

**ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПРОКАТКИ НА СТРУКТУРУ, МЕХАНИЗМЫ ДЕФОРМАЦИИ И
МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СТАЛИ 01X17H13M3, ЛЕГИРОВАННОЙ ВОДОРОДОМ**

Е.В. Мельников¹, Г.Г. Майер¹, В.А. Москвина²

Научный руководитель: доцент, д.ф.-м.н. Е.Г. Астафурова

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,

Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055

²Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: melnickow-jenya@yandex.ru

**INFLUENCE OF ROLLING TEMPERATURE ON STRUCTURE, DEFORMATION MECHANISMS
AND MECHANICAL PROPERTIES OF Fe-17Cr-13Ni-3Mo-0.01C STEEL ALLOYING WITH
HYDROGEN**

E.V. Melnikov¹, G.G. Maier¹, V.A. Moskvina²

Scientific supervisor: assistant professor, doctor of sciences (Phys & Math) E.G. Astafurova

¹Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS,

Russia, Tomsk, Akademicheskyy pr. 2/4, 634055

²National Research Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: melnickow-jenya@yandex.ru

***Abstract.** Chemical-deformation treatment of Fe-17Cr-13Ni-3Mo-0.01C steel leads to refinement of the structure, formation of a high density of twin boundaries and increase in strength properties. Hydrogenation and lowering of rolling temperature both contribute to hardening of the steel, which is caused by a dislocation slip, an increase in the density of twin boundaries and phase transformations. The formation of a strain-induced ϵ -martensitic phase was observed but their fraction in the structure of steel is low. Lowering of rolling temperature activates an γ - α' transformation, but α' -phase fraction does not exceed 5%.*

Введение. В последние годы активно идет разработка и внедрение альтернативных источников энергии, в частности, речь идет о водородной энергетике. Это требует детальной проработки механизмов деформации и разрушения аустенитных сталей, которые в перспективе могут быть использованы для транспортировки водорода и изготовления оборудования. В связи с этим в работе исследовали влияние температуры прокатки, комбинированной с наводороживанием, на структуру, механизмы деформации и механические свойства коррозионостойкой стабильной аустенитной стали 01X17H13M3.

Материалы и методы исследования. Для исследований была выбрана промышленно используемая аустенитная нержавеющая сталь 01X17H13M3. Образцы для испытаний вырезали на электроискровом станке в форме прямоугольных пластин. После химической чистки (2 части HNO₃ + 3 части HCl), механической шлифовки и электролитической полировки (25 гр CrO₃ + 210 мл H₃PO₄) они имели размер 15×10×1 мм. Химико-деформационную обработку (ХДО), заключающуюся в многоходовой прокатке наводороженных и не наводороженных образцов, проводили с использованием настольных электромеханических вальцов до степеней обжатия 25-85 %. Электролитическое насыщение образцов водородом осуществляли в 1N растворе серной кислоты (H₂SO₄) с добавлением тиомочевины

($\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$) при комнатной температуре и плотности тока 10 и 200 mA/cm^2 в течение 5 часов. Образцы прокатывали при комнатной температуре ($T=300\text{ K}$) и с охлаждали до температуры жидкого азота ($T=77\text{ K}$) перед каждым циклом прокатки. Степень обжатия рассчитывали как $\varepsilon = ((h_1 - h_0)/h_0) * 100\%$, где h_0 – исходная толщина пластинки, h_1 – толщина пластинки после прокатки. Деформация при одном проходе образцов через валки прокатного стана составляла $\approx 3\text{-}4\%$.

Исследование фазового состава и структурных параметров стали проводили на дифрактометре Rigaku Ultima IV с использованием CuK_α излучения. Количество образовавшегося при прокатке стали α' -мартенсита также определяли методом изменения удельной намагниченности в зависимости от напряжения магнитного поля на установке «Магнитометр Н-04». Зеренную и дислокационную структуру изучали методом анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (ДОЭ) с использованием сканирующего электронного микроскопа Quanta 600 FEG при ускоряющем напряжении 30 кВ с гексагональной постановкой точек и шагом 0.05-0.15 μm и просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEM-2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Образцы утоняли механической шлифовкой до 0.13-0.15 mm , а затем струйной полировкой в растворе 400 мл ледяной уксусной кислоты и 80 г HClO_4 .

Механические свойства стали исследовали на микротвердомере ПМТ-3 с нагрузкой $P=200\text{ г}$ и на испытательной машине Instron 3369 (одноосное статическое растяжение) при комнатной температуре со скоростью $4.2 \times 10^{-4}\text{ с}^{-1}$. Образцы вырезали из обработанных заготовок в форме двойных лопаток.

Результаты исследования. Анализ ДОЭ-картин и ПЭМ-изображений показал, что ХДО приводит к деформации и фрагментации зерен аустенита – формируется зеренно-субзеренной структура с высокой плотностью дислокаций ($\sim 10^{15}\text{ м}^{-2}$), реализуется деформация скольжением, механическим двойникованием и происходит формирование полос локализованного течения различного масштаба. Линейная плотность двойниковых границ возрастает от $\sim 10^4\text{ м}^{-1}$ (в исходном состоянии) до $\sim 10^6\text{ м}^{-1}$ (после ХДО). Электронно-микроскопические данные свидетельствуют о том, что с повышением плотности тока при наводороживании, увеличением степени обжатия при деформации и понижением температуры прокатки происходит уменьшение толщины двойниковых пластин, возрастает линейная плотность двойниковых границ и плотность дислокаций, что способствует большей фрагментации структуры. Легирование водородом и понижение температуры прокатки способствует образованию α' и ε мартенситных фаз – на микродифракционных картинах наблюдали соответствующие рефлексы.

