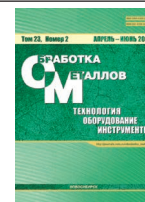




Обработка металлов (технология • оборудование • инструменты)









Сайт журнала: http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov



Влияние насыщения водородом на структуру и механические свойства аустенитной стали 01X17H13M3, формируемые в процессе прокатки при разных температурах

Евгений Мельников^{a, *}, Галина Майер^b, Валентина Москвина^c, Елена Астафурова^d

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, пр. Академический, 2/4, г. Томск, 634055, Россия

^a  <https://orcid.org/0000-0001-8238-6055>,  melnickow-jenya@yandex.ru, ^b  <https://orcid.org/0000-0003-3043-9754>,  galinazg@yandex.ru,
^c  <https://orcid.org/0000-0002-6128-484X>,  valya_moskvina@mail.ru, ^d  <https://orcid.org/0000-0002-1995-4205>,  elena.g.astafurova@ispms.ru

ИНФОРМАЦИЯ О СТАТЬЕ

УДК 538.9

История статьи:

Поступила: 15 февраля 2021
 Рецензирование: 09 марта 2021
 Принята к печати: 29 марта 2021
 Доступно онлайн: 15 июня 2021

Ключевые слова:

Аустенитная сталь
 Пластическая деформация
 Наводороживание
 Микроструктура
 Механические свойства

Финансирование:

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, тема номер FWRW-2019-0030.

Благодарности:

Исследования проведены на оборудовании ИФПМ СО РАН (ЦКП «Нанотех») и НИУ «БелГУ» (ЦКП «Диагностика структуры и свойств наноматериалов»).

АННОТАЦИЯ

Введение. Развитие водородной энергетики предполагает уменьшение зависимости различных сфер человеческой деятельности от ископаемых энергоносителей и значительное сокращение выбросов углекислого газа в атмосферу. Исходя из этого возрастают требования к качеству конструкционных материалов, которые имеют перспективу использования для хранения и транспортировки водорода, а также для создания инфраструктурных объектов водородной энергетики. Поэтому большое значение приобретают научные исследования, направленные на изучение влияния водорода на закономерности изменения микроструктуры и механического поведения конструкционных материалов при различных схемах нагружения. **Цель работы** – установить влияние химико-деформационной обработки, включающей прокатку, комбинированную с наводороживанием, на микроструктуру, фазовый состав и механические свойства образцов аустенитной нержавеющей стали 01X17H13M3. **Методами исследования** являются просвечивающая электронная микроскопия и дифракция обратнорассеянных электронов, рентгеноструктурный, рентгенофазовый и магнитофазовый анализ, микроиндентирование и одноосное статическое растяжение. **Результаты и обсуждение.** Экспериментально показано, что морфология дефектной структуры и фазовый состав стали 01X17H13M3, формируемые при прокатке со степенями осадки 25 и 50 %, существенным образом зависят от температуры деформации (при комнатной температуре или с охлаждением образцов до температуры кипения жидкого азота), а также насыщения образцов водородом (в течение 5 часов при плотности тока 200 мА/см²). Основными механизмами деформации стали при прокатке являются скольжение, двойникование и микролокализация пластического течения, которые обеспечивают формирование субмикроструктурных состояний в образцах. Кроме этого в структуре прокатанных образцов происходит образование деформационных ϵ и α' мартенситных фаз. Независимо от режима химико-деформационной обработки в стали формируется зеренно-субзеренная структура с высокой плотностью дефектов кристаллического строения, но морфология такой микроструктуры определяется режимом обработки. Полученные экспериментальные данные свидетельствуют о том, что предварительное насыщение образцов водородом и понижение температуры деформации способствуют более активному развитию механического двойникования и реализации деформационных фазовых превращений при прокатке. Несмотря на обнаруженные эффекты по влиянию насыщения водородом на механизмы деформации и морфологию формируемой при прокатке дефектной микроструктуры, предварительное наводороживание слабо влияет на механические свойства стали при фиксированных степени и температуре деформации. Эти данные свидетельствуют о том, что независимо от морфологии дефектной зеренно-субзеренной структуры измельчение зерна, накопление деформационных дефектов и рост внутренних напряжений приводят к увеличению прочностных характеристик стали.

Для цитирования: Влияние насыщения водородом на структуру и механические свойства аустенитной стали 01X17H13M3, формируемые в процессе прокатки при разных температурах / Е.В. Мельников, Г.Г. Майер, В.А. Москвина, Е.Г. Астафурова // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2021. – Т. 23, № 2. – С. 81–97. – DOI: 10.17212/1994-6309-2021-23.2-81-97.

*Адрес для переписки

Мельников Евгений Васильевич, м.н.с.
 Институт физики прочности и материаловедения СО РАН
 пр. Академический, 2/4,
 634055, г. Томск, Россия
 Тел.: 8 (3822) 28-68-65, e-mail: melnickow-jenya@yandex.ru

Введение

Развитие техники и технологий дает основание полагать, что водородные топливные элементы будут играть все более важную роль в получении энергии, а развитие водородной энергетики будет способствовать уменьшению зависимости от ископаемых энергоносителей и

значительному сокращению выбросов углекислого газа в атмосферу. Безопасное хранение (резервуары и баллоны сверхвысокого давления) и транспортировка (трубопроводы, клапаны, гильзы, пружины и датчики для регулировки давления) водорода являются ключевыми проблемами широкомасштабного использования водородной энергии. В связи с этим возрастают требования к качеству и эксплуатационным свойствам конструкционных материалов, которые непосредственно подвергаются воздействию водорода [1–3]. Одним из важных направлений исследований в этой области является установление механического поведения конструкционных материалов, которые подвергались наводороживанию, при различных схемах нагружения.

Аустенитные нержавеющие стали (АНС) обладают хорошей коррозионной стойкостью и менее восприимчивы к водородному охрупчиванию, чем другие конструкционные стали [4, 5]. Поэтому они являются материалами-кандидатами для различных компонентов систем транспортировки и хранения водорода. Холодная пластическая деформация АНС вызывает образование разного рода деформационных дефектов в структуре, а в ряде случаев сопровождается $\gamma \rightarrow \epsilon$ и $\gamma \rightarrow \alpha'$ фазовыми превращениями [6–13]. Это приводит к деформации и фрагментации зеренной структуры и, как следствие, к изменению механических свойств стали при холодном деформировании (повышению микротвердости, пределов текучести и прочности и снижению пластичности). При выборе материалов для водородной энергетики важно учитывать влияние водорода как легирующего элемента на процессы пластической деформации аустенитных нержавеющих сталей. Достаточно много работ свидетельствуют о том, что АНС с высокой стабильностью аустенита к фазовым превращениям (например, X17H14M3 или X18H20C2) менее чувствительны к водородному охрупчиванию, чем марки стали с низкой стабильностью (например, X18H8, X18H10, X18H10T) [3, 5, 14–18]. При этом стабильность АНС к фазовым превращениям, в свою очередь, напрямую связана с энергией дефекта упаковки (ЭДУ), которая определяется химическим составом стали [19–22]. Вместе с тем в работе [4] показано, что не только деформационные фазовые переходы, в том числе индуцируемые водородом, вызывают водородную деградацию

механических свойств аустенитных сталей, но и тип развивающейся при деформации дислокационной структуры. Стабильные стали с высокой ЭДУ, в которых развивается планарная дислокационная структура, более подвержены водородному охрупчиванию по сравнению с теми, для которых характерно волнистое скольжение [4]. Все приведенные выше исследования подтверждают тот факт, что водород эффективно воздействует как на тип развивающейся микроструктуры, так и на фазовые превращения, реализуемые в аустенитных сталях.

