

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего
образования «Тольяттинский государственный университет»

Институт машиностроения

(наименование института полностью)

Кафедра Сварка, обработка материалов давлением и родственные процессы
(наименование)

22.04.01 Материаловедение и технологии материалов

(код и наименование направления подготовки)

Гибридные и комбинированные технологии обработки и модификации
перспективных материалов

(направленность (профиль) / специализация)

**ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА
(МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ)**

на тему Механические свойства и фазовые превращения в
метастабильной аустенитной стали при кручении

Обучающийся

В.М. Балашов

(Инициалы Фамилия)

(личная подпись)

Научный

Доктор. тех. наук, доцент, Н.А. Клевцова

руководитель

(ученая степень (при наличии), ученое звание (при наличии), Инициалы Фамилия)

Тольятти 2025

Оглавление

Введение.....	6
Глава 1 Аустенитные стали: свойства и применение.....	8
1.1 Стали с метастабильным аустенитом.....	8
1.2 Поведение метастабильной аустенитной нержавеющей стали в условиях пластической деформации с фрикционной связью	11
1.3 Исследование температурной зависимости фазового состава метастабильной аустенитной стали	14
1.4 Применение аустенитных нержавеющей сталей в медицине	16
1.4.1 Состав и классификация медицинских АНС	17
1.4.2 Микроструктура и механические свойства	18
1.4.3 Влияние среды.....	19
1.4.4 Гемолиз и тромбогенность.....	20
1.4.5 Цитотоксичность и пролиферация клеток.....	20
1.5 Применение в медицинских устройствах	21
1.5.1 Коронарные стенты.....	21
1.5.2 Хирургические инструменты.....	22
1.6 Современные модификации и перспективы.....	22
1.7 Свойства аустенитной стали X18H10T, деформированной прокаткой и равноканальным угловым прессованием	23
1.7.1 Структура и свойства стали после равноканального углового прессования	24
1.8 Влияние стабильности аустенита	26
1.9 Свойства градиентной метастабильной аустенитной стали	31

1.10 Эволюция микроструктуры и механические свойства метастабильной аустенитной стали со средним содержанием Mn, изготовленной методом теплой калибровочной прокатки	32
Глава 2 Материалы и методики исследования.....	41
2.1 Исследуемый материал и методики исследования структуры стали..	41
2.2 Методики исследования механических свойств стали.....	45
2.3 Описание методики, применяемой для исследования мартенситных фазовых превращений в пластически деформированных областях, расположенных на поверхности изломов.....	48
Глава 3 Результаты исследования	52
3.1 Исследование структуры и механических свойств аустенитной Fe-Cr-Ni стали	52
3.2 Исследование локализации и распределения мартенситных фаз в структуре Fe-Cr-Ni стали после воздействия интенсивной пластической деформации при кручении (ИПДК)	53
3.3 Анализ результатов испытаний на кручение образцов из Fe-Cr-Ni стали	56
3.4 Исследование механизма разрушения Fe-Cr-Ni стали при кручении и анализ распределения мартенситных фаз в области излома	57
3.5 Обсуждение полученных результатов	60
Заключение	62
Список используемой литературы	64

Аннотация

Название дипломной работы: «Механические свойства и фазовые превращения в метастабильной аустенитной стали при кручении». Данная дипломная работа состоит из пояснительной записки на 1 стр, введение на 2 стр, включая 29 рисунков, 9 таблиц, 74 литературных источников, из которых 50 источников на иностранном языке.

Аустенитные стали благодаря комплексу высоких механических характеристик и технологичности активно используются в различных отраслях промышленности, включая медицинское оборудование, химическое машиностроение и точное приборостроение. Однако некоторые марки этой стали при термомеханических воздействиях проявляют склонность к мартенситным превращениям, что неоднозначно влияет на их свойства, усложняя тем самым прогнозирование характеристик и ограничивает сферу использования этих сталей.

Целью работы является установление связи интенсивности мартенситных превращений с механизмом разрушения крупнозернистой (КЗ) и ултрамелкозернистой (УМЗ) структуры при деформации кручением для прогнозирования поведения стали в условиях эксплуатации.

Объектом дипломной работы является аустенитная Fe-Cr-Ni сталь. Сталь исследовалась в крупнозернистом состоянии и ультромелкозернистом состоянии после применения на ней равноканального углового прессования (РКУП) и интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК).

В первой главе работы был рассмотрен общий литературный обзор метастабильных аустенитных сталей при пластической деформации.

Во второй главе приведен материал, и методика исследования структуры и механических свойств стали при кручении.

В третьей главе приведены результаты исследования из метастабильной аустенитной Fe-Cr-Ni стали. В заключении подводятся итоги работы и делаются окончательные выводы.

Abstract

Title of the thesis: “Mechanical properties and phase transformations in metastable austenitic steel under torsion”.

This thesis consists of an explanatory note on 1 page, an introduction on 2 pages, including 29 figures, 9 tables, 74 literary sources, of which 50 are in a foreign language.

Austenitic steels are actively used in various industries, including medical equipment, chemical engineering, and precision instrument making, due to their high mechanical properties and processability. However, some grades of this steel exhibit a tendency to undergo martensitic transformations under thermomechanical stress, which can have a significant impact on their properties, making it difficult to predict their characteristics and limiting their applications.

The aim of this work is to establish a connection between the intensity of martensitic transformations and the mechanism of destruction of coarse-grained (CG) and ultra-fine-grained (UFG) structures during torsion deformation in order to predict the behavior of steel under operational conditions.

The object of the thesis is austenitic Fe-Cr-Ni steel, which in its initial state has a single-phase structure of γ -iron. The steel was studied in a coarse-grained state and an ultra-fine-grained state after the use of equal-channel angular pressing on it.

In the first chapter of the paper reviewed a general literature review of metastable austenitic steels under plastic deformation.

In the second chapter the material and methodology of research of structure and mechanical properties of steel under torsion was carried out.

The third chapter the results of a study of metastable austenitic Fe-Cr-Ni steel. In conclusion, the results of the work are summarized and conclusions are drawn.

Введение

Мартенситное превращение в аустенитных нержавеющей сталях представляет собой особый структурный переход, индуцируемый термическими или механическими воздействиями и имеющий важное технологическое значение для модификации свойств материала. Данный процесс характеризуется преобразованием парамагнитной γ -фазы (аустенит) в ферромагнитную α' -фазу (мартенсит) [1], что приводит к существенному упрочнению материала. Формирование композитной структуры с твердым поверхностным слоем и пластичной сердцевиной обеспечивает оптимальное сочетание механических характеристик для промышленного использования.

Поэтому мартенситное превращение служит важным механизмом для изготовления высокопроизводительных деталей [3]. Оно дает большое преимущество при создании закаленной поверхности непосредственно в процессе механической обработки. Однако для количественной оценки мартенситного фазового превращения и прогнозирования его влияния на целостность конструкции необходимо детальное понимание механизмов и количественное исследование их взаимозависимости. Для проектирования конструкций и компонентов с целью защиты их от разрушения в условиях динамического нагружения важным и существенным оказывается их сопротивление циклической пластичности [4].

Аустенитные стали благодаря комплексу высоких механических характеристик и технологичности активно используются в различных отраслях промышленности, включая медицинское оборудование, химическое машиностроение и точное приборостроение [1-4]. Однако следует отметить, что отдельные марки данного класса сталей при термомеханических воздействиях (охлаждении и пластической деформации) проявляют склонность к мартенситным превращениям. Данные структурные изменения оказывают неоднозначное влияние на физико-механические свойства материала [4-6], что существенно осложняет прогнозирование

эксплуатационных характеристик и сужает потенциальные области применения таких сталей.

Актуальность работы заключается в углубленном изучении мартенситных превращений, происходящих в аустенитных сталях с целью прогнозирования их поведения в реальных условиях эксплуатации для определения лучшей эксплуатационной надежности изделий из данных сталей.

Метастабильный аустенит представляет значительный научный и прикладной интерес для создания функциональных материалов с повышенной контактной прочностью, что достигается благодаря эффекту ТРИП. Данный подход к разработке материалов с метастабильной структурой был предложен и развит рядом исследователей, среди которых особый вклад внесли И.Н. Богачёв и В.Д. Садовский [4]. Тем не менее, остаются недостаточно исследованными закономерности поведения таких метастабильных структур в условиях различного износа [4].

Целью работы является установление связи интенсивности мартенситных превращений с механизмом разрушения крупнозернистой (КЗ) и ултрамелкозернистой (УМЗ) аустенитной Fe-Cr-Ni стали при деформации кручением.

Задачи исследования:

1. Исследовать структуру и механические свойства стали при кручении в исходном КЗ состоянии и в УМЗ состоянии;
2. Провести испытания и определить механические свойства аустенитной стали Fe-Cr-Ni при кручении.
3. Исследовать микрорельеф статических изломов стали, полученных после кручения;
4. Изучить распределение мартенситных фаз на поверхности изломов, полученных после кручения;
5. Определение распределения мартенситных фаз по объему образца стали после интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК).

Глава 1 Аустенитные стали: свойства и применение

1.1 Стали с метастабильным аустенитом

«Существует целый ряд деталей и узлов криогенной техники, к металлу которых не предъявляются требования по стабильности аустенитной структуры и магнитной проницаемости в процессе эксплуатации. К ним относятся: емкость для хранения и транспортировки сжиженных газов, перспективные проекты топливных баков автомобилей, работающем на сжиженном природном газе, а также топливных баков авиакосмической техники. Основными характеристиками металла для их изготовления являются высокая удельная прочность и технологичность» [6].

«Традиционно такие сосуды изготавливаются из аустенитной стали 12X18H10T структура которой показана на рисунке 1, однако удельная прочность стали не высока, что долгое время сдерживало широкое распространение этого вида топлива [6]. Необходима прочность в сочетании с высоким комплексом пластических и вязких свойств при низких температурах могут обладать Cr – Ni – Mn метастабильные аустенитные стали, дополнительно легированные ванадием и азотом» [6].

Активное развитие микропроизводства и микроэлектронной промышленности привело к появлению настоятельных требований к микроматериалам, таким как ультратонкие полосы, ультратонкие проволоки и к процессу их формования. Ультратонкие металлические полосы с малой толщиной, качеством поверхности и стабильным процессом прокатки, а также способствующие эффективному управлению нано-/субмикронными зерновыми структурами также необходимы для дальнейшего повышения их прочности и вязкости. Зерновое рафинирование аустенитных нержавеющей сталей является эффективным методом повышения их прочности при сохранении высокой вязкости.

Одним из наиболее широко используемых методов измельчения зерна является интенсивная пластическая деформация (ИПД) [5], [6], [7], [8] с последующим контролируемым отжигом. Отмечается, что СПД может значительно повысить температуру деформационно-индуцированного мартенситного превращения (SIMT) в MASS, так что в метастабильном аустените при комнатной температуре может образоваться высокая доля рафинированного деформационно-индуцированного мартенсита (SIM). Это является основой для уточнения структуры аустенита в последующем процессе обратного отжига, а также повышает прочность и вязкость MASS [9], [10].

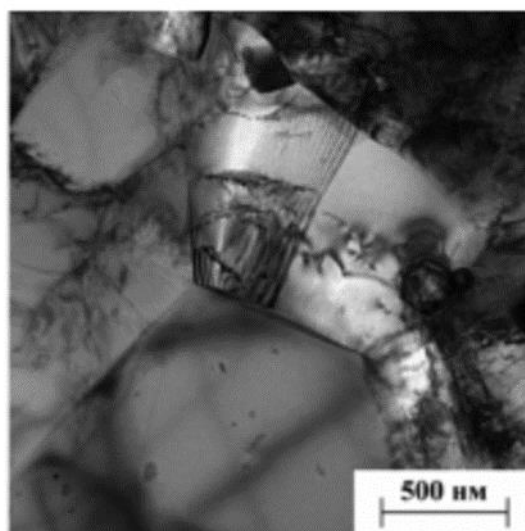


Рисунок 1 – Структура аустенитной стали 12X18H10 в исходном состоянии

В зоне, где проходит равномерное удлинение образцов образуются определенное количество мартенсита, количество которого оптимально соответствует оптимальной вязкости (рисунок 2). Максимально количество ударной вязкости который наблюдается при 300°C в никель-маргонцевых сталях будет составлять 20%, а при температуре 253°C количество ударной вязкости составляет 23% [6]. КСУ понижается при отклонении оптимальных значений.

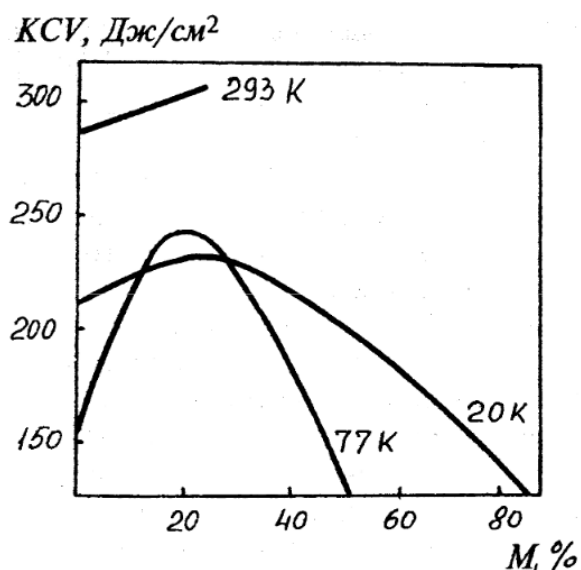


Рисунок 2 - Зависимость ударной вязкости КСУ стали 03X15N9AG4

В сталях ее химический состав больше влияет на мартенситное превращение. Аустенитная сталь 06X15N9ГАФ выделяется своим равномерным сочетанием прочностных и пластических характеристик [6]. Механические свойства этой стали приведены в таблице 1 [6].

Таблица 1 - Механические свойства метастабильной стали 06X15N9Г8АФ

Т, С°	σ_B	$\sigma_{0.2}$	δ	Ψ	KCV, Дж/см²
	МПа		%		
20	725	375	61	77	275
-173	1120	540	60	75	240
-196	1600	800	58	75	210

Данная сталь находит свое применение в изготовлении баков для водорода и природного газа [5]. Ее термообработку проводят при температуре 1200-1900°С, затем проводят аустенитизацию и последовательное охлаждение в масле [5].

Таблица 2 - Механические свойства и результаты испытаний сосудов внутренним давлением из сталей 12X18H10T и 06X15H9Г8АФ

Сталь	$\sigma_{\text{в}}$ М Па	$\sigma_{0.2}$ М Па	δ_5 , %	KCV , Дж/ см ²	$\sigma_{\text{в}}$ М Па	$\sigma_{0.2}$ М Па	Удельн ая прочно сть	Давлени е разруше ния	Напряже ние в стенке в момент разруше ния	Место разрушен ия
	При температуре, К									
	293	293	7 7	20	77	20				
12X18H10 Т	660	260	3 7	32	300	280	3,0	9,8 -13,2	490 - 660	Зона термичес кого влияния продольн ого шва
06X15H9Г 8АФ	900	500	4 6	36	242	220	6,4	18,0 – 21,0	1038 - 1240	Кольцево й шов

У данной стали заметна хорошая свариваемость [7]. В момент разрушения бака при ее последующем давлении 196°С данной стали составляет 18-21 Мпа.

1.2 Поведение метастабильной аустенитной нержавеющей стали в условиях пластической деформации с фрикционной связью

Благодаря отличным показателям коррозионной стойкости, нержавеющая сталь широко используется в промышленности и постепенно заменяет традиционные углеродистые стали во многих областях. Кроме того, благоприятные механические свойства и отличная способность к обработке метастабильной аустенитной нержавеющей стали Fe-Cr-Ni являются очевидным преимуществом для многих инженерных применений. Поскольку большинство инженерных деталей из нержавеющей стали изготавливаются методом глубокой вытяжки, относительное скольжение заготовки и формовочного инструмента приводит к трению и износу между аустенитной

нержавеющей сталью и стальным листом в процессе формовки. Износ стального листа и формовочного инструмента приводит к образованию поверхностных царапин на деталях и, как следствие, к большому количеству брака и высокой потребности в ремонте инструментов.

Трение и пластическая деформация обычно происходят одновременно в процессе глубокой вытяжки, что влияет на условия напряжения и деформации листового металла при формовке. Для метастабильных аустенитных листов из нержавеющей стали напряжение и деформация, возникающие в процессе, могут вызвать их фазовое превращение из аустенита в мартенсит. Имеющиеся литературные данные по фрикционному поведению метастабильной аустенитной нержавеющей стали свидетельствуют о возникновении таких явлений, как мартенситное превращение, ультрафиниширование структуры поверхности, сильная пластическая деформация и повышение поверхностной твердости в следах износа на поверхности или вокруг них при испытаниях на трение скольжения [16], независимо от того, выше или ниже контактное напряжение Герца по сравнению с пределом упругости материала. По данным Ривера и других авторов [17], явление мартенситного превращения из аустенита может происходить даже на начальной стадии фрикционного эксперимента. Трение, инициирующее превращение аустенита в мартенсит на поверхности нержавеющей стали, происходит не только при комнатной температуре [18], но и в очень низкотемпературных условиях с температурой от 20 до 30 K [19].

Основная причина мартенситного превращения из аустенита в метастабильных аустенитных нержавеющих сталях может быть связана с возникновением очень высокого напряжения при очень малой площади контакта, или даже точечного контакта в условиях трения скольжения, что приводит к тому, что пластическая деформация понижается, это приводит к превращению из аустенита в мартенсит. С точки зрения механики, большое количество тепла, вероятно, выделяется при трении в точечном контакте, при скольжении. Этого количества тепла достаточно для мгновенного повышения

локальной температуры, которая впоследствии выступает в качестве движущей силы для ускорения мартенситного превращения [20]. При формовке листа из аустенитной нержавеющей стали сильная пластическая деформация может увеличить трение между листом и инструментом и, следовательно, увеличить фрикционный износ. Однако пластическая деформация вызывает напряжение, провоцирующее мартенситное превращение, которое повышает твердость поверхности и впоследствии снижает износ при трении. Исследование их комплексного влияния на поведение трения, безусловно, имеет смысл для эффективного управления параметрами формовки и достижения ожидаемых свойств формованных деталей.

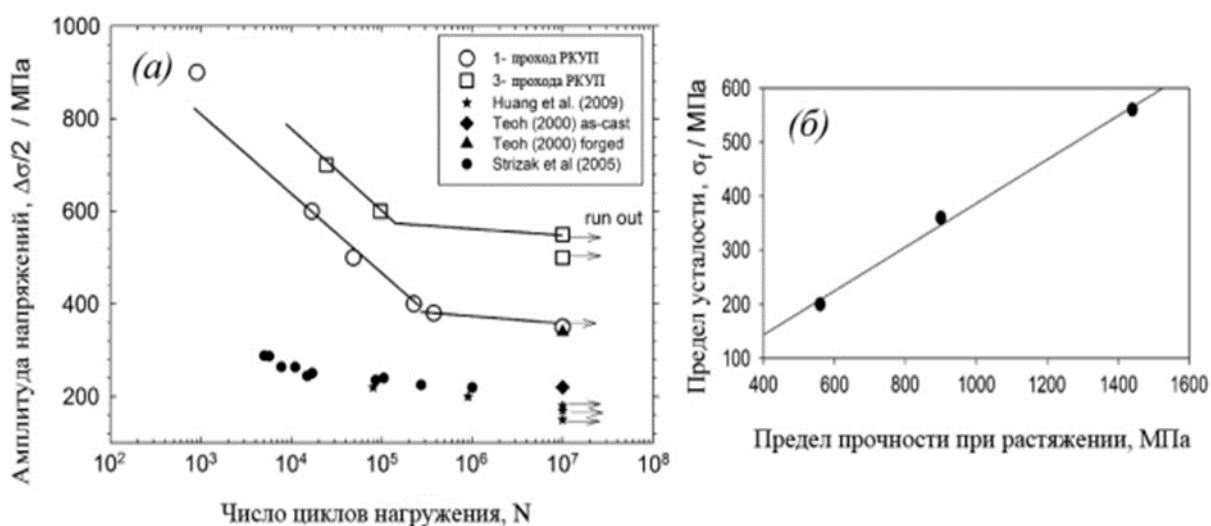


Рисунок 3 – Кривые усталости SUS 304, соотношение статической и циклической прочностью

Джун и др. [21] исследовали трибологические свойства метастабильной аустенитной нержавеющей стали SUS 304 и обнаружили, что температура поверхности трения увеличивается, когда скорость скольжения превышает определенный уровень (рисунок 3). Повышение температуры приводит к снижению силы сдвига на поверхности трения и, как следствие, к уменьшению

силы трения и коэффициента трения. Джун и др. объяснили колебания коэффициента трения главным образом образованием переходного слоя и циклическим характером локального разрушения фрикционного материала. Поскольку повышение температуры также усиливает превращение мартенсита в аустенит, это может рекурсивно уменьшить силу трения и коэффициент трения.

1.3 Исследование температурной зависимости фазового состава метастабильной аустенитной стали

«Представлена методика определения температуры и фазового состава метастабильной аустенитной стали в локальном объеме у вершины распространяющейся трещины, на основании исследования мартенситных превращений, происходящих на поверхности изломов» [21].

Данный метод заключается в том, что, если требуется определить начальную температуру T_1 [Ошибка! Источник ссылки не найден.], из-за которой материал начинает нагреваться (вершина трещины) и вызывает разрушение материала из аустенитной стали, то нужно использовать нижеперечисленные действия:

- Количественно оценить содержание мартенситной фазы на поверхности исследуемого образца или детали после эксплуатации.
- Изготовить набор эталонных образцов из исследуемой стали. В случае разрушения детали при пониженных температурах ($T_1 < 20^\circ\text{C}$) и при наличии вероятности образования мартенсита охлаждения в данном материале, провести криогенную обработку образцов до температуры T_1 [21].
- Выполнить квазистатическое нагружение контрольных образцов до разрушения при различных температурах ($T_2, T_3, \dots, T_n$), превышающих T_1 . Скорость нагружения должна быть достаточно низкой (3-10 м/с) для минимизации термомеханических эффектов и исключения локального тепловыделения в материале.

- Провести количественный анализ содержания мартенситной фазы на поверхностях изломов всех контрольных образцов. После криогенной обработки полученных изломов до температуры T_1 выполнить повторные измерения объемной доли мартенсита [21].

- Сравнить количественные показатели мартенситной фазы на поверхности разрушенной детали с данными по охлажденным контрольным образцам. Идентифицировать среди контрольных образцов тот, у которого содержание мартенсита соответствует его количеству в изломе исследуемой детали.

Приведенные результаты позволяют сделать вывод о равенстве объемных долей мартенситной фазы:

- В зоне вершины трещины разрушенного образца до момента его охлаждения;

- На поверхности излома контрольного образца до проведения криогенной обработки.

Данное заключение основано на экспериментально установленном факте идентичного содержания мартенсита после охлаждения до температуры T_1 как в разрушенной детали (в области распространения трещины), так и в отобранном контрольном образце [21]. «Соответственно и температура разрушения, выбранного контрольного образца будет равна локальной температуре у вершины распространяющейся трещины, разрушившей образец или деталь» [21].

Данный вариант остается корректным при условии эквивалентности уровня деформационных искажений кристаллической решетки в материале на поверхностях излома как разрушенной детали, так и контрольного образца. Для аустенитных сталей, как будет продемонстрировано в последующих разделах, указанное условие обычно выполняется с высокой степенью точности, что подтверждается результатами рентгеноструктурного анализа по изменению полуширины дифракционных пиков [21].

«Другим условием является соблюдение подобия по локальному напряженному состоянию материала у вершины трещины в детали и контрольных образцах. Это условие также выполнимо за счет подбора толщины контрольных образцов» [21].

1.4 Применение аустенитных нержавеющей сталей в медицине

Аустенитные нержавеющей стали (АНС) занимают ключевое место в современной медицине благодаря уникальному сочетанию механической прочности, коррозионной стойкости и биосовместимости. Эти сплавы широко используются в производстве имплантатов, хирургических инструментов и кардиоваскулярных устройств. Однако традиционные никельсодержащие марки, такие как AISI 316L, сталкиваются с критикой из-за риска аллергических реакций и токсичности ионов никеля (Ni^{2+}). Это стимулировало разработку «никель-фри» сталей, стабилизированных азотом (N) и марганцем (Mn), которые сохраняют аустенитную структуру без использования Ni. В данной работе детально рассмотрены состав, коррозионное поведение, биосовместимость и инновационные модификации АНС, а также их применение в медицинской практике.

АНС используются для изготовления скальпелей, зажимов, игл и других режущих инструментов, где важны стерильность, износостойкость и отсутствие токсичности. Сталь 316L, обладающая высокой твёрдостью после холодной деформации, обеспечивает длительную эксплуатацию без потери режущих свойств.

Несмотря на широкое применение титановых сплавов для постоянных имплантатов, аустенитные нержавеющей стали сохраняют свою актуальность при создании временных ортопедических конструкций, включая фиксирующие пластины, винты и интрамедуллярные штифты. Ключевыми преимуществами этих материалов являются:

- Способность выдерживать знакопеременные нагрузки в течение продолжительного времени;
- Высокая резистентность к воздействию биологических жидкостей и тканей;
- Экономическая целесообразность использования в сравнении с титановыми аналогами.

При этом существенным ограничением служит подверженность локальной коррозии в присутствии хлорид-ионов, характерных для физиологических сред, что делает их менее предпочтительными для длительно функционирующих имплантируемых устройств.

1.4.1 Состав и классификация медицинских АНС

Аустенитная структура сталей обеспечивается легирующими элементами, которые стабилизируют гранецентрированную кубическую решетку. В традиционных марках, таких как AISI 316L (DIN 1.4441), эту роль выполняет никель (10–14%), однако в современных «никель-фри» сталях его заменяют комбинацией марганца и азота.

Ключевые легирующие элементы:

- Хром формирует пассивный оксидный слой (Cr_2O_3), обеспечивающий коррозионную стойкость. Содержание Cr в медицинских сталях варьируется от 16% до 21%;
- Молибден повышает устойчивость к питтинговой коррозии в хлоридсодержащих средах. Оптимальная концентрация — 2–3%;
- Азот стабилизирует аустенитную структуру, увеличивает предел прочности и твердость. В высокоазотистых сталях его содержание достигает 0.6–1.0%;
- Марганец частично заменяет никель, способствуя аустенитной стабилизации. Концентрация Mn в Ni-фри сталях — 12–23% (Таблица 3).

Таблица 3 - Химический состав медицинских АНС

Марка	Cr (%)	Mn (%)	Mo (%)	Ni (%)	N (%)	Применение
AISI 316L	17–19	≤ 2	2–3	13–15	≤ 0.1	Стенты, инструменты
Fe–21Cr– 23Mn–1Mo– 0.6N	21.04	23.20	0.7	0.02	0.60	Ортопедические имплантаты
Fe–17Cr– 15Mn–2Mo– 0.54N	17.62	15.34	2.10	0.02	0.54	Кардиохирургия

1.4.2 Микроструктура и механические свойства

Высокоазотистые стали демонстрируют однородную аустенитную структуру с размером зерна 8–9 мкм (Рисунок 4). Их предел прочности достигает 1060 МПа, что в 2 раза выше, чем у AISI 316L (550 МПа), при сохранении пластичности (удлинение 27–34%).



Рисунок 4 - Микроструктура Fe–17Cr–15Mn–2Mo–0.54N

Коррозионная стойкость в физиологических средах.

Коррозионная устойчивость — критический параметр для имплантатов, контактирующих с кровью и тканевыми жидкостями. Оценка включает тесты на общую, питтинговую и щелевую коррозию.

Электрохимические параметры, такие как потенциал коррозии и ток коррозии, определяют устойчивость в искусственной среде пота и плазме. Для

Ni-фри сталей I_{corr} составляет 17–97 нА/см², что ниже, чем у 316L (540 нА/см²).

Потенциал пробоя (E_{bd}) отражает устойчивость к локальным повреждениям. Например, сталь (N=0.89%) демонстрирует $E_{\text{bd}} = 900$ мВ, что близко к благородным металлам, тогда как сталь №4 (N=0.68%) — 220 мВ (Рисунок 5). Плотность питтингов в 0.5 М FeCl₃ для лучших марок не превышает 10/см².

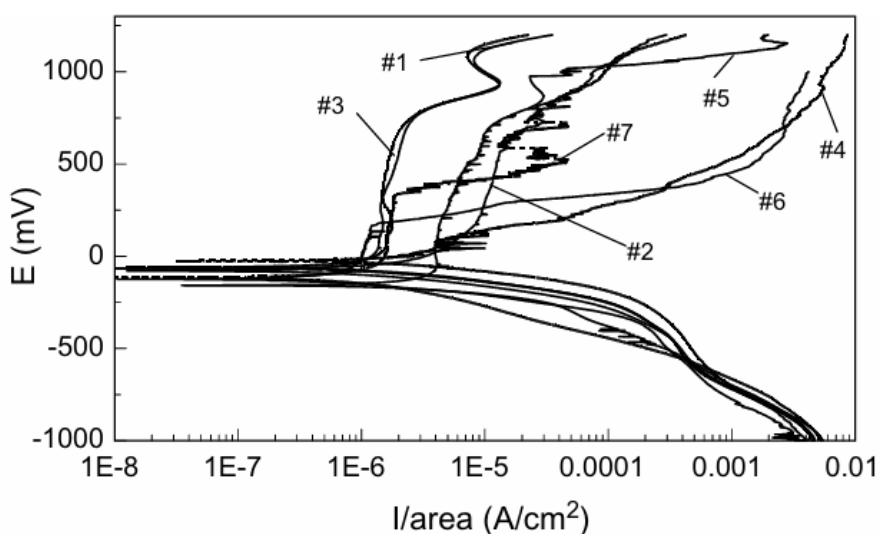


Рисунок 5 - Потенциодинамические кривые для Ni-фри сталей

1.4.3 Влияние среды

Коррозионная агрессивность зависит от рН и ионного состава. В кислой среде (искусственный пот) скорость коррозии выше, чем в нейтральной (плазма). Например, выделение Fe²⁺ из Ni-фри сталей в поте достигает 1000 нг/см², тогда как в плазме — 23 нг/см² (Таблица 4).

Таблица 4 - Выделение катионов из сталей в искусственном поте

Марка	Fe (нг/см ²)	Cr (нг/см ²)	Mn (нг/см ²)	Ni (нг/см ²)
№1	1009	67.6	148	2.3
316L	1350	33.9	66.0	58.6

Биосовместимость АНС оценивается по гемолизу, адгезии тромбоцитов, цитотоксичности и клеточному ответу.

1.4.4 Гемолиз и тромбогенность

Гемолиз эритроцитов для Ni-фри сталей составляет 1.7–2.7%, что ниже национального стандарта (5%) и показателей нитинола (4.5%). Адгезия тромбоцитов на поверхности Fe–17Cr–15Mn–2Mo–0.54N в 3 раза ниже, чем на 316L, благодаря гидрофильным покрытиям, которые видны на рисунке 6.

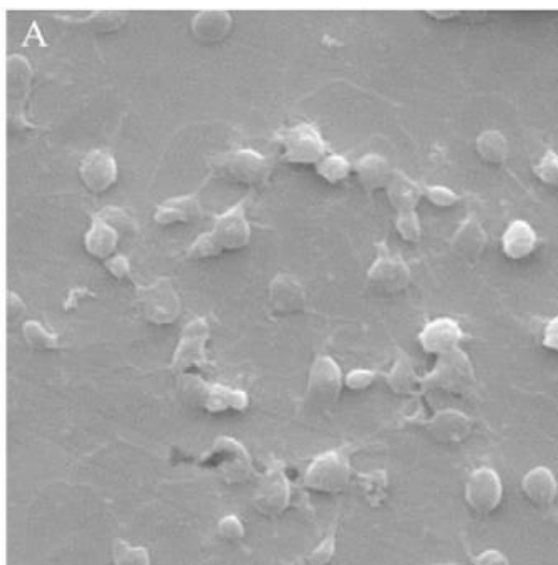


Рисунок 6 - SEM-микрография тромбоцитов на поверхности Ni-фри стали

1.4.5 Цитотоксичность и пролиферация клеток

МТТ-тесты с остеобластами MC3T3-E1 показали, что относительная скорость роста (RGR) клеток на Ni-фри сталях составляет 84–94%, что сопоставимо с контрольной группой. Активность щелочной фосфатазы (ALP) и минерализация также подтверждают биосовместимость (Рисунок 7).

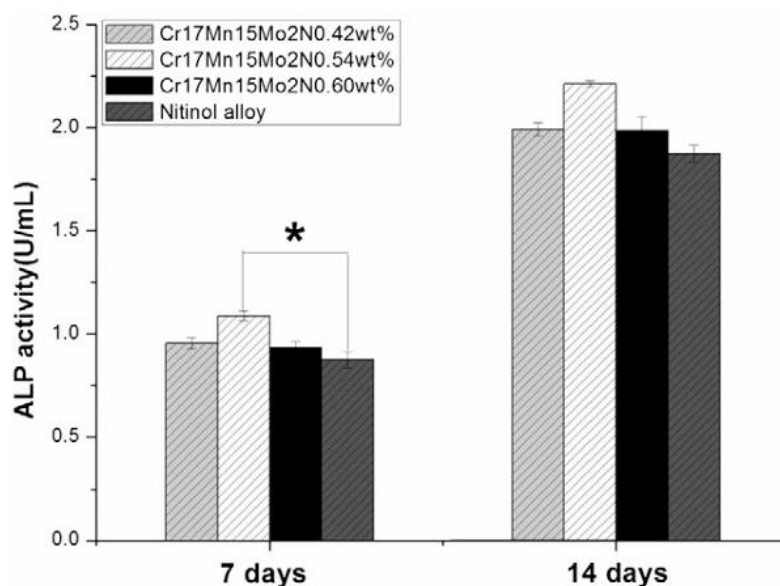


Рисунок 7 - Активность ALP остеобластов на разных материалах

Выделение ионов и долгосрочные эффекты

Несмотря на низкое выделение Ni (<5 нг/см²), Ni-фри стали демонстрируют повышенный выброс Mn (до 426 нг/см²) и Cr (67.6 нг/см²), что требует дальнейших исследований их хронической токсичности.

1.5 Применение в медицинских устройствах

1.5.1 Коронарные стенты

Стенты из высоко азотистых сталей сочетают радиальную прочность и гибкость (рисунок 8). Покрытия гепарином или поли-L-лизинном снижают тромбогенность. Например, иммобилизация гепарин/поли-L-лозиновых микросфер увеличивает антитромбиновую активность на 50%.

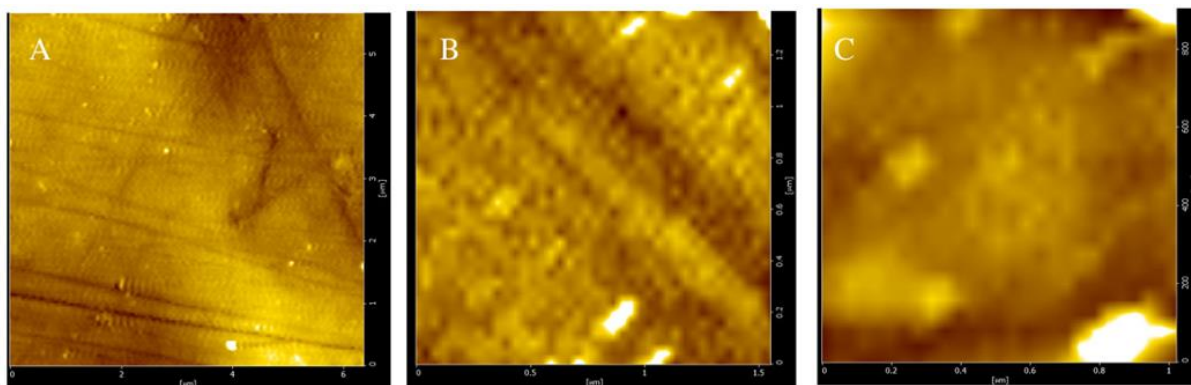


Рисунок 8 - Стент с антитромбогенным покрытием

1.5.2 Хирургические инструменты

Инструменты из 316L устойчивы к автоклавированию и износу, однако переход на Ni-фри аналоги снижает риск контактного дерматита у медперсонала:

- Ортопедические имплантаты: высокая усталостная прочность (предел выносливости >500 МПа) делает АНС идеальными для винтов и пластин. Например, Fe–21Cr–23Mn–1Mo–0.6N успешно применяется в спинальной хирургии.
- Кардиостимуляторы и нейроимплантаты: низкая магнитная восприимчивость аустенитных сталей позволяет использовать их в устройствах, совместимых с МРТ.

1.6 Современные модификации и перспективы

1) Функциональные покрытия:

- Полидофамин обеспечивает адгезию биомолекул (гепарин, пептиды) через хинонные группы;
- Наноструктурированные оксиды TiO_2 и ZrO_2 повышают износостойкость и биосовместимость.

2) Легирование и микроструктурный дизайн:

- Редкоземельные элементы (Y, La) уменьшают размер зерна и улучшают коррозионную стойкость;
- Дуплексные стали, комбинация аустенита и феррита повышает прочность.

Аустенитные нержавеющие стали остаются незаменимым материалом в медицине. Переход на Ni-фри аналоги с высоким содержанием азота минимизирует токсичность, сохраняя механические и коррозионные свойства. Перспективные направления включают разработку биodeградируемых сплавов, многофункциональных покрытий и наноструктурированных материалов. Дальнейшие исследования должны быть направлены на изучение долгосрочных эффектов выделения Mn и Cr, а также оптимизацию производственных процессов для снижения затрат.

1.7 Свойства аустенитной стали X18H10T, деформированной прокаткой и равноканальным угловым прессованием

«Большое внимание исследователей привлекают нанокристаллические (НК) и субмикрокристаллические (СМК) материалы, обладающие высоким комплексом физико-механических свойств» [22]. Метод равноканального углового прессования (РКУП) признан перспективным способом получения ультрамелкозернистых структур в металлах [22]. Технологический процесс основан на многократном пропускании образца через деформационную систему, состоящую из двух соосных каналов равного сечения, оси которых пересекаются под заданным углом (обычно 90° или 120°). «Деформированные металлические образцы имеют беспористую структуру, чего не удастся достичь компактированием высокодисперсных порошков (рисунок 9). Большинство исследований по РКУП-прессованию выполнено на стабильных металлах или сплавах» [22].

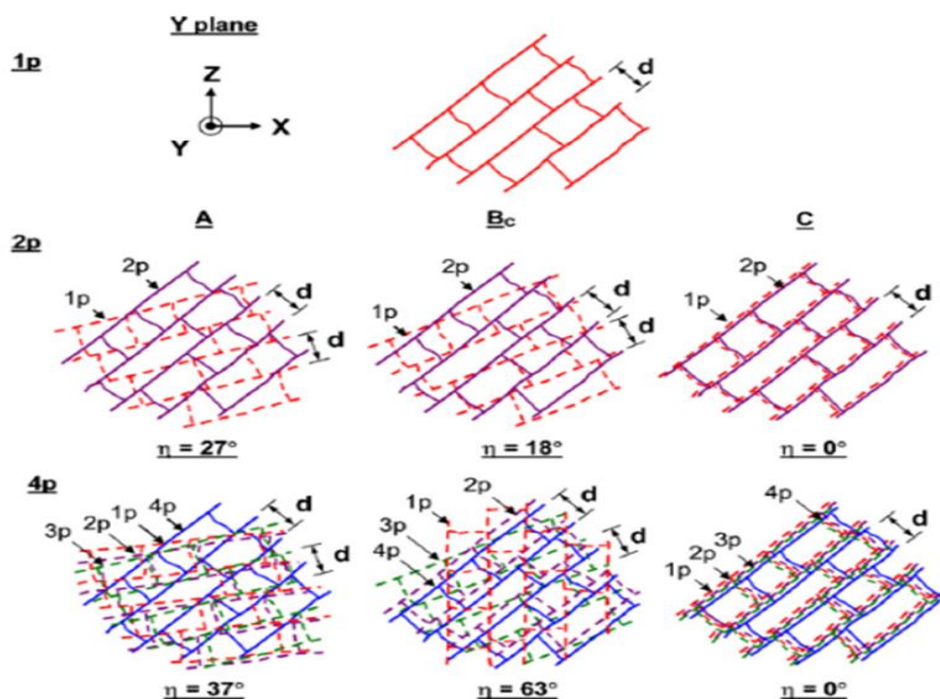


Рисунок 9 – Измельчение зерна при РКУП [22]

«Предполагалось, что эти стали после РКУ-прессования будут обладать более высокими характеристиками пластичности (относительным удлинением), чем после прокатки с одинаковым упрочнением» [22].

1.7.1 Структура и свойства стали после равноканального углового прессования

После закалки аустенитная сталь марки 12X18H10T демонстрировала следующие механические характеристики:

- предел прочности (σ_b) = 560 МПа;
- предел текучести ($\sigma_{0,2}$) = 210 МПа;
- микротвердость ($HV_{0,1}$) = 2000 МПа;
- относительное удлинение (δ) = 70%;
- относительное сужение (ψ) = 69%.

Столь высокие пластические свойства (δ , ψ) обусловлены активацией TRIP-эффекта (превращением метастабильного аустенита в мартенсит при деформации).

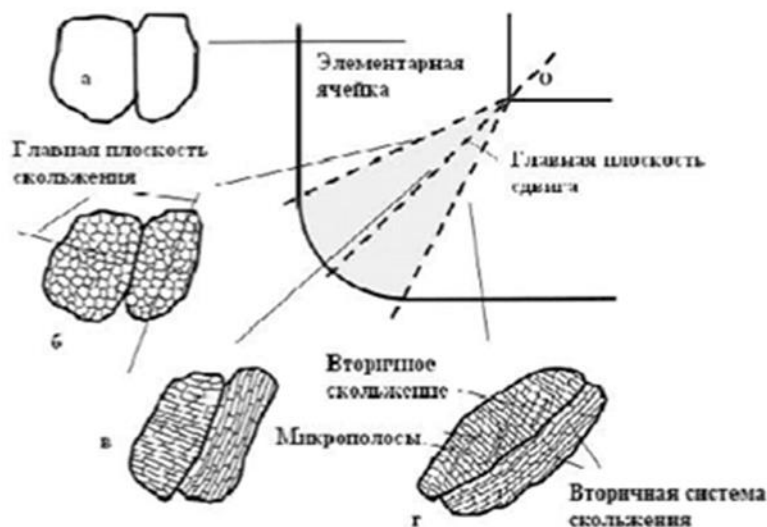


Рисунок 10 – Схема изменения структуры стали после первого РКУП

При деформационном воздействии формирующиеся кристаллы ε -мартенсита способствуют релаксации концентраций напряжений и локальному упрочнению металлической матрицы, что инициирует перераспределение пластического течения на соседние зерна (рисунок 10). Данный механизм обеспечивает подавление процессов преждевременного разрушения и приводит к существенному увеличению пластичности материала [22].

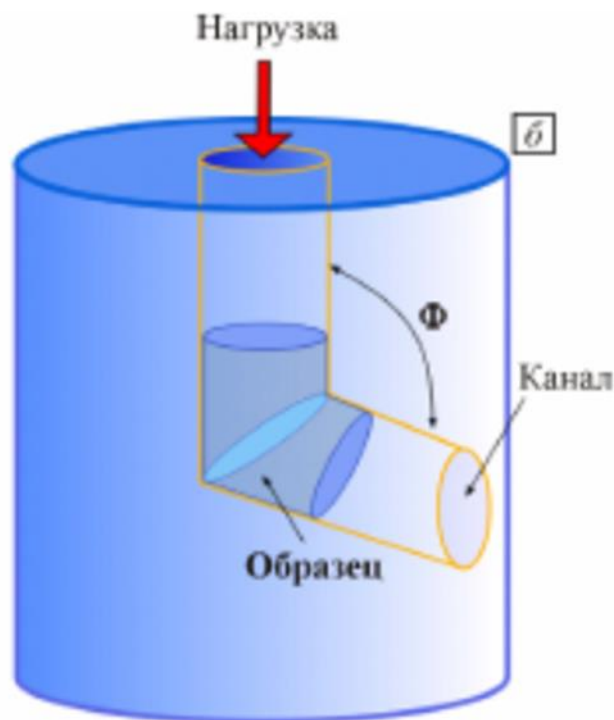


Рисунок 11 - Схема равноканального углового прессования

Обработка методом равноканального углового прессования (РКУП) с истинной степенью деформации $\epsilon=2,1$ вызывает значительное увеличение прочностных характеристик при одновременном уменьшении пластичности: предел прочности достигает $\sigma_B=1550$ МПа, предел текучести $\sigma_{0,2}=1340$ МПа, относительное удлинение $\delta=27,5\%$, относительное сужение $\psi=41\%$, микротвердость $HV_{0,1}=4900$ МПа (47 HRC). Особого внимания заслуживает шестикратное повышение предела текучести, достигнутое при сравнительно малой степени деформации ($\epsilon=2,1$), величина которой ограничивалась запасом пластичности стали при выбранных режимах прессования [22].

1.8 Влияние стабильности аустенита

С дальнейшим развитием легкой автомобильной промышленности высокопрочные стали третьего поколения, представленные сталями со средним содержанием Mn (3-12 мас. % Mn), привлекают к себе большое

внимание благодаря их превосходным комплексным механическим свойствам и низкой стоимости сплава [23,24]. В целом, стали со средним содержанием Mn можно разделить на две группы по микроструктуре матрицы: феррит + аустенит (двухфазная) и феррит + аустенит + мартенсит (трехфазная) [25]. Помимо контроля содержания элементов в среднемартеновской стали, процесс термической обработки также играет важную роль в контроле фазового состава среднемартеновских сталей, что в дальнейшем может повлиять на механические свойства [26,27].

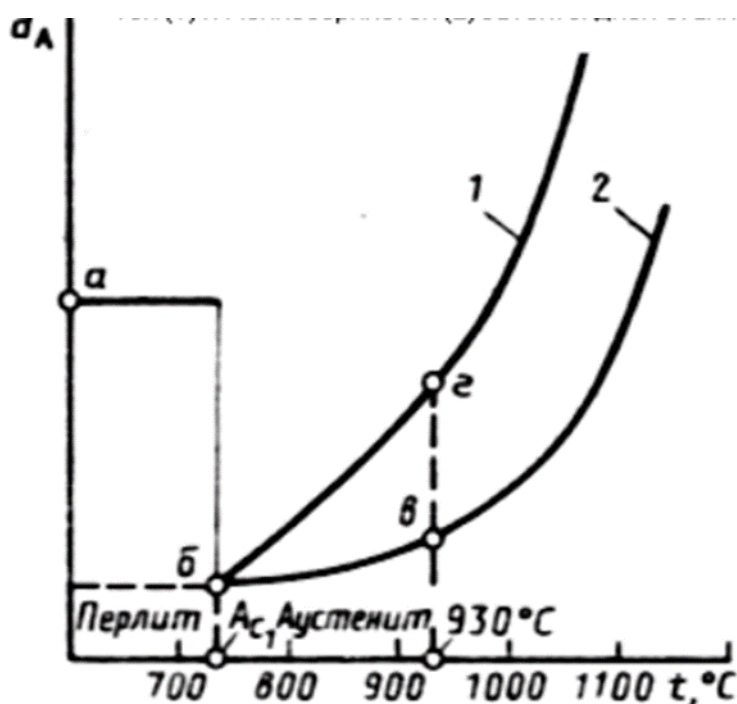


Рисунок 12 – влияние температуры на величину зерна. а) исходное зерно; б) начальное зерно; в и г наследственное зерно

В исследованиях традиционной термической обработки, включающей межкритический отжиг (IA) и закалку с разделением (Q&P), большое внимание уделяется таким традиционным параметрам, как температура отжига, время отжига и температура разделения на величину зерна (рисунок 12) [28,29]. Напротив, влиянию методов охлаждения (закалка в воде и охлаждение на воздухе) на стали со средним содержанием Mn уделяется

меньше внимания. Фактически, методы охлаждения оказывают незначительное влияние на механические свойства некоторых сталей со средним содержанием Mn (≥ 8 мас. %) [30]. Однако в некоторых среднемагнелевых сталях с меньшим содержанием Mn (3-5 мас. %) методы охлаждения оказывают очевидное влияние на содержание и стабильность аустенита и механические свойства (рисунок 13) [31]. С развитием 3 ~ 5Mn стали роль методов охлаждения в термообработке постепенно становится все более важной [31]. Кроме того, текущая обработка среднемарганцевой стали постепенно переходит в новые процессы термообработки, такие как межкритический отжиг-темперирование (IAT) и многократный межкритический отжиг [32,33].

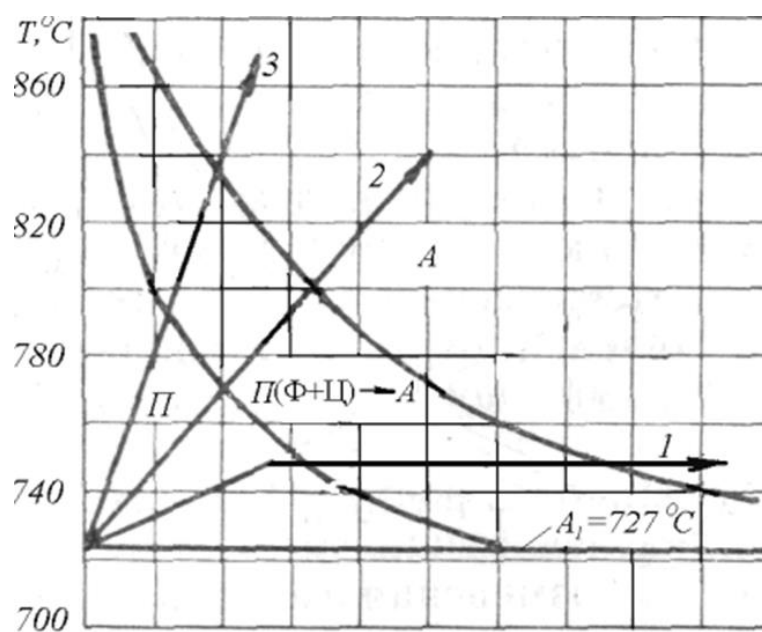


Рисунок 13 – Диаграмма образования аустенита при постоянном нагреве

В это время различия в микроструктуре и механических свойствах при различных методах охлаждения еще больше увеличиваются в процессе термообработки среднемарганцевой стали, особенно стали 3 ~ 5Mn.

Процессы термической обработки контролируют механические свойства среднемарганцевой стали, регулируя стабильность сохранившегося

аустенита и поведение карбидов при осаждении [25,34]. На механическую стабильность сохранившегося аустенита влияют размер зерна [35], морфология [33], содержание химических элементов [34,35], кристаллографическая ориентация [36,37] и сдерживающее влияние окружающей фазы [38]. Модель прогнозирования, созданная на основе кинетики фазовых превращений и термодинамических расчетов, может эффективно предсказывать оптимальные параметры, такие как температуры ИА, что также является актуальной темой современных исследований. Де Мур и другие [37] предложили модель для прогнозирования содержания сохранившегося аустенита после ИА на основе соотношения распределения Mn между ферритом и аустенитом с использованием доли фазового равновесия и содержания элементов, и оптимальная критическая температура отжига была предсказана точно. Канг и др. [39] объединили модель с кинетикой мартенситного превращения для точного прогнозирования свойств при растяжении ИА. Таким образом, прогнозирование содержания и стабильности сохранившегося аустенита на основе термодинамики, молекулярной динамики и кинетики фазовых превращений стало эффективным методом для проектирования процесса обработки среднемагнитной стали [[39], [40], [41]].

Кроме того, это распространенный способ вызвать выпадение карбида или второй фазы для упрочнения стали со средним содержанием Mn [42,43]. «Эффект осаждения в основном выражается в препятствовании движению дислокаций, содействии зарождению и измельчению фаз и влиянии на поведение распределения и разделения элементов» [25]. Ли и др. [26] обнаружили, что в микролегированной Ti и Mo ультрамелкозернистой среднемагнитной стали при оптимизации времени и температуры ИА образуются наноразмерные карбиды, содержащие Ti и Mo, которые эффективно рафинируют зерна и делают среднемагнитную сталь превосходной по прочности и пластичности. Введение различных маршрутов термической обработки всегда было важным методом контроля осаждения и

роста карбидов (рисунок 14), в то время как исследований влияния различных методов охлаждения на осаждение карбидов меньше.

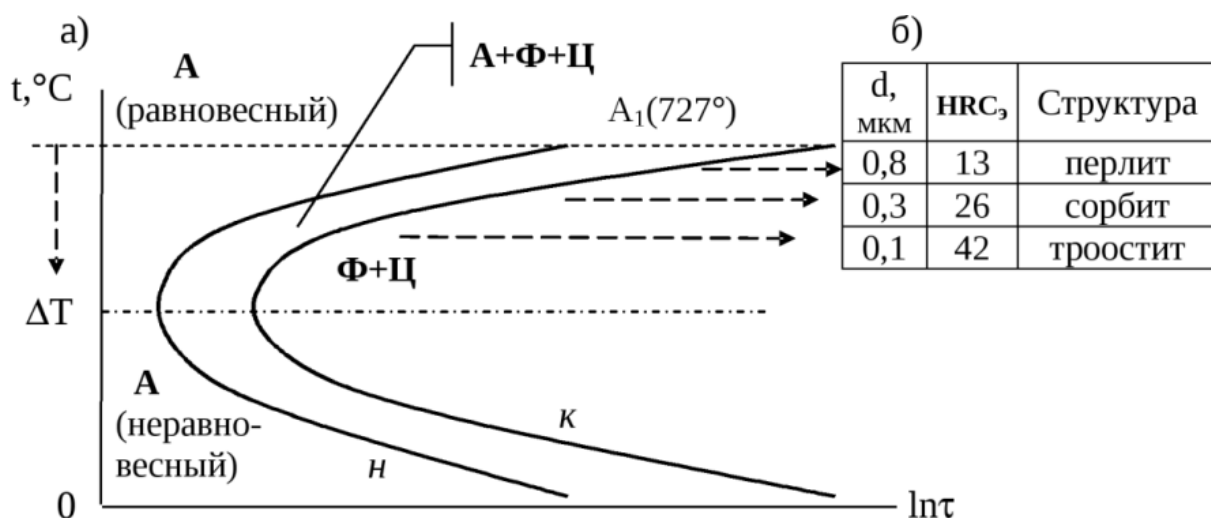


Рисунок 14 – диаграмма изотермического превращения

Стали, со средним содержанием Mn, обладают сильной чувствительностью к поведению пластической неустойчивости (плато текучести и зазубрины в напряжениях) при различных видах термической обработки [27,28]. Что касается механизма пластической неустойчивости, то классическая теория гласит, что деформационное старение, вызванное эффектом пиннинга элементов твердого раствора на дислокациях, приводит к неустойчивости пластичности [29,30]. В механизме размножения дислокаций принято считать, что деформационное упрочнение усиливается, а поведение пластической неустойчивости подавляется, когда подвижные дислокации сильно затруднены в процессе распространения и диффузии [31,32]. В последнее время внимание ученых привлекает важная роль геометрически необходимых дислокаций (ГНД) в поведении при текучести и деформационном упрочнении [33]. ГНД представляют собой дополнительные дислокационные накопители и образуются в основном за счет изменения кривизны решетки в результате неоднородной пластической деформации [34].

Неоднородная пластическая деформация приводит к увеличению плотности GNDs на границе раздела, и эти дополнительные GNDs способствуют деформационному упрочнению, действуя как барьеры для подвижных дислокаций [35]. Более интенсивное образование мартенсита из аустенита под действием TRIP-эффекта также может усилить распространение GNDs и подавить поведение пластической неустойчивости [9].

1.9 Свойства градиентной метастабильной аустенитной стали

«Градиентные конструкционные материалы возникли благодаря развитию концепции наноструктурированных материалов и методов их получения» [44]. Известно, что наноструктурные материалы при нормальных условиях менее подвержены упрочнению в условиях деформации, связано это с тем, что при приложении нагрузки, дислокациям гораздо сложнее передвигаться и перераспределяться по всему объему в мелкозернистой структуре. Поэтому в образце может образовываться локальная деформация и в худшем случае материал может разрушиться [45]. Несомненно, высокая пластичность одна из важнейших характеристик, однако текущая прочность не достаточна, поэтому необходимо искать компромисс между упрочнением и пластичностью материала. Тем не менее существенно повысить пластичность можно при помощи наноструктурных фольг, нанесенных на более пластичную подложку, что в свою очередь подавляет образование локальной деформации [45]. Соответственно мы пришли к выводу, о том, что необходимо создать материал, который будет удовлетворять следующим условиям: 1) сердцевина должна обладать высокой пластичностью; 2) поверхностный слой (до 200 мкм) должен быть упрочнен поверхностной деформацией с целью получения наноструктуры, это позволит придать материалу высокие свойства двух зависимых друг от друга свойств, что в свою очередь невозможно в одно- и многофазных материалах [45]. При механическом нагружении гетерогенных материалов наблюдается перераспределение напряженно-деформированного

состояния между структурными составляющими с различными механическими свойствами - упрочненными областями и пластичными фазами [45].

«В свою очередь, метастабильные градиентные конструкционные материалы являются одними из наиболее перспективных конструкционных материалов, т.к. демонстрируют одновременно повышенную прочность, пластичность и коррозионную стойкость» [45]. Хотя материалы с градиентным метастабильным состоянием демонстрируют улучшенные прочностные показатели, их поведение при ударных нагрузках (ударная вязкость) остается недостаточно изученным, что обусловлено ограниченным объемом экспериментальных данных по данной группе материалов [45].

Для того чтобы выяснить, как градиент в структуре влияет на ударную вязкость, были проведены исследования на образцах метастабильной аустенитной стали марки 08X18H10T [45]. Получение требуемой для исследования градиентной структуры осуществлялось при помощи радиальной ковки по средствам деформирования прутка. Наибольшие сжимающие напряжения при радиальной ковке приходятся на поверхность прутка, в то время как сердцевина не подвержена сильной деформации, в конечном итоге после ИПД по сечению образца, в особенности вблизи поверхности мы наблюдаем уже сформированную градиентную структуру [45].

1.10 Эволюция микроструктуры и механические свойства метастабильной аустенитной стали со средним содержанием Mn, изготовленной методом теплой калибровочной прокатки

Как третье поколение автомобильной стали, среднемарганцевая сталь привлекла внимание многих ученых и инженеров благодаря своим преимуществам - низкой стоимости, низкой плотности и высокой прочности пластика. Как типичная структура в среднемарганцевой стали, ультратонкий

аустенит и феррит обычно получают методом межкритического отжига, который среднемарганцевая сталь может быть успешно изготовлена путем отжига при двухфазной температуре, чтобы получить выдающиеся механические свойства с ультратонкой иерархической структурой, измененной от сырой мартенситной фазы. Для мартенсита, в зависимости от способа его формирования, и получения в результате закалки ниже температуры начала мартенситного превращения (M_s) или деформации ниже максимальной температуры мартенситного превращения, вызванного деформацией (M_d), которые называются термически индуцированным мартенситом (рисунок 15) и деформационно индуцированным мартенситом, соответственно.

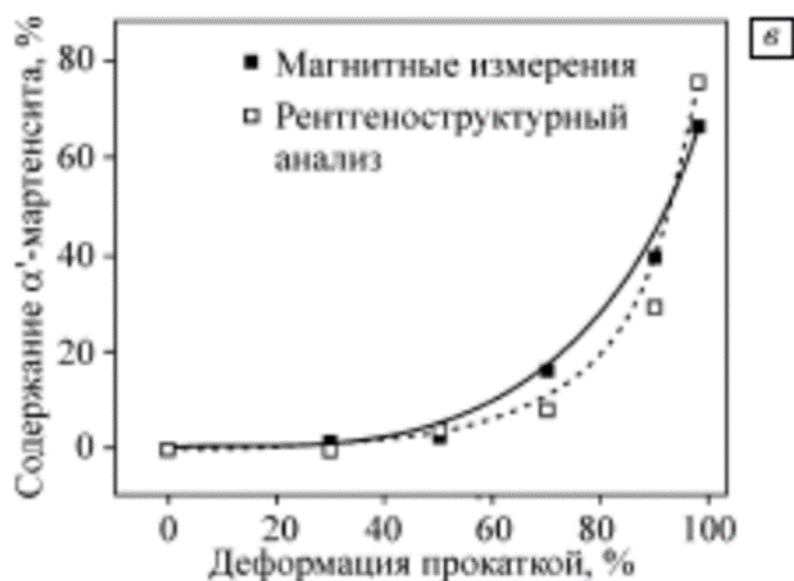


Рисунок 15 – Изменение содержания мартенсита после прокатки

Для иерархической структуры, после межкритического отжига, ультратонкая иерархическая структура содержит латоподобный аустенит с размером до 200 нм [[24], [25], [26]] или гранулированный аустенит, уменьшенный до нанометрового уровня [[27], [28], [29], [30]]. «Таким образом, сверхтонкая иерархическая структура может усилить среднемарганцевую

сталь за счет измельчения зерна и регулирования стабильности аустенита. Более того, стабильность аустенита может быть повышена за счет перераспределения элементов сплава С/Мn в процессе отжига, что приводит к возникновению эффектов TRIP и TWIP в процессе пластической деформации» [[31], [32], [33], [34]].

«На самом деле, стабильность метастабильного аустенита сильно зависит от содержания легирующих элементов и микроструктуры стали со средним содержанием Мn. Взаимосвязь между M_s и содержанием легирующих элементов, а также размером зерна представлена в следующем уравнении» [35,36].

Метод интенсивной пластической деформации (SPD) дает возможность получить ультрамелкозернистую структуру (UFG) путем динамической рекристаллизации (DRX) [37,38], которая подходит для стали со средним содержанием Мn и высоким содержанием углерода. Это связано с тем, что во время процесса DRX относительно высокая температура деформации (выше $0,4 T_m$ (температура плавления)) позволяет избежать хрупкости при холодной штамповке [39]. Как один из методов СПД, теплая прокатка калибра была доказана как эффективный метод получения ультратонкого зерна волокна. Существование ультрамелкого зерна волокон повышает прочность и значительно улучшает низкотемпературную вязкость, что было подтверждено в большом количестве исследований конструкционных сталей ВСС [[40], [41], [42], [43]]. Обычно считается, что аустенитная сталь обладает хорошей низкотемпературной вязкостью из-за отсутствия очевидной температуры вязко-хрупкого перехода. Для метастабильного аустенита его M_s все же выше, чем у стабильной аустенитной стали. Поэтому мартенситное превращение всегда происходит при низкой температуре [44], что может привести к явному вязко-хрупкому поведению перехода. Поэтому очень важно изучить влияние теплой прокатки на микроструктуру и механические свойства стали со средним содержанием Мn, включая низкотемпературное ударное поведение.

Настоящее исследование направлено на изучение влияния температуры прокатки на ультрамелкое иерархическое зерно и стабильность метастабильного аустенита стали со средним содержанием Mn, полученной теплой калибровочной прокаткой, а также на исследование механических свойств и характеристик разрушения, что создает основу для уточнения микроструктуры и расширяет применение калибровочной прокатки в области метастабильной аустенитной стали.

Пластические деформации в настоящее время используются для измельчения зерна, который в свою очередь, приводит к последующему увеличению прочности и пластичности [57]. Существует множество видов интенсивной пластической деформации, например, равноканальное угловое прессование и кручение материала [57]. Пластическая деформация металлов с деформационно-индуцированным мартенситным превращением вызывает одновременно два взаимосвязанных процесса: рекристаллизационное измельчение зеренной структуры и фазовые преобразования, что в совокупности приводит к созданию гетерофазных структурных состояний [57]. При этом мартенситные превращения играют доминирующую роль в механизмах формирования наноструктур в таких материалах [57].

Экспериментально установлено [57], что пластическая деформация метастабильных аустенитных сталей индуцирует три возможных механизма мартенситных превращений: прямые $\gamma \rightarrow \alpha'$ и $\gamma \rightarrow \varepsilon$ преобразования, а также последовательное $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ превращение. Кинетика образования мартенситных фаз и их конечное содержание определяются комплексом факторов, включая химический состав стали и параметры деформационного воздействия. При этом структурная эволюция метастабильного аустенита зависит не только от величины деформации, но и от сопутствующих термомеханических условий - приложенного давления и температуры обработки [57].

Модификация технологических параметров при интенсивной пластической деформации (ИПД) может вызывать усложнение кинетики

фазовых превращений. Экспериментальные исследования стали SUS304 [57] демонстрируют, что в условиях высокоскоростного кручения под давлением наблюдаются как прямое $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение, так и обратный $\alpha' \rightarrow \gamma$ переход. Результаты рентгенофазового анализа свидетельствуют о немонотонной зависимости объемной доли α' -мартенсита от величины истинной деформации. Согласно интерпретации авторов [57, 58], активация обратного мартенситного превращения обусловлена локальным нагревом материала до 200°C в процессе деформационного воздействия.

Современные исследования позволили сформулировать концепцию реверсивных мартенситных превращений в аустенитных сталях при значительных пластических деформациях, где обратные фазовые переходы реализуются по альтернативным кристаллографическим путям. Как установлено [57], данный механизм играет ключевую роль в процессах наноструктурирования. В частности, для стабильных аустенитных сталей он объясняет образование характерных высокоугловых границ с разориентировками $\approx 60^\circ \langle 110 \rangle$, $\approx 35^\circ \langle 110 \rangle$ и $\approx 50^\circ \langle 110 \rangle$ в зонах локализованной пластической деформации [57]. В метастабильных аустенитных сталях действие данного механизма проявляется через нелинейную зависимость объемной доли мартенситной фазы от величины накопленной пластической деформации [57]. Характерные разориентировки ($\approx 60^\circ \langle 110 \rangle$, $\approx 35^\circ \langle 110 \rangle$ и $\approx 50^\circ \langle 110 \rangle$) идентифицируются в наноструктурированных областях сохранившегося аустенита [57]. Следует отметить, что степень влияния параметров интенсивной пластической деформации (скорость деформирования, температурный режим, величина истинной деформации) на кинетику реверсивных мартенситных превращений в метастабильных сталях остается недостаточно исследованной областью [57]. От скорости деформации и величины образца зависит объемное содержание α' - мартенсита, как было показано при рентгеноструктурном анализе и удельной намагниченности (рисунок 16). При этом наличие ε -мартенсита, который имеет очень

маленькую долю процентов, тоже может быть обнаружен при использовании данных методов [57].

Результаты рентгеноструктурного анализа (РСА) демонстрируют существенное расхождение с данными магнитных измерений объемной доли α' -мартенсита (рисунок 16). При числе циклов деформации $N=8$ это расхождение превышает 20% [57]. Указанное несоответствие обусловлено принципиальными различиями методов: РСА характеризует фазовый состав в поверхностном слое, тогда как магнитные измерения отражают объемное содержание мартенсита. Значительная неоднородность деформации по глубине образца приводит к формированию различных фазовых составов в поверхностных и внутренних слоях материала [57].

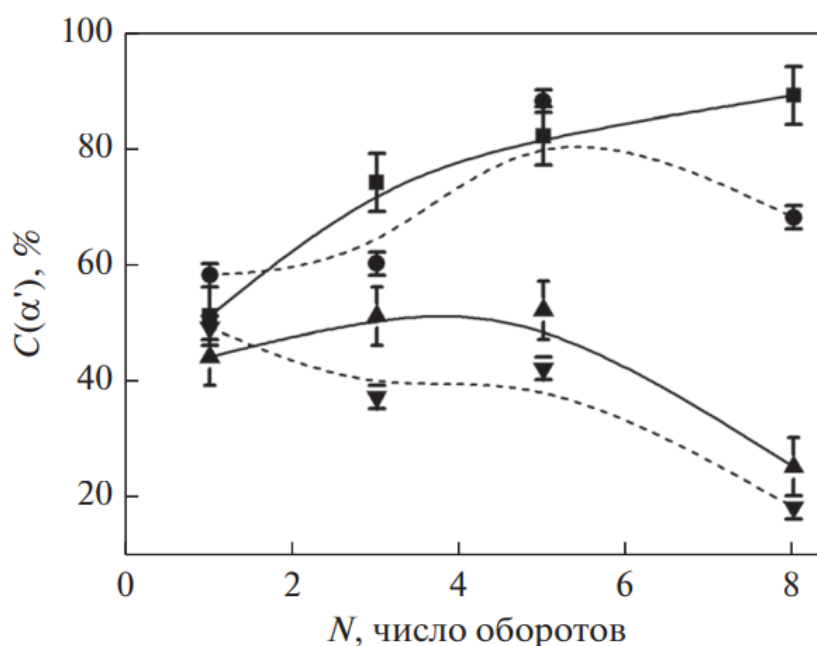


Рисунок 16 – Анализ влияния числа оборотов наковальни в процессе кручения под давлением на объемную долю мартенсита

Метод РСА способен обнаружить зависимость $C(\alpha')$ от N до $900^\circ/\text{мин}$ в момент последовательного ускорения наковальни. При данном способе объём мартенсита повышается ($N=1-3$) и может достигнуть 40-50%, а после

понижится до 20%, когда N будет равняться 8 [57]. При увеличении деформации уменьшается содержание мартенсита, как видно на рисунке 2, это доказывает воплощение прямых + обратных мартенситных превращений в условиях деформации.

Под воздействием интенсивного пластического деформирования кручением под давлением в метастабильной аустенитной стали Fe–18Cr–10Ni–Ti происходит эволюция дефектной микроструктуры, приводящая к образованию гетерофазных наноструктур.

На рисунке 16, от степени деформации кручением будет зависеть ее объёмная доля α' -мартенсита. Намагниченность и рентгеноструктурный анализ определенным образом показали это [58]. Возрождения мартенсита 80% при 8 оборотах обусловлено низкой скоростью деформации (в ранее 200 град/мин). При высокой скорости (915 град/мин) доля мартенсита достигает максимума (~50%), после чего снижается до ~25%, что указывает на протекание обратных и прямых мартенситных превращений ($\alpha' \rightarrow \gamma$) и ($\gamma \rightarrow \alpha'$). Зарождение и рост кристаллов α' -мартенсита образуются в микродвойниковой структуре только в начальных этапах деформации материала, как было показано в электронной микроскопии [58]. Дальнейшее деформирование приводит к формированию структуры из фрагментированных аустенита и мартенсита, нано- и микро- масштаба [58].

Выводы

1. Современные метастабильные аустенитные стали, легированные хромом, никелем, марганцем, ванадием и азотом, демонстрируют уникальное сочетание высокой удельной прочности, пластичности и коррозионной стойкости, что делает их исключительно перспективными для применения в криогенной технике. В отличие от традиционных сталей типа 12X18H10T, эти материалы обладают повышенной устойчивостью к охрупчиванию при сверхнизких температурах, что позволяет использовать их в ответственных конструкциях, таких как криогенные топливные баки ракет-носителей и

космических аппаратов. Дополнительным преимуществом является их технологичность при сварке и обработке давлением, что существенно расширяет возможности их промышленного применения.

2. Применение методов интенсивной пластической деформации (ИПД) в сочетании с контролируемым отжигом открывает новые возможности для управления структурой и свойствами метастабильных аустенитных сталей. Криогенная деформация индуцирует образование α' -мартенсита, что приводит к значительному упрочнению материала при сохранении достаточной пластичности. Этот эффект обусловлен не только измельчением зерна, но и образованием наноструктурированных фаз, что особенно важно для создания высокопрочных материалов, работающих в экстремальных условиях.

3. При трении и пластической деформации метастабильных аустенитных сталей наблюдается деформационно-индуцированное мартенситное превращение (DIMP), которое существенно повышает поверхностную твердость и износостойкость материала. Важную роль в этом процессе играют параметры деформации: температура, скорость и степень нагружения. Оптимизация этих факторов позволяет управлять стабильностью аустенита и, как следствие, механическими характеристиками стали, что особенно важно для деталей, работающих в условиях интенсивного трения и ударных нагрузок.

4. Аустенитные нержавеющие стали остаются ключевым материалом в медицине благодаря своей биосовместимости и коррозионной стойкости. Однако современные тенденции направлены на разработку безникелевых сплавов, легированных азотом и марганцем, которые демонстрируют сопоставимые механические свойства при сниженном риске аллергических реакций. Такие стали обладают улучшенной цитосовместимостью, что делает их пригодными для долговременных имплантатов, включая эндопротезы суставов и кардиохирургические стенты. Дополнительным преимуществом является их совместимость с методами

аддитивного производства, что открывает новые возможности для персонализированной медицины.

5. Стали с содержанием марганца 3–12% обладают высокой чувствительностью к режимам термической обработки, что позволяет гибко управлять их фазовым составом и механическими свойствами. Межкритический отжиг и закалка обеспечивают формирование оптимального соотношения аустенита и мартенсита, что критически важно для достижения высоких показателей прочности и ударной вязкости. Перспективным направлением является комбинированная термомеханическая обработка, позволяющая получать многофазные структуры с градиентным распределением свойств, что особенно востребовано в автомобилестроении и авиакосмической отрасли.

Глава 2 Материалы и методики исследования

2.1 Исследуемый материал и методики исследования структуры стали

В данной работе проводилось исследование аустенитной Fe-Cr-Ni стали. Данная сталь хорошо применяется из-за своих свойств в таких видах промышленности как медицина и химия [59]. К данной стали применяли равнональное угловое прессование (РКУП) и исследовали в ультрамелкозернистом и крупнозернистом состоянии [59]. При исследовании стали в крупнозернистом состоянии (КЗ) мы использовали закалку в воде при температуре 1050°C с последующей выдержкой 1 час.

После проведения равнонального углового прессования (РКУП) и интенсивной пластической деформации (ИПДК) было получено УМЗ состояние стали [59].

Таблица 5 - Химический состав аустенитной стали

C	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	Cu	Co
0,023	17.95	7.95	1.85	0.35	0.38	0.6	0.15

При РКУП применяли следующую схему: проводится закалка при температуре воды 1050 °C со временем выдержки 1 час, затем проводится + 350 °C РКУП (маршрут Вc, n=4, $\varphi=120^\circ$) [48].

ИПДК стали была проведена ¹⁾ при температуре 20 °C и давлении 6 ГПа, количество оборотов – 2 . Так же для исследования были использовали диски диаметром 20 мм и толщина 0.9 мм.

¹⁾ ИПДК и РКУП стали проводили в Уфимском университете науки и технологий (г. Уфа).

Для исследования структуры крупнозернистой стали использовали оптический электронный микроскоп (Axiovert 40 MAT) рисунок 17. Тонкую структуру УМЗ стали изучали²⁾ на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) LEM-2100 (рисунок 18) [55, 68].



Рисунок 17 – Металлографический микроскоп Axiovert 40 MAT [55]

Для металлографического анализа исследуемые образцы были изготовлены в виде микршлифов [61]. Данный процесс включал в себя следующие этапы работы:

1. Образец шлифуют на шлифовальной бумаге с последующим уменьшением ее зернистости. Потом образцы полируются с использованием алмазной пасты и добавлением керасина на тканевый круг. Полировка поверхности проходит в течение нескольких минут.
2. Промываем образец спиртом, чтобы удалить все следы полировальной пасты.

3. После полировки образец травят химическим методом для выявления зернистой структуры.

4. Ставим микрошлиф под микроскопом и проведем микроскопическое исследование для оценки микроструктуры стали



Рисунок 18 – Просвечивающий электронный микроскоп ЛЭМ-2100

В соответствии с методом РКУ прессование образцы диаметром 10 мм и длиной 65 мм [11] были подвержены экструзии через оснастку, предназначенную для РКУП, которую можно наблюдать на рисунке 19.

²⁾ Исследование тонкой структуры УМЗ стали было проведено сотрудниками Уфимского университета науки и технологий (г. Уфа).

Как видно из рисунка 19 отоска представляет собой призму с двумя каналами диаметром 10 мм, которые расположены под некоторым углом, в нашем случае 120° . После того как образец помещается в оснастку он проходит весь канал, на стыке каналов структура измельчается и на выходе мы получаем смешанную структуру с крупными и мелкими зернами. Поэтому для получения ультрамелкозернистой структуры, образец необходимо прогнать через оснастку некоторое количество раз [65].

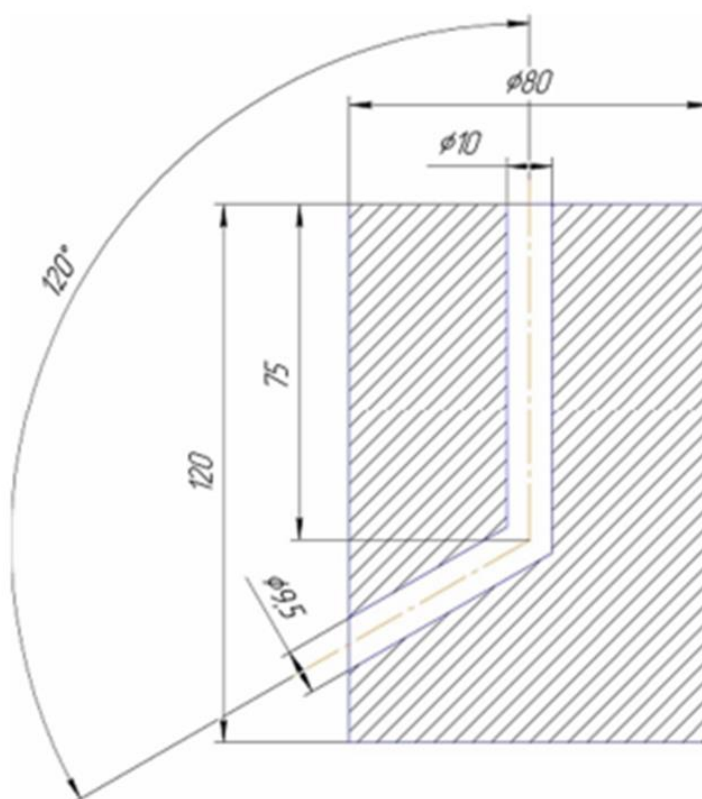


Рисунок 19 – Схема установки интенсивной пластической деформации методом РКУП [64]

При использовании данного метода получают заготовки с ультрамелкозернистой структурой, которые будут исследоваться на микроструктуру и механические свойства [58].

2.2 Методики исследования механических свойств стали

Определение твердости стали производилось посредством твердомера ТН300 (рисунок 20). Для исследования механических характеристик образцов диаметром 3 мм была задействована универсальная испытательная машина Н50КТ (рисунок 21).



Рисунок 20 – Стационарный твердомер по Роквеллу ТН300



Рисунок 21 – испытательная машина Н50КТ с компьютерным управлением

Машина обладает максимальной нагрузкой 50 кН и рамной конструкцией, состоящей из двух идентичных колонн. Для фиксации образцов по ГОСТ 1497-84 (ИСО 6892_84) при испытании на растяжение используются различные приспособления.

Установка 2014 МК-50 (рисунок 22) была использована для испытания образцов на кручение³⁾ при температуре 20 °С; образцы имели диаметр 10 мм (рабочая часть) и длину 100 мм, испытания проводились согласно ГОСТ 3565-80 при этом учитывая ГОСТ Р 50581-93 (ИСО 6475-89). Была составлена диаграмма, название которой «Крутящий момент – угол закручивания», после испытания образцов в ней были рассчитаны относительный сдвиг (g), текучесть ($\tau_{0.3}$) и предел прочности (τ_k).



Рисунок 22 - Установка 2014 МК-50 для испытания образцов на кручение

³⁾ Испытание образцов на кручение проводили сотрудники ПО «Стрела» (г. Оренбург)

Высокоточная установка для кручения 2014 МК-50 применяется для оценки крутильной прочности материалов, включая металлы, полимеры и композиты. Широко используется в научно-исследовательских работах.

Микроскоп (РЭМ) SIGMA (рисунок 23) позволяет исследовать микроструктуру поверхности излома после испытания образца на кручение.

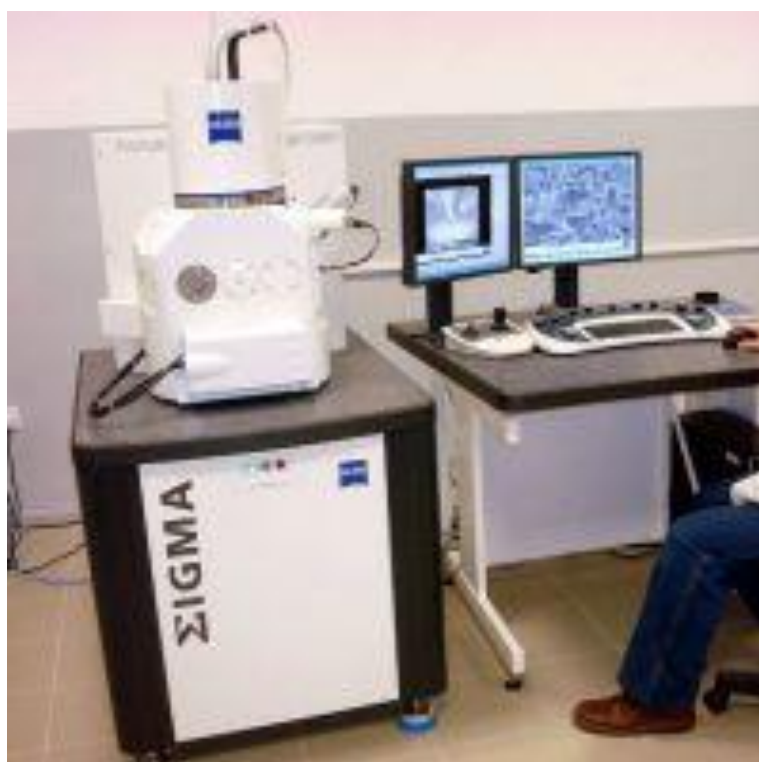


Рисунок 23 – Сканирующий электронный микроскоп Sigma

Используемые в данной работе оборудования позволяют нам исследовать сталь Fe-Cr-Ni в горячекатаном и ультрамелкозернистом состоянии [**Ошибка! Источник ссылки не найден.**].

2.3 Описание методики, применяемой для исследования мартенситных фазовых превращений в пластически деформированных областях, расположенных на поверхности изломов

Дифракционные линии (111) К α γ -фазы, (110) К α α -фазы и (101) К α ε -фазы использовались для оценки объемного содержания мартенситных фаз в эффективно рассеивающем слое материала в различных участках на поверхности образцов или на фрактографических поверхностях.

Выбор данных дифракционных линий мотивирован их связью с условием одновариантного фазового превращения, что с кристаллографической точки зрения означает, что исходная ориентация матричной фазы после трансформации приводит к образованию новых фаз в ориентациях, почти полностью описываемых выбранными дифракционными рефlekсами [55]. Такой подход сводит к минимуму эффект текстуры на относительные интенсивности дифракционных линий, используемых для анализа. Количественное определение содержания γ -аустенита, α - и ε -мартенсита осуществлялось на основе соответствующих расчетных соотношений:

$$Y_{\gamma} = \frac{C_1}{C_1 I_{111\gamma} + C_2 I_C + C_3 I_{101\varepsilon}} * 100\%$$

$$Y_{\alpha} = \frac{C_2 I_C - C_4 I_{101\varepsilon}}{C_1 I_{111\gamma} + C_2 I_C + C_3 I_{101\varepsilon}} * 100\%$$

$$Y_{\varepsilon} = \frac{C_5 I_{101\varepsilon}}{C_1 I_{111\gamma} + C_2 I_C + C_3 I_{101\varepsilon}} * 100\%$$

В рамках рентгенографического анализа, коэффициенты $C_1 \dots C_5$ для Fe К α излучения были определены и сведены в таблицу 6. Значения $I_{111\gamma}$ и $I_{101\varepsilon}$

соответствуют интегральным интенсивностям линий γ -фазы и ε -фазы соответственно. Параметр I_C , определенный как $I_{110\alpha} + I_{002\varepsilon}$, представляет собой сумму интегральных интенсивностей линий (110) α -фазы и (002) ε -фазы. Важно подчеркнуть, что при определении I_C , линия (110) $K_\alpha \alpha$ -фазы накладывается на линию (002) $K_\alpha \varepsilon$ -фазы.

Таблица 6 - Значения для расчета объемного содержания фаз на основе излучения Fe K_α [55]

Вид излучения	C_1	C_2	C_3	C_4	C_5
Fe K_α	2,459	1,799	2,025	0,444	2,469

Шероховатость поверхности в искаженной кристаллической решетке указывает на то, что область разрушения образца увеличивается. Из полученных результатов видно, что дифракционные линии не разделяются полностью. Но нужно не забывать, что после использования этого метода могут происходить погрешности в расчётах, определяющие фазовый состав материала. Однако, необходимо отметить, что при использовании данного метода может произойти погрешность в расчетах определения состава фаз. Данная погрешность может иметь разные значения от 3 до 10 % в зависимости от значений дифракционных пиков на оборудовании.

Съемку образцов и изломов проводили на рентгеновском дифрактометре ДРОН-2.0 в Fe K_α излучении (рисунок 24).



Рисунок 24 – Рентгеновский дифрактометр ДРОН-2.0

Выводы

1. Проведенное комплексное исследование аустенитной Fe-Cr-Ni стали позволило получить новые данные о влиянии методов интенсивной пластической деформации (ИПД) на ее микроструктуру и механические свойства. Применение равноканального углового прессования (РКУП) и интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) привело к формированию ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры с размером зерен менее 1 мкм, что существенно повысило прочностные характеристики материала.

2. Микроструктурный анализ после шлифовки, полировки и травления выявил не только уменьшение размера зерен, но и увеличение плотности дислокаций, а также образование субзеренных границ. Это подтверждает, что пластическая деформация способствует активному фрагментированию исходной структуры. Кроме того, электронная микроскопия позволила обнаружить локальные зоны деформационного мартенсита, что свидетельствует о фазовых превращениях под действием

механических напряжений. Механические свойства стали оценивались с использованием универсальной испытательной машины Н50КТ (растяжение), твердомера ТН300 (твердость) и установки 2014 МК-50 (кручение). Полученные данные, включая кривые "крутящий момент – угол закручивания", позволили определить ключевые характеристики, такие как предел текучести и прочности.

3. Механические испытания показали значительное увеличение предела текучести и прочности после РКУП и ИПДК. Кривые кручения демонстрируют высокую пластичность стали даже после сильной деформации, что связано с сохранением аустенитной матрицы и постепенным мартенситным превращением при нагружении. Измерения твердости подтвердили упрочнение материала, что особенно важно для медицинских имплантатов и химического оборудования, работающего в агрессивных средах.

4. Комплексное использование РКУП, ИПДК, микроскопии и дифракционного анализа обеспечило всестороннее изучение структуры и свойств Fe-Cr-Ni стали. Полученные результаты могут быть применены для оптимизации технологий обработки метастабильных аустенитных сталей с целью улучшения их механических и эксплуатационных характеристик.

Глава 3 Результаты исследования

3.1 Исследование структуры и механических свойств аустенитной Fe-Cr-Ni стали

Исходная структура материала представляет собой однофазный аустенит (γ -железо), что характерно для горячекатаного состояния, как показано на рисунке 25 а. Дальнейшее воздействие интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) приводит к существенному измельчению зеренной структуры. В средней части образцов, подвергнутых ИПДК, наблюдается формирование ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры с размером зёрен в диапазоне 0,2–0,25 мкм (рис. 25 б).

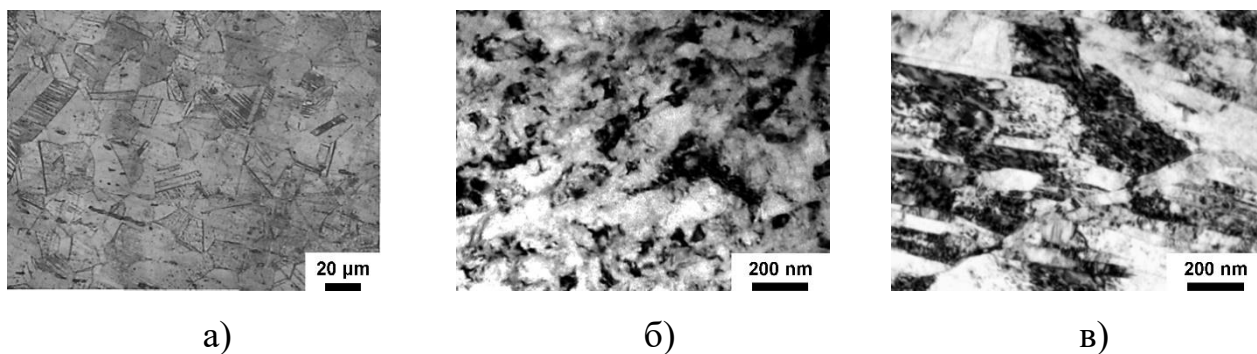


Рисунок 25 - Микроструктура КЗ в Fe-Cr-Ni стали, х500 (а) и тонкая структура стали после ИПДК в средней части образцов (б) и после РКУП (в)

Последующее воздействие (РКУП) инициируются дальнейшие структурные изменения. В результате наблюдается формирование вытянутой полосовой УМЗ-структуры, которая является типичной для деформационных процессов при кручении. Видны признаки накопления деформации, это связано с тем, что параллельно с развитием ячеистой структуры происходит образования микрополос и полос сдвига. «Внутри микрополос наблюдается высокая плотность дислокаций, они показаны на рисунке 25в в виде клубков

и скоплений, что свидетельствует о напряженном состоянии материала и активных процессах пластической деформации.

Таблица 7 - Средний размер зерна и механические свойства Fe-Cr-Ni стали при растяжении

Состояние	$d_{\text{ср.}}$, мкм	НВ	T °C	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	δ , %
КЗ (исходное)	30	159	20	624±6	283±2	65±0.7
УМЗ (РКУП)	0.55	363	20	1112±15	1065±15	20±0.5

Представленная таблица 7 показывает, что низкая твердость и прочность происходит в исходном (горячекатаном) состоянии, но вместе с этим она показывает довольно высокую пластичность» [72]. Так же после РКУП наоборот происходит повышение прочности и твердости в диапазоне 1,8-3,8 раза, что обусловлено формированием УМЗ-структуры и высокой плотностью дефектов, но такое упрочнение сопровождается снижением пластичности в 4 раза.

3.2 Исследование локализации и распределения мартенситных фаз в структуре Fe-Cr-Ni стали после воздействия интенсивной пластической деформации при кручении (ИПДК)

В результате проведённых измерений, была выявлена выраженная неоднородность микротвердости, которая, как показал анализ, демонстрирует явную тенденцию к увеличению от 350 HV в центральной области образцов до 550–600 HV в периферийной области (рисунок 26). Данное наблюдение указывает на неравномерное распределение деформации и фазовых превращений по сечению образца. С целью определения фазового состава стали был проведен рентгеноструктурный фазовый анализ поверхности образцов. В результате анализа было установлено наличие α - и ϵ -мартенсита

(рисунок 26). В результате проведенных исследований, было установлено, что максимальная концентрация ϵ -фазы, достигающая порядка 11%, локализуется в центральной части образцов, где, как было показано, наблюдаются наименьшие значения микротвердости. При этом, следует подчеркнуть, что содержание ϵ -фазы в периферийных областях образцов является пренебрежимо малым.

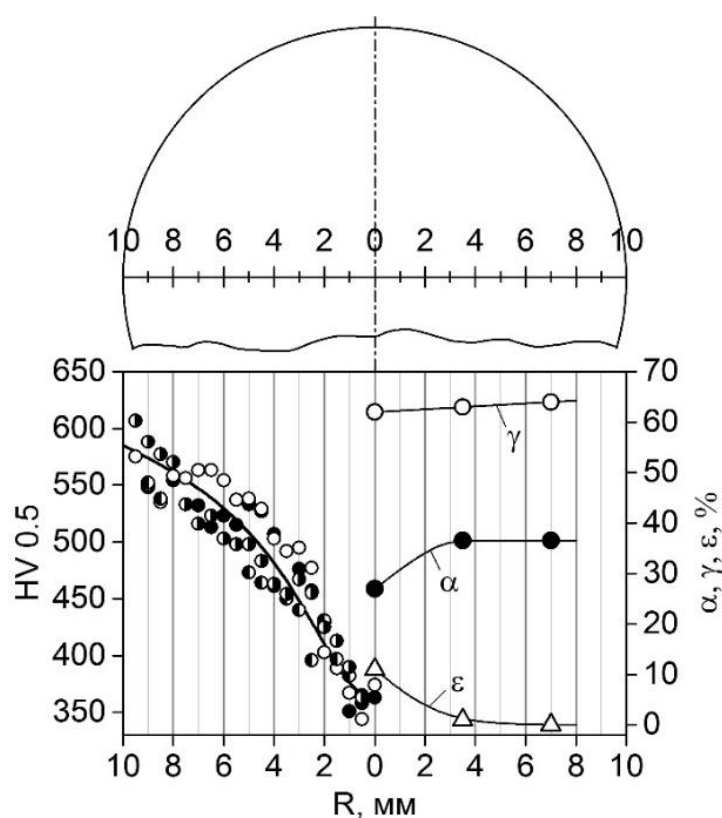
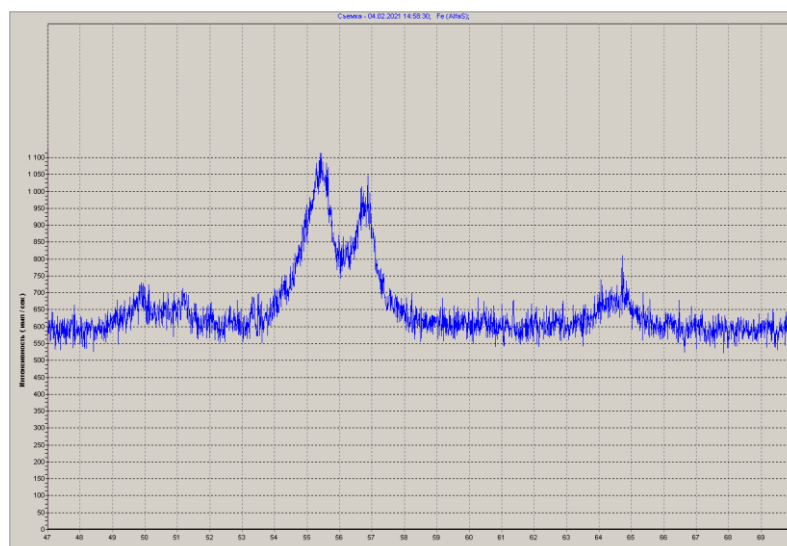


Рисунок 26 - Распределение микротвердости (HV 0.5) и среднего количества γ -, α - и ϵ -фаз в образце из Fe-Cr-Ni стали после ИПДК. Различные комбинации точек отображения на графике «HV-R» - представляют результат измерений микротвердости выполненные на разных образцах

Согласно результатам анализа, минимальное объемное содержание α -фазы, составляющее приблизительно 28%, наблюдается в центральной

области образца, в то время как максимальная концентрация данной фазы, достигающая около 37%, зафиксирована в периферийной части. Что касается распределения γ -аустенита, то оно демонстрирует незначительное увеличение, от 61% до 63%, при переходе от центра к периферии образца. Таким образом, полученные данные подтверждают неоднородность фазового состава, обусловленную градиентом деформации и, соответственно, градиентом напряжений, возникающих в процессе ИПДК. В целом, наблюдаемая картина отражает взаимосвязь между локальным уровнем деформации, фазовыми превращениями и результирующими механическими свойствами стали (рисунок 27).



(111) K_{α} (110) K_{α} (101) K_{α}
 γ -фазы α -фазы ϵ -фазы

Рисунок 27 - Рентгенограмма центральной части образца из Fe-Cr-Ni стали после ИПДК

После проведения ИПДК на поверхности Fe-Cr-Ni стали видна сильная неоднородность микротвердости по всему ее диаметру, от центра образца к периферии. Исследования, основанные на применении рентгенофазового анализа, показали, что в Fe-Cr-Ni стали, подвергнутой интенсивной

пластической деформации кручением (ИПДК), протекают мартенситные превращения, которые, как было установлено, развиваются в соответствии с последовательностью $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha$ [72].

3.3 Анализ результатов испытаний на кручение образцов из Fe-Cr-Ni стали

Был проведен анализ диаграмм (рисунок 28) по исследованию аустенитной Fe-Cr-Ni стали при кручении. Анализ полученных данных продемонстрировал, что крутящий момент, требуемый для деформации образцов из УМЗ стали, в 1.4 раза выше, чем для образцов из КЗ стали. В свою очередь, деформационные характеристики образцов из УМЗ стали показывают существенное уменьшение угла закручивания и числа оборотов, которые примерно в 2.4 раза меньше, по сравнению с соответствующими значениями для образцов из КЗ стали (таблица 8).

В рамках исследования механических свойств стали были выполнены расчеты предельных характеристик при кручении. В частности, определялись предел прочности (τ_k), предел текучести ($\tau_{0,3}$) и относительный сдвиг (γ). Полученные результаты, представленные в таблице 8, свидетельствуют о том, что прочностные характеристики образцов, изготовленных из материала УМЗ, значительно превосходят аналогичные показатели для стали КЗ. В то же время относительный сдвиг, характеризующий пластичность материала, демонстрирует снижение в случае УМЗ стали [74]. Таким образом, комплексный анализ механических свойств при кручении показывает, что формирование УМЗ-структуры в метастабильной аустенитной Fe-Cr-Ni стали приводит к повышению прочностных характеристик, сопровождающемуся, однако, снижением пластичности.

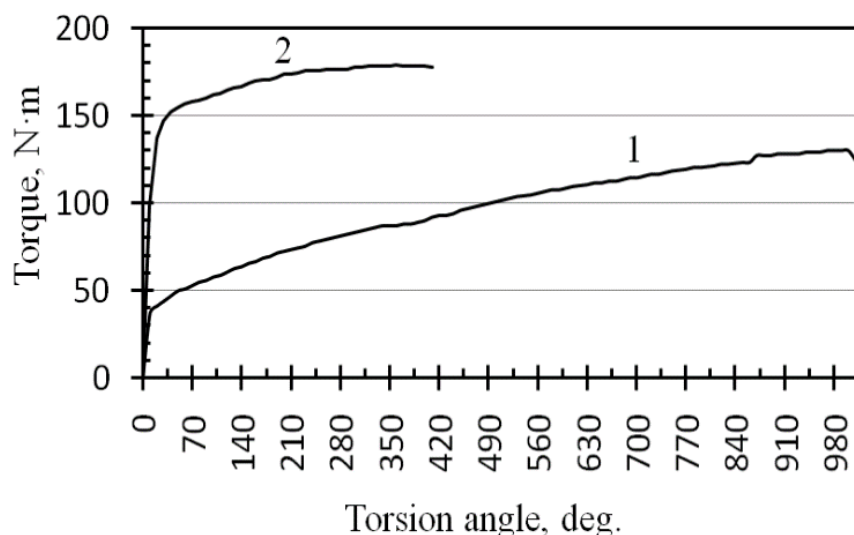


Рисунок 28 - Диаграмма «Крутящий момент - угол кручения», полученная при испытании на кручение образцов из КЗ (72) и УМЗ (74) Fe-Cr-Ni стали.

Таблица 8 - Механические свойства Fe-Cr-Ni стали при кручении

Состояние	Крутящий момент, Н.м	Обороты, n	Угол закручивания, гр.	Tk, МПа	$\tau_{0.3}$, МПа	g, %
КЗ (исходное)	133±1.30	2.83±0.014	1020°±5.0°	688	194	89
УМЗ (РКУП)	181±1.80	1.67±0.019	420°±7.0°	917	740	37

3.4 Исследование механизма разрушения Fe-Cr-Ni стали при кручении и анализ распределения мартенситных фаз в области излома

В ходе проведенных исследований, стало известно, что образцы из УМЗ и КЗ стали проходили по механизму среза. По данным анализа шероховатости поверхности у изломов было видно, что у КЗ и УМЗ образцов оставалась одинаковая средняя шероховатость (рисунок 29, а, д). У полученных изломов на поверхности можно обнаружить три области разных микрорельефов: 1) гладкую периферийную часть; 2) переходную (средняя часть); 3) вязкую

центральную часть, у которой виден сильно выраженный шероховатый микрорельеф (рисунок 29, а, д). Было выявлено в периферийной части малоструктурный микрорельеф (рисунок 29 г, з) при исследовании микрорельефа изломов, которые были получены при кручении аустенитной Fe-Cr-Ni стали. Возможно, они были связаны с поверхностным трением появляющийся при деформации кручением. Ямки сдвига доминируют обычно в середине области излома (рисунок 29 в, ж), что, как правило, указывает на наличие пластической деформации и возможных фазовых превращений, индуцированных кручением, перед разрушением. При анализе фрактографических изображений изломов установлено, что в образцах УМЗ стали ямки сдвига проявляются с большей четкостью, что может быть объяснено воздействием наноструктурирования на механизмы деформации и фазовых трансформаций при кручении. В то же время, микроструктурный анализ центральной части изломов как для КЗ, так и для УМЗ стали, показывает преобладание равноосных ямок, что подтверждается полученными данными (рисунок 29 г, з), это все возможно, говорит о едином механизме разрушения в этой области, не связанным с особенностями микроструктуры и фазовыми превращениями в процессе кручения.

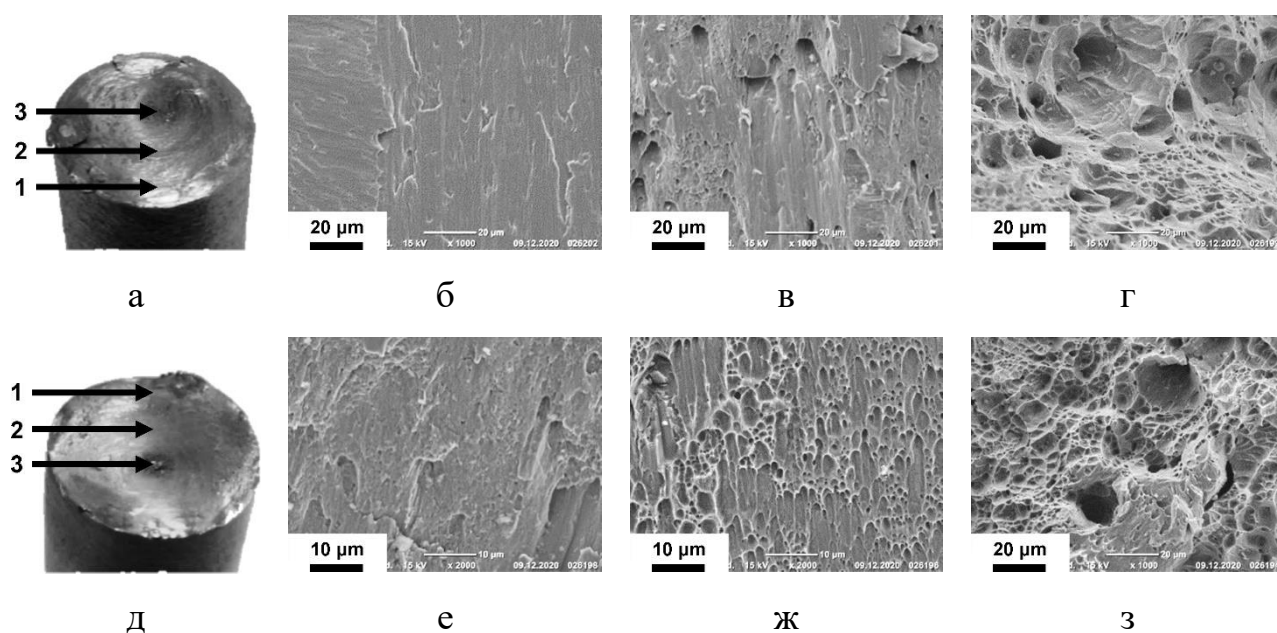


Рисунок 29. Микрорельеф (б-г, е-з) и общий вид (а, д) изломов на кручение образцов КЗ (а-г) и УМЗ (д-з) Fe-Cr-Ni стали. Микрорельеф периферийной зоны 1 (б, е), переходной зоны 2 (в, ж), с центральной зоны 3 (г, з). б-г, з- x1000, е, ж- x2000

Результаты рентгеноструктурного фазового анализа позволили установить, что на поверхности изломов, полученных при кручении образцов из КЗ стали, независимо от области рентгенографирования, образуется 100 % α -мартенсита (таблица 9). На поверхности изломов УМЗ стали максимальное количество α -мартенсита (30 %) образовалось в периферийной области излома, а минимальное количество α -мартенсита (15 %) – в центральной части излома (таблица 9). Отсутствие ε -мартенсита на поверхностях изломов говорит о том, что это фазовое превращение не наблюдается при исследуемых условиях кручения для обоих типов, стали [72].

Таблица 9 - Количество α -мартенсита в различных участках на поверхности изломов [72], полученных при кручении образцов из Fe-Cr-Ni стали

Состояние	Область рентгенографирования		
	Периферийная	Переходная	Центральная
КЗ (исходное)	100 %	100 %	100 %
УМЗ (РКУП)	30 %	23 %	15 %

Таким образом, в результате пластической деформации кручением аустенитная Fe-Cr-Ni сталь испытывает мартенситные превращения по механизму $\gamma \rightarrow \alpha$. РКУП, формируя УМЗ структуру, стабилизирует аустенитную структуру стали при кручении [72].

3.5 Обсуждение полученных результатов

Известно, что в Fe-Mn сталях мартенситные превращения протекают по механизму $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$. Результаты проведенных исследований показали, что наноструктурирование Fe-Cr-Ni стали путем РКУП, формируя УМЗ структуру, не только повышает прочностные свойства стали при растяжении и кручении (таблица 8), но и стабилизирует аустенитную структуру при деформации кручением (таблица 9). Образование 100% α -мартенсита на поверхности излома при разрушении образцов из КЗ стали, происходит независимо от механизма разрушения. Максимально количество α -мартенсита в образцах из УМЗ стали образуются в переходной и периферийных областях, там же доминируют ямки сдвига и участки трения ответных поверхностей. В УМЗ сталях минимальное количество α -мартенсита образуется в центре излома, где доминируют ямки отрыва (рисунок 15) [74].

Представляет интерес сравнить распределение мартенситных фаз на поверхности изломов образцов из Fe-Cr-Ni стали после испытаний на кручение, с распределением мартенситных фаз в образцах из данной стали после интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК).

Как было показано, после ИПДК шероховатость поверхности по всему диаметру образцов была практически одинаковая. В то же время наблюдалась неоднородность микротвердости по диаметру образцов. Микротвердость проходила изменение от 350 HV в центральной части, микротвердость в периферийной части происходило до 550-600 HV, что свидетельствует о неравномерном распределении деформации и связанных с ней структурных изменений [72]. Кроме того, было установлено, что размер зёрен ультрамелкозернистой (УМЗ) стали после ИПДК в средней части диаметра образцов, составлял 0,2-0,25 мкм. С целью детального изучения фазового состава был проведен рентгеноструктурный фазовый анализ после ИПДК. По результатам были выявлены α - и ϵ -мартенсита. Содержание ϵ -мартенсита (около 11 %) было хорошо видно в центральной части образца в отличие от периферийной части, там ϵ -мартенсита почти не было. Зато в периферийной части образца было обнаружено большое количество α -мартенсита (около 37 %) (рисунок 2) [72]. Необходимо подчеркнуть, что мартенситные превращения, происходящие на поверхности изломов образцов из крупнозернистой (КЗ) и ультрамелкозернистой (УМЗ) стали при кручении, заметно отличаются от мартенситных превращений, инициированных (ИПДК). Большую роль в ИПДК играет не только деформация кручением, но и большое гидростатическое давление (порядка 6 ГПа).

Согласно общепринятым представлениям, высокое давление, пробуждает $\gamma \rightarrow \epsilon$ превращение особенно в центральной части образца, но параллельно затрудняет превращения $\epsilon \rightarrow \alpha$ из-за разности в объёмах ГЦК, ГПУ и ОЦК решеток. Из-за этого в центре образца, а также частично в переходной области происходит образование как α -, так и ϵ -мартенсита, общее количество которых достигает примерно 39% (таблица 5). В отличие от этого, в периферийной области образца из-за более высокой искажённости кристаллической структуры и относительно более низкого давления по сравнению с центральной частью происходит формирование преимущественно α -мартенсита.

Заключение

1 РКУП, формируя УМЗ структуру, повышает прочностные свойства аустенитной Fe-Cr-Ni стали при растяжении и кручении, а также стабильность к мартенситным превращениям при кручении.

2 Установлено, что в результате интенсивного пластического деформирования при кручении (ИПДК) сталь Fe-Cr-Ni претерпевает последовательные мартенситные превращения, протекающие по схеме $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$.

3 Установлено, что применение ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры в Fe-Cr-Ni стали приводит к значительному увеличению пределов прочности и текучести при кручении по сравнению с аналогичной сталью, имеющей крупнозернистую (КЗ) структуру. Одновременно с этим наблюдается снижение относительного сдвига при деформации кручением.

4 В результате проведенных исследований, установлено, что на поверхности изломы всех образцов, полученных кручением, не зависимо от состояния стали (КЗ и УМЗ), выделяются три зоны с разным микрорельефом и которые в свою очередь отражают их процессы разрушения при кручении. Процесс разрушения начинается с периферийной области, где образуются ямки сдвига. Последующее кручение приводит к затиранию ямок сдвига в структуре КЗ стали, тогда как в УМЗ стали они остаются четко различимыми. Полное разрушение материала наступает вследствие достижения критических значений нормальных напряжений, концентрирующихся в центральной части образца.

5 При разрушении образцов на кручение из КЗ (Fe-Cr-Ni) стали, независимо от механизма разрушения, на поверхности изломов образовалось 100 % α -мартенсита. Распределение α -мартенсита на поверхности излома неоднородно. В частности, максимальная концентрация α -мартенсита, достигающая 30%, зафиксирована в периферийной части излома. В этой зоне протекает интенсивная пластическая деформация из-за наличия участков

взаимного трения и ямок сдвига. В центре излома, где преобладают ямки отрыва было обнаружено минимальное количество α -мартенсита, около 15%.

6 Отсутствие ε -мартенсита на поверхности изломов образцов из КЗ и УМЗ (Fe-Cr-Ni) стали при кручении, авторы связывают с незначительным для данного вида нагружения давлением, меньшим, чем в процессе ИПДК, при котором в данной стали образуется ε -мартенсит.

Список используемой литературы

- 1 Агеев Н.В., Бабарэко А.А., Бецофен С.Я. Описание текстуры методом обратных полисных фигур, Изв. АН СССР. Металлы, 1974. - № 1. - С. 94-97
- 2 В.С. Золоторевский. Механические свойства металлов. Москва, МИСИС (1998) 400 с.
- 3 Добровольский А.Г. Шликерное литье. – М.: Металлургия, 1977. – 239 с.
- 4 Жидков М. В. Структурно-фазовые превращения в стали и титановых сплавах при интенсивных внешних воздействиях: автореферат дис. ... кандидата технических наук: 01.04.07 / Белгород, 2017. - 24 с
- 5 Закономерности и механизмы пластической деформации металлических материалов в условиях фазовой неустойчивости в полях напряжений: автореферат дис. ... доктора физико-математических наук: 01.04.07 / Литовченко Игорь Юрьевич; [Место защиты: Ин-т физики прочности и материаловедения СО РАН]. — Томск, 2019. — 32 с.
- 6 Золоторевский В.С. Механические свойства материалов. Учебник для вузов – 3-е изд., перераб. и доп. - М.: МИСИС 1998. – 400 с.
- 7 Клевцов Г.В. Пластические зоны и диагностика разрушения металлических материалов. – М: МИСИС, 1999. – 112с.
- 8 Клевцов Г.В., Валиев Р.З., Клевцова Н.А., Еникеев Н.А., Пигалева И.Н., Абрамова М.М. Влияние интенсивной пластической деформации на мартенситные превращения в метастабильной аустенитной стали. В сборнике: Физика и технология перспективных материалов - 2023. 2023. С. 164-166
- 9 Кречмер, В. Г. Высокопрочные сложнолегированные стали: монография / В. Г. Кречмер. – Алма-Ата.: «Наука» КазССР, 1975. – 197 с.
- 10 Литовченко, И. Ю., Тюменцев, А. Н., Корзников, А. В., & Аккузин, С. А. (2013). Влияние скорости кручения в условиях интенсивной пластической деформации на наковальнях Бриджмена на структурно-фазовые

превращения в метастабильной аустенитной стали. Вестник российских университетов. Математика, 18 (4-2), 1970-1971.

11 Овчаренко В.Е., Черепанов А.Н., Иванов Ю.Ф. Модификация зеренной структуры никелевого сплава наноразмерными частицами тугоплавких соединений // Наноинженерия. – 2015. – 4 (46). – С. 24-29.

12 Особенности мартенситных превращений и эволюция дефектной микроструктуры метастабильной аустенитной стали в процессе интенсивной пластической деформации кручением под давлением / И. Ю. Литовченко, А. Н. Тюменцев, С. А. Аккузин [и др.] // Физика металлов и металловедение. – 2016. – Т. 117, № 8. – С. 875-884. – DOI 10.7868/S001532301608009X. – EDN WENNON.

13 Прочностные механизмы разрушения объемных наноструктурированных металлических материалов: учебное пособие / [Г. В. Клевцов и др.]; Уфимск. гос. авиац. техн. ун-т. – Уфа: РИК УГАТУ, 2016. – 240 с.

14 Р 50-54-52/2-94. Расчеты и испытания на прочность. Метод рентгеноструктурного анализа изломов. Определение характеристик разрушения металлических материалов рентгеновским методом. – М.: ВНИИНМАШ Госстандарта России, 1994. - 28 с.

15 Солнцев, Ю. П. Специальные материалы в машиностроении: учебник для вузов / Ю. П. Солнцев, Е. И. Пряхин, В. Ю. Пирайнен. - 4-е изд. стереотип. - Санкт-Петербург: Химиздат, 2024. - 640 с.

16 Структура и свойства градиентной метастабильной аустенитной стали / Д. О. Панов, Р. С. Черниченко, Е. А. Кудрявцев [и др.] // Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов: сборник тезисов докладов XXVI Уральской школы металловедов-термистов, Екатеринбург, 07–11 февраля 2022 года. – Екатеринбург: Издательство Уральского университета, 2022. – С. 110-114. – EDN PQYQYH.

- 17 Физика и технология перспективных материалов - 2023: Сборник трудов Международной конференции, Уфа, 02–06 октября 2023 года. – Уфа: Уфимский университет науки и технологий, 2023. – 420 с.
- 18 Фрактодиагностика разрушения металлических материалов и конструкций: учебное пособие / Г. В. Клевцов, Л. Р. Ботвина, Н. А. Клевцова, Л. В. Лимарь. — Москва: МИСИС, 2007. — 264 с.
- 19 Хонакомб Р. Пластическая деформация металлов. М.: Мир, 1972, 408 с.
- 20 A. Basak et al. Adhesive wear characteristics of cast nitrogenated stainless steel. *Wear*. pp. 242-244, 1995.
- 21 A. Belyakov et al. Substructures and internal stresses developed under warm severe deformation of austenitic stainless steel *Scr. Mater.* 42(4). pp. 319-325 2000.
- 22 A.L.M. Costa et al. 2005 Ultra grain refinement and hardening of IF-steel during accumulative roll-bonding *Mater. Sci. Eng. A* 406(1-2):279-285.
- 23 An ultrahigh strength and enhanced ductility cold-rolled medium-Mn steel treated by intercritical annealing 2018, *Scripta Materialia* 154(2014):30-33.
- 24 Austenite stabilization through manganese enrichment January 2011, *Scripta Materialia* 64(2):185-188.
- 25 C. Garion et al. Constitutive modelling and identification of parameters of the plastic strain-induced martensitic transformation in 316L stainless steel at cryogenic temperatures *Int. J. Plast.* pp. 755-757. 2006.
- 26 C. Zheng et al. Tailoring mechanical behavior of a fine-grained metastable austenitic stainless steel by pre-straining *Mater. Sci. Eng. A* 746, 2019: 333-339.
- 27 C.S. Zheng et al. Effect of low-temperature on mechanical behavior for an AISI 304 austenitic stainless steel *Mater. Sci. Eng., A* 2018. pp. 217-222.
- 28 Carbide precipitation behavior and mechanical properties of micro-alloyed medium Mn steel February 2020, *Journal of Material Science and Technology* 47 123-129.

- 29 Crewe, A.V. [Текст] / A.V. Crewe, J. Wall // J. Mol. Biol. – 1970. – Vol. 48. – P. 375. 173.
- 30 Current state of Fe-Mn-Al-C low-density steels May 2017, Progress in Materials Science 89 – P. 360.
- 31 D. Agius et al. A crystal plasticity model that accounts for grain size effects and slip system interactions on the deformation of austenitic stainless steels Int. J. Plast. 2022 – P. 343.
- 32 Das, Arpan 2014 Magnetic properties of cyclically deformed austenite. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 361 (IF-2.002). pp. 232-242.
- 33 Deformation response of ferrite and martensite in a dual-phase steel. January 201, Acta Materialia 62(1):197–211.
- 34 E. Ishimaru et al. Deformation-induced martensitic transformation behavior of type 304 stainless steel sheet in draw-bending process J. Mater. Process. Technol. 2015 – P. 158.
- 35 Effect of intercritical annealing on the Lüders strains of medium Mn transformation-induced plasticity steels. October 2015, Materials & Design (1980-2015) – P. 235.
- 36 Effect of Ti variation on microstructure evolution and mechanical properties of low carbon medium Mn heavy plate steel 2019 – P. 235. 240.
- 37 Elevated-temperature mechanical stability and transformation behavior of retained austenite in a quenching and partitioning steel July 2016, Materials Science and Engineering A 673: 139-187.
- 38 F.C. Zhang et al. A study of friction-induced martensitic transformation for austenitic manganese steel. Wear 1997 – P. 135 - 141.
- 39 Fabrication of a gradient nano-micro-structured surface layer on bulk copper by means of a surface mechanical grinding treatment / W.L. Li [et al.] // Scripta Materialia. 2008. V. 59, No 5. P. 546–549.
- 40 Fundamentals and application of solid-state phase transformations for advanced high strength steels containing metastable retained austenite 2021 Vol 143. pp. 100-590.

- 41 G. Bregliozzi et al. The influence of atmospheric humidity and grain size on the friction and wear of AISI304 austenitic stainless steel. *Mater. Lett* 57(29):4505-4508, 2003.
- 42 G.B. Olson et al. A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations *J. Less Common Met.* 1972 Vol. 2. P. 458–444.
- 43 Geometrically necessary dislocations (GNDs) in iron processed by Equal Channel Angular Pressing (ECAP), *Materials Letters*, 238, 42-45 - March 2019.
- 44 Gradient plasticity in gradient nano-grained metals / Z. Zenga [et al.] // *Extreme Mechanics Letters*. 2016. V. 8. P. 213–219.
- 45 H. Lianxi et al. Ultrafine grained structure and mechanical properties of a LY12 Al alloy prepared by repetitive upsetting-extrusion *Mater. Sci. Eng. A* 422(1-2):327-332, 2006.
- 46 H.M. Ding et al. A modified stress-strain relation for austenitic stainless steels at cryogenic temperatures *Cryogenics* 2019 P. 236–259.
- 47 High ductility of a metal film adherent on a polymer substrate / Y.Xiang [et al.] // *Applied Physics Letters*. 2005. V. 87 (16). P. 161-910.
- 48 Impact of intercritical annealing temperature and strain state on mechanical stability of retained austenite in medium Mn steel April 2018, *Materials Science and Engineering A* 725: 204 - 211.
- 49 Influence of grain structure on the deformation mechanism in martensitic shear reversion-induced Fe-16Cr-10Ni model austenitic alloy with low interstitial content: coarse-grained versus nano-grained/ultrafine-grained structure March 2016, *Materials Science and Engineering A* 661: 139-187.
- 50 Influence of molybdenum content on transformation behavior of high performance bridge steel during continuous cooling February 2001, *Journal of Materials Science* 36(3):565-571.
- 51 Interaction of austenite reversion with precipitation/dissolution during aging in a medium Mn steel alloyed with Cu, Ni and Al 2021, *Materials Characterization* 181: 13-20.

- 52 J.P. Riviere et al. Structure and topography modifications of austenitic steel surfaces after friction in sliding contact. *Appl. Phys. A*. 2003: 98-166.
- 53 J.Y. He et al. Exceptional tensile properties under cryogenic temperature in heterogeneous laminates induced by non-uniform martensite transformation and strain delocalization *Mater. Sci. Eng., A* 2020: 109-116.
- 54 K. Spencer et al. Strengthening via the formation of strain-induced martensite in stainless steels *Mater. Sci. Eng., A* 2004: 130-139.
- 55 K.J. Lee et al. A new constitutive model of austenitic stainless steel for cryogenic applications *Comput. Mater. Sci* 2009: 146-155.
- 56 M. Hua et al. Friction and wear behavior of SUS 304 austenitic stainless steel against Al₂O₃ ceramic ball under relative high load. *Wear* 2008: 19-25.
- 57 M. Milad et al. The effect of cold work on structure and properties of AISI 304 stainless steel *J. Mater. Process. Technol.* 2008: 110-117.
- 58 Mayer, P., Skorupski, R., Smaga, M., Eifler, D., Aurich, J.C., 2014, Deformation Induced Surface Hardening When Turning Metastable Austenitic Steel AISI 347 with Different Cryogenic Cooling Strategies. *Procedia CIRP*, 14:101-106.
- 59 Nanoscale precipitation and ultrafine retained austenite induced high strength-ductility combination in a newly designed low carbon Cu-bearing medium-Mn steel July 2021, *Materials Science and Engineering A* 822(10):141-685.
- 60 New insights to understand the strain-state-dependent austenite stability in a medium Mn steel: an experimental and theoretical investigation. February 2021 *Materials Science and Engineering A* 809:140-993.
- 61 Optimising the strength-ductility-toughness combination in ultra-high strength quenching and partitioning steels by tailoring martensite matrix and retained austenite, August 2020, *International Journal of Plasticity* 134:102-851.
- 62 Pennycook, S.J. [Текст] / S.J. Pennycook, L.A. Boatner // *Nature*. – 1988. – Vol. 336. – P. 565.
- 63 Phase boundary segregation-induced strengthening and discontinuous yielding in ultrafine-grained duplex medium-Mn steels September 2020, *Acta Materialia* 200:389-403.

- 64 Prediction of tensile properties of intercritically annealed Al-containing 0.19C–4.5Mn (wt %) TRIP steels. February 2016, Materials & Design (1980-2015) 97.
- 65 Quantification of the effect of transformation-induced geometrically necessary dislocations on the flow-curve modelling of dual-phase steels, April 2013 International Journal of Plasticity 43:128-152.
- 66 R. Song et al. 2006 Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine-grained bcc steels Mater. Sci. Eng. A 441. pp. 1-17.
- 67 R.Z. Valiev, A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon. Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications. John Wiley & Sons, Hoboken, NJ, USA (2014), 440 p.
- 68 Radu M, Valy J, Gourgues AF, Le Strat F, Pineau A. Continuous magnetic method for quantitative monitoring of martensitic transformation in steels containing metastable austenite. Scripta Mater 2005; 52:525–30.
- 69 Reclaru L., Ziegenhagen R., Eschler P.-Y., Blatter A., Lemaitre J. Comparative corrosion study of “Ni-free” austenitic stainless steels in view of medical applications // Acta Biomaterialia. 2006. Vol. 2. P. 433–444.
- 70 Revealing Extraordinary Intrinsic Tensile Plasticity in Gradient Nano-Grained Copper / T.H. Fang [et al.] // Science. 2011. No 331. P. 15-87.
- 71 Spezialstähle. Lehrbuch für Gymnasien. // Goldstein M.I. Wexler, Yu.G.: Metallurgy, 1985, 408.
- 72 W. Hübner et al. Phase stability of AISI304 stainless steel during sliding, wear at extremely low temperature. Wear 255(1):476-480, 2003.
- 73 Whang, S.H. Nanostructured Metals and Alloys [Текст] / Whang S.H. // Processing, Microstructure, Mechanical properties and applications. – 2011. – Vol. 196. – P. 487.
- 74 Y. Liu et al. Micromagnetic characteristic changes and mechanism induced by plastic deformation of 304 austenitic stainless steel Materials Today Communications 2021, 344.