

УДК 544.228, 544.032.2

Особенности мартенситных превращений и эволюция дефектной микроструктуры в процессе прокатки метастабильной аустенитной стали при комнатной температуре

И.Ю. Литовченко^{1,2,3}, А.Н. Тюменцев^{1,2}, Е.П. Найдено²¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, 634021, Россия² Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, 634050, Россия³ Сибирский физико-технический институт Томского государственного университета, Томск, 634050, Россия

Выявлены основные закономерности формирования двухфазных (аустенит + мартенсит) субмикроструктурных состояний в процессе больших пластических деформаций прокаткой метастабильной аустенитной стали Fe–18Cr–8Ni–Ti. Изучены особенности разориентированной дефектной субструктуры этих состояний. С привлечением прямых и обратных (по альтернативным системам) деформационных мартенситных превращений обсуждаются возможные механизмы деформации и переориентации кристаллической решетки при формировании субмикроструктурных состояний.

Ключевые слова: аустенитные стали, пластическая деформация, мартенситные превращения, субмикроструктурные состояния

Peculiarities of martensite transformations and evolution of defect microstructure in metastable austenitic steel rolled at room temperature

I.Yu. Litovchenko^{1,2,3}, A.N. Tyumentsev^{1,2}, and E.P. Naiden²¹ Institute of Strength Physics and Materials Science, SB RAS, Tomsk, 634021, Russia² National Research Tomsk State University, Tomsk, 634050, Russia³ Siberian Physical-Technical Institute, Tomsk State University, Tomsk, 634050, Russia

The paper inquires into the main mechanisms by which two-phase (austenite plus martensite) submicrocrystalline structural states are formed in metastable austenitic Fe–18Cr–8Ni–Ti steel under severe plastic deformation in rolling. The peculiarities of misoriented defect substructure inherent in these states are studied. Possible mechanisms of lattice deformation and reorientation involved in the formation of submicrocrystalline structural states are discussed with regard to direct plus reverse (for alternative systems) martensite transformations.

Keywords: austenitic steels, plastic deformation, martensite transformations, submicrocrystalline states

1. Введение

Известно [1–3], что при пластической деформации метастабильных аустенитных сталей возможна реализация нескольких типов деформационных мартенситных превращений $\gamma \rightarrow \alpha'$, $\gamma \rightarrow \epsilon$ и $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$. При этом объемная доля α' -мартенсита определяется химическим составом стали (стабильность аустенита) и условиями деформации (величина, температура, давление). В [4] развиты теоретические представления, описывающие закономерности указанных выше превращений. Согласно этим представлениям, в процессе деформации в плоскостях типа {111} аустенита формируется высокая

плотность хаотически распределенных дефектов упаковки. Их перекрытие в параллельных плоскостях этого типа приводит к формированию зародышей ϵ -мартенсита. В пересекающихся плоскостях {111} формируются зародыши α' -мартенсита. При благоприятных условиях внешней нагрузки эти зародыши растут с формированием двухфазной структуры аустенит – мартенсит.

В последние десятилетия возобновление интереса к деформационным мартенситным превращениям в метастабильных аустенитных сталях [5–9] связано с появлением новых методов формирования в них при боль-

ших (интенсивных) пластических деформациях двухфазных наноструктурных состояний с высокой (>50 %) объемной долей α' -мартенсита. Так, например, согласно [8], при больших пластических деформациях прокаткой в сталях типа 18/8 формируются структурные состояния с объемным содержанием мартенсита 50–80 %.

В [5, 9] показано, что в процессе деформации методами равноканального углового прессования и кручения под давлением интенсивность и особенности превращения $\gamma \rightarrow \alpha'$ в поликристаллах аустенитных сталей зависят от ориентации зерна, способа, величины и скорости деформации. В [9] обсуждаются возможности реализации при больших пластических деформациях не только деформационного превращения $\gamma \rightarrow \alpha'$, но и обратного ему превращения $\alpha' \rightarrow \gamma$ мартенсита в аустенит. Авторы [9] связывают такое превращение с повышением температуры в процессе деформации при высоких скоростях кручения.

В [10–12] для объяснения закономерностей формирования полос локализации деформации предложен механизм прямых плюс обратных мартенситных превращений $\gamma \rightarrow \alpha' \rightarrow \gamma$ с осуществлением обратных превращений по альтернативным системам. Показано [10, 12], что с участием этого механизма можно объяснить формирование полос локализации деформации с высокоугловыми разориентировками и векторами разориентации, близкими к $\theta \approx 60^\circ \langle 110 \rangle$, $50^\circ \langle 110 \rangle$ и $35^\circ \langle 110 \rangle$. В [13] в окрестности этих полос были обнаружены следы α' -мартенсита. Исследованные в [10–13] аустенитные стали являются достаточно стабильными, и максимальное содержание мартенсита в них после деформации не превышает 1.5 %.

В настоящей работе проведено исследование эволюции дефектной структуры и особенностей фазовых превращений, в том числе указанных выше прямых плюс обратных превращений $\gamma \rightarrow \alpha' \rightarrow \gamma$, в процессе больших пластических деформаций прокаткой метастабильной аустенитной стали Fe–18Cr–8Ni–Ti, изучена роль этих превращений при формировании субмикроструктурных состояний.

2. Материал и методика исследований

Исследована метастабильная аустенитная сталь Fe–18Cr–8Ni–Ti (Fe – 18.02 % Cr – 9.77 % Ni – 1.4 % Mn – 0.59 % Ti). Перед деформацией образцы этой стали отжигали при 1100 °C в течение 1 ч с последующей закалкой в воду. Прокатку осуществляли при комнатной температуре в интервале степеней деформации $\epsilon \approx 30$ –99 %, соответствующих значениям истинной логарифмической деформации $e \approx 0.4$ –4.6. Электронно-микроскопические исследования выполняли на электронных микроскопах Philips CM-12, Philips CM-30 и JEOL-2100 при ускоряющих напряжениях 120, 300 и 200 кВ соответственно. Тонкие фольги для электронно-микроскопических исследований готовили из сечений, парал-

лельных и перпендикулярных плоскости прокатки, методом электрополировки с использованием плоских электродов из нержавеющей стали в электролите, содержащем 450 мл ортофосфорной кислоты, 50 г хромового ангидрида и 2 мл перекиси водорода, при напряжении на электродах 10–15 В и плотности тока ≈ 2.4 А/см².

Изменение фазового состава исследовали также методом рентгеноструктурного анализа на дифрактометре Shimadzu XRD-6000 с использованием CuK_α -излучения в геометрии Брегга–Брентано с фокусирующим монохроматором на вторичном пучке. Расчет объемной доли фаз проводили в программе POWDER CELL 2.4 с учетом текстуры фаз, формирующейся в процессе прокатки.

Для определения объемного содержания магнитной (мартенситной) фазы использовали метод измерения удельной намагнитченности в зависимости от напряженности магнитного поля на установке Магнитометр Н-04 [14]. Поскольку из возможных фаз γ , ϵ , α' ферромагнетизмом обладает только α' -фаза, полученные кривые зависимости удельной намагнитченности от напряженности магнитного поля пересчитывались на объемное содержание α' -мартенсита, при этом в качестве удельной намагнитченности мартенсита использовалось значение $\sigma_\alpha = 154 \text{ emu/g} = 154 \text{ Гс} \cdot \text{см}^3/\text{г}$ [15].

3. Результаты исследований

3.1. Соотношение объемных долей γ - и α' -фаз в зависимости от степени деформации

В исходном (после закалки) состоянии, согласно данным рентгеновских и магнитных исследований, в стали наблюдается ~ 100 % аустенитной фазы. Пластическая деформация приводит к фазовому превращению $\gamma \rightarrow \alpha'$ и формированию структурно-фазовых неоднородностей, обусловленных различиями в объемном содержании α' -мартенсита.

Из анализа рентгенограмм и кривых удельной намагнитченности (рис. 1) следует, что после деформации $\epsilon \approx 30$ –50 %, $e \approx 0.4$ –0.7 в образцах наблюдается преимущественно аустенит. Объемное содержание мартенсита не превышает 4 %. Увеличение степени деформации до $\epsilon \approx 70$ –99 %, $e \approx 1.2$ –4.6 приводит к изменению характера рентгенограмм и кривых зависимости удельной намагнитченности от напряженности магнитного поля, что обусловлено формированием значительного (от 10 до 80 %) количества α' -мартенсита и, соответственно, снижением объемной доли аустенита.

Параболический характер кривых удельной намагнитченности (рис. 1, б) свидетельствует о наличии в деформированных образцах магнитной фазы α' -мартенсита. Экстраполируя зависимости удельной намагнитченности от напряженности магнитного поля $\sigma(H)$ к оси намагнитченности, получаем значения намагнитченности

при $H = 0$ для разных степеней деформации. Отношение этой величины к намагниченности, соответствующей 100 % мартенсита ($154 \text{ Гс} \cdot \text{см}^3/\text{Г}$), дает значение объемной доли мартенситной фазы.

Из анализа графиков зависимостей объемного содержания α' -мартенсита от степени деформации (рис. 1, в) следует, что содержание мартенсита возрастает с увеличением деформации и достигает значений 10–20 % при $\epsilon \approx 70 \%$ ($e \approx 1.2$), 30–40 % при $\epsilon \approx 90 \%$ ($e \approx 2.3$) и 70–80 % при $\epsilon \approx 99 \%$ ($e \approx 4.6$). Различие между данными, полученными методами рентгеноструктурного анализа и магнитных измерений, может быть обусловлено локальными неоднородностями в содержании мартенсита.

3.2. Результаты электронно-микроскопических исследований

Результаты настоящей работы, а также литературные данные [1–3] свидетельствуют, что исходная дефектная структура стали представлена слабо развитой ячеистой дислокационной структурой и многочисленными дефектами упаковки. Электронно-микроскопические исследования после деформации обнаруживают наличие тонких пластин ϵ -мартенсита, однако их количество незначительно. Поскольку эта фаза не обнаруживается

рентгенографически, можно сделать вывод, что ее объемное содержание не превышает $\sim 1 \%$.

3.2.1. Степень деформации $\epsilon = 30\text{--}50 \%$, $e \approx 0.4\text{--}0.7$, объемное содержание мартенсита $< 4 \%$

Электронно-микроскопические исследования деформированных образцов показали, что в аустенитной структуре при $\epsilon = 30\text{--}50 \%$, $e \approx 0.4\text{--}0.7$ деформации развивается интенсивное механическое двойникование с формированием микродвойниковых ламельных структур с характерными размерами (шириной) микродвойников от нескольких сотых до нескольких десятых долей микрометра (рис. 2, б). Внутри ламельной структуры двойник/матрица наблюдается полосчатый контраст (рис. 2, б, в), характерный для множественных дефектов упаковки. При этом в микродвойниковой структуре обнаруживаются зародыши α' -мартенсита размерами от 20 до 100 нм (рис. 2, в). Анализ микродифракционных картин (рис. 2, а) показал, что между аустенитом и мартенситом наблюдается ориентационное соотношение Курдюмова–Закса.

Увеличение степени деформации приводит к увеличению плотности микродвойников. При $\epsilon \approx 50 \%$ двойникование охватывает не менее чем $2/3$ зерен аусте-

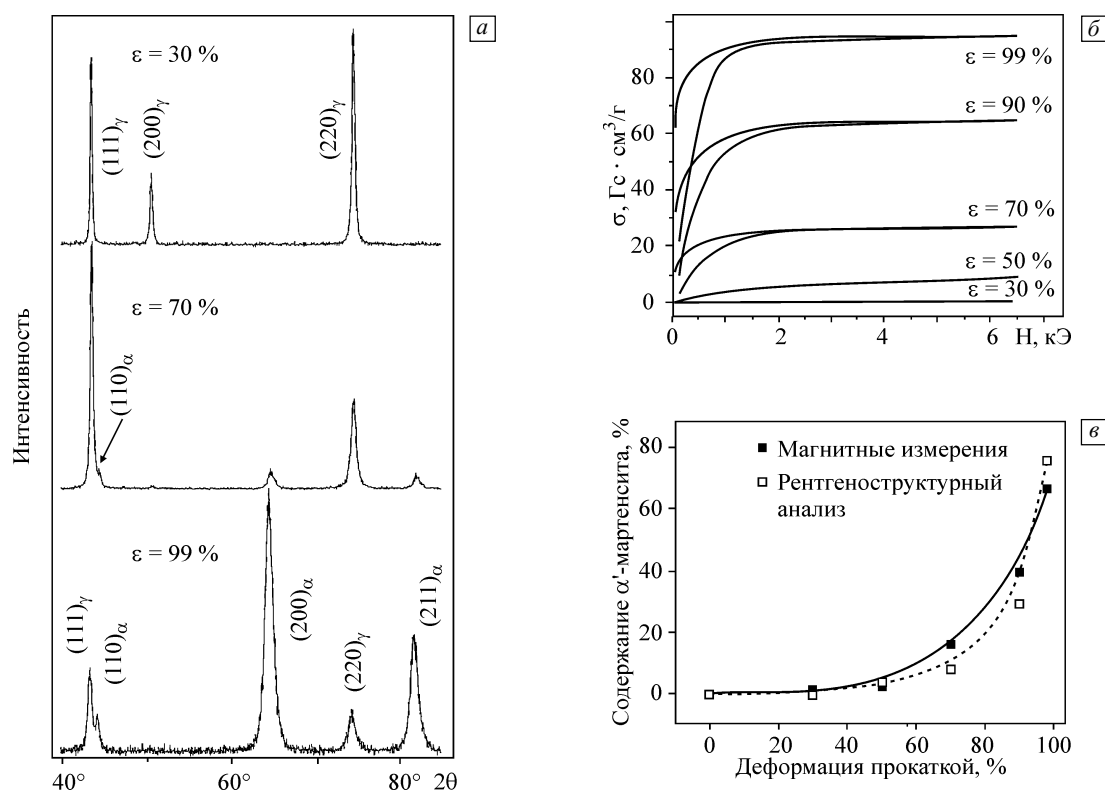


Рис. 1. Изменение объемного содержания мартенсита в процессе деформации прокаткой: фрагменты дифрактограмм деформированных образцов (а); кривые удельной намагниченности в зависимости от напряженности магнитного поля для деформированных образцов (б); зависимости объемного содержания α' -мартенсита от степени деформации, полученные методом рентгеноструктурного анализа и измерений удельной намагниченности (в)

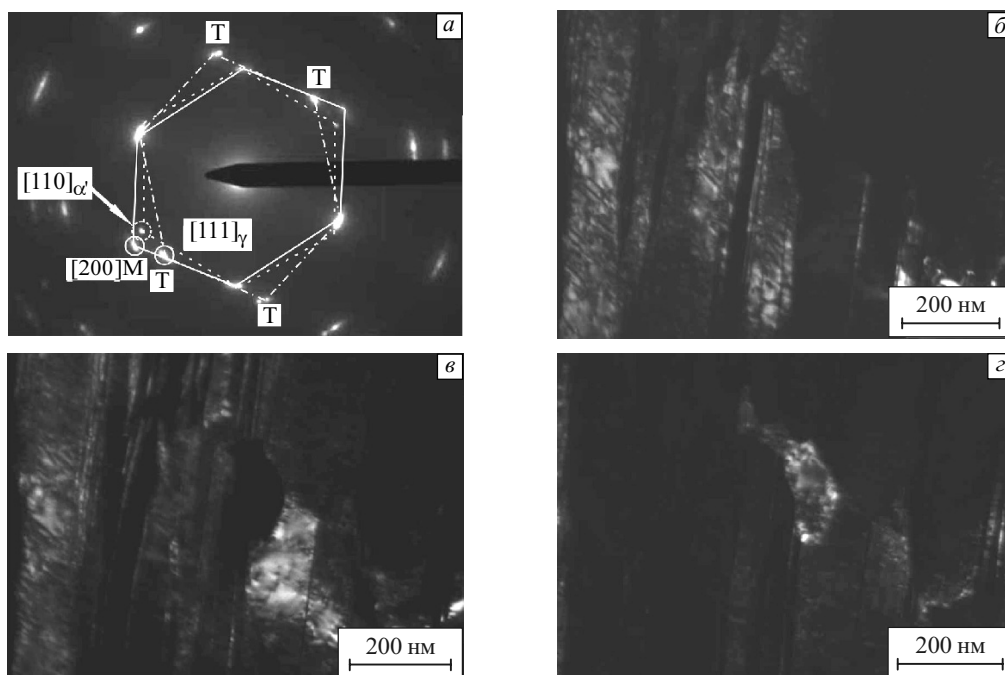


Рис. 2. Микроструктура стали после деформации $\epsilon \approx 30\%$; сечение, перпендикулярное плоскости прокатки; объемная доля α' -мартенсита $< 4\%$: а — микродифракционная картина двухфазной ($\gamma + \alpha'$)-области, содержащей микродвойники в аустените, ось зоны матрицы $[110]$ выделена сплошными линиями, ось зоны двойников $[\bar{1}\bar{1}0]$ — пунктирные линии с точками, ось зоны α' -мартенсита $[111]$ — пунктирные линии; б, в, г — темнопольные изображения в матричном рефлексе $g = [200]_{\gamma}$, двойниковом $g = [111]_{\gamma}$ и рефлексе $g = [110]_{\alpha'}$ (указан стрелкой) соответственно

нита. Пластическая деформация ранее сформированных двойников приводит к искривлению двойниковых ламелей. Формируются новые зародыши мартенсита и растут мартенситные кристаллы, зародившиеся ранее. В отдельных зернах аустенита мартенситное превращение развивается очень активно, формируя ламельную структуру пакетного мартенсита. В тех зернах, где мартенситное превращение протекает менее активно, наблюдается структура, преимущественно состоящая из аустенитных фрагментов и отдельных мартенситных ламелей.

3.2.2. Степень деформации $\epsilon \approx 70\%$, $e \approx 1.2$, объемная доля мартенситной фазы 10–20 %

Увеличение степени деформации до $\epsilon \approx 70\%$, $e \approx 1.2$ приводит к формированию двухфазных ($\gamma + \alpha'$)-областей, состоящих из фрагментов аустенита и мартенсита с объемной долей последнего, сравнимой или превышающей объемную долю аустенита. Пример такого структурного состояния представлен на рис. 3. На электронограмме (рис. 3, б) обнаружены оси зоны $[110]$ аустенита и $[111]$ мартенсита. Между аустенитом и мартенситом наблюдается ориентационное соотношение, близкое к ориентационному соотношению Курдюмова–Закса. Анализ темнопольных изображений выявил кристаллы мартенсита (рис. 3, в), растущие в ламельной структуре аустенита (рис. 3, г). Мартенситные ламели близ-

кой ориентации обнаруживаются на соседних участках. Для мартенситных рефлексов на дифракционных картинах двухфазных областей характерно наличие малоугловых дискретных и непрерывных разориентировок (состояний с повышенной кривизной кристаллической решетки, которые подробнее будут рассмотрены ниже), что отражается в азимутальном «размытии» мартенситных рефлексов. Таким образом, двухфазная структура состоит из фрагментов микродвойниковой структуры аустенита и отдельных мартенситных ламелей.

3.2.3. Степень деформации $\epsilon \approx 90\%$, $e \approx 2.3$, объемная доля мартенситной фазы 30–40 %

Дальнейшее увеличение степени деформации до $\epsilon \approx 90\%$, $e \approx 2.3$ приводит к существенному росту объемной доли мартенситной фазы. Увеличивается количество зерен с двухфазным ($\gamma + \alpha'$) структурным состоянием, соответственно, снижается доля зерен, содержащих сдвойникованный аустенит. При этом на фоне областей с двухфазной структурой, подобной показанной на рис. 3, наблюдаются области, содержащие преимущественно пакетный мартенсит. Размеры таких областей могут составлять сотни микрометров. Пример такого структурного состояния представлен на рис. 4. Из анализа микродифракционных картин, светло- и темнопольных изображений следует, что между мартенситными ламелями наблюдаются как малоугловые, так и высо-

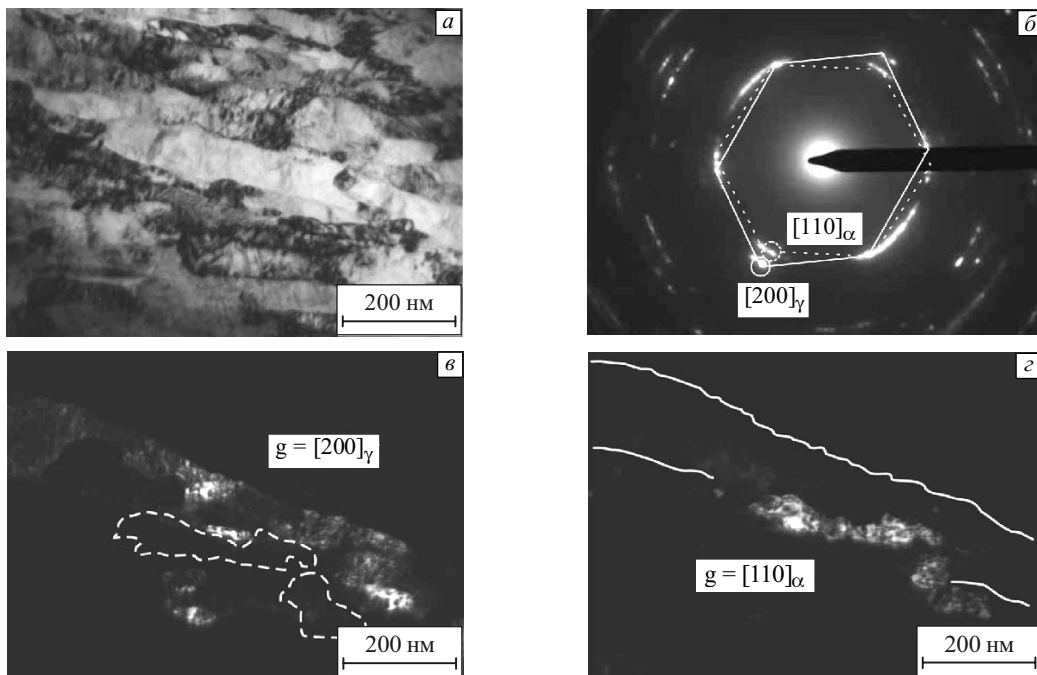


Рис. 3. Микроструктура стали после деформации прокаткой $\epsilon \approx 70\%$; сечение, перпендикулярное плоскости прокатки; объемная доля α' -мартенсита 10–20 %: *a* — светлопольное изображение двухфазной ($\gamma + \alpha'$)-области; *b* — микродифракционная картина этой области, сплошными линиями выделена ось зоны $[110]$ аустенитной фазы, пунктирными — ось зоны $[111]$ мартенсита; *c*, *d* — темнопольные изображения в рефлексах $g = [200]$ аустенитной и $g = [110]$ мартенситной фаз соответственно