Сталь 01X17H13M3 (аналог AISI 316L) является разновидностью аустенитной хромоникелевой нержавеющей стали. Она имеет высокую скорость упрочнения при деформации, обладает низкой склонностью к деформационным фазовым превращениям при комнатной температуре, что обусловлено ее высокой ЭДУ [7, 10, 11, 19]. Несмотря на то что процессы водородного охрупчивания для хромоникелевых сталей с разной ЭДУ изучены подробно для условий деформации одноосным растяжением [3–5, 14–18, 23], в литературе практически отсутствуют данные о влиянии водорода на закономерности измельчения структуры и упрочнение этих сталей при других видах нагружения, например, при прокатке [24, 25].

В настоящей работе исследовали влияние режимов химико-деформационной обработки (ХДО), включающих многоходовую прокатку с предварительным насыщением образцов водородом, на фазовый состав, микроструктуру, механизмы деформации и механические свойства аустенитной стали 01X17H13M3.

Методика исследований

В качестве материала для исследования была выбрана стабильная аустенитная нержавеющая сталь 01X17H13M3 промышленной плавки. Заготовки для исследований вырезали на электроискровом станке в форме прямоугольных пластин. После химической чистки в «царской водке» пластины выдерживали при температуре 1100 °С в течение часа, а затем закаливали в воде комнатной температуры. Термическую обработку проводили в среде инертного газа (гелия). После термообработки пластины механически шлифовали и электролитически полировали в

растворе 25 г CrO_3 + 210 мл H_3PO_4 . Перед насыщением водородом все пластины имели одинаковый размер $10 \times 20 \times 1$ мм³.

Первую партию образцов электролитически насыщали водородом в течение 5 часов при комнатной температуре. Наводороживание осуществляли с использованием 1N раствора серной кислоты (H_2SO_4) с добавлением тиомочевины ($\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$) при плотности тока $j = 200$ мА/см². Непосредственно после наводороживания проводили прокатку пластин с использованием двух режимов: режим I – при комнатной температуре (23 °C), режим II – с охлаждением пластин до температуры жидкого азота перед каждым циклом прокатки (–196 °C). Пластическая деформация за один проход через валки прокатного стана составляла $\approx 3\text{--}4$ %. Степень обжатия при прокатке рассчитывали как $\varepsilon = ((h_0 - h_1)/h_0)100$ %, где h_0 – исходная толщина пластин (1 мм), h_1 – толщина пластин после прокатки. Общая степень деформации составляла 25 и 50 %. Вторую партию образцов прокатывали с использованием тех же режимов, но без предварительного насыщения стали водородом. Далее по тексту образцы в закаленном (не деформированном) состоянии будем называть исходными.

Микротвердость образцов определяли по методу Виккерса на микротвердомере Duramin 5 при нагрузке на индентор 200 г. Одноосное статическое растяжение с автоматической записью кривых нагружения проводили на испытательной машине Instron 3369 при комнатной температуре с начальной скоростью $4,2 \times 10^{-4}$ с⁻¹. Образцы для растяжения в форме двойных лопаток вырезали из прокатанных по различным режимам пластинок. Образцы имели размеры рабочей части $9 \times 2,6 \times h_1$ мм.

Исследования фазового состава и структурных параметров стали проводили с использованием рентгенофазового (РФА) и рентгеноструктурного анализа (РСА) на дифрактометре Rigaku Ultima IV (Cu $K\alpha$ -излучение). Расчет микродеформации кристаллической решетки ($\Delta d/d$) и размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) выполнен методом аппроксимации. Количество образовавшегося в результате прокатки α' -мартенсита деформации ($V_{\alpha'}$) в образцах АНС определяли методом измерения удельной намагниченности в зависимости от напряжения маг-

нитного поля на установке «Магнитометр Н-04» (магнитофазовый анализ, МФА) [26].

Электронно-микроскопические исследования структуры образцов проводили с использованием просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEM-2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Фольги для исследований подготавливали стандартным методом, описанным в работе [27]. Плотность дислокаций определяли по методике, описанной в [27]. Размеры зерна исходной закаленной заготовки определяли по картинам зеренной структуры, полученным методом дифракции обратно рассеянных электронов (ДОЭ) на сканирующем электронном микроскопе Quanta 200 3D при ускоряющем напряжении 30 кВ.

Результаты и их обсуждение

Результаты рентгеновских исследований

На рис. 1 представлены рентгенограммы, полученные для стальных образцов в исходном состоянии и после различных режимов ХДО. Согласно данным рентгеновских исследований исходная структура стали 01X17H13M3 представляет собой аустенит с параметром решетки $a = 0,3603$ нм, микродеформацией кристаллической решетки $\Delta d/d = 7,3 \cdot 10^{-4}$ и размером ОКР более 200 нм.

РФА стальных образцов, подвергнутых разным режимам ХДО, выявил наличие пиков только γ -фазы. Таким образом, АНС сохраняет однофазную ГЦК кристаллическую структуру независимо от режима обработки (рис. 1). РСА свидетельствует об измельчении структуры и повышении внутренних напряжений в образцах в результате ХДО. Независимо от температуры деформации и наводороживания микродеформация кристаллической решетки аустенита после прокатки возрастает до $1,5 \dots 2,9 \cdot 10^{-3}$. При прокатке значительно уменьшаются размеры ОКР (табл. 1). Значение параметра решетки аустенита изменяется незначительно при всех видах обработки. Следует отметить, что при одинаковых степенях осадки два фактора – снижение температуры прокатки и предварительное насыщение водородом – способствуют росту значений ОКР относительно значений, полученных для образцов, прокатанных при комнатной температуре и

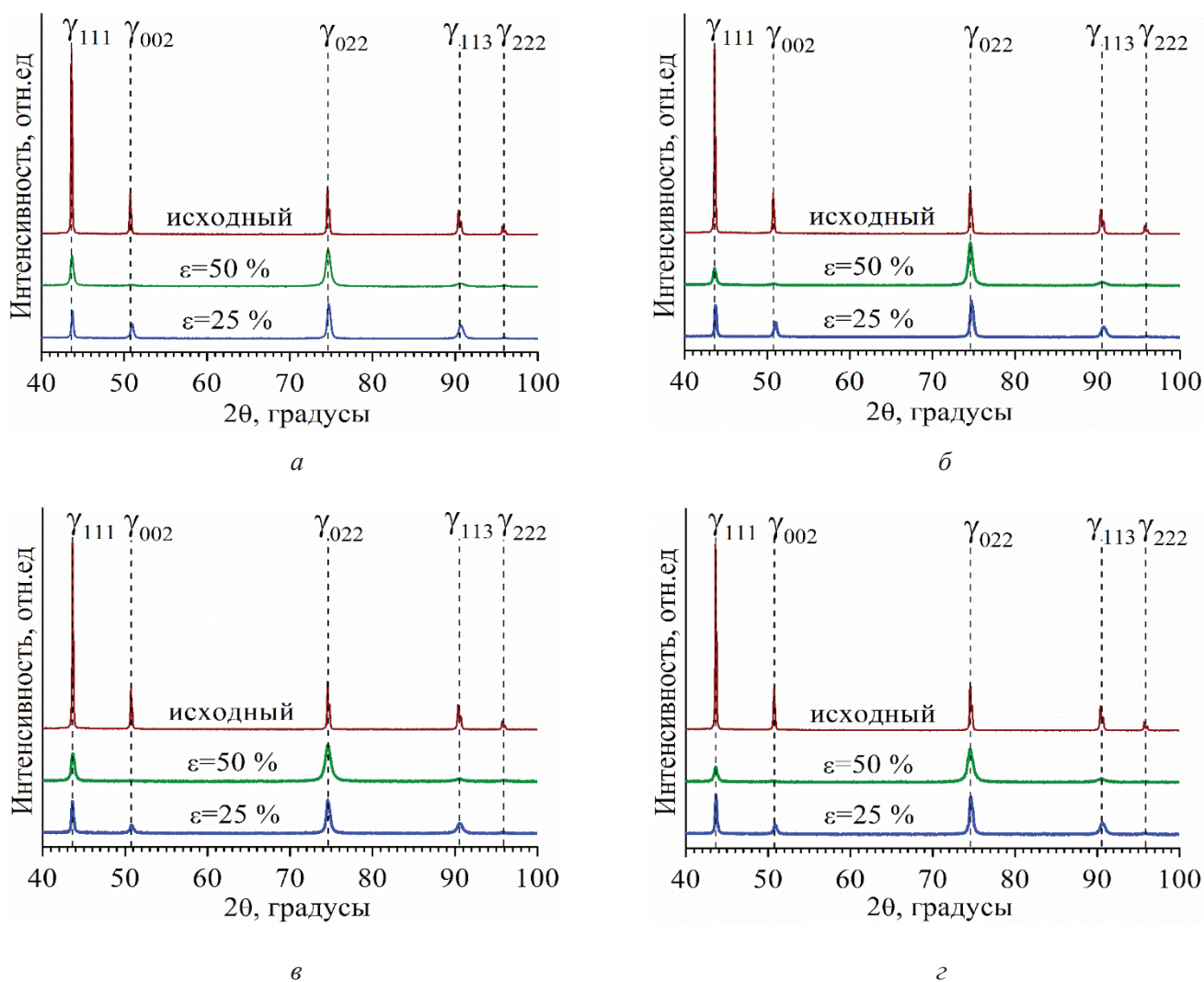


Рис. 1. Рентгенограммы стали 01X17Н13М3 в исходном состоянии и после обработки по режимам I (а, б) и II (в, г):

а, в – прокатка без наводороживания; б, г – прокатка наводороженных образцов. Степень осадки приведена на рисунках

Fig. 1. XRD patterns of Fe-17Cr-13Ni-3Mo-0.01C steel in the initial state, after processing according to mode I (а, б) and mode II (в, г):

а, в – rolling of hydrogen-free specimens; б, г – rolling of hydrogen saturated specimens. The reduction in rolling is shown in the figures

без насыщения водородом. Этот результат указывает, во-первых, на изменение закономерностей фрагментации микроструктуры образцов и, вероятно, механизмов их деформации при прокатке в присутствии водорода в кристаллической решетке аустенита и при понижении температуры испытания. Во-вторых, эти данные указывают на единый механизм воздействия обоих вышеупомянутых факторов на особенности формирования микроструктуры исследуемой стали при прокатке.

При сравнительном анализе рентгенограмм наблюдали уменьшение интенсивности и уши-

рение рентгеновских линий с повышением степени обжатия при деформации (рис. 1). При прокатке происходит формирование деформационной текстуры типа {220} в плоскости прокатки, об этом свидетельствует изменение соотношения интенсивностей рентгеновских линий (рис. 1, табл. 1). При степени осадки 25 %, т. е. на ранних стадиях деформирования, наводороживание и понижение температуры испытания незначительно подавляют формирование текстуры типа {220} в плоскости прокатки. С увеличением степени деформации до 50 %, напротив, оба этих фактора способствуют зна-

Таблица 1

Table 1

Относительная интенсивность рентгеновских пиков (в процентах), отношение интенсивностей линий 111 γ и 022 γ и значения ОКР для образцов стали 01X17H13M3 до и после ХДО

Relative intensities of XRD maxima, the ratios of intensities for 111 γ and 022 γ reflections and sizes of the coherent scattering regions (CSR) for Fe-17Cr-13Ni-3Mo-0.01C steel before and after chemical-deformation treatment

ХДО treatment	111 γ	002 γ	022 γ	113 γ	$I_{111\gamma}/I_{022\gamma}$	ОКР, нм CSR, nm
Исходный / initial	100,00	20,67	26,76	13,50	3,74	>200
Прокатка без наводороживания / Rolling without hydrogen saturation						
Режим I, $\varepsilon=25\%$ Regime I, $\varepsilon=25\%$	44,44	19,13	100,00	23,90	0,44	11
Режим I, $\varepsilon=50\%$ Regime I, $\varepsilon=50\%$	78,64	3,05	100,00	7,96	0,79	7
Режим II, $\varepsilon=25\%$ Regime II, $\varepsilon=25\%$	92,16	20,97	100,00	28,07	0,92	44
Режим II, $\varepsilon=50\%$ Regime II, $\varepsilon=50\%$	73,73	0,78	100,00	6,24	0,74	30
Прокатка после наводороживания / Rolling after hydrogen saturation						
Режим I, $\varepsilon=25\%$ Regime I, $\varepsilon=25\%$	83,19	36,57	100,00	26,59	0,83	14
Режим I, $\varepsilon=50\%$ Regime I, $\varepsilon=50\%$	36,35	2,94	100,00	7,55	0,36	7
Режим II, $\varepsilon=25\%$ Regime II, $\varepsilon=25\%$	98,50	20,47	100,00	29,28	0,98	70
Режим II, $\varepsilon=50\%$ Regime II, $\varepsilon=50\%$	42,04	1,91	100,00	9,39	0,42	40

чительному возрастанию относительной интенсивности линии 220 γ аустенита по сравнению с меньшей степенью осадки (табл. 1). В совокупности с данными об изменении величин ОКР это может свидетельствовать об активации деформационного двойникования и/или $\gamma \rightarrow \varepsilon$ деформационного превращения, индуцированных водородом и понижением температуры испытания, при малых степенях осадки. Оба этих механизма способствуют формированию сетки специальных границ $\Sigma 3^n$, которые препятствуют движению дислокаций, распространению микрополос деформации в кристалле и формированию разориентированной зеренно-субзеренной структуры с границами общего типа [28–30]. В результате разрушения сетки специальных границ, сформированной на начальных степенях деформации, при последующей прокатке до 50 % осадки происходит фор-

мирование текстуры прокатки по аналогии с образцами, деформированными без насыщения водородом (см. рис. 1, табл. 1).

Результаты электронно-микроскопических исследований

Исходные образцы АНС обладают равновесной зеренной структурой. Средний размер зерна аустенита, определенный по ДООЭ-картам, составляет 15 мкм. ХДО способствует существенному измельчению зерна и формированию зеренно-субзеренной структуры с высокой плотностью дефектов кристаллического строения (рис. 2 и 3). Плотность дислокаций увеличивается с $\sim 10^{12}$ до $\sim 10^{15} \text{ м}^{-2}$ при прокатке.

На рис. 2 показаны светлопольные ПЭМ-изображения микроструктуры исследуемой стали и соответствующие им микродифракционные картины (вклейки) для образцов, прокатанных

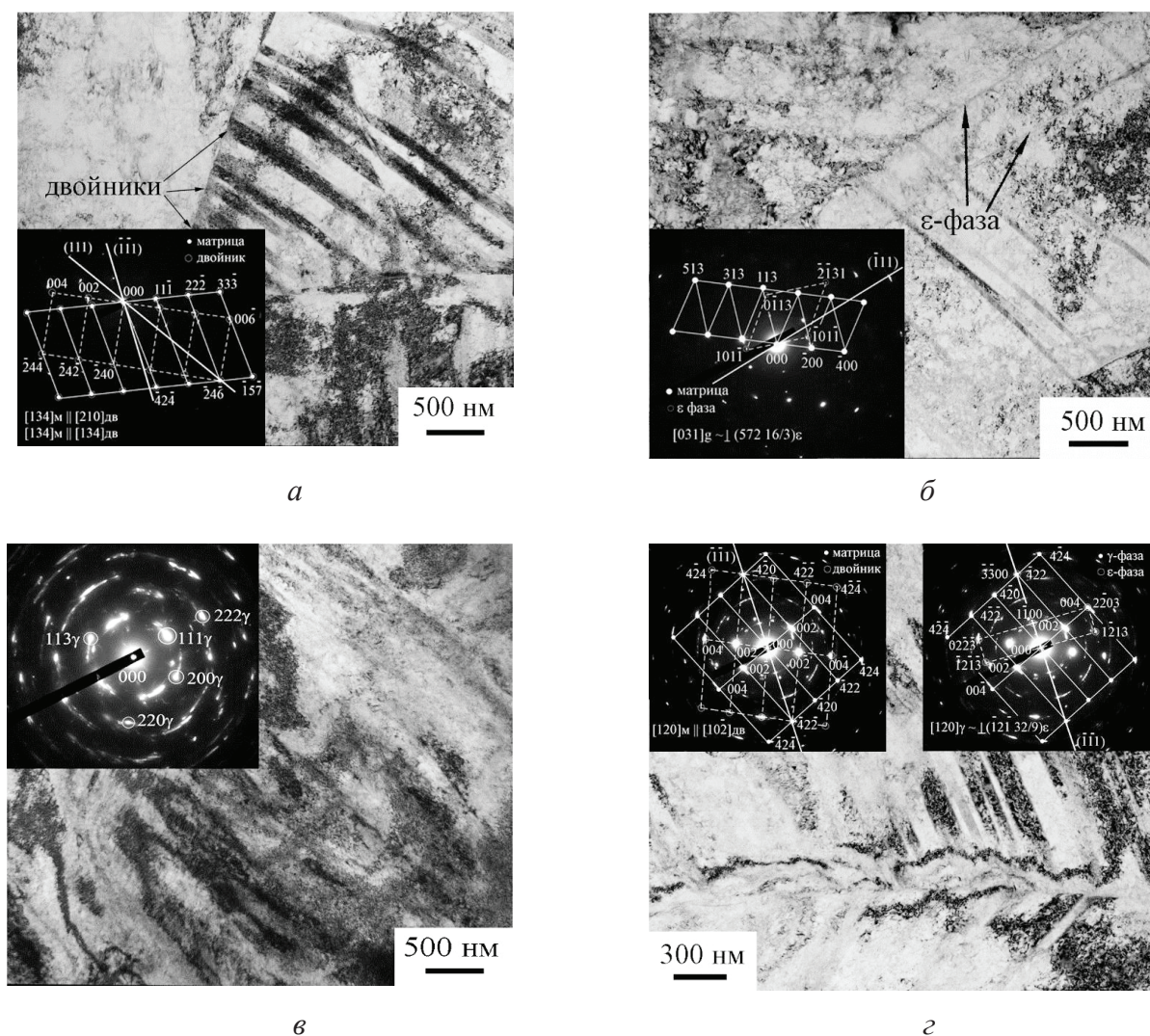


Рис. 2. Электронно-микроскопические изображения микроструктуры стали после обработки по режиму I:

a, в – прокатка без наводороживания; *б, з* – прокатка наводороженных образцов; степень обжатия: 25 % (*a, б*) и 50 % (*в, з*); МД сняты с площади 1,4 мкм²

Fig. 2. Electron microscope images of the microstructure in steel after processing in mode I:

a, в – rolling of hydrogen-free specimens; *б, з* – rolling of hydrogen saturated specimens. Reduction: 25 % (*a, б*) and 50 % (*в, з*); microdiffraction patterns are obtained from an area of 1.4 μm²

при комнатной температуре (режим I). После прокатки образца без предварительного насыщения водородом при степени осадки $\epsilon = 25\%$ наблюдали исходные крупные зерна аустенита, дифракционный контраст внутри которых свидетельствовал о накоплении высокой плотности дислокаций (рис. 2, *a*, табл. 2). Микродифракционные картины для такой микроструктуры имеют точечный характер со слабыми азимутальными размытиями рефлексов. Характер распределения дислокаций позволяет сделать вывод о том, что для стали характерно «волнистое скольжение», типичное для деформации

сталей со средней и высокой ЭДУ [31]. В структуре наблюдали как зерна, в которых деформация реализуется только за счет скольжения, так и зерна, в которых скольжение и двойникование развивались совместно. Это вызвано ориентационной зависимостью механизма деформации двойникованием в аустенитных сталях [32, 33]. В условиях стесненной деформации напряжения двойникования в стали 01X17H13M3, не содержащей атомов внедрения, достигаются не во всех зернах, но в части из них этот механизм реализуется. Чаще всего наблюдали двойники толщиной (шириной ламелей)

Таблица 2

Table 2

Характеристики микроструктуры (ρ – плотность дислокаций, t – толщина двойников, e – расстояние между двойниками, ρ_{tw} – линейная плотность двойниковых границ) в микроструктуре стали 01X17H13M3 после ХДО

Microstructure characteristics (ρ – dislocation density, t – twin thickness, e – distance between twins, ρ_{tw} – the linear density of twin boundaries) of steel microstructure after chemical-deformation processing

ХДО treatment	ρ , м^{-2} ρ , m^{-2}	t , нм t , nm	e , нм e , nm	ρ_{tw} , м^{-1} ρ_{tw} , m^{-1}
Прокатка без наводороживания / Rolling without hydrogen saturation				
Режим I, $\varepsilon = 25\%$ Regime I, $\varepsilon = 25\%$	$0,4 \cdot 10^{15}$	50...100 (15...25*)	60...100 (15...40*)	$2 \cdot 10^6$ ($12 \cdot 10^6$ *)
Режим I, $\varepsilon = 50\%$ Regime I, $\varepsilon = 50\%$	$0,8 \cdot 10^{15}$	60...150 (15...30*)	40...130 (20...40*)	$6 \cdot 10^6$ ($16 \cdot 10^6$ *)
Режим II, $\varepsilon = 25\%$ Regime II, $\varepsilon = 25\%$	$0,7 \cdot 10^{15}$	20...100	50...150	$7 \cdot 10^6$
Режим II, $\varepsilon = 50\%$ Regime II, $\varepsilon = 50\%$	$1,0 \cdot 10^{15}$	30...60	30...60	$10 \cdot 10^6$
Прокатка после наводороживания / Rolling after hydrogen saturation				
Режим I, $\varepsilon = 25\%$ Regime I, $\varepsilon = 25\%$	$0,8 \cdot 10^{15}$	50...200 (20...50*)	70...250 (25...50*)	$8 \cdot 10^6$ ($29 \cdot 10^6$ *)
Режим I, $\varepsilon = 50\%$ Regime I, $\varepsilon = 50\%$	$1,2 \cdot 10^{15}$	50...100 (15...45*)	50...150 (30...50*)	$13 \cdot 10^6$ ($34 \cdot 10^6$ *)
Режим II, $\varepsilon = 25\%$ Regime II, $\varepsilon = 25\%$	$0,8 \cdot 10^{15}$	10...60	40...150	$30 \cdot 10^6$
Режим II, $\varepsilon = 50\%$ Regime II, $\varepsilon = 50\%$	$1,5 \cdot 10^{15}$	10...40	20...60	$40 \cdot 10^6$

* В отдельных зернах, наиболее благоприятно ориентированных для двойникования.

* In individual grains, most favorably oriented for twinning.

$t = 50...100$ нм и с расстоянием между ними $e = 60...100$ нм (табл. 2). Линейная плотность двойниковых границ в таких зернах составляет $\rho_{tw} = 2 \cdot 10^6 \text{ м}^{-1}$ (табл. 2). Наблюдали также отдельные зерна, в которых плотность двойниковых границ была выше средней ($\rho_{tw} = 12 \cdot 10^6 \text{ м}^{-1}$), но их доля была невелика. Очевидно, что эти зерна были наиболее благоприятно ориентированы для развития механического двойникования (обладали максимальными факторами Шмида для двойникования).

При степени осадки $\varepsilon = 50\%$ формируется неоднородная зеренно-субзеренная структура (рис. 2, в). Микродифракционные картины содержат многочисленные рефлексы аустенит-

ной фазы, распределенные по кольцу (рис. 2, в, вклейка). Это указывает на формирование высокоугловых разориентировок в структуре стали в результате пластической деформации, при этом значительные азимутальные размытия рефлексов подтверждают присутствие малоугловых разориентаций. В структуре формируются полосы локализованной деформации различного масштаба, внутри и между таких полос наблюдаются фрагментированные двойниковые границы (рис. 2, в). Двойники деформации наблюдали в подавляющем большинстве зерен в образцах, прокатанных со степенью осадки 50 %. Анализ ПЭМ-изображений свидетельствует о росте линейной плотности двойниковых границ и плот-

ности дислокаций по сравнению с состоянием после прокатки с осадкой 25 % (табл. 2).

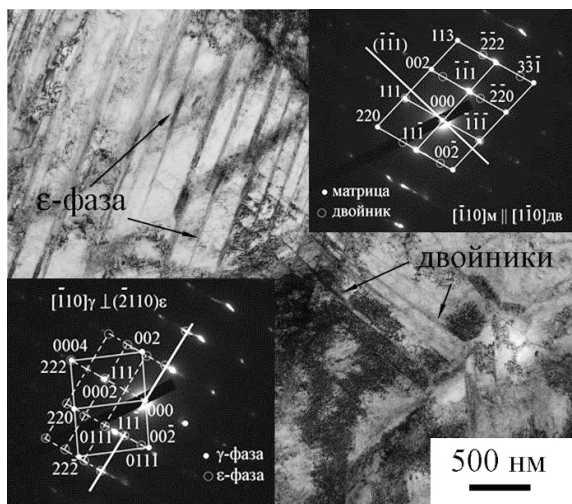
Введение водорода перед прокаткой способствует развитию деформационного двойникования, что ведет к существенному росту линейной плотности двойниковых границ по сравнению со структурой после прокатки по режиму I без наводороживания (табл. 2, рис. 2). При степени осадки 50 % двойникование наблюдали практически во всех зернах (рис. 2, *з*). При легировании атомами водорода механическое двойникование, как механизм деформации, облегчается прежде всего из-за понижения ЭДУ стали, и формирование двойников может наблюдаться даже в зернах, неблагоприятно ориентированных для этого механизма деформации [34, 35]. ПЭМ-исследования образцов показали также наличие тонких пластин ϵ -мартенсита в аустенитных зернах, однако их количество было невелико (рис. 2, *б*, *з*). Поскольку ϵ -фаза не определяется рентгенографически, можно сделать вывод, что ее объемная доля не превышает 5 %. Формирование ϵ -фазы также подтверждает факт снижения ЭДУ стали при легировании водородом. Микродифракционные картины после осадки до 50 % имеют преимущественно точечный характер, хотя азимутальные размытия рефлексов также присутствуют (рис. 2, *з*, вклейки). Электронно-микроскопические исследования показали, что предварительное наводороживание пластин перед прокаткой способствует формированию менее разориентированной структуры по сравнению с прокаткой без наводороживания, что очевидно связано с формированием высокой плотности специальных границ (двойников и ϵ -фазы). Наряду с развитием двойникования наблюдали повышение плотности дислокаций скольжения в микроструктуре по сравнению с образцами, прокатанными до тех же степеней деформации без предварительного насыщения водородом (табл. 2), что также обусловлено затруднением передачи сдвига через двойниковые границы и накоплением дислокаций скольжения в областях между специальными границами. Микроструктурные ПЭМ-исследования подтверждают данные рентгеноструктурного анализа о закономерностях формирования текстуры при прокатке образцов, приведенные и обсуждаемые выше. С точки зрения формирования сетки специальных границ микроструктура наводоро-

женных и прокатанных образцов выглядит более однородной по сравнению с образцами, прокатанными без насыщения атомами водорода.

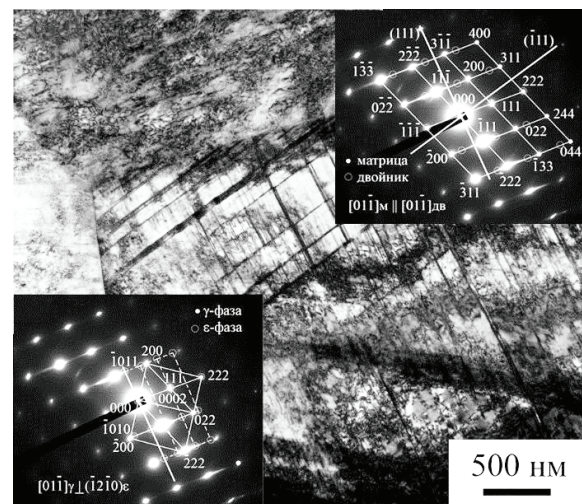
При понижении температуры деформирования образцов (охлаждении пластин перед каждым циклом прокатки, режим II) последовательность структурных превращений в образцах, прокатанных без наводороживания, была аналогична тем, которые наблюдали для образцов, прокатанных при комнатной температуре после насыщения водородом (рис. 2, 3). Уменьшение ЭДУ стали при понижении температуры деформации является известным фактом и в этом отношении оно вызывает эффекты, аналогичные легированию водородом перед прокаткой.

На рис. 3, *а* приведено светлопольное ПЭМ-изображение микроструктуры и соответствующая микродифракционная картина (вклейки) после прокатки $\epsilon = 25$ % по режиму II без наводороживания. Понижение температуры деформации способствует образованию большего количества двойников в микроструктуре, уменьшению ширины двойниковых пластин и расстояния между ними, что является причиной увеличения линейной плотности двойниковых границ (табл. 2). Анализ дифракционной картины (рис. 3, *а*, вклейки показывают варианты расшифровки рефлексов, соответствующих двойникам и ϵ -фазе) свидетельствует, о том, что помимо двойников в зернах аустенита наблюдали пластины ϵ -мартенсита, которые при ХДО по режиму I исследовали только после прокатки с насыщением водородом (рис. 2, *б*).

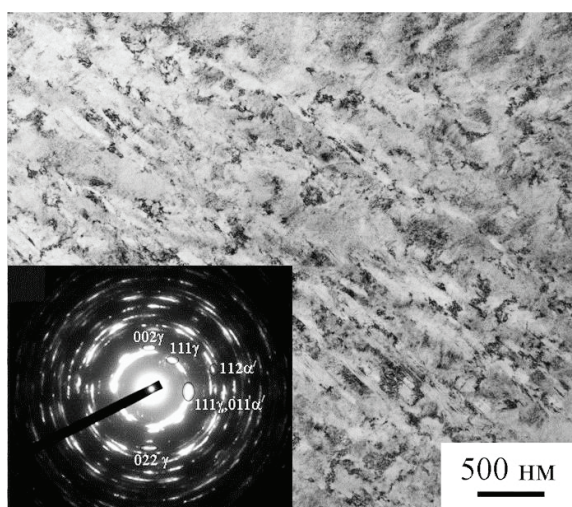
На рис. 3, *в* приведено светлопольное ПЭМ-изображение разориентированной зеренно-субзеренной структуры и микродифракционная картина после прокатки по режиму II со степенью осадки $\epsilon = 50$ % (без наводороживания). Сопоставление ПЭМ-изображений на рис. 2, *в* и 3, *в* свидетельствует о том, что в отличие от деформации при комнатной температуре охлаждение образцов до температуры жидкого азота сопровождается формированием более однородной разориентированной структуры с микрополосами деформации, двойниками и высокой плотностью дислокаций (табл. 2). Анализ микродифракционных картин подтверждает образование α' -фазы в структуре таких образцов. На микродифракционной картине, имеющей квазикольцевой характер, видны многочислен-



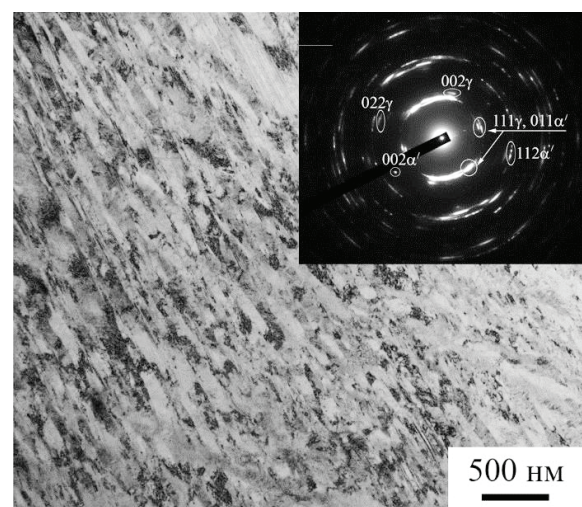
а



б



в



г

Рис. 3. Электронно-микроскопические изображения микроструктуры стали после обработки по режиму II:

а, в – прокатка без наводороживания; б, г – прокатка наводороженных образцов; степень обжатия: 25 % (а, б) и 50 % (в, г); МД сняты с площади 1,4 мкм²

Fig. 3. Electron microscope images of the microstructure in steel after processing in mode II:

а, в – rolling of hydrogen-free specimens; б, г – rolling of hydrogen saturated specimens; reduction: 25 % (а, б) and 50 % (в, г); microdiffraction patterns are obtained from an area of 1.4 μm²

ные рефлексы аустенита с сильными азимутальными размытиями, а также отражения от ε- и α'-деформационного мартенсита (рис. 3, в, вклейка). Однако доля ε- и α'-фаз невелика, так как они не идентифицируются на рентгенограммах (рис. 1, в). По результатам МФА, объемная доля α'-мартенсита в этих образцах составляет $V_{\alpha'} = 4,5\%$.

В образцах, прокатанных по режиму II после насыщения водородом, при $\epsilon = 25\%$ формируется однородная плотная двойниковая сетка (рис. 3, б). Стенки этой сетки состоят из двой-

никовых ламелей толщиной 30...60 нм. Внутри сетки наблюдаются тонкие двойники толщиной 10...15 нм, плотность которых достигает $\rho_{\text{то}} = 30 \cdot 10^6 \text{ м}^{-1}$ (табл. 2). На микродифракционной картине, соответствующей структуре образца, прокатанного на 50 % после насыщения водородом, видны точечные рефлексы, соответствующие α'-фазе, а также отражения от γ-фазы с сильными азимутальными размытиями (рис. 3, г, вклейка). Но в отличие от микродифракции, соответствующей ненаводороженному образцу (рис. 3, в, вклейка), аустенитные рефлек-

сы не образуют квазикольцевую электронограмму. Магнитофазовый анализ говорит о том, что в образцах, обработанных по такому режиму, также формируется деформационная α' -фаза, но ее объемная доля ниже, чем после прокатки без насыщения водородом ($V_{\alpha'} = 2,7\%$). Этот экспериментальный факт требует детального исследования и анализа в рамках отдельной публикации.

Реализация фазовых превращений, микролокализация деформации, высокая линейная плотность двойниковых границ и дислокаций после ХДО по режиму II способствуют более интенсивному измельчению зерна и формированию более однородной зеренно-субзеренной структуры по сравнению с образцами, подвер-

нутыми обработке по режиму I. При этом насыщение водородом и понижение температуры деформации АНС способствует формированию самой высокой из исследуемых плотности двойниковых границ в структуре деформированных образцов.

Результаты механических испытаний

На рис. 4 приведены диаграммы статического растяжения образцов, обработанных по разным режимам ХДО. Значения механических свойств, определенные из диаграмм, полученных при одноосном статическом растяжении (удлинения (δ), пределов текучести ($\sigma_{0.2}$) и прочности (σ_B)) приведены в табл. 3.

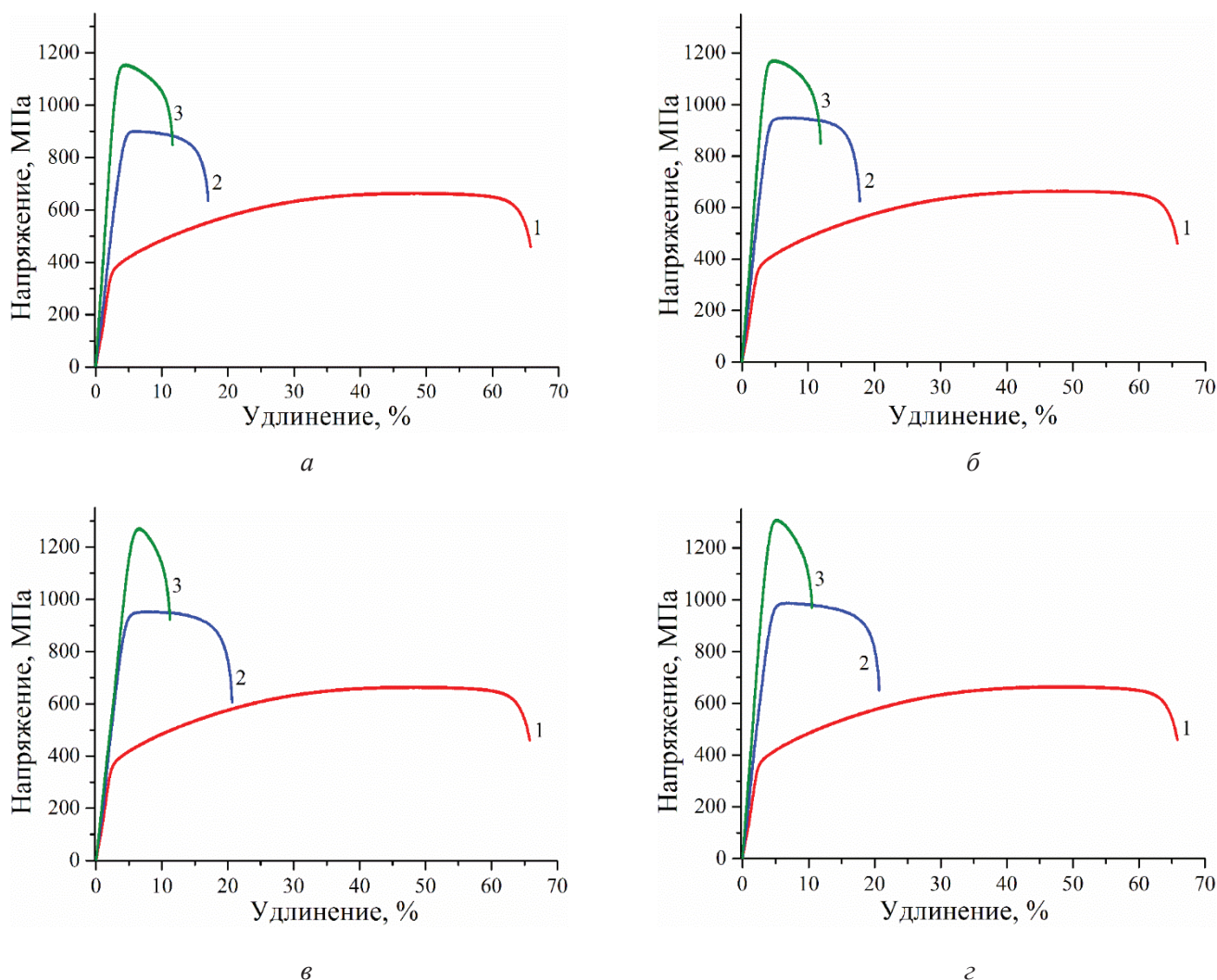


Рис. 4. Диаграммы статического растяжения исходных (кривая 1) образцов стали 01X17H13M3 и образцов, обработанных по режиму I (а, б) и режиму II (в, г) (кривая 2 – $\varepsilon=25\%$ и кривая 3 – $\varepsilon=50\%$); а, в – после прокатки без наводороживания; б, г – после наводороживания и прокатки

Fig. 4. Tensile diagrams of initial (curve 1) specimens of steel Fe-17Cr-13Ni-3Mo-0.01C and specimens processed according to mode I (а, б) and mode II (в, г) (curve 2 – $\varepsilon=25\%$ and curve 3 – $\varepsilon=50\%$); а, в – after rolling of hydrogen saturation; б, г – after hydrogen saturation and rolling

Механические свойства исходных образцов стали 01X17H13M3 и образцов после химико-деформационной обработки

The mechanical properties of the initial specimens of steel Fe-17Cr-13Ni-3Mo-0.01C and specimens after chemical-deformation processing

ХДО treatment	$\sigma_{0,2}$, МПа $\sigma_{0,2}$, MPa	σ_B , МПа σ_B , MPa	δ , % δ , %	Н _м , ГПа Н _м , GPa
исходный / initial	370	660	63	2,17
Прокатка без наводороживания / Rolling without hydrogen saturation				
Режим I, $\varepsilon=25\%$ Regime I, $\varepsilon=25\%$	830	900	14	3,18
Режим I, $\varepsilon=50\%$ Regime I, $\varepsilon=50\%$	1110	1150	9	3,53
Режим II, $\varepsilon=25\%$ Regime II, $\varepsilon=25\%$	850	950	18	3,27
Режим II, $\varepsilon=50\%$ Regime II, $\varepsilon=50\%$	1230	1270	7	3,97
Прокатка после наводороживания / Rolling after hydrogen saturation				
Режим I, $\varepsilon=25\%$ Regime I, $\varepsilon=25\%$	910	950	15	3,31
Режим I, $\varepsilon=50\%$ Regime I, $\varepsilon=50\%$	1120	1170	9	3,92
Режим II, $\varepsilon=25\%$ Regime II, $\varepsilon=25\%$	950	990	18	3,42
Режим II, $\varepsilon=50\%$ Regime II, $\varepsilon=50\%$	1230	1300	7	4,19

На рис. 4 кривая 1 соответствует диаграмме растяжения крупнокристаллического образца стали 01X17H13M3 без каких-либо деформационных обработок. В исходном состоянии сталь обладает высокой пластичностью ($\delta \approx 63\%$) и низкими значениями предела текучести ($\sigma_{0,2} = 370$ МПа) и предела прочности ($\sigma_B = 660$ МПа). ХДО приводит к росту микротвердости, существенному повышению прочностных свойств и к снижению пластичности стальных образцов (табл. 3). В зависимости от режима обработки величина предела текучести стали повышается в 2,5–2,6 раза, а предел прочности в 1,4–1,6 раза, при этом удлинение до разрушения уменьшается принципиально (табл. 3). При достижении предела текучести в образцах, подвергнутых ХДО со степенью осадки 50 %, происходит образование полос локализованной пластической

деформации и формирование шейки, в которой происходит разрушение. Измельчение зерна аустенита, увеличение линейной плотности двойниковых границ и формирование мартенсита деформации способствуют значительному повышению прочностных характеристик стали, но они проявляют высокую склонность к макроскопической локализации деформации, типичной для сталей с высокодефектными зеренно-субзеренными структурами субмикронного масштаба [36]. Несмотря на различия в микроструктуре, формируемой при разных режимах ХДО, принципиальных отличий в механических свойствах образцов, прокатанных до одинаковой степени осадки, не обнаружено. Тем не менее для образцов, деформированных с охлаждением и после насыщения водородом, механические свойства самые высокие (табл. 3).

Выводы

Химико-деформационная обработка образцов аустенитной нержавеющей стали 01X17H13M3, включающая прокатку, комбинированную с наводороживанием, приводит к формированию зеренно-субзеренной структуры с высокой плотностью дефектов кристаллического строения. Температура деформации и наводороживание существенным образом влияют на закономерности формирования микроструктуры и механизмы структурно-фазовых превращений в стали.

Предварительное насыщение водородом и понижение температуры деформации (за счет охлаждения образцов перед каждым циклом прокатки) способствуют более активному развитию механического двойникования, а также реализации деформационных фазовых превращений при прокатке стальных образцов. Несмотря на формирование небольшой доли ϵ и α' мартенситных фаз в структуре таких образцов, основными механизмами деформации стали при прокатке являются скольжение, двойникование и микролокализация пластического течения, которые обеспечивают формирование субмикроструктурных состояний различной морфологии.

Измельчение зерна, накопление дефектов кристаллического строения и рост внутренних напряжений приводят к увеличению прочностных характеристик стали. Несмотря на тот факт, что предварительное наводороживание и понижение температуры значительно влияют на морфологию зеренно-субзеренной структуры и дефектной микроструктуры, формируемой при прокатке, они не вызывают значительного упрочнения и потери пластичности стальных образцов по сравнению с прокатанными при комнатной температуре и без предварительного насыщения водородом.

Список литературы

1. "Hybrid hydrogen storage vessel", a novel high pressure hydrogen storage vessel combined with hydrogen storage material / N. Takeichi, H. Senoh, T. Yokota, H. Tsuruta, K. Hamada, H.T. Takeshita, H. Tanaka, T. Kiyobayashi, T. Takano, N. Kuriyama // *International Journal of Hydrogen Energy*. – 2003. – Vol. 28, iss. 10. – P. 1121–1129. – DOI: 10.1016/S0360-3199(02)00216-1.

2. Duschek D., Wellnitz J. High pressure hydrogen storage system based on new hybrid concept // *Sustainable Automotive Technologies*. – Cham, 2013. – P. 27–33. – DOI: 10.1007/978-3-319-01884-3_3.

3. Effects of hydrogen pressure and test frequency on fatigue crack growth properties of Ni-Cr-Mo steel candidate for a storage cylinder of a 70 MPa hydrogen filling station / A. Macadre, M. Artamonova, S. Matsuoka, J. Furtado // *Engineering Fracture Mechanics*. – 2011. – Vol. 78, iss. 18. – P. 3196–3211. – DOI: 10.1016/j.engfractmech.2011.09.007.

4. Hydrogen environment embrittlement of stable austenitic steels / T. Michler, C.S. Marchi, J. Naumann, S. Weber, M. Martin // *International Journal of Hydrogen Energy*. – 2012. – Vol. 37. – P. 16231–16246. – DOI: 10.1016/j.ijhydene.2012.08.071.

5. Perng T.P., Altstetter C.J. Comparison of hydrogen gas embrittlement of austenitic and ferritic stainless steels // *Metallurgical Transactions A*. – 1987. – Vol. 18. – P. 123–134. – DOI: 10.1007/BF02646229.

6. Effect of large strain cold rolling and subsequent annealing on microstructure and mechanical properties of an austenitic stainless steel / I. Shakhova, V. Dudko, A. Belyakov, K. Tsuzaki, R. Kaibyshev // *Materials Science and Engineering: A*. – 2012. – Vol. 545. – P. 176–186. – DOI: 10.1016/j.msea.2012.02.101.

7. Cold rolled texture and microstructure in types 304 and 316L austenitic stainless steels / D.N. Wasnik, I.K. Gopalakrishnan, J.V. Yakhmi, V. Kain, I. Samajdar // *ISIJ International*. – 2003. – Vol. 43, N 10. – P. 1581–1589. – DOI: 10.2355/isijinternational.43.1581.

8. Padilha A.F., Plaut R.L., Rios P.R. Annealing of cold-worked austenitic stainless steels // *ISIJ International*. – 2003. – Vol. 43, N 2. – P. 135–143. – DOI: 10.2355/isijinternational.43.135.

9. Ghosh S.K., Mallick P., Chattopadhyay P.P. Effect of cold deformation on phase evolution and mechanical properties in an austenitic stainless steel for structural and safety applications // *Journal of Iron and Steel Research International*. – 2012. – Vol. 19, N 4. – P. 63–68. – DOI: 10.1016/S1006-706X(12)60089-2.

10. Ren-bo S., Jian-ying X., Dong-po H. Characteristics of mechanical properties and microstructure for 316L austenitic stainless steel // *Journal of Iron and Steel Research International*. – 2011. – Vol. 18, N 11. – P. 53–59. – DOI: 10.1016/S1006-706X(11)60117-9.

11. Фазовый состав и дефектная субструктура аустенитной стали 02X17T14M2 после деформации прокаткой при комнатной температуре / И.Ю. Литовченко, Н.В. Шевченко, А.Н. Тюменцев, Е.П. Найденов // *Физическая мезомеханика*. – 2006. – Т. 9, спец. вып. 1. – С. 137–140. – DOI: 10.24411/1683-805X-2006-00050.



12. Литовченко И.Ю., Тюменцев А.Н., Найденов Е.П. Особенности мартенситных превращений и эволюция дефектной микроструктуры в процессе прокатки метастабильной аустенитной стали при комнатной температуре // Физическая мезомеханика. – 2014. – Т. 17, № 1. – С. 31–42. – DOI: 10.24411/1683-805X-2014-00045.
13. Hadji M., Badji R. Microstructure and mechanical properties of austenitic stainless steels after cold rolling // Journal of Materials Engineering and Performance. – 2002. – Vol. 11. