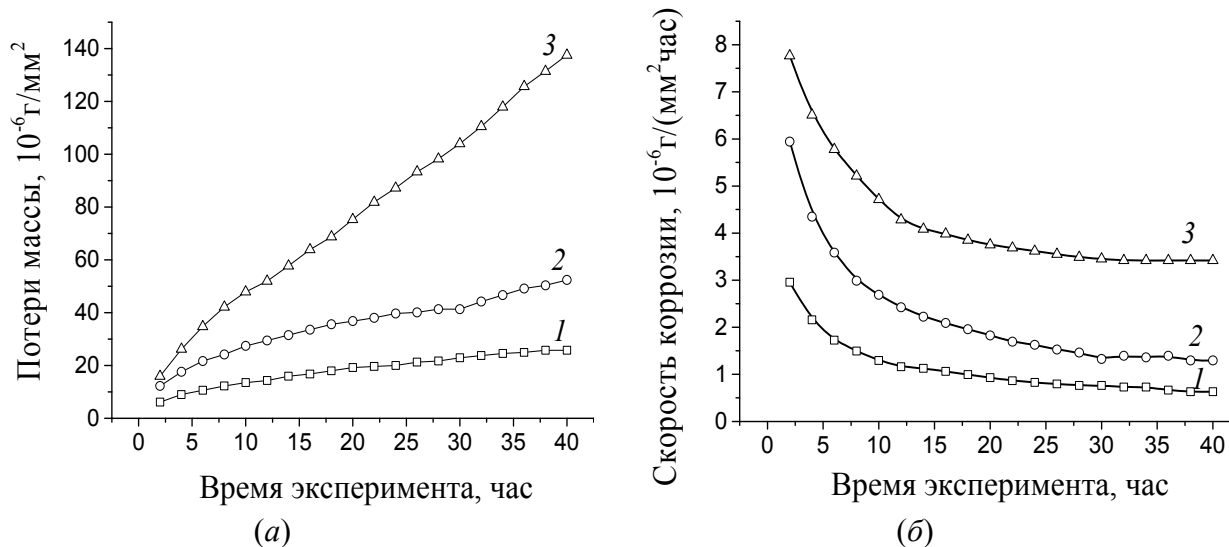


Рисунок 70 - Зависимость величины потери массы (а) и скорости коррозии (б) стали 08X18H10T в крупнозернистом состоянии (40-50 мкм) (1), стали 08X18H10T после КГД (2), а также после КГД и последующего отжига при 550°C ($\tau=1$ ч) (3).

Результаты исследования влияния нейтронного облучения на коррозионную стойкость аустенитной коррозионностойкой стали 08X18H10T после КГД приведены на рисунке 71. Устойчивость к коррозии образцов после КГД и облучения потоком нейтронов с флюенсом 2×10^{20} н/см² резко снизилась и значительно возросла скорость коррозии этих образцов. Термическая обработка наноструктурного материала перед облучением еще сильнее снижает его коррозионную стойкость (рисунок 71а, кривые 1,3 и 4). Скорость коррозии образцов стали 08X18H10T после КГД и отжига самая высокая (рисунок 71б, кривые 3 и 4). Следует отметить особенность зависимости скорости коррозии облученных образцов. Если для образцов без облучения кривые скорости коррозии изменяются по зависимости, близкой к экспоненциальной, то в облученных образцах скорость коррозии сначала уменьшается, а после времени коррозии 15 часов начинает увеличиваться. Данный эффект, вероятно, связан с особенностями микроструктуры, которые определяются процессами укрупнения выделений внутри зерен, в том числе

появлении и росте карбидной фазы, изменении и исчезновении субграниц, развитии процессов собирательной рекристаллизации.

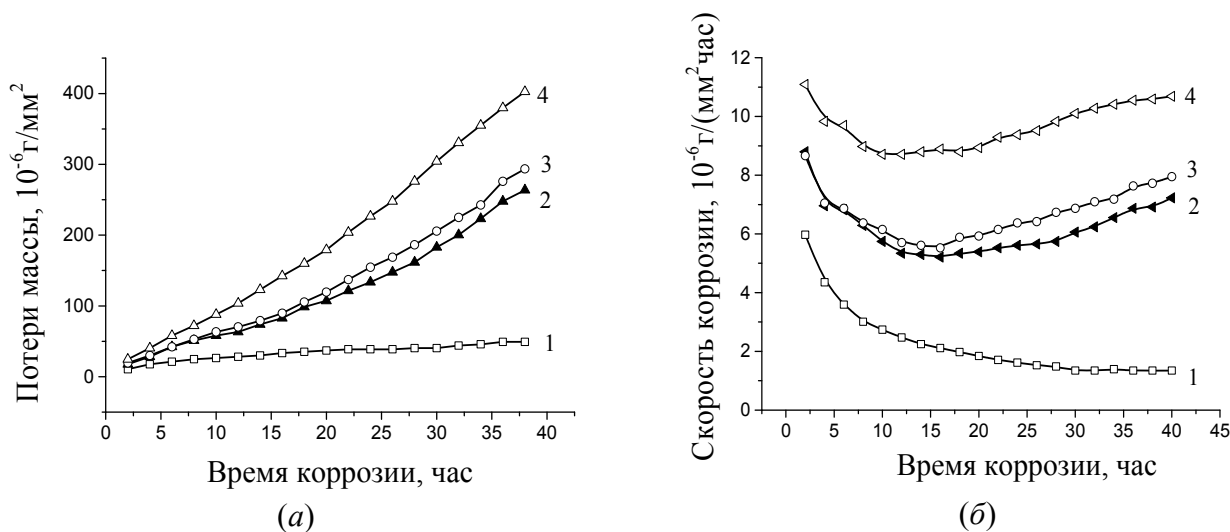
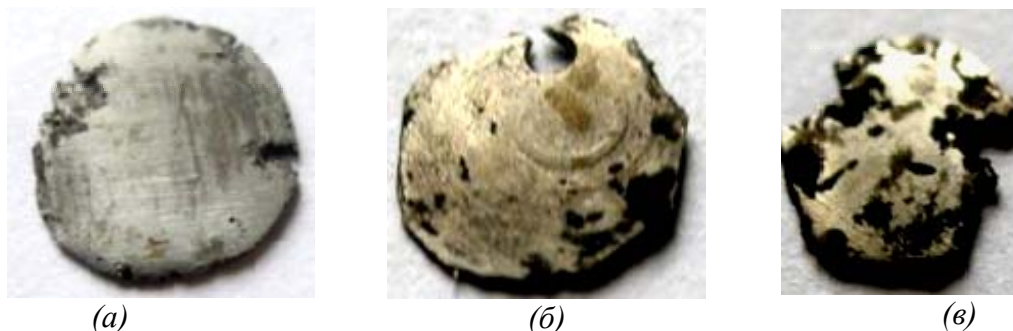


Рисунок 71 - Зависимость потери массы образцов (а) и скорости коррозии (б) стали 08X18N10T после КГД в растворе FeCl_3 без облучения (1), после облучения нейтронами до флюенса 2×10^{20} н/см² (2), после отжига при 550°С и облучение (5×10^{19} н/см²) (3), после отжига при 550°С и облучение (2×10^{20} н/см²) (4).

На рисунке 72 приведено изображение образцов после коррозии. Видно, что после отжига и облучения образцы корродировали сильнее. Облучение до высоких значений флюенса $2 \cdot 10^{20}$ н/см² усилили склонность стали 08X18N10T к коррозии. При этом во всех случаях процесс коррозии начинался и протекал наиболее интенсивно на краях образцов. Ранее было отмечено, что согласно замерам микротвердости, исследованные образцы являются неоднородными – величина микротвердости в центре существенно ниже, чем на периферии, что соответствует увеличению степени деформации при удалении от центра и меньшему размеру структурных элементов на краю образца.



(a) – необлученный; (б) – отожженный при 550°С и облученный до флюенса 5×10^{19} н/см²;
 (в) – отожженный при 550°С и облученный до флюенса $2 \cdot 10^{20}$ н/см².

Рисунок 72 - Внешний вид наноструктурных образцов стали 08X18H10Т после 40 часов пребывания в 5%-м растворе FeCl₃

Таким образом, проведенные исследования позволили установить, что облучение наноструктурного материала уменьшает его коррозионную стойкость в хлорсодержащей среде. Термическая обработка наноструктурной стали 08X18H10Т (отжиг при 550°С с выдержкой 1 час) приводит к резкому снижению сопротивления материала коррозии. Для установления причин изменения коррозионной стойкости стали 08X18H10Т требуется проведение дополнительных исследований, например, с использованием метода электрохимических потенциалов.

6.3 Выводы по главе 6

1. После КГД стали 08X18H10Т в изученных условиях сформировалась УМЗ структура с размером структурных элементов 50 - 300 нм.

2. В результате исследования влияния нейтронного облучения на изменение структуры стали 08X18H10Т показано, что при облучении вплоть до флюенса 2×10^{20} н/см² (~0.05 сна) размер структурных элементов, полученный при КГД сохранился, а радиационных дефектов (кластеров, петель и пр.) в структуре выявлено не было.

3. Результаты механических испытаний образцов по методу Shear-Punch показали, что прочность облученного материала практически не

изменяется, что свидетельствует о высокой стойкости УМЗ стали 08X18H10T под облучением нейтронами до флюенса 2×10^{20} н/см².

4. Облучение наноструктурного материала нейтронами до флюенса 2×10^{20} н/см² понижает его коррозионную стойкость в хлорсодержащей среде, особенно, после нагрева (550°C , $\tau=1$ ч).

ВЫВОДЫ

1. Изучены закономерности формирования структуры аустенитной стали 08X18H10T при кручении под гидростатическим давлением (КГД) 6 ГПа при комнатной температуре. При КГД с истинной степенью деформации 6,4 получена преимущественно равноосная структура со средним размером зерна 60 нм. Выявлено протекание в стали 08X18H10T мартенситных α - и ε - превращений в ходе КГД при комнатной температуре. Превращения не идут до конца. Количество мартенсита достигает 80%. Интенсивность превращений уменьшается с увеличением степени деформации.
2. Обосновано проведение КГД в интервале температур 300-500°C, то есть выше температуры образования мартенсита деформации для получения полностью аустенитного состояния в УМЗ стали 08X18H10T. Впервые получен высокий комплекс механических свойств в аустенитной стали 08X18H10T с размером зерна 85-125 нм: предел текучести 1640- 1740 МПа при удлинении 6-10 %.
3. Получено полностью аустенитное состояние в наноструктурной стали 08X18H10T (размер зерна 60 нм) при ступенчатой деформации с понижением температуры КГД: 450 \rightarrow 300 \rightarrow 200°C. Выявлено, что уменьшение размера зерна приводит к понижению температуры появления мартенсита деформации и сдвигает ее в область отрицательных температур.
4. Определены особенности структурно-фазовых превращений в ходе равноканального углового прессования (РКУП) при комнатной температуре в аустенитной стали 08X18H10T. Выявлено частичное мартенситное превращение (45%), формирование субмикроструктурной ориентированной структуры с расстоянием между границами 100-250 нм и большим количеством двойников.

Полученная структура определила сильное деформационное упрочнение: предел текучести = 1315 МПа при удлинении 11%. РКУП стали 08X18H10T при температуре деформации 400°C приводит к формированию субмикроструктурной структуры в полностью аустенитной матрице с размером структурных элементов 200-300 нм и пределом текучести 860 МПа при удлинении 27 %.

5. Проведены комплексные исследования эволюции структуры УМЗ стали 08X18H10T в ходе циклической деформации методами рентгеноструктурного анализа, электронной просвечивающей и сканирующей микроскопии и метода обратно отраженных электронов (EBSD -анализ). В ходе циклической деформации стали 08X18H10T после исследованных обработок выявлены процессы интенсивного вторичного динамического двойникования, динамического возврата, увеличение доли большеугловых границ и частичное мартенситное превращение.
6. Установлено, что усталостная прочность субмикроструктурной хромоникелевой стали 08X18H10T повышается за счет измельчения структуры и двойникования в аустените в ходе РКУП, а также за счет интенсивного динамического двойникования, измельчения зеренной структуры, частичного мартенситного превращения и увеличения доли большеугловых границ в ходе циклической деформации.
7. Выявлено значительное повышение предела усталости (650 МПа) стали 08X18H10T после РКУП и нагрева на 550°C с выдержкой 20 часов за счет большой плотности двойников отжига в рекристаллизованной преимущественно аустенитной матрице (размер зерна ~ 15 мкм).
8. Обнаружено, что нейтронное облучение УМЗ стали 08X18H10T вплоть до флюенса 2×10^{20} н/см² (~0.05 сна) не приводит к появлению дефектов радиационного происхождения с сохранением прочностных свойств материала после облучения. Вместе с тем, облучение

ультрамелкозернистого материала нейтронами до флюенса 2×10^{20} н/см² понижает его коррозионную стойкость в хлорсодержащей среде, особенно, после нагрева на 550°C с выдержкой $\tau=1$ ч.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Список статей в рецензируемых журналах, рекомендуемых ВАК:

1. Rybal'chenko, O.V. Strength of Ultra-grained Corrosion-resistant Steels after Severe Plastic Deformation [Текст] / *Rybal'chenko O.V., Dobatkin S.V., Kaputkina L.M., Raab G.I., Krasilnikov N.A.*// Mat. Sci. Eng. A.-2004. - V.387-389. -P. 244-248.
2. Добаткин, С.В. Формирование субмикроструктурной структуры в аустенитной стали 08X18H10T при РКУ прессовании и нагреве [Текст] /Добаткин С.В., Рыбальченко О.В., Рааб Г.И. // Металлы. -2006. -№ 1. -С. 48-54.
3. Dobatkin, S.V. Structure formation, phase transformations and properties in Cr–Ni austenitic steel after equal-channel angular pressing and heating [Текст]/ Dobatkin S.V., *Rybal'chenko O.V.*, Raab G.I. // Mat. Sci. Eng. A. - 2007. -V. 463. -P. 41–45.
4. Терентьев, В.Ф. Усталостная прочность аустенитной стали X18H10T после равноканального углового прессования [Текст] /Терентьев В.Ф., Добаткин С.В., Просвирнин Д.В., Банных И.О., Рыбальченко О.В., Рааб Г.И. //Деформация и разрушение материалов. -2008. -№ 10. -С. 30-38.
5. Добаткин, С.В. Фазовые и структурные превращения в коррозионно-стойких сталях после сдвига под давлением и нагрева [Текст] / Добаткин С.В., Капуткина Л.М., Рыбальченко О.В., Комлев В.С. // Металлы. -2012. -№ 5. -С. 28-37.
6. Добаткин, С.В. Структура и усталостная прочность стали 08X18H10T после равноканального углового прессования и нагрева [Текст] \

Добаткин С.В., Терентьев В.Ф., Скротцки В., Рыбальченко О.В., Панкова М.Н., Просвирнин Д.В., Золотарев Е.В. [Текст] // *Металлы*. -2012. -№6. -С. 45-55.

7. Dobatkin, S. Structure and Fatigue Properties of Cr-Ni-Ti Austenitic Steel after Equal Channel Angular Pressing [Текст] / Dobatkin S., Skrotzki W., Terent'ev V., *Rybalchenko O.*, Belyakov A., Prosvirnin D., Zolotarev E.// *Materials Science Forum*. -2013. -P. 343-348.

Список статей в сборниках:

1. Dobatkin, S.V. Nanocrystalline Structure of Steels After Severe Plastic Deformation [Текст] / Valiev R.Z., Kaputkina L.M., Krasilnikov N.A., Sukhostavskaya O.V., V.S. Komlev.// *Scientific proceedings Second International Congress Mechanical engineering technologies '99*, -Sofia, Bulgaria, September, 16-18, 1999, -P. 85-87.
2. Dobatkin, S.V. Recrystallization of Steels with Submicrocrystalline Structure [Текст] /Dobatkin S.V., Valiev R Z., Kaputkina L.M., Krasilnikov N.A., Sukhostavskaya O.V., Komlev V.S.// *Fourth International Conference on Recrystallization and Related Phenomena, JIM*, -Tsukuba, Japan, 1999. - P.907–912.
3. Добаткин, С.В. Повышение механических и эксплуатационных свойств ультрамелкозернистых металлических материалов, полученных интенсивной пластической деформацией [Текст] / Добаткин С.В., Рыбальченко О.В., Бочвар Н.Р., Шаньгина Д.В., Страумал П.Б. // *Сб. научных трудов «Институт металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН — 75 лет»*, -М.: Интерконтакт Наука, 2013.-С. 589.

Список тезисов конференций:

1. Valiev, R.Z. Structure and properties evolution of metallic materials during high deformation [Текст] / Valiev R.Z., Dobatkin S.V., Капыткина L.M., Krasilnikov N.A., Kazakov M.A., Sukhostavskaya O.V. // Abstracts of International scientific and engineering Conference “High Technologies in Advanced Materials Science and Engineering” May, 27-28, 1997, -Saint – Petersburg, 1997.
2. Valiev, R.Z. Submicrorystalline Structure and Microhardness of Corrosion Resistant Steels after Severe Plastic Deformation [Текст] / Valiev R.Z., Dobatkin S.V., Капыткина L.M., Krasilnikov N.A., Kazakov M.A., Sukhostavskaya O.V. // International Conference on Growing and Physics of Crystals named by M.P. Shaskolskaya, Book of Abstract. -Moscow, November, 17-19, 1998.
3. Valiev, R.Z. Microhardness and Submicrocrystalline Structure of Stainless Steel Obtained by Severe Plastic Deformation [Текст] / Valiev R.Z., Dobatkin S.V., Капыткина L.M., Krasilnikov N.A., Kazakov M.A., Sukhostavskaya O.V. // Fourth International Conference on Nanostructured Materials “NANO’98”, Book of Abstract. -Stockholm, Sweden, June, 14-19, 1998.
4. Valiev, R.Z. Structure of Steels after Severe Plastic Deformation [Текст] / Valiev R.Z., Dobatkin S.V., Капыткина L.M., Krasilnikov N.A., Sukhostavskaya O.V., Komlev V.S. // Abstracts of NATO Advanced Research Workshop. Investigation and Application of Severe Plastic Deformation - Moscow, Russia, August, 2-6, 1999.
5. Добаткин, С.В. Формирование субмикроструктурной структуры в аустенитной стали 08Х18Н10Т при РКУ прессовании и нагреве [Текст] / Добаткин С.В., Рыбальченко О.В., Рааб Г.И. // Сборник материалов I-й

- Всероссийской конференции по наноматериалам. ИМЕТ РАН. -Москва, 16-17 декабря 2004, -С.144.
6. Рыбальченко, О.В. Анализ текстуры коррозионностойких аустенитной и ферритной сталей после интенсивной пластической деформации кручением и последующего нагрева [Текст] / Рыбальченко О.В. //Сборник трудов ежегодной конференции молодых специалистов ИМЕТ им А.А. Байкова РАН. ИМЕТ РАН. -Москва, 6-8 декабря 2005, - М: Интерконтакт Наука. - 2005.-С. 70-72.
 7. Rybalchenko, O.V. Texture Changes in Corrosion-Resistant Steels upon Severe Plastic Deformation by Torsion and Heating [Текст] / Rybalchenko O.V., Dobatkin S.V., Kaputkina L.M // Summaries of lectures of the 8-th International Symposium of Croatian metallurgical society, -Shibenik, Croatia, 22-26.06.2008. Metalurgija (Metallurgy). -Vol.47. -№3. -P.248.
 8. Terentjev, V. Cyclic Strength of the 0.07%C-17.3%Cr-9.2%Ni Austenitic Steel After Equal Channel Angular Pressing [Текст] / Terentjev V., Dobatkin S., Prosvirnin D., Bannykh I., Raab G., Rybalchenko O. // Abstracts of the Second International Symposium “Bulk Nanostructured Materials: from fundamentals to innovations”, -Ufa, Russia, September, 22-26, 2009, -P.317-318.
 9. Терентьев, В.Ф. Статическая и усталостная прочность аустенитной стали 08X18H10T после равноканального углового прессования [Текст] / Терентьев В.Ф., Добаткин С.В., Просвирнин Д.В., Банных И.О., Рыбальченко О.В., Рааб Г.И. // Москва, ИМЕТ РАН, 12-15 октября 2009, -М: Интерконтакт Наука, -2009. -том 1. -С. 242-243.
 10. Terent'ev, V. Fatigue Strength of the 0.07%C-17.3%Cr-9.2%Ni Austenitic Steel after Equal Channel Angular Pressing [Текст] / Terent'ev V., Dobatkin S., Prosvirnin D., Pankova M.N., Bannykh I., Raab G., Rybaltchenko O. // Summaries of lectures of 9th International Symposium of Croation

- Metallurgical Society. -Sibenik, Croatia, June 20-24, 2010 Metallurgija, - 2010. -Vol.49. -№3. -P.229.
11. Добаткин, С.В. Структурно-фазовое состояние и свойства стали 08X18H10T после сдвига под давлением в интервале $T = 20-500^{\circ}\text{C}$ [Текст] / Добаткин С.В., Валиев Р.З., Капуткина Л.М., Панкова М.Н., Рыбальченко О.В., Абрамова М.М. // Сборник материалов IV-й Всероссийской конференции по наноматериалам, ИМЕТ РАН, -Москва, 01-04.03. 2011. -С.384.
 12. Терентьев, В.Ф. Усталостная прочность стали X18H10T после равноканального углового прессования и последующего нагрева [Текст] / Терентьев В.Ф., Добаткин С.В., Просвирнин Д.В., Рыбальченко О.В., Рааб Г.И. // Сборник материалов IV-й Всероссийской конференции по наноматериалам, ИМЕТ РАН, -Москва, 01-04.03. 2011. -С.383.
 13. Добаткин, С.В. Влияние нагрева после равноканального углового прессования стали X18H10T на циклическую прочность [Текст] / Добаткин С.В., Терентьев В.Ф., Рыбальченко О.В., Просвирнин Д.В., Рааб Г.И. // Сборник материалов 4-ой Международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», ИМЕТ РАН. -Москва, Россия, 25-28 октября 2011. - С. 177-179.
 14. Добаткин, С.В. Структура и свойства аустенитных сталей 08X18H10T И ASTM F 138 после кручения под гидростатическим давлением в интервале температур $300-500^{\circ}\text{C}$ [Текст] / Добаткин С.В., Клиауга А., Рыбальченко О.В., Панкова М.Н., Шарипова К.А. // Тезисы научно-технического семинара «Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов». НИТУ «МИСиС». –Москва, 26-28 октября 2011. -С.55.
 15. Dobatkin, S.V. Structure and Phase States of 0.08%C-18%Cr-10%Ni-Ti Stainless Steel after High-Pressure Torsion at $T=20-500^{\circ}\text{C}$ [Текст] / Dobatkin S.V., Rybalchenko O.V., Pankova M.N., Sharipova K.A.

- //Summaries of Lectures of The 10th International Symposium of Croatian Metallurgical Society “Materials and Metallurgy” -Sibenik, Croatia, June, 17-21, 2012./ Metallurgija. -2012. - Vol.51. -№3. -P.421.
- 16.Dobatkin, S.V. Structure of Austenitic Steels after High Pressure Torsion at the Temperatures 300-500 °C [Текст] / Dobatkin S.V., Valiev R.Z., Kliauga A., Rybalchenko O.V., Abramova M.M. // Book of abstracts of 19th International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials (ISMANAM 2012), 18-22 June, 2012, Moscow, Russia.–Moscow: MISiS, 2012. -P. 134.
 - 17.Dobatkin, S.V. Structure and Martensitic Transformations in Austenitic 0.08% C-18% Cr-10% Ni-0.7% Ti Steel During Severe Plastic Deformation [Текст] / Dobatkin S.V., Valiev R.Z., Rybalchenko O.V., Pankova M.N., Enikeev N., Abramova M.M. // Book of Abstracts of 9 th European Symposium on Martensitic Transformations (ESOMAT 2012). -Saint-Petersburg, Russia, September, 9-16, 2012. -P 102.
 - 18.Dobatkin, S.V. Structure and Properties of the Stainless Cr-Ni-Ti Steel after High Pressure Torsion at T= 300-500°C [Текст] / Dobatkin S.V., Valiev R.Z., Rybalchenko O.V., Murashkin M.Yu. // Abstracts of the Seventh International Symposium on Ultrafine Grained Materials. 141-st Annual TMS Meeting. -Orlando, Florida, USA, March, 11-15, 2012. -P. 291.
 - 19.Добаткин, С.В. Структурно – фазовые состояния и механические свойства нержавеющей стали 08X18Н10Т после интенсивной пластической деформации [Текст] / Добаткин С.В., Рыбальченко О.В. // Тезисы VII Международной конференции, посвященной 110 – летию со дня рождения академика Г.В. Курдюмова «Фазовые превращения и прочность кристаллов», -Черноголовка, 30 октября -2 ноября 2012. - С.143.
 - 20.Рыбальченко, О.В. Структура и усталостные свойства аустенитной стали после равноканального углового прессования и нагрева [Текст] /

- Рыбальченко О.В., Добаткин С.В., Скротцки В., Терентьев В.Ф., Беляков А.Н., Просвирнин Д.В., Золотарев Е.В. // Сборник трудов 10-ой Международной научно-технической конференции «Современные металлические материалы и технологии» (СММТ'13). -Санкт-Петербург, 25-29 июня 2013. -Издательство Политехнического университета. - Санкт - Петербург. -2013. -С. 477.
- 21.Рыбальченко, О.В. Структура и свойства аустенитной стали 08X18H10T после равноканального углового прессования и циклических испытаний [Текст] / Рыбальченко О.В., Терентьев В.Ф., Беляков А.Н., Рааб Г.И., Просвирнин Д.В., Скротцки В., Добаткин С.В. // Сборник материалов V-ой Всероссийской конференции по наноматериалам «НАНО 2013», -М.: ИМЕТ РАН. -2013. -С. 273-274.
- 22.Рыбальченко, О.В. Особенности структуры и свойств аустенитной стали 08X18H10T после равноканального углового прессования и циклических испытаний [Текст] / Рыбальченко О.В., Терентьев В.Ф., Беляков А.Н., Рааб Г.И., Просвирнин Д.В., Скротцки В., Добаткин С.В. // Тезисы V-ой Международной конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов». -ИМЕТ РАН. –Москва. -2013. -С. 200-202.
- 23.Терентьев, В.Ф. Влияние равноканального углового прессования на механические свойства аустенитной стали ASTM F138 [Текст] / Терентьев В.Ф., Добаткин С.В., Клиауга А., Рыбальченко О.В., Просвирнин Д.В. // Тезисы V-ой Международной конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов». ИМЕТ РАН. –Москва. -2013. -С. 209-212.
- 24.Rybalchenko, O.V. Structure and Properties in Austenitic 0.08% C-18% Cr-10% Ni-0.7% Ti Steel after High Pressure Torsion [Текст] / Rybalchenko O.V., Dobatkin S.V., Enikeev N., Abramova M. // Book of Abstract THERMEC-2013, -Las-Vegas, USA, 2-6.12.2013.

25. Dobatkin, S.V. Structure and Fatigue Properties of Cr-Ni-Ti Austenitic Steel after Equal Channel Angular Pressing and Heating [Текст] / Dobatkin S.V., Skrotzki W., Terent'ev V.F., Rybalchenko O.V., Belyakov A.N., Prosvirnin D.V., Zolotarev E.V. // Book of Abstract THERMEC-2013, -Las-Vegas, USA, December, 2-6, 2013.
26. Рыбальченко, О.В. Влияние структурообразования в ходе равноканального углового прессования и последующей циклической обработки на усталостные свойства стали 08X18H10T [Текст] / Рыбальченко О.В., Терентьев В.Ф., Просвирнин Д.В., Беляков А.Н., Добаткин С.В. // Тезисы Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур». НИТУ «МИСиС». - Москва, Россия, 22-24 апреля 2014.
27. Рыбальченко, О.В. Влияние структурообразования в ходе РКУП и циклических испытаний на усталостную прочность стали 08X18H10T [Текст] / Рыбальченко О.В., Терентьев В.Ф., Просвирнин Д.В., Беляков А.Н., Скротцки В., Добаткин С.В. // Сборник материалов научных чтений им. чл.-корр. РАН И.А. Одингга «Механические свойства современных конструкционных материалов» ИМЕТ РАН. - Москва, Россия, 4-5 сентября 2014.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. *Сегал В.М.* Процессы пластического структурообразования металлов [Текст] / Сегал В.М., Резников В.И., Копылов В.И., Павлик Д.А., Малышев В.Ф.- Минск: Наука и техника, 1994. -231 с.
2. *Valiev, R.Z.* Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement [Текст] / Valiev R.Z., Langdon T.G. // Prog. Mater. Sci. 51 - 2006. -P. 881-981
3. *Бриджмен, П.В.* Исследование больших пластических деформаций и разрыва [Текст] / Бриджмен П.В. - М: ИЛ, 1955.-444 с.
4. *Zhilyaev, A.P.* Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications / Zhilyaev A.P., Langdon T.G. // Progress in Materials Science. -Vol. 53(6). -2008.- P. 893-979
5. *Salischev, G.* Formation of submicrocrystalline structure in AlTi and Ti₃Al intermetallics via hot working. [Текст] / G. Salischev, R. Imaev, V. Imaev et al. // Investigations and Applications of Severe Plastic deformation / Ed. T.C. Lowe and R.Z.Valiev. NATO Science Series, 3.High Technology-Vol.80, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, -2000. -P. 49-56.
6. *Beygelzimer, Y.* A new severe plastic deformation method: Twist Extrusion [Текст] / Y. Beygelzimer, D.Orlov, V.Varyukhin // Ultrafine Grained Materials II / Ed. by Y.T. Zhu, T.G. Langdon, R.S. Mishra, S. L. Semiatin, M.J. Saran and T. C.Lowe. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2002. P.297-304.
7. *Saito, Y.* Novel ultra-high straining process for bulk materials - development of the accumulative roll-bonding (ARB) process [Текст] / Y.Saito, H. Utsunomiya, N.Tsuji, T.Sakai. // Acta Mater. -1999. -V.47. -P.579-583.
8. *Kim, W.J.* Micro-extrusion of ECAP processed magnesium alloy for production of high strength magnesium micro-gears [Текст] / Kim W.J., Sa Y.K. // Scripta Materialia. -2006. -V54. -P.1391.

9. *Latysh, V.* Application of bulk nanostructured materials in medicine [Текст] / Latysh V., Krallics G., Alexandrov I. //Current Applied Physics. -2006. -V6. -P.262.
10. *Farkhutdinov, K.G.* Submicrocrystalline 18-10 Stainless Steel Structure Formation Mechanical and Corrosion Properties [Текст] / Farkhutdinov K.G., Zaripova R.G., Breikina N.A.// Mater. Sci. Eng A. -1994. 174. -P.217-223.
11. Ultrafine-grained materials prepared by severe plastic deformation (ed. by R.Z. Valiev). Annales de Chimie. Science des Materiaux. -1996. -V.21. -№ 6-7. -P. 369 -520.
12. *Furukawa, M.* The use of severe plastic deformation for microstructural control [Текст] / Furukawa M., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G. // Mater. Sci. Eng. A. -2002.-V.324. -P.82–90.
13. *Vorhauer, A.* The Influence of Type and Path of Deformation on the Microstructural Evolution during Severe Plastic Deformation [Текст] // A. Vorhauer, R. Pippan In: Zehetbauer M.J., Valiev R.Z., editors. Proc. 2nd Conference of Nanomaterials by severe plastic deformation: Fundamentals – Processing – Application (NanoSPD2). -Vienna, Austria, 2002. -P. 684–690.
14. *Xu, C.* The evolution of homogeneity in an aluminum alloy processed by high-pressure torsion [Текст] / C. Xu, Z. Horita, T.G. Langdon.// Acta Mater. -2008. -V.56.- P.5168-5176.
15. *Langdon, T. G.* Twenty-five years of ultrafine-grained materials: achieving exceptional properties through grain refinement [Текст] / Terence G. Langdon// Acta Materialia. -2013.-V.61 (19). -P.7035–7059.
16. *Кузнецов, Р.И.* Пластическая деформация твердых тел под давлением [Текст] / Р.И.Кузнецов, В.И.Быков, В.П.Чернышев, В.П. Пилюгин, Н. А. Ефремов, А.В. Пашеев // Препринт 4/85, ИФМ УРО АН СССР. Свердловск. СССР. -1985.
17. *Тупица, Д.И.* Фазовые переходы, вызываемые деформацией сплава Х29Н8 при высоком давлении [Текст] / Тупица Д.И., Пилюгин В.П., Кузнецов Р.И., Талутс Г.Г., Теплов В.А. // ФММ. -1986. -Т. 61. -№2. -С. 325 -330.

18. *Смирнова, Н.А.* Эволюция структуры ГЦК монокристаллов при больших пластических деформациях/ Н.А. Смирнова, В.И. Левит, В.И. Пилюгин, Р.И. Кузнецов, Л.С. Давыдова, В.А. Сазонов. // ФММ.1986. Т.61. С.1170-1177.
19. *Смирнова, Н.А.* Особенности низкотемпературной рекристаллизации никеля и меди [Текст] / Н.А. Смирнова, В.И. Левит, В.П. Пилюгин, Р.И. Кузнецов, М.В. Дегтярев // ФММ. 62 (3).-1986. -С. 566 -570.
20. *Теплов, В.А.* Фазовый ОЦК → ГЦК переход, вызываемый деформацией под давлением сплава железо–никель [Текст] / Теплов В.А., Пилюгин В.П., Кузнецов Р.И., Тупица Д.И., Шабашов В.А., Гундырев В.М. // ФММ. -1987. - Т.64. -№ 1. -С. 93-100.
21. *Zhilyaev, A.P.* Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion [Текст] / Zhilyaev A.P., Nurislamova G.V., Kim B-K., Bar M.D., Szpunar J.A., Langdon T.G. // Acta Mater. -V.51.-2003.-P.753-765.
22. *Zhilyaev, A.P.* Microhardness and microstructural evolution in pure nickel during high-pressure torsion [Текст] / Zhilyaev A.P., Lee S., Nurislamova G.V., Valiev R.Z., Langdon T.G. // Scripta Mater. -V.44 (12). -2001. -P.2753- 2758.
23. *Valiev, R.Z.* Structure and deformation behavior of Armco iron subjected to severe plastic deformation [Текст] / R.Z. Valiev, Yu.V. Ivanisenko, E. F. Rouch and B. Boudelet // Acta Mater. -V.44. -1996. –P.4705.
24. *Vorhauer, A.* On the homogeneity of deformation by high pressure torsion [Текст] / A. Vorhauer, R. Pippan// Scr. Mater. -V.51. -2004. -P. 921–925.
25. *Hebesberger, T.* Structure of Cu deformed by high pressure torsion [Текст] / T. Hebesberger, H.P. Stewe, A. Vorhauer, F. Wetscher, R. Pippan. // Acta Mater. – V.53. 2005. -P.393–402.
26. *Pippan, R.* The Limits of Refinement by Severe Plastic Deformation [Текст] / R. Pippan, F. Wetscher, M. Hafok, A. Vorhauer, I. Sabirov // Adv. Eng. Mater. -V.8 (11).- 2006. -P. 1046–1056
27. *Segal, V.M.* Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation [Текст] / Segal V.M. // Mater. Sci. Eng. A. -V.271.-1999. -P. 322-333.

28. Валиев Р.З., Кайбышев О.А., Кузнецов Р.И., Мусаилов Р.С., Ценев Н.К. Доклады Академии наук СССР, 301. -1988. -С. 864.
29. Valiev, R.Z. Plastic deformation of alloys with submicron-grained structure [Текст] / R.Z. Valiev, N.A. Krasilnikov, N.K. Tsenev. // Mater Sci Eng A. -V.137. -1991. -P. 35-40.
30. Iwahashi, Y. An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing [Текст] / Iwahashi Y., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G. // Acta Mater. -1997. -V. 45. -P. 4733–4741.
31. Iwahashi, Y. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials [Текст] / Iwahashi Y., Wang J., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G. // Scripta Materialia. -1996. -V. 35. -№ 2. -P. 143 - 146.
32. Goforth R.E., Hartwing K.T., Cornwell L.R., in “Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation”, edited by T.C. Lowe and R.Z. Valiev, Kluwer, Dordrecht, The Netherlands. -2000. -P.3.
33. Nakashima, K. Influence of channel angle on the development of ultrafine grains in equal channel angular pressing [Текст] / K. Nakashima, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon// Acta Mater. -1998. -V.46. -P.1589.
34. Semiatin, S.L. The effect of material properties and tooling design on deformation and fracture during equal channel angular extrusion [Текст] / S.L. Semiatin, D.P. Delo, E.B. Shell// Acta Mater. -2000. -V.48. -P.1841-1855.
35. Iwahashi, Y. The Process of Grain Refinement in Equal-Channel Angular Pressing [Текст] / Iwahasi Y., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G. //Acta Mater.-1998.-V.46. -P.3317-3331
36. Furukawa, M. The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing [Текст] / Furukawa M., Iwahasi Y., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G.// Mater.Sci.Eng. A. 1998.V. 257. P.328-332.
37. Semenova, I.P. Enhanced fatigue properties of ultrafine-grained Ti rods processed by ECAP-Conform [Текст] / Semenova I.P., Polyakov A.V., Raab G.I., Lowe T.C., Valiev R.Z. // Journal of Materials Science. -2012.-V.47. -P.7777.

38. *Edalati, K.* Processing sheets and wires by continuous high-pressure torsion [Текст] / Edalati K, Horita Z. // Reviews on Advanced Materials Science. -2012. - V.31. -P.5.
39. *Edalati, K.* Continuous high-pressure torsion [Текст] / Edalati K, Horita Z.// Journal of Materials Science. -2010. -V.45. -P.578.
40. *Wang, J.T.* Principles of severe plastic deformation using tube high-pressure shearing [Текст] / Wang J.T., Li Z., Wang J., Langdon T.G.//Scripta Materialia. - 2012. -V.67. -P.810.
41. *Arzaghi, M.* Microstructure, texture and mechanical properties of aluminum processed by high-pressure tube twisting [Текст] /Arzaghi M., Fundenberger J.J., Toth L.S., Arruffat R., Faure L., Beausir B., Sauvage X. //Acta Mater. -2012. -60. - P.4393.
42. Zhu Y.T., Langdon T.G., Valiev R.Z., Semiatin S.L., Shin D.H., Lowe T.C., editors. Ultrafine grained materials III. Charlotte, North Carolina: TMS 2004. - 2010. - P 702.
43. Zhu Y.T., Langdon T.G., Mishra R.S., Semiatin S.L., Saran M.J., Lowe TC, editors. Ultrafine grained materials II. -Seattle (WA): TMS; 2002
44. Zhu Y.T., Langdon T.G., Horita Z., Zehetbauer M, Semiatin S.L., Lowe T.C., editors. Ultrafine grained materials IV. -San Antonio (TX): TMS; 2006.
45. Estrin Y., Maier H.J., editors. Nanomaterials by severe plastic deformation IV. - Zurich: TransTech; 2008.
46. Wang J.T., Figueiredo R.B., Langdon T.G., editors. Nanomaterials by severe plastic deformation V. -Zurich: TransTech; 2011.
47. *Sha, G.* Influence of equal-channel angular pressing on precipitation in an Al-Zn-Mg-Cu alloy [Текст] / Sha G, Wang YB, Liao XZ, Duan ZC, Ringer SP, Langdon TG. // Acta Mater. -2009. -V.57. -P.3123
48. *Jia, D* Effects of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on constitutive behavior and shear bands in iron [Текст] / Jia D., Ramesh K.T., Ma E. / Acta Mater. -V. 51. -2003. -P.3495-3509

49. *Kecskes, L.J.* Grain size engineering of bcc refractory metals: Top-down and bottom-up—Application to tungsten [Текст] / Kecskes LJ, Cho KC, Dowding RJ, Schuster BE, Valiev RZ, Wei Q. // Mater Sci Eng. A -467. -2007. -P.33-43.
50. *Song, R.* Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels [Текст] / Song R, Ponge D, Raabe D, Speer JG, Matlock DK. // Mater Sci Eng. A -V.441. -2006. -P.1-17.
51. *Liao, X.Z.* Nanostructures and deformation mechanisms in a cryogenically ball-milled Al-Mg alloy [Текст] / X.Z. Liao, J.Y. Huang, Y.T. Zhu, F. Zhou and E.J. Lavernia. // Phil. Mag. -2003. -V.83. -P.3065-3075.
52. *Hansen, N.* New discoveries in deformed metals [Текст] / Hansen N. // Met. Mater. Trans.A. -2001.-V.32. -P.2917-2935.
53. *Hughes, D.A.* High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms [Текст] / Hughes D.A., Hansen N. //Acta mater.-1997.-V.45.-P.3871- 3886.
54. *Bracke, L.* Microstructure and texture evolution during cold rolling and annealing of a high Mn TWIP steel [Текст] / Bracke L., Verbeken K., Kestens .L, Penning J. // Acta Mater. -V.57.-2009. -P.1512-1524.
55. *Gutierrez-Urrutia, I.* Dislocation and twin substructure evolution during strain hardening of an Fe–22 wt.% Mn–0.6 wt.% C TWIP steel observed by electron channeling contrast imaging [Текст] / Gutierrez-Urrutia I, Raabe D.// Acta Mater. -V.59. -2011. -P.6449-6462.
56. *Wang, Y.B.* The role of stacking faults and twin boundaries in grain refinement of a Cu–Zn alloy processed by high-pressure torsion [Текст] / Y.B. Wang, X.Z. Liao, Y.H. Zhao, E.J. Lavernia, S.P. Ringer, Z. Horita, T.G. Langdon, Y.T. Zhu. // Mater Sci Eng: A. 527.-2010. -P.4959-4966.
57. *An, X.H.* Influence of stacking-fault energy on the accommodation of severe shear strain in Cu-Al alloys during equal-channel angular pressing [Текст] /An X.H., Lin Q.Y., Qu S, Yang G., Wu S.D., Zhang Z.F.// J Mater Res 2009.-V.24. -P.3636.
58. *Hong, C.S.* Nucleation and thickening of shear bands in nano-scale twin/matrix lamellae of a Cu–Al alloy processed by dynamic plastic deformation [Текст] /C.S. Hong, N.R.Tao, X.Huang, K. Lu. //Acta Mater. V.58 2010. P.3103–3116.

59. *Venables, J.A.* Deformation Twinning in Face-Centred Cubic Metals [Текст]/ J.A. Venables. // Philos.Mag. -V.6 -1961. -P.379–396.
60. *Mahajan, S.* Formation of Deformation Twins in f.c.c. Crystals [Текст] / S. Mahajan, G.Y.Chin // Acta Metall. -V.21 (10). -1973. -P. 1353–1363.
61. *Mahajan, S.* Critique of Mechanisms of Formation of Deformation, Annealing and Growth Twins: Face-centered Cubic Metals and Alloys [Текст] / S. Mahajan.// Scr. Mater. -V.68 (2). -2013. -P. 95–99.
62. *Cohen, B.* A Dislocation Model for Twinning in f.c.c. Metals [Текст] / B. Cohen, J.Weertman.// Acta Metall. -V.11 (8) -1963. -P.996-998.
63. *Fujita, H.* A Formation Mechanism of Mechanical Twins in F.C.C. Metals [Текст] /Fujita H., Mori T. // Scr. Metall. -V.9.-1975. -P. 631–636.
64. *Niewczas, M.* Twinning Nucleation in Cu-8 at.% Al Single Crystals [Текст] / Niewczas, M., Saada, G.// Philos. Mag. A -V.82. -2002. -P.167-191.
65. *Christian, J.W.* Deformation twinning [Текст]/ J.W. Christian, S. Mahajan. // Prog. Mater. Sci. -V.39. -1995. -P. 1–157.
66. *Zhang, Y.* Effect of stacking-fault energy on deformation twin thickness in Cu–Al alloys [Текст] / Zhang Y, Tao NR, Lu K.// Scr Mater -V.60. -2009. -P.211-213.
67. *Cao, Y.* De-twinning via secondary twinning in face-centered cubic alloys [Текст] / Y. Cao, Y.B. Wang, Z.B. Chen, X.Z. Liao, M. Kawasaki, S.P. Ringer, T.G. Langdon, Y.T. Zhu // Mater Sci Eng: A. -V.578. -2013. -P.110-114.
68. *Wang, J.* Detwinning mechanisms for growth twins in face-centered cubic metals [Текст] / J. Wang, N. Li, O. Anderoglu, X. Zhang, A. Misra, J.Y. Huang, J.P. Hirth // Acta Mater.-V.58. -2010. -P.2262–2270.
69. *Ni, S.* The effect of dislocation density on the interactions between dislocations and twin boundaries in nanocrystalline materials [Текст] / S. Ni, Y.B. Wang, X.Z. Liao, R.B. Figueiredo, H.Q. Li, S.P. Ringer, T.G. Langdon, Y.T. Zhu // Acta Mater. -V.60. -2012. -P.3181–3189.
70. *Hodge, A.M.* Twin stability in highly nanotwinned Cu under compression, torsion and tension [Текст] / A.M. Hodge, T.A. Furnish, C.J. Shute, Y. Liao, X. Huang,

- C.S. Hong, Y.T. Zhu, T.W. Barbee Jr., J.R. Weertman // *Scr. Mater.* -V.66.-2012. - P.872–877.
71. *Shute, C.J.* Detwinning, damage and crack initiation during cyclic loading of Cu samples containing aligned nanotwins [Текст] / C.J. Shute, B.D. Myers, S. Xie, S.Y. Li, T.W. Barbee Jr., A.M. Hodge, J.R. Weertman // *Acta Mater.*-V.59. -2011. - P.4569–4577.
72. *Wei, Y.* The kinetics and energetics of dislocation mediated de-twinning in nanotwinned face-centered cubic metals [Текст] / Yujie Wei // *Mater.Sci.Eng. A.* - V.528. -2011. -P. 1558–1566.
73. *Anderoglu, O.* Plastic flow stability of nanotwinned Cu foils [Текст]/ O. Anderoglu, A. Misra, J. Wang, R.G. Hoagland, J.P. Hirth, X. Zhang // *Int. J. Plasticity* -V.26. -2010. -P. 875–886.
74. *Ni, S.* Effect of grain size on the competition between twinning and detwinning in nanocrystalline metals [Текст] / S. Ni, Y. B. Wang, X. Z. Liao, H. Q. Li, R. B. Figueiredo, S. P. Ringer, T. G. Langdon, and Y. T. Zhu // *Phys. Rev. B* -2011. - V.84. -P.235401.
75. *Павлов, В.А.* Механические свойства и структура металлов и сплавов с предельно высокой степенью пластической деформации [Текст] / Павлов В.А., Антонов О.В., Адаховский А.П., Куранов А.А., Алябьев В.М., Дерягин А.И. // *ФММ.*-1984. -Т.58. -Вып.1 -С.177-184.
76. *Valiev, R.Z.* Structure and deformation behaviour of Armco iron subjected to severe plastic deformation [Текст] / R.Z. Valiev, Yu.V. Ivanisenko, E.F. Rauch, B. Baudelet // *Acta Mater.* -V.44. -1997.-P.4705-4712.
77. *Ivanisenko, Y.* Nanostructure Formation and Carbides Dissolution in Rail Steel Deformed by High Pressure Torsion [Текст] / Y. Ivanisenko, R.Z. Valiev, W. Lojkowski, A. Grob, H.J. Fecht.// *Ultrafine Grained Materials*, vol. II, TMS, -Seattle, USA. -2002. -P. 47–54.
78. *Ivanisenko, Y.* Annealing behaviour of nanostructured carbon steel produced by severe plastic deformation [Текст] / Y. Ivanisenko, R.K. Wunderlich, R.Z. Valiev, H.J. Fecht. // *Scripta Mater.* -V.49. -2003. -P.947- 952.

79. *Ivanisenko, Y.* The mechanism of formation of nanostructure and dissolution of cementite in a pearlitic steel during high pressure torsion [Текст] / Y. Ivanisenko, W. Lojkowski, R.Z. Valiev, H.J. Fecht.// *Acta Mater.* -V.51. -2003. -P.5555-5570.
80. *Vorhauer, A.* Microstructure of Austenitic and Ferritic Steels Produced by Severe Plastic Deformation and Subsequent Annealing [Текст] / A. Vorhauer, S. Kleber, R. Pippan // *Ultrafine Grained Materials III: TMS.*- 2004. -P 629-634.
81. *Iwahashi, Y.* Microstructural Characteristics of Ultrafine-Grained Aluminum Produced Using Equal-Channel Angular Pressing [Текст] / Y. Iwahashi, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto and T.G. Langdon // *Metall. Mater. Trans. A.* - 1998, -V.29.-P. 2245-2252.
82. *Ferrasse, S.* Microstructure and properties of copper and aluminum alloy 3003 heavily worked by equal channel angular extrusion [Текст] / S. Ferrasse, K.T. Hartwing, R.E. Goforth, V.M.Segal // *Metall. Mater. Trans.A.* -1997, -V. 28A. - P.1047-1057.
83. *Ferrasse, S.* Development of a submicrometer-grained microstructure in aluminum 6061 using equal channel angular extrusion [Текст] / S. Ferrasse, V.M.Segal, K.T. Hartwing, R.E. Goforth // *J. Mater. Res.* -1997.-V.12. -P.1253-1261.
84. *Iwahashi, Y.* Factors Influencing the Equilibrium Grain Size in Equal-Channel Angular Pressing: Role of Mg Additions to Aluminum. / Iwahashi Y., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G.// *Metall. Mater. Trans.A.* -1998, -V. 29A, -P.2503-2510.
85. *Furukawa, M.* Microstructural characteristics and superplastic ductility in a Zn-22% Al alloy with submicrometer grain size [Текст] / Furukawa M, Ma Y., Horita Z, Nemoto M, Valiev R.Z., Langdon T.G.// *Mater Sci Eng A* -V.241. -1998. - P.122-128.
86. *Komura, S.* Influence of Stacking Fault Energy on the Development of Microstructure in Equal-Channel Angular Pressing [Текст] / Komura S., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G.// *J. Mater. Res.*-1999. -V.14. -P.4044-4050.
87. *Hasegawa, H.* Thermal stability of ultrafine-grained aluminum in the presence of Mg and Zr additions [Текст] / Hasegawa H., Komura S., Utsonomiya A., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G.// *Mater Sci Eng A* -1999, -V.265, -P.188-196.

88. *Horita, Z.* Equal-Channel Angular Pressing of Commercial Aluminum Alloys: Grain Refinement, Thermal Stability and Tensile Properties [Текст] / Horita Z., Fujinami T., Nemoto M., Langdon T.G.//Metal Mater. Trans. A. -2000,-V. 31A, -P.691-701.
89. *Yamashita, A.* Influence of Pressing Temperature on Microstructural Development in Equal-Channel Angular Pressing [Текст] /Yamashita A., Yamaguchi D., Horita Z., Langdon T.G.// Mater Sci Eng A -2000, -V.287, -P.100-106.
90. *Ахмадеев, Н.А.* Формирование субмикрозернистой структуры в меди и никеле с использованием интенсивного сдвигового деформирования [Текст] / Ахмадеев Н.А., Валиев Р.З., Копылов В.И., Мулюков Р.Р. // Металлы.-1992. - №5.-С.96-101.
91. *Berbon, P.B.* Influence of Pressing Speed on Microstructural Development in Equal-Channel Angular Pressing [Текст]/ Berbon P.B., Furukawa M., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G // Metall. Mater. Trans.A.-1999, -V. 30A, -P.1989-1997.
92. *Terhune, S.D.* An investigation of microstructure and grain-boundary evolution during ECA pressing of pure aluminium [Текст] / Terhune S.D., Swisher D.L., Oh-ishi K, Horita Z., Langdon T.G., McNelley T.R.// Metallurgical and Materials Transactions A -2002. -V.33. -P.2173.
93. *Langdon, T.G.* The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing [Текст] /Langdon T.G. // Materials Science and Engineering A -2007. - 462:3.
94. *Dobatkin, S.V.* Formation of High-Angle Grain Boundaries in Iron upon Cold Deformation by Equal-Channel Angular Pressing [Текст] / S.V. Dobatkin, V.I. Kopylov, R. Pippan, O.V. Vasil'eva // Materials Science Forum Vols. 467-470 -2004. -P.1277-1282
95. *Shin, D.H.* Microstructural evolution in a commercial low carbon steel by equal channel angular pressing [Текст] / Shin DH, Kim BC, Kim Y-S, Parl K-T.// Acta Mater -2000. -V. 48, -P.2247-2255.

96. *Shin, D.H.* Microstructural changes in equal channel angular pressed low carbon steel by static annealing [Текст] / Shin D.H., Kim B.C., Park K-T., Choo W.Y. // Acta Mater -2000,-V. 48, -P.3245-3252.
97. *Shin, D.H.* Microstructures and mechanical properties of equal-channel angular pressed low carbon steel [Текст] / Shin D.H., Seo C.W., Kim J., Park K-T., Choo W.Y.// Scr. Mater. 2000. V. 42. P.695-699.
98. *Park, K-T.* Thermal stability and mechanical properties of ultrafine grained low carbon steel [Текст] / Park K-T, Kim Y-S, Lee JG, Shin DH. // Mater Sci Eng A293. -2000. -P.165-172.
99. *Shin, D.H.* Grain refinement mechanism during equal-channel angular pressing of a low-carbon steel [Текст] / Shin DH, Kim I, Kim J, Park K-T. // Acta Mater. - V.49. -2001. -P.1285-1292.
100. *Shin, D.H.* Formation of fine cementite precipitates by static annealing of equal-channel angular pressed low-carbon steels [Текст] / Shin D.H., Kim Y-S., Lavernia E.J. // Acta Mater. -2001. -V. 49. -P.2387-1393.
101. *Park, K-T.* Microstructural stability of ultrafine grained low-carbon steel containing vanadium fabricated by intense plastic straining [Текст] /Park K-T., Kim Y-S., Shin D.H.// Metall Mater Trans. A -2001. -V. 32. -P.2373-2381.
102. *Fukuda, Y.* Processing of Low-Carbon Steel by Equal-Channel Angular Pressing [Текст] / Y. Fukuda, K. Oh-ishi, Z. Horita, T.G. Langdon// Acta Materialia -2002. -V.50. -P.1359
103. *Kim, W.J.* Large strain hardening in Ti–V carbon steel processed by equal channel angular pressing [Текст] / W.J. Kim, J.K. Kim, W.Y. Choo, S.I. Hong, J.D. Lee. //Mater. Lett. -2001. –V.51. -P. 177182.
104. *Cao, Y.* Concurrent microstructural evolution of ferrite and austenite in a duplex stainless steel processed by high-pressure torsion [Текст] / Y. Cao, Y.B. Wang, X.H. An, X.Z. Liao, M. Kawasaki, S.P. Ringer, T.G. Langdon, Y.T. Zhu // Acta Materialia. -2014. -V.63. -P.16–29.
105. *Эфрос, Н.Б.* Влияние интенсивной пластической деформации под давлением на структуру, фазовый состав и прочностные свойства нержавеющей

- хромоникелевых сталей [Текст] / Н.Б. Эфрос, В.П. Пилюгин, Б.М. Эфрос, А.М. Пацелов, Е.Г. Чернышев, Л.В. Лоладзе// ФТВД. -2004. -Т.14. -№3. - С.82-89.
106. *Efros, B.* Martensitic transitions in nanocrystalline metastable materials [Текст] / B. Efros, V. Pilyugin, A. Patselov, S. Gladkovskii, N. Efros, L. Loladze, V. Varyukhin. // Mater Sci Eng A -2009, -V.503, -P.114-117.
107. *Scheriau, S.* Deformation mechanisms of a modified 316L austenitic steel subjected to high pressure torsion [Текст] / S. Scheriau, Z. Zhang, S. Kleber, R. Pippan // Mat. Sci. Eng. A. -2011. -V. 528. -P. 2776-2786.
108. *Huang, C.X.* Bulk nanocrystalline stainless steel fabricated by equal channel angular pressing [Текст] / C.X. Huang, Y.L. Gao, G. Yang, S.D. Wu, G.Y. Li, S.X. Li //J. Mater. Res. -2006. -V.21., -P.1687 - 1692
109. *Косицына, И.И.* Фазовые превращения и механические свойства нержавеющей стали в наноструктурном состоянии [Текст] / И.И. Косицына, В.В. Сагарадзе // Известия РАН. Серия Физическая. -2007. -Т.71. -№2. -С.293-296.
110. *Косицына, И.И.* Формирование высокопрочного и высокопластичного состояния в метастабильных аустенитных сталях методом равноканально-углового прессования [Текст] / Косицына И.И., Сагарадзе В.В., Копылов В.И. // ФММ. -1999. -Т. 88. -№ 5. -С. 84-94.
111. *Huang, X.* Influence of processing temperature on the microstructures and tensile properties of 304L stainless steel by ECAPC [Текст] /X. Huang, G. Yangb, Y.L. Gao, S.D. Wu , Z.F. Zhang // Materials Science and Engineering A V.485 2008. P.643–650
112. *Teoh, S.H.* Fatigue of biomaterials: a review [Текст] / Teoh S.H. // Int J Fatigue. - V.22. (10) -2000.-P. 825–837.
113. *Niinomi, M.* Fatigue characteristics of metallic biomaterials [Текст] / M. Niinomi. // Int J Fatigue -V. 29. Issue 6. -2007. -P. 992-1000.

114. *Huang, J.Y.* High-cycle fatigue behavior of type 316L stainless steel [Текст] / J.Y. Huang, J.J. Yeh, S.L. Jeng, C.Y. Chen, R.C. Kuo // Materials Transactions -V.47. - 2006.-P.409-417.
115. *Puchi-Cabrera, E.S.* High cycle fatigue behavior of 316L stainless steel [Текст] / E.S. Puchi-Cabrera, M.H. Staia, C. Tovar, E.A. Ochoa-Pérez. // Int J Fatigue. - V.30 (12) -2008. -P. 2140–2146.
116. *Kunz, L.* Fatigue strength, microstructural stability and strain localization in ultrafine-grained copper [Текст] / L. Kunz, P. Lukas, M. Svoboda //Mater. Sci. Eng. A -V.424. -2006.-P.97–104.
117. *Semenova, I.P.* Strength and fatigue properties enhancement in ultrafine-grained Ti produced by severe plastic deformation [Текст] / I.P. Semenova, R.Z. Valiev, E.B. Yakushina, G.H. Salimgareeva, T.C. Lowe, J. Mater.Sci. -2008. -V.43. - P.7354–7359.
118. *May, J.* Monotonic and cyclic deformation behaviour of ultrafine-grained aluminium [Текст] / J. May, D. Amberger, M. Dinkel, H.W. Huppel, M. Guken.//Mater. Sci. Eng. A -2008.-V.483–484. -P.481–484.
119. *Mughrabi, H.* Fatigue and microstructure of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation [Текст] / H. Mughrabi, H.W. Huppel, M. Kautz //Scripta Mater. -2004. -V.51. -P.807–812.
120. *Höppel, H.W.* An overview: Fatigue behaviour of ultrafine-grained metals and alloys [Текст] / H.W. Höppel, M. Kautz, C. Xu, M. Murashkin, T.G. Langdon, R.Z. Valiev, H.Mughrabi. // Int. J. Fatigue. -2006. -V.28. -P.1001–1010.
121. *Cheng, S.* Cyclic deformation of nanocrystalline and ultrafine-grained nickel [Текст] / S. Cheng, J. Xie, A.D. Stoica, X.-L. Wang, J.A. Horton, D.W. Brown, H. Choo, P.K. Liaw // Acta Mater. -2009. -V.57. -P.1272–1280.
122. *Altenberger, I.* Cyclic deformation and near surface microstructures of shot peened or deep rolled austenitic stainless steel AISI 304 [Текст] / I. Altenberger, B. Scholtes, U. Martin, H. Oettel. //Mater. Sci. Eng. A. -V. 264. -1999. -P.1–16.

123. *Furuya, Y.* Fatigue Strength of Ultrafine Ferrite-Cementite Steels and Effects of Strengthening Mechanisms [Текст] / Y. Furuya, S. Matsuoka, S. Shimakura, T. Hanamura, S. Torizuka // Metall. Mater. Trans. A -V.38. -2007. -P. 2984–2991.
124. *Hanlon, T.* Grain size effects on the fatigue response of nanocrystalline metals [Текст] / T. Hanlon, Y.N. Kwon, S. Suresh // Scripta Mater. -2003. -V.49. -P.675–680.
125. *Di Schino, A.* Grain refinement strengthening of a micro-crystalline high nitrogen austenitic stainless steel [Текст] /A. Di Schino, J.M. Kenny// Mater. Lett. -V.57 (12) -2003. -P. 1830-1834.
126. *Di Schino, A.* Grain size dependence of the fatigue behavior of a ultrafine-grained AISI 304 stainless steel [Текст] /Di Schino, J.M. Kenny // Mater. Lett. -V.57 (21). -2003.-P.3182-3185.
127. *Hamada, A.S.* High-cycle fatigue behavior of ultrafine-grained austenitic stainless and TWIP steels [Текст] /A.S. Hamada, L.P. Karjalainen //Materials Science and Engineering A. -2010. -V.527. -P.5715–5722
128. *Ueno, H.* Enhanced fatigue properties of nanostructured austenitic SUS 316L stainless steel [Текст] / H. Ueno, K. Kakihata, Y. Kaneko, S. Hashimoto, A. Vinogradov // Acta Mater. -2011. -V. 59. -P. 7060-7069.
129. *Estrin, Y.* Fatigue behaviour of light alloys with ultrafine grain structure produced by severe plastic deformation: An overview [Текст] / Estrin Y., Vinogradov A. // International Journal of Fatigue. -2010. -V.32. -P. 898-907.
130. *Vinogradov, A.* Fatigue limit and crack growth in ultra-fine grain metals produced by severe plastic deformation [Текст] / A. Vinogradov // J Mater Sci -2007. -V.42(5). -P.1797–1808.
131. *Huang, J.Y.* High-Cycle Fatigue Behavior of Type 316L Stainless Steel [Текст] / Huang J.Y., Yeh J.J., Jeng S.L., Chen CY, Kuo RC // Mater. Trans. -2006. -V. 47 (2): -P.409–417.
132. *Терентьев, В.Ф.* Влияние мартенсита деформации на усталость аустенитных коррозионностойких сталей [Текст] / Терентьев В.Ф., Колмаков А.Г., Блинов В.М. // Деформация и разрушение материалов.-2007.- №6. -С.2-9.

133. Структура и усталостное разрушение металлов [Текст] / Горицкий В.М., Терентьев В.Ф. - М.: Металлургия, -1980, -207 с.
134. *Савчин, Б.М.* Влияние малоцикловых нагружений на фазовые превращения и развитие субструктуры в стали X18H10T [Текст] / Савчин Б.М. // Физико-химическая механика материалов. -1978. -Т.14. -№3. -С.72-75.
135. *Мазепа, Ф.Г.* Применение магнитного метода для оценки циклического повреждения аустенитной стали 12Х16Н10Т в различных структурных состояниях [Текст] / Мазепа Ф.Г. , Бакиров М.Б., Корнеев А.Е.//Заводская лаборатория. Диагностика материалов.- 2003.-Т. 69. -№ 3. -С.32-36.
136. К вопросу о стойкости аустенитных сталей при циклическом нагружении [Текст] / Александров В.Л., Богачев И.Н., Минц Р.И. // ФММ. -1966. -Т.22. вып.5, -С.737-743
137. *Гиндин, И.А.* Влияние знакопеременного нагружения на мартенситное превращение аустенитной стали [Текст] / Гиндин И.А. , Неклюдов И.М. Нетесов В.М. и др. // Проблемы прочности. -1976. -№ 9.- С.76-78.
138. Коррозионно – усталостная прочность и кавитационная стойкость хромистых сталей со структурой нестабильного аустенита [Текст] / Коротушенко Г.В., Григоркин В.И. // Проблемы прочности. -1973. -№9. -С.48-50.
139. *Pokor, C.* Irradiation damage in 304 and 316 stainless steels: experimental investigation and modeling. Part I: Evolution of the microstructure [Текст] / Pokor C., Brechet Y., Dubuisson P., Massoud J-P., Barbu A// J Nucl Mater -2004. -V.326. -P.19-29.
140. *Kenik, E.A.* Radiation-induced segregation in FFTF-irradiated austenitic stainless steels [Текст]/ Kenik E.A., Hojou K.// J Nucl Mater 1992. -V.191–194. -P.1331-1335.
141. *Maziasz, P.J.* Overview of microstructural evolution in neutron-irradiated austenitic stainless steels [Текст] /P.J. Maziasz.// J Nucl Mater -1993. -V.205. - P.118-145.

142. *Zinkle, S.J.* Dose dependence of the microstructural evolution in neutron-irradiated austenitic stainless steel [Текст] / Zinkle S.J., Mazias P.J., Stoller R.E. // J Nucl Mater -1993. -V.206. -P.266-286.
143. *Allen, T.R.* Modeling radiation-induced segregation in austenitic Fe–Cr–Ni alloys [Текст] /Allen T.R., Was G.S.// Acta Mater -1998. -V.46. -P.3679-3691.
144. *Watanabe, S.* Radiation-induced segregation at grain boundary in Fe-Cr-Ni alloy system: effect of temperature variation [Текст] / Watanabe S., Satu J., Sakaguchi N., Takahashi H., Namba C.// J Nucl Mater -1996. -V.239. -P.200-204.
145. *Was, Gary S.* Fundamentals of Radiation Materials Science: Metals and Alloys.- Springer, -2007. -827 p
146. *Nita, N.* Impact of irradiation on the microstructure of nanocrystalline materials [Текст] / Nita N, Schaeublin R, Victoria M. // J Nucl Mater -2004. -V.329–333. - P.953-957.
147. *Samaras, M.* Computer simulation of displacement cascade in nanocrystalline Ni [Текст] /Samaras M., Derlet P. M., Swygenhoven H. V., Victoria M. //Phys. Rev. Lett. -2002. -V.88. -P.125505
148. *Markmann, J.* Microstructure evolution during rolling of inert-gas condensed palladium [Текст] / J. Markmann, P. Bunzel, H. Rosner, K.W. Liu, K.A. Padmanabhan, R. Birringer, H. Gleiter, J. Weissmuller // Scr. Mater. -V.49. -2003. -P. 637–644.
149. *Андриевский, P.A.* Влияние облучения на свойства наноматериалов [Текст] / Андриевский P.A. // ФММ. -2010. -Т.110. -№ 3. -С.243-254.
150. *Kilmametov, A.R.* Enhanced ion irradiation resistance of bulk nanocrystalline TiNi alloy [Текст] / A.R. Kilmametov, D.V. Gunderov, R.Z. Valiev, A.G. Balogh, H. Hahn. // Scr. Mat. -V.59.-2008. -P.1027-1030.
151. *Radiguet, B.* Irradiation behavior of nanostructured 316 austenitic stainless steel [Текст] / B. Radiguet, A. Etienne, P. Pareige, X. Sauvage, R. Valiev // J. Mater. Sci. -V.43. -2008. -P.7338-7343.

152. *Belyakov, A.* Continuous recrystallization in austenitic stainless steel after large strain deformation [Текст] / Belyakov A., Sakai T., Miura M., Kaibyshev R., Tsuzaki K. // *Acta Mater.* -2002. -V.50. -P.1547-1557.
153. *Shamardin, V.K.* Effect of neutron irradiation on microstructure and properties of austenitic AISI 321 steel, subjected to equal-channel angular pressing [Текст] / V.K. Shamardin, Yu.D. Goncharenko, T.M. Bulanova, A.A. Karsakov, I.V. Alexandrov, M.M. Abramova, M.V. Karavaeva // *Rev. Adv. Mater. Sci.* - V.31.-2012. -P.167-173.
154. *Alsabbagh, A.* Influence of grain size on radiation effects in a low carbon steel [Текст] / A. Alsabbagh, R.Z. Valiev, K.L. Murty.// *J. Nucl. Mater.* -2013. -V.443, - P. 302-310.
155. *Шелехов, Е.В.* Программы для рентгеновского анализа поликристаллов [Текст] / Е.В. Шелехов, Т. А. Свиридова // *МиТОМ.* -2000. -№ 8. -С.16-19.
156. *Rietveld, H.M.* A profile refinement method for nuclear and magnetic structures [Текст] / H. M. Rietveld // *Journal of Applied Crystallography* -1969.-V.2. -P. 65–71.
157. *Toloczko, M.B.* The effect of specimen Thickness and Grainsize on Mechanical Properties obtained from the Shear-Punch Test [Текст] / Toloczko M.B., Yokokura Y., Abc K., Hamilton M.L., Garner F.A. and Kurtz R. // *Small Specimen Test Techniques, ASTM Stock Number STP 1418.* -2002. -P.371-379.
158. *Пацелов, А.М.* Наноструктура и фазовый состав стали 12Х18Н10Т после деформации под давлением [Текст] / Пацелов А.М., Пилюгин В.П., Чернышов Е.Г., Чашухина Т.И., Воронова Л.М., Талутс Г.Г., Ивонин Ю.А. // *Структура и свойства нанокристаллических материалов.* Под ред: Н. Носковой и Г. Талутс. Екатеринбург: ИФМ УрО РАН, -1999. -С.37-44.
159. *Tavares, S.S.M.* Phase transformation induced by severe plastic deformation in the AISI 304L stainless steel [Текст] / S.S.M. Tavares, D. Gunderov, V. Stolyrov, J.M. Neto // *Mater. Sci. Eng. A.* -2003. -V. 358. -P. 32–36.
160. *Литовченко, И. Ю.* Эволюция структурно-фазовых состояний при больших пластических деформациях аустенитной стали 17Cr–14Ni–2Mo [Текст] /

- И.Ю.Литовченко, А. Н. Тюменцев, Н. В. Шевченко, А. В. Корзников // ФММ. -2011. -Т. 112. -№4. -С. 436-448.
161. Rossard C., Le Bon A., Thivellier D., Manenc //J. Met. Sci. Rev. Met., -1969, -V. 66, -№ 4, -P. 263 – 270.
162. *Doherty, R.D.* Kinetics of sub-grain coalescence—A reconsideration of the theory [Текст]/ Doherty R.D., Szpunar J.A. // Acta Met. -1984. -Vol. 32. -№ 10. -P. 1789.
163. *Добаткин, С.В.* Карты структурных состояний для оптимизации режимов горячей деформации сталей [Текст] / Добаткин С.В., Капуткина Л.М. // ФММ. -2001. –Т. 91. -№ 1. -С.79.
164. *Сэстри, Ш.М.Л.* Формирование субмикроструктурной структуры в стали 10Г2ФТ при холодном равноканальном угловом прессовании и последующем нагреве [Текст] / Сэстри Ш.М.Л., Добаткин С.В., Сидорова С.В. // Металлы. -2004. -№2. -С.28.
165. *Weidner, A.* In-situ characterization of the microstructure evolution during cyclic deformation of novel cast TRIP steel [Текст] / A. Weidner, A. Glage, H. Biermann // Proc. Eng. -2010. -V.2.-P.1961-1971.
166. *Glage, A.* Cyclic deformation behavior of three austenitic cast TRIP/TWIP steels with various Ni content [Текст] / A. Glage, A. Weidner, H. Biermann //Steel Res. Int. -2011. -V.82. -P.1040-1047.
167. *Химушин, Ф.Ф.* Нержавеющие стали [Текст] / Ф.Ф. Химушин - М.:Металлургия. -1967 . -800 с.
168. *Цай, К.В.* Анализ микромеханизмов локализации деформации в облученной нейтронами стали 12Х18Н10Т [Текст] // Известия НАН РК. Сер.физ.-мат. - 2010.- №2. -С.18-26.
169. *Мусалимов, Р.Ш.* Дилатометрические исследования алюминиевого сплава с субмикрозернистой структурой [Текст] / Мусалимов Р.Ш., Валиев Р.З. // ФММ. -1992.- №9.- С.95-100.
170. *Mulyukov, Kh.Ya.* Grain boundaries and saturation magnetization in submicron grained nickel [Текст] / Mulyukov Kh.Ya., Khaphizov S.B., Valiev R.Z. // Phys. Stat. Sol. (a). -1992. -V.133. -P.447-454.