PACS: 62.20.Fe, 81.40.Vw

В.Н. Варюхин, Н.Н. Белоусов

ПРИРОДА УПРОЧНЕНИЯ АУСТЕНИТА ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ СТАЛИ В ПРОЦЕССЕ НАКОПЛЕНИЯ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

Статья поступила в редакцию 26 марта 2002 года

Проведено in situ изучение природы упрочнения аустенита высокоазотистой стали (BAC) в процессе накопления пластической деформации в различных системах скольжения при контролированном сочетании деформации сжатия и кручения. Установлен линейный характер зависимости предела текучести BAC от плотности накопленных дислокаций, что объясняется формированием наноразмерной дипольной структуры в приграничных зонах локализованной деформации наиболее активных зерен. Оценена характерная высота диполей $h = (100-150) \pm 30$ пт. Показано, что при переходе от малых (3–6 циклов) величин накопления пластической деформации кручения (НПДК) к большим (более 12) имеет место смена механизмов упрочнения. Определена критическая плотность дислокаций $\Lambda \approx 10^{16}$ m⁻², начиная с которой наблюдается смена механизмов упрочнения.

Введение

Природа упрочнения металлов и сплавов в процессе воздействия и накопления различных видов пластической деформации является одним из наиболее дискуссионных вопросов в физическом материаловедении [1–5]. Это обусловлено сложностью проблемы и в первую очередь связано с наложением и комплексным влиянием факторов деформационного [1,3], твердорастворного [2,4], структурного [5], латентного (скрытого) [6] и других видов упрочнения, каждый из которых наиболее явно выражен в определенных материалах с заданным видом структур и при выбранных режимах деформации.

Полученный к настоящему времени экспериментальный материал далеко недостаточен для изучения вклада каждого фактора упрочнения в отдельности. Необходимы как специальные условия, исключающие наложение нескольких факторов, так и методы, позволяющие непосредственно исследовать механизмы упрочнения и структурно-кинетических изменений в процессе деформации. *In situ* подход хорошо себя зарекомендовал при изучении дислокационной природы структурно-кинетических изменений и скрытого (латентного) упрочнения монокристаллов цинка в процессе непрерывной деформации с применением метода акустической спектроскопии [7,8]. Тем не менее необходимо дальнейшее совершенствование и расширение возможностей применения этого метода для: 1) понимания механизмов структурно-кинетических процессов, протекающих на различных структурных уровнях, активированных путем сочетания определенных методов деформации; 2) выявления природы латентного упрочнения при накоплении структурных дефектов (в частности, дислокаций) в первичных системах скольжения при условии сохранения постоянной плотности дислокаций во вторичных системах; 3) понимания природы упрочнения на последующих стадиях накопления пластической деформации, приводящей к формированию субмикро- и наноструктурного состояния.

Материалом исследования выбрана ВАС (в аустенитном состоянии) как наиболее перспективная в современном материаловедении [1,2,5]. В ней примесь азота использовалась в качестве предполагаемого заменителя никеля [2–4]. Физические процессы деформации (формоизменения) данной стали детально исследованы [1,5], изучены ее дислокационная структура и взаимодействие дислокаций с атомами азота [9–11]. Выбор температуры исследования $T < 0.3T_{melt}$ позволил исключить протекание процессов рекристаллизации, свести к минимуму влияние твердорастворного упрочнения [1,5] и тем самым изучать процессы, связанные только с упрочнением при накоплении определенного вида пластической деформации. Исходя из специфических размеров образцов, материала и характера исследований, одним из основных *in situ* методов, позволяющих решать поставленные задачи, был выбран резистометрический [13], обладающий высокой чувствительностью к структурным дефектам.

Таким образом, цель настоящей работы – *in situ* изучение резистометрическим методом механизмов упрочнения азотсодержащего аустенита на различных этапах НПДК в условиях действия постоянного напряжения сжатия. Это достигалось путем установления корреляционной связи между: а) величиной и характером изменения электросопротивления и предела текучести при НПДК в приграничных зонах активных зерен на различных этапах накопления деформации; б) величиной НПДК, структурой приграничных зон локализованной деформации и плотностью дислокаций в них (по величине микронапряжений).

Материал и методика эксперимента

Объектом исследования выбрана аустенитная нержавеющая сталь следующего состава: Cr – 18.3%, Ni – 16.2%, Mn – 10.4% [11]. Концентрация азота варьировалась в пределах $C_{\rm N} = 0.06-0.57\%$. Сталь получали путем плавки в индукционной печи с последующим плазменно-дуговым переплавом в атмосфере азота под заданным давлением. Использовали плоские образцы диаметром 10 ± 0.5 mm и толщиной 0.25 ± 0.05 mm, вырезанные алмазным диском из исходной заготовки в виде прутка, подвергнутого предварительному отжигу.

Деформацию сжатия и последующее накопление деформации кручения осуществляли на усовершенствованной установке типа наковален Бриджмена. Установка позволяет следить за величиной и характером изменения электросопротивления, акустической эмиссии и диссипацией энергии во время деформирования (относительная работа деформации) в процессе сжатия и последующего кручения. Наковальни были изготовлены из сплавов ВК-8 и ВК-6 и выдерживали более 10 циклов максимальной деформации кручения до начала разрушения (при максимальном сжимающем напряжении).

Накопление сдвиговой деформации кручения (до заданной величины) осуществляли относительным вращением наковален после установления соответствующего сжимающего напряжения (давления). Это исключало проскальзывание поверхностей образца и наковален и приводило к внутренним относительным сдвигам плоскостей скольжения при кручении, что регистрировали по величине и характеру изменения акустической эмиссии.

Применяли метод НПДК, который включал: 1) одноосное сжатие до давления P = 4-7 GPa (с точностью $\pm 10^6$ Pa) в направлении нормали к плоскости поперечного сечения образца, что сводило к минимуму сдвиговые напряжения в системах скольжения, расположенных в данной плоскости образца; 2) последующее многократное кручение на суммарный угол до 30 rad (с шагом 1 rad) в направлении нормали к боковой поверхности образца, что создавало максимальные сдвиговые напряжения в системах скольжения, расположенных в плоскости поперечного сечения образца. Крутящий момент М измеряли непосредственно в процессе кручения с точностью $\pm 10^{-4}$ N·m, угол закручивания оценивали по лимбу с точностью ±0.017 rad. Величину истинной логарифмической деформации оценивали по формуле $e = \ln(2\pi NR_1/h_1) + \ln(h_0/h_1)$, где N – количество оборотов наковальни, R – расстояние от оси вращения, h_0 и h_1 – толщина образца до и после сжатия на соответствующем радиусе [12]. Предварительное одноосное сжатие (перед кручением) образцов диаметром 10 ± 0.5 mm и толщиной 0.25 ± 0.05 mm до P = 5 GPa вызывало деформацию не более 50% (e = 0.7). Минимальная величина сдвиговой деформации при кручении за один цикл составляла e = 0.2.

В основном исследования проведены для средних значений P и N, поскольку после НПДК предельной величины ($e \ge 4-6$) образцы были достаточно хрупкими, что затрудняло проведение физико-механических испытаний. Эти образцы подвергали гомогенизирующему отжигу при T = 1420 К в течение 30 min с закалкой в воду, что обеспечивало растворение избыточных фаз, уменьшало деформационный наклеп и исключало рекристаллизацию. После всех циклов НПДК средней величины ($e \ge 2-4$) сталь сохраняла аустенитную структуру, что регистрировалось рентгенографически и магнитометрически, а также по величине и характеру изменения диссипации энергии деформирования (относительной работы деформации).

Для исследования физико-механических свойств изготавливали образцы размерами $10 \times 4 \times 0.15$ mm. Деформирование растяжением осуществляли в специальных захватах на компьютеризированном структурно-деформационном комплексе ИМАШ20-75+2167P-50 со скоростью dɛ/dt = $2.0 \cdot 10^{-5}$ s⁻¹ при комнатной температуре. Одновременно с записью кривой деформационного упрочнения $\sigma(e)$ осуществляли регистрацию характера изменения электросопротивления образца, акустической эмиссии и диссипации энергии деформирования в процессе деформации. Процесс измерения акустической эмиссии и принцип действия установки описаны в [9].

Электросопротивление измеряли стандартным потенциометрическим методом с погрешностью 0.1% [13] с автоматической записью кривой $R(\varepsilon)$ в продольном и перпендикулярном направлении к оси образца при прямом и обратном направлении тока. Чувствительность по электрическому сопротивлению находилась в пределах $10^{-13} \Omega \cdot m$, по напряжению – в пределах $10^{-8} V$ при постоянном токе 100 mA. Изменение относительного сопротивления δR_p , обусловленного пластической деформацией, определяли из соотношения

$$\delta R_p = (R_d - R_0)/R_0,$$

где R_0 и R_d – сопротивление образца соответственно до и после НПДК.

In situ методику резистометрических исследований отрабатывали на образцах ВАС при контролированном сочетании деформации растяжения и кручения с помощью структурно-деформационного комплекса ИМАШ20-75+2167Р50.

Рентгенографические исследования проводили на дифрактометре ДРОН-3 в железном K_{α_1} -излучении при шаге сканирования 0.01°/min, с записью дифрактограмм в файл и последующей компьютерной обработкой с помощью специальных программ. Программами предусмотрено выделение фона, разделение К_а-дублетов, вычисление центра масс и изучение профиля линии методами: аппроксимации, моментов, фурье-анализа с последующим вычислением микронапряжений (МН) и размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) с учетом профилей всех линий и построением графика Холла [14,15]. Положение дифракционных максимумов устанавливали по центру веса каждой линии с точностью $\Delta 2\Theta = \pm 1.7 \cdot 10^{-4}$ rad. Относительная ошибка в определении микронапряжений составляла ±(0.1-0.2)·10⁻³. О характере дислокационной структуры и плотности дислокаций судили из анализа: а) угловой зависимости линий (111)_у, (200)_у, (311) _у (по изменению параметра решетки $\Delta a/a$) и б) физического уширения тех же линий (совместно с определением величин МН и ОКР [14,15]). Максимальная рентгенографически разрешаемая плотность дислокаций $\Lambda \approx 10^{16} \text{ m}^{-2}$.

Характер аккомодационных процессов, протекающих на дислокационном уровне при локализации деформации в приграничных зонах, изучали на фольгах в электронном микроскопе JEM-200 при ускоряющем напряжении 100 kV. Фольги приготавливали методом струйной полировки, используя в качестве электролита 10%-ный раствор хлорной кислоты в бутаноле.

Предложенную методику накопления пластической деформации в одних системах скольжения (при кручении) при сохранении постоянной деформации в других системах (при сжатии) отрабатывали на модельных, хорошо изученных ГЦК-материалах: Cu, Al и Zn [6,7]. Характер упрочнения изучали на образцах с предварительно сформированной структурой, исходя из чувствительности электросопротивления к аккомодационным процессам, протекающим на дислокационном уровне при локализации деформации в приграничных зонах [13]. Однако это не исключало возможности протекания изменений на других структурных уровнях, в частности на мезоскопическом, что находится вне чувствительности данного метода.

Результаты эксперимента

В области упругой деформации величина относительного сопротивления прямо пропорциональна деформации. В этом деформационном промежутке разгрузка образца и его последующее нагружение приводят к восстановлению линейной зависимости между деформацией ε_p и сопротивлением *R*. Из рис. 1 видно, что кривая *I* деформационного упрочнения не имеет стадии легкого скольжения.



Рис. 1. Типичная компьютерная запись кривых деформационного упрочнения ВАС с $C_{\rm N} = 0.57\%$ (кривая *l*) и относительного изменения электросопротивления (кривая *2*) после первых 6 циклов НПДК. На вставке представлены результаты обработки корреляционным анализом

Сопоставление зависимостей $\sigma_p(\varepsilon_p)$ (кривая *1*) и $\delta R_p(\varepsilon_p)$ (кривая *2*) позволило определить начало пластического течения ВАС с $C_N = 0.57\%$, не выявляемое на зависимости $\sigma_p(\varepsilon_p)$. Для установления корреляционной связи между исследуемыми величинами найденные зависимости перестроены в координатах $\sigma_p - \delta R_p^2$ (рис. 1, вставка). Получено:

$$\sigma_{\rm ysl} = \sigma_0 + A\delta R_p^2, \tag{1}$$

где σ_{ysl} – напряжение течения; $\sigma_0 = 350$ MPa – характеризует напряжение начала движения дислокаций; коэффициент пропорциональности $A = 3.7 \cdot 10^{14}$ N/m² (количественные величины получены из графика, представленного на вставке рис. 1).

После обработки результатов эксперимента показано, что изменение относительного сопротивления δR_p пропорционально корню квадратному из величины накопленной пластической деформации $e^{1/2}$ (рис. 2,*a*). Согласно обработанным данным

$$\delta R_p = B e^{1/2}, \tag{2}$$

где коэффициент $B = 2.7 \cdot 10^{-3}$. Из выражений (1) и (2) следует, что после первых 6 циклов НПДК кривая деформационного упрочнения азотистого аустенита может быть представлена зависимостью

$$\sigma_{\rm vsl} = \sigma_0 + AB^2 e \,. \tag{3}$$

Наличие корреляции между характером поведения предела текучести $\sigma_{ysl}(e)$ и изменением относительного электросопротивления $\delta R_p(e)$, обусловленного НПДК, позволяет думать о природном единстве механизмов, ответственных за ход $\sigma_{ysl}(e)$ и $\delta R_p(e)$. Для проверки этого предположения рассмотрено изменение удельного электросопротивления $\Delta \rho_p$ в процессе НПДК (рис. 2, δ). Согласно приведенным данным



Рис. 2. Изменение относительного $\delta R_p(a)$ и удельного $\Delta \rho_p(b)$ сопротивления от величины НПДК в координатах $e^{1/2}(a)$ и после 6 циклов накопления деформации: – – – – экспериментальные результаты; — – теоретическая обработка



Рис. 3. Дифрактограммы для определения микронапряжений и плотности дислокаций для аустенита ВАС ($C_N = 0.57\%$) в зависимости от величины накопления пластической деформации *e*: I - 0; 2 - 1.7; 3 - 2.3. На вставке: отдельные линии (111) для компьютерной обработки (обозначения те же)

$$\Delta \rho_p = Ce, \tag{4}$$

где коэффициент $C = 4.2 \cdot 10^{-10} \ \Omega \cdot m$. Полагая, что $\Delta \rho_p$ обусловлено увеличением плотности дислокации Λ_{1} т.е.

$$\Delta \rho_p = \rho_p \Lambda$$

(где $\rho_p = 1.8^{-24} \ \Omega \cdot m^3$ – удельное электросопротивление, приходящееся на одну дислокацию [16]), получили

$$\Lambda = Ce/\rho_p. \tag{5}$$

Выражения (3) и (5) позволили установить соотношение между пределом текучести и плотностью дислокаций после НПДК:

$$\sigma_{\rm ysl} = \sigma_0 + (AB^2 \rho_p \Lambda)/C. \tag{6}$$

Экспериментально обнаруженная линейная связь между пределом текучести σ_{ysl} и плотностью дислокаций Λ отличается от зависимости $\sigma_{ysl} = \sigma_0 + \alpha Gb\Lambda^{1/2}$, описываемой существующими моделями деформационного упрочнения [17]. Исходя из линейности зависимости σ_{ysl} от Λ , проведены дополнительные рентгеноструктурные исследования (рис. 3), устанавливающие непосредственную связь между изменением в процессе НПДК величин σ_{ysl} и Λ (рис. 4), а также между значением Λ и величиной накопления пластической деформации *e* (рис. 5).



Рис. 4. Зависимость напряжения течения σ_{ysl} от плотности дислокаций Λ для различных этапов НПДК: – – – – экспериментальные результаты; — – теоретическая обработка

Рис. 5. Зависимость плотности дислокаций Λ от величины НПДК в координатах $e^{1/2}$. Обозначения те же, что и на рис. 4

На основании рентгенографических исследований (см. рис. 3) показано, что отношение $\beta_{(222)}/\beta_{(111)}$ пропорционально tg Θ_2 /tg Θ_1 . Это свидетельствует о преобладающем вкладе в расширение дифракционных максимумов МН, вызванных неоднородной пластической деформацией микрообластей аустенита, связанных с неупорядоченным распределением дислокаций [14,15].

Обработка данных рис. 4 и 5 показала, что начальный участок кривой упрочнения $\sigma_{ysl}(e)$ линеаризуется в координатах $\sigma_{ysl}-e^{1/2}$ и может быть описан выражением

$$\sigma_{\rm ysl} = \sigma_0 + A e^{1/2},\tag{7}$$

где σ_0 – критическое напряжение сдвига, $\sigma_0 = 240$ MPa; $A = 8 \cdot 10^9$ Pa.

Зависимость $\sigma_{vsl}(\Lambda)$ (рис. 4) представлена в виде

$$\sigma_{\rm ysl} = \sigma_0 + B\Lambda, \tag{8}$$

где $\sigma_0 = 80$ MPa – напряжение при $\Lambda = 0$, коэффициент $B = 3.1 \cdot 10^{-6}$ N.

Получена линейная зависимость $\Lambda(e^{1/2})$, которая согласно результатам рис. 5 может быть описана выражением:

$$\Lambda = \Lambda_0 + C e^{1/2},\tag{9}$$

где $\Lambda = 5 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$ – исходная плотность дислокаций и $C = 2.5 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$.

Обсуждение результатов

Приведенная выше линейная зависимость σ_{ysl} от Λ в процессе НПДК отличается от существующих моделей деформационного упрочнения, согласно которым упругие напряжения на расстоянии *L* от дислокации по порядку величины равны *Gb*/2 πL [18]. При изменении плотности дислокаций выполняется условие подобия, когда расстояние *L* между ними изменяется как $1/\Lambda^{1/2}$ [18]. Таким образом, внешнее напряжение, необходимое для продвижения дислокации через деформированный кристалл, должно быть пропорционально $\Lambda^{1/2}$. Следовательно, выполнение этого соотношения отражает то обстоятельство, что определяющим фактором упрочнения в деформированном аустените ВАС является взаимодействие отдельных дислокаций, расположение которых удовлетворяет условию подобия.

При выборе модели деформационного упрочнения необходимо исходить из характера образующейся дислокационной структуры и закономерностей ее изменения с деформацией. Имеющиеся литературные данные [19–23] демонстрируют формирование дислокационных мультиполей [19,21] в процессе деформации и закалки нержавеющих сталей, которые состоят из диполей [20,22], удерживаемых вместе взаимодействием между дислокациями противоположного знака. К сожалению, полных исследований по этому вопросу проведено не было. Не изучены характер и условия появления диполей, а также их роль и вклад в упрочнение на разных стадиях накопления деформации. Отсутствуют количественные характеристики дипольной структуры.

Предположение о разной роли дислокационных диполей в деформационном упрочнении нержавеющих сталей впервые высказано в [19]. Исследования дислокационной структуры деформированных кристаллов показали [21,22], что плотность диполей линейно зависит от напряжения и деформации, которые, в свою очередь, также связаны линейно. Можно было бы ожидать аналогичной зависимости и для аустенита ВАС вследствие НПДК. Однако в случае азотистого аустенита зависимости $\sigma(e)$ и $\Lambda(e)$ имеют нелинейный характер (см. рис. 1, 2), в то же время между ними существует корреляция. Эта зависимость описывается аналогичными выражениями (1), (3), из которых непосредственно вытекает линейный характер связи между σ_{vsl} и Л. Можно предположить, что наблюдаемая форма начального участка кривой упрочнения $\sigma_{ysl}(e^{1/2})$ в большей степени обусловлена закономерностью изменения полей диполей с ростом деформации $\Lambda(e^{1/2})$ в процессе НПДК. Повидимому, высокая скорость упрочнения $d\sigma_{ysl}/de$ в начале кривой деформирования обусловлена большой скоростью образования диполей dA/de на начальной стадии НПДК. При дальнейшем накоплении деформации часть диполей распадается под совместным воздействием внешних и внутренних напряжений от скопления дислокаций, сконцентрированных перед диполями.

Оценим вклад диполей в упрочнение азотсодержащего аустенита в процессе НПДК. Из оценок Фриделя [18] следует, что поля напряжений от краевых дислокаций противоположного знака, составляющих диполь, скомпенсированы на больших расстояниях, так что средняя величина дальнодействующих напряжений на расстоянии *L* от дислокации равна

$$Gbh/2\pi(1-\nu)L^2,\tag{10}$$

где *h* – высота диполя, v – коэффициент Пуассона.

При большой плотности диполей среднее расстояние между ними становится соизмеримым с их высотой. Поэтому закономерность нарушается, а процесс упрочнения начинает определяться уже взаимодействием отдельных дислокаций. Очевидно, это должно приводить к переходу линейной зависимости $\sigma_{vsl}(\Lambda)$ в корневую $\sigma_{vsl}(\Lambda^{1/2})$.

Свяжем данные рассуждения с экспериментальными результатами. В работе [20] рассматривали ситуацию, когда упрочнение обусловлено полем случайно распределенных диполей. Напряжение течения принимали равным максимальному противодействующему напряжению от пары диполей, отличающихся взаимным различным расположением дислокаций противоположных знаков, образующих диполь:

$$\sigma_{\rm ysl} = F\Lambda = (2\sigma bh\Lambda)/\pi(1-\nu), \tag{11}$$

где *G* – модуль сдвига, *b* – вектор Бюргерса, *h* – эффективная высота диполей, v – коэффициент Пуассона.

Можно оценить характерное значение высоты диполей в азотистом аустените на начальной стадии деформирования, считая коэффициент пропорциональности $B = 2Gbh/\pi(1 - \nu)$. Из формулы (10) получаем следующее выражение:

$$h = \sigma_0 \pi (1 - \nu)/2Gb\rho_p. \tag{12}$$

После подстановки в (12) значений $G = 6.88 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$ [14], $b = 2.54 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ [14], v = 0.25 величина $h = (150-200) \pm 50 \text{ nm}$. Это находится в удовлетворительном согласии с данными [24], где наблюдались длинные дипольные следы на винтовых дислокациях, которые связывались с поперечным скольжением.

В начальный момент накопления пластической деформации генерируемые дислокации способствуют образованию диполей. При возрастании плотности дислокаций создаются предпосылки для протекания реакций между диполем и приближающейся к нему дислокацией. Предположив, что зависимость определяется формированием дипольной структуры, следует ожидать, что любая перестройка этой структуры приведет к изменению вида зависимости. Например, уменьшение деформирующего напряжения и электросопротивления, возможно, будет иметь место в случае разрушения диполей полем набегающих дислокаций, движение которых дает вклад в последующую деформацию без привлечения дополнительного количества новых. Скорость упрочнения при этом может уменьшаться. При выходе на линейный участок $\sigma(\varepsilon)$ процесс упрочнения стабилизируется, а плотность дислокаций с увеличением деформации начинает линейно возрастать. Несомненно, реальные механизмы упрочнения сложнее, однако рассматриваемая модель НПДК отражает только часть процессов, протекающих на начальной стадии и выявляемых резистометрическим методом. В этом убеждает различие в величинах после обработки кривой $\rho(e)$ и $\Lambda(e)$. Вероятно, электросопротивление чувствительно только к тонким изменениям дислокационной структуры (выявляемым рентгенографически), включая расщепление дислокации и дефекты упаковки.

В заключение следует отметить, что значение $d\Lambda/d\epsilon$ в области перехода на линейный участок, полученное рентгенографически, составляет $\Lambda = 5 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$. Оба метода, резистометрический и рентгенографический, хорошо дополняют друг друга и позволяют получить полную картину эволюции дислокационной структуры в азотистом аустените в процессе НПДК, а также оценить количественно ее связь с напряжением и деформацией на протяжении всей стадии НПДК. Линейная связь между σ_{ysl} и Λ на начальной стадии НПДК непротиворечиво свидетельствует о том, что преобладающим элементом дислокационной структуры являются диполи. Значительное количество диполей в деформированном аустените было обнаружено в [24,25]. Образование диполей в аустените в процессе деформации происходит уже на его начальной стадии.

Выводы

1. Использован резистометрический метод для проведения *in situ* исследований механизмов: а) структурообразования в процессе НПДК при постоянном сжатии непосредственно в наковальнях Бриджмена; б) упрочнения аустенита ВАС ($C_{\rm N} = 0.06 - 0.57\%$) после различных стадий НПДК (e = 0.4).

2. Применение методов резистометрии и акустической эмиссии в процессе структурообразования при НПДК и последующей деформации образцов позволило: а) обнаружить стадийность кривых сжатия и кручения при НПДК и связать процесс накопления пластической деформации с процессами формирования определенных структурных дефектов; б) обнаружить начало пластического течения азотистого аустенита (не выявляемое стандартным методом) в процессе непрерывной деформации; в) установить наличие линейной зависимости между пределом текучести σ_{ysl}, величиной МН и плотностью дислокаций Λ в приграничных зонах активных зерен при сочетании накопления пластических деформаций кручения и сжатия.

3. Показано, что форма начального участка резистометрической кривой упрочнения $\rho(e^{1/2})$ обусловлена закономерностью накопления плотности дислокаций $\Lambda(e^{1/2})$ в системах скольжения, активированных сочетанием деформации кручения и сжатия.

4. Установлено, что линейная зависимость $\sigma_{ysl}(\Lambda)$ определяется формированием дипольной структуры в системах скольжения, локализованных в приграничных зонах при сочетании накопления пластических деформаций кручения и сжатия. Оценена характерная высота диполей в азотистом аустените $h = (100-150) \pm 30$ nm.

5. Показано, что накопление пластической деформации сдвига в условиях действия постоянного сжимающего напряжения сопровождается диссипацией энергии деформирования и осуществляется накоплением структурных дефектов в приграничных зонах активных зерен. Характер аккомодационных процессов, протекающих на дислокационном уровне при локализации деформации в приграничных зонах, определяет природу упрочнения, которая связана с взаимодействием накопленных дислокаций (при кручении) с дислокациями «леса» (при сжатии), расположенными в зонах локализованной деформации.

6. Установлено, что при переходе от малых величин НПДК (3–6 циклов) к большим (более 12 циклов) изменяется характер диссипации энергии деформирования и наблюдается смена линейной зависимости $\sigma_{ysl}(\Lambda)$ на корневую $\sigma_{ysl}(\Lambda^{1/2})$. Показано, что это может быть связано со сменой механизмов деформации и активацией различных структурных уровней – от локализации деформации в приграничных зонах активных зерен и формирования наноразмерной дипольной структуры в них к фрагментации приграничных зон локализованной деформации и последующему формированию наноструктурных элементов и их комплексов в межзеренном пространстве. Определена критическая плотность дислокаций $\Lambda \approx 10^{16}$ m⁻², начиная с которой наблюдается смена механизмов упрочнения.

- 1. *М.И. Гольдштейн, А.В. Гринь, Э.Э. Блюм, Л.М. Панфилова*, Упрочнение конструкционных сталей нитридами, Металлургия, Москва (1970).
- 2. А.Н. Морозов, Водород и азот в стали, Металлургия, Москва (1968).
- 3. К. Смителлс, Газы и металлы, Металлургиздат, Москва (1940).
- 4. Дж.Д. Фаст, Взаимодействие металлов с газами, Металлургия, Москва (1975).
- 5. В.Н. Гриднев, В.Г. Гаврилюк, Ю.Я. Мешков, Прочность и пластичность холоднодеформированной стали, Наукова думка, Киев (1974).
- 6. *Ф.Ф. Лаврентьев*, в кн.: Физика деформационного упрочнения монокристаллов, Наукова думка, Киев (1972), с. 107.
- 7. Н.Н. Белоусов, В.Н. Варюхин, О.И. Дацко, Ф.Ф. Лаврентьев, ФММ **68**, 799 (1989).
- Н.Н. Белоусов, В.Н. Варюхин, О.И. Дацко, Ф.Ф. Лаврентьев, ФММ 68, 1016 (1989).
- 9. В.Н. Варюхин, Н.Н. Белоусов, Е.Г. Пашинская, ФТВД 10, № 2, 15 (2000).
- 10. В.А. Афанасьев, В.Г. Гаврилюк, В.А. Дузь, В.М. Надутов, В.Л. Свечников, ФММ № 8, 121 (1990).
- 11. В.Н. Варюхин, Н.Н. Белоусов, Е.Г. Пашинская, ФТВД 9, № 1, 12 (1999).
- 12. О.А. Кайбышев, Н.Р. Дудова, В.А. Валитов, ФММ 96, № 1, 54 (2003).
- 13. П.Я. Сальдау, Метод электропроводности при высоких температурах и применение его для исследования металлических сплавов, Изд-во АН СССР, Москва (1952).
- 14. А.И. Китайгородский, Рентгеноструктурный анализ, Гостехтеоретиздат, Москва (1950).
- 15. *М.А. Порай-Кошиц*, Практический курс рентгеноструктурного анализа, Изд-во МГУ, Москва (1960).
- 16. R.A. Brown, J. Phys. F7, L95 (1977).

Физика и техника высоких давлений 2004, том 14, № 2

- 17. Ф.Р.Н. Набарро, З.С. Базинский, Д.Б. Холт, Пластичность чистых монокристаллов, Металлургия, Москва (1967).
- 18. Ж. Фридель, Дислокации, Мир, Москва (1967).
- 19. P.R. Howell, J.O. Nelsson, J. Mater. Sci. 16, 2860 (1961).
- 20. P. Kratochvil, Acta Met. 16, 1023 (1968).
- 21. W.G. Johnston, J.J. Gilman, J. Appl. Phys. 30, 129 (1959).
- 22. H.S. Chen, J.J. Gilman, A.K. Head, J. Appl. Phys. 35, 2502 (1964).
- 23. J.O. Nelsson, Scripta Met. 17, 593 (1985).
- 24. Электронно-микроскопические изображения дислокаций и дефектов упаковки. Справочное руководство, В.М. Косевич (ред.), Наука, Москва (1976).
- 25. *Л.М. Утевский*, Дифракционная электронная микроскопия в металловедении, Металлургия, Москва (1973).

V.N. Varyukhin, N.N. Belousov

NATURE OF HARDENING OF HIGH-NITROGEN STEEL AUSTENITE DURING ACCUMULATION OF PLASTIC DEFORMATION

In situ study of the nature of hardening the high-nitrogen steel (HNS) austenite during the accumulation of plastic deformation in various sliding systems has been carried out at a controlled combination of compressive and torsional strain. Dependence of HNS yield strength on density of accumulated dislocations is of linear character because of the formation of nanodimensional dipole structure in localized-deformation boundary zones of the most active grains. The characteristic height of dipoles $h = (100-150) \pm 30$ nm has been evaluated. It is shown that at transition from small values of accumulation of torsional plastic deformation (ATPD) (3–6 cycles) to larger ones (more than 12 cycles) there is a change in the mechanism of deformation hardening. Critical density of dislocations $\Lambda \approx 10^{16}$ m⁻² has been determined starting from which the deformation mechanisms are changing.

Fig. 1. Typical computer record of curves of HNS deformation hardening with $C_{\rm N} = 0.57\%$ (curve *1*) and relative change of resistivity (curve *2*) after the first 6 cycles of ATPD. In the insert: results of processing by the correlation analysis

Fig. 2. Change in relative resistance $\delta R_p(a)$ and specific resistance $\Delta \rho_p(\delta)$ on ATPD value in $e^{1/2}$ coordinates after 6 cycles of deformation accumulation: --- experimental results; — – theoretical processing

Fig. 3. X-ray diffraction patterns for definition of microstress and density of dislocations for HNS austenite ($C_N = 0.57\%$) depending on value of accumulation of plastic deformation *e*: I - 0; 2 - 1.7; 3 - 2.3. In the insert: separate lines (111) for computer processing (designation is the same)

Fig. 4. Dependence of yield stress σ_{ysl} on density of dislocations Λ for various stages of ATPD: --- experimental results; --- theoretical processing

Fig. 5. Dependence of density of dislocations Λ on value of accumulation of plastic deformation in $e^{1/2}$ coordinates. Designation is the same as in Fig. 4