Рентгенофазовый анализ образцов стали 01X17H13M3 не выявил наличие α' и ε мартенситных фаз – на рентгенограммах наблюдаются рефлексы только от γ -фазы. Методом магнитофазового анализа в образцах, прокатанных при 77 К, была обнаружена небольшая доля магнитной α' -фазы, ее содержание возрастает с увеличением степени деформации, но не превышает 5%. То есть понижение температуры прокатки способствует образованию деформационного α' -мартенсита в стабильной стали 01X17H13M3. Интенсивность пиков уменьшается с увеличением степени деформации, а их ширина увеличивается. Рентгеноструктурный анализ показал, что размеры областей когерентного рассеяния уменьшаются с деформацией до нескольких десятков нанометров ($>200\text{ нм}$ в исходном состоянии), а микродеформация кристаллической решетки возрастает на порядок ($\text{с} \sim 10^{-4}$ до $\sim 10^{-3}$). При деформации параметр решетки стали изменяется незначительно. Микронапряжения второго рода (σ_{II}), возникающие в образцах стали после ХДО, возрастают с увеличением степени деформации и с понижением температуры прокатки. Все это свидетельствует о деформации и фрагментации структуры, повышении внутренних напряжений.

В исходном состоянии, после закалки, аустенитная сталь 01X17H13M3 имеет микротвердость $H_{\mu} \approx 2.2$ ГПа. При прокатке, с увеличением степени обжатия, растут и значения микротвердости, а понижение температуры деформации способствует дополнительному приросту H_{μ} стали. Введение водорода перед прокаткой на 25 % приводит к снижению микротвердости. При насыщении водородом и прокатке на 50 % значения микротвердости увеличиваются по сравнению с образцами, прокатанными без наводороживания.

В исходном состоянии исследуемая сталь характеризуется низкими значениями предела текучести, предела прочности и большой пластичностью (таблица 1). Как показали механические испытания на статическое растяжение, прокатка ($\epsilon=50$ %) способствует повышению прочностных свойств (пределов текучести, пределов прочности) и снижению пластичности стали (таблица 1) по сравнению с исходно закаленным состоянием. Понижение температуры деформации сопровождается повышением предела текучести, предела прочности и понижением пластичности стали 01X17H13M3 (таблица 1) по сравнению с образцами стали, прокатанными при комнатной температуре. Предварительное легирование водородом приводит к дополнительному росту прочностных свойств и снижению пластичности по сравнению с образцами, прокатанными без наводороживания (таблица 1). Повышение плотности тока при наводороживании перед деформацией, сопровождается снижением предела текучести, предела прочности и увеличением пластичности (таблица 1).

Таблица 1

Механические свойства стали 01X17H13M3 в исходном состоянии и после ХДО

| ХДО | Механические свойства | | | | |
|---|-----------------------|----------------------|------------------|--------------|-----------------|
| | σ_0 , МПа | $\sigma_{0.1}$, МПа | σ_B , МПа | δ , % | H_{μ} , ГПа |
| исходный | 350±18 | 375±19.22 | 665±11 | 65.0±1.4 | 2.17±0.09 |
| $\epsilon=50$ %, T=300 К | 970±20 | 1080±17 | 1150±11 | 10.0±0.3 | 3.53±0.23 |
| 10 мА/см ² , $\epsilon=50$ %, T=300 К | 1065±28 | 1150±21 | 1220±15 | 7.5±0.4 | 3.74±0.21 |
| 200 мА/см ² , $\epsilon=50$ %, T=300 К | 1030±26 | 1100±15 | 1170±13 | 9.5±0.3 | 3.92±0.23 |
| $\epsilon=50$ %, T=77 К | 1150±20 | 1200±19 | 1270±11 | 7.5±0.4 | 4.09±0.19 |
| 10 мА/см ² , $\epsilon=50$ %, T=77 К | 1180±2 | 1270±22 | 1340±12 | 7.2±0.4 | 3.86±0.19 |
| 200 мА/см ² , $\epsilon=50$ %, T=77 К | 1140±28 | 1220±21 | 1310±13 | 7.8±0.3 | 4.19±0.21 |

Заключение. Химико-деформационная обработка стали 01X17H13M3 приводит к формированию зеренно-субзеренной структуры с высокой долей двойниковых границ. Увеличение степени осадки, наводороживание и понижение температуры прокатки способствует росту линейной плотности двойниковых границ. Электронно-микроскопически наблюдали образование ϵ -мартенсита в структуре стали, но его доля в структуре стали мала. Методом магнитофазового анализа в образцах, прокатанных с охлаждением до температуры жидкого азота, была обнаружена небольшая доля α' -фазы, ее содержание не превышает 5 %. Прокатка сопровождается увеличением прочностных характеристик и снижением пластичности стали. Наводороживание и понижение температуры деформации способствует дополнительному упрочнению стали, что вызвано увеличением линейной плотности двойниковых границ и фазовыми переходами.

Работа выполнена при финансовой поддержке стипендии Президента (СП-419.2015.1). Исследования проведены с использованием оборудования ЦКП научным оборудованием БелГУ «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» и ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН.