

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

На правах рукописи

Минушкин Роман Александрович

**ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРЫ И КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ
ТЕКСТУРЫ НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА
ФЕРРИТНЫХ И АУСТЕНИТНЫХ СТАЛЕЙ**

1.3.8 – «Физика конденсированного состояния»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Автор:



Москва 2024 г

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования Национальном исследовательском ядерном университете «МИФИ»

Научный руководитель: **Исаенкова Маргарита Геннадьевна**
доктор физико-математических наук, профессор,
НИЯУ МИФИ, г. Москва

Официальные оппоненты: **Банних Игорь Олегович**
доктор технических наук, ведущий научный
сотрудник, Институт металлургии и
материаловедения им. А.А. Байкова Российской
академии наук (ИМЕТ РАН), г. Москва

Еникеев Нариман Айратович
доктор физико-математических наук, главный
научный сотрудник, Уфимский университет науки и
технологий (УУНиТ), г. Уфа

Филиппова Варвара Петровна
кандидат физико-математических наук, заместитель
директора научного центра металловедения и физики
металлов им. Г.В. Курдюмова, Центральный научно-
исследовательский институт черной металлургии
им. И.П. Бардина (ЦНИИчермет), г. Москва

Защита диссертации состоится «11» июня 2024 г. в 11 час. 30 мин. на заседании диссертационного совета МИФИ.1.07 федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (115409, г. Москва, Каширское шоссе, 31).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЯУ МИФИ и на сайте <https://ds.mephi.ru>.

Автореферат разослан «___» _____ 2024 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета МИФИ.1.07,
кандидат физико-математических наук



А.А. Савченко

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы

Ужесточение требований к физико-механическим свойствам материалов, обеспечивающих надежность и долговечность созданных на их основе конструкций, стимулирует разработку новых сплавов и развитие новых технологий их получения. Одними из самых распространенных и доступных материалов конструкций являются стали различного класса, структура и кристаллографическая текстура которых претерпевают серьезные изменения в процессе термомеханической обработки. В современном материаловедении получение конечного изделия с заданными свойствами является довольно многоступенчатой задачей, включающей в себя такие процессы, как горячая и холодная прокатки, термообработка (закалка, отпуск, старение и т.п.), а также их комбинации.

Структура и кристаллографическая текстура материала полностью определяют его физико-механические свойства. Модификация состава сталей и развитие технологии изготовления изделий предопределяют необходимость постоянного изучения их структуры, текстуры и свойств. Микроструктура сталей широко представлена в литературе, однако сведениям о закономерностях формирования текстуры при изготовлении изделий из сталей уделено не так много внимания, хотя кристаллографическая текстура является чувствительным индикатором процессов, происходящих при пластической деформации и термообработке. Кроме того, текстура определяет анизотропию таких физико-механических свойств, как предел текучести, намагниченность, определяющейся минимальным углом между одним из кристаллографических направлений легкого намагничивания $\langle 100 \rangle$ и вектором намагничивания, магнитная энергия, затрачиваемая при перемагничивании трансформаторных пластин, остаточные макронапряжения, твердость, пластичность и т.п.

Помимо текстуры в процессе термомеханической обработки сталей формируется субструктурная неоднородность, оказывающая влияние на физико-механические свойства текстурованных сплавов. Исследовать ее можно с помощью обобщенных прямых полюсных фигур (ОППФ), построение которых основано на том, что профиль рентгеновской линии (hkl) характеризует состояние кристаллической решетки в облучаемых зёрнах вдоль нормали к отражающим плоскостям $\{hkl\}$. По сути, такой подход является комбинацией измерения текстуры и с одновременной регистрацией

профиля рентгеновского отражения. То есть, в процессе съемки ППФ, помимо интегральной интенсивности отражения регистрируются его угловое положение и физическое уширение для каждой точки стереографической проекции, которые можно пересчитать в упругую деформацию кристаллической структуры зерен.

Рентгеновские методы получили широкое применение при экспериментальном изучении и анализе текстуры в связи с тем, что по сравнению с электронной микроскопией, рентгеновский пучок проникает на большую глубину, а, следовательно, позволяет получить более статистически значимую информацию о преимущественной ориентации зерен в материале и их структурном состоянии. В данной работе описание текстуры базируется на функции распределения зерен по ориентациям (ФРО), которая используется для оценки анизотропии физико-механических свойств материала, претерпевающего закономерные изменения в результате пластической деформации и термообработки.

В связи со всем вышеперечисленным данная работа посвящена устранению пробелов в исследовании закономерностей формирования текстуры и субструктурной неоднородности сталей различного класса в процессе их производства и направлена на развитие методов расчета и прогнозирования анизотропии физико-механических свойств с учетом кристаллографической текстуры и неоднородности субструктурного состояния зерен различных ориентаций. В работе рассмотрены стали с различной кристаллической структурой: объёмно-центрированной кубической (ОЦК) – ферритная электротехническая сталь 2414 (Fe₃Si1Al), ферритно-перлитная сталь категории прочности К60 (Х70) и бейнитная сталь К65 (Х80), а также сталь AISI 304 (08Х18Н10) с гранецентрированной кубической (ГЦК) структурой.

Цель работы

Целью данной работы явилась оптимизация процессов производства сталей различного класса для достижения заданных физико-механических свойств на основе установления закономерностей эволюции кристаллографической текстуры материала и прогнозирования свойств с учетом субструктурного состояния зерен.

Для достижения поставленной цели решены следующие задачи:

1) Выявлены закономерности изменения кристаллографической текстуры, структуры и физико-механических свойств в сталях различного класса при их технологической обработке.

2) Разработаны методики измерения остаточных макронапряжений в изделиях разных габаритов и оценки параметров кристаллографической текстуры ферритных и аустенитных сталей (с ОЦК, ОЦТ и ГЦК-структурами).

3) Установлено влияние текстуры и субструктуры материала на физико-механические свойства ферритных и аустенитных сталей.

4) Разработаны рекомендации по режимам технологического процесса производства ферритной стали для получения заданных магнитных свойств путем создания оптимальных микроструктуры и кристаллографической текстуры.

Научная новизна работы

1) Разработаны и внедрены методики рентгеновских исследований текстуры и остаточных напряжений применительно к сталям ферритно-перлитного и бейнитного классов.

2) Впервые для сталей различного класса установлены закономерности неоднородного зарождения и роста зерен различных компонент текстуры прокатки в процессе термической обработки, обусловленные неоднородным распределением накопленной энергии искаженности решетки (наклепа) в прокатанном материале и приводящие в результате к различию размеров зерна.

3) На примере аустенитной стали AISI 304 (08X18H10) продемонстрированы закономерности влияния кристаллографической текстуры и субструктурной неоднородности на протекание прямого и обратного фазового превращения аустенит ↔ мартенсит деформации в процессе пластической деформации и последующей термообработки.

Научная и практическая значимость работы

В данной работе представлены новые знания о формировании кристаллографической текстуры и структурно-фазового состояния изделий из сталей различного класса при пластической деформации и термической обработке. При этом полученные данные позволяют прогнозировать конечную кристаллографическую текстуру и ее влияние на физико-механические свойства стальных изделий.

Практическая значимость заключается:

– в рекомендациях по оптимизации технологического маршрута изготовления листового проката из стали 2414 (Fe₃Si1Al) с оптимальной

кристаллографической текстурой для создания заданного уровня магнитных свойств. (Акт внедрения результатов работы в ПАО «НЛМК»);

– в разработке и стандартизации рентгеновской методики исследования кристаллографической текстуры и рентгеновской методики измерения остаточных напряжений применительно к ферритно-перлитной стали категории прочности К60 (Х70) и бейнитной стали К65 (Х80). (Акт внедрения результатов научно-исследовательской работы в ООО «Газпром ВНИИГАЗ»).

Полученные в ходе диссертационного исследования результаты использованы при выполнении НИР по проектам:

– проект РФФИ №18-32-00619 (мол_а) на выполнение научно-исследовательской работы (НИР) по теме «Определение вклада разных процессов пластической деформации в формирование структуры листа из ферритной низкоуглеродистой стали по особенностям текстуры его горячей прокатки» в 2018-2019 годах;

– задание Министерства образования и науки Российской Федерации №3.2228.2017/ПЧ от 09.01.2017 г. по теме «Снижение склонности к коррозионному растрескиванию труб магистральных газопроводов путем создания в них послойной текстурной неоднородности»;

– договор с НИЦ «Курчатовский институт» № 00-3-009-0748 от 18.12.2020 по теме «Проведение комплекса макро- и микроструктурных исследований, рентгеноструктурного и рентгенофазового анализа образцов в обоснование выбора композиций корпусных сталей применительно к эксплуатационным параметрам ВВЭР-С и ВВЭР-СКД»;

– договор с ПАО «НЛМК» № 00-3-009-0700 от 18.08.2020 по теме «Разработка плана и схемы экспериментальных исследований текстуры и структуры для разработки математической модели по формированию микроструктуры динамной стали в условиях ПАО «НЛМК»;

– договор с ООО «Газпром ВНИИГАЗ» № 00-7-009-0421 от 31.05.2021 по теме «Проведение измерений соотношений текстурных компонент и уровня остаточных напряжений в образцах стальных труб класса прочности Х80»;

– договор с ООО «Газпром ВНИИГАЗ» № 00-3-009-0860 от 08.12.2021 по теме «Разработка комплекса металлофизических лабораторных исследований параметров текстуры и структуры трубной стали»;

– договор с ПАО «НЛМК» № 00-7-009-0922 от 15.12.2021 по теме «Разработка модели эволюции текстуры в процессе одностадийной холодной

прокатки электротехнической изотропной стали в рамках описанных ограничений и допущений».

Основные положения, выносимые на защиту

1) Адаптированные методики исследования послойной текстурной и субструктурной неоднородности, а также остаточных макронапряжений в ферритно-перлитной стали категории прочности K60 (X70) и бейнитной стали K65 (X80);

2) Выявленные закономерности текстурообразования в процессе пластической деформации и термообработки ферритной стали 2414 (Fe3Si1Al) с учетом влияния субструктурной неоднородности зерен различных текстурных компонент.

3) Установленные зависимости влияния субструктурной неоднородности на прямое и обратное $\gamma \leftrightarrow \alpha'$ превращение в аустенитной стали AISI 304 (08X18H10) при различных режимах холодной прокатки и термообработки.

4) Выявленные закономерности влияния накопленной при пластической деформации энергии микроискажений зерен различных компонент текстуры на физико-механические свойства сталей, в том числе упругие, магнитные и пластичность.

Достоверность научных положений, результатов и выводов

Достоверность обусловлена применением ряда общепризнанных методов исследования кристаллографической текстуры и структуры материалов с использованием современного сертифицированного оборудования, оценкой погрешности проведённых измерений, а также воспроизводимостью экспериментальных результатов. Анализ результатов исследований основан на современных представлениях о субструктуре, кристаллографической текстуре и физико-механических свойствах изученных объектов. Результаты эксперимента и моделирования не противоречат известным литературным данным и согласуются между собой.

Личный вклад автора

Автор принимал непосредственное участие в полном цикле экспериментального изучения материалов, включающих в себя: подготовку образцов для исследования; проведение рентгеновских измерений по разным методикам; обработку полученных результатов с использованием имеющегося комплекса компьютерных программ; систематизацию и сопоставление результатов на основе определенных критериев; адаптацию

разработанных методов исследования применительно к сталям разных классов. Помимо этого, автор активно участвовал в обсуждении результатов, написании научно-технических отчетов и статей. Полученные результаты представлены автором на международных и всероссийских конференциях. Соискатель принимал участие в разработке, апробации и внедрении методик изучения кристаллографической текстуры и структуры сталей в научных центрах газовой и металлургической отраслей.

Апробация работы

Основные результаты диссертации докладывались и обсуждались на следующих конференциях: IV, V, VI Международный научно-практический семинар «Повышение надежности магистральных газопроводов, подверженных коррозионному растрескиванию под напряжением» (п. Развилка, г. Кисловодск, Россия, 2018, 2020, 2022 гг.); 16-я, 17-я, 19-я, 20-я, 21-я Международная школа-конференция «Новые материалы» (г. Москва, Россия, 2018, 2019, 2021, 2022, 2023 гг.); XXVI Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов-2019» (г. Москва, Россия, 2019 г.); Европейский конгресс и выставка передовых материалов и процессов «EUROMAT 2019» (г. Стокгольм, Швеция, 2019); X-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур» ПРОСТ 2020/2021 (г. Москва, Россия, 2021 г.); 16-я Международная конференция по мартенситному превращению ISOMAT 2022 (г. Сеул, Корея, 2022 г.).

Публикации

По теме диссертации опубликована 21 работа, из них 8 статей в реферируемых журналах, 2 статьи входят в перечень ВАК, 6 статей – в международную базу данных цитирования Scopus.

Объем и структура диссертации

Диссертационная работа изложена на 137 страницах, состоит из введения, пяти глав и выводов, а также 2 приложений; содержит: 102 рисунка, 23 таблицы и списка использованных литературных источников из 94 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность работы, сформулированы цель и задачи, указана научная новизна полученных результатов и их

практическая значимость, изложены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе содержится обзор литературных данных о формировании кристаллографической текстуры в сталях при различных видах технологических обработок. Рассмотрены количественные характеристики описания неоднородности субструктурного состояния в стальных листах, полученных горячей и/или холодной прокаткой. Описан процесс изменения текстуры и структуры при термической обработке. Рассмотрено влияние кристаллографической текстуры на изменение физико-механических свойств.

Во второй главе представлены используемые рентгеновские методы исследования субструктуры и кристаллографической текстуры. Описаны методики анализа и обработки полученных рентгеновских данных, в частности, расчета функции распределения зерен по ориентациям (ФРО) из исходных неполных прямых полюсных фигур (ППФ), полученных методом «на отражение»: $\{110\}$, $\{100\}$, $\{211\}$ или $\{111\}$ – для ОЦК-структур и $\{111\}$, $\{100\}$ и $\{110\}$ – для ГЦК-структур, а также методы обобщенных ППФ. Для всех исследованных образцов основными внешними направлениями являются НП, НН и ПН – направление прокатки, нормальное направление, поперечное направление). Расчет проводился с использованием свободно распространяемого программного обеспечения (ПО) MTEX и программ собственной разработки Лаборатории рентгеновского текстурного анализа НИЯУ МИФИ. Представлен способ определения остаточных макронапряжений методом $\sin^2\psi$. Расчет проводился с помощью программного обеспечения DIFFRAC.Leptos. Для анализа кристаллографической текстуры использовались рентгеновские дифрактометры ДРОН-3 с автоматизированной текстурной приставкой и хромовым анодом и Bruker D8 DISCOVER с медным анодом.

Описана методика выявления микроструктуры на оптическом микроскопе ЕС МЕТАМ РВ22 с помощью программного обеспечения ВидеоТест – Структура 5.2. Твердость и пластичность измеряли с использованием нанотвердомера DNT-1/5, а расчет производился с использованием собственных программ Лаборатории рентгеновского текстурного анализа.

В третьей главе приведены результаты апробации, оптимизации и корректировки разработанных рентгеновских методик измерений

кристаллографической текстуры и остаточных напряжений в изделиях из сталей с различной структурой.

Исследовано 8 фрагментов, вырезанных из основного металла труб линейной части магистральных газопроводов (МГ) из сталей категории прочности X70 с содержанием основных химических элементов: 0,08 С, 1,50 Мн, 0,04 Nb и X80 с содержанием основных химических элементов: 0,06 С, 1,83 Мн, 0,06 Nb, 0,22 Мо (мас.%). Стоит также отметить, что изучались трубы, находившиеся в эксплуатации длительное время.

В таблице 1 приведен перечень участков МГ, образцы которых использовались при апробации, оптимизации и корректировке методик (диаметр × толщина стенки (t)), а также информация о их структуре.

Таблица 1 – Перечень исследованных образцов

№ образца	Размер ($\varnothing \times t$, мм)	Категория прочности	Структура
1	1420×15,7	X70	Ферритно-перлитная
2	1420×18,7		
3	1220×14,5		
4	1020×9,0		
5	1020×13,5		
6	1020×16,0		
7	1020×15,7	X80	Бейнитная, с аустенитно-мартенситными участками
8	1020×15,7		

При анализе данных получено, что трубы из сталей X70 и X80 в большинстве своем характеризуются типичной для горячекатаных стальных листов текстурой с различным соотношением компонент α - и γ -волокна ($\langle 110 \rangle \parallel$ направлению прокатки (НП) и $\langle 111 \rangle \parallel$ нормальному направлению (НН) соответственно) (рисунок 1).

При этом текстура внешних слоев более размыта по сравнению с внутренними слоями, о чем можно судить по уменьшению текстурного индекса T_f (таблица 2), который характеризует степень преобладания зерен определенных ориентировок по сравнению с бестекстурным материалом. Для

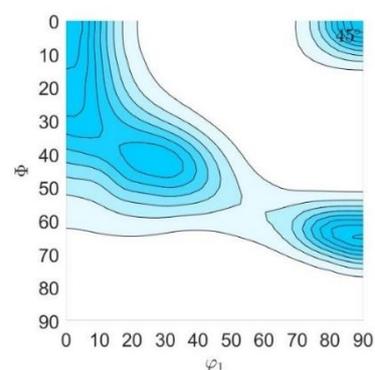


Рисунок 1 – Характерное для ОЦК-сталей X70 и X80 сечение ФРО при $\varphi_2=45^\circ$

бестекстурного образца $T_f = 1$, т.е. вероятность обнаружения зерен любой ориентации одинакова и по условиям нормировки равна 1, в то время как для идеального монокристалла $T_f \rightarrow \infty$, тогда промежуточные значения параметра T_f соответствуют некоторой «остроте» текстуры:

$$T_f = \int f(g)^2 dg. \quad (1)$$

Полученные количественные параметры текстуры для всех образцов приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Количественные параметры текстуры объемных образцов

№ образца	Внешние слои				Центральные слои			
	$VF_\alpha, \%$	$VF_\gamma, \%$	VF_α/VF_γ , отн. ед.	T_f	$VF_\alpha, \%$	$VF_\gamma, \%$	VF_α/VF_γ , отн. ед.	T_f
1	12,1	10,1	1,2	1,7	48,3	22,3	2,2	3,4
2	22,1	9,6	2,3	1,6	42,3	25,4	1,7	2,7
3	17,6	15,9	1,1	1,2	28,7	15,9	1,8	1,3
4	20,6	16,4	1,3	1,2	18,4	17,5	1,1	1,3
5	16,1	12,0	1,3	1,2	39,9	22,3	1,8	2,2
6	21,5	11,3	1,9	1,6	42,4	22,0	1,9	2,5
7	6,8	5,8	1,12	2,3	41,7	28,4	1,5	3,4
8	6,7	6,6	1,0	2,4	38,4	25,6	1,5	2,6

Наряду с текстурным индексом T_f оценивались статистические и случайные погрешности измерения кристаллографической текстуры. Съёмка и построение одной ППФ включает в себя порядка тысячи измерений интенсивности рентгеновского отражения, проводимых при каждом из последовательных положений исследуемого образца. Поэтому ошибка измерения будет иметь некоторое распределение на стереографической проекции. Если $I(\psi_i, \varphi_i)$ – интенсивность рентгеновского отражения, регистрируемого при положении образца (ψ_i, φ_i) , а $\delta(\psi_i, \varphi_i)$ – относительная ошибка измерения в каждой точке стереографической проекции, то можно рассчитать интегральную ошибку по всей стереографической проекции:

$$\bar{\delta} = \frac{[\sum_i \delta(\psi_i, \varphi_i) \cdot I(\psi_i, \varphi_i)]}{\sum_i I(\psi_i, \varphi_i)}, \quad (2)$$

где суммирование проводится по всей совокупности точек ППФ ($i_{max} = 1012$).

Именно вычисление интегральной ошибки имеет смысл при оптимизации режима и геометрии дифрактометрической съёмки текстуры. Относительная ошибка измерения ППФ $\delta(\psi_i, \varphi_i)$ будет складываться из статистической ошибки регистрации потока квантов и случайных погрешностей, которые можно оценить по результатам повторяющихся

съемок одного и того же образца. Статистическая ошибка регистрации потока квантов δ_1 определяется как:

$$\delta_1 = \frac{1}{\sqrt{I}}. \quad (3)$$

При этом δ_1 будет зависеть от мощности рентгеновской трубки, геометрических особенностей формирования пучка, материала исследуемого образца и точности его установки, а также от правильности выбора $2\theta_{hkl}$ и $2\theta_{bg}$ (угловое положение пика и угловое положение фона) и непосредственно преимущественной ориентации зерен в материале (текстуры). Все перечисленные пункты существенно сказываются на получаемой интенсивности рентгеновского отражения. Для оценки падения интенсивности (мощности) рентгеновской трубки с течением времени также полезно следить за величиной средней интенсивности по каждой ППФ, рассчитываемой по формуле 4:

$$\bar{I} = \frac{\int_0^{2\pi} \int_0^{\psi_{max}} [I(\psi, \varphi) - I_{\psi}] \cdot \sin \psi \cdot d\psi \cdot d\varphi}{\int_0^{2\pi} \int_0^{\psi_{max}} \sin \psi \cdot d\psi \cdot d\varphi}, \quad (4)$$

а $\int_0^{2\pi} \int_0^{\psi_{max}} \sin \psi \cdot d\psi \cdot d\varphi = s$ – площадь исследованной области ППФ в единицах телесного угла, равная 2π для полной ППФ ($\psi_{max}=\pi/2$).

В числе случайных факторов (ошибок) следует отметить неточность установки образца в держателе текстурной приставки по отношению к реперным внешним осям, люфт текстурной приставки, нестабильность работы электрических схем и электронных блоков. Основной прием экспериментального выявления случайных ошибок состоит в многократной установке и съемке ППФ с последующим сопоставлением результатов отдельных съемок. Относительная ошибка δ_2 вычисляется по среднему квадратическому отклонению интенсивности, регистрируемой при данном положении образца, от ее среднего значения:

$$\delta_2 = \sqrt{\left[\sum_{i=1}^N \frac{(I_i - \langle I \rangle)^2}{(N-1)} \right]} / \langle I \rangle, \quad (5)$$

где N – общее число измерений, I_i – результат i -го измерения и $\langle I \rangle$ – средняя величина интенсивности в данной точке ППФ.

Затем δ_2 усредняется по всей стереографической проекции в соответствии с формулой 2. Чем ниже полюсная плотность в данной точке ППФ, тем выше статистическая ошибка регистрации интенсивности δ_1 при соответствующем положении образца. Среди факторов, влияющих на величину ошибки δ_2 , наиболее существенна неточность начальной установки

образца. Наибольшие значения δ_2 достигаются в пределах областей с минимальной полусной плотностью и ее максимальными локальными градиентами, варьируясь от 4 % в текстурных максимумах до 40 % в текстурных минимумах.

В рамках отработки методики измерения текстуры проанализированы ошибки измерения ППФ и восстановления ФРО для образца с наиболее размытой (низкий T_f) и наиболее острой текстурой (высокий T_f) из перечисленных в таблице 1. Оценка случайной погрешности проводилась по результатам пяти идентичных съемок с повторной установкой образца. В таблице 3 собраны данные о статистической ($\bar{\delta}_1$), случайной ($\bar{\delta}_2$) и суммарной (δ_Σ) ошибках измерения ППФ и восстановления ФРО, по которым можно сделать вывод, что в любом случае ошибка записи ППФ не превышает 9,5% при величине \bar{I} не менее 450 единиц, наибольшая погрешность наблюдается для ППФ {100} в силу меньшей интенсивности отражения (200), на котором проходит съемка.

Учитывая, что любые количественные характеристики, полученные на основе ФРО, являются косвенными, а различное ПО базируется на математических методах и приемах, которые закрыты от пользователя, рассчитать погрешность количественных характеристик не представляется возможным. Вклад в нее будет давать погрешность съемки ППФ, точность определения коэффициентов дефокусировки, кроме того, она будет зависеть непосредственно от остроты текстуры. Т.к. случайная погрешность измерения ППФ (таблица 3) в целом выше, оценивать погрешность количественных характеристик текстуры целесообразно по результатам обработки данных, полученных многократной съемкой одного и того же образца. В таблице 3 VF – это объемная доля волокна (от англ. *volume fraction*).

В силу того, что компоненты текстуры представляют собой не точки на ФРО, а имеют некоторое размытие, в данной работе диапазон расчета для объемных долей текстурных компонент составляет $\Delta VF=15^\circ$. Погрешность определения объемной доли γ -волокна VF_γ не превышает 2 %, а VF_α α -волокна – 0,5 %, поэтому здесь и далее погрешность будет составлять 2 %.

Таблица 3 – Количественные параметры ППФ и ФРО, статистическая ($\bar{\delta}_1$), случайная ($\bar{\delta}_2$) и суммарная (δ_Σ) ошибки их измерения для образцов с низким (съемки 1-1 – 1-5) и высоким (съемки 2-1 – 2-5) текстурным индексом

вариант съемки	\bar{I}			$\bar{\delta}_1, \%$			T_f , отн. ед.	$VF_\alpha, \%$	$VF_\gamma, \%$	VF_α/VF_γ
	{110}	{100}	{211}	{110}	{100}	{211}				
1-1	3108	522	3069	1.7	4.2	1.7	1.2	16.1	12.0	1.3
1-2	2639	447	2926	1.9	4.6	1.7	1.2	15.7	11.4	1.4
1-3	2632	442	2915	1.9	4.6	1.7	1.2	15.8	11.3	1.4
1-4	2785	476	3008	1.9	4.4	1.7	1.2	15.8	11.2	1.4
1-5	2815	471	3038	1.8	4.5	1.7	1.2	15.9	11.5	1.4
< среднее >	2796	472	2991	1.8	4.5	1.7	1.2	15.8	11.5	1.4
$\bar{\delta}_2, \%$	–	–	–	9.0	8.3	3.0	0.4	0.3	2.0	2.0
$\delta_\Sigma, \%$	–	–	–	9.2	9.4	3.4	0.4	0.3	2.0	2.0
2-1	2924	465	3279	1.7	4.7	1.7	1.7	12.1	10.1	1.2
2-2	2950	475	3159	1.7	4.6	1.7	1.7	12.3	10.6	1.2
2-3	2749	443	3089	1.8	4.8	1.7	1.7	12.4	10.6	1.2
2-4	2817	446	3024	1.7	4.8	1.7	1.7	12.2	10.4	1.2
2-5	2711	427	3049	1.8	4.9	1.7	1.7	12.1	10.2	1.2
< среднее >	2830	451	3120	1.7	4.8	1.7	1.7	12.2	10.4	1.2
$\bar{\delta}_2, \%$	–	–	–	5.0	7.1	3.9	0.3	0.2	1.7	1.6
$\delta_\Sigma, \%$	–	–	–	5.3	8.5	4.3	0.3	0.2	1.7	1.6

В четвертой главе рассмотрены закономерности текстуробразования и эволюции субструктурной неоднородности в процессе прокатки с промежуточными возвратными отжигами на примере ферритной стали 2414 (Fe3Si1Al), а также их влияние на зарождение и рост зерен при последующем рекристаллизационном отжиге.

В ходе пластической деформации в металле происходят различные структурные изменения – изменяется форма кристаллитов, их кристаллографическая ориентировка (кристаллографическая текстура) и внутреннее строение. Зерна, относящиеся к различным текстурным компонентам, имеют разные траектории переориентации, определяющиеся исходной ориентацией и активизацией кристаллографически регламентированных систем пластической деформации (скольжения или двойникования), что объясняет формирование в них разной субструктуры.

На рисунке 2 приведены ППФ {110} (а), ОППФ β_{110} (б) и сечение последней ($\psi=35^\circ$) (в) для двух холоднокатанных образцов. Разноцветными точками на ППФ и ОППФ показаны идеальные ориентировки, относящиеся к различным компонентам текстуры прокатки. Из рисунка видно, что зерна α - и γ -волокон, формирующиеся при холодной прокатке за счет действия разных систем скольжения, имеют различную запасенную энергию деформации (наклеп). Зерна γ -волокна характеризуются повышенной по

сравнению с зернами α -волокна величиной β_{110} , что свидетельствует об их повышенной искаженности и мелкодисперсности.

Так как компоненты α - и γ -волокон являются неотъемлемой частью текстуры прокатки ОЦК материалов, полностью нивелировать их не представляется возможным. Для повышения магнитных свойств материала необходимо повысить долю зерен λ -волокна ($\langle 100 \rangle \parallel \text{НН}$). В соответствии с полученными данными прокатка листов ЭТС стали не позволяет получить заданные магнитные свойства. Проведенное в данной работе моделирование текстурообразования в ОЦК-стали при прокатке подтверждает вывод, сделанный по экспериментальным данным.

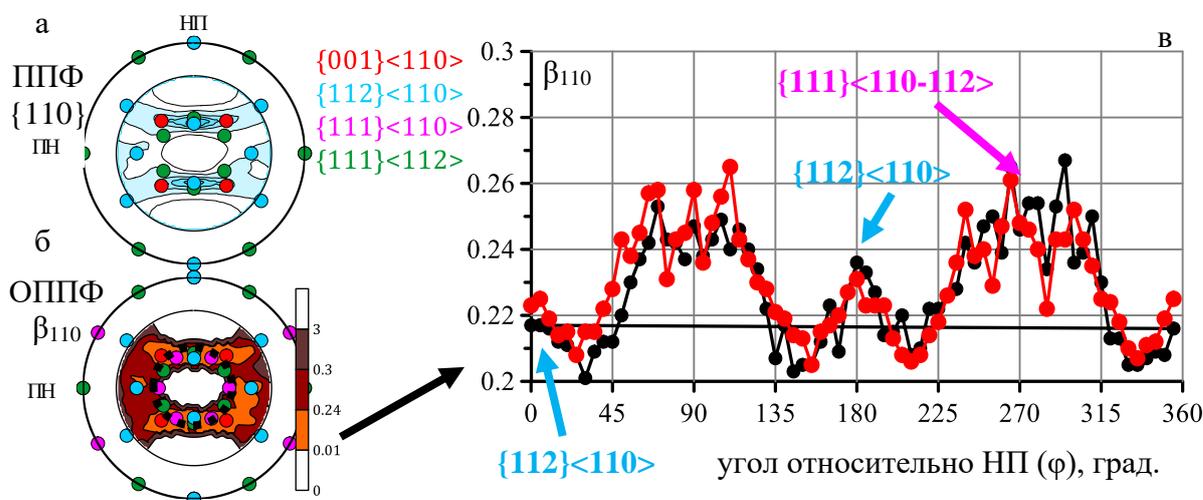


Рисунок 2 – ППФ $\{110\}$ (а), ОППФ β_{110} (б), сечение ОППФ β_{110} при $\psi=35^\circ$ (в) для двух холоднокатаных образцов с ОЦК-структурой

Холодная прокатка не является заключительным этапом производства электротехнической стали (ЭТС). Далее для совершенствования структуры и стабилизации эксплуатационных свойств проводится рекристаллизационный отжиг, в результате которого наблюдается снижение наклепа и остаточных напряжений, за счет снижения числа деформационных дефектов и роста размеров зерен. Наблюдаемая рекристаллизация приводит к совершенствованию структуры зерен, перераспределению текстурных компонент в стальном листе и повышению его эксплуатационных магнитных свойств.

Дополнительной возможностью повышения доли зерен λ -волокна является использование отжигов на промежуточных этапах пластической деформации. В ОЦК-металлах существует как минимум две системы скольжения ($\{110\}\langle 111 \rangle$ и $\{112\}\langle 111 \rangle$). Формирование текстурных компонент γ - и α -волокон происходит в результате активизации той или иной системы скольжения, при этом за счет накопления и взаимодействия

дислокаций происходит упрочнение зерен. В зависимости от действующих систем деформации упрочнение в зернах разной ориентации могут быть разными. Согласно экспериментальным данным (рисунок 2) зерна, относящиеся к γ -волокну, характеризуются более высоким значением уширения рентгеновских линий, т.е. более высокой степенью наклепа. В данной работе предложено проведение возвратного отжига на промежуточных этапах холодной прокатки для снятия упрочнения в зернах разных ориентаций, что позволит перераспределить соотношение объемных долей различных компонент текстуры (рисунок 3) в прокатанном материале и при дальнейшей рекристаллизации приведет к перераспределению объемных долей компонент текстуры в конечном листе.

В результате проведенных исследований (рисунок 3) установлено:

- снижение доли отрицательно влияющего на магнитные потери γ -волокна ($\langle 111 \rangle \parallel \text{НН}$), как наиболее наклепанного, после возвратного отжига и сопутствующий рост λ -волокна ($\langle 100 \rangle \parallel \text{НН}$), являющегося предпочтительным для электротехнической стали 2414;

- проведение возвратного отжига на промежуточной стадии прокатки (~50 % деформации) оказывает более благоприятное влияние на конечную текстуру прокатки, чем разупрочнение непосредственно перед рекристаллизационным отжигом;

- рекристаллизационный отжиг приводит к формированию довольно однородной, по сравнению с исходным состоянием, текстуры по толщине листа, с преобладанием типичной для рекристаллизации ОЦК-металлов компоненты α' -волокна ($\langle 210 \rangle \parallel \text{НП}$), а также компоненты $\{111\}\langle 112 \rangle$.

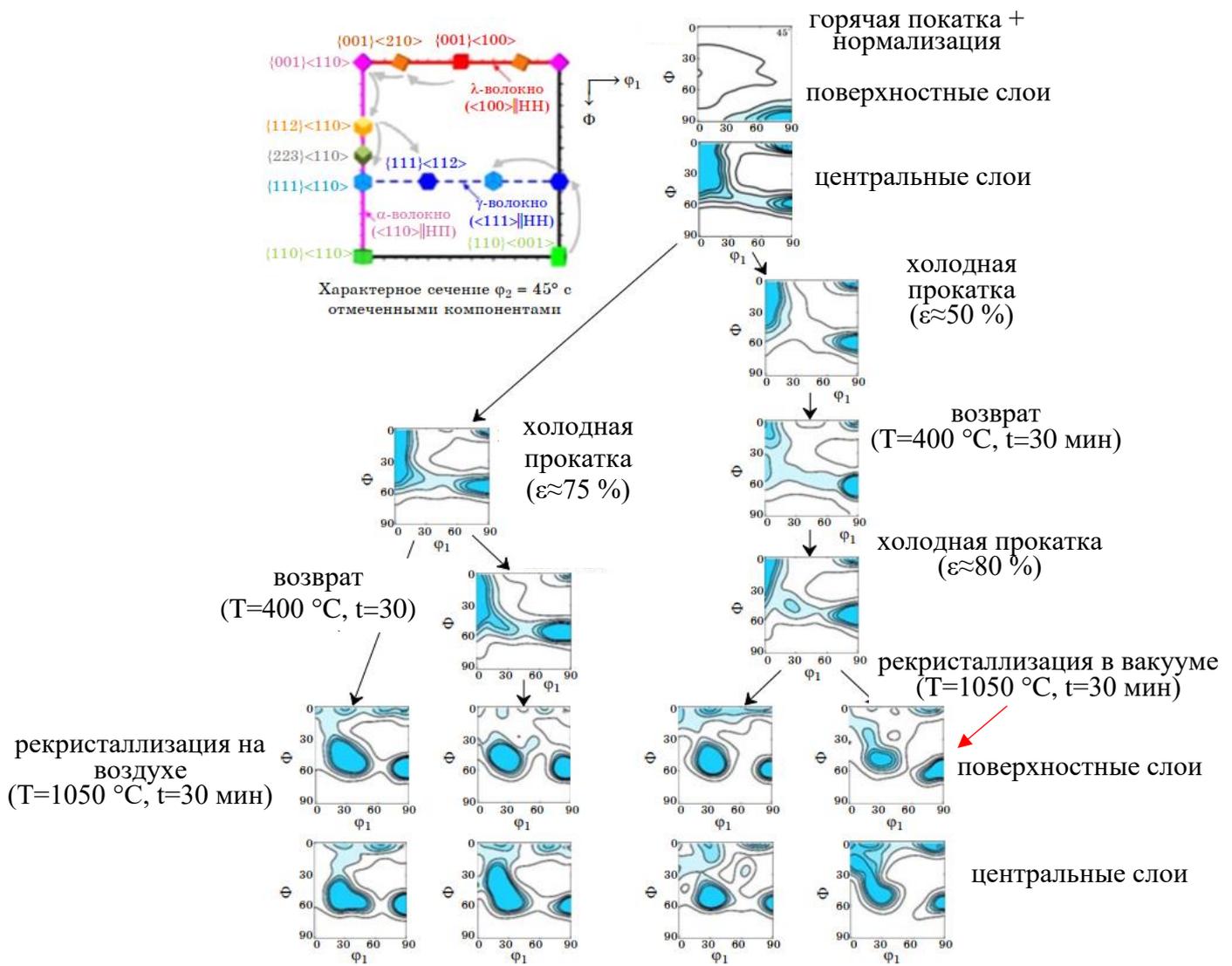


Рисунок 3 – Изменение сечения ФРО образцов ЭТС с ОЦК-структурой при $\phi_2=45^\circ$ в соответствии с технологической схемой

Далее рассчитывалась энергия магнитной анизотропии $\langle \bar{E}_a \rangle$, которая характеризует количество энергии, необходимое для поворота векторов намагниченности внутри доменов вдоль направления внешнего магнитного поля. В поликристаллах $\langle \bar{E}_a \rangle$ зависит от преимущественной ориентации зерен, т.е. от кристаллографической текстуры, и рассчитывается по формуле (6):

$$\langle \bar{E}_a \rangle = (4,77 - 0,21256 \cdot \%Si - 0,03816 \cdot \%Al) \cdot (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2), \quad (6)$$

где $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ – направляющие косинусы углов между направлением намагничивания и тремя направлениями кристалла $\langle 100 \rangle$.

Параметр магнитной анизотропии $\langle \bar{E}_a \rangle$ падает в случае использования промежуточных возвратных отжигов на различных этапах холодной прокатки (таблица 4). Наименьшее $\langle \bar{E}_a \rangle$ наблюдается для образцов,

рекристаллизованных в вакууме и с возвратным отжигом на 50 % деформации, объемная доля γ -волокна также ниже, что делает их предпочтительным вариантом производства, однако рост больших зерен неблагоприятно скажется на магнитных потерях, к тому же рекристаллизационный отжиг в вакууме представляет существенные технологические трудности. Таким образом, можно рекомендовать проведение возвратного отжига на промежуточном этапе холодной прокатки вблизи 50 % деформации листа по толщине для формирования оптимальной кристаллографической текстуры в электротехнических сталях с улучшенными магнитными свойствами.

Таблица 4 – Параметры текстуры и структуры на различных этапах изготовления ЭТС

№	Слои	$\langle d_{\text{нп}} \rangle / \langle d_{\text{нл}} \rangle$, мкм	T_f , отн. ед.	Объемные доли различных компонент текстуры VF , %				$\langle \bar{E}_a \rangle$, $\times 10^4 \text{ Дж/м}^3$
				α -	γ -	λ -	η -	
1	«0»	68 / –	1,6	12,8	8,6	9,2	19,0	–
	«1/2»	–	4,5	55,0	23,8	25,6	2,9	
2	«0»	–	4,7	57,8	35,0	17,5	2,3	–
3	«0»	–	4,1	53,7	40,8	13,2	2,1	–
4	«0»	216 / 149	4,6	17,7	44,7	14,5	5,3	0,86
	«1/2»		4,4	18,4	41,5	13,8	6,2	
5	«0»	159 / 152	5,0	16,4	41,4	12,3	5,8	0,85
	«1/2»		3,9	21,0	35,9	15,4	6,5	
6	«0»	–	3,7	49,8	23,6	23,2	4,8	–
7	«0»	–	2,3	33,0	29,5	14,6	6,9	–
8	«0»	–	3,9	44,7	34,5	19,1	3,7	–
9	«0»	153 / 145	5,1	16,7	39,3	21,0	10,0	0,83
	«1/2»		3,8	20,4	31,7	19,4	9,8	
10	«0»	140 / 132	4,3	19,5	33,7	15,2	5,3	0,82
	«1/2»		4,1	22,3	29,9	22,7	7,1	

примечание: «0» – поверхностные слои; «1/2» – центральные слои; $\langle d_{\text{нл}} \rangle$ – размер зерна в плоскости листа; $\langle d_{\text{нп}} \rangle$ – размер зерна в сечении листа.

В пятой главе рассмотрены особенности наследования текстуры в аустенитной стали AISI 304 (08X18H10) при различных видах холодной прокатки и последующей термообработки закалкой (ТО).

Рассматривались образцы из аустенитной стали, подвергнутые деформации холодной продольной и перекрестной прокаткой (суммарная деформация по толщине составила ~90 %) и последующей закалкой в воду от 700 °С с различным временем выдержки – 1, 5 и 20 мин при 700 °С.

Исходное состояние материала характеризуется основной фазой с ГЦК структурой со слабой кристаллографической текстурой, при которой вдоль направления вытяжки ориентируются нормали $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$.

В результате холодной прокатки всего лишь до 10 % в аустенитной стали возникает α' -мартенсит (рисунок 4 и рисунок 5, а). Расчет объемной доли α' -мартенсита обычно производится по формуле 7:

$$VF_{\alpha'} = \frac{I_{(211)\alpha'}}{I_{(211)\alpha'} + 0,65 * (I_{(311)\gamma} + I_{(220)\gamma})} \quad (7)$$

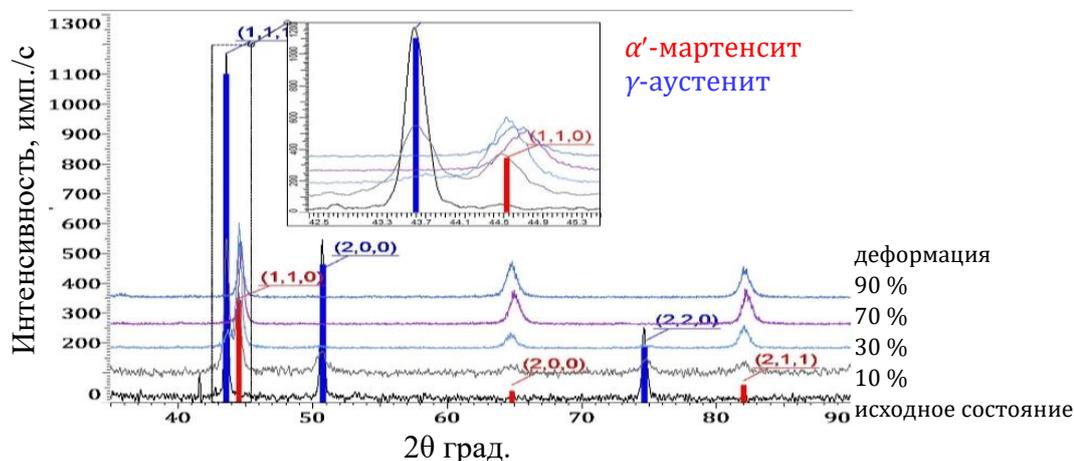


Рисунок 4 – Изменения дифракционных спектров при продольной прокатке до различных степеней деформации

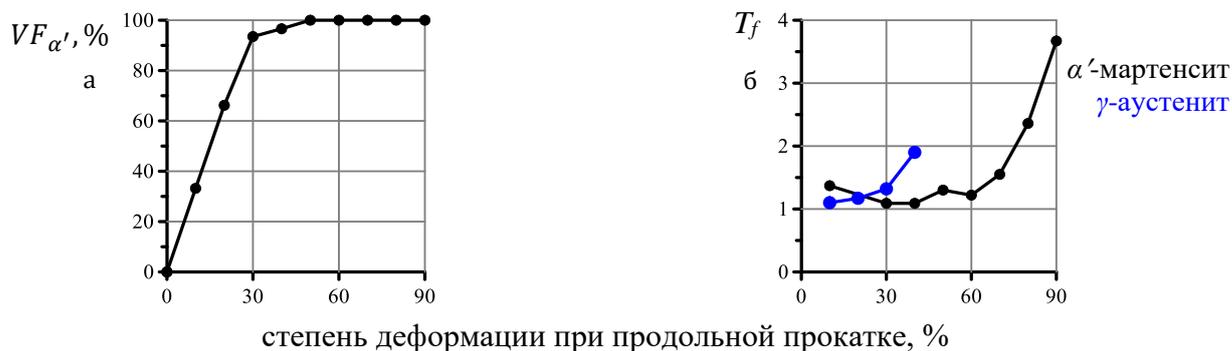


Рисунок 5 – Зависимости $VF_{\alpha'}$ (а) и T_f (в) от степени деформации при продольной прокатке

Анализ кристаллографической текстуры показал, что при 10 % деформации возникает мартенсит со слабой структурной составляющей $\langle 100 \rangle \parallel \text{НН}$, с текстурным индексом T_f около 1, сохраняющимся вплоть до 60 % деформации (рисунок 5, б). Текстура мартенсита становится типичной для прокатки материалов с ОЦК-структурой только при деформации 70 %, начиная с которой и далее она характеризуется следующими компонентами α -волокно + $\{111\}\langle 112 \rangle + \{554\}\langle 225 \rangle$ (рисунок 6).

Проведенная дополнительно перекрестная холодная прокатка характеризуется несколько иной конечной текстурой мартенсита, ее

основными компонентами являются компонента $\{001\}\langle 110 \rangle$ и γ -волокно (рисунок 6).

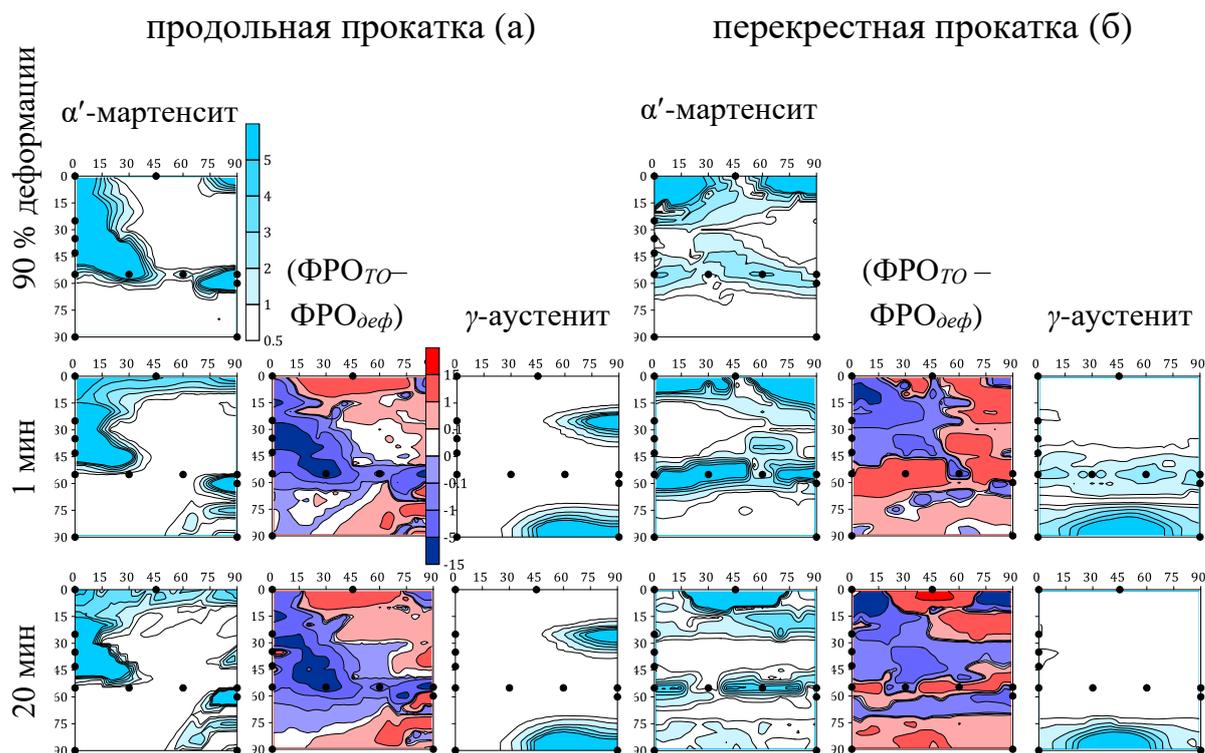
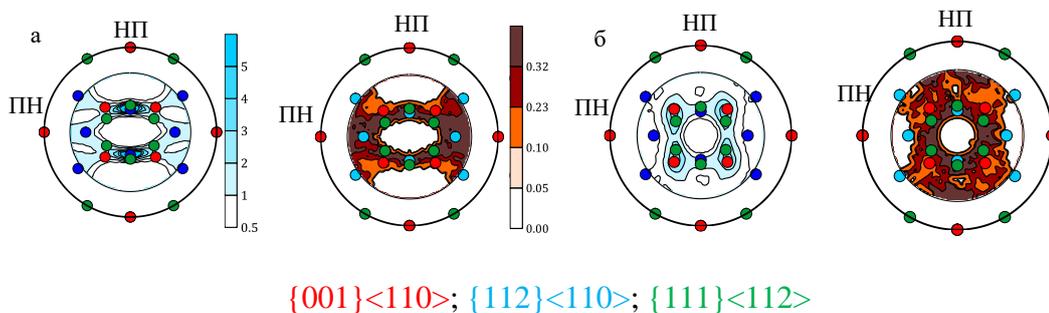


Рисунок 6 – Текстуры изменения при варьировании длительности выдержки при температуре 700 С образцов, деформированных до 90 % продольной (а) и поперечной прокаткой (б)

Стоит отметить, что по распределению наклёпа в различных областях текстурных максимумов деформированного образца, определяемого по ОППФ β_{110} (рисунок 7), видно, что зерна, относящиеся к текстурным минимумам, имеют более высокие значения полуширины, т.е. характеризуются более высокой степенью искаженности кристаллической структуры, поэтому в них зарождение γ -фазы должно начинаться раньше. При этом рост γ -фазы происходит в соответствии с ориентационным соотношением $\{110\}_\gamma \parallel \{100\}_{\alpha'}$ и $\langle 112 \rangle_\gamma \parallel \langle 110 \rangle_{\alpha'}$.



$\{001\}\langle 110 \rangle$; $\{112\}\langle 110 \rangle$; $\{111\}\langle 112 \rangle$

Рисунок 7 – ППФ $\{110\}$ и ОППФ β_{110} образца с ОЦТ-структурой, деформированного продольной прокаткой (а) и поперечной (б)

Термическая обработка приводит к обратному фазовому превращению мартенсит деформации \rightarrow аустенит, характер ориентационных соотношений которого зависит от текстуры деформации и способа деформирования. Главным отличием возникающей аустенитной текстуры (рисунок б) является наличие нескольких компонент, таких как $\{113\}\langle 332\rangle$ и α -волокно, в случае продольной прокатки и однокомпонентной $\{110\}\langle 334\rangle$ при перекрестной. В то же время текстура мартенсита при ТО после перекрестной прокатки образцов меняется, в то время как соотношение различных компонент текстуры продольно катаных образцов практически стабильно. На рисунке б построены разностные диаграммы, которые представляют собой поточечное вычитание ФРО деформированного образца из ФРО при термической обработке ($\text{ФРО}_{\text{ТО}} - \text{ФРО}_{\text{деф}}$). На этих диаграммах показано, что одна текстурная составляющая аустенита в образцах при перекрестной прокатке возникает в основном из мартенситной компоненты $\{001\}\langle 110\rangle$ (синие области диаграммы), в то время как при продольной прокатке основные отрицательные области диаграммы находятся рядом с компонентами текстуры γ -волокно и $\{112\}\langle 110\rangle$.

Из рисунка 8 видно, что график зависимости $VF_{\alpha'}$ от времени выдержки не сильно зависит от схемы деформации и следует общепринятой концепции. Пластичность для перекрестной прокатки примерно на 2,5 % ниже, чем для продольной, при этом микротвердость увеличилась примерно на 25 % после выдержки перед закалкой 20 мин. Таким образом, схема деформирования оказывает большое влияние на развитие текстуры, также, как и на механические свойства материала. Резкий рост микротвердости после 1-минутной ТО можно объяснить образованием мелкодисперсных зародышей аустенита в мартенситных зернах, которые упрочняют материал.

Но более длительное время выдержки приводит к росту аустенитных зерен и разупрочнению материала. Следовательно, субструктура и преимущественная ориентация аустенита, которые изначально зависят от деформационного процесса, определяют механические свойства материала и должны влиять на их анизотропию. На основании совокупности результатов можно сделать вывод, что образование аустенита в продольнокатаных образцах происходит в основном за счет компоненты текстуры $\{111\}\langle 112\rangle$ мартенсита и дополнительно компоненты $\{112\}\langle 110\rangle$, в то время как в случае перекрестной прокатки в основном уменьшилась доля мартенситной компоненты $\{001\}\langle 110\rangle$. В то же время более рассеянная текстура деформации мартенсита приводит к образованию мелкодисперсного

аустенита после ТО, который упрочняет материал с сохранением высокого уровня пластичности.

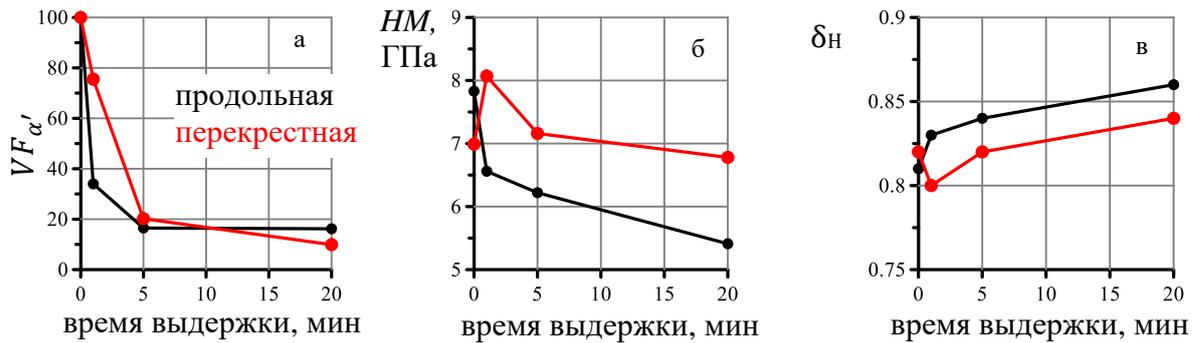


Рисунок 8 – Зависимости от времени выдержки $V F_{\alpha'}$ (а), микротвердость (б) и пластичность (в)

Также рассчитаны параметры анизотропии модуля Юнга, для данной стали. По рисунку 9 видно, что анизотропия Модуля Юнга при продольной прокатке выше, чем при перекрестной в 2 раза.

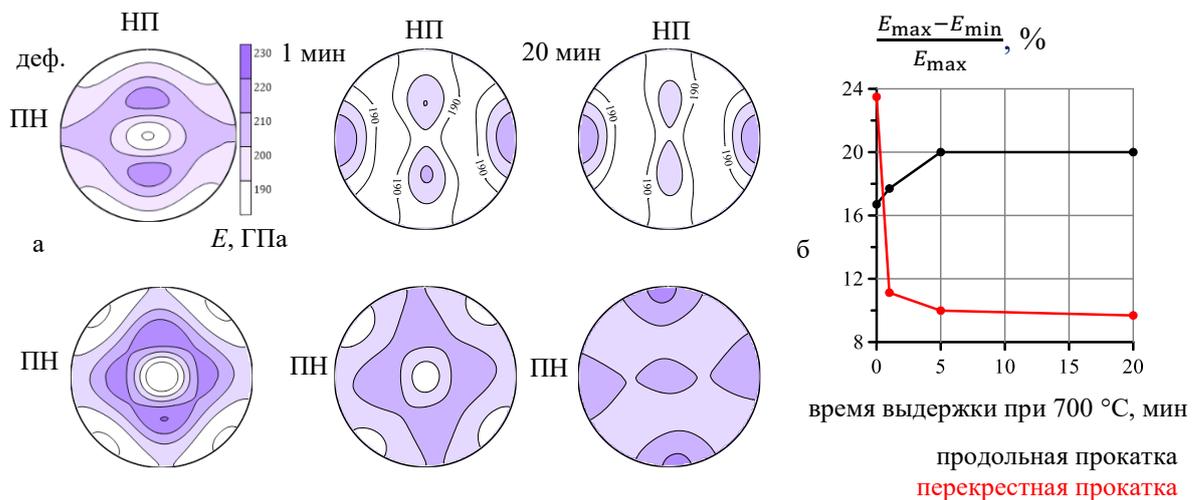


Рисунок 9 – Изменение распределения модуля Юнга на стереографической проекции (а) и анизотропии модуля Юнга при увеличении длительности выдержки при ТО (б)

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1) Применительно к ферритно-перлитной стали категории прочности К60 (Х70) и бейнитной стали К65 (Х80) оптимизированы и внедрены в ООО «Газпром ВНИИГАЗ» методика анализа послойной текстурной неоднородности и методика измерения остаточных макронапряжений, позволяющая оценивать их послойные изменения с погрешностью в 10 %.

2) По результатам анализа обобщенных прямых полюсных фигур на различных этапах пластической деформации ферритной стали 2414 ($\text{Fe}_3\text{Si}_1\text{Al}$) выявлена неоднородность распределения искаженности решетки зерен разной ориентации, выражающаяся в повышенном наклепе зерен γ -волокна ($\langle 111 \rangle \parallel \text{НН}$), что в процессе рекристаллизационных отжигов обуславливает рост зерен с ориентацией $\{111\}\langle 112 \rangle$ и α' -волокно ($\langle 210 \rangle \parallel \text{НП}$), отличающихся размерами зерна.

3) Разработаны алгоритмы учета неоднородности распределения искаженности решетки зерен разной ориентации при моделировании текстурообразования в процессе холодной прокатки ферритной стали 2414 ($\text{Fe}_3\text{Si}_1\text{Al}$), что позволило снизить суммарную ошибку рассчитанной и экспериментальной функций распределения ориентировок с 45 % до 25 %.

4) Установлено, что проведение возвратного отжига холоднокатаных пластин с 50 % деформацией при температуре 400 °С в течение 30 минут приводит к перераспределению наклепа в зернах разных текстурных компонент. Последующая прокатка до 75 % и заключительный рекристаллизационный отжиг позволяют получить оптимальный размер зерна 150 ± 10 мкм и повышенную объемную долю λ -волокна (текстурная компонента $\langle 100 \rangle \parallel \text{НН}$), способствующего снижению магнитных потерь.

5) В аустенитной стали AISI 304 (08X18H10) в процессе холодной прокатки активируется $\gamma \rightarrow \alpha'$ -мартенситное превращение и при деформации более 50 %, то есть после исчезновения аустенитной фазы, происходит обострение компоненты $\{001-112\}\langle 110 \rangle$ α' -мартенсита. Показано, что характер неоднородности распределения наклепа в процессе прокатки аустенитной стали зависит от схемы деформации и влияет на последующее фазовое превращение $\alpha' \rightarrow \gamma$, инициируемое закалкой. В результате происходит образование текстуры аустенита $\{113\}\langle 332 \rangle + \{110\}\langle 001-112 \rangle$ при продольной прокатке и однокомпонентной $\{110\}\langle 334 \rangle$ при перекрестной. Предложен способ расчета упругих свойств двухфазной аустенитной стали.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1) S. Fedorov, A. Albagachiev, M. Isaenkova, A. Yakovleva, V. Zaripov and **R. Minushkin**. The effect of combined processing schedules on the value and nature of residual stresses in the surface layer of cylindrical friction pairs // Modern Engineering IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2019. – Vol. 589. – 012032. – 7 pp.

2) Ю.А. Перлович, М.Г. Исаенкова, О.А. Крымская, Н.С. Морозов, П.С. Джумаев. **Р.А. Минушкин**. Механизмы коррозионного растрескивания под напряжением труб магистральных газопроводов по данным рентгеновского исследования их структурных особенностей // Научно-технический сборник ВЕСТИ ГАЗОВОЙ НАУКИ. – 2019. – №3(40). – С. 22–33.

3) Anna Yakovleva, Margarita Isaenkova and **Roman Minushkin**. The Effect of Combined Processing on Residual Stresses in the Surface Layer of Power Plant Parts // Materials. – 2022. – №15(2). 420. – 10 pp.

4) О.А. Крымская, М.Г. Исаенкова, Н.С. Морозов, **Р.А. Минушкин**, П.С. Джумаев. Стабилизация коррозионных трещин под напряжением за счет послойной неоднородности кристаллографической текстуры и остаточных напряжений в стальных трубах магистральных газопроводов // Научно-технический сборник ВЕСТИ ГАЗОВОЙ НАУКИ: Повышение надежности магистральных газопроводов, подверженных коррозионному растрескиванию под напряжением. – 2022. – № 1(50). – С. 31–47.

5) Е.А. Kuleshova, I.V. Fedotov, D.A. Maltsev, A.A. Potekhin, S.A. Bubyakin, M.G. Isaenkova, O.A. Krymskaya, **R.A. Minushkin**. Structural features ensuring the increase of service characteristics of high-nickel steels for pressure vessels of prospective energy-generation reactors // International Journal of Pressure Vessels and Piping. – 2022. – Vol. 200. – 104845. – 13 pp.

6) О.А. Krymskaya, M.G. Isaenkova, V.A. Fesenko, **R.A. Minushkin**. Regularities of structure and texture development in austenitic steel during cold rolling and heat treatment // CIS Iron and Steel Review. – 2022. – Vol. 24. – P. 29–34.

7) Е.А. Кулешова, И.В. Федотов, Д.А. Мальцев, М.Г. Исаенкова, О.А. Крымская, **Р.А. Минушкин**. Термическая стойкость сталей с повышенными характеристиками прочности для корпусов перспективных реакторов ВВЭР различных проектов // Известия вузов. Ядерная энергетика. – 2023. – № 2. – С. 93–106.

8) М.Г. Исаенкова, О.А. Крымская, **Р.А. Минушкин**, В.А. Фесенко, Ю.А. Романова. Влияние промежуточных отжигов на разных этапах прокатки электротехнических сталей на их финальную кристаллографическую текстуру // Металлы. – 2024. – № 1. – С. 1–12.