

На правах рукописи



**БАННЫХ ИГОРЬ ОЛЕГОВИЧ**

**МЕТАЛЛОВЕДЧЕСКИЕ ОСНОВЫ СОЗДАНИЯ  
МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ВЫСОКОАЗОТИСТЫХ СТАЛЕЙ  
АУСТЕНИТНОГО КЛАССА**

Специальность 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка  
металлов и сплавов

Автореферат  
диссертации на соискание ученой степени  
доктора технических наук

Москва–2020

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки «Институт металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова Российской академии наук» (ИМЕТ РАН)

Научный консультант

**Глезер Александр Маркович**

доктор физико-математических наук,  
профессор, ФГАОУ ВО «НИТУ «МИСиС»,  
ведущий научный сотрудник

Официальные оппоненты

**Сагарадзе Виктор Владимирович**

доктор технических наук, профессор,  
член-корреспондент РАН,  
ФГБУН «ИФМ» УРО РАН, главный научный  
сотрудник.

**Петрова Лариса Георгиевна**

доктор технических наук, профессор  
ФГБОУ ВО «МАДИ», заведующий кафедрой

**Шур Евгений Авелевич**

доктор технических наук, профессор,  
НЦ РСТМ АО «ВНИИЖТ», главный научный  
сотрудник

Ведущая организация

ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский  
политехнический университет Петра Великого»

Защита диссертации состоится 29 июня 2021 г в 13<sup>00</sup> на заседании диссертационного совета Д 212.125.15 в ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)» (МАИ) по адресу: 121552 г. Москва, ул. Оршанская, д. 3, ауд. 307Б. Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью организации, просим направлять по адресу: 125993, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 4, А-80, ГСП-3, МАИ, ученому секретарю диссертационного совета Скворцовой С.В. и по электронной почте skvorcovasv@mai.ru

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Университета и на сайте <https://mai.ru/upload/iblock/deb/Dissertatsiya-I.O.-Bannykh.pdf>

Автореферат разослан «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2021г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета

Скворцова С.В.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность работы.** Коррозионностойкие аустенитные стали на протяжении многих лет являются важным конструкционным материалом практически для всех отраслей промышленности – от пищевой и медицинской до авиакосмической и атомной энергетики. В то же время возможности повышения физико-механических и коррозионных свойств традиционных низкоуглеродистых хромоникелевых аустенитных сталей в настоящее время практически исчерпаны. По сравнению с ними высокоазотистые аустенитные стали (ВАС) обладают более высокими показателями статической и циклической прочности, вязкости разрушения, коррозионной стойкости и стабильности аустенита при существенно меньшем содержании никеля, что делает их перспективным конструкционным материалом, отвечающим современным требованиям промышленности.

**Идеи и положения, лежащие в основе диссертационного исследования.** Несмотря на то что к настоящему времени разработано значительное количество ВАС различных составов, некоторые их свойства, связанные с принципиальной особенностью этих сталей – с использованием в качестве основного легирующего элемента азота, образующего с железом и другими легирующими элементами твердый раствор внедрения, ограничивают их реальное применение. Исследования в рамках диссертационной работы направлены на развитие современных представлений о закономерностях формирования структурно-фазовых состояний, их влияния на физико-механические и эксплуатационные свойства ВАС, установление границ рационального легирования, оптимизацию режимов термической и термомеханической обработки, позволяющих в максимальной степени реализовать уникальные характеристики этих сталей и в то же время избежать проявления присущих им ряда негативных явлений в условиях применения их в качестве конструкционных материалов.

**Цель работы** – детальное и систематическое изучение структуры и свойств рационально легированных азотистых аустенитных сталей для разработки материаловедческих основ создания высокопрочных азотсодержащих коррозионностойких сталей с уникальным комплексом эксплуатационных характеристик и для уточнения сферы их целесообразного использования.

В работе были поставлены и решены следующие **основные научные задачи**:

1. Детально исследованы закономерности структурообразования ВАС на различных этапах технологического передела.
2. Проанализированы особенности формирования важных для практического применения механических свойств ВАС.
3. Изучены условия реализации высокой коррозионной стойкости в зависимости от химического состава и способов деформационной и термической обработок ВАС.

4. Проанализированы факторы, влияющие на деформационную стабильность аустенитной структуры и эксплуатационные характеристики ВАС.
5. Сформулированы основные принципы рационального легирования и термометаллургической обработки ВАС для реализации комплекса высоких механических и коррозионных свойств.
6. Уточнены основные области целесообразного применения ВАС и проведено промышленное опробование получения сталей этого класса с заданным комплексом свойств при оптимальном легировании.

**Методы исследования.** Экспериментальные плавки проводили в открытых индукционных печах, металл разливали в слитки массой 25 и 48 кг. Был применен последующий электрошлаковый переплав. Горячую деформацию осуществляли ковкой на молотах и прокаткой на стане ДУО с получением полосы шириной 100 мм. Заготовки стали переплавляли в специализированной вакуумной установке УВНЭС-4 для высокоградиентной кристаллизации. Выплавку и направленную кристаллизацию проводили в среде аргона при температурном градиенте на фронте роста 200 град/см. Рентгеноструктурные исследования выполняли с использованием рентгеновских дифрактометров Shimadzu в фильтрованном  $\text{CuK}\alpha$ -излучении и ДРОН-4-07 в фильтрованном  $\text{CoK}\alpha$ -излучении. Твердость по Виккерсу определяли с помощью твердомера Wolpert 402 MVD, а твердость по Роквеллу – с помощью твердомера WILSON 3JR. Структурные исследования проводили на световых микроскопах Neophot-2 и OLYMPUS GX51, оснащенных компьютерной системой анализа изображений, на сканирующем электронном микроскопе LEO 430i с приставкой Oxford Instruments для локального рентгеноспектрального анализа, на просвечивающем электронном микроскопе ЭМВ-100л при ускоряющем напряжении 100 кВ, на просвечивающем электронном микроскопе JEM-200CX при ускоряющем напряжении 160 кВ. С применением светового микроскопа МБС-10 измеряли параметры изломов – полуширину губ среза и глубину зоны стабильного роста трещины на поверхности изломов.

Испытания на растяжение осуществляли на цилиндрических образцах диаметром 4 мм с длиной рабочей части 20 мм на установке Instron 3382 в соответствии с ГОСТ 1497. Для испытаний на ударную вязкость использовали стандартные образцы Шарпи с V-образным надрезом и образцы Менаже с U-образным надрезом. Испытания на ударный изгиб проводили в соответствии с ГОСТ 9454 при температурах 20, -20, -60, -80, -100, -115 и -196 °С на копре Zwick/Roell RKP 450 с записью диаграммы деформирования. Испытания на усталость в условиях изгиба с вращением с частотой 50 Гц выполняли с использованием гладких цилиндрических образцов и образцов с концентратором напряжений – V-образным надрезом.

Изменение массы образцов при коррозионных исследованиях оценивали с помощью весов фирмы Sartorius с точностью до пятого знака. Скорость растворения пластин определяли

методом непрерывного измерения массы по наклону нормированной кривой. Нормирование осуществляли делением текущих значений массы на значение, зафиксированное в начале эксперимента (через 10–15 с, в течение которых устанавливалось равновесное состояние в жидкой среде после подвешивания ячейки). Испытания на коррозионное растрескивание под напряжением проводили в 3,5%-ном водном растворе NaCl по схеме чистого изгиба при постоянной нагрузке (по методу Брауна) на базе 100 ч при 20 °С. Использовали призматические образцы размером 55×10×10 мм с V-образным надрезом.

Энергию дефекта упаковки (ЭДУ) оценивали по измеренной равновесной ширине расщепления полных скользящих дислокаций в ГЦК-решетке на две частичные дислокации Шокли [87]:  $a/2\langle 110 \rangle \rightarrow a/6\langle 112 \rangle + a/6\langle 112 \rangle$ . Использовали просвечивающий электронный микроскоп JEM-200CX (ускоряющее напряжение 160 кВ).

### **Научная новизна диссертационной работы:**

1. Построена фазовая диаграмма хром-марганцевой высокоазотистой аустенитной стали с переменным содержанием марганца и зависящего от него равновесным содержанием азота. Установлены положения границ аустенитной области для диапазона температур 500–1600 °С в зависимости от содержания марганца и азота. Показано, что с повышением концентрации марганца снижаются температуры солидус и ликвидус, при этом температурный интервал между ними изменяется немонотонно, достигая максимума (68 °С) при 12% Mn и минимума (47 °С) при 20% Mn. Обнаружена сильная зависимость от содержания марганца температуры существования охрупчивающей  $\sigma$ -фазы.
2. На примере стали 05X20Г10НЗАМФ показано, что основным механизмом разрушения в интервале вязко-хрупкого перехода стали после закалки от 1100 °С и выдержки при 850 °С является образование ГЦК-фасеток внутризеренного разрушения, сдвиговых и плоских ямок, языков сдвига и фасеток межзеренного разрушения. Предложена модель образования ГЦК-фасеток скола в высокоазотистых аустенитных сталях, заключающаяся в облегчении скольжения дислокаций в предшествующем разрушению состоянии и последующего разрушения при напряжении ниже предела текучести материала.
3. Определена энергия дефектов упаковки для высокоазотистых аустенитных сталей различного химического состава. Для всех исследованных составов повышение содержания элементов внедрения, а также суммарного содержания марганца и никеля повышает энергию дефектов упаковки.
4. Определена энергия активации роста зерен аустенита высокоазотистых аустенитных сталей различного состава в процессе высокотемпературной термической обработки. Установлено, что энергия активации роста зерна аустенита при рекристаллизации в интервале температур 900–1100 °С определяется преимущественно зернограничной диффузией

основных компонентов сплава, а в интервале температур 1100–1200 °С преобладают процессы объемной диффузии.

5. Применительно к высокоазотистым аустенитным сталям продемонстрирована эффективность прогнозирования температуры вязко-хрупкого перехода и коррозионной стойкости по параметру деформационной нестабильности аустенита  $Md_{30}$ . Показано, что в отличие от традиционных аустенитных сталей, для которых этот параметр соответствует температуре превращения 50% аустенита в мартенсит при 30% деформации растяжением, для высокоазотистых аустенитных сталей он является условной величиной вследствие повышения стабильности аустенита.

6. Впервые показано, что для высокоазотистых аустенитных сталей объемный эффект превращения при распаде метастабильного аустенита может быть отрицательным и приводить к формированию растягивающих напряжений, что отличает высокоазотистые аустенитные стали от традиционных аустенитных сталей, для которых этот объемный эффект всегда положительный. Показано, что хром и никель практически не влияют на объемный эффект превращения, который целиком и полностью определяется содержанием азота и марганца.

7. Установлено, что при высоком содержании марганца (около 17%) аустенитная фаза сохраняет стабильность при охлаждении до криогенных температур. При более низком содержании этого элемента охлаждение до криогенных температур вызывает протекание мартенситного  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращения. Установлено, что старение высокоазотистых аустенитных сталей в интервале температур 500–800 °С приводит к гомогенному распаду пересыщенного  $\gamma$ -твердого раствора с образованием изоморфных частиц нитрида CrN.

8. Показано, что в процессе горячей деформации и отжига Cr-Mn-Ni высокоазотистой аустенитной стали, содержащей 0,11% бора, образуется карбонитридная фаза  $B_{13}N_{13}C_{74}$  с ГПУ-решеткой, обладающая низкими прочностными и упругими свойствами, что существенно снижает ударную вязкость исследованной стали по сравнению с аналогичными Cr-Mn-Ni высокоазотистыми аустенитными сталями, не содержащими бора.

9. Определены температурный интервал нагрева и длительность изотермической выдержки для процесса собирательной рекристаллизации сталей типа 0X20AG12H4 и высокоазотистых аустенитных сталей, дополнительно легированных молибденом, ванадием и ниобием, обеспечивающие требуемые прочность и твердость за счет формирования необходимого размера зерна  $\gamma$ -фазы.

10. Установлено максимальное содержание марганца и азота в высокоазотистых аустенитных сталях, способствующие формированию сжимающих остаточных напряжений при распаде метастабильного аустенита в процессе старения составляющее 3,8; 14,2 и 24,8% Mn при содержании азота 1,1; 0,9 и 0,7% соответственно.

11. Разработана оригинальная рентгеновская методика определения остаточных напряжений и содержания азота в  $\gamma$ -твердом растворе высокоазотистых аустенитных сталей и азотированных аустенитных сталей, основанная на разделении вкладов в величину периода решетки  $\gamma$ -фазы упругих напряжений и содержания внедренного азота с использованием особенностей упругой анизотропии ГЦК-решетки аустенита.

**Практическая значимость работы состоит в следующем:**

1. Разработаны сталь 05X16Г7АМФ (патент РФ № 2425905) и сталь 02X20АГ10Н4МФБ (патент РФ № 2421538) и режимы их термической и термопластической обработок, в соответствии с которыми проведена их выплавка и горячая деформация в НИЦ «Курчатовский институт»–ЦНИИ КМ «Прометей». Сталь 05X16Г7АМФ по уровню прочности и коррозионной стойкости превосходит применяющуюся аналогичную сталь 10X14Г92СА, а сталь 02X20АГ10Н4МФБ по сочетанию прочностных, пластических и магнитных свойств значительно превосходит применяющуюся аналогичную немецкую сталь типа 05X24АГ7Н18М4, что позволило рекомендовать эти стали в качестве материала перспективных немагнитных деталей судовых конструкций. В соответствии с проведенными испытаниями получен Акт внедрения от 19.08.2019 г.

2. Разработана сталь 04X21Г11Н3АМФ (патент РФ № 2367710), предложены режимы ее термической и термопластической обработок, в соответствии с которыми проведена выплавка и горячая деформация во ФГУП «ВИАМ». Установлено, что по уровню прочности сталь 04X21Г11Н3АМФ превосходит аналогичные полуфабрикаты из применяющихся в настоящее время отечественных и зарубежных аналогов немагнитных сталей AISI 304 и серийной немагнитной стали 07X21Г7АН5. В соответствии с проведенными испытаниями получен Акт опытного опробывания от 12.09.2019 г.

3. Разработана технология высокоградиентной направленной кристаллизации стали 05X22АГ15Н8М2Ф, позволившая получить слитки с повышенными прочностью, пластичностью и более однородным распределением микротвердости по сечению по сравнению с литыми заготовками, полученными традиционным способом.

**Положения, выносимые на защиту**

1. Развитие принципов формирования структурно-фазовых состояний при термических и деформационных воздействиях и подходов к выбору легирующих элементов для управления структурой и свойствами ВАС Fe–Cr–Mn–Ni, Fe–Cr–Mn–Ni–Mo–V–Nb.

2. Зависимость от состава легирующих элементов чувствительности характеристик зеренной структуры аустенита ВАС к температуре и длительности отжига.

3. Существование температурно-временных режимов термической обработки ВАС, при которых структура зерен аустенита стали Fe–Cr–Mn–Ni становится сравнимой со структурой

зерен аустенита стали Fe–Cr–Mn–Ni–Mo–V–Nb, дополнительно легированной Mo, V и Nb, при сопоставимой прочности.

4. Установление взаимосвязи энергии активации роста зерен аустенита ВАС с величиной энергии дефектов упаковки.
5. Количественная оценка влияния легирования аустенитообразующими элементами внедрения (углеродом и азотом) и замещения (никелем и марганцем) на величину энергии дефектов упаковки во взаимосвязи с прочностными свойствами исследованных ВАС.
6. Получение количественных данных о влиянии режима термической обработки в температурном интервале 550–1200 °С, выполняемой послековки, на механические свойства ВАС.
7. Установление структурных особенностей механизма разрушения ВАС в интервале вязко-хрупкого перехода.
8. Установление эффективности использования параметра деформационной стабильности аустенита  $Md_{30}$  для прогнозирования температуры вязко-хрупкого перехода и количественной оценки влияния легирующих элементов на коррозионную стойкость ВАС.
9. Установление факта отсутствия склонности ВАС 04X22AG17H8M2Ф и 07X20AG9H8MФ к коррозионному растрескиванию под напряжением в 3,5%-ном водном растворе NaCl.
10. Установление влияния легирования ВАС на величину объемного эффекта распада метастабильного аустенита  $\gamma \rightarrow (\alpha + Cr_2N)$ , определение условий легирования, при которых в ВАС возникает нежелательный отрицательный объемный эффект.
11. Определение влияния легирования бором на структурно-фазовое состояние и физико-механические свойства ВАС.
12. Построение основанной на термодинамических расчетах фазовой диаграммы Fe–Cr–Mn ВАС с переменным содержанием марганца и соответствующим ему равновесным содержанием азота.

**Степень обоснованности научных положений и достоверности полученных результатов.** Обоснованность и достоверность результатов исследований, содержащихся в диссертационной работе, определяются выполнением всех фазово-структурных исследований с использованием комплекса современных приборов и оборудования для изучения структуры и фазового состава, проведением исследований механических и технологических свойств на стандартных образцах с применением высокоточных испытательных машин производства всемирно известных фирм. Для сопоставления собственных экспериментальных результатов со сведениями, известными из зарубежных и российских научных публикаций, использовались современные методы компьютерной обработки.



**Апробация работы.** Основные результаты работы доложены на международных и российских конференциях, таких как: IV Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур», Москва, 8–10 апреля 2008 г.; XIV Международная научно-техническая конференция «Проблемы ресурса и безопасной эксплуатации материалов и конструкций», Санкт-Петербург, 28–29 октября 2008 г.; XIV Международная научно-техническая конференция «Проблемы ресурса и безопасной эксплуатации материалов и конструкций», Санкт-Петербург, 28–29 октября 2008 г.; 3-я Международная научно-техническая конференция «Металлодеформ-2009», Самара, 3–5 июня 2009 г.; VII Международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», Москва, 7–10 ноября 2017 г.; IX Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур», Москва, 24–26 апреля 2018 г.; Всероссийская научно-техническая конференция «Высокопрочные стали для аэрокосмической техники и технологии их производства», Москва, 6 сентября 2019 г.; VIII Международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», Москва, 19–22 ноября 2019 г.; XVI Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов», Москва, 1–4 октября 2019 г.; Научные чтения, приуроченные к 115-летию члена-корреспондента РАН И.А. Одингга «Механические свойства современных конструкционных материалов», Москва, 17–18 сентября 2020 г.

**Личный вклад автора** заключается в инициативе постановки, планирования и выполнения работы по теме диссертации, основывающейся на результатах собственных экспериментов и аналитическом рассмотрении современных научных знаний о химическом составе, структурных превращениях, физико-механических, коррозионных и технологических свойствах ВАС. Большая часть результатов, изложенных в диссертации, получены лично ее автором, другая часть – при его активном участии в работе совместно с коллективами соавторов.

**Публикации.** По теме диссертации опубликовано **30** работ, в том числе **22** статьи в научных рецензируемых изданиях, **4** патента на изобретение и **1** монография.

**Объем и структура диссертационной работы.** Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения, списка цитируемой литературы и приложения. Объем диссертации составляет 253 страницы, включая 126 рисунков, 24 таблицы и список литературы из 174 наименований.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** сформулированы актуальность, основная цель и задачи исследования. Приведена информация о научной новизне и практической значимости полученных результатов.

**В первой главе диссертации** рассмотрены результаты исследований, опубликованных в последние годы, которые представляют наибольший интерес для выработки подходов к решению существующих проблем материаловедения и технологии получения ВАС. Приведены основные результаты изучения способов введения азота в сталь, влияния фазовых и структурных превращений при термических и термомеханических воздействиях на механические свойства ВАС. Уделено внимание изучению структурных параметров и механических свойств ВАС, а также разработке технологических процессов получения и обработки ВАС с целью оптимизации их химического состава и структурного состояния применительно к конкретным условиям эксплуатации, обеспечивающим повышение надежности и долговечности промышленного оборудования.

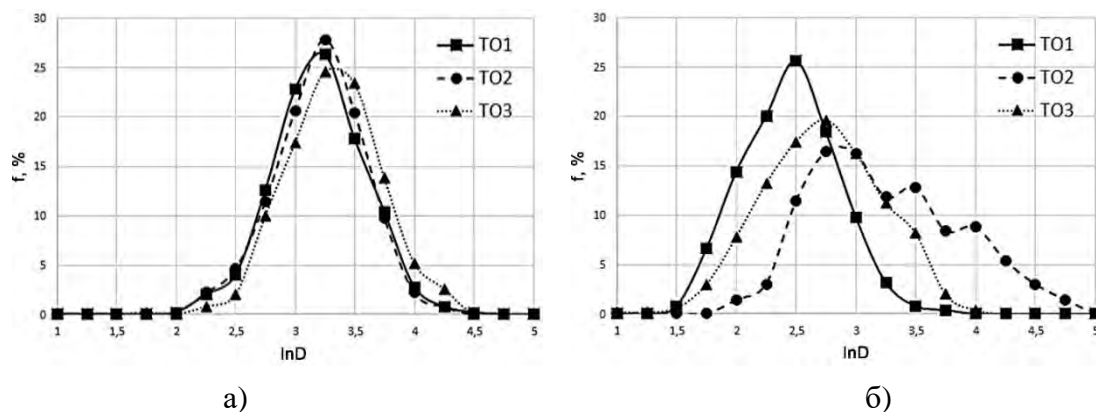
**Во второй главе диссертации** рассмотрены различные аспекты структурообразования ВАС, имеющие принципиальное значение для формирования высоких механических и коррозионных свойств. Изучены структурно-фазовые превращения в ВАС с различным содержанием азота и легирующих элементов в зависимости от режимов кристаллизации, закалки, горячей пластической деформации и старения. Исследованы особенности формирования зеренной структуры аустенита ВАС в связи с тем, что в настоящее время отсутствуют систематические количественные данные о характере зеренной структуры ВАС в зависимости от термической и термопластической обработок.

Для выяснения влияния режима отжига слитки сталей 02X20AG14H8MФ и 02X20AG12H4 ковали в интервале температур 1150–950 °С с суммарным обжатию 70% на прутки прямоугольного сечения. Полученные заготовки подвергали термической обработке по режимам, приведенным в таблице 1. При всех режимах отжига твердость (HV) данных сталей оказалась практически одинаковой.

На рисунке 1 приведены кривые распределения аустенитных зерен по размерам для изученных сталей после термической обработки. Для стали 02X20AG14H8MФ после различных режимов термической обработки кривые распределения практически не различаются (рисунок 1а) в отличие от стали 02X20AG12H4, для которой наблюдаются существенные различия (рисунок 1б) и отмечено смещение кривой распределения в область более крупных зерен. Стабильность структуры стали 02X20AG14H8MФ после различных обработок, безусловно, связана с тормозящим воздействием на зеренную структуру дисперсных частиц нитридов ванадия и молибдена.

**Таблица 1.** Режимы термической обработки сталей 02X20AG14H8MФ и 02X20AG12H4

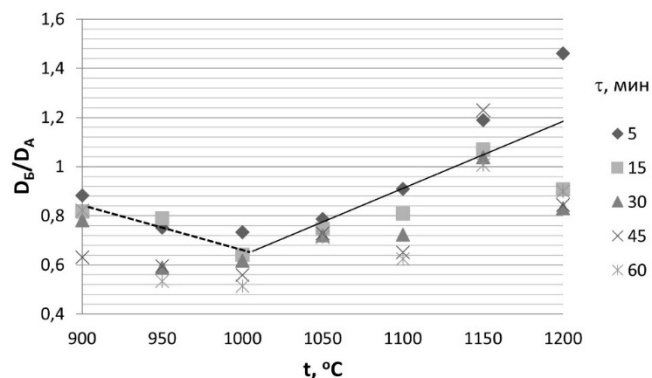
Обработка	Режим
ТО1	Выдержка при 1000 °С, 15 мин, охлаждение в воде
ТО2	Выдержка при 1000 °С, 15 мин, охлаждение в воде + выдержка при 1000 °С, 165 мин, охлаждение в воде
ТО3	Выдержка при 1000 °С, 180 мин, охлаждение в воде

**Рисунок 1.** Кривые распределения зерен по размерам в сталях 02X20AG14H8MФ (а) и 02X20AG12H4 (б) после закалки по различным режимам

Кроме того, при тех же параметрах высокотемпературной обработки исследовали сталь 0X20Г12Н4 двух плавков (А и Б), причем в сталь плавки Б дополнительно вводили микродобавки Мо, V и Nb. Установлено, что средний размер зерна аустенита  $D_t$  при максимальных тепловых выдержках под закалку (60 мин) для плавки А возрос более чем в 30 раз относительно среднего размера зерна послековки  $D_0$ . Результаты исследования показали, что рост зерна в меньшей степени зависит от увеличения длительности тепловой выдержки перед закалкой, чем от температуры нагрева под закалку. Наиболее высокая скорость роста зерна аустенита наблюдается для сталей обеих плавков при температуре нагрева выше 1100 °С.

Сравнение среднего размера зерна в стали плавков А ( $D_A$ ) и Б ( $D_B$ ) после различных режимов термической обработки показало (рисунок 2), что в интервале температур 900–1000 °С с увеличением длительности выдержки соотношение  $D_B/D_A$  уменьшается. Это свидетельствует о том, что в указанном температурном интервале при одинаковых параметрах обработки зерна в стали плавки А крупнее, чем в стали плавки Б. Подобное различие достигает максимума при 1000 °С. Как известные, так и результаты собственных исследований показывают, что при такой температуре в структуре ВАС происходит полное растворение нитридов хрома. Таким образом, в структуре стали плавки А полностью исчезают дисперсные частицы нитрида хрома, тормозящие рост зерен, в то время как в структуре стали плавки Б сохраняются более тугоплавкие нитриды ванадия. По мере роста температуры нагрева под закалку выше 1000 °С наблюдается увеличение соотношения  $D_B/D_A$ , начиная с 1150 °С зерна

аустенита в стали плавки А мельче, чем в стали плавки Б ( $D_B/D_A > 1$ ) при любой длительности выдержки под закалку. Таким образом, существуют режимы термической обработки, при которых процессы рекристаллизации протекают так, что менее легированная сталь плавки А имеет более дисперсную структуру по сравнению со сталью плавки Б.



**Рисунок 2.** Зависимость отношения среднего размера зерен в стали 0X20Г12Н4 плавки Б и А от температур нагрева под закалку

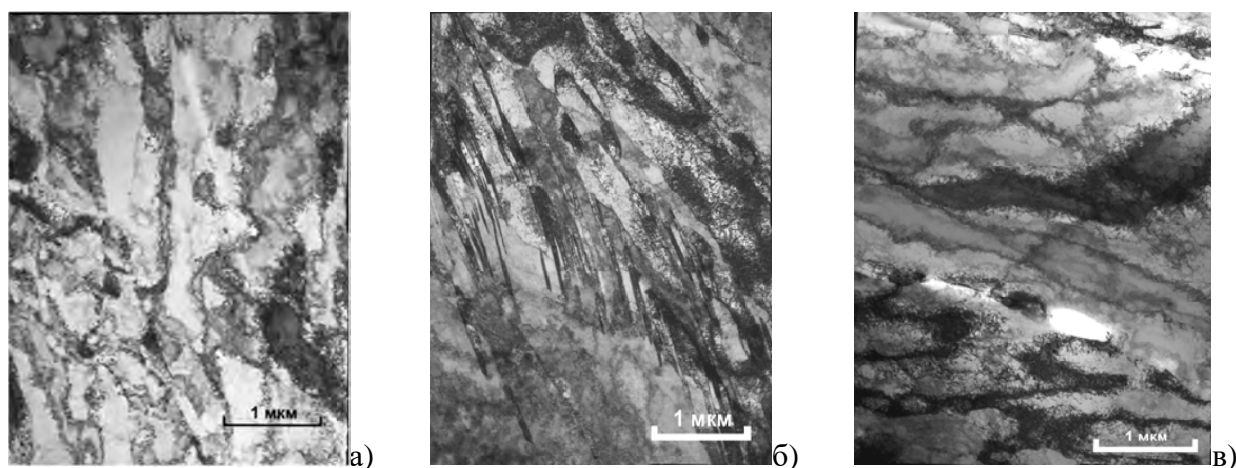
Изучено влияние условий горячей прокатки на структуру ВАС и механические свойства ВАС 05X21Г9Н7АМФ (0,56 % N) и 04X22Г12Н4АМФ (0,49 % N). Исследование проводили после горячей прокатки в температурных интервалах 1100–900, 1050–900 и 950–900°C с суммарным обжатием 70%. Установлено, что прокатка по выбранным режимам обеспечивает высокие механические свойства исследованных сталей (таблица 2).

**Таблица 2.** Параметры структуры и механические свойства исследуемых сталей после горячей прокатки в различных температурных интервалах

Сталь	Температурный интервал прокатки, °C	$\sigma_b$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %	$\psi$ , %	КСУ, МДж/м <sup>2</sup>	Количество фаз, об. %		Период решетки, Å, фаз	
							$\gamma$	$\alpha$	$\gamma$	$\alpha$
05X21Г9Н7АМФ	1000–900	1202	1139	3/3	5/4	0,75	100	–	3,60/6	–
	1100–900	1157	1067	2/8	5/3	1,08	100	–	3,61/2	–
04X22Г12Н4АМФ	950–900	1166	1142	2/1	1/8	0,23	98	2	3,60/7	2,87/6
	1000–900	1055	906	3/5	5/4	1,17	97	3	3,61/2	2,87/8

Сталь 05X21Г9Н7АМФ с более высоким содержанием никеля и азота имеет полностью аустенитную структуру и не содержит ферромагнитных фаз. Сталь 04X22Г12Н4АМФ содержит 2–3% ферромагнитной фазы. Электронно-микроскопические исследования показали, что в структуре стали 05X21Г9Н7АМФ после прокатки в интервале температур 1100–900 °C присутствуют два типа структурных составляющих: равноосные фрагменты

размером 0,5–3,0 мкм (рисунок 3а) и сильно вытянутые полосчатые фрагменты (рисунок 3б). Структура этой стали после прокатки при 1000–900 °С имеет аналогичный характер, но отличается меньшей долей полосчатой составляющей структуры (рисунок 3в). При этом полосчатые фрагменты существенно тоньше (0,05–0,25 мкм). Обнаружено, что после прокатки по выбранным режимам у этой стали имеется определенная тенденция к образованию кристаллографической текстуры. Плоскость прокатки в большинстве случаев соответствует ориентировке {110}.



**Рисунок 3.** Фрагментированная структура стали 05X21Г9Н7АМФ после прокатки в интервалах температур 1100–900 °С (а, б) и 1000–900 °С (в)

В стали 05X21Г9Н7АМФ после прокатки при 950–900 °С, в отличие от стали 04X22Г12Н4АМФ, динамической рекристаллизации не обнаружено, а наблюдающиеся области полосчатой структуры являются по существу полосами деформации, то есть границами, соответствующими резкому изменению ориентировки между текстурными компонентами. В стали 04X22Г12Н4АМФ в полосах деформации частично протекают процессы динамической рекристаллизации на участках с сильно разориентированными границами дислокационных фрагментов.

Изучена кинетика роста зерен аустенитной фазы для ВАС трех составов, указанных в таблице 3, в интервале температур 900–1200 °С.

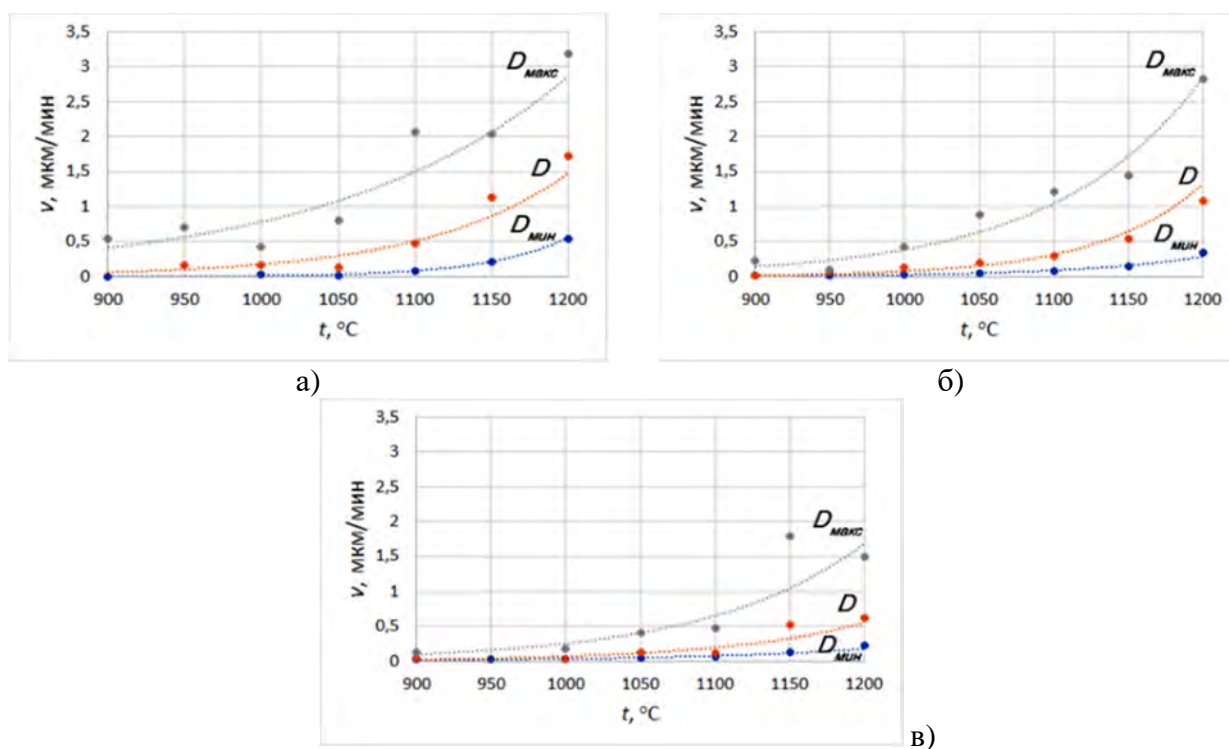
**Таблица 3.** Содержание элементов в исследуемых сталях, % (мас.)

Плавка	Сталь	C	N	Cr	Mn	Ni	Mo	V	Nb	Si	S	Se
1	02X20АГ14Н8МФ	0,024	0,57	20,5	14,5	7,9	0,84	0,19	–	0,25	0,006	–
2	02X20АГ12Н4	0,021	0,58	20,7	12,0	3,95	–	–	–	0,26	0,011	–
3	02X20АГ10Н4МФБ	0,023	0,53	19,9	10,1	3,97	0,80	0,18	0,14	0,29	0,006	0,01

Установлено, что зависимость минимального  $D_{\text{мин}}$ , среднего  $D$  и максимального  $D_{\text{макс}}$  размеров зерна от длительности отжига  $\tau$  в диапазоне 5–60 мин – линейная для всех температур отжига  $t$ . Для оценки скорости роста зерен  $\nu$  при различных  $t$  выполнена

аппроксимация экспериментальных данных линейной зависимостью  $D = v\tau + b$ , где  $v = \operatorname{tg}\alpha$  ( $\alpha$  – угол наклона графика функции  $D = f(\tau)$  к оси абсцисс). Получено, что скорость роста зерен аустенитной фазы стали плавов 1 и 2 при всех температурах примерно одинакова, а зерна плавки 3 растут заметно медленнее. Во всех случаях скорость роста максимального размера зерен наиболее высокая, а зерен минимального размера наиболее низкая.

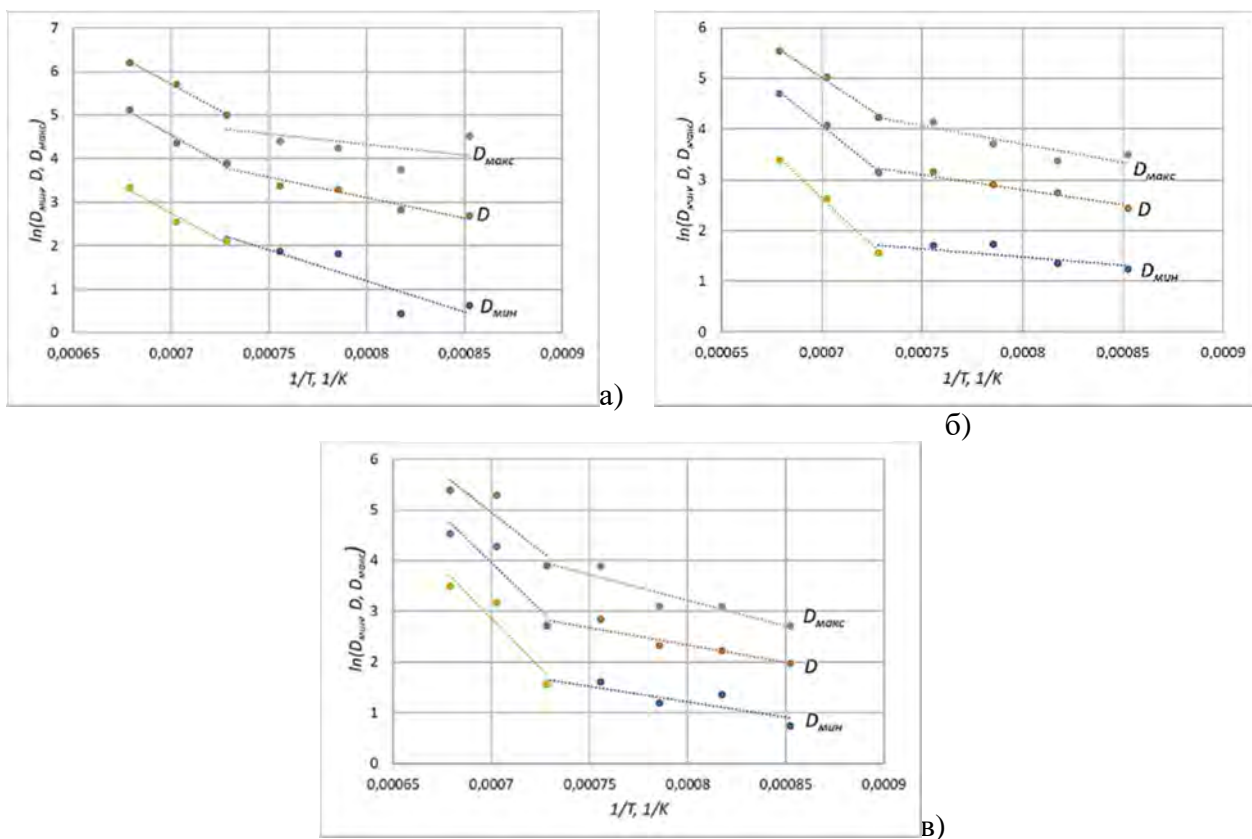
Были построены зависимости отношения скорости роста зерен при различных температурах отжига к скорости роста зерна при минимальной температуре 900 °С. Установлено, что с ростом температуры быстрее всего увеличивается скорость роста зерен у стали плавки 1 (в 300 раз). Для плавки 3 это соотношение не превышает 10. Кроме этого, показано, что зависимость  $v$  от температуры отжига достоверно описывается экспоненциальной функцией вида  $v = ae^{bt}$  для  $D_{\text{мин}}$ ,  $D$  и  $D_{\text{макс}}$  всех плавов (рисунок 4).



**Рисунок 4.** Зависимость скорости роста зерна  $v$  от температуры отжига  $t$  для стали плавов 1 (а), 2 (б) и 3 (в)

Для определения эффективной энергии активации роста зерна  $E$  были построены графики зависимости  $\ln D_{\text{мин}}$ ,  $\ln D$  и  $\ln D_{\text{макс}}$  от  $1/T$  ( $T$  – температура, К) для стали каждой плавки 1. Аппроксимацией получены зависимости вида  $\ln D = k/T + b$  (рисунок 5). Из уравнения Аррениуса  $E = \frac{\ln k_1 - \ln k_2}{\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1}} R$ , где  $R$  – универсальная газовая постоянная, была

рассчитана величина эффективной энергии активации (таблица 4).



**Рисунок 5.** Зависимость  $\ln D_{\min}$ ,  $\ln D$  и  $\ln D_{\max}$  от  $1/T$  при длительности отжига  $\tau = 45$  мин для плавков 1 (а), 2 (б) и 3 (в)

На основании полученных экспериментальных результатов можно заключить, что энергия активации роста зерна аустенита при рекристаллизации в интервале температур 900–1100 °С определяется в основном зернограничной диффузией основных компонентов сплава, а в интервале температур 1100–1200 °С преобладают процессы объемной диффузии.

**Таблица 4.** Эффективная энергия активации роста зерна  $E$  (кДж/моль) для стали трех плавков в интервалах температур 900–1100 °С и 1100–1200 °С

Плавка	1100–1200 °С			900–1100 °С		
	$D_{\min}$	$D$	$D_{\max}$	$D_{\min}$	$D$	$D_{\max}$
1	174,98	193,89	173,65	114,56	76,81	43,95
2	310,44	253,44	199,78	42,91	53,32	68,63
3	325,59	299,94	298,23	46,69	53,04	61,65

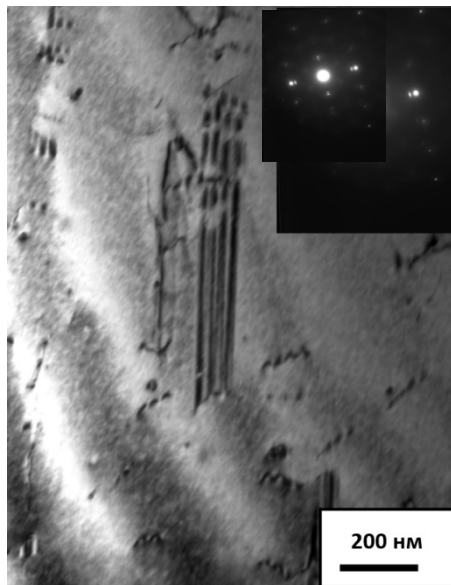
С целью оценки влияния энергии дефектов упаковки (ЭДУ) на механические свойства ВАС выполнено исследование сталей четырех составов, приведенных в таблице 5. Деформация слитков заключалась в ковке при интервале температур 1150–950 °С с промежуточными подогревами, суммарное обжатие составляло ~70%. Для создания в материале равновесных расщепленных дислокаций прямоугольные образцы отжигали при

1000 °С в течение 1 ч и подвергали одноосному сжатию на 2–3% при комнатной температуре, а затем выполняли релаксационный отжиг в течение 0,5 ч при 500 °С.

**Таблица 5.** Содержание элементов в исследуемых сталях, % (мас.)

Сталь	C	N	Cr	Mn	Ni	Mo	V	Nb	Si	S	Se
02X20AG14H8MФ	0,024	0,57	20,5	14,5	7,9	0,84	0,19	–	0,25	0,006	-
02X20AG12H4	0,021	0,58	20,7	12,0	3,95	–	–	–	0,26	0,011	-
05X20A10H3AMФ	0,05	0,53	20,4	10,3	3,1	1,1	0,18	–	0,24	0,07	-
02X20AG10H4MФБ	0,023	0,53	19,9	10,1	3,97	0,8	0,18	0,14	0,29	0,006	0,01

Величину ЭДУ определяли методом просвечивающей электронной микроскопии с помощью микроскопа JEM-200СХ (ускоряющее напряжение 160 кВ) по измерению равновесной ширины расщепления полных скользящих дислокаций в ГЦК-решетке на две частичные дислокации Шюкли:  $a/2\langle 110 \rangle \rightarrow a/6\langle 112 \rangle + a/6\langle 112 \rangle$ . В качестве примера на рисунке 6 приведены типичное электронно-микроскопическое изображение расщепленных дислокаций и дефектов упаковки в структуре ВАС плавки 2 и соответствующая микродифракционная картина.



**Рисунок 6.** Электронно-микроскопическое изображение расщепленных дислокаций и дефектов упаковки в структуре ВАС 02X20AG12H4 и соответствующая микродифракционная картина

Был также определен совместный вклад углерода и азота в ЭДУ исследованных плавок ВАС по уравнению

$$\gamma_{(C+N)} = -5,97 + 39,94(C+N) + 3,81\left(\frac{C}{N}\right). \quad (1)$$

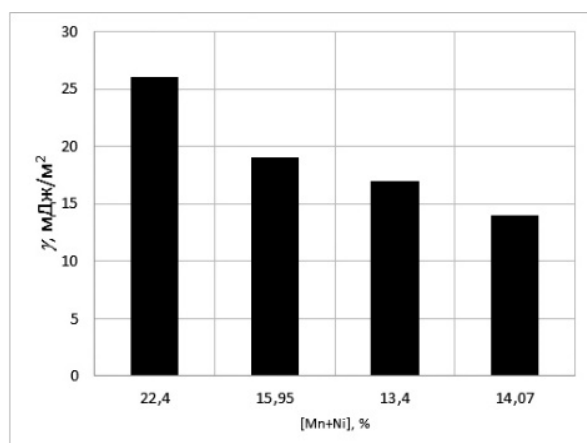


Эта формула пригодна только для ВАС и дает значения ЭДУ, сопоставимые с полученными другими методами при содержании азота более 0,2–0,3%. Полученные экспериментальным и расчетным путем значения ЭДУ приведены в таблице 6.

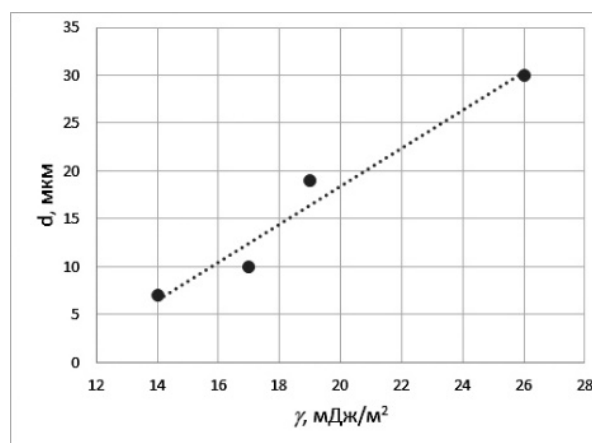
**Таблица 6.** Энергия дефектов упаковки исследованных сталей и вклад в нее углерода и азота

Сталь	ЭДУ общая, мДж/м <sup>2</sup>	Вклад (C+N), мДж/м <sup>2</sup>
02X20AG14H8MФ	26±3	-3,39
02X20AG12H4	19±2	-3,45
05X20A10H3AMФ	17±2	-3,10
02X20AG10H4MФБ	14±1	-3,14

С уменьшением содержания никеля и марганца в сталях наблюдается снижение ЭДУ (рисунок 7а). Установлена прямая зависимость между средним размером зерна и величиной ЭДУ (рисунок 7б). Это может объясняться тем, что в сталях с более низкой ЭДУ затруднено движение дислокаций и, как следствие, миграция границ зерен в процессе рекристаллизации при отжиге.



а)

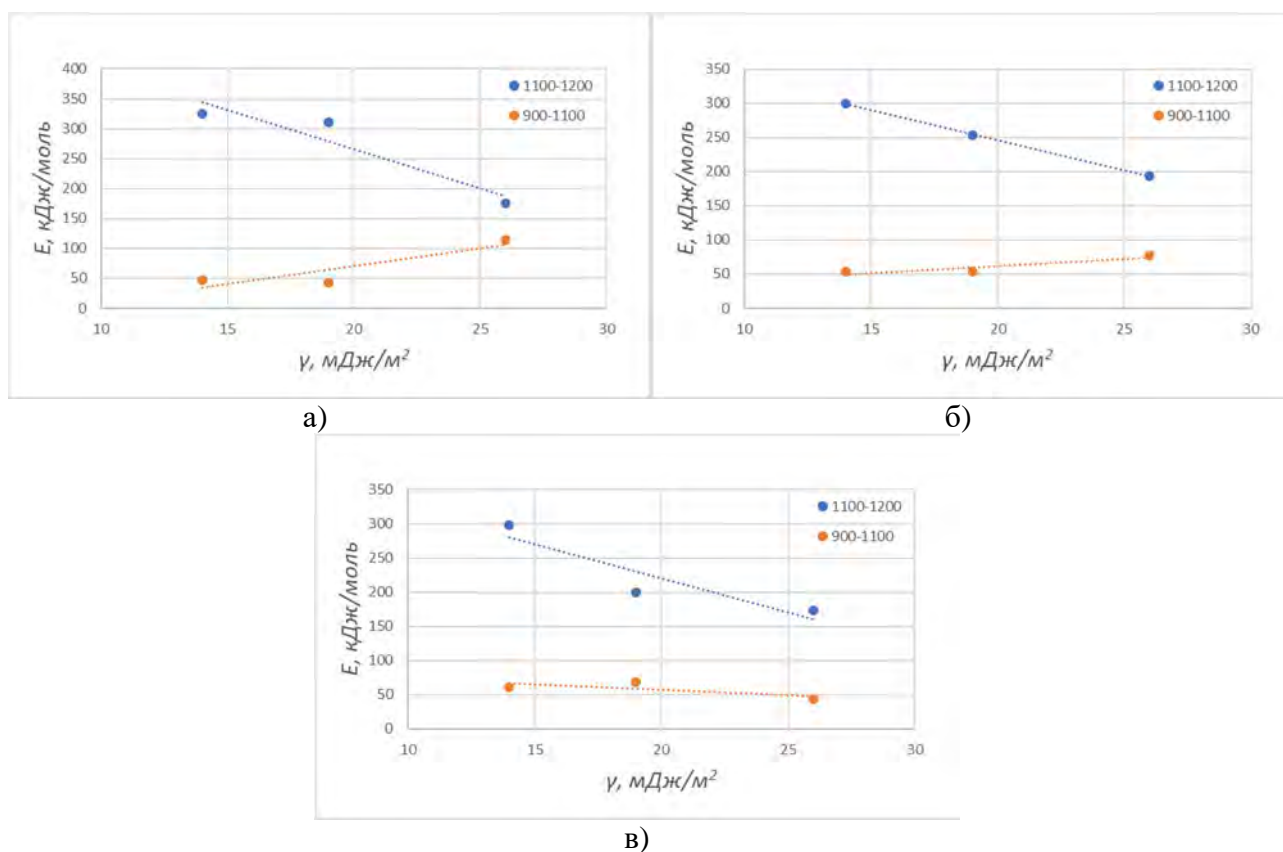


б)

**Рисунок 7.** Зависимость ЭДУ от суммарного содержания никеля и марганца (а) и зависимость среднего размера зерна от ЭДУ (б) для исследованных сталей

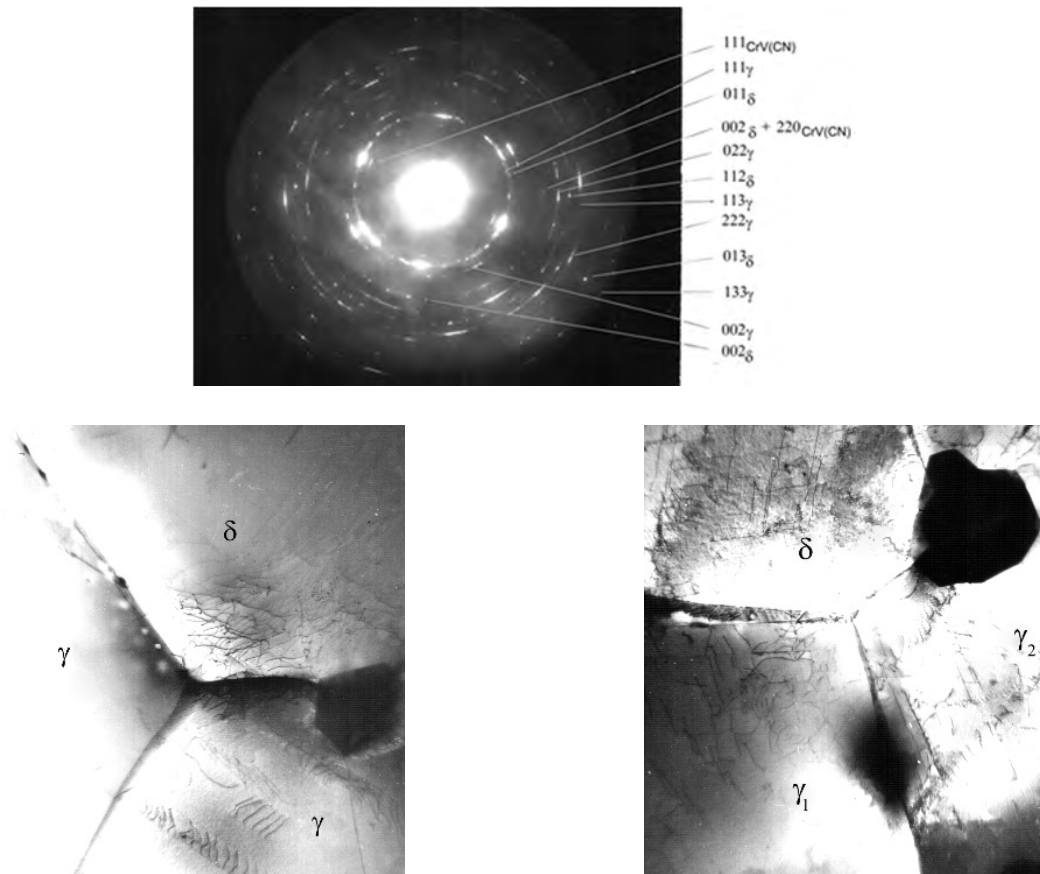
На основании полученных результатов можно констатировать, что снижение значения ЭДУ в исследованных сталях приводит к росту их прочностных свойств в отожженном состоянии и к снижению после горячей деформации. Для всех исследованных составов с увеличением суммарного содержания элементов внедрения (углерода и азота) повышается величина ЭДУ. Аустенитообразующие элементы (никель и марганец) увеличивают ЭДУ пропорционально их содержанию в исследованных сталях. Стали, имеющие низкое значение ЭДУ характеризуются тенденцией к снижению среднего размера рекристаллизованных зерен аустенитной фазы.

С ростом ЭДУ уменьшается энергия активации роста зерен  $E$  в температурном диапазоне отжига 1100–1200 °С (рисунок 8). Увеличение ЭДУ будет снижать количество дефектов, препятствующих объемной диффузии легирующих элементов, которая преобладает в данном температурном диапазоне. С другой стороны, при низких температурах отжига 900–1100 °С, когда превалирует граничная диффузия, с ростом ЭДУ будет увеличиваться размер зерна и уменьшаться протяженность границ, вследствие чего величина  $E$  будет возрастать. Это особенно заметно для зерен минимального (рисунок 8а) и среднего (рисунок 8б) размеров, в то время как для максимальных зерен влияние ЭДУ на величину  $E$  практически отсутствует (рисунок 8в).



**Рисунок 8.** Зависимость энергии активации роста зерен  $E$  от ЭДУ минимального (а), среднего (б) и максимального (в) размера для сталей исследованных плавок

Исследован фазовый состав и тонкая структура ВАС типа 05X20AG10H3MФ с различным содержанием азота (0,40 и 0,53 мас. %) в литом состоянии и после закалки от 1100–1200 °С (рисунок 9). Из данных рентгенофазового анализа следует, что в стали в литом состоянии с 0,53% N наблюдается однофазная аустенитная структура, а в стали с 0,40% N – двухфазная ( $\gamma + \alpha$ ), при этом содержание  $\gamma$ - и  $\alpha$ -фазы составляет 65 и 35% (об.) соответственно.



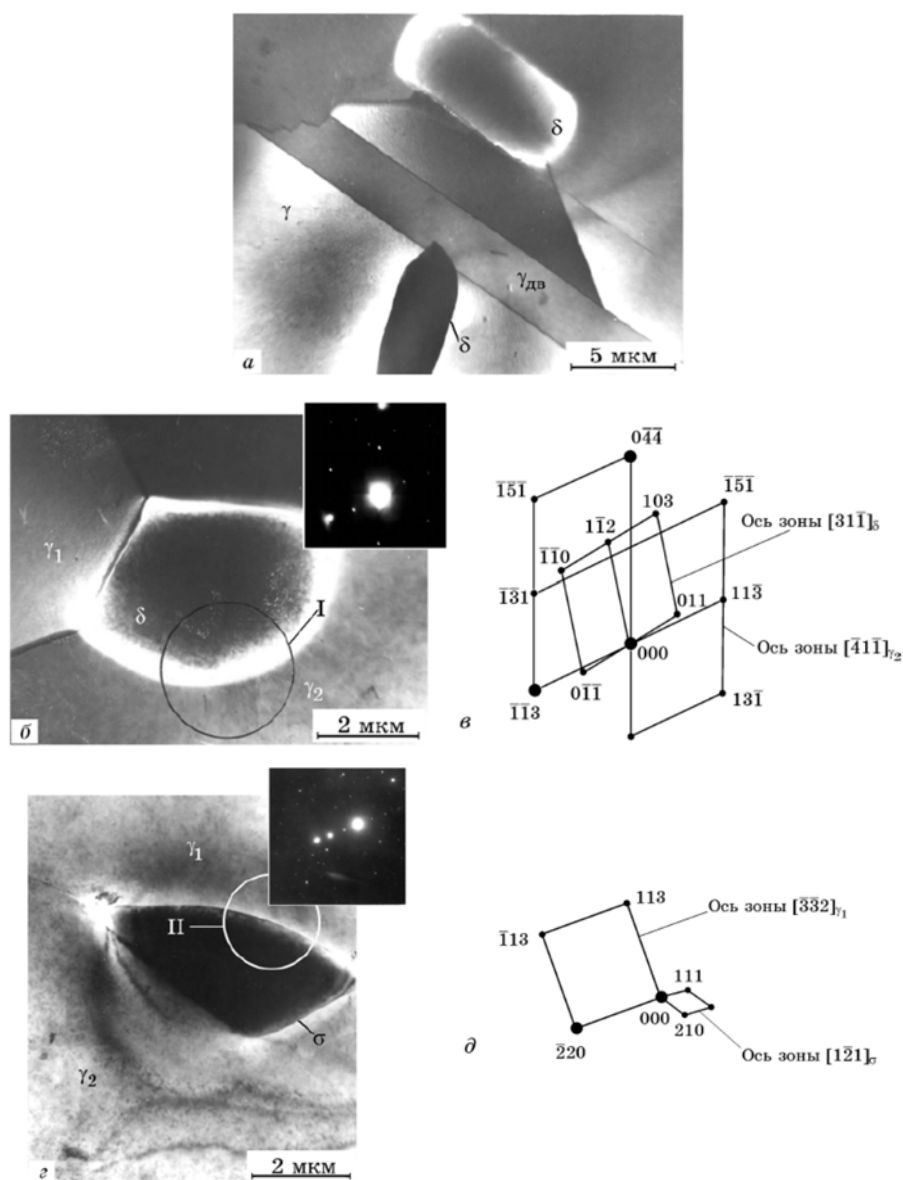
**Рисунок 9.** Электронограмма и светлопольные изображения структуры стали с 0,40% N после закалки от 1100 °С

Электронно-микроскопические исследования подтвердили, что в процессе охлаждения расплава аустенит претерпевает гомогенный распад с образованием ультрадисперсных частиц карбонитрида  $\text{CrV}(\text{C},\text{N})$ . Основная структурная составляющая стали с 0,53% N (аустенит) содержит очень малую скалярную плотность дислокаций. Отдельные дислокации отмечены вблизи частиц неметаллических включений и вблизи межфазных границ  $\gamma$ - $\delta$ . Массивные двойники отжига в  $\gamma$ -фазе, характерные для закаленного состояния, в структуре этой стали не наблюдаются. Небольшое количество  $\delta$ -феррита располагается в виде прослоек между зернами аустенитной фазы. Как правило, в  $\delta$ -феррите скалярная плотность дислокаций значительно выше, чем в окружающей аустенитной матрице. После закалки от 1100 и 1200 °С в структуре стали с повышенным содержанием азота выделений  $\delta$ -феррита не обнаружено.

Аустенит стали с меньшим количеством азота при нагреве под закалку претерпевает гомогенный распад с выделением в аустенитной матрице небольшого количества ультрадисперсных частиц карбонитридной фазы  $\text{CrV}(\text{CN})$ . Плотность дислокаций как в аустените, так и в  $\delta$ -феррите невысока. Наблюдается также незначительное количество фасетированных выделений, которые располагались внутри частиц  $\delta$ -феррита, на межфазных

граница. Идентификация этих выделений позволила установить, что они имеют кристаллическую структуру  $\chi$ -фазы.

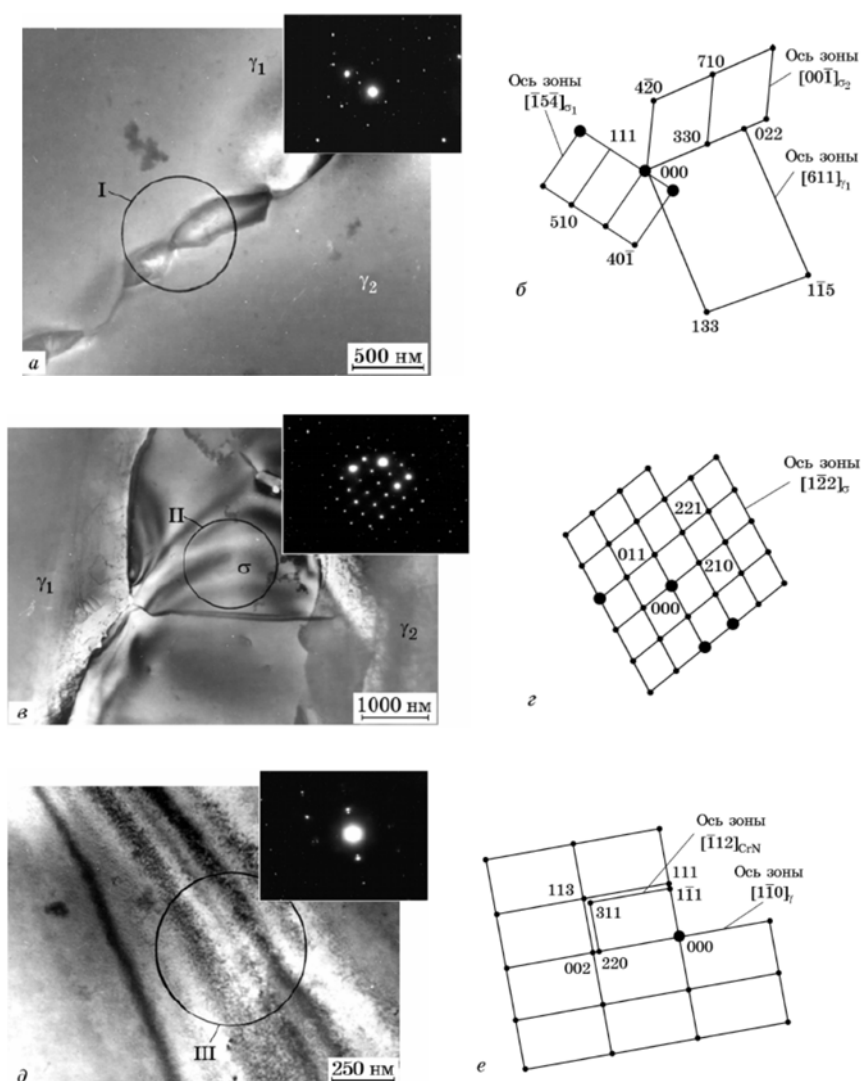
Процессы старения исследованы для стали 04X22АГ17Н8М2Ф (сталь 1) и стали 07X20АГ9Н8МФ (сталь 2) после различных режимов термической обработки. Заготовки закаливали от 1100 °С в воде и подвергали старению при температурах 300–500 °С в течение 2 ч или при 600–800 °С в течение 1 ч. По данным электронно-микроскопических исследований, в структуре закаленной стали 1 присутствуют  $\delta$ -феррит и  $\sigma$ -фаза (рисунок 10а, б). При этом  $\sigma$ -фаза располагается в основном на границах зерен аустенита (рисунок 10г, д), а частицы  $\delta$ -феррита – как внутри зерен аустенита, так и на границах зерен аустенита и двойников (рисунок 10а, б).



**Рисунок 10.** Электронно-микроскопические изображения частиц  $\delta$ -феррита (а, б) и  $\sigma$ -фазы (г) в структуре стали 1 после закалки от 1100°С; вставки на б, г – микродифракционные картины участков I и II соответственно; в, д – схемы расшифровки микроэлектроннограмм, полученных из области на вставках б, г соответственно

В структуре закаленной стали 2 наблюдался мелкозернистый двойникованный аустенит с равномерно распределенными в теле зерен частицами карбонитрида ванадия типа  $V(CN)$ , имеющего ГЦК-решетку.

Структура закаленных сталей 1 и 2 после старения при  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 2 ч, представляет собой в основном аустенит (рисунок 11). Микродифракция позволяет выявить небольшое количество  $\sigma$ -фазы в стали 1. При данной температуре старения наблюдается гомогенный распад пересыщенного азотом  $\gamma$ -твердого раствора с образованием наноразмерных (20–25 нм) нитридов  $CrN$ , имеющих ГЦК-решетку (рисунок 11д, е). В стали 2 старение при  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 2 ч, практически не изменило структуру аустенита по сравнению с закаленным состоянием. Она представляет собой смесь аустенита и карбонитридов ванадия.

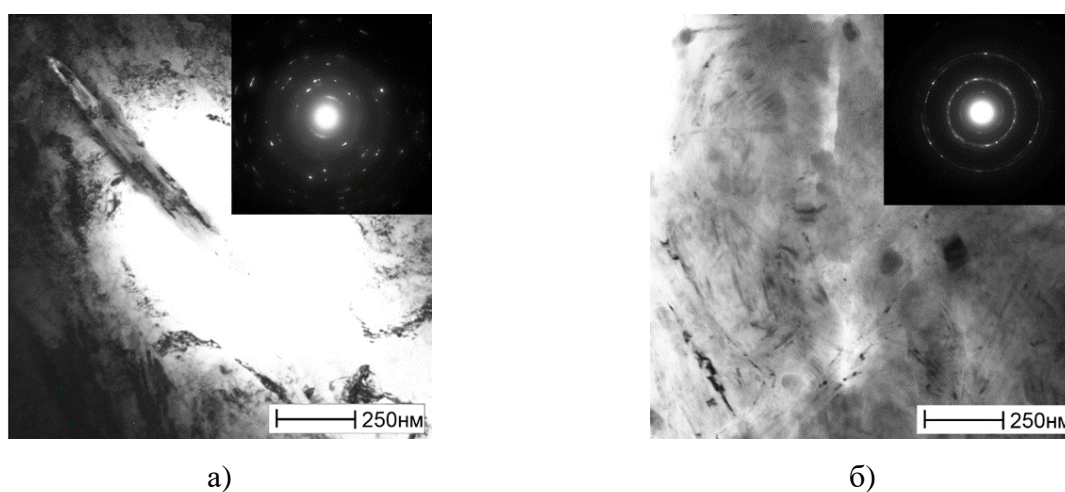


**Рисунок 11.** Электронно-микроскопические изображения и микроэлектронограммы частиц  $\sigma$ -фазы (а, в) и гомогенного распада (д) в стали 1 после закалки от  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$  и старения при  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; б, г, е – схемы расшифровки соответствующих дифракционных картин

Легирование аустенитных сталей бором рассматривается, как способ, позволяющий повысить их износостойкость, квантиционную и радиационную стойкость. Исследовано влияние легирования бором на структуру, свойства и фазовый состав ВАС (таблица 7). Установлено, что в стали, содержащей 0,54% (ат.) бора, в литом состоянии присутствуют фазы BN и FeCrB, после горячей деформации и отжига – фаза  $B_{13}N_{13}C_{74}$  (рисунок 12).

**Таблица 7.** Состав ВАС, легированной бором

Размерность	Содержание элементов, % (мас.)								
	C	N	B	Cr	Mn	Ni	Si	S	P
% (мас.)	0,024	0,78	0,11	22,2	14,41	3,5	0,33	0,005	0,003
% (ат.)	0,11	2,96	0,54	22,70	13,95	3,17	2,96	0,01	0,01



**Рисунок 12.** Частица карбонитрида бора и соответствующая электронограмма в рефлексе  $(100)_{BN C}$  (а) и пленочное выделение карбонитрида бора и соответствующая электронограмма в рефлексе  $(002)_{BN C}$  (б)

Микротвердость карбонитридной фазы мала – 74–95 HV при нагрузке 50,5 мН. Увеличение нагрузки на индентор приводит к разрушению исследуемой частицы карбонитридной фазы и не позволяет провести измерение. Микротвердость аустенитной матрицы составляет 410–450 HV, что является достаточно высоким значением для высокоазотистых аустенитных сталей после отжига. Величина модуля индентирования, характеризующего упругие свойства материала достигала 145 ГПа для аустенитной матрицы и 74,5 ГПа – для карбонитрида бора. Низкие показатели твердости и упругости свидетельствуют о том, что выделения фазы  $B_{13}N_{13}C_{74}$ , скорее всего, не могут играть положительную роль в упрочнении или повышении износостойкости исследуемой стали, фактически образуя поры в аустенитной матрице. Поры практически не приводят к снижению прочности и пластичности, однако существенно снижают ударную вязкость исследованной стали по сравнению с аналогичными высокоазотистыми Cr–Mn–Ni аустенитными сталями, не содержащими бора (таблица 8).

**Таблица 8.** Механические свойства ВАС, легированной бором

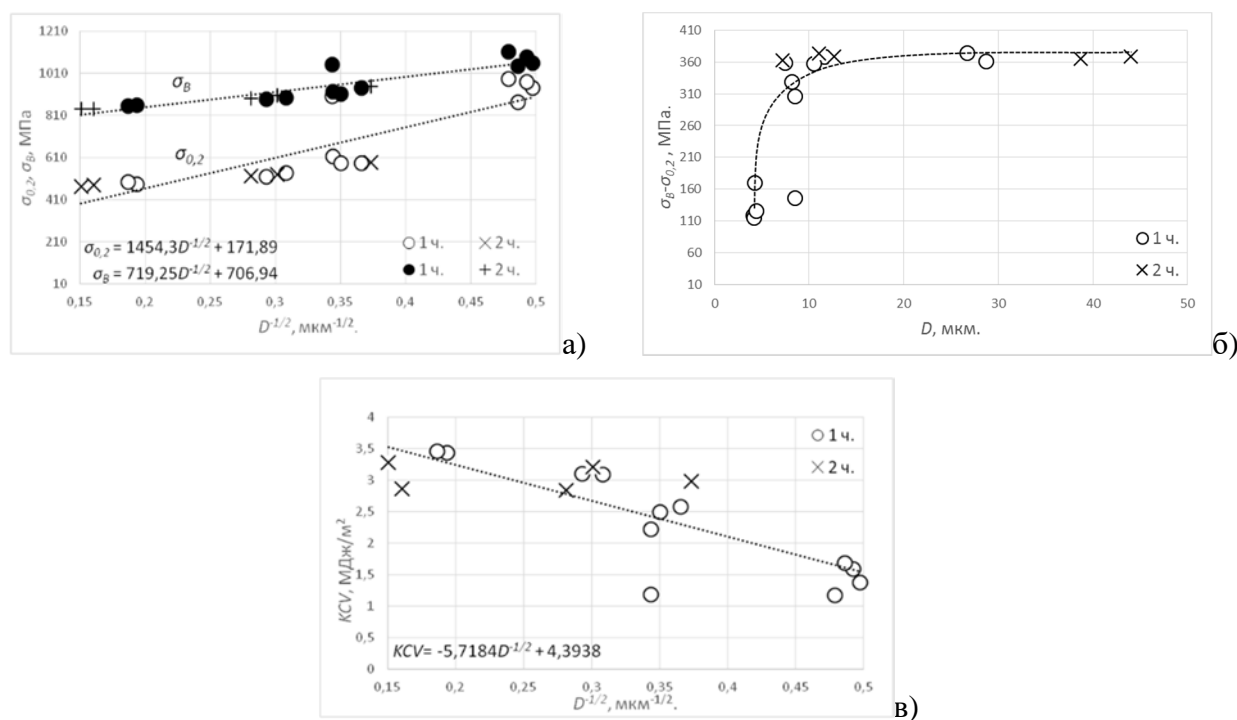
Обработка	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %	KCV <sup>+20</sup> , МДж/м <sup>2</sup>	KCV <sup>-196</sup> , МДж/м <sup>2</sup>
Прокатка при 1150–950 °С	982	712	39,7	0,68	0,28
Прокатка + отжиг при 1100 °С, 1 ч	894	507	60,8	0,98	0,45

В третьей главе диссертации рассмотрены особенности механических свойств ВАС.

Исследованы закономерности влияния структуры, сформированной при термической и термопластической обработках, на механические свойства ВАС. В зависимости от температуры термической обработки процесс формирования структуры ВАС может происходить двояким образом: с образованием вторичных фаз ( $\sigma$ -фаза, Cr<sub>2</sub>N) по границам и внутри деформированных зерен аустенита в диапазоне температур 600–750 °С либо путем их рекристаллизации при нагреве выше 750 °С.

Как показали результаты электронно-микроскопических исследований, при  $t < 850$  °С преобладают процессы выделения вторичных фаз ( $\sigma$ -фазы, нитридов хрома). Выше этой температуры развивается рекристаллизация аустенита, сопровождающаяся растворением вторичных фаз.

Измельчение зерна является одним из основных способов повышения прочностных свойств ВАС. Уравнение Холла–Петча  $\sigma = \sigma_0 + kD^{-1/2}$  применительно к исследованным сталям четко описывает зависимость предела текучести от размера зерна.

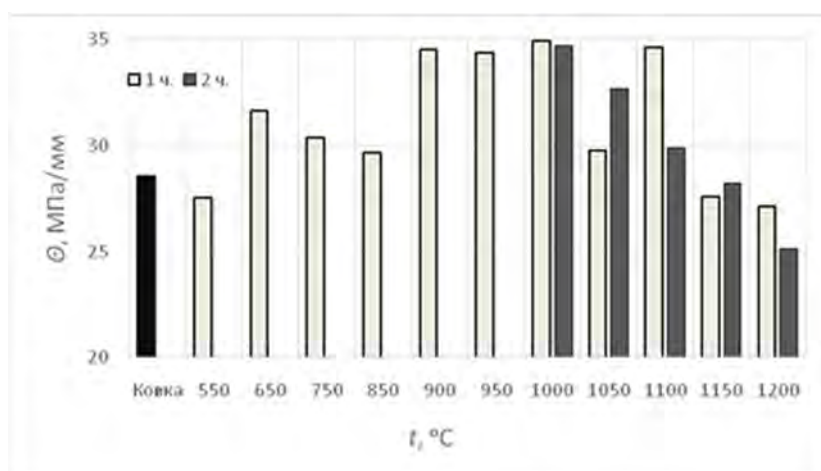


**Рисунок 13.** Зависимости предела текучести  $\sigma_{0,2}$  и временного сопротивления разрыву  $\sigma_B$  от  $D^{-1/2}$  (а),  $\sigma_B - \sigma_{0,2}$  от  $D$  (б), ударной вязкости KCV от  $D^{-1/2}$  (в)

На рисунке 13а показано, что с уменьшением  $D$  увеличивается предел текучести  $\sigma_{0,2}$  и временное сопротивление разрыву  $\sigma_b$  у стали 02Х20АГ10Н4МФБ после отжига. Измельчение зерна до определенной величины оказывает более сильное влияние на рост  $\sigma_{0,2}$ , чем на рост  $\sigma_b$ . Так, разность между величинами  $\sigma_b$  и  $\sigma_{0,2}$  резко возрастает с ростом  $D$  с 4 до 12 мкм, а затем она сохраняется практически постоянной (рисунок 18б). Это может указывать на то, что сталь в области малых  $D$  обладает низкой вязкостью. Действительно, существует зависимость между ударной вязкостью KCV стали после отжига и  $D$ , которая обратна зависимости Холла–Петча, (рисунок 13в).

В диапазоне температур термической обработки 550–850 °С прочностные свойства исследуемой стали мало изменяются. Термическая обработка при 550 °С практически не влияет на  $\sigma_{0,2}$  и  $\sigma_b$  (по сравнению с состоянием послековки). При повышении температуры отжига до 900 °С наблюдается резкое снижение  $\sigma_{0,2}$  и  $\sigma_b$ . Увеличение времени отжига приводит к более интенсивному разупрочнению стали.

Зависимость между характером деформационного упрочнения стали 02Х20АГ10Н4МФБ от термической обработки представлена на рисунке 14. Поскольку упрочнение имеет близкий к линейному характер, за коэффициент упрочнения для каждого структурного состояния стали принимали постоянную величину  $\Theta = d\sigma/d\varepsilon$  на соответствующем участке кривой. Видно, что наблюдается рост  $\Theta$  до температуры отжига 1000 °С, при которой достигается максимальное упрочнение стали 02Х20АГ10Н4МФБ. Можно отметить, что максимальное значение коэффициента упрочнения соответствует состоянию структуры с малым размером зерна и высоким насыщением аустенита азотом в результате диссоциации нитрида хрома. С развитием собирательной рекристаллизации, приводящей к росту зерен аустенита, коэффициент упрочнения уменьшается.

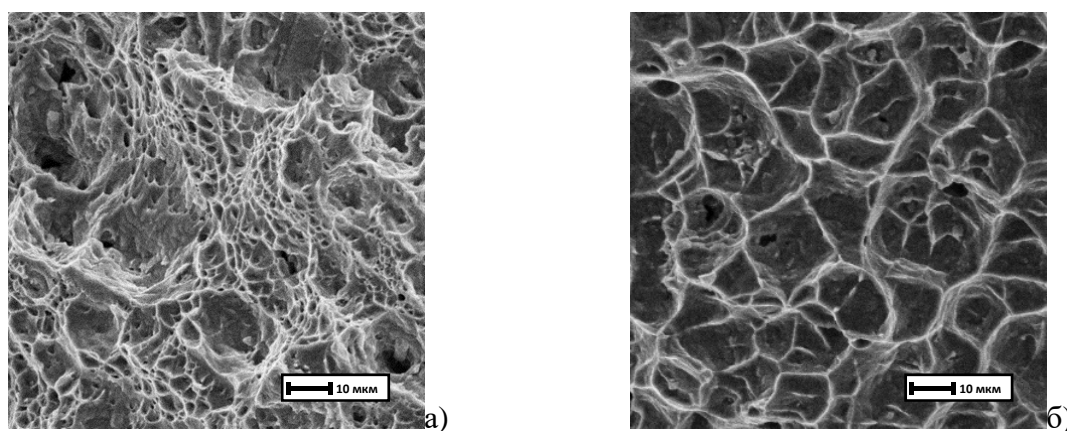


**Рисунок 14.** Зависимость коэффициента упрочнения  $\Theta$  от температуры отжига  $t$



В отличие от прочностных характеристик, пластические свойства стали 02Х20АГ10Н4МФБ в основном увеличиваются прямо пропорционально росту  $t$ , что, видимо, обусловлено уменьшением протяженности межзеренных границ, являющейся важным фактором, облегчающим развитие трещины при ударном нагружении. Вместе с тем при температурах термической обработки 750 и 850 °С наблюдается аномальное снижение КСВ и в меньшей степени относительного удлинения  $\delta$ . Это может быть связано с интенсивным выделением при данных температурах отжига охрупчивающих фаз.

После любых режимов термической обработки образцы из стали 02Х20АГ10Н4МФБ в результате испытания на ударную вязкость имеют вязкий излом (рисунок 15). Картина излома очень рельефная, а ямки вязкого разрушения существенно различаются по размеру.



**Рисунок 15.** Поверхность изломов стали 02Х20АГ10Н4МФБ после испытания на ударный изгиб: а) – ковка; б) – последующий отжиг при 1200 °С, 2 ч,  $\times 1000$

Следует отметить, что взаимосвязь между КСВ и относительного сужения  $\psi$  образца при испытании на растяжение не имеет однозначного характера: в целом наблюдается снижение КСВ с ростом  $\psi$ , и лишь при  $\psi > 50\%$  их зависимость прямо пропорциональная.

Исследованы особенности разрушения при ударном нагружении, связанные с вязкохрупким переходом (ВХП). ВАС принадлежат к материалам, проявляющим ВХП, свойственный материалам с ОЦК-решеткой. Условную температуру ВХП представляется возможным оценивать по характеру излома (количеству вязкой составляющей) и по температурной зависимости ударной вязкости – на «падающей» ветви кривой по значению ударной вязкости, соответствующему абсолютному значению 40 Дж/см<sup>2</sup>.

Была исследована сталь 05Х20Г10Н3АМФ, содержащая, % (мас.): 0,05 С; 20,4 Cr; 10,3 Mn; 3,1 Ni; 1,1 Mo; 0,18 V; 0,53 N; 0,24 Si; 0,007 S. Слитки гомогенизировали при 1200 °С в течение 2 ч, затем ковали в интервале температур 1150–950 °С на заготовки сечением 14×14 мм (режим 1). Часть образцов после ковки закаливали от 1100 °С в воде (режим 2), другую часть подвергали нагреву при 850 °С в течение 0,5 ч (режим 3) и 6 ч (режим 4) с охлаждением

на воздухе. Определяли работу зарождения трещины  $A_z$ , работу распространения трещины  $A_p$ , а также параметры изломов – полуширину губ среза ( $\lambda/2$ ) и глубину зоны стабильного роста трещины на поверхности изломов ( $l_c$ ), характеризующие пластичность материала на стадии зарождения трещины и его вязкость на стадии роста трещины соответственно.

Установлено, что в процессековки при 1150–950 °С (режим 1) формируется аустенитная структура с большим количеством деформационных двойников и небольшим количеством относительно крупных нитридных частиц. Нагрев кованых заготовок при 1100 °С в течение 1 ч последующим охлаждением в воде (режим 2) приводит к практически полному растворению нитридных частиц, рекристаллизации с увеличением среднего размера зерна аустенита до 20–25 мкм и образованию двойников отжига, характерных для Cr–Mn и Cr–Mn–Ni ВАС. После нагрева до 850 °С и выдержки 0,5 ч (режим 3) в структуре закаленной стали наблюдается небольшое количество зернограничных выделений. Увеличение длительности выдержки до 6 ч при 850 °С (режим 4) приводит к интенсивному распаду пересыщенного азотом аустенита с образованием крупных частиц нитридов хрома Cr<sub>2</sub>N по механизму прерывистого распада. Объемная доля распавшегося аустенита составляет около 17%.

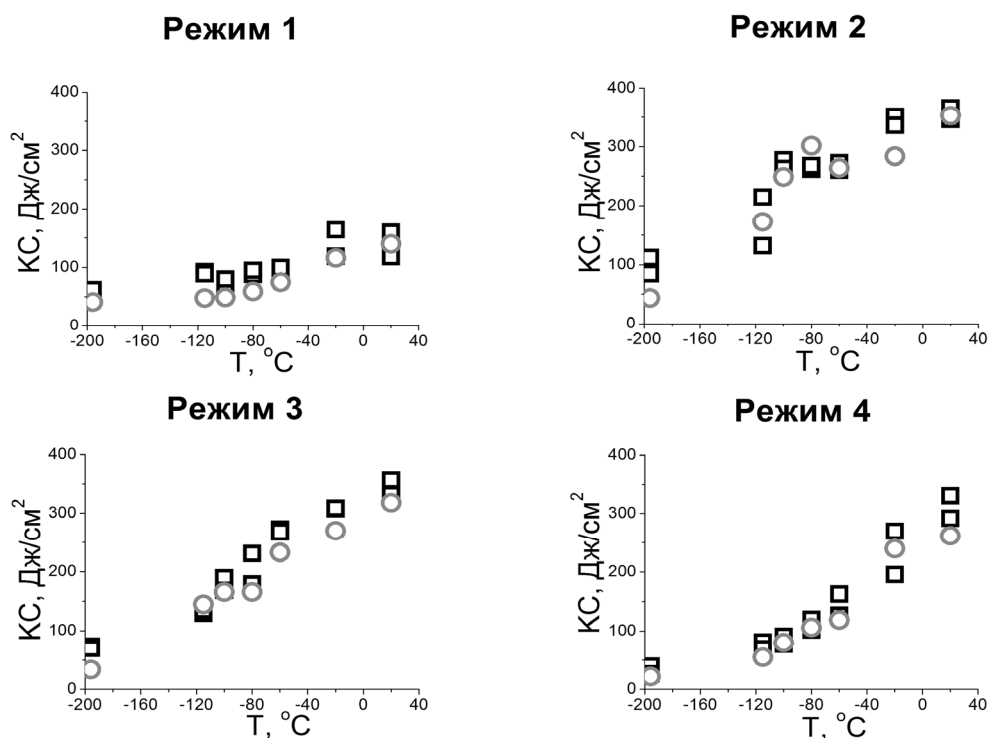
В таблице 9 приведены стандартные механические свойства стали при растяжении. Следует отметить, что сталь послековки (режим 1) имеет наиболее высокую прочность, удовлетворительные пластичность и динамическую трещиностойкость. Последующая термическая обработка по режимам 2 и 3 значительно снижают предел текучести и приводит к некоторому снижению прочности при росте  $J^{20}$ ,  $J^{-196}$  и уменьшении температуры ВХП. Обработка по режиму 4 резко снижает ударную вязкость при –196 °С.

**Таблица 9.** Механические свойства стали после обработки по режимам 1-4

Режим обработки	$\sigma_b$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %	$\psi$ , %	$t_{ВХП}$ , °С	$J^{20}$ , Дж/м <sup>2</sup>	$J^{-196}$ , Дж/м <sup>2</sup>	$KC^{20}$ , Дж/м <sup>2</sup>	$KC^{-196}$ , Дж/м <sup>2</sup>
1	1064	918	28,9	38,9	–80	164,4	103,6	139	53
2	900	530	56,5	59,2	–115	288,4	157,3	355	81
3	849	476	54,3	60,1	–100	267,7	125,3	336	59
4	845	464	52,3	58,0	–80	247,6	57,9	295	29

Примечание.  $J^{20}$ ,  $J^{-196}$  – динамическая трещиностойкость при температурах 20 и –196 °С;  $KC^{20}$ ,  $KC^{-196}$  – ударная вязкость при температурах 20 и –196 °С.

На рисунке 16 приведены температурные зависимости ударной вязкости образцов из исследуемой стали с U- и V-образными надрезами для всех четырех режимов обработки.

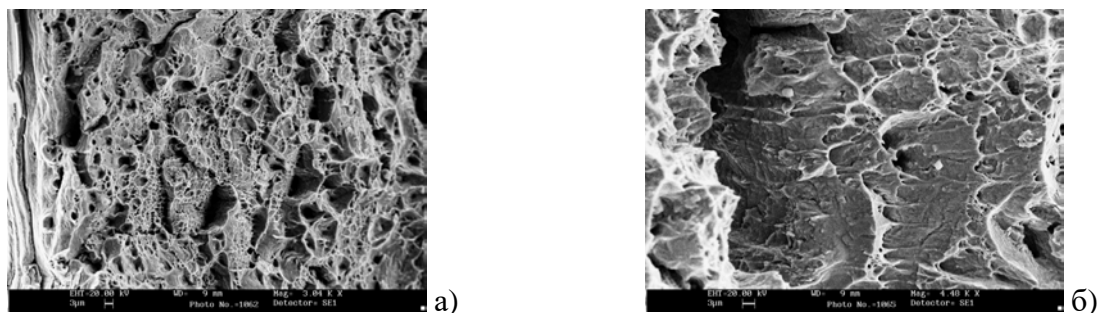


**Рисунок 16.** Температурные зависимости ударной вязкости стали 05X20Г10НЗАМФ; круглые и квадратные точки – результаты испытаний образцов с V- и U-образным надрезом соответственно

Мелкозернистые образцы (режим 1), сохраняющие, как можно полагать, послековки высокую плотность дислокаций и низкую возможность их перемещения в условиях ударного нагружения во всем температурном интервале испытаний, имеют слабую температурную зависимость ударной вязкости, при этом по абсолютным значениям она превосходит условный порог хладноломкости  $40 \text{ Дж/м}^2$ . Закалка от  $1100 \text{ }^\circ\text{C}$ , а также последующий кратковременный (0,5 ч) отжиг (режимы 2 и 3) обеспечивают наибольшие значения ударной вязкости, оцененной на образцах с надрезами обоих видов. Ковка с последующими закалкой от  $1100 \text{ }^\circ\text{C}$  и отжигом при  $850 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 6 ч приводят к наименьшим значениям ударной вязкости при  $-196 \text{ }^\circ\text{C}$ . Влияние типа надреза на ударную вязкость незначительно для всех четырех режимов обработки.

Температурные зависимости ударной вязкости в исследованном температурном интервале показывают, что снижение температуры испытания приводит к резкому уменьшению ударной вязкости (в три раза послековки и в шесть раз после закалки). Это позволяет заключить, что материал претерпевает ВХП.

Фрактограммы ударных образцов ВАС подтвердили взаимосвязь образования ГЦК-фасеток с действием сдвиговых напряжений, поскольку при всех режимах термической обработки на изломах наблюдаются проявления сдвигового разрушения, и в частности, язычки сдвига (рисунок 17).



**Рисунок 17.** Поверхность разрушения образцов стали 05X20Г10Н3АМФ после отжига при 1100 °С (а) и кратковременной (0,5 ч) выдержки при 850 °С (б). Язычки сдвига. Температура испытания –60 °С

В четвертой главе рассмотрены некоторые особенности коррозионной стойкости ВАС. Выполнено исследование коррозионной стойкости ВАС 04X22АГ17Н8М2Ф и 07X20АГ9Н8МФ. в 3,5%-ном водном растворе NaCl. Образцы отожженных сталей подвергали старению при температурах 300, 400 и 500 °С в течение 2 ч, а также при 600,700 и 800 °С в течение 1 ч.

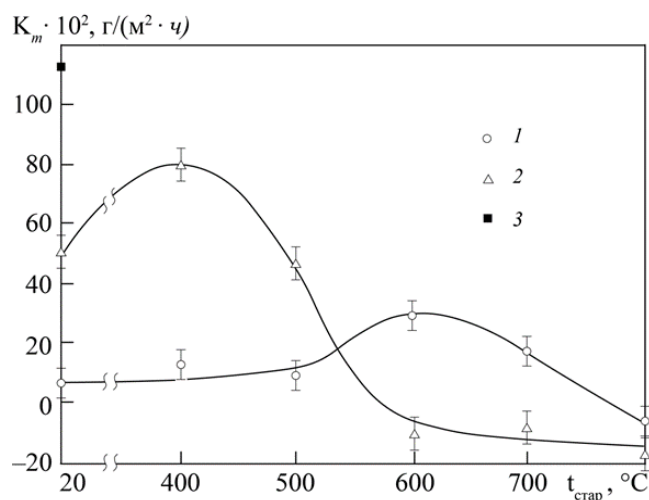
Скорость коррозии  $K_m$  определяли как

$$K_m = \Delta m / S\tau, \text{ г}/(\text{м}^2 \cdot \text{ч}), \quad (2)$$

где  $\Delta m$  – изменение массы образца в результате коррозии;  $S$  – площадь образца, контактирующая с коррозионной средой;  $\tau$  – длительность выдержки в коррозионной среде.

Анализ результатов механических испытаний показывает, что прочностные характеристики у стали 07X20АГ9Н8МФ выше, чем у стали 04X22АГ17Н8М2Ф, в большей степени это проявляется у предела текучести, который для стали 07X20АГ9Н8МФ после закалки выше на 300 МПа, в то время как предел прочности всего на 115 МПа. Это может быть связано с существенно более мелким зерном аустенита, средний размер которого составляет около 10 мкм для стали 07X20АГ9Н8МФ и около 100 мкм для стали 04X22АГ17Н8М2Ф. Электронно-микроскопические исследования показали, что в стали 07X20АГ9Н8МФ присутствуют карбонитриды ванадия, которые являются эффективными препятствиями для роста аустенитного зерна при нагреве под закалку (1100 °С).

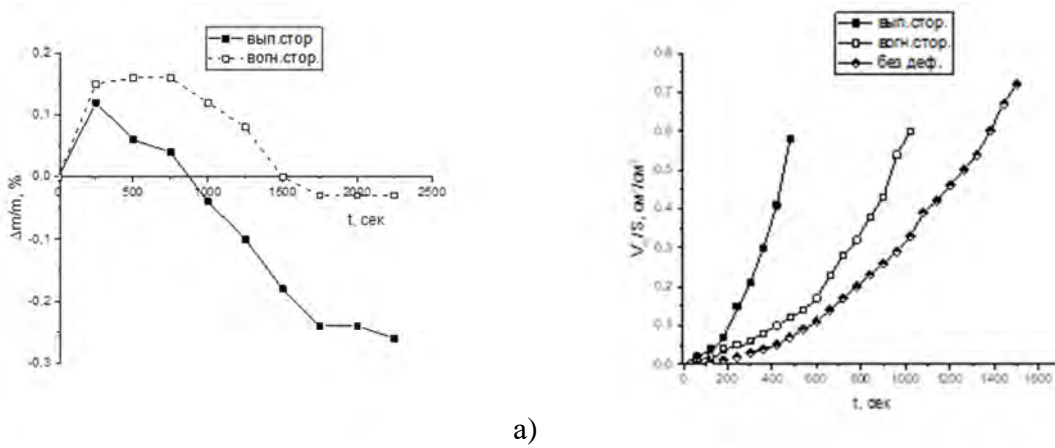
Сталь 07X20АГ9Н8МФ мало уступает стали 04X22АГ17Н8М2Ф в чувствительности к коррозии под действием напряжений. В закаленном состоянии скорость общей коррозии стали 07X20АГ9Н8МФ выше, чем стали 04X22АГ17Н8М2Ф, однако она все же существенно ниже, чем у традиционной нержавеющей стали 12X18Н9Т (рисунок 18).



**Рисунок 18.** Зависимость скорости коррозии в 3,5%-ном водном растворе NaCl при 20 °C закаленных сталей 04X22AG17H8M2Ф (1), 07X20AG9H8MФ (2) и 12X18H9T (3) от температуры последующего старения

Нами установлено влияние шероховатости поверхности образца на коррозионную стойкость ВАС 05X22AG15H8M2Ф в агрессивных средах. Изготовленные из этой стали прямоугольные пластины (одну из сторон которых изолировали лаком) изгибали в специальной ячейке из стеклотекстолита в 23%-ном водном растворе серной кислоты с добавлением 1% KCl. Скорость коррозии определяли двумя независимыми методами: по относительной потере массы и по количеству выделившегося в процессе реакции водорода.

На рисунке 19а приведены результаты измерения скорости коррозии на двух сторонах изогнутой пластины, измеренное по объему выделившегося водорода на единицу массы в зависимости от времени выдержки в 23%-ной соляной кислоте. Как и в случае использования весового метода, скорость растворения с выпуклой стороны, которая испытывала деформацию растяжением, больше, чем на вогнутой стороне, которая подвергалась деформации сжатием. Пластина, испытанная без приложенного внешнего напряжения, растворяется еще медленнее. Испытания изогнутых шлифованных пластин по сравнению с нешлифованными дали противоположные результаты. На рисунке 19б приведена зависимость объема выделившегося водорода за начальный период времени (в течение 5 мин) в 23%-ном растворе соляной кислоты (обе стороны образца были отшлифованы непосредственно перед испытанием). В этих условиях интенсивность выделения водорода, характеризующая скорость растворения материала, для вогнутой стороны пластины выше, чем для выпуклой. Наблюдается более высокая интенсивность коррозии на растянутой стороне пластины.



а)

б)

**Рисунок 19.** Результаты коррозионных исследований стали 05X22AG15N8M2Ф в 23%-ном растворе соляной кислоты: а) – временная зависимость относительного изменения массы  $\Delta m/m_0$  вогнутой и выпуклой сторон изогнутой пластины с исходной шероховатостью; б) – временная зависимость удельного объема выделившегося водорода для сжатой (вогнутой) и растянутой (выпуклой) сторон пластины с исходной шероховатостью и ненагруженной пластины (без деф.)

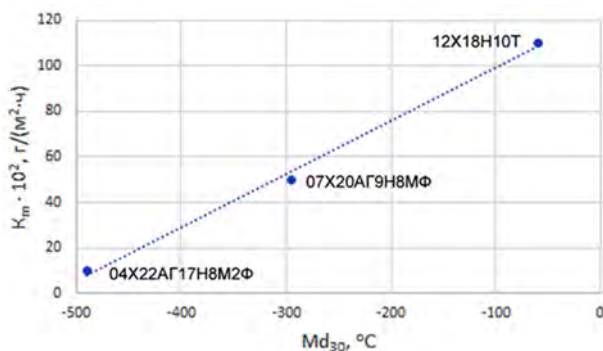
Полученный для образца с шлифованной поверхностью результат связан с тем, что неоднородная пластическая деформация изгибом помимо воздействия на микроструктуру и плотность дефектов кристаллической решетки вызывает упругие остаточные напряжения. Максимум сжимающих напряжений формируется на растянутой поверхности, а растягивающих – на вогнутой поверхности, испытывающей при изгибе деформацию сжатия. Для случая шероховатой поверхности с развитым микрорельефом и соответствующими концентраторами напряжений превалирует эффект пластической деформации, и коррозионное воздействие интенсифицируется со стороны пластины, наиболее подверженной пластической деформации (выпуклой стороны). В случае шлифованной поверхности, напротив, доминирует эффект однородных остаточных напряжений, при этом наибольшая скорость коррозии соответствует стороне, на которой формируются максимальные растягивающие напряжения (вогнутой стороне).

**В пятой главе** приведены результаты исследований, выполненных с целью развития количественных методов анализа влияния легирования на поведение ВАС при деформационном и коррозионном воздействиях. Проведен анализ количественных подходов к интерпретации существующих закономерностей поведения азотистых аустенитных сталей в условиях коррозионного и деформационного воздействий и предлагаются новые подходы к этой проблеме.

Количественной характеристикой склонности к инициированному деформацией  $\alpha'$ -мартенситному превращению является температура  $Md_{30}$ , при которой образуется 50%  $\alpha'$ -мартенсита после 30% деформации растяжением. Показано, что величина  $Md_{30}$  дает возможность количественно оценить влияние легирующих элементов на коррозионную

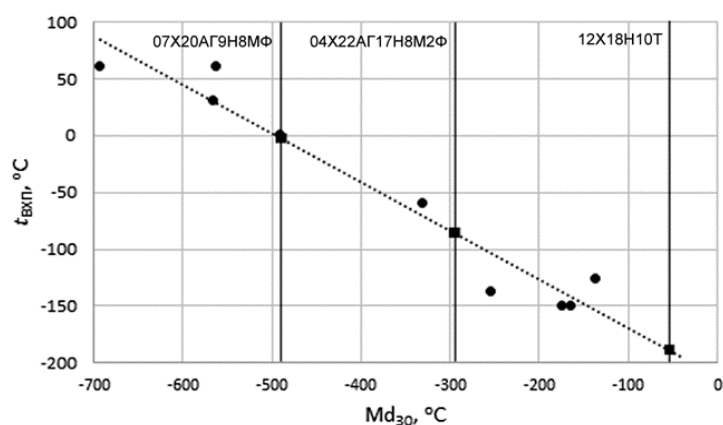
стойкость нержавеющей сталей. При этом оказалось, что имеются корреляции этого параметра с физико-механическими характеристиками, в частности, с температурой вязко-хрупкого перехода.

На рисунке 20 приведена зависимость от величины  $M_{d30}$  скорости общей коррозии двух исследованных нами азотистых сталей и нержавеющей стали X18H10T. Эти данные показывают, что характеристика стабильности аустенита может быть использована также и для оценки относительного сопротивления коррозии азотистых сталей.



**Рисунок 20.** Зависимость общей коррозии от величины  $M_{d30}$  для аустенитных сталей

Существуют реальные предпосылки для использования величины  $M_{d30}$  в качестве критерия, пригодного для прогнозирования и интерпретации служебных свойств азотистых сталей. При этом следует отметить, что для ВАС с повышенной стабильностью аустенита значения параметра  $M_{d30}$  являются виртуальными и не связаны с реальной температурной шкалой (рисунок 21), однако их можно эффективно использовать для сопоставления ВАС разного состава.



**Рисунок 21.** Расчетная зависимость температуры вязко-хрупкого перехода ( $t_{vхп}$ ) от параметра стабильности аустенита ( $M_{d30}$ ) для исследованных ВАС

Одной из важных задач является количественная оценка объемного эффекта превращения  $\gamma \rightarrow (\alpha + Cr_2N)$  в зависимости от характера легирования ВАС. Для его оценки

учитывалось, что распад метастабильного аустенита в ВАС происходит с образованием феррита и нитрида хрома ( $\text{Cr}_2\text{N}$ ), поэтому объемный эффект превращения:  $\gamma \rightarrow (\alpha + \text{Cr}_2\text{N})$  равен:

$$\Delta V / V = (V_\alpha + V_{\text{Cr}_2\text{N}} - V_\gamma) / V_\gamma. \quad (3)$$

При расчете объемного эффекта превращения нами принималось во внимание, что изменение плотности или ее обратной величины (удельного объема) определяется изменением отношения объема элементарной ячейки к ее массе. С этих позиций при вычислении удельного объема кроме объема элементарной ячейки учитывалась также и ее средняя атомная масса, определяемая химическим составом твердого раствора или любой существующей в стали фазы (интерметаллидной, или фазы внедрения). Следует отметить, что изменением средней атомной массы элементарной ячейки обычно пренебрегают, хотя вклад от этого изменений часто сопоставим с объемными изменениями, обусловленными изменением периода решетки.

Удельный объем твердого раствора на основе  $\gamma$ - и  $\alpha$ -Fe ( $V_{\gamma(\alpha)}$ ) может быть рассчитан как отношение объема элементарной ячейки к ее массе:

$$V_\gamma = \frac{N_A a_\gamma^3}{A_\gamma n}, \quad (4)$$

$$V_\alpha = \frac{N_A a_\alpha^3}{A_\alpha n}, \quad (5)$$

где  $V_\gamma$  ( $V_\alpha$ ) – удельный объем  $\gamma$  ( $\alpha$ )-фазы при 25 °С ( $\text{см}^3/\text{г}$ );  $N_A$  – число Авогадро ( $6,022 \cdot 10^{23}$  моль<sup>-1</sup>);  $a_\gamma$  ( $a_\alpha$ ) – параметры решетки  $\gamma$  ( $\alpha$ )-фазы при 25 °С (см);  $A_\gamma$  ( $A_\alpha$ ) – средняя атомная масса  $\gamma$  ( $\alpha$ )-твердого раствора (а. е. м.);  $n$  – число атомов на элементарную ячейку ( $n = 4$  для  $\gamma$ -фазы и  $n = 2$  для  $\alpha$ -фазы).

В таблице 10 приведены результаты расчетов для сталей 05X20Г10НЗАМФ (1), 04X22АГ17Н8М2Ф (2), 07X20АГ9Н8МФ (3) и 05X22АГ15Н8М2Ф (4), а также для стали 12X18Н10Т, поверхностный слой которой подвергнут ионному азотированию (5).

**Таблица 10.** Химический состав и величина объемного эффекта распада аустенита  $\Delta V/V$  исследованных ВАС

Сталь	С	N	Cr	Mn	Ni	Mo	Fe	$\Delta V/V$
1	0,05	0,53	20,40	10,30	3,10	1,10	65,67	1,85
2	0,04	0,54	22,70	17,10	8,00	2,08	51,66	1,35
3	0,07	0,39	19,70	8,96	8,30	1,00	62,65	2,51
4	0,05	0,49	22,00	15,00	8,00	2,00	54,51	1,69
5		1,1						-0,67

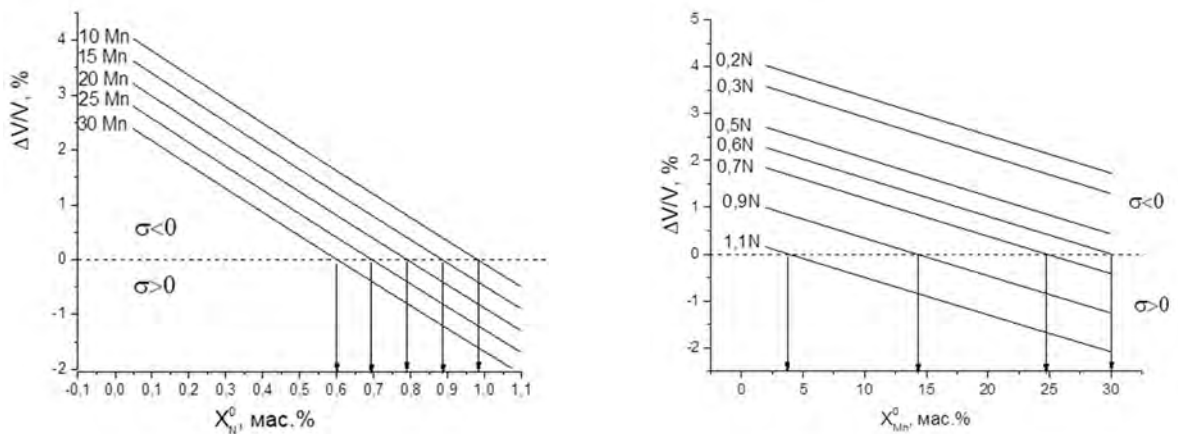
Величина объемных эффектов  $\gamma \rightarrow (\alpha + \text{Cr}_2\text{N})$  превращения для четырех исследованных ВАС варьируются в интервале 1,35–2,51 и она снижается с повышением содержания азота и



марганца. Для этих сталей распад аустенита будет сопровождаться формированием остаточных сжимающих напряжений. Сталь 2 показала минимальный положительный объемный эффект превращения, равный 1,35%, при этом она содержит максимальное количество азота и марганца (0,54 и 17,1% соответственно). Для стали 3 получен максимальный объемный эффект – 2,51%, и она содержит минимальное количество азота и марганца (0,39 и 8,96% соответственно). В азотированном слое стали 12Х18Н10Т должны присутствовать растягивающие остаточные напряжения.

Количественная оценка влияния легирующих элементов на объемный эффект превращения является важным критерием для поиска оптимальных составов ВАС. Расчеты показали, что для сталей с 0,6% N при содержании в них марганца менее 30% объемный эффект превращения будет положительным (рисунок 22а). При большем содержании азота объемный эффект становится отрицательным (растягивающие остаточные напряжения) только при превышении содержания марганца определенной критической величины: 3,8%; 14,2% и 24,8% при содержании азота 1,1%; 0,9% и 0,7% соответственно.

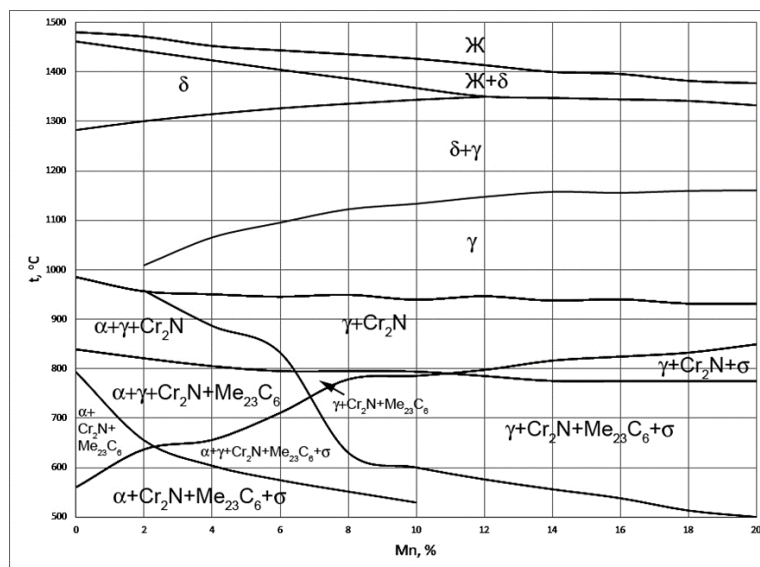
На рисунке 22б приведены зависимости объемного эффекта превращения от содержания марганца при различных концентрациях азота, которые показывают, какое максимальное содержание марганца может иметь ВАС. Из этих данных следует, что ограничения по содержанию марганца актуальны для сталей, содержащих более 0,6% азота.



**Рисунок 22.** Зависимость объемного эффекта  $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения от содержания азота (а) и марганца (б) для ВАС Fe–0,05C–20Cr–8Ni–(10–30)Mn

Были проведены термодинамические расчеты фазового состава с использованием программного комплекса THERMOCALC и базы данных TCFE6. Для диапазона температур 500—600 °С рассчитан равновесный фазовый состав хромомарганцевой азотсодержащей стали с переменным (от 0 до 20%) содержанием марганца и зависящим от него композиционно-равновесным содержанием азота. Выбранные составы по содержанию

легирующих элементов характерны для наиболее часто используемых безникелевых коррозионноустойчивых сталей.



**Рисунок 23.** Фазовая диаграмма стали, содержащей 20% Cr, 0,2% Si, 0,05% C, P, S, 0-20% Mn, 0,38–0,73% N

Построенная на основании расчетов фазовая диаграмма приведена на рисунке 23. Можно отметить, что в стали, не содержащей марганца, область существования  $\gamma$ -фазы отсутствует. С повышением содержания марганца с 2 до 12% температура верхней границы этой области возрастает от 1010 до 1148 °C, а затем остается практически неизменной, составляя 1161 °C при 20% марганца. Температура появления  $\alpha$ -фазы резко снижается от 957 до 576 °C при увеличении содержания марганца с 2 до 12%, а при дальнейшем увеличении концентрации марганца до 20% это снижение происходит более плавно до 500 °C. Наблюдается сильное влияние марганца на температурную границу существования  $\sigma$ -фазы. Так, в стали, не содержащей марганца, верхняя граница области существования  $\sigma$ -фазы соответствует температуре 560 °C, введение 2% марганца повышает ее до 687 °C, а максимальное его содержание – до 850 °C. В отличие от фазы  $\text{Me}_{23}\text{C}_6$ , количество которой ограничено малым содержанием углерода в стали рассмотренных составов, количество  $\sigma$ -фазы, зависящее в основном от количества хрома, может быть достаточным, чтобы отрицательно влиять на пластичность и вязкость стали.

**В шестой главе** сформулированы основные принципы рационального легирования и термической и термопластической обработок ВАС. Следует с уверенностью констатировать, что далеко не исчерпаны возможности повышения технологических, механических и коррозионных свойств ВАС: рациональное использование термопластических способов обработки позволяет активно воздействовать на формирование зеренной структуры аустенита,

типы и скорость образования избыточных фаз. На основе анализа и обобщения полученных в работе экспериментальных и теоретических результатов в данной главе сформулированы основные принципы создания ВАС, обладающих наилучшим сочетанием механических свойств и коррозионной стойкости.

1. Впервые положен в основу анализа структуры и свойств ВАС тот факт, что ГЦК-фаза в ВАС формируется внедренными атомами азота, тогда как аустенитная ГЦК-фаза традиционных высоколегированных сталей формируется и стабилизируется в результате легирования железа элементами, образующими твердые растворы замещения. Принципиальное различие между традиционными сплавами на основе железа, имеющими ГЦК-решетку, и ВАС определяется тем, что первые следует рассматривать как твердые растворы замещения, а вторые – как твердые растворы внедрения, обладающими более высокими прочностными характеристиками. Это различие оказывает решающее влияние на все процессы, вызывающие структурно-фазовые превращения, и следовательно, формирующие физико-химические свойства ВАС, поэтому его следует рассматривать как основополагающее при формулировке принципов разработки ВАС.

2. При разработке ВАС, обладающих высокой прочностью и коррозионной стойкостью, целесообразно использовать в качестве основы для легирования традиционные композиции на основе системы Fe–Cr–Ni аустенитного класса, уменьшая в них содержания никеля вплоть до полного исключения из состава стали. Введение в состав стали азота, который является наиболее эффективным элементом, стабилизирующим  $\gamma$ -фазу, позволяет повысить прочность и коррозионную стойкость ВАС практически без потери пластичности и вязкости, а также снизить стоимость стали, прежде всего, за счет экономии никеля.

3. Принципиально важным является сохранение в ВАС установленного для традиционных хромоникелевых сталей содержания хрома, существенно увеличивающего растворимость азота в аустените. Как следует из результатов, полученных в главах 2–4, минимальное содержание хрома должно составлять 12%, что обеспечивает высокую коррозионную стойкость, а максимальное – 18–20%. Более высокое содержание хрома приводит к образованию  $\sigma$ -фазы и  $\delta$ -феррита в температурном интервале, необходимом для реализации технологических и эксплуатационных процессов.

4. Как показали результаты изучения стабильности аустенита в широком интервале температур, включая криогенные (глава 2), легирование ВАС марганцем в пределах концентраций от 8–10 до 18–20% сохраняет его способность стабилизировать аустенит и увеличивать растворимость азота в аустените без образования  $\alpha'$ -мартенсита.

5. При введении легирующих добавок содержание углерода следует ограничивать концентрацией, при которой не происходит образования карбида  $M_{23}C_6$  при термической обработке и последующей эксплуатации (см. главу 3).

6. Легирование ВАС молибденом до 2%, и в исключительных случаях до 5-6%, создает условия для обеспечения высокого сопротивления локальным видам коррозии (см. главу 4). При этом необходимо компенсировать отрицательную роль молибдена как элемента-ферритобразователя. Этого можно достичь путем дополнительного легирования ВАС элементами, вызывающими стабилизацию  $\gamma$ -фазы.

7. Как следует из результатов экспериментов, необходимо учитывать зависящие от концентрации азота в стали особенности его влияния на фазовые превращения и механические свойства, которые могут приводить к деградации характеристик, присущих аустениту традиционных хромоникелевых сталей. В частности, следует учитывать вероятность появления вязко-хрупкого перехода в аустенитной области при сохранении ГЦК кристаллической решетки (см. главу 3), а также вероятность развития фазовых превращений мартенситного типа (см. главы 2 и 5).

8. При оптимизации состава ВАС необходимо учитывать, что с увеличением содержания азота расширяется как температурная область существования, так и скорость образования нитрида хрома в стали (см. главу 2). Это приводит к уменьшению интервала между температурой нижней границы фазовой области «аустенит +  $\delta$ -феррит» и температурой верхней границы области образования нитрида хрома, значение которой при содержании азота в ВАС более 0,8–1,0% не превышает 150 °С. При более высоких концентрациях азота она составляет менее 100 °С. Это обстоятельство резко затрудняет или делает практически невозможным проведение высокотемпературной пластической деформации в связи с выделением нитрида хрома.

9. При введении в сталь азота необходимо учитывать тот факт, что при его содержании более 0,7% температура вязко-хрупкого перехода стали может находиться выше –60 °С (см. главу 3). Если содержание азота в стали превышает 0,9%, вязко-хрупкий переход, как правило, наблюдается при температуре выше комнатной, что резко ограничивает перспективы практического использования таких ВАС.

10. Следует принять во внимание, что, как показано в главах 2 и 3, сохранение в стали небольшого содержания никеля (в большинстве случаев 2–4%) способствует снижению температуры вязко-хрупкого перехода и температурного интервала протекания мартенситного превращения, что целесообразно при условии ограничения концентрации азота и необходимости минимизации содержания углерода и марганца. При этом необходимо учитывать некоторое увеличение стоимости стали.

11. Введение в сталь более 0,10–0,15% азота, кроме всего прочего, снижает, как показано в главе 2, значение ЭДУ в аустените, которое вызывает повышенную способность к деформационному упрочнению в процессе пластического деформирования.

12. Как показано в главе 2, необходимость введения в сталь дорогостоящих компонентов (Mo, V, Nb) с целью повысить ее прочность можно компенсировать оптимизацией режима предварительной термической обработки.

13. Следует иметь в виду, что наиболее значимым фазовым превращением в ВАС при термическом воздействии является распад  $\gamma$ -твердого раствора с образованием нитридов хрома. Данный процесс наиболее интенсивно протекает при температурах 650–1000 °С. Он может начинаться с образования как зернограничных, так и внутрезеренных частиц нитрида хрома. Выделение отдельных зернограничных и внутрезеренных частиц  $\text{Cr}_2\text{N}$  преобладает при температурах, близких к температуре начала рекристаллизации ВАС (более 900 °С). При более низких температурах получает развитие процессе образования перлитоподобных колоний с пластинчатыми частицами  $\text{Cr}_2\text{N}$  по механизму прерывистого распада азотистого аустенита (см. главы 2, 3). В этих пластинчатых выделениях  $\text{Cr}_2\text{N}$  наблюдаются прослойки обедненного азотом аустенита, параметр его кристаллической решетки и твердость меньше, чем исходного аустенита. Наибольшая скорость прерывистого распада имеет место при 850 °С.

14. Легирование ВАС как нитридо-, так и карбидообразующими элементами может иметь как положительное, так и отрицательное влияние на свойства сталей. Так, легирование ниобием позволяет измельчать зерно в процессе кристаллизации, введение ванадия в количествах 0,15–0,5% дает возможность получить при отжиге в диапазоне температур 1000–1100 °С дисперсные выделения VN, которые тормозят рост зерна в процессе рекристаллизационного отжига. Введение титана даже при малом количестве азота приводит к образованию его нитридов (карбонитридов) в жидком металле, которые после кристаллизации не склонны к коалесценции и могут образовывать скопления, что существенно уменьшает вязкость ВАС. Введение алюминия, как легирующего элемента, либо в процессе раскисления при выплавке приводит к образованию строчечных включений  $\text{AlN} + \text{Al}_2\text{O}_3$ , располагающихся в основном по границам зерен и двойников, что также снижает механическую вязкость и пластические свойства ВАС.

15. С учетом особенностей структурно-фазового состояния ВАС в зависимости от состава и способов термической и термопластической обработок сделано обобщение основной роли легирующих элементов.

*Среди отраслей целесообразного применения ВАС в первую очередь можно рассматривать энергетическое машиностроение, где данный класс сталей уже является материалом для изготовления немагнитных высокопрочных деталей электрогенераторов. Перспективной*

представляется использование ВАС в добывающей промышленности, как материала утяжеленных труб для глубокого бурения. Можно отметить возможные преимущества ВАС как материала для использования в конструкциях, работающих в условиях длительного воздействия ионизирующего излучения. Благодаря многоступенчатой системе формирования избыточных фаз, характерной для ВАС и зависящей от различий в скорости их выделения, представляется возможным растянуть во времени процесс образования стоков радиационных дефектов, воздействуя таким образом на развитие процесса распухания стали. В медицине безникелевые ВАС можно рассматривать как замену титановых и кобальтовых функциональных сплавов. В военной и специальной технике ВАС могут применяться как материал для отдельных узлов и деталей вооружения, а благодаря сочетанию прочности с высокой вязкостью – в качестве высоковязкой составляющей комбинированной брони. Предпочтительная (для получения наилучшего комплекса механических свойств) термопластическая обработка ВАС с 0,5-0,8%N в зависимости от элементного состава приведена в таблице 11.

**Таблица 11.** Предпочтительная термопластическая обработка ВАС, содержащих 0,5–0,8% N, для получения наилучшего комплекса механических свойств

Система легирования	Предпочтительное применение
Fe–Cr–Mn	В деформированном состоянии при климатических температурах
Fe–Cr–Mn–Ni	В деформированном состоянии, возможно применение при низких до –100 °С температурах
Fe–Cr–Mn– Ni–Mo	В деформированном состоянии, при необходимости повышенной коррозионной стойкости
Fe–Cr–Mn–Ni–V–Nb	В отожженном состоянии
Fe–Cr–Mn–Ni– Mo–V–Nb	В отожженном состоянии при необходимости повышенной коррозионной стойкости

### ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Сформулированы общие принципы формирования структурно-фазовых состояний в высокоазотистых аустенитных сталях (ВАС) при термических и деформационных воздействиях. Установлены общие подходы к выбору легирующих элементов с целью управления структурой и свойствами этих сталей. Предложены возможные области практического применения ВАС различных систем легирования, обладающих заданным комплексом свойств после оптимальных режимов деформационно-термической обработки.
2. Методами световой и просвечивающей электронной микроскопии, рентгеноструктурного и рентгеноспектрального методов анализа, магнитометрии и дилатометрии детально

изучены структурно-фазовые превращения в высокопрочных ВАС 0X20Г12Н4, 02Х20АГ14Н8МФ, 02Х20АГ12Н4, 02Х20АГ10Н4МФБ, 04Х22Г12Н4АМФ, 04Х22АГ17Н8М2Ф, 05Х20АГ10Н3МФ, 05Х21Г9Н7АМФ и 05Х22АГ15Н8М2Ф с различным содержанием азота и легирующих элементов в зависимости от режимов кристаллизации, закалки, горячей деформации и старения. Установлено существование сталей, обладающих высокой и низкой чувствительностью характеристик зеренной структуры аустенита к температурному режиму нагрева под закалку.

3. Применительно к ВАС типа 0X20Г12Н4, дополнительно легированным молибденом, ванадием и ниобием, показано, что кратковременные тепловые выдержки при температурах 900–1200 °С дают возможность целенаправленно управлять процессом собирательной рекристаллизации для получения необходимого размера зерна аустенита, влияющего на твердость (прочность) стали в соответствии с зависимостью Холла–Петча. Обнаружено, что существуют температурно-временные режимы термической обработки, при которых структура зерен аустенита менее легированной стали сравнима со структурой стали, легированной Мо, V и Nb при близких значениях прочности.
4. Установлено влияние температур начала и окончания горячей прокатки на структуру и механические свойства аустенитных сталей, содержащих различное количество азота. Показано, что оптимальные механические свойства стали 05Х21Г9Н7АМФ с более высоким содержанием азота (0,56%) могут быть достигнуты путем горячей прокатки с суммарным обжатием 70% при температурах начала и конца прокатки 1100–900 °С, такая обработка обеспечивает благоприятное сочетание полосчатой и равноосной фрагментированной структуры аустенита.
5. С помощью термодинамического анализа определены значения энергии активации роста зерен аустенита в процессе высокотемпературных термических обработок для ВАС различного состава. Установлено, что энергия активации роста зерна аустенита при рекристаллизации в интервале температур 900–1100 °С определяется в основном зернограничной диффузией главных компонентов сплава, в то время как в интервале температур 1100–1200 °С преобладают процессы объемной диффузии.
6. Методом просвечивающей электронной микроскопии с применением анализа ширины расщепления скользящих дислокаций в  $\gamma$ -фазе определены значения энергии дефекта упаковки (ЭДУ) для азотистых сталей различного химического состава. На основании полученных результатов показано, что снижение ЭДУ в исследованных сталях приводит к росту их прочностных свойств в отожженном состоянии. Для ВАС всех исследованных составов элементы внедрения (углерод и азот) увеличивают ЭДУ. Аналогично

аустенитообразующие элементы (никель и марганец) при совместном содержании их в изученных ВАС приводят к повышению ЭДУ пропорционально их концентрации.

7. Показано, что в процессе старения азотистых сталей при отжиге в интервале температур 500–800 °С происходит гомогенный распад пересыщенного  $\gamma$ -твердого раствора (для стали 04X22AG17H8M2Ф – при 500 °С) с образованием изоморфных частиц нитрида CrN. Установлено, что при высоком содержании марганца (около 17%) аустенитная фаза сохраняет стабильность вплоть до криогенных температур. При более низком содержании марганца охлаждение до криогенных температур вызывает протекание мартенситного превращения  $\gamma \rightarrow \alpha'$ .
8. На примере стали 02X20AG10H4MФБ показано, что варьирование режима термической обработки в температурном интервале 550–1200 °С непосредственно послековки позволяет получить широкий спектр механических свойств высокоазотистой аустенитной стали. Установлены общие закономерности процессов деформационного упрочнения. Максимальное упрочнение достигается после отжига при температуре 1000 °С продолжительностью 1–2 ч.
9. Исследование усталостной прочности стали 05X22AG15H8M2Ф-III после различных видов термомеханической обработки показало, что максимальная долговечность и более высокий предел выносливости (500 МПа) стали реализуются после прокатки. С применением методом фрактографии показано, что зарождение усталостной трещины в стали 05X22AG15H8M2Ф-III практически во всех случаях происходит в поверхностных слоях по сдвиговому механизму, а ее распространение связано с образованием квазивязких усталостных бороздок и с частичным растрескиванием стали у вершины распространяющейся трещины. Для стали 05X20G10H3AMФ установлено, что закалка от 1100 °С и последующий отжиг в течение 0,5 и 6 ч при 850 °С приводят к значительному увеличению работы распространения трещины.
10. Показано, что основным механизмом разрушения азотистых сталей в интервале вязко-хрупкого перехода после закалки от 1100 °С и нагрева до 850 °С является образование ГЦК-фасеток внутризеренного разрушения, сдвиговых и плоских ямок, языков сдвига и фасеток межзеренного разрушения. Предложена модель образования ГЦК-фасеток скола в ВАС, связанная с предшествующим разрушению легким скольжением под действием низкого напряжения сдвига и развитием разрушения при напряжении, меньшем предела текучести материала.
11. Установлено, что прогнозирование температуры вязко-хрупкого перехода ( $t_{ВХП}$ ) только на основании известных количественных корреляций с содержанием N или (N+C) для ВАС не дает достаточно точных результатов. Показана эффективность прогнозирования  $t_{ВХП}$  на



основе зависимости от параметра деформационной стабильности аустенита  $Md_{30}$ , который соответствует экспериментальной температуре превращения 50% (об.) аустенита в мартенсит после деформации на 30% растяжением. Установлено, что ВАС 05X20Г10Н3АМФ после отжига при 850 °С в течение 0,5 ч (предварительная ковка и закалка от 1100 °С) показывает снижение  $t_{ВХП}$ . Сделано предположение, что вязко-хрупкий переход в азотистых сталях обусловлен существованием заметной ковалентной составляющей межатомных связей при образовании ГЦК твердого раствора Fe–Me–N.

12. Показано, что ВАС 04X22АГ17Н8М2Ф и 07X20АГ9Н8МФ в закаленном состоянии не подвержены коррозионному растрескиванию под напряжением в 3,5%-ном водном растворе NaCl. Эти стали значительно превосходят сталь 12X18Н9Т по стойкости к общей коррозии. С помощью гравиметрического и водородного методов анализа установлено, что скорость коррозии стали 05X22АГ15Н8М2Ф в растворах серной и соляной кислот при деформации изгибом определяется совокупностью эффектов механического воздействия на поверхностные слои металла.
13. Показано, что эффективной характеристикой деформационной стабильности аустенита в случае ВАС является параметр  $Md_{30}$ . Эта характеристика позволяет количественно оценить влияние легирующих элементов на коррозионную стойкость нержавеющей сталей. Обнаружены корреляции этого параметра с различными механическими характеристиками.
14. Сделано заключение, что знак и величина остаточных напряжений, возникающих при распаде аустенита в процессе пластической деформации, влияет на эксплуатационные характеристики ВАС. Показано, что объемный эффект мартенситного превращения при распаде метастабильного аустенита  $\gamma \rightarrow (\alpha + Cr_2N)$  в результате пластической деформации ВАС может быть как положительным, так и отрицательным. Последнее приводит к формированию нежелательных растягивающих напряжений, что принципиально отличает ВАС от традиционных аустенитных сталей, для которых объемный эффект всегда положительный.
15. Установлено, что неблагоприятный отрицательный объемный эффект превращения с образованием растягивающих напряжений определяется содержанием азота и марганца. Для сталей, содержащих менее 0,6% N и менее 30% Mn, объемный эффект превращения является положительным. Объемный эффект становится отрицательным только при содержании марганца в стали выше определенной критической концентрации.

1. Банных И.О. Анализ влияния легирования на стабильность аустенита азотсодержащих сталей / Высокопрочные стали для аэрокосмической техники и технологии их производства: Сборник докладов Всероссийской научно-технической конференции (Москва, 6 сентября 2019 г.). М.: ВИАМ, 2019. С. 26–38.2.

2. Банных И.О. Структурные особенности и перспективы применения высокоазотистых аустенитных сталей // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2019. № 5. С. 22-29

Bannykh I.O. Correction to: Structural features and application prospects for high-nitrogen austenitic steels // *Metal Science and Heat Treatment*. 2019. Т. 61. № 5-6. С. 287-294 (Correction to: *Metal Science and Heat Treatment*. 2020. Т. 62. № 1-2. С. 179).

3. Банных И.О. Принципы легирования и свойства высокоазотистых аустенитных коррозионностойких сталей // Сб. трудов IX Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» ПРОСТ 2018 (Москва, 8–10 апреля 2008 г.). С. 37.

4. Банных И.О., Глезер А.М. Основные принципы легирования и обработки высокоазотистых аустенитных коррозионностойких сталей // *Деформация и разрушение материалов*. 2018. № 6. С. 2-6

Bannykh I.O., Glezer A.M. Basic principles of alloying and treatment of high-nitrogen austenitic corrosion-resistant steels // *Russian metallurgy (Metally)*. 2019. Т. 2019. № 4. С. 336-340.

5. Банных И.О., Блинова Е.Н. Исследование влияния энергии дефектов упаковки на структуру и механические свойства высокоазотистых аустенитных сталей // Сборник материалов VII Международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов (Москва, 7–10 ноября 2017 г.). С. 239–240.

6. Банных И.О. Влияние легирования на прочностные свойства и механизмы упрочнения азотсодержащих аустенитных сталей после горячей деформации и отжига // *Металлы*. 2017. № 6. С. 74-80.

Bannykh I.O. Effect of alloying on the strength properties and the hardening mechanisms of nitrogen-bearing austenitic steels after hot deformation and annealing *Russian metallurgy (Metally)*. 2017. Т. 2017. № 11. С. 968-973.

7. Банных И.О., Севостьянов М.А., Пруцков М.Е. Исследование влияния термической обработки на механические свойства и структуру высокоазотистой аустенитной стали 02X20AG10N4MФБ // *Металлы*. 2016. № 4. С. 39-44.

Bannykh I.O., Sevost'yanov M.A., Prutskov M.E. Effect of heat treatment on the mechanical properties and the structure of a high-nitrogen austenitic 02KH20AG10N4MFB steel *Russian metallurgy (Metally)*. 2016. Т. 2016. № 7. С. 613-618.

8. Банных И.О. О влиянии режимов закалки на формирование зеренной структуры и механические свойства высокоазотистых аустенитных сталей 02X20AG14N8МФ И 02X20AG12Н // *Металлы*. 2015. № 6. С. 20-24.

Bannykh I.O. Effect of quenching conditions on the formation of the grain structure and the mechanical properties of high-nitrogen austenitic 02KH20AG14N8MF and 02KH20AG12N4 steels Russian metallurgy (Metally). 2015. Т. 2015. № 11. С. 876-879.

9. Банных И.О. Корреляция зеренной структуры и механических свойств высокоазотистой аустенитной стали 02X20AG10N4MФБ после отжига // Деформация и разрушение материалов. 2015. № 12. С. 25-29.

Bannykh I.O. Correlation between the granular structure and the mechanical properties of high-nitrogen austenitic 02KH20AG10N4MFB steel AFTER ANNEALING Russian metallurgy (Metally). 2016. Т. 2016. № 10. С. 972-976.

10. Блинов В.М., Вознесенская Н.М., Банных И.О., Тоньшева О.А., Блинов Е.В., Зверева Т.Н. Влияние температуры прокатки на структуру и механические свойства высокоазотистых аустенитных сталей 05X21Г9Н7АМФ И 04X22Г12Н4АМФ // Деформация и разрушение материалов. 2015. № 2. С. 26-30.

1. 11. Ботвина Л.Р., Блинов В.М., Тютин М.Р., Банных И.О., Блинов Е.В. Особенности разрушения при ударном нагружении высокоазотистой стали 05X20Г10Н3АМФ // Металлы. 2012. № 2. С. 83–92.

Botvina L.R., Blinov V.M., Tyutin M.R., Bannykh I.O., Blinov E.V. Fracture of high-nitrogen 05KH20G10N3AMF steel during impact loading Russian metallurgy (Metally). 2012. Т. 2012. № 3. С. 239-247.

12. Банных И.О., Бочарова И.О., Зверева Т.Н. Об особенностях формирования структуры высокоазотистых аустенитных сталей при закалке // Металлы. 2011. № 5. С. 49.

Bannykh I.O., Bocharova I.O., Zvereva T.N. Specific features of structure formation in high-nitrogen austenitic steels in quenching Russian metallurgy (Metally). 2011. Т. 2011. № 9. С. 826-830.

13. Банных И.О. Влияние кратковременных тепловых воздействий на структуру и твердость высокоазотистых аустенитных сталей послековки с последующей закалкой // Деформация и разрушение материалов. 2011. № 8. С. 31-34.

14. Блинов В.М., Банных И.О., Бецофен С.Я., Ходыев М.С., Блинов Е.В. Исследование структуры литой высокопрочной коррозионно-стойкой аустенитной стали типа 05X20AG10N3MФ, содержащей 0,40 и 0,53% азота // Металлы. 2010. № 1. С. 33-38.

Blinov V.M., Bannykh I.O., Blinov E.V., Betsofen S.Y., Khodyrev M.S. Structure of a cast high-strength corrosion-resistant 05KH20AG10N3MF austenitic steel containing 0.40 or 0.53% nitrogen Russian metallurgy (Metally). 2010. Т. 2010. № 1. С. 28–32.

15. Костина М.В., Скоробогатых В.Н., Тыкочинская Т.В., Нахабина М.С., Немов В.В., Банных И.О., Корнеев А.Е. Структура и свойства жаропрочной аустенитной стали при высоких температурах // Металлы. 2010. № 6. С. 50–59.

16. Березовская В.В., Костина М.В., Блинов Е.В., Боброва В.Е., Банных И.О. Влияние термической обработки на структуру высокоазотистых аустенитных коррозионно-стойких сталей 04X22AG17N8M2Ф и 07X20AG9N8MФ // *Металлы*. 2009. № 2. С. 61-76  
Berezovskaya V.V., Bobrova V.E., Kostina M.V., Blinov E.V., Bannykh I.O. Effect of heat treatment on the structure of high-nitrogen austenitic corrosion-resistant 04KH22AG17N8M2F and 07KH20AG9N8MF steels // *Russian Metallurgy (Metally)*. 2009. T. 2009. № 2. С. 146–153.
17. Терентьев В.Ф., Банных И.О., Блинов Е.В., Пруцков М.Е., Колмаков А.Г., Блинов В.М. Циклическая прочность аустенитной коррозионно-стойкой стали с повышенным содержанием азота // *Деформация и разрушение материалов*. 2009. № 3. С. 29-35.  
Terent'ev V.F., Bannykh I.O., Blinov E.V., Prutskov M.E., Kolmakov A.G., Blinov V.M. Cyclic strength of an austenitic corrosion-resistant steel with a high nitrogen content // *Russian Metallurgy (Metally)*. 2010. T. 2010. № 4. С. 346–353.
18. Березовская В.В., Костина М.В., Блинов Е.В., Банных И.О., Боброва В.Е., Мельник В.П. Коррозионные свойства аустенитных Cr-Mn-Ni-N-сталей с разным содержанием марганца // *Металлы*. 2008. № 1. С. 36–41.  
Berezovskaya V.V., Bobrova V.E., Mel'Nik V.P., Kostina M.V., Blinov E.V., Bannykh I.O. Corrosion properties of austenitic Cr-Mn-Ni-N steels with various manganese concentrations // *Russian Metallurgy (Metally)*. 2008. T. 2008. № 1. С. 29–33.
19. Блинов Е.В., Блинов В.М., Костина М.В., Банных И.О. Об обрабатываемости резанием высокопрочной коррозионно-стойкой высоковязкой аустенитной стали 06X22AG15N8M2Ф // *Металлы*. 2008. № 2. С. 44–48.
20. Есипова Н.Е., Блинов Е.В., Мовчан Т.Г., Банных И.О. Исследование коррозионной стойкости изогнутой пластины из высокоазотистой немагнитной стали 05X22AG15N8M2Ф в агрессивных средах // *Металлы*. 2007. № 2. С. 69–76.  
Esipova N.E., Movchan T.G., Blinov E.V., Bannykh I.O. Corrosion resistance of a bent plate from a high-nitrogen nonmagnetic 05KH22AG15N8M2F steel in aggressive media // *Russian Metallurgy (Metally)*. 2007. T. 2007. № 2. С. 148–152.
21. Афанасьев И.А., Костина М.В., Блинов Е.В., Банных И.О., Бондаренко Ю.А. Структура и механические свойства литой немагнитной высокоазотистой коррозионно-стойкой стали 05X22AG15N8M2Ф, полученной с использованием метода высокоградиентной направленной кристаллизации // *Металлы*. 2007. № 3. С. 48–52.  
Afanas'ev I.A., Kostina M.V., Blinov E.V., Bannykh I.O., Bondarenko Yu.A. Structure and mechanical properties of a nonmagnetic high-nitrogen corrosion-resistant 05KH22AG15N8M2F cast steel produced by high-gradient directional solidification // *Russian Metallurgy (Metally)*. 2007. T. 2007. № 3. С. 209-213.
22. Бецофен С.Я., Банных И.О., Сарычев С.М. Формирование остаточных напряжений в сталях и титановых сплавах при ионном азотировании // *Металлы*. 2006. № 5. С. 23–28.

Betsofen S.Ya., Bannykh I.O., Sarychev S.M. Formation of residual stress in steels and titanium alloys during ion nitriding // Russian Metallurgy (Metally). 2006. Т. 2006. № 5. С. 385–389.

23. Бецофен С.Я., Петров Л.М., Ильин А.А., Банных И.О., Луценко А.Н. Исследование влияния текстуры и гетерогенности состава на измерение остаточных напряжений в ионно-плазменных покрытиях // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2004. № 1. С. 39-45.

24. Банных И.О., Бецофен С.Я., Грушин И.А., Черногорова О.П. Влияние легирования на величину объемного эффекта  $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения в высокоазотистых сталях // Деформация и разрушение материалов. 2020. № 4. С. 8-15.

Bannykh, I.O., Betsofen, S.Y., Grushin, I.A., Chernogorova O. P. Effect of alloying on the volume effect of the  $\gamma \rightarrow \alpha$ -transformation in high-nitrogen steels // Russian Metallurgy (Metally). 2020. Т. 2020. С. 1122–1128.

25. Банных И.О., Банных О.А., Ригина Л.Г., Блинова Е.Н., Демин К.Ю., Лукина И.Н. Исследование структуры, фазового состава и механических свойств борсодержащей высокоазотистой аустенитной стали, выплавленной методом индукционной плавки // Электрометаллургия. 2020. № 9. С. 22-29.

### ***Монографии***

Банных И.О., Банных О.А. Современное состояние исследований и применения высокоазотистых сталей. – М.: Изд-во «Наука и технологии», 2017. – 64 с.

### ***Патенты и заявки на патенты***

1. Патент 2425905 РФ. Высокопрочная коррозионностойкая высокоазотистая сталь / А.С. Орыщенко, В.А. Малышевский, Г.Ю. Калинин, С.Ю. Мушникова, О.А. Харьков, Е.Р. Гутман, О.А. Банных, В.М. Блинов, Т.Н. Зверева, Е.В. Блинов, И.О. Банных; опубл. 10.08.2011.
2. Патент 2367710 РФ. Высокопрочная немагнитная коррозионно-стойкая сталь / В.М. Блинов, И.О. Банных, Е.В. Блинов, Т.Н. Зверева, С.Я. Бецофен, Л.Г. Ригина; опубл. 20.09.2009. Бюл. № 26.
3. Патент 2421538 РФ. Высокопрочная немагнитная коррозионно-стойкая сталь / И.О. Банных, В.М. Блинов, Е.В. Блинов, Т.Н. Зверева, Г.Ю. Калинин, В.А. Малышевский, С.Ю. Мушникова, А.С. Орыщенко, Л.Г. Ригина; опубл. 20.06.2011.
4. Патент 2586193 РФ. Высокопрочная коррозионно-стойкая свариваемая сталь / О.А. Банных, В.М. Блинов, М.В. Костина, Е.И. Лукин, Е.В. Блинов, Л.Г. Ригина, И.О. Банных; опубл. 13.05.2016.