СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФФУЗИЯ

УДК 669.1'24:539.12.043:543.429.3

ИНВЕРСИЯ ПЕРЕРАСПРЕДЕЛЕНИЯ АЗОТА В АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ ПРИ СВЕРХВЫСОКОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

© 2021 г. В. А. Шабашов^{*a*, *}, К. А. Ляшков^{*a*, *b*}, Н. В. Катаева^{*a*}, Л. Г. Коршунов^{*a*}, В. В. Сагарадзе^{*a*}, А. Е. Заматовский^{*a*}

^аИнститут физики металлов УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108 Россия ^bИнститут машиноведения УрО РАН, ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, 620049 Россия

*e-mail: shabashov@imp.uran.ru Поступила в редакцию 24.11.2020 г. После доработки 15.02.2021 г. Принята к публикации 18.02.2021 г.

Методами мессбауэровской спектроскопии и трансмиссионной электронной микроскопии установлена температурная граница индуцированного деформацией превращения, в котором наблюдается инверсия направления перераспределения азота в структуре аустенитной стали FeMn₂₂Cr₁₈N_{0.83}. Деформация методом сдвига под давлением в наковальнях Бриджмена ниже температурной границы (298 K) приводит к увеличению, а деформация выше границы (373 K) – к снижению количества азота в твердом растворе внедрения. Увеличение температуры деформации приводит к полному растворению продуктов ячеистого распада и формированию субмикрокристаллического аустенита с вторичными нанокристаллическими нитридами. Изменения направления перераспределения азота объяснены конкуренцией механизмов релаксации структуры по пути диспергизации, дислокационного растворения нитридов и распада пересыщенного азотом твердого раствора.

Ключевые слова: высокоазотистые аустенитные стали, сверхвысокая пластическая деформация, мессбауэровская спектроскопия

DOI: 10.31857/S001532302107010X

введение

Высокоазотистые хромомарганцевые аустенитные стали обладают рядом благоприятных физико-химических свойств (коррозионная стойкость, трибологические характеристики и др.), позволяющих предлагать эти стали в качестве новых материалов в машиностроении [1-4]. Механические свойства азотистых сталей в большой степени определяются структурно-фазовыми превращениями в условиях внешних воздействий [5-7]. Это касается, прежде всего, превращений в условиях интенсивных воздействий, относящихся к сверхвысокой пластической деформации (СВПД), таких как ударное и фрикционное воздействие, экструзия, равноканальное угловое прессование (РКУП), сдвиг под давлением (СД) и др. В работах [8, 9] было обращено внимание на индуцированные трением скольжения и СД процессы растворения нитридов CrN (Cr₂N) в стареющих высокоазотистых аустенитных сталях FeMn₂₂Cr₁₈N_{0 83} и $FeCr_{22}Mn_{1.4}N_{1.24}$. В аустенитной стали $FeMn_{22}Cr_{18}N_{0.83}$ улучшение характеристик износостойкости авторы связывают, в частности, с ростом упрочнения за счет твердорастворного механизма при трении [8]. Высокая диффузионная подвижность азота

может способствовать релаксационным процессам растворения нитридов и формированию вторичных нитридов в условиях СВПД. Косвенным подтверждением процессов образования вторичных нитридов в матрице аустенита могут служить данные ТЭМ по формированию нанокристаллических нитридов, полученные на стали FeCr₂₂Mn_{1.4}N_{1.24}, деформированной СД при комнатной температуре [9].

В работах по СВПД с использованием шаровых мельниц и сдвига во вращающихся наковальнях Бриджмена было показано, что изменение температуры большой пластической деформации в относительно небольшом интервале радикально меняет направление структурно-фазовых превращений от разупорядочения и растворения частиц при температурах вблизи комнатной (условно "холодной" деформации) до ускоренного упорядочения и образования вторичных фаз при температурах выше комнатной (условно "теплой" деформации). При помоле в шаровых мельницах процессы упорядочения и формирования вторичных фаз обусловлены высокими локальными температурами в зонах ударных воздействий. Теоретически подобные динамические эффекты при $T_{\text{воздействия}} \le 0.3 \ T_{\text{плавления}}$ обоснованы возникновением при СВПД дополнительных диффузионных каналов релаксации высокой механической энергии [10–12].

Целью настоящей работы являлось исследование влияния температуры СВПД на структурнофазовые переходы в стареющей высокоазотистой аустенитной стали FeMn₂₂Cr₁₈N_{0.83}.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Исследовали высокоазотистую хромомарганцевую аустенитную сталь FeMn₂₂Cr₁₈N_{0.83} (мас. %: 0.05 C, 22.1 Mn, 17.9 Cr, 0.83 N, остальное Fe). приготовленную с применением технологии литья с противодавлением азота [2, 13]. Образцы стали гомогенизировали при 1423 К, подвергали горячей ковке и далее закаливали от 1423 К в воде. Часть закаленных образцов подвергали старению при 1073 К, 2 и 30 ч. Для проведения СВПД методом СД во вращающихся наковальнях Бриджмена от прутков сечением $10 \times 10 \text{ мм}^2$ отрезали пластины толщиной 0.3 мм электроискровым способом и утоняли посредством механического шлифования до 0.25 мм. Сталь в аустенитном и состаренном состоянии деформировали при температурах 298, 373 и 573 К по методике [14]. При выбранной температуре образцы нагружали давлением 8.0 ГПа и осуществляли сдвиг путем вращения нижней наковальни. После сдвига образец разгружали и возвращали на комнатную температуру. Образец после СД имел форму диска толщиной 0.15 мм и диаметром 7 мм.

Истинную деформацию при СД оценивали по формуле [15]:

$$e = \ln \left(h_0 / h_i \right) + \ln \left(1 + \left(\phi R_i / h_i \right)^2 \right)^{1/2}, \tag{1}$$

где h_0 и h_i — толщина образцов до и после деформации, $\varphi = n \times 2\pi$ — угол поворота наковален (n — количество оборотов), R_i — расстояние от центра образца до исследуемой области структуры (1/2 радиуса образца). Деформацию осуществляли со скоростью $\omega = 0.3$ об./мин, величина деформации составила e = 5.9 (n = 3 об.).

Мёссбауэровские спектры поглощения γ -квантов с энергией 14.4 кЭв на ядрах ⁵⁷ Fe были получены при комнатной температуре в режиме постоянного ускорения с источником ⁵⁷Co(Rh). Для мёссбауэровских измерений образцы утоняли до толщины 20 мкм. В качестве "пятна" для прохождения γ -квантов использовали всю площадь образца. Стандартным калибратором была фольга α -Fe. Расчет мёссбауэровских спектров проводили с использованием пакета программ MS Tools [16]. Расчет включал в себя восстановление распределения центров тяжести синглетных (аппаратурных) линий по шкале Допплеровских скоростей p(V), улучшающих разрешение спектра. Далее распределение p(V), наряду с априорной информацией, использовали для моделирования и аппроксимации спектров суммой нескольких подспектров, отвечающих различным неэквивалентным окружениям мессбауэровского зонда, атомов ⁵⁷Fe.

На тех же образцах проводили ТЭМ-исследования методом тонких фольг на просвет на микроскопе JEM-200CX.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

ТЭМ-анализ результатов деформации СД-стали FeMn₂₂Cr₁₈N_{0.83}.

На рис. 1а представлена структура исходной закаленной стали, которая не содержит видимых выделений нитридов. В результате СД в закаленной стали (при комнатной температуре) формируется субмикрокристаллическое состояние, рис. 16. Здесь же представлена кольцевая микродифракция, которая содержит рефлексы от сильно разориентированных зерен аустенита. Размер фрагментов матрицы (зерен и субзерен) составляет 50–80 нм.

Результатом старения стали $FeMn_{22}Cr_{18}N_{0.83}$ при 1073 K, 30 ч является практически полный (~90%) распад твердого раствора с формированием перлитоподобной структуры ячеистого распада, представляющего собой чередующиеся пластины аустенита и нитридов хрома (Cr₂N) [8] (рис. 2а). Деформация СД при комнатной температуре привела к измельчению структуры аустенитной матрицы и частичному растворению нитридов (рис. 26).

В случае "теплой" (573 К) деформации структура закаленной и состаренной стали полностью трансформируется по сравнению с исходной. В структуре не сохраняется пластинчатых нитридов. Формируются дисперсные кристаллиты нитридов и аустенита. Вблизи первого дифракционного кольца рефлексов от аустенитной матрицы располагаются рефлексы, которые можно отнести к нитридам с нестехиометрическим составом, Cr_xN (см. рис. 1в и 2в). На темнопольном изображении в составном рефлексе $(111)\gamma + (200)\gamma +$ + Cr₂N проявляются не только разориентированные матричные фрагменты, но и дисперсные выделения размером ~2 нм. Нанокристаллические нитриды, предположительно, являются вторичными, сформировавшимися в результате распада пересыщенного азотом твердого раствора на основе ГШК-фазы. Распал пересышенного азотом у-твердого раствора при деформационном воздействии при разных температурах анализировали методом мёссбауэровской спектроскопии, и результаты представлены ниже.

Мёссбауэровский анализ содержания азота в аустените стали $FeMn_{22}Cr_{18}N_{0.83}$.

ИНВЕРСИЯ ПЕРЕРАСПРЕДЕЛЕНИЯ АЗОТА В АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ



Рис. 1. Структура закаленной (а) и деформированной (б, в) стали FeMn₂₂Cr₁₈N_{0.83}. Обработка: а – закалка в воде от 1423 K; б – закалка + СД при 298 K; в – закалка + СД при 573 K; а – светлопольное изображение, б и в – темнопольные изображения в комплексном рефлексе (111) γ + (200) γ + Cr₂N.

Изменения состава аустенита, обнаруженные после отжига, сухого трения скольжения и СД при комнатной температуре, исследовали ранее [8]. Мёссбауэровский спектр закаленной стали имеет вид уширенного асимметричного синглета (см. рис. 3а). Причиной уширения являются неэквива-



Рис. 2. Структура состаренной (а) и деформированной (б, в) стали $FeMn_{22}Cr_{18}N_{0.83}$. Обработка: а – закалка + старение при 1073 K, 30 ч; б – старение + СД при 298 K; в – старение + СД при 573 K; а,б – светлопольные изображения, в – темнопольное изображение в комплексном рефлексе (111) γ + (200) γ + Cr_2N .

лентные окружения резонансного железа примесными атомами замещения (Mn, Cr) и внедрения (N). Для улучшения разрешения спектров была использована процедура восстановления распре-

707

Рис. 3. Мёссбауэровские спектры и распределения p(V) стали FeMn₂₂Cr₁₈N_{0.83}. Обработка: а – закалка в воде от 1423 K; 6 – старение при 1073 K, 2 ч; в – старение при 1073 K, 30 ч.

деления p(V). Хорошо видно, что распределение p(V) выявляет асимметричную структуру спектра при аппроксимации гауссовыми формами p(V) и представляет собой суперпозицию компонент D(0) + D(1) + D(2) (см. рис. 3 и 4). Использование данных расчета p(V) и априорной информации о спектре нержавеющей стали FeMn₂₂Cr₁₈N_{0.83} [17, 18] и спектре твердого раствора азота в железе с ГЦК-кристаллической решеткой [19, 20] позволяет предложить модель мёссбауэровского спектра исследуемой стали с параметрами, указанными в табл. 1 и 2.

Дублет D(0) обусловлен градиентом электрического поля на ядре ⁵⁷Fe от окружений примеся-



Рис. 4. Мёссбауэровские спектры и распределения p(V) стали FeMn₂₂Cr₁₈N_{0.83}. Обработка: а – закалка + + СД при 298 К; б – закалка + СД при 573 К; в – старение при 1073 К, 30 ч + СД при 298 К; г – старение при 1073 К, 30 ч + СД при 573 К.

ми замещения (Mn, Cr), и его сверхтонкие параметры (изомерному сдвигу I_s и квадрупольному сдвигу Q_s) близки к значениям для нержавеющей стали [17, 18]. Дублеты D(1) и D(2) имеют пара-

Обработка	Подспектры и их параметры											
	D(0)				D(1)				D(2)			
	<i>I_S</i> , мм/с	<i>Q_S</i> , мм/с	<i>G</i> _{1/2} , мм/с	*S _{D(0)} , %	<i>I_S</i> , мм/с	<i>Q_S</i> , мм/с	<i>G</i> _{1/2} , мм/с	*S _{D(1)} , %	<i>I_S</i> , мм/с	<i>Q_S</i> , мм/с	<i>G</i> _{1/2} , мм/с	*S _{D(2)} , %
Закалка 1373 К, 30 мин	-0.11	0.07	0.29	88	-0.05	0.20	0.29	11	0.01	0.35	0.30	1
Старение 1073 К, 2 ч	-0.11	0.07	0.29	91	-0.05	0.20	0.29	9	—	—	—	—
Старение 1073 К, 30 ч	-0.12	0.06	0.30	93	-0.05	0.19	0.29	7	_	_	_	_

Таблица 1. Параметры мёссбауэровских подспектров стали FeMn₂₂Cr₁₈N_{0.83} после закалки и старения при 1073 К

* Значения $S_{D(0)}, S_{D(1)}$ и $S_{D(2)}$ получены экстраполяцией на нулевую толщину поглотителя.

Обработка	Подспектры и их параметры											
	D(0)				D(1)				D(2)			
	<i>I_S</i> , мм/с	<i>Q_S</i> , мм/с	<i>G</i> _{1/2} , мм/с	*S _{D(0)} , %	<i>I_S</i> , мм/с	<i>Q_S</i> , мм/с	<i>G</i> _{1/2} , мм/с	*S _{D(1)} , %	<i>I_S</i> , мм/с	<i>Q_S</i> , мм/с	<i>G</i> _{1/2} , мм/с	*S _{D(2)} , %
Закалка 1373 К, 30 мин	-0.11	0.07	0.29	88	-0.05	0.20	0.29	11	0.01	0.35	0.30	1
СД при 298 К после закалки	-0.10	0.07	0.30	79	-0.04	0.19	0.30	17	0.02	0.34	0.30	2
СД при 573 К после закалки	-0.11	0.06	0.30	92	-0.05	0.20	0.30	7	0.00	0.35	0.30	0.5
Старение 1073К, 30 ч	-0.12	0.06	0.30	93	-0.05	0.19	0.29	7	_	_	_	_
СД при 298 К после ста- рения	-0.11	0.07	0.30	90	-0.03	0.20	0.29	10	_	_	_	_
СД при 573 К после ста- рения	-0.11	0.06	0.30	93	-0.05	0.19	0.29	6	_	—	—	_

Таблица 2. Параметры мёссбауэровских подспектров закаленной и состаренной стали $FeMn_{22}Cr_{18}N_{0.83}$ после СД при 298 и 573 К

* Значения $S_{D(0)}$, $S_{D(1)}$ и $S_{D(2)}$ получены экстраполяцией на нулевую толщину поглотителя.

метры аналогичные параметрам подспектров, обусловленных внедрением одного и двух (в гантельной конфигурации) атомов азота соответственно, в ближайшие к атомам железа октаэдрические междоузлия [19, 20] (см. рис. 4 и табл. 1 и 2).

Предложенная модель сверхтонкой структуры исследуемой стали подтверждается изменениями распределения p(V) и парциального вклада компонент D(1) и D(2) спектра после старения стали (см. рис. 3 и табл. 1). Выход азота из междоузлий ГЦК-твердого раствора в нитриды CrN (Cr₂N) в ходе старения приводит к снижению интенсивности компонент D(1) и D(2). По данным ренгеноструктурного анализа (РСА), в результате старения при 1073 K, 30 ч период решетки аустенита снижается от 0.3630 до 0.3614 нм.

Мёссбауэровский анализ результатов СД при различных температурах закаленной и состаренной стали FeMn₂₂Cr₁₈N_{0.83}.

Количественную оценку содержания азота (x) в стали FeMn₂₂Cr₁₈N_{0.83} проводили в предположении репульсивного распределения (взаимного отталкивания) атомов азота в твердом растворе по вкладу конфигурации D(1) от атомов железа с одним атомом азота в ближайших октаэдрических междоузлиях — относительной интегральной интенсивности $S_{D(1)}$, в соответствии с формулой [19]:

$$S_{\rm D(1)} = 6p(1-p), \tag{2}$$

где p = x(1 - x) - доля октаэдрических междоузлий в аустените, заполненных азотом.

С целью учета эффекта самопоглощения интенсивность $S_{D(1)}$ экстраполировали на нулевую толщину поглотителя. Для закаленного состоя-

ния стали x = 0.2 (2 ат. %) N, что заметно ниже заданного при выплавке (3.3 ат. %). В результате деформации при комнатной температуре (n = 3 об.) закаленной стали интенсивность $S_{D(1)}$ возрастает от 11 до 17 об. % (см. рис. 4а, 5а и табл. 2).

В соответствии с формулой (2), это означает увеличение содержания азота от 2 до 3 ат. %, что близко к общему количеству азота в стали (3.3 ат. %) (см. рис. 5а). Та же тенденция, а именно рост $S_{D(1)}$ от 6 до 10 об. %, наблюдается в спектре деформированного СД (n = 3 об.) при комнатной температуре состаренного при 1073 К образца стали и отвечает росту содержания азота от 1.1 до 1.8 ат. % (см. рис. 4в и 5б). Рост содержания азота в аустените деформированной СД при температуре 298 К стали коррелирует с увеличением периода решетки аустенита до 0.3648 нм.

Тенденция роста S_{D(1)} закаленного и состаренного образцов стали после "холодной" деформации изменяется на противоположную при увеличении температуры деформации в относительно узкой "переходной" области температур. Деформация при 373 К закаленного образца не приводит к заметному росту $S_{D(1)}$ (см. рис. 5а). Увеличение же температуры деформации до 573 К кардинально меняет направление изменения $S_{D(1)}$. Из результатов расчета спектра закаленного образца, деформированного СД при 573 К, следует, что $S_{D(1)}$ снижается от 11 до 7 об. %, что близко к результатам, полученным после старения стали при 1073 К, 30 ч. Та же тенденция наблюдается и при увеличении температуры деформации состаренного образца, а именно снижение $S_{D(1)}$ от 7 до 6 об. %.



Рис. 5. Зависимость концентрации азота C_N в аустените стали FeMn₂₂Cr₁₈N_{0.83} от температуры СД. а – Исходная закалка в воде от 1423 К; б – исходное старение при 1073 К, 30 ч. Пунктиром обозначено исходное содержание азота в твердом растворе закаленной (а) и состаренной (б) стали.

ОБСУЖДЕНИЕ

Данные мёссбауэровской спектроскопии по росту интенсивности дублетов D(1) и D(2) после "холодной" (298 К) деформации СД закаленного и состаренного образцов свидетельствуют об увеличении количества атомов азота в состоянии внедрения в ГЦК-матрицу стали. Этот результат подтвержден данными РСА и был продемонстрирован ранее в экспериментах по фрикционному воздействию и СД при комнатной температуре на исследуемой стали FeMn₂₂Cr₁₈N_{0.83} [8] и стали FeCr₂₂Mn_{1.4}N_{1.24} [9]. Причиной является неравновесный процесс дислокационного перерезания и растворения дисперсных нитридов [8, 9]. Индуцированные большой пластической деформацией процессы растворения дисперсных частиц вторых фаз (интерметаллидов, карбидов, боридов, оксидов и нитридов) наблюдали ранее [21, 22]. Для закаленного состояния стали рост количества атомов азота в ближайших к атомам железа междоузлиях объясняется деформационным разупорядочением неоднородного распределения азота, сформировавшегося в процессе выплавки и предварительной обработки [8, 9]. Обнаруженная в настоящем исследовании смена направления перераспределения азота в аустените на противоположное в узком "переходном" интервале температур СВПД означает наличие температурной границы деформационно-индуцированного перехода от растворения к выделению нитридов.

Как это следует из данных ТЭМ, обнаруженная мёссбауэровским методом температурная граница, выше которой происходит снижение содержания азота в твердом растворе на основе аустенита, характеризуется трансформацией структуры с полным при 573 К растворением продуктов ячеистого распада и формированием субмикрокристаллического аустенита с дисперсными наноразмерными выделениями нитридов (см. рис. 1в и 2в). Как следует из мессбауэровского анализа, после деформации при 573 К степень распада, т.е. количество азота в твердом растворе на основе у-фазы, как в закаленной, так и в состаренной стали приближается к содержанию азота в аустените после термического старения при 1073 К, 30 ч. Таким образом, можно заключить, что увеличение температуры СД ускоряет как процессы растворения продуктов ячеистого распада, так и формирования вторичных нитридов. В то же время процесс формирования вторичных нитридов преобладает при увеличении температуры деформации до 573 К.

Аномальное влияние температуры СВПД на процессы механического легирования было показано ранее на примере деформационно-индуцированных (при прокатке и СД) фазовых превращений типа "растворение-выделение" дисперсных частиц интерметаллической у'-фазы в стареющих сплавах Fe-Ni(Ti, Al) с ГЦК-кристаллической решеткой [14, 21, 22] и нитридов CrN (Cr₂N) в феррите стали FeCr₂₂Mn₁₄N₁₂₄ [9]. Причиной является механизм диссипации механической энергии при СВПД, при котором, наряду с дислокационным перерезанием и растворением частиц вторых фаз, генерируется большое количество точечных дефектов, участвующих в релаксации структуры по пути диффузионного распада пересыщенных твердых растворов [14, 22]. Особенностью этого процесса является ускорение распада при относительно невысокой температуре (выше 373 К), когда обычный термический отжиг образца при конечном времени отжига не меняет заметно содержание азота в матрице. Подтверждением ускоренной кинетики динамического старения является сопоставление результатов активного старения в процессе СД при 573 К (воздействие осуществляется ~10 мин -3 оборота наковальни со скоростью 0.3 об./мин) и практического отсутствия старения после изотермического отжига при этой же температуре закаленной стали, предварительно деформированной

СД при комнатной температуре. Ускорение растворения и формирования частиц при "теплой" деформации связано с образованием развитой сети межзеренных границ, насыщением структуры дислокациями и точечными дефектами. Термодинамическим условием сплавообразования в модифинированной лля случая механосплавления молели Миедемы [23, 24] является образование сегрегаций легирующих элементов на развитой сети границах нанозерен [25]. Наблюдаемое снижение содержания азота в аустените при "теплой" деформации СД связано с его выходом на границы нанозерен в виде сегрегаций и чрезвычайно дисперсных вторичных нитридов. Однако следует специально отметить, что основным условием ускорения динамических процессов старения является непрерывная генерация подвижных точечных дефектов во время воздействия пластической деформации. Именно непрерывное насыщение структуры подвижными точечными дефектами типа вакансионных комплексов ответственно за повышение подвижности элементов замещения (в данном случае Cr) [26, 27] и, как следствие, снижение температуры распада пересыщенного азотом аустенита с формированием вторичных нитридов [14, 28]. Повышенная диффузионная подвижность азота при пониженных температурах очевидно способствует релаксации по пути распада твердого раствора. Высокая диффузионная подвижность азота при пониженных температурах подтверждается, например, в экспериментах по увеличению тетрагональности свежезакаленного на 80 К мартенсита при отогреве до комнатной температуры [3].

Экспериментальным подтверждением формирования высокой концентрации вакансионных комплексов, близкой к концентрации при предплавильных температурах, явились работы по СВПД меди с использованием РКУП и СД [29, 30]. А в работе [26] на ферритном сплаве Fe-Cr была показана прямая связь индуцированного деформацией ближнего упорядочения с подвижностью вакансионных комплексов. По данным ТЭМ динамический распад при "теплой" деформации стали FeMn₂₂Cr₁₈N_{0.83} идет по пути формирования сегрегаций легирующих элементов и вторичных чрезвычайно дисперсных нитридов на развитой сети границ нанокристаллической матрицы. В соответствии с концепцией [10], формирование температурной границы смены направления перераспределения азота в аустените является следствием возникновения дополнительных каналов релаксации большой механической энергии при относительно невысоких температурах по механизму ускоренной диффузии. К такого рода динамическим эффектам, вызванным насыщением структуры точечными дефектами, относятся динамическая рекристаллизация, динамическое старение, упорядочение и т.д.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методами мёссбауэровской спектроскопии и ТЭМ исследованы структурно-фазовые превращения в высокоазотистой хромомарганцевой аустенитной стали FeMn₂₂Cr₁₈N_{0.83} при деформации во вращающихся наковальнях Бриджмена при температурах от 298 до 573 К с истинной деформацией е ~ 5.9. Показано, что результатом СВПД методом СД в относительно узком "переходном" интервале температур (от комнатной до 373 К и выше) существует граница изменения направления перераспределения азота в структуре стали от увеличения его объема в твердом растворе на основе аустенита при "холодной" (298 К) к снижению при "теплой" (373-573 К) деформации. При увеличении температуры СД ускоряются как процессы растворения продуктов ячеистого распада, так и формирования вторичных нанокристаллических нитридов. Выше температурной границы инверсии перераспределения азота преобладают процессы распада пересыщенного азотом аустенита. Ускорение процессов распада обусловлено генерацией подвижных вакансий, ответственных за диффузию элементов замещения (хрома) и формирование вторичных нитридов. На основании ланных по зависимости от температуры СД содержания азота в твердом растворе аустенита сделан вывод о диссипации механической энергии при СД по сложному механизму, сочетающему дислокационное растворение нитридов и диффузионный распад, обусловленный генерацией подвижных вакансионных комплексов.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-33-60006.

Работа выполнена в рамках государственного задания по теме "Структура" № АААА-А18-118020190116-6.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Костина М.В., Банных О.А., Блинов В.М., Дымов А.А. Легированные азотом хромистые коррозионностойкие стали нового поколения // Материаловедение. 2001. № 2. С. 35–44.
- Рашев Ц. Высокоазотистые стали. Металлургия под давлением. София: Изд-во Болгарской АН, 1995. 268 с.
- 3. *Gavrilyuk V.G. and Berns H.* High Nitrogen Steels. Berlin: Springer Verlag, 1999. 373 p.
- Коршунов Л.Г., Гойхенберг Ю.Н., Терещенко Н.А., Уваров А.И., Макаров А.В., Черненко Н.Л. Износостойкость и структура поверхностного слоя азотсодержащих нержавеющих аустенитных сталей при трении и абразивном воздействии // ФММ. 1997. Т. 84. № 5. С. 137–149.
- 5. *Коршунов Л.Г.* Структурные превращения при трении и износостойкость аустенитных сталей // ФММ. 1992. № 8. С. 3–21.

- Korshunov L.G., Shabashov V.A., Chernenko N.L., Pilyugin V.P. Effect of contact stresses on the phase composition, strength, and tribological properties of nanocrystalline structures formed in steels and alloys under sliding friction // Met. Sci. and Heat Treat. 2008. V. 50. № 11–12. P. 583–592.
- Наркевич Н.А., Сурикова Н.С. Деформационное поведение и эволюция структуры наржавеющей Сг-Мп-N-стали в процессе низкотемпературного растяжения // ФММ. 2020. Т. 121. № 12. С. 1278– 1284.
- Shabashov V.A., Korshunov L.G., Sagaradze V.V., Kataeva N.V., Zamatovsky A.E., Litvinov A.V., Lyashkov K.A. Mossbauer analysis of deformation dissolution of the products of cellular decomposition in high-nitrogen chromium manganese austenite steel // Phil. Mag. 2014. V. 94. № 7. P. 668–682.
- Шабашов В.А., Макаров А.В., Козлов К.А., Сагарадзе В.В., Заматовский А.Е., Волкова Е.Г., Лучко С.Н. Деформационно-индуцированное растворение и выделение нитридов в аустените и феррите высокоазотистой нержавеющей стали // ФММ. 2018. Т. 119. № 2. С. 193–204.
- Глезер А.М., Метлов Л.С. Физика мегапластической (интенсивной) деформации твердых тел // ФТТ. 2010. Т. 52. № 6. С. 1090–1097.
- Mazanko V.F., Gertzriken D.S., Bevz V.P., Mironov V.M., Mironova O.A. Mass transfer under the shock compression in metal systems with interlayer // Met. Phys. Adv. Technol. 2010. V. 32. P. 1267–1275.
- Разумов И.К., Горностырев Ю.Н., Ермаков А.Е. Сценарии неравновесных фазовых превращений в сплавах в зависимости от температуры и интенсивности пластической деформации // ФММ. 2018. Т. 119. № 12. С. 1195–1202.
- 13. Лякишев Н.П., Банных О.А. Новые конструкционные стали со сверхравновесным содержанием азота // Перспективные материалы. 1995. № 1. С. 73.
- 14. Shabashov V., Sagaradze V., Kozlov K., Ustyugov Y. Atomic order and submicrostructure in iron alloys at megaplastic deformation // Metals. 2018. V. 8. № 12. art. 995.
- 15. Degtyarev M.V., Chashchukhina T.I., Voronova L.M., Patselov A.M., Pilyugin V.P. Influence of the relaxation processes on the structure formation in pure metals and alloys under high-pressure torsion // Acta Mat. 2018. V. 55. № 18. P. 6039–6050.
- Русаков В.С. Мёссбауэровская спектроскопия локально неоднородных систем. Алматы, 2000. 430 с.
- Reno R.S., Swartzendruber L.J. Origin of Mossbauer linewidth in stainless steel // Magn. and magnetic mater. 18th Annu. Conf. Denver. Colo. 1973. V. 2. P. 1350.
- Srivastava B.P., Sarma H.N.K., Bhattacharya D.L. Quadrupole splitting in deformed stainless steel // Phys. Status Solidi A. 10. 1972. P. K117–K118.

- Oda K., Ino H., Umezu K. Interaction and arrangement of nitrogen atoms in FCC γ-iron // J. Phys.: Condens. Matter. 1990. V. 2. № 50. P. 10147–10158.
- 20. Gavrilyuk V.G., Nadutov V.M., Gladun O.V. Distribution of nitrogen in FeN austenite // Phys. Met. Metallogr. 1990. V. 69. № 3. P. 129–135.
- Сагарадзе В.В., Шабашов В.А. Аномальные диффузионные фазовые превращения в сталях при интенсивной холодной деформации // ФММ. 2011. Т. 112. № 2. С. 155–174.
- Шабашов В.А., Сагарадзе В.В., Заматовский А.Е., Пилюгин В.П., Козлов К.А., Литвинов А.В., Катаева Н.В. Динамическое старение в сплаве Fe–Ni–Al при мегапластической деформации. Влияние температуры и скорости деформации // ФММ. 2016. Т. 117. № 8. С. 833–844.
- Dorofeev G.A., Yelsukov E.P., Ulyanov A.L., Konygin G.N. Thermodynamic simulation of mechanically alloyed solid solution formation in Fe–Sn system // Mater. Sci. Forum. 2000. P. 343–346, 585–590.
- 24. Дорофеев Г.А., Елсуков Е.П., Ульянов А.Л. Механическое сплавление компонентов системы Fe-Mg // Неорганич. мат. 2004. Т. 40. № 7. С. 793-803.
- Sagaradze V.V., Kataeva N.V., Zavalishin V.A., Kozlov K.A., Makarov V.V., Kuznetsov A.R., Rogozhkin S.V., Ustyugov Yu.M. Formation of low-temperature deformationinduced segregations of nickel in Fe–Ni-based austenitic alloys // Phil. Mag. 2020. V. 100. № 14. P. 1868– 1879.
- 26. Shabashov V., Kozlov K., Ustyugov Y., Zamatovskii A., Tolmachev T., Novikov E. Mössbauer analysis of deformation-induced acceleration of short-range concentration separation in Fe–Cr alloys-effect of the substitution impurity: Sb and Au // Metals. 2020. V. 10. № 6. art. 725.
- Kozlov K., Shabashov V., Zamatovskii A., Novikov E., Ustyugov Y. Inversion of the Sign of the Short-Range Order as a Function of the Composition of Fe–Cr Alloys at Warm Severe Plastic Deformation and Electron Irradiation // Metals. 2020. V. 10. № 5. art. 659.
- Lyashkov K., Shabashov V., Zamatovskii A., Kozlov K., Kataeva N., Novikov E., Ustyugov Y. Structure-phase transformations in the course of solid-state mechanical alloying of high-nitrogen chromium-manganese steels // Metals. 2021. V. 11. art. 301.
- Gubicza J., Khosravi E., Dobatkin S.V. Reduction of vacancy concentration during storage of severely deformed Cu // Mat. Sci. Eng.: A. 2010. V. 527. № 21–22. P. 6102–6104.
- Čížek J., Barnovská Z., Procházka I., Janeček M., Srba O., Kužel R., Dobatkin S. Evolution of defects in copper deformed by high-pressure torsion // Acta Mat. 2011. V. 59. № 6. P. 2322–2329.