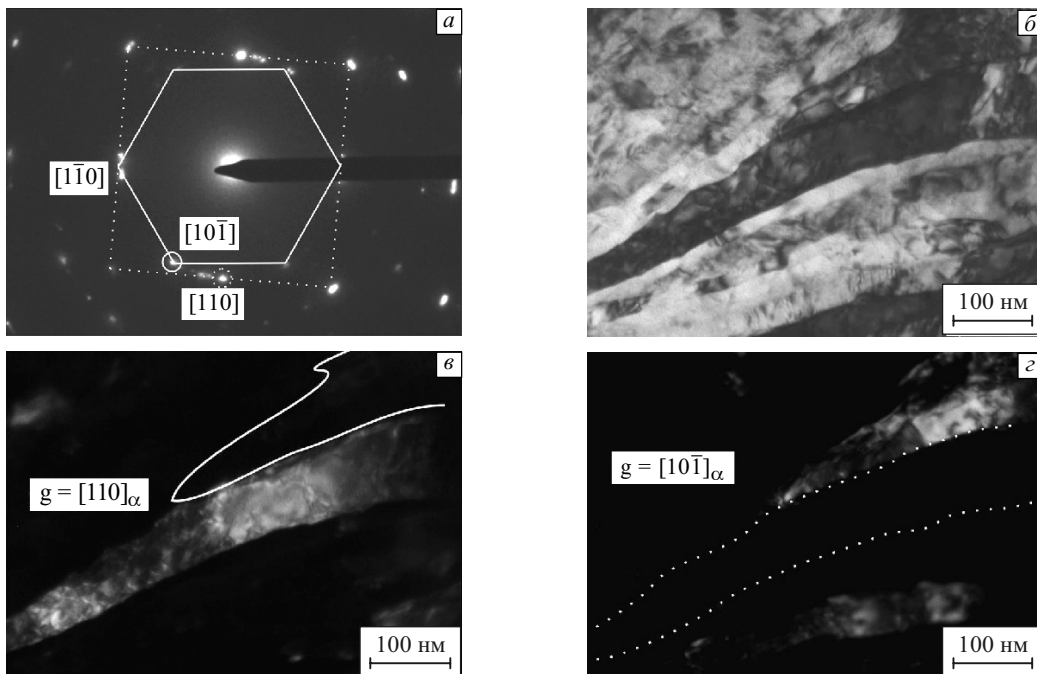


Рис. 4. Структура пакетного мартенсита после деформации $\epsilon \approx 90\%$; сечение, перпендикулярное плоскости прокатки: *a* — микродифракционная картина исследуемой области, соответствующая наличию двух осей зон мартенсита ($[001]$ выделена пунктиром и $[111]$ — сплошными линиями с общим рефлексом $g = [1\bar{1}0]$); *b* — светлопольное изображение; *c* — темнопольное изображение в рефлексе $g = [110]$, принадлежащем оси зоны $[001]$; *d* — темнопольное изображение в рефлексе $g = [10\bar{1}]$, принадлежащем оси зоны $[111]$. Сплошными и пунктирными линиями выделены границы соседних мартенситных пластин, взаимно разориентированных на угол $\theta \approx 60^\circ \langle 110 \rangle$

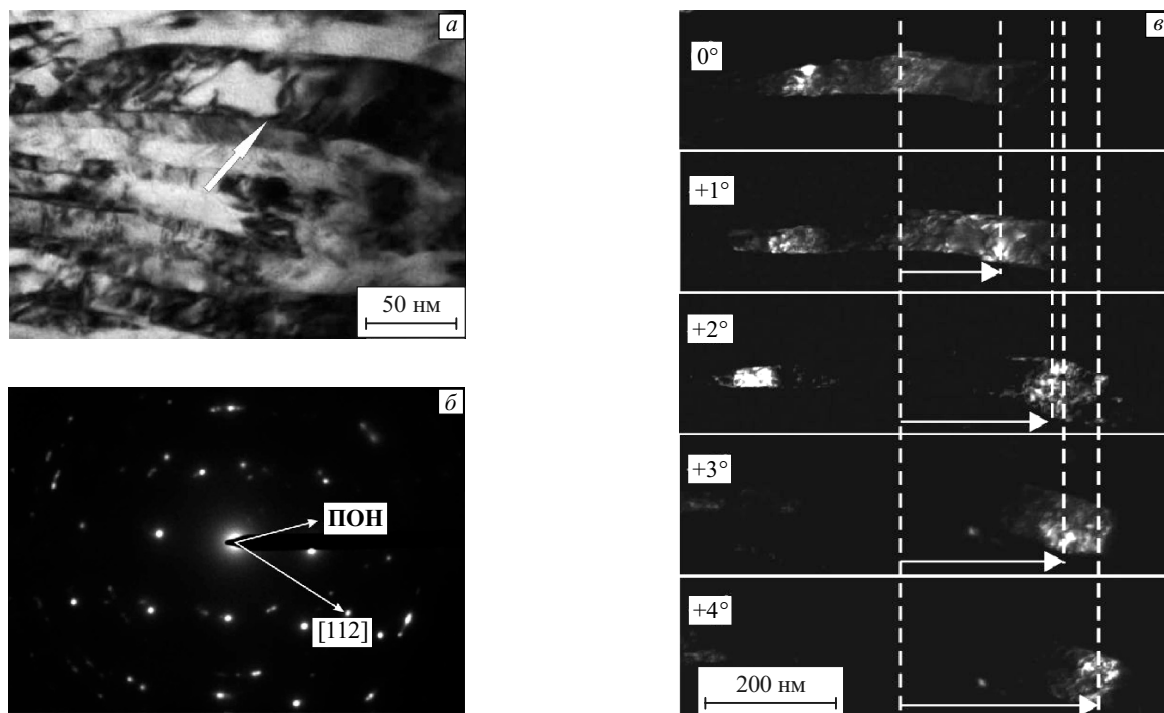


Рис. 5. Дефектная структура пакетного мартенсита после деформации $\varepsilon \approx 90\%$; сечение, перпендикулярное плоскости прокатки; объемная доля мартенситной фазы 30–40 %: *a* — светопольное изображение; *б* — микродифракционная картина исследуемой области; *в* — серия темнопольных изображений мартенситной пластины в рефлексе $\mathbf{g} = [112]$ при наклоне фольги в гониометре. Пунктирными линиями показаны положения перемещающегося контура экстинкции

коугловые границы разориентации. Например, фрагменты на темнопольных изображениях (рис. 4, *в*, *г*) имеют между собой высокоугловую границу с вектором разориентации, близким к $\theta^\circ \sim 60^\circ \langle 110 \rangle$. В соответствии с [16], формирование таких разориентировок характерно для структуры мартенситного пакета и объясняется реализацией в рассматриваемых ламелях разных систем мартенситного превращения в пределах исходного аустенитного зерна. Внутри мартенситных ламелей шириной от ~ 50 до ~ 100 нм наблюдается высокая (до 10^{12} см^{-2}) плотность дислокаций. Отдельные ламели содержат по границам прослойки «остаточного» аустенита.

Важной особенностью дефектной субструктуры пакетного мартенсита является проиллюстрированное на рис. 5 структурное состояние с непрерывными разориентировками или ненулевыми значениями компонент тензора кривизны кристаллической решетки [17–19]. На этом рисунке при наклоне фольги в гониометре наблюдается непрерывное перемещение экстинкционного контура. В соответствии с [17–19], ширина контура и величина его смещения при наклоне связаны с компонентами χ_{21} и χ_{31} тензора кривизны следующими соотношениями:

$$\chi_{21} = \Delta\varphi \sin \beta / \Delta r, \quad (1)$$

$$\chi_{31} = (L\chi_{21} - \Delta\gamma_0) / \Delta t, \quad (2)$$

где $\Delta\varphi$ — величина угла наклона гониометра, соответ-

ствующая перемещению контура экстинкции на расстояние Δr ; χ_{21} — кривизна плоскостей, перпендикулярных волновому вектору электронов (при невысоких значениях $\Delta\varphi$ это плоскости, параллельные поверхности фольги); χ_{31} — кривизна плоскостей, формирующих дифракционный контраст (при невысоких значениях $\Delta\varphi$ это плоскости, перпендикулярные плоскости фольги, не подверженные случайным эффектам коробления тонких фольг и отражающие кривизну объемных образцов); β — угол между вектором действующего отражения и направлением проекции оси наклона гониометра (ПОН); $L \approx 0.08\text{--}0.20$ мкм — ширина контура экстинкции на рис. 5; $\Delta\gamma_0 \approx 0.5^\circ$ — угловые размеры дифракционных максимумов в бездефектном кристалле; $\Delta t \approx 0.15$ мкм — толщина фольги.

Из анализа серии темнопольных изображений (рис. 5) при разных углах наклона гониометра в рефлексе $\mathbf{g} = [112]$ для мартенситной пластины, указанной стрелкой на рис. 5, *а*, следует, что экстинкционный контур перемещается на расстояние $\Delta r \approx 0.17$ мкм при наклоне на 3° (от $+1^\circ$ до $+4^\circ$). Угол между действующим отражением и ПОН $\beta = 47.4^\circ$, соответственно, $\sin \beta = 0.74$. Оценки по формулам (1) и (2) дают при этом значения $\chi_{21} \approx 13^\circ \text{ мкм}^{-1}$ и $\chi_{31} \approx 14^\circ \text{ мкм}^{-1}$.

Указанные выше структурные состояния являются источниками достаточно высоких локальных внутрен-

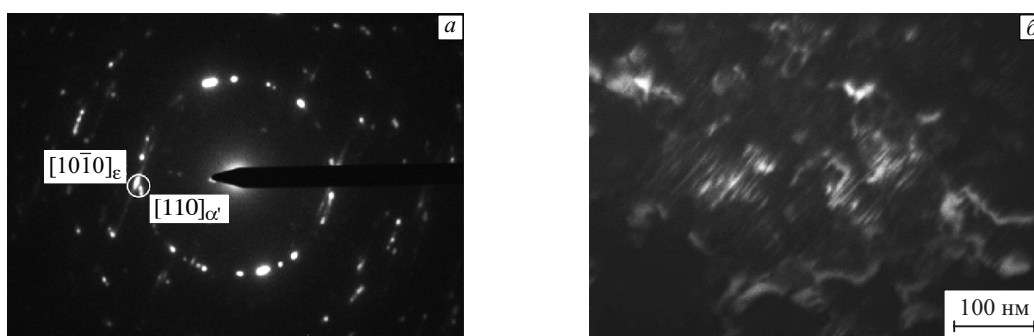


Рис. 6. Микроструктура области мартенситных фаз после деформации $\varepsilon \approx 99\%$; сечение, параллельное плоскости прокатки; a — микродифракционная картина исследуемой области, отмечены рефлексы $g = [110]_{\alpha'}$ и $g = [10\bar{1}0]_{\varepsilon}$; b — темнопольное изображение в совмещенных рефлексах α' - и ε -мартенсита

них напряжений. Согласно выражению $\sigma_{loc} \approx \chi_{ij} \times E \times \Delta t / 2$ [17–21], где E — модуль Юнга, при найденных в настоящей работе величинах χ_{ij} эти напряжения ($\sigma_{loc} \approx E/55 - E/60$) в несколько раз превышают предел текучести холоднодеформированной стали.

3.2.4. Степень деформации $\varepsilon \approx 99\%$, $e \approx 4.6$, объемное содержание мартенсита 70–80 %

Напомним (см. рис. 1, e), что при увеличении степени деформации от $\varepsilon \approx 90\%$ до $\varepsilon \approx 99\%$ наблюдается значительное, от ~ 30 – 40 до ~ 70 – 80% , т.е. почти двукратное, возрастание объемной доли мартенсита. Однако α' -мартенсит распределен неоднородно по объему деформированных образцов. Обнаружены, во-первых,

области с пакетным мартенситом, аналогичные представленным на рис. 4 и 5, особенности дефектной структуры которых рассмотрены выше. По приблизительным оценкам пакетный мартенсит занимает не менее 50% объема деформированного материала. В отдельных мартенситных пластинах обнаруживаются тонкие, толщиной несколько нанометров, пластинки деформационного ε -мартенсита (рис. 6). Наличие этой фазы свидетельствует о том, что высокие локальные напряжения в α' -мартенсите могут частично релаксировать, в том числе и путем реализации $\alpha' \rightarrow \varepsilon$ мартенситных превращений. Во-вторых, наблюдаются двухфазные области (рис. 7), для которых характерно наличие ламельной структуры, состоящей из пластин мартенсита и аусте-

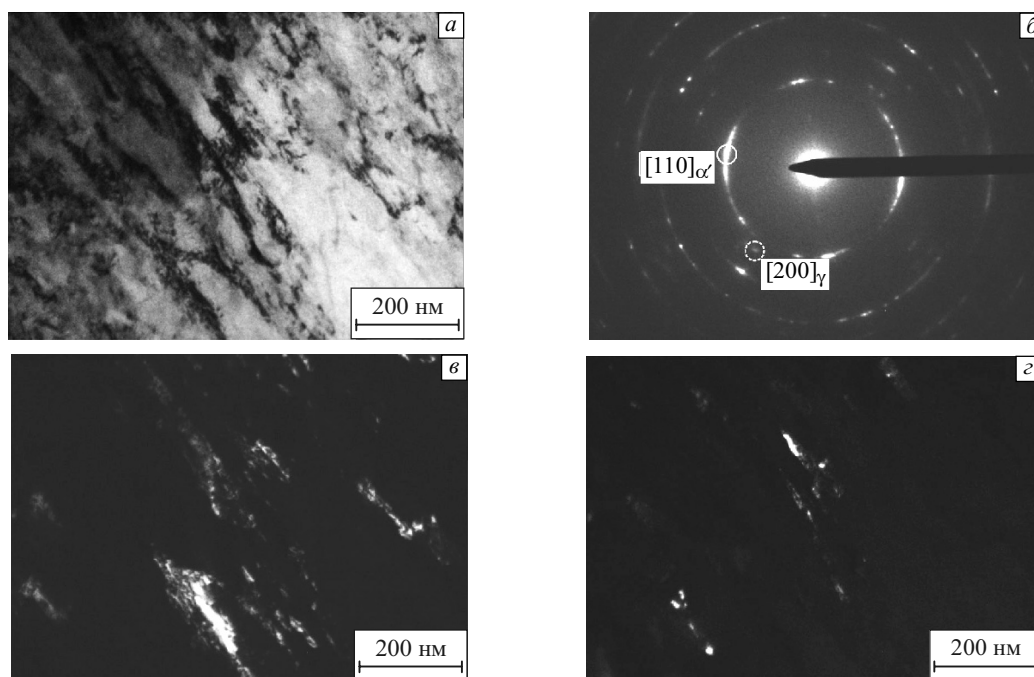


Рис. 7. Микроструктура двухфазной области после деформации $\varepsilon \approx 99\%$; сечение, параллельное плоскости прокатки; a — светлопольное изображение; b — микродифракционная картина исследуемой области, отмечены рефлексы $g = [110]_{\alpha'}$ и $g = [200]_{\gamma}$; c, d — темнопольные изображения в указанных рефлексах мартенсита и аустенита соответственно

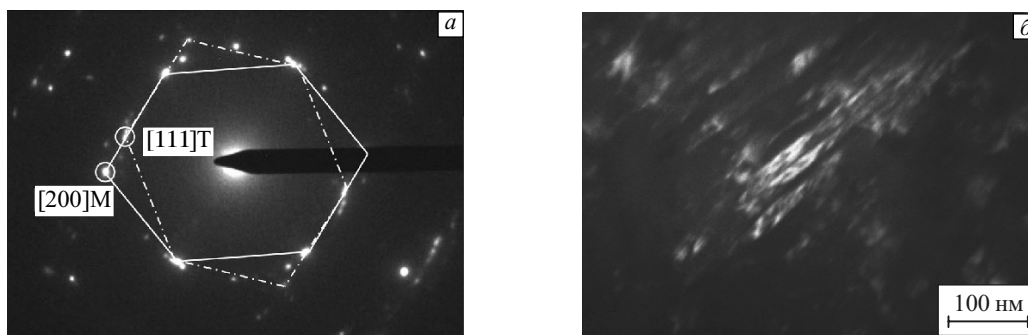


Рис. 8. Микроструктура аустенитной области после деформации $\varepsilon \approx 99\%$, сечение, параллельное плоскости прокатки: *a* — микродифракционная картина, ось зоны матрицы $[110]$ выделена сплошными линиями, ось зоны двойников $[110]$ — штрих-пунктирными линиями; *b* — темнопольное изображение в двойниковом Т-рефлексе

нита. Из качественного анализа темнопольных изображений (рис. 7, *a, z*) следует, что в рассматриваемой области объемная доля мартенсита значительно (как минимум в несколько раз) превышает объемную долю аустенита. Как и на рис. 3, анализ дифракционных картин двухфазных областей свидетельствует о наличии малоугловых разориентировок между мартенситными кристаллами, причем как дискретных, так и непрерывных. Двухфазные области занимают более 1/3 объема деформированного материала. В-третьих, наблюдаются преимущественно аустенитные области, объемная доля которых составляет по приблизительным оценкам менее 20 %.

Эти области можно разделить на два типа.

1. Области сдвойникового аустенита (рис. 8), содержащие как микро-, так и нанодвойники деформации. Объемная доля таких областей менее 10 %. Структура этих областей подобна структуре деформированного аустенита при степенях деформации 30–50 %. Помимо двойниковых, в них наблюдаются также малоугловые разориентации кристаллической решетки. Указанные области часто граничат с двухфазными областями либо с областями пакетного мартенсита.

2. Области, в которых развиваются процессы динамического возврата и рекристаллизации. Объемная доля таких областей $\approx 10\%$. Размеры составляют сотни микрометров, что сопоставимо с несколькими исходными зернами. В этих областях обнаруживаются следующие структурные состояния.

1) Одним из структурных состояний аустенита являются субмикроструктуры размерами десятки доли микрометра (рис. 9), являющиеся типичными зернами (субмикроструктурами) динамической рекристаллизации, о чем свидетельствует нулевая плотность дислокаций в них и характерные для этого явления относительно гладкие границы. На электронограмме (рис. 9, *a*) участки аустенитной фазы обнаружены дифракционные максимумы, возбуждаемые фрагментами с осями зон типа $\langle 110 \rangle$, взаимно разориентированные в азимутальном направлении на угол $\approx 55^\circ$. Темнопольный анализ в разных действующих отражениях показал, что одной оси зоны соответствует ориентация кристаллита 1, другой — ориентация кристаллитов 2 и 3 (рис. 9, *b*, монтаж). Кристаллиты 2 и 3 разделены малоугловой ($\sim 2.5^\circ$) границей разориентации. Кроме того, в кристаллите 3

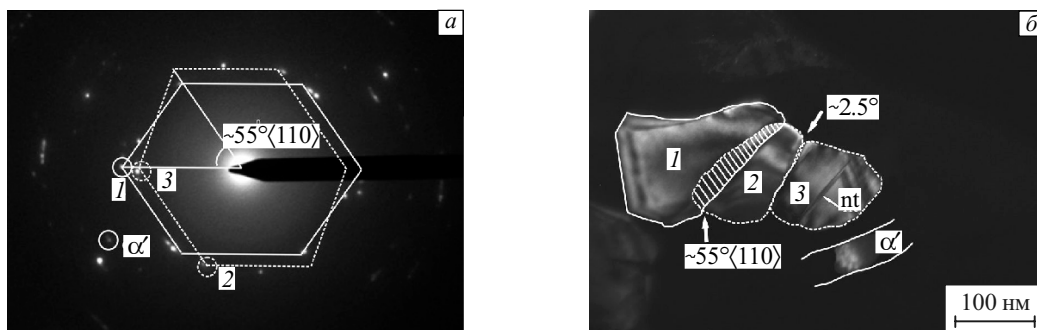


Рис. 9. Микроструктура области аустенита после деформации $\varepsilon \approx 99\%$; сечение, параллельное плоскости прокатки: *a* — микродифракционная картина, сплошными и пунктирными линиями отмечены две оси зоны типа $\langle 110 \rangle$, разориентировка между которыми $\sim 55^\circ \langle 110 \rangle$; *b* — монтаж темнопольных изображений из участков, соответствующих рефлексам 1–3 аустенита и α' -мартенсита. Заштрихована наклонная к плоскости фольги высокоугловая граница с вектором разориентации $\theta \approx 55^\circ \langle 110 \rangle$

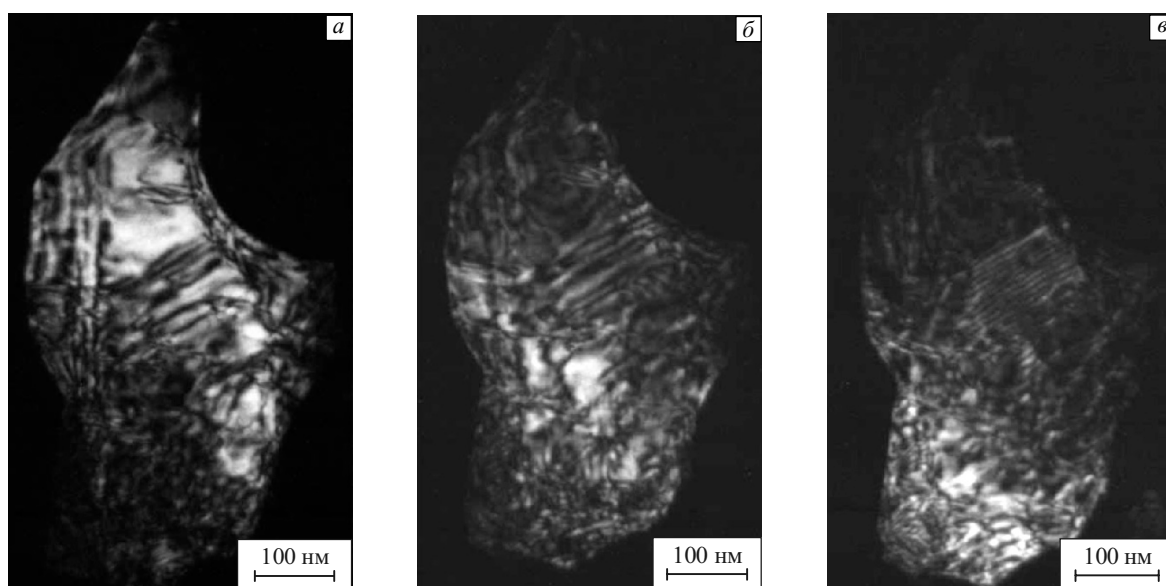


Рис. 10. Дефектная структура субмикроструксталла аустенита после деформации $\epsilon \approx 99\%$; сечение, перпендикулярное плоскости прокатки: *a–в* — серия темнопольных изображений при наклоне фольги на 1° . Угол между действующим отражением и ПОН — 36°

обнаружен тонкий нанодвойник шириной ~ 5 нм (обозначен *nt* на рис. 9, *б*). В правой нижней части рассматриваемого участка залегает пластинка α' -мартенсита (рис. 9, *б*), которая граничит с аустенитными фрагментами, рассмотренными выше. В областях динамической рекристаллизации встречаются также практически бездефектные (содержащие несколько дислокаций) сдвойникованные участки, при этом ширина двойников может достигать десятых долей микрометра.

Представленное на рис. 9 структурное состояние (с высокой плотностью малоугловых границ и высокоугловых границ со значениями векторов разориентации $\theta = 50^\circ\text{--}60^\circ(110)$) является типичным для участков динамической рекристаллизации. Напомним, что это характерные разориентировки, которые формируются в результате прямых плюс обратных мартенситных превращений с реализацией обратных превращений по альтернативным системам [10–12]. Подчеркнем также, что динамическая рекристаллизация приводит к формированию исключительно аустенитных зерен. В мартенситной фазе либо в двухфазных состояниях бездефектных областей с относительно гладкими границами не обнаружено.

2) Характерный пример другого структурного состояния аустенита после деформации $\epsilon \approx 99\%$ представлен на рис. 10. Темнопольный анализ показал наличие полосчатого контраста внутри зерна аустенита субмикронного масштаба. На отдельных участках рассматриваемого зерна наблюдается муаровый контраст, что можно определить по изменению плотности полос муара на темнопольных изображениях (в правой части зерна) при наклоне образца. Муаровый контраст обус-

ловлен наличием внутри субмикроструксталлического зерна малоугловых границ разориентации. На других участках субмикронного зерна контраст более сложный и может включать в себя как полосчатый контраст на малоугловых границах, так и изображения дислокаций. На отдельных участках (нижняя часть зерна) плотность дислокаций достигает 10^{12} см^{-2} . Кроме того, на отдельных участках рассматриваемого аустенитного зерна наблюдаются непрерывные разориентировки (кривизна кристаллической решетки), максимальные значения которых составляют $2^\circ\text{--}3^\circ\text{ мкм}^{-1}$, что в несколько раз меньше, чем аналогичные значения в мартенситной структуре. Границы рассматриваемого субмикроструксталла подобны относительно гладким и бездефектным границам областей динамической рекристаллизации, представленным выше.

Таким образом, рассматриваемое структурное состояние характеризуется наличием внутренней субструктуры — высокой плотности дислокаций, а также фрагментов с дискретными и непрерывными малоугловыми разориентировками, что принципиально отличает его от бездефектных субмикроструксталлов аустенита.

Наличие внутренней разориентированной высокодефектной субструктуры в субмикроструксталлических зернах, получаемых в результате больших пластических деформаций в сплавах на основе V и Mo–Re, было обнаружено ранее в работах [20, 21]. В этих работах предложено называть указанные состояния «двухуровневыми структурными состояниями». В этих состояниях субмикронные зерна фрагментированы на кристаллиты с дипольным или мультипольным характером разориентировок с малоугловыми границами разориен-

тации и высокой (десятки градусов на микрометр) кривизны кристаллической решетки. В отличие от [20, 21], в настоящей работе во фрагментированных субмикроструктурных зернах аустенита кривизна кристаллической решетки не превышает нескольких градусов на микрометр, а локальные внутренние напряжения $\sigma_{loc} \approx E/400$ в несколько раз меньше, чем соответствующие величины в пакетном мартенсите, что может свидетельствовать об участии релаксационных процессов типа динамического возврата в формировании указанных структурных состояний.

3.3. Обсуждение результатов

На основании представленных выше результатов можно выделить три основные стадии эволюции дефектной структуры и фазового состава стали при формировании двухфазных субмикроструктурных состояний.

На стадии I $\varepsilon \approx 30\%$, $e < 0.4$, объемное содержание мартенсита $< 4\%$, происходит механическое двойникование и зарождение мартенситных пластин. На этой стадии в аустенитных зернах формируются ламельные микродвойниковые структуры с множественными дефектами упаковки. В этой структуре образуются зародыши α' -мартенсита. В процессе деформации при наличии выгодных ориентаций внешних напряжений зародыши растут, формируя отдельные мартенситные пластины в микродвойниковой структуре аустенита.

На стадии II $\varepsilon \approx 30\text{--}90\%$, $e \approx 0.4\text{--}2.3$, объемное содержание мартенсита $4\text{--}40\%$, обнаружено: 1) увеличение плотности двойников, активизация дислокационно-дисклинационных механизмов деформации и переориентации кристалла, приводящих к формированию широкого спектра малоугловых границ разориентации, увеличению плотности дислокаций в двойниковых границах, искривлению двойников; 2) формирование двухфазных $\gamma + \alpha'$ структурных состояний с высоким содержанием мартенситной фазы, увеличение объемной доли деформационного мартенсита.

На стадии III $\varepsilon \approx 90\text{--}99\%$, $e \approx 2.3\text{--}4.6$, объемное содержание мартенсита $40\text{--}80\%$. На этой стадии деформации можно выделить следующие основные процессы:

1) значительное увеличение объемной доли двухфазных $\gamma + \alpha'$ структурных состояний, представленных фрагментами полосовой (ламельной) структуры аустенита и мартенсита;

2) завершение мартенситного превращения в значительной (не менее половины) части объема образцов с формированием структуры пакетного мартенсита, не содержащего «остаточный» аустенит;

3) пластическая деформация в структуре пакетного мартенсита — накопление дислокаций, фрагментация мартенситных ламелей с формированием малоугловых

границ деформационного происхождения дислокационно-дисклинационными механизмами деформации, формирование структурных состояний с высокой (до $\sim 10^{12} \text{ см}^{-2}$) плотностью дислокаций, повышенными (до $\approx 14^\circ \text{ мкм}^{-1}$) значениями кривизны кристаллической решетки и, соответственно, высокими (до $\approx E/55$) локальными внутренними напряжениями;

4) развитие динамической рекристаллизации с формированием бездефектных субмикроструктурных состояний аустенита (аустенитные области, в которых в различной степени реализованы процессы релаксации дефектной субструктуры, занимают не менее 10% деформированного материала).

В результате этих процессов на рассматриваемой стадии деформации наблюдаются двухфазные субмикроструктурные состояния, в которых мартенсит обладает высокой дефектностью, в то время как γ -фаза представлена либо в виде «остаточного» (микродвойниковые ламели), либо бездефектного (полученного в процессе динамической рекристаллизации) аустенита.

Известно [22], что динамическая рекристаллизация протекает, в первую очередь, в зонах с наибольшей запасенной энергией деформации, т.е. на наиболее дефектных участках с высокими локальными внутренними напряжениями. Как было показано выше, такие зоны с локальными внутренними напряжениями ($\sigma_{loc} \approx E/55 - E/60$) наблюдаются в структуре пакетного мартенсита. Поэтому динамическая рекристаллизация развивается, на наш взгляд, исключительно в структуре пакетного мартенсита.

Пакетный мартенсит, формирующийся в процессе деформации метастабильного аустенита, характеризуется высокой плотностью дислокаций (дислокаций превращения). Формирование в нем бездефектных областей, релаксация локальных внутренних напряжений в процессе динамической рекристаллизации приводят к снижению его термодинамической стабильности, что вызывает обратное превращение в аустенит, являющийся стабильной фазой в отсутствие пластической деформации. При этом в аустените формируются характерные высокоугловые ($\sim (50\text{--}60)^\circ \langle 110 \rangle$) разориентировки. В работе [23] показано, что результатом цикла превращений $\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \gamma$ в процессе термоциклирования могут быть указанные разориентировки, что обусловлено действием различных систем в процессе прямых и обратных превращений. Наблюдаемые в настоящей работе разориентировки могут быть наследием разориентированной структуры пакетного мартенсита.

Ранее нами показана возможность прямых плюс обратных деформационных мартенситных превращений $\gamma \rightarrow \alpha' \rightarrow \gamma$ при образовании полос локализации деформации в условиях больших пластических деформаций стали 17Cr–14Ni–2Mo [13]. Деформационный мартенсит является при этом метастабильной (виртуаль-

ной) фазой, существующей непосредственно в ходе деформации и испытывающей обратное превращение в аустенит. В результате такого превращения формируются полосы локализации (разориентировки в полосах локализации) с векторами разориентации $\theta \approx 60^\circ \langle 110 \rangle$.

Принципиальным отличием (по сравнению со стабильной сталью) эволюции дефектной структуры метастабильной стали является то, что, во-первых, в результате повышения термодинамической стабильности мартенситной фазы, локализация пластической деформации в зонах сдвойникового аустенита осуществляется путем деформационного мартенситного превращения с формированием пакетного мартенсита. Во-вторых, подобное обнаруженному в стабильных аустенитных сталях обратное превращение $\alpha' \rightarrow \gamma$ осуществляется в процессе продолжающейся пластической деформации в зонах динамической рекристаллизации. Как и в случае стабильной аустенитной стали, результатом такого превращения является формирование высокоугловых границ $\approx 60^\circ \langle 110 \rangle$, являющихся следствием реализации различных систем в процессе прямых и обратных деформационных мартенситных превращений.

4. Заключение

В процессе эволюции дефектной структуры метастабильной аустенитной стали в условиях больших пластических деформаций прокаткой выявлены следующие стадии формирования двухфазных субмикроструктурных состояний: стадия I ($e < 0.4$) механического дублирования и зарождения мартенситных пластин, стадия II ($e \approx 0.4-2.3$) трансформации микродублированной структуры аустенита в пакетный мартенсит и формирования двухфазных ($\gamma + \alpha'$)-структурных состояний, стадия III ($e \approx 2.3-4.6$) завершения мартенситного превращения в значительной части объема образцов, формирования дефектных субструктур с высокими локальными внутренними напряжениями с последующей их релаксацией в процессе динамической рекристаллизации.

Предположено, что одним из механизмов формирования двухфазных субмикроструктурных состояний в исследованной стали могут быть прямые плюс обратные деформационные мартенситные превращения $\gamma \rightarrow \alpha' \rightarrow \gamma$, в которых обратное превращение происходит в результате (в процессе) динамической рекристаллизации мартенсита. Образующийся при этом субмикроструктурный аустенит наследует ламельную структуру и разориентировки кристаллической решетки пакетного мартенсита.

Исследования проведены с использованием оборудования ТМЦКП ТГУ и ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН.

Литература

1. Dash J., Otte H.M. The martensite transformation in stainless steel // *Acta Metall.* – 1963. – V. 11. – P. 1169–1178.
2. Langeborg R. The martensite transformation in 18 % Cr – 8 % Ni steels // *Acta Metall.* – 1964. – V. 12. – P. 823–843.
3. Breedis J.F., Kaufman L. Formation of hcp and bcc phases in austenitic iron alloys // *Metall. Trans.* – 1971. – V. 2. – P. 2359–2370.
4. Venables J.A. The martensite transformation in stainless steel // *Philos. Mag.* – 1962. – V. 7. – No. 1. – P. 35–44.
5. Huang C.X., Yang G., Deng B., Wu S.D., Li S.X., Zhang Z.F. Formation mechanism of nanostructures in austenitic stainless steel during equal channel angular pressing // *Philos. Mag.* – 2007. – V. 87. – No. 31. – P. 4949–4971.
6. Tavares S.S.M., Gunderov D., Stolyarov V., Neto J.M. Phase transformation induced by severe plastic deformation in the AISI 304L stainless steel // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2003. – V. 358. – P. 32–36.
7. Nagy E., Mertinger V., Tranta F., Sylom J. Deformation induced martensitic transformation in stainless steels // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2004. – V. 378. – P. 308–313.
8. Sagar S.P., Kumar B.R., Dobmann G., Battacharya D.K. Magnetic characterization of cold rolled and aged AISI 304 stainless steel // *NDT&E Int.* – 2005. – V. 38. – P. 674–681.
9. Li J.G., Umemoto M., Todaka Y., Fujisaku K., Tsuchiya K. The dynamic phase transformation and formation of nanocrystalline structure in SUS304 austenitic stainless steel subjected to high pressure torsion // *Rev. Adv. Mater. Sci.* – 2008. – V. 18. – P. 577–582.
10. Тюменцев А.Н., Литовченко И.Ю., Пинжин Ю.П., Коротаев А.Д., Сурикова Н.С., Гирсова С.Л., Нестеренков В.А. Новый механизм локализации деформации в аустенитных сталях. I. Модель неравновесных фазовых (мартенситных) превращений в полях высоких локальных напряжений // *ФММ.* – 2003. – Т. 95. – № 2. – С. 86–95.
11. Тюменцев А.Н., Литовченко И.Ю., Пинжин Ю.П., Коротаев А.Д., Гирсова С.Л., Нестеренков В.А. Новый механизм локализации деформации в аустенитных сталях. II. Влияние дублирования на закономерности переориентации кристаллической решетки в полосах локализации деформации // *ФММ.* – 2003. – Т. 95. – № 3. – С. 88–96.
12. Korotaev A.D., Tyumentsev A.N., Litovchenko I.Yu. Defect substructure and stress fields in the zones of deformation localization in high-strength metallic alloys // *Phys. Met. Metall.* – 2000. – V. 90. – No. 1. – P. S36–S47.
13. Литовченко И.Ю., Тюменцев А.Н., Шевченко Н.В., Корзников А.В. Эволюция структурно-фазовых состояний при больших пластических деформациях аустенитной стали 17Cr–14Ni–2Mo // *ФММ.* – 2011. – Т. 112. – № 4. – С. 436–448.
14. Креслин В.Ю., Найдено Е.П. Автоматизированный комплекс для исследования характеристик магнитомягких материалов // *Приборы и техника эксперимента.* – 2002. – № 1. – С. 63–66.
15. Mumtaz K., Takahashi S., Echigoya J., Kamada Y., Zhang L.F., Kikuchi H., Ara K., Sato M. Magnetic measurements of martensitic transformation in austenitic stainless steel after room temperature rolling // *Mater. Sci.* – 2004. – V. 39. – P. 85–97.
16. Андреев Ю.Г., Заркова Е.И., Штрель М.А. Границы и субграницы в пакетном мартенсите // *ФММ.* – 1990. – № 3. – С. 161–172.
17. Тюменцев А.Н., Коротаев А.Д., Пинжин Ю.П. Высокодефектные структурные состояния, поля локальных внутренних напряжений и кооперативные механизмы мезоуровня деформации и переориентации кристалла в наноструктурных металлических материалах // *Физ. мезомех.* – 2004. – Т. 7. – № 4. – С. 35–53.
18. Корзникова Е.А., Дитенберг И.А., Тюменцев А.Н., Корзников А.В. Особенности микроструктуры и механизмы формирования субмикроструктурного состояния в никеле после больших пластических деформаций кручением под давлением // *Деформация и разрушение материалов.* – 2010. – № 11. – С. 8–13.

19. Дитенберг И.А., Тюменцев А.Н., Корзников А.В., Чернов В.М., Потапенко М.М. Особенности формирования субмикроструктурного состояния при пластической деформации сплава V–4Ti–4Cr на наковальнях Бриджмена // ФММ. – 2012. – Т. 113. – № 2. – С. 170–180.
20. Дитенберг И.А., Тюменцев А.Н., Гриняев К.В., Чернов В.М., Потапенко М.М., Корзников А.В. Эволюция дефектной субструктуры при больших пластических деформациях сплава V–4Ti–4Cr // ЖТФ. – 2011. – Т. 81. – № 6. – С. 68–74.
21. Дитенберг И.А., Тюменцев А.Н., Корзников А.В., Винс С.А. Закономерности формирования нанокристаллических и субмикроструктурных состояний в сплавах на основе V и Mo–Re при разных условиях интенсивной пластической деформации // Перспективные материалы. – 2009. – № 7. – С. 103–106.
22. Быков В.М., Лихачев В.А., Никонов Ю.А., Сербина Л.Л., Шибалова Л.И. Фрагментирование и динамическая рекристаллизация меди при больших и очень больших пластических деформациях // ФММ. – 1978. – Т. 45. – № 1. – С. 163–169.
23. Кабанова И.Г., Сагарадзе В.В. Статистический анализ взаимных разориентаций кристаллов аустенита (мартенсита) после мартенситных $\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \gamma$ ($\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$)-превращений // ФММ. – 1999. – Т. 88. – № 2. – С. 44–52.

Поступила в редакцию
03.06.2013 г.

Сведения об авторах

Литовченко Игорь Юрьевич, к.ф.-м.н., доц., снс ИФПМ СО РАН, снс ТГУ, снс СФТИ ТГУ, litovchenko@spti.tsu.ru
Тюменцев Александр Николаевич, д.ф.-м.н., проф., зав. лаб. ИФПМ СО РАН, зав. каф. ТГУ, tyuments@phys.tsu.ru
Найден Евгений Петрович, д.ф.-м.н., проф. ТГУ, naidenep@yandex.ru