УДК 539.4

Закономерности водородного охрупчивания аустенитных нержавеющих сталей с ультрамелкозернистой структурой разной морфологии

Е.Г. Астафурова[1], Е.В. Мельников[1], С.В. Астафуров[1], И.В. Раточка[1], И.П. Мишин[1], Г.Г. Майер[1], В.А. Москвина[1,2], Г.Н. Захаров[1], А.И. Смирнов[3], В.А. Батаев[3]

[1] Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, 634055, Россия
[2] Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, 634050, Россия
[3] Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск, 630073, Россия

В работе проведено исследование влияния электролитического насыщения водородом на закономерности пластического течения, прочностные свойства, пластичность и механизмы разрушения аустенитных нержавеющих сталей 01Х17Н13М3, 12Х18Н10Т и 17Х18Н9 с разной энергией дефекта упаковки. В исследуемых сталях методами теплого прессования со сменой оси деформации и термомеханической обработки, включающей холодную прокатку и отжиги, была сформирована ультрамелкозернистая структура различной морфологии — ультрамелкозернистая (субмикрокристаллическая), разориентированная зеренно-субзеренная и смешанная (зеренная и субзеренная) структура субмикронного масштаба. Прочностные свойства сталей после теплого прессования и прокатки с отжигами в 3.5–6.0 раз превышают свойства закаленных сталей с крупнокристаллической структурой. Электролитическое насыщение водородом исследуемых сталей со структурой субмикронного масштаба способствует снижению условного предела текучести независимо от размера зерна/субзерна, характера структуры, состава стали и ее энергии дефекта упаковки. Формирование высокодефектной зеренно-субзеренной структуры с высокой плотностью дислокаций подавляет эффекты водородной хрупкости в сталях 01Х17Н13М3 и 12Х18Н10Т, в которых не образуется или образуется малая объемная доля α'-мартенсита деформации при растяжении. Отпуск высокодефектной структуры и формирование большой доли высокоугловых разориентировок в стабильной стали 01Х17Н13М3 способствует усилению эффекта водородного охрупчивания образцов по сравнению с теми, которые обладают зеренно-субзеренной структурой с высокой плотностью дислокаций и малоугловых границ. Самые большие эффекты водородного охрупчивания характерны для ультрамелкозернистых (субмикрокристаллических) сталей 12Х18Н10Т и 17Х18Н9 с преимущественно зеренной структурой, которые испытывают $\gamma \rightarrow \alpha'$ фазовое превращение при деформации.

Ключевые слова: нержавеющие стали, водородное охрупчивание, разрушение, ультрамелкозернистая структура, растяжение, $\gamma \rightarrow \alpha'$-мартенситное превращение

DOI 10.24411/1683-805X-2018-12011

Hydrogen embrittlement effects on austenitic stainless steels with ultrafine-grained structure of different morphology

E.G. Astafurova[1], E.V. Melnikov[1], S.V. Astafurov[1], I.V. Ratochka[1], I.P. Mishin[1], G.G. Maier[1], V.A. Moskvina[1,2], G.N. Zakharov[1], A.I. Smirnov[3], and V.A. Bataev[3]

[1] Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Tomsk, 634055, Russia
[2] National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, 634050, Russia
[3] Novosibirsk State Technical University, Novosibirsk, 630073, Russia

The paper studies the effect of electrolytic hydrogenation on the plastic flow, strength properties, ductility, and fracture mechanisms in austenitic stainless steels Cr17Ni13Mo3C0.01, Cr18Ni10TiC0.12, and Cr18Ni9C0.17 with different stacking fault energies. The investigated steels are subjected to warm ABC-pressing and thermomechanical processing, including cold rolling and annealing, to produce the ultrafine-grained structure of different morphologies, such as ultrafine-grained (submicrocrystalline), misoriented grain-subgrain and mixed (grain and subgrain) structures of submicron scale. The strength properties of the steels after warm pressing and rolling with annealing exceed 3.5–6.0 times the properties of quenched steels with coarse-grained structure. Electrolytic hydrogenation of the studied steels with submicron-sized structure reduces the yield strength irrespective of the grain/subgrain size, structure pattern, steel composition, and its stacking fault energy. The formation of a highly defective grain-subgrain structure with high dislocation density suppresses the effect of hydrogen embrittlement in Cr17Ni13Mo3C0.01 and Cr18Ni10TiC0.12 steels, in which no or a small volume fraction of strain-induced α' martensite forms in tension. The tempering of the highly defective structure and the formation of a large fraction of high angle misorientations in the stable Cr17Ni13Mo3C0.01 steel enhances the effect of hydrogen embrittlement in the specimens as compared with the specimens with a grain-subgrain structure with high dislocation density and low angle boundaries. The hydrogen embrittlement effects are most pronounced in ultrafine-grained (submicrocrystalline) Cr18Ni10TiC0.12 and Cr18Ni9C0.17 steels with predominantly grain structure, which undergo strain-induced $\gamma \rightarrow \alpha'$ phase transformation.

Keywords: stainless steels, hydrogen embrittlement, fracture, ultrafine-grained structure, tension, $\gamma \rightarrow \alpha'$ martensitic transformation

© Астафурова Е.Г., Мельников Е.В., Астафуров С.В., Раточка И.В., Мишин И.П., Майер Г.Г., Москвина В.А., Захаров Г.Н., Смирнов А.И., Батаев В.А., 2018

1. Введение

Водородное охрупчивание аустенитных сталей зависит от широкого спектра причин, в частности от энергии дефекта упаковки, химического и фазового состава сталей. Оно может быть вызвано локализованной пластичностью, связанной с водородом (HELP-эффект), развитием механического двойникования, образованием деформационного α'-мартенсита, псевдогидридной фазы, водородно-индуцируемым облегчением межатомных связей (HEDE-эффект) и др. [1–5]. Одним из механизмов повышения устойчивости аустенитных сталей к водородному охрупчиванию считают увеличение энергии дефекта упаковки и формирование устойчивой к деформационным фазовым превращениям аустенитной структуры [6–8]. Несмотря на эти данные, в работе [9] показано, что стабильность аустенита не является достаточным условием для устойчивости стали к воздействию водорода и в большой степени определяется типом деформационной микроструктуры, характером распределения микро- и макроскопических дефектов, формирующихся в структуре стали под действием водорода.

Формирование структурных состояний с высокой плотностью дефектов (границ, субграниц, дислокационных стенок, хаотически распределенных дислокаций, микро- и мезополос локализованной деформации и пр.) может существенным образом повлиять на устойчивость стали к водородному охрупчиванию. В работе [10] сделан вывод о том, что холодная прокатка до больших степеней деформации вызывает формирование высокой плотности дислокаций и способствует устойчивости аустенитных сталей Fe–(17–18)Cr–(10–13)Ni–(0.4–2.5)Mo (мас. %) к водородному охрупчиванию, а механизм водородно-индуцируемого разрушения не зависит от типа микроструктуры и количества мартенсита в исходной структуре сталей [10]. Д.К. Хан с соавторами [11] показали, что подвижность атомов водорода в холодно деформированных сталях Fe–0.6C–18Mn и Fe–0.6C–18Mn–1.5Al снижается по сравнению с закаленными, а увеличение доли двойников деформации в микроструктуре приводит к усилению эффектов деградации стали в среде водорода. Авторы связывают такое поведение с повышенной склонностью двойниковых границ к накоплению водорода. В работе [12] показано, что сильными ловушками для водорода с энергией связи от 61.3 до 62.2 кДж/моль выступают границы «аустенит–мартенсит», границы аустенитных зерен и ядра смешанных дислокаций. То есть помимо формирования высокой плотности дислокаций и деформационных двойников, которые создают избыток водородных ловушек и существенным образом изменяют восприимчивость сталей к водородному охрупчиванию, в сталях существует возможность формирования избыточной плотности ловушек другого типа — границ зерен и субзерен, межфазных границ и дисперсных частиц.

Влияние размера зерна в диапазоне 1–21 мкм на закономерности пластического течения и механизмы разрушения метастабильной аустенитной стали Fe–16Cr–10Ni, подвергнутой насыщению водородом, было изучено в работе [13]. Уменьшение размера зерна подавляет процессы водородного охрупчивания — мелкозернистая сталь Fe–16Cr–10Ni разрушается вязко с образованием ямочного излома, а крупнокристаллическая сталь — хрупко с образованием квазисколов и большой потерей пластичности при растяжении [13]. А. Макадре с соавторами [14] также показали, что уменьшение размера зерна (от 50 до 1 мкм) не способствует увеличению концентрации водорода в образцах метастабильной аустенитной стали Fe–16Cr–10Ni и не приводит к охрупчиванию материала при его насыщении водородом. Положительное влияние измельчения зерна методами интенсивной пластической деформации и постдеформационными отжигами в метастабильной стали SUS304 (Fe–0.05C–19Cr–8Ni–1Mn) также было отмечено в работах [15, 16]. В работе [17] исследованы процессы наводороживания в ультрамелкозернистом сплаве Fe–0.01C (мас. %), сформированном при деформации кручением под высоким давлением. Показано, что в ОЦК-железе высокоугловые границы и вакансии не являются эффективными местами накопления водорода и имеют малое влияние на процессы водородного охрупчивания. При этом куда большее влияние имеют дислокации и малоугловые границы, которые подавляют водородное охрупчивание в ультрамелкозернистом сплаве Fe–0.01C [17, 18]. Таким образом, формирование ультрамелкозернистой структуры в сталях имеет перспективу использования для создания устойчивых к водородному охрупчиванию материалов. Но вопрос о влиянии типа дефектов и границ на процессы накопления водорода и разрушения сталей с разной стабильностью к фазовым переходам при пластической деформации не раскрыт полностью и требует детальных исследований.

Цель настоящего исследования — установить влияние электролитического наводороживания на закономерности пластического течения, прочностные свойства, пластичность и механизм разрушения аустенитных нержавеющих сталей с разной энергией дефекта упаковки, в которых методами теплого прессования со сменой оси деформации и термомеханической обработки, включающей холодную прокатку и отжиги, была сформирована ультрамелкозернистая структура различной морфологии.

2. Методы исследования

Для исследования были выбраны аустенитные нержавеющие стали 12Х18Н10Т, 17Х18Н9 и 01Х17Н13М3 с разной энергией дефекта упаковки, точный химический состав сталей приведен в табл. 1.

Исходные стальные заготовки были закалены в воду после часовой выдержки при температуре 1050–

Таблица 1

Химический состав исследуемых сталей (мас. %)

Марка стали	Fe	Cr	Ni	Mo	Ti	Mn	Si	C
01Х17Н13М3	Ост.	16.8	13.3	2.7	–	1.7	0.6	0.01
12Х18Н10Т	Ост.	17.7	9.8	0.2	0.6	1.3	0.5	0.11
17Х18Н9	Ост.	17.4	9.5	0.1	–	1.0	0.8	0.21

1100 °С. Все термические обработки проводили в среде инертного газа (гелия).

Для исследования были подготовлены несколько партий образцов. Первую партию стальных заготовок размерами 20×20×40 мм подвергали теплому прессованию со сменой оси деформации в интервале температур 800–600 °С с использованием пресса ИП2000 по методике, описанной в работе [19]. Температуру прессования понижали с шагом 50 °С, скорость деформирования составляла 0.4 мм/с. За одну осадку заготовки деформировали на ≈55 %.

Вторую партию образцов подвергали термомеханической обработке по схеме: прокатка при комнатной температуре до степени осадки 80 % и последующий отжиг при температуре 600–650 °С (холодная прокатка и отжиг). Данные о деталях обработки образцов, особенностях полученной структуры и фазовом составе сталей суммированы в табл. 2.

Из заготовок вырезали плоские пропорциональные образцы в форме двойных лопаток с размерами рабочей части 9.0×2.7×0.5 мм. После механической шлифовки осуществляли электролитическую полировку образцов в пересыщенном растворе ангидрида хрома (CrO_3) в ортофосфорной кислоте.

Электронно-микроскопические исследования были выполнены на просвечивающих электронных микроскопах (ПЭМ) JEOL 2100 и Technai G2 FEI при ускоряющем напряжении 200 кВ. Образцы в виде фольг были

Таблица 2

Данные об используемых обработках образцов и сформированной структуре и фазовом составе сталей

Марка стали	Обозначение	Обработка	Фазовый состав	Средний размер (суб)зерна, мкм	Тип структуры
01Х17Н13М3, ЭДУ = 35–80 мДж/м^2 [20]	Х17Н13М3_З	Закалка 1100 °С	Аустенит	16.40 ± 8.80	Зеренная
	Х17Н13М3_ТП	Закалка 1100 °С, теплое прессование	Аустенит (<1 % ε-фазы)	0.20 ± 0.14	Зеренно-субзеренная (высокодефектная)
	Х17Н13М3_ХПО	Закалка 1100 °С, холодная прокатка (80 %), отжиг при 600 °С (5 ч)	Аустенит	0.15 ± 0.04	Зеренно-субзеренная, частично рекристаллизованная (отпущенная)
12Х18Н10Т, ЭДУ = 15–40 мДж/м^2 [20]	Х18Н10Т_З	Закалка 1050 °С	Аустенит (феррита 0.8 %)	23.40 ± 11.00	Зеренная
	Х18Н10Т_ТП	Закалка 1050 °С, теплое прессование	Аустенит (феррита 1 %, карбиды)	0.52 ± 0.02	Зеренно-субзеренная (высокодефектная), частично рекристаллизованная
	Х18Н10Т_ХПО	Закалка 1050 °С, холодная прокатка (80 %), отжиг при 650 °С (0.5 ч)	Аустенит (феррита 8 %)	0.21 ± 0.10	Преимущественно зеренная (отпущенная)
17Х18Н9, ЭДУ ≈ 9–33 мДж/м^2 [20]	Х18Н9_З	Закалка 1100 °С	Аустенит	24.00 ± 10.30	Зеренная
	Х18Н9_ХПО	Закалка 1100 °С, холодная прокатка (80 %), отжиг при 650 °С (2 ч)	Аустенит, карбиды	0.25 ± 0.23	Зеренно-субзеренная, частично рекристаллизованная (отпущенная)

В табл. 2 и далее по тексту статьи: ЭДУ — энергия дефекта упаковки; З — исходная сталь после закалки; ТП — сталь, подвергнутая теплому прессованию; ХПО — сталь, подвергнутая холодной прокатке с последующим отжигом.

получены электрополировкой в охлажденном растворе 95 % CH_3COOH + 5 % H_3ClO_4.

Размер зерна исходных закаленных заготовок определяли методом секущих по изображениям, полученным методом световой микроскопии (микроскоп Альтами МЕТ 1С), и по картам зеренной структуры, полученным методом дифракции обратнорассеянных электронов (ДОЭ) на микроскопе Quanta 200 3D. Визуализацию ДОЭ-карт проводили с помощью программного обеспечения TSL OIM Analysis 6, изображения не подвергали дополнительной обработке. Размер элементов зеренно-субзеренной структуры образцов, подвергнутых прессованию и прокатке с отжигами, определяли методом секущих по темнопольным ПЭМ-изображениям, полученным в рефлексах аустенита.

Магнитофазовый анализ образцов (определение объемной доли феррита) проводили с помощью многофункционального вихретокового прибора МВП-2М (ферритометра). Точность определения объемной доли феррита составляла 0.1 %.

Электролитическое наводороживание образцов проводили при комнатной температуре в 3% водном растворе NaCl, содержащем 3 г/л NH_4SCN. Продолжительность обработки составила 100 ч (360000 с) при плотности тока 100 А/м^2.

Непосредственно после наводороживания образцы подвергали одноосному статическому растяжению до разрыва при комнатной температуре с относительной начальной скоростью деформации $1.1 \cdot 10^{-4}$ с$^{-1}$ на универсальной испытательной машине LFM-125 (Walter + Bai AG, Швейцария). Для установления влияния наводороживания на механические свойства и характер разрушения исследуемых сталей часть образцов подвергали растяжению до разрушения без предварительного наводороживания.

Поверхность деформированных образцов и механизм разрушения изучали методом растровой электронной микроскопии (микроскопы LEO EVO 50, Zeiss и Quanta 200 3D).

3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

3.1. Микроструктура образцов после теплого прессования и холодной прокатки с отжигами

Закаленные образцы сталей 12Х18Н10Т, 17Х18Н9 и 01Х17Н13М3 обладали равновесной зеренной структурой. Величины среднего размера зерна аустенита приведены в табл. 2.

Теплое прессование способствует существенному измельчению зерен в исследуемых сталях и формированию зеренно-субзеренной структуры субмикронного масштаба. В стали 01Х17Н13М3 с высокой энергией дефекта упаковки (35–80 мДж/м^2 [20]) в результате прессования формируется однородная зеренно-субзеренная структура со средним размером элементов 200 нм (рис. 1, *а*, *б*). Микродифракционные картины, соответствующие структуре прессованных образцов, содержат рефлексы аустенитной фазы, распределенные по кольцу (рис. 1, *а*, вклейка). Характер распределения рефлексов на дифракционных кольцах позволяет сделать вывод о формировании высокоугловых разориентировок, а сильные азимутальные размытия рефлексов указывают на присутствие малоугловых разориентаций в структуре стали, подвергнутой прессованию. Помимо субзерен, ограниченных высоко- и малоугловыми границами и содержащих высокую плотность дислокаций ~10^{15} м$^{-2}$, наблюдаются зерна, свободные от дислокаций с равновесными границами. Такие зерна образовались, вероятнее всего, в результате динамической рекристаллизации или динамического возврата в процессе теплого прессования и наблюдаются достаточно редко. В структуре стали, подвергнутой прессованию, также наблюдаются квазиравноосные зерна с полосчатым контрастом, обусловленным формированием ε-фазы. Тонкие (нанометровые) пластины ε-фазы образуются в зернах, размер которых лежит в диапазоне 40–100 нм. Образование ε-фазы происходит локально, доля зерен, содержащих такие пластины, составляет менее 1 %.

На рис. 1, *в* приведено светлопольное ПЭМ-изображение зеренно-субзеренной структуры и микродифракционная картина для образца стали 01Х17Н13М3 после холодной прокатки и отжига. Микродифракционная картина указывает на формирование преимущественно высокоугловых разориентировок, хотя азимутальные размытия на рефлексах также присутствуют. В структуре наблюдаются свободные от дислокаций области и зерна, которые образовались в результате отжига холоднодеформированной стали при температуре 600 °С. В структуре равновесных зерен наблюдается формирование двойников отжига и фрагменты границ двойников, образованных при холодной прокатке. Средний размер структурных элементов составляет 150 нм, т.е. он имеет близкие значения с образцами, сформированными при теплом прессовании. При этом структура, сформированная при прокатке с отжигом, более равновесная. Сталь 01Х17Н13М3 обладает высокой энергией дефекта упаковки и фазовое $\gamma \rightarrow \alpha'$-превращение в ней не реализуется при пластической деформации в условиях комнатной и повышенных температур [21, 22]. По этой причине, независимо от способа обработки, формирование зеренно-субзеренной структуры происходит в ней за счет образования границ деформационного происхождения, динамической рекристаллизации и динамического отпуска при высокотемпературной деформации (ТП) или за счет статической рекристаллизации и отпуска при отжиге деформированной структуры (ХПО).

В стали 12Х18Н10Т с низкой энергией дефекта упаковки (15–40 мДж/м^2 [20]) теплое прессование приво-

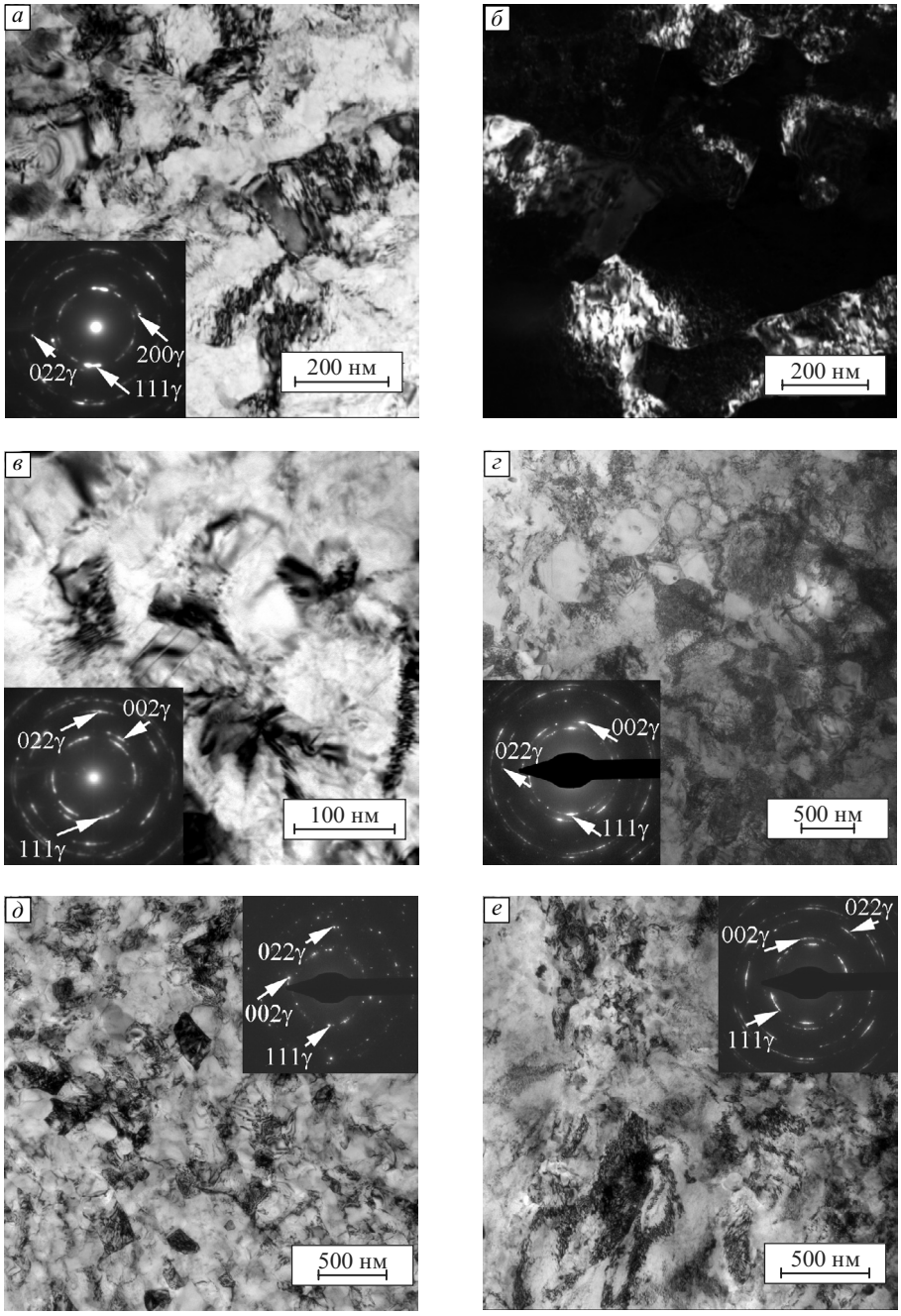


Рис. 1. Электронно-микроскопические изображения микроструктуры сталей 01Х17Н13М3 (*а–в*), 12Х18Н10Т (*г*, *д*), 17Х18Н9 (*е*) и соответствующие им микродифракционные картины: *а*, *б*, *г* — ТП, *в*, *д*, *е* — ХПО

дит к формированию смешанной зеренно-субзеренной структуры со средним размером элементов 520 нм (рис. 1, *г*, табл. 2). Такая структура содержит большое количество зерен и субзерен с высокой плотностью дефектов кристаллического строения и около 30 % рекристаллизованных зерен, ограниченных равновесными высокоугловыми границами. Основная структурная составляющая стали после прессования — аустенит. Методом магнитофазового анализа была определена доля феррита в структуре, она составляет 0.8 %. В рекристаллизованных зернах также наблюдали единичные крупные карбиды титана с размером до 100 нм. На микродифракционных картинах видны точечные рефлексы аустенита, соответствующие рекристаллизованным и отпущенным зернам, а также аустенитные отражения с сильными азимутальными размытиями, соответствующие высокодефектным элементам зеренно-субзеренной структуры.

Холодная прокатка с отжигом позволили сформировать в стали 12Х18Н10Т ультрамелкозернистую структуру субмикронного масштаба с размером зерна 210 нм (рис. 1, *д*, табл. 2). В результате ХПО формируется структура с преимущественно высокоугловыми разориентировками (зеренная), о чем свидетельствует равномерное распределение точечных рефлексов по кольцу (рис. 1, *д*, вклейка). Характер светлопольных и темнопольных изображений свидетельствует о том, что структура существенно неравновесная, в аустенитных зернах часто присутствуют высокая плотность дислокаций $\rho \sim 10^{14}$ м$^{-2}$ и двойники отжига.

Для метастабильных сталей с низкой энергией дефекта упаковки, таких как 12Х18Н10Т и 17Х18Н9, при холодной деформации реализуется $\gamma \rightarrow \alpha'$-превращение и образуется высокая доля деформационного α'-мартенсита [20–25]. Отжиг или теплая деформация холоднодеформированных метастабильных сталей при 600–650 °С приводит к реализации обратного $\alpha' \rightarrow \gamma$-превращения, которое способствует образованию высокоугловых зерен и формированию ультрамелкозернистой структуры [24, 25].

Для стали 12Х18Н10Т в результате отжига при 650 °С (30 мин) прокатанных при комнатной температуре образцов обратное фазовое $\alpha' \rightarrow \gamma$-превращение не происходит в полной мере и в структуре стали присутствует небольшая (8 %) доля α' мартенситной фазы (с ОЦК(ОЦТ) кристаллической решеткой). Несмотря на это, сталь после ХПО обработки имеет преимущественно аустенитную структуру, а высокая доля высокоугловых границ вызвана, вероятно, совместным действием отпуска, рекристаллизации и $\alpha' \rightarrow \gamma$ фазового перехода при нагреве до температуры 650 °С. В структуре также наблюдаются крупные карбиды титана.

В стали 17Х18Н9 (ЭДУ ≈ 9–33 мДж/м^2 [20]) после прокатки и отжига формируется аустенитная структура со средним размером элементов 250 нм (рис. 1, *е*). Распределение элементов зеренно-субзеренной структуры по размерам носит бимодальный характер с максимумами при размерах 100 и 350 нм. Такая структура содержит две морфологические составляющие: 1) мелкие рекристаллизованные аустенитные зерна и карбиды хрома с размерами в диапазоне 20–200 нм и 2) относительно крупные аустенитные фрагменты (0.2–1.0 мкм), содержащие высокую плотность дислокаций $\rho \sim 10^{15}$ м$^{-2}$, деформационных двойников и ограниченные мало- и высокоугловыми границами. Процессы рекристаллизации при отжиге прокатанных образцов стали 17Х18Н9 происходят неоднородно, что и способствует формированию частично рекристаллизованной, частично разориентированной дефектной структуры (рис. 1, *е*). Электронограммы для такого состояния содержат отдельные точечные и размытые рефлексы, которые образуют квазикольца (рис. 1, *е*, вклейка).

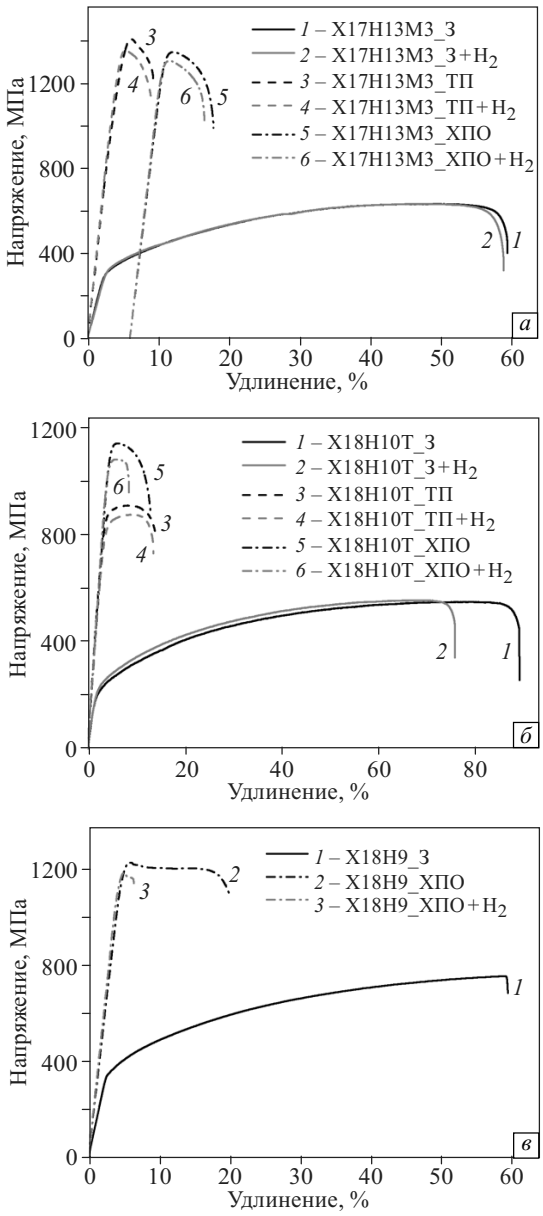


Рис. 2. Кривые течения в координатах «напряжение – удлинение» для образцов исследуемых сталей, подвергнутых растяжению без наводороживания и после электролитического насыщения водородом: сталь 01Х17Н13М3 (*а*), 12Х18Н10Т (*б*), 17Х18Н9 (*в*)

Таким образом, в аустенитных сталях 01Х17Н13М3, 12Х18Н10Т и 17Х18Н9 с разной энергией дефекта упаковки были сформированы ультрамелкозернистые зеренно-субзеренные структурные состояния различной морфологии. Механизмы формирования таких структурных состояний зависят от энергии дефекта упаковки стали, ее состава, температуры и способа деформации, термической обработки. Анализ микроструктуры обработанных по разным режимам сталей позволяет предпо-

Таблица 3

Механические свойства исследуемых сталей

Обозначение	$\sigma_{0.2}$, МПа	δ, %	$K_{\text{Н}}$, %	Доля α′-фазы в образце, %	
				До растяжения	При разрушении
Х17Н13М3_З	290/310	55.1/54.5	1	0	0/0
Х17Н13М3_ТП	1030/1000	5.2/5.0	4	0	0/0
Х17Н13М3_ХПО	1320/1280	8.3/6.9	17	0	0/0
Х18Н10Т_З	170/180	84.2/70.4	16	0.3	4.0/4.0
Х18Н10Т_ТП	790/750	10.2/9.8	4	1.0	2.0/1.3
Х18Н10Т_ХПО	1050/1000	9.2/4.2	54	8.0	9.0/9.0
Х18Н9_З	340/–	53.2/–	–	0	22.0/–
Х18Н9_ХПО	1180/1100	15.0/1.4	91	0	15.0/4.0

В числителе приведены данные для стали без наводороживания, в знаменателе — после насыщения водородом.

ложить, что при высокотемпературной деформации (теплом прессовании) сталей 12Х18Н10Т и 01Х17Н13М3 образование структуры обусловлено формированием границ деформационного происхождения и процессами динамической рекристаллизации и возврата. При холодной прокатке с последующими отжигами кроме границ, формирующихся в результате пластической деформации, статического отпуска и рекристаллизации при отжигах, в сталях 12Х18Н10Т и 17Х18Н9 с низкой энергией дефекта упаковки также реализуется $\gamma \to \alpha' \to \gamma$ фазовое превращение. Независимо от режима обработки, все структурные состояния имеют преимущественно аустенитную структуру.

3.2. Влияние насыщения водородом на механические свойства и механизм разрушения исследуемых сталей при растяжении

На рис. 2 приведены инженерные кривые течения в координатах S–δ ($S = P/S_0$, P — сила, S_0 — начальная площадь поперечного сечения образца, $\delta = \Delta l/l_0$, l и l_0 — конечное и начальное значение рабочей длины образца) для исследуемых сталей 12Х18Н10Т, 17Х18Н9 и 01Х17Н13М3, деформированных растяжением до разрушения в состоянии после термических и деформационных обработок (без водорода) и после электролитического насыщения водородом. Данные о величине условного предела текучести $\sigma_{0.2}$ и величины удлинения δ сталей приведены в табл. 3.

В стабильной к фазовым превращениям стали 01Х17Н13М3 формирование высокодефектной зеренно-субзеренной структуры субмикронного масштаба $d = 0.2$ мкм привело к существенному росту прочностных свойств (рис. 2, *а*, табл. 3). Величина условного предела текучести возросла в 3.5–4.5 раза после теплого прессования и после холодной прокатки и отжига. Следует отметить, что переход от упругой области деформации к пластической в ТП-стали происходит плавно, за ним начинается стадия, похожая на стадию микропластического течения с высоким упрочнением. Это происходит из-за микронеоднородности структуры по сечению образцов после ТП-обработки. В стали, подвергнутой ХПО, переход к стадии пластического течения выражен явно. Сопоставление кривых течения на рис. 2, *а* свидетельствует о том, что уровень прочностных свойств после вышеуказанных термодеформационных обработок близок. Форма кривых течения для образцов стали 01Х17Н13М3 после ТП и ХПО близка. После растяжения стали сохраняют аустенитную структуру, формирования мартенсита деформации не происходит.

В метастабильных сталях 12Х18Н10Т, 17Х18Н9 измельчение структуры также вызывает сильные эффекты упрочнения (рис. 2, *б*, *в*). После теплого прессования стали 12Х18Н10Т формирование высокодефектной зеренно-субзеренной структуры с $d = 0.5$ мкм приводит к 4.5-кратному увеличению предела текучести относительно крупнокристаллической стали (табл. 3, рис. 2, *б*). Формирование преимущественно зеренной аустенитной структуры в стали 12Х18Н10Т с $d = 0.2$ мкм и небольшой долей феррита (8 %) способствует увеличению величины $\sigma_{0.2}$ в 6 раз. После растяжения доля α′-мартенсита возрастает незначительно.

В стали 17Х18Н9 после холодной прокатки и отжига величина предела текучести возросла в 3.5 раза по сравнению с крупнокристаллическим состоянием за счет измельчения зерна и формирования частично зеренно-субзеренной, частично рекристаллизованной зеренной структуры со средним размером элементов $d = 0.3$ мкм (рис. 2, *в*, табл. 3). Во время пластической деформации растяжением в крупнокристаллической и ультрамелкозернистой стали 17Х18Н9 происходит $\gamma \to \alpha'$ фазовый переход и после разрушения в структуре исходно аустенитной стали образуется заметное количество мартенсита деформации (табл. 3).

Наряду с увеличением прочностных свойств, измельчение зеренной структуры приводит к уменьшению пластичности сталей 12Х18Н10Т, 17Х18Н9 и 01Х17Н13М3. После достижения предела текучести и короткой стадии однородного упрочнения (<0.5 % пластической деформации) происходит образование макроскопических полос локализованной деформации, формирование в них шейки и разрушение. В стали 17Х18Н9 после формирования структуры субмикронного масштаба d = = 0.3 мкм наблюдается самая высокая пластичность (δ = = 15 %). При этом уровень прочностных свойств в ней выше (d = 0.3 мкм, $\sigma_{0.2}$ = 1180 МПа), чем для метастабильной стали 12Х18Н10Т и стабильной стали 01Х17Н13М3 с близкими параметрами зеренно-субзеренной структуры ($\sigma_{0.2}$ = 1030–1050 МПа, d = 0.2 мкм, табл. 3). Это обусловлено как различиями в уровне твердорастворного упрочнения и характера зеренно-субзеренной структуры исследуемых сталей, так и различной склонностью сталей к реализации деформационного фазового перехода при растяжении.

Электролитическое насыщение водородом сталей 01Х17Н13М3, 12Х18Н10Т и 17Х18Н9, подвергнутых ТП и ХПО, способствует снижению условного предела текучести независимо от размера зерна/субзерна, состава стали и ее энергии дефекта упаковки (рис. 2, табл. 3). При этом для крупнокристаллических сталей 12Х18Н10Т и 01Х17Н13М3 наведенных водородом эффектов разупрочнения не наблюдается (табл. 3). Уменьшение деформирующих напряжений в сталях с ультрамелкозернистой структурой может быть вызвано двумя факторами. Для высокодефектных структурных состояний водород может способствовать облегчению движения дислокаций и микролокализации, испусканию дислокаций в местах с большим градиентом напряжений, а также может облегчать напряжения работы дислокационных источников [3, 4, 26] и вызывать частичную релаксацию дефектной подсистемы под напряжением.

В стабильной стали 01Х17Н13М3 формирование разориентированной зеренно-субзеренной дефектной структуры не приводит к охрупчиванию материала по сравнению с крупнокристаллическими образцами. Коэффициент водородного охрупчивания $K_{\text{Н}} = (\delta_{\text{Н}} - \delta_0)/\delta_0$ (δ_0 и $\delta_{\text{Н}}$ — величины удлинения образцов без и с водородом), который указывает на изменение удлинения образца при насыщении водородом, для крупнокристаллических и деформированных методом ТП образцов имеет низкое значение (табл. 3).

Образцы закаленной стали 01Х17Н13М3 с водородом и без разрушаются вязко с образованием ямок излома на поверхности разрушения (рис. 3, *а*, *б*, 4, *а*, *б*). Несмотря на тот факт, что наводороживание не вызывает потери пластичности закаленного образца при растяжении, в легированных водородом образцах на боковых поверхностях в зоне разрушения наблюдаются макроскопические хрупкие трещины (рис. 3, *б*). В центральной части образцов (в зоне равномерной деформации) растрескивания боковой поверхности образцов не происходит. На поверхностях излома наводороженных и разрушенных образцов видны вторичные трещины (рис. 4, *б*). Вид разрушения переходной зоны между вязкой матрицей и хрупким поверхностным слоем подобен срезу (рис. 4, *б*). Характер макроскопических трещин указывает на то, что они появляются в результате «среза» по полосам макроскопической деформации, образующимся на стадии предразрушения, и вдоль плоскостей или полос скольжения (двойникования). В закаленной нержавеющей стали SUS 316 (Fe–17Cr–12Ni–2Mo–1Mn–0.07C, мас. %) [1] электролитическое наводороживание тонких фольг (0.1 мм) в течение 1–72 ч приводило к росту прочностных свойств и деградации пластичности. На основе данных рентгеновской дифракции авторы сделали вывод, что это связано с появлением ε и α мартенситных фаз, вызванных легированием водородом. Также для стабильных аустенитных сталей с высокой энергией дефекта упаковки авторы [2] отмечали появление индуцируемого водородом квазихрупкого излома на поверхностях разрушения, обусловленного разрушением вдоль границ деформационных двойников и появлением малой доли α'-мартенсита в местах взаимодействия двойников в пересекающихся системах.

Основным микромеханизмом разрушения образцов ультрамелкозернистой стали 01Х17Н13М3 после ТП-обработки является ямочный транскристаллитный излом (рис. 4, *в*). Размер ямок существенно меньше, чем в случае крупнокристаллического состояния (после закалки), что характерно для разрушения сталей с субмикрокристаллической и ультрамелкозернистой структурой [16, 27] и наблюдается для всех исследуемых в работе ультрамелкозернистых состояний (рис. 3, *в*, *д*, рис. 4, *в*, *д*, рис. 5, *б*, *г*, рис. 6, *б*, *г*). Формирование зеренно-субзеренной структуры с высокой плотностью дефектов кристаллического строения (при ТП-обработке) не вызывает дополнительного охрупчивания стали 01Х17Н13М3 при легировании водородом. Насыщение водородом не изменяет основной механизм разрушения образцов стали 01Х17Н13М3, подвергнутой теплому прессованию, он остается транскристаллитным вязким (рис. 4, *г*). При этом на поверхности разрушения не наблюдается явной диффузионной зоны, вызванной легированием водородом. На боковой поверхности наводороженных и разрушенных образцов удается обнаружить лишь единичные трещины (рис. 3, *г*, вклейка). Таким образом, формирование высокодефектной зеренно-субзеренной структуры с высокой плотностью дислокаций подавляет эффекты водородной хрупкости в стали 01Х17Н13М3.

Коэффициент $K_{\text{Н}}$ для образцов стали 01Х17Н13М3, подвергнутых холодной прокатке и отжигу, возрастает по сравнению с образцами после закалки и теплого

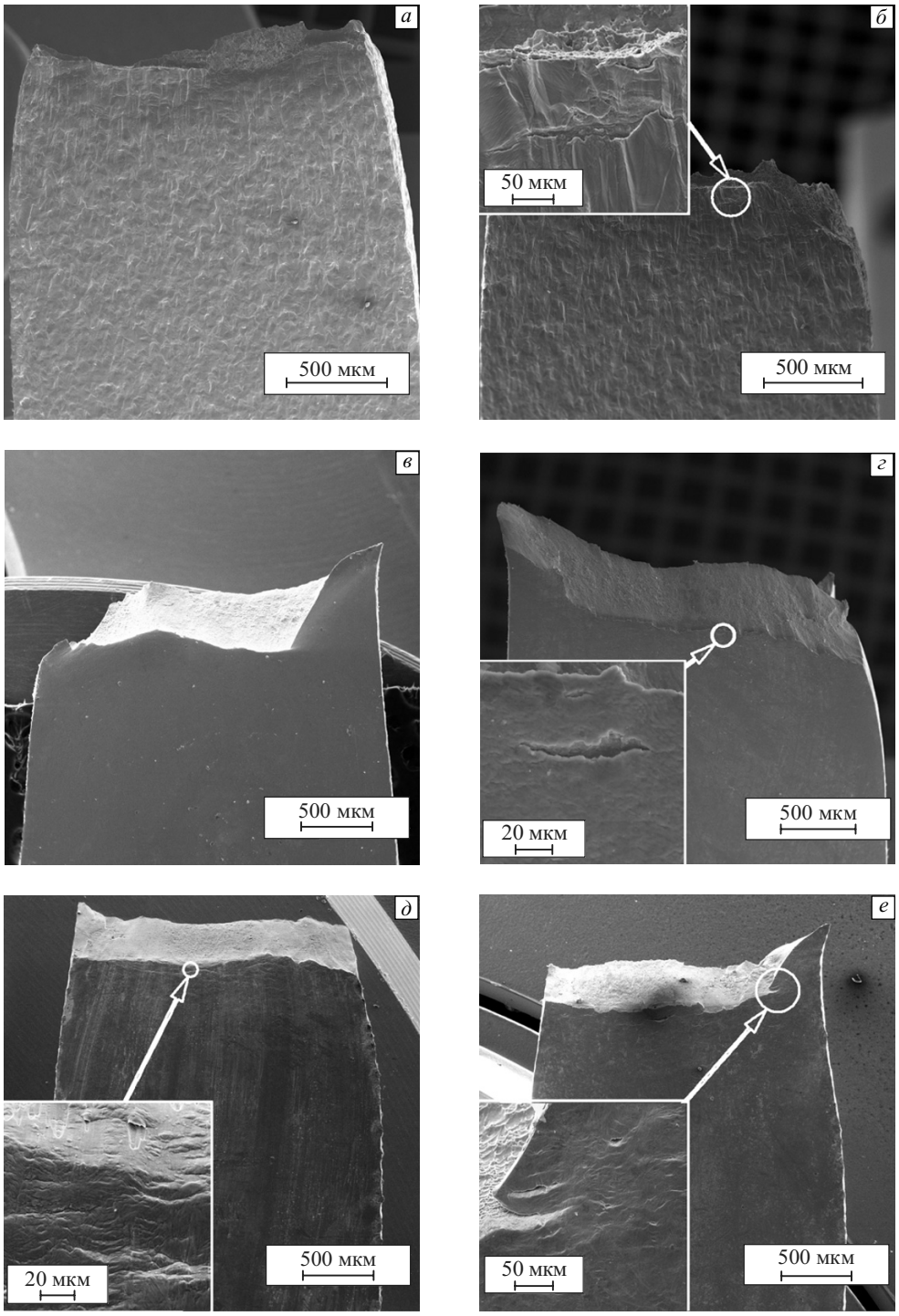


Рис. 3. Изображения боковых поверхностей образцов стали 01Х17Н13М3 после растяжения без насыщения водородом (*а*, *в*, *д*) и после насыщения водородом и разрушения (*б*, *г*, *е*): *а*, *б* — закалка, *в*, *г* — ТП, *д*, *е* — ХПО

прессования (табл. 3). Макроскопический механизм разрушения образцов стали 01Х17Н13М3, подвергнутых ХПО, — вязкий ямочный излом (рис. 4, *д*). На боковых поверхностях образцов, разрушенных после насыщения водородом, наблюдается большое количество трещин, которые формируются в зоне разрушения (рис. 3, *е*). На поверхности излома явно видна поверхностная «корочка», в которой наблюдаются смешанный излом (ямки и элементы квазихрупкого излома) и подповерхностные трещины (рис. 4, *е*). Таким образом, час-

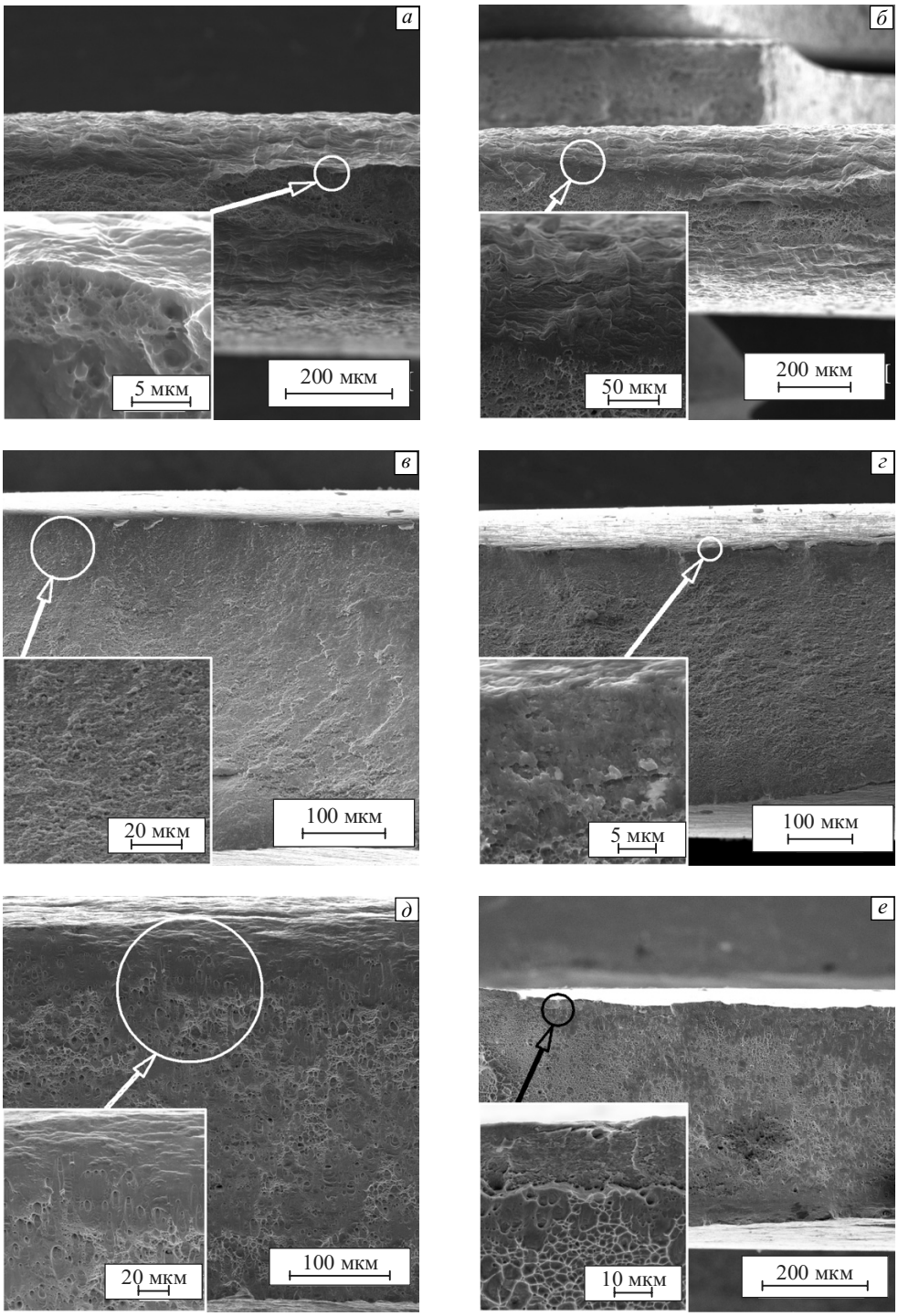


Рис. 4. Изображения поверхностей разрушения образцов стали 01Х17Н13М3 после растяжения без насыщения водородом (*а*, *в*, *д*) и после насыщения водородом и разрушения (*б*, *г*, *е*): *а*, *б* — закалка, *в*, *г* — ТП, *д*, *е* — ХПО

тично рекристаллизованная и отпущенная при ХПО структура стали 01Х17Н13М3 с большой долей высокоугловых разориентировок оказывается менее устойчивой к водородному охрупчиванию, чем структура после ТП-обработки, содержащая высокую плотность дефектов кристаллического строения и малоугловых границ.

В метастабильной стали 12Х18Н10Т формирование высокодефектной зеренно-субзеренной структуры методом теплого прессования также подавляет процессы водородного охрупчивания, как это наблюдалось в стабильной стали 01Х17Н13М3 (рис. 2, *б*, табл. 3). Более низкая энергия дефекта упаковки приводит к тому,

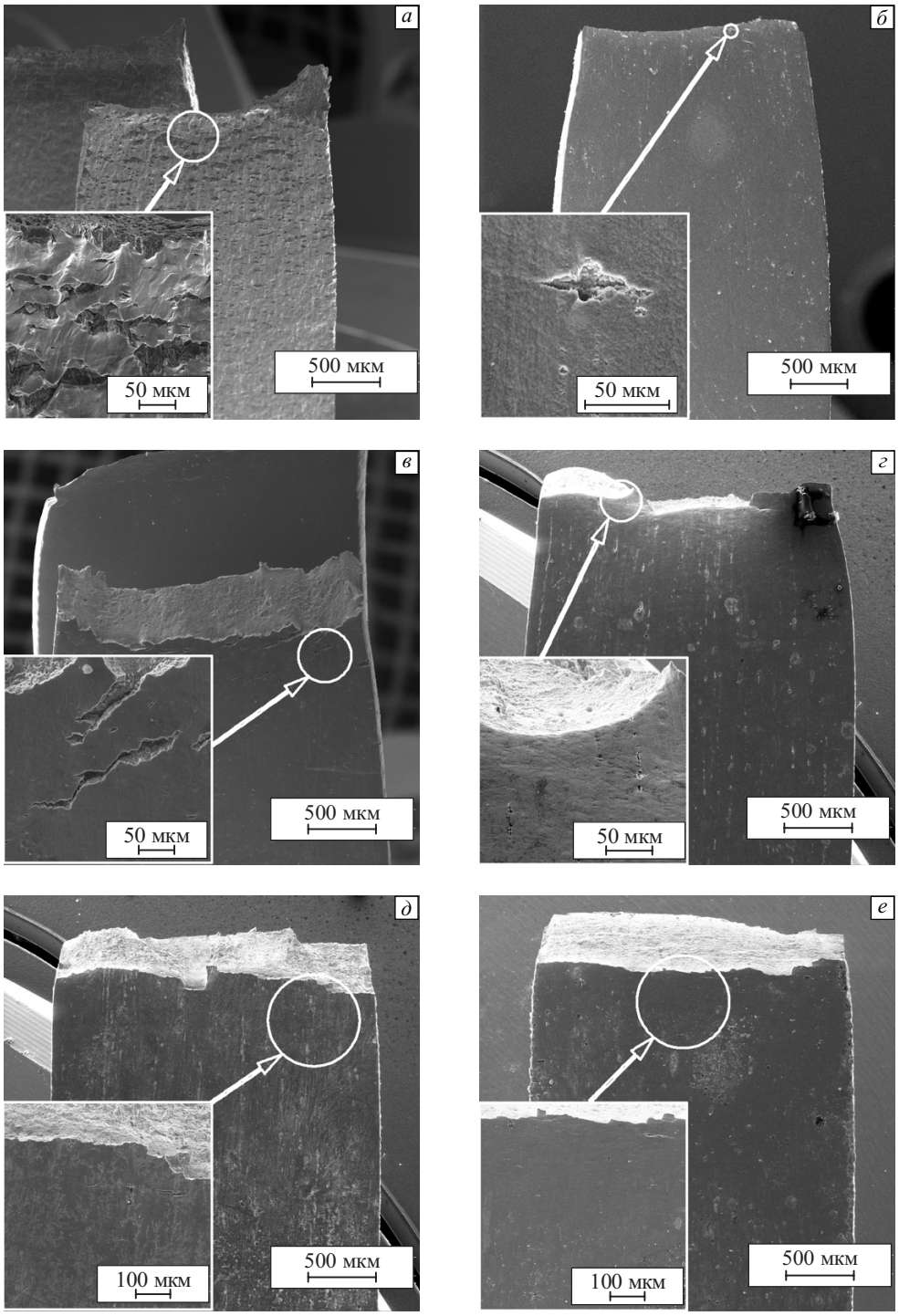


Рис. 5. Изображения боковых поверхностей образцов сталей 12Х18Н10Т (*а–д*) и 17Х18Н9 (*е*) после растяжения без насыщения водородом (*б*, *г*) и после насыщения водородом и разрушения (*а*, *в*, *д*, *е*): *а* — закалка, *б*, *в* — ТП, *г*, *д*, *е* — ХПО

что в закаленном (крупнокристаллическом) состоянии она оказывается менее устойчивой к водородному охрупчиванию по сравнению со стабильной сталью 01Х17Н13М3 ($K_{\text{Н}} = 16$ % для стали 12Х18Н10Т и $K_{\text{Н}} = 1$ % для стали 01Х17Н13М3). После наводороживания и растяжения до разрушения на поверхности закаленных образцов образуется хрупкая поверхностная «корочка», которая разрушается по механизму квазискола (рис. 6, *а*) и которая способствует формированию большого количества хрупких трещин на боковых по-

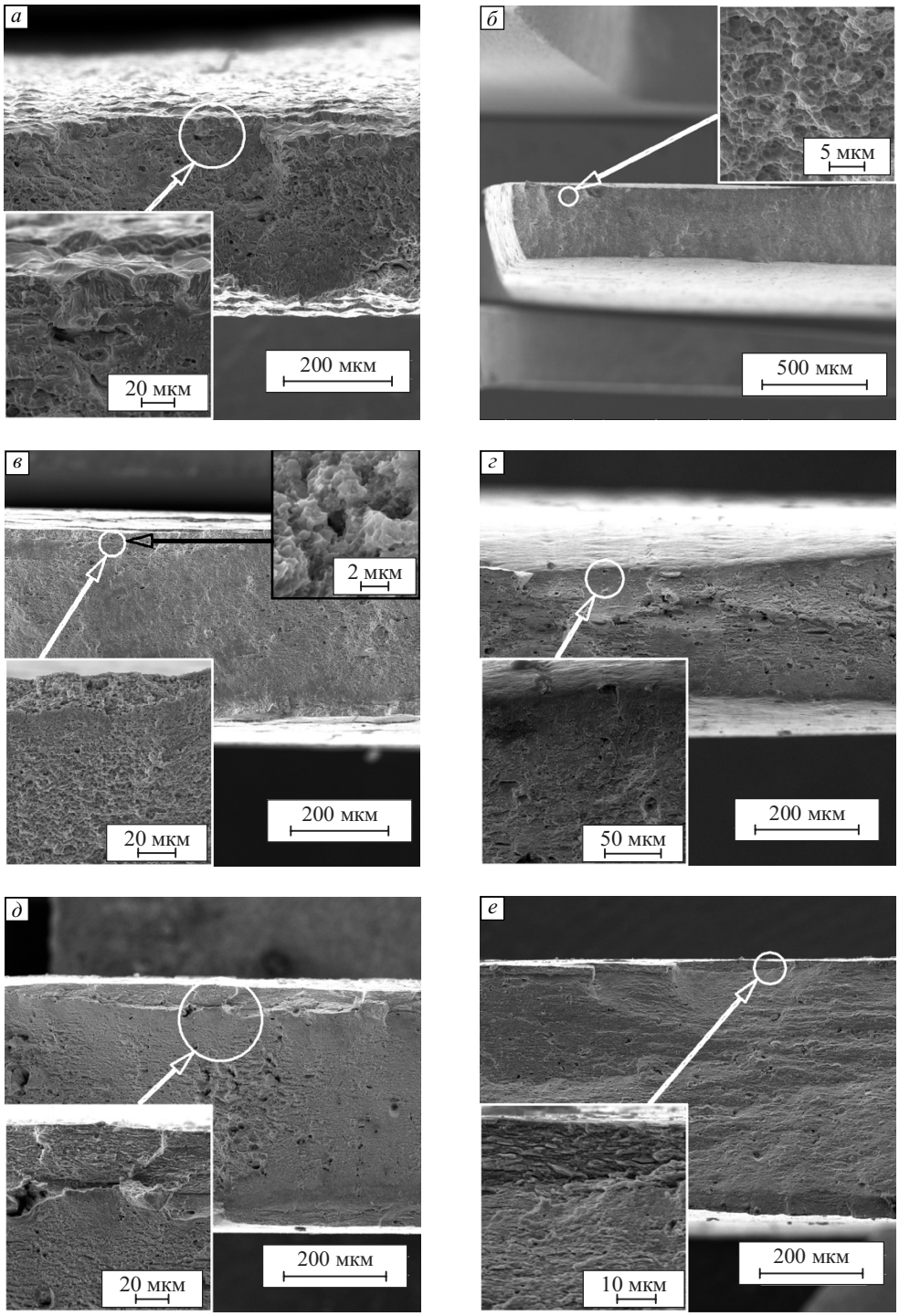


Рис. 6. Изображения поверхностей разрушения образцов сталей 12Х18Н10Т (*а–д*) и 17Х18Н9 (*е*) после растяжения без насыщения водородом (*б*, *г*) и после насыщения водородом и разрушения (*а*, *в*, *д*, *е*): *а* — закалка, *б*, *в* — ТП, *г*, *д*, *е* — ХПО

верхностях образцов. В центральной части образца микромеханизм излома ямочный, по аналогии с закаленными образцами стали 01Х17Н13М3. Индуцированное водородом охрупчивание стали 12Х18Н10Т обусловлено активацией механического двойникования и деформационного $\gamma \rightarrow \alpha'$ фазового превращения в сталях с низкой энергией дефекта упаковки [3, 5, 8].

Формирование преимущественно зеренно-субзеренной структуры с высокой плотностью дислокаций и рекристаллизованными зернами при теплом прессовании

стали 12Х18Н10Т снижает эффекты охрупчивания, характерные для закаленной крупнокристаллической стали, но полностью подавить их не удается — на боковых поверхностях образцов наблюдаются единичные хрупкие трещины (рис. 5, *в*), а на поверхностях излома также виден поверхностный слой толщиной ≈20 мкм (рис. 6, *в*). Микромеханизм разрушения в таком поверхностном слое смешанный, наблюдаются элементы ямочного излома и фасетки скола размером 0.5–2.0 мкм. Несмотря на это, коэффициент водородного охрупчивания достаточно низкий ($K_H = 4$ %) для стали 12Х18Н10Т. Вероятно, фасетки скола образуются в рекристаллизованных зернах (по аналогии с крупнокристаллической равновесной структурой) и выступают зародышами поверхностных хрупких трещин, а вязкое разрушение происходит в элементах зеренно-субзеренной структуры с высокой плотностью дефектов, которые подавляют процессы охрупчивания. Это предположение требует дальнейшего экспериментального подтверждения. Деформационное $\gamma \rightarrow \alpha'$ фазовое превращение, очевидно, мало влияет на водородное охрупчивание таких образцов, т.к., во-первых, объемная доля α'-мартенсита при растяжении изменяется слабо (табл. 3); во-вторых, в наводороженных и разрушенных образцах стали 12Х18Н10Т доля α'-фазы ниже, чем в разрушенных без наводороживания образцах стали, подвергнутой ТП. Подавление $\gamma \rightarrow \alpha'$ фазового превращения также наблюдается при деформации метастабильной стали SUS304 [16].

В метастабильных сталях 12Х18Н10Т и 17Х18Н9 с частично или полностью рекристаллизованной субмикрокристаллической структурой, полученной прокаткой с отжигом (ХПО), легирование водородом вызывает сильное охрупчивание образцов (рис. 2, *б*, *в*). Коэффициенты водородного охрупчивания составляют 54 и 91 % для сталей 12Х18Н10Т и 17Х18Н9 соответственно (табл. 3). На боковых поверхностях образцов не происходит формирования большого количества трещин (рис. 5, *д*, *е*), но на поверхностях разрушения явно выделяется хрупкая поверхностная зона толщиной ≈20 мкм с многочисленными вторичными хрупкими трещинами (рис. 6, *д*, *е*). Микромеханизм разрушения в поверхностной зоне смешанный, присутствуют плоские транскристаллитные фасетки (похожие на сколы и квазисколы), интеркристаллитный излом и элементы ямочного транскристаллитного излома.

Меньшая устойчивость к водородному охрупчиванию ультрамелкозернистой преимущественно зеренной структуры в стали 12Х18Н10Т (ХПО) по сравнению с преимущественно зеренно-субзеренной структурой, полученной при теплом прессовании, может быть обусловлена несколькими факторами. Наличие в структуре 8 % феррита способствует большему насыщению стали водородом из-за того, что коэффициент диффузии водорода в феррите превышает таковой для аустенита при комнатной температуре (температуре насыщения) [5]. Объемное содержание деформационного α'-мартенсита в наводороженных образцах после разрушения существенно не превышает объемную долю феррита, сформированную при ХПО (табл. 3). Это свидетельствует о второстепенной роли исходного содержания феррита и $\gamma \rightarrow \alpha'$ фазового превращения в процессе охрупчивания ультрамелкозернистой структуры при насыщении водородом. Тот факт, что объемное содержание α'-фазы, предварительно сформированной в аустенитной стали до наводороживания, мало влияет на процессы водородного охрупчивания, также подтвержден в работе [6]. Таким образом, основной причиной сильного водородного охрупчивания ультрамелкозернистой структуры в стали 12Х18Н10Т, по-видимому, является формирование преимущественно зеренной структуры в результате термомеханической ХПО-обработки.

В стали 17Х18Н9 с преимущественно зеренной ультрамелкозернистой структурой и областями разориентированной зеренно-субзеренной структуры после ХПО-обработки, дополнительно ко всем вышеописанным механизмам, характерным для деформации и разрушения ультрамелкозернистой структуры в метастабильной стали 12Х18Н10Т, при растяжении происходит $\gamma \rightarrow \alpha'$ фазовое превращение (табл. 3), которое также способствует охрупчиванию наводороженных образцов. Еще одним фактором, способствующим появлению хрупких трещин в ультрамелкозернистой стали 17Х18Н9, полученной методом ХПО, могут выступать границы двойников деформации, которые были сформированы в результате холодной прокатки и фрагменты которых сохранились после отжигов в тех областях, где не прошла рекристаллизация и сформировалась разориентированная зеренно-субзеренная структура. Такие границы выступают местами локализации водорода и способствуют образованию трещин вдоль двойниковых границ [11]. Наличие ультрамелкозернистой зеренной структуры, деформационный фазовый переход и двойниковые границы в элементах с субзеренной структурой приводят к сильному охрупчиванию стали 17Х18Н9, подвергнутой холодной прокатке и отжигу.

Таким образом, для ультрамелкозернистых состояний разной морфологии, сформированных в аустенитных нержавеющих сталях 12Х18Н10Т, 17Х18Н9 и 01Х17Н13М3 с разной энергией дефекта упаковки процессы водородного охрупчивания оказываются подавленными в случае формирования высокой плотности дислокаций и малоугловых границ. Развитие деформационного $\gamma \rightarrow \alpha'$ фазового превращения и формирование высокоугловых границ способствуют процессам водородного охрупчивания ультрамелкозернистых сталей. Эти данные находятся в соответствии с эффектами, наб-

людавшимися ранее в сталях и сплавах с ГЦК и ОЦК кристаллической решеткой, свидетельствующими в пользу того, что измельчение зерна и формирование высокой плотности дислокаций скольжения и малоугловых границ раздела в структуре способствуют устойчивости таких материалов к водородному охрупчиванию [13–18].

4. Заключение

Экспериментально установлено влияние электролитического насыщения водородом на закономерности пластического течения, прочностные свойства, пластичность и механизмы разрушения аустенитных нержавеющих сталей 12Х18Н10Т, 17Х18Н9 и 01Х17Н13М3 с разной энергией дефекта упаковки, в которых методами теплого прессования со сменой оси деформации и термомеханической обработки, включающей холодную прокатку и отжиги, была сформирована ультрамелкозернистая структура различной морфологии.

После используемых в работе термомеханических и деформационных методов обработки стали сохраняют преимущественно аустенитную структуру. Прочностные свойства сталей после теплого прессования и прокатки с отжигами в 3.5–6.0 раз превышают свойства закаленных сталей с крупнокристаллической структурой. Формирование ультрамелкозернистой зеренной структуры вызывает большие эффекты упрочнения по сравнению с зеренно-субзеренной структурой.

Электролитическое насыщение водородом сталей 12Х18Н10Т, 17Х18Н9 и 01Х17Н13М3 с ультрамелкозернистой структурой способствует снижению условного предела текучести независимо от размера зерна/субзерна, состава стали и ее энергии дефекта упаковки.

Формирование высокодефектной зеренно-субзеренной структуры с высокой плотностью дислокаций подавляет эффекты водородной хрупкости в сталях 01Х17Н13М3 и 12Х18Н10Т, которые не испытывают (01Х17Н13М3) или испытывают незначительные $\gamma \rightarrow \alpha'$ фазовые превращения (сталь 12Х18Н10Т) при растяжении. При этом частично рекристаллизованная и отпущенная структура стали 01Х17Н13М3 с большой долей высокоугловых разориентировок оказывается менее устойчивой к водородному охрупчиванию, чем структура после прессования, содержащая высокую плотность дефектов кристаллического строения.

Благодарности

Свойства стали в крупнокристаллическом состоянии изучены в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013–2020 гг., направление III.23. Часть исследований, связанная с изучением сталей с ультрамелкозернистой (субмикрокристаллической) структурой, выполнена при поддержке РФФИ (проект № 16-08-00926-а). Исследования проведены с использованием оборудования ЦКП «Нанотех» (ИФПМ СО РАН, Томск), Томского материаловедческого центра коллективного пользования (ТГУ, Томск) и ЦКП «Структура, механические и физические свойства материалов» (НГТУ, Новосибирск).

Литература

1. *Sugiyama S., Ohkubo H., Takenaka M., Ohsawa K., Ansari M.I., Tsukuda N., Kuramoto E.* The effect of electrical hydrogen charging on the strength of 316 stainless steel // J. Nucl. Mater. – 2000. – V. 283–287. – P. 863–867.
2. *Koyama M., Akiyama E., Sawagichi T., Ogawa K., Kireeva I.V., Chumlyakov Y.I., Tsuzaki K.* Hydrogen-assisted quasi-cleavage fracture in a single crystalline type 316 austenitic stainless steel // Corrosion Sci. – 2013. – V. 75. – P. 345–353.
3. *Gavriljuk V.G., Shivanyuk V.N., Foct J.* Diagnostic experimental results on the hydrogen embrittlement of austenitic steels // Acta Mater. – 2003. – V. 51. – P. 1293–1305.
4. *Birnbaum H.K., Sofronis P.* Hydrogen-enhanced localized plasticity—a mechanism for hydrogen-related fracture // Mater. Sci. Eng. A. – 1994. – V. 176. – P. 191–202.
5. *Robertson I.M., Birnbaum N.K.* Hydrogen Effects on Plasticity. Ch. 91 // Dislocations in Solids / Ed. by J.P. Hirth, L. Kubin. – North Holland: Elsevier, 2009. – P. 251–293.
6. *Zhang L., Li Z., Zheng J., Zhao Y., Xu P., Zhou C., Li X.* Effect of strain-induced martensite on hydrogen embrittlement of austenitic stainless steels investigated by combined tension and hydrogen release methods // Int. J. Hydrogen Energy. – 2013. – V. 38. – P. 8208–8214.
7. *Eliezer D., Chakrapani D.G., Altstetter C.J., Pugh E.N.* The influence of austenite stability on the hydrogen embrittlement and stress-corrosion cracking of stainless steel // Metallurg. Trans. A. – 1979. – V. 10. – P. 935–941.
8. *Yamabe J., Takakuwa O., Matsunaga H., Itoga H., Matsuoka S.* Hydrogen diffusivity and tensile-ductility loss of solution-treated austenitic stainless steels with external and internal hydrogen // Int. J. Hydrogen Energy. – 2017. – V. 42. – P. 13289–13299.
9. *Michler T., San Marchi C., Naumann J., Weber S., Martin M.* Hydrogen environment embrittlement of stable austenitic steels // Int. J. Hydrogen Energy. – 2012. – V. 37. – P. 16231–16246.
10. *Michler T., Naumann J., Hock M., Berreth K., Balogh M.P., Sattler E.* Microstructural properties controlling hydrogen environment embrittlement of cold worked 316 type austenitic stainless steel // Mater. Sci. Eng. A. – 2015. – V. 628. – P. 252–261.
11. *Han D.K., Hwang A.I., Byeon W.J., Noh S.J., Suh D.-W.* Hydrogen permeation in cold-rolled high-Mn twinning-induced plasticity steels // Metallurg. Mater. Trans. A. – 2017. – V. 48. – P. 5211–5216.
12. *Li D., Gangloff R.P., Scully J.R.* Hydrogen trap states in ultrahigh-strength AERMET 100 steel // Metallurg. Mater. Trans. A. – 2004. – V. 35. – P. 849–864.
13. *Macadre A., Nakada N., Tsuchiyama T., Takaki S.* Critical grain size to limit the hydrogen-induced ductility drop in a metastable austenitic steel // Int. J. Hydrogen Energy. – 2015. – V. 40. – P. 10692–10703.
14. *Macadre A., Tsuboi K., Nakada N., Tsuchiyama T., Takaki S.* Ultra-grain refinement effect on tensile and phase transformation behavior in a metastable austenitic steel charged in hydrogen gas // Proc. Mater. Sci. – 2004. – V. 3. – P. 350–356.
15. *Mine Y., Horita N., Horita Z., Takashima K.* Effect of ultrafine grain refinement of metastable austenitic stainless steel // Int. J. Hydrogen Energy. – 2017. – V. 42. – P. 15415–15425.
16. *Mine Y., Tachibana K., Horita Z.* Effect of high-pressure torsion processing and annealing on hydrogen embrittlement of type 304 metastable austenitic stainless steel // Metallurg. Mater. Trans. A. – 2010. – V. 41. – P. 3110–3120.

17. *Mine Y., Tsumagari T., Horita Z*. Hydrogen trapping on lattice defects produced by high-pressure torsion in Fe–0.01 mass % C alloy // Scripta Mater. – 2010. – V. 63. – P. 552–555.
18. *Mine Y., Matsumoto S., Horita Z*. Strengthening and hydrogen embrittlement of ultrafine-grained Fe-0.01 mass % C alloy processed by high-pressure torsion // Corrosion Sci. – 2011. – V. 53. – P. 2969–2977.
19. *Пат*. РФ № 2388566, приоритет 22.07.2008. Способ получения титановых сплавов с субмикрокристаллической структурой деформированием с обеспечением интенсивной пластической деформации / В.А. Винокуров, И.В. Раточка, Е.В. Найденкин, И.П. Мишин, Н.В. Рожинцева. – Опубл. в Б.И., 10.05.2010, № 13.
20. *Padilha A.F., Plaut R.L., Rios P.R*. Annealing of cold-worked austenitic stainless steels // ISIJ Int. – 2000. – V. 43. – No. 2. – P. 135–143.
21. *Melnikov E.V., Kozlova T.A., Maier G.G., Vinokurov V.A., Astafurova E.G*. Influence of rolling temperature on structure, phase composition and mechanical properties of austenitic steel Fe–17Cr–13Ni–3Mo // AIP Conf. Proc. – 2015. – V. 1683. – P. 020149-1–020149-5.
22. *Мельников Е.В., Астафурова Е.Г., Майер Г.Г*. Фазовый состав, структура и механические свойства аустенитных сталей 08Х18Н9Т и 01Х17Н13М3 после прокатки // Вестник Тамбов. унив. – 2016. – Т. 21. – Вып. 3. – С. 1156–1159.
23. *Melnikov E., Astafurova E., Maier G., Moskvina V.* Effect of rolling on phase composition and microhardness of austenitic steels with different stacking-fault energies // AIP Conf. Proc. – 2017. – V. 1909. – P. 020136-1–020136-4.
24. *Литовченко И.Ю., Аккузин С.А., Полехина Н.А., Тюменцев А.Н., Найден Е.П.* Особенности микроструктуры и механические свойства метастабильной аустенитной стали после низкотемпературной и последующей теплой деформации // Изв. вузов. Физика. – 2016. – Т. 59. – № 6. – С. 25–29.
25. *Akkuzin S.A., Litovchenko I.Yu., Polekhina N.A., Tyumentsev A.N*. Effect of thermomechanical treatment on structural-phase states and mechanical properties of metastable austenitic steel // AIP Conf. Proc. – 2016. – V. 1783. – P. 020001-1–020001-4.
26. *Robertson I.M*. The effect of hydrogen on dislocation dynamics // Eng. Fract. Mech. – 2001. – V. 68. – P. 671–692.
27. *Астафурова Е.Г., Захарова Г.Г., Найденкин Е.В., Рааб Г.И., Добаткин С.В*. Структура и механические свойства низкоуглеродистой феррито-перлитной стали 10Г2ФТ после интенсивной пластической деформации и последующих высокотемпературных отжигов // Физ. мезомех. – 2010. – Т. 13. – № 4. – С. 91–101.

Поступила в редакцию 29.12.2017 г.,
после переработки 03.04.2017 г.

Сведения об авторах

Астафурова Елена Геннадьевна, д.ф.-м.н., доц., внс ИФПМ СО РАН, elena.g.astafurova@gmail.com
Мельников Евгений Васильевич, мнс ИФПМ СО РАН, melnickow-jenya@yandex.ru
Астафуров Сергей Владимирович, к.ф.-м.н., снс ИФПМ СО РАН, svastafurov@gmail.com
Раточка Илья Васильевич, к.ф.-м.н., снс ИФПМ СО РАН, ivr@ispms.tsc.ru
Мишин Иван Петрович, к.ф.-м.н., нс ИФПМ СО РАН, mishinv1@yandex.ru
Майер Галина Геннадьевна, к.ф.-м.н., нс ИФПМ СО РАН, galinazg@yandex.ru
Москвина Валентина Александровна, магистрант ТПУ, valya_moskvina@mail.ru
Захаров Геннадий Николаевич, инженер ИФПМ СО РАН, zakharovgn@yandex.ru
Смирнов Александр Игоревич, к.т.н., доц. НГТУ, micros20t@mail.ru
Батаев Владимир Андреевич, д.т.н., проф., внс, зам. зав. каф. НГТУ, vabataev@yandex.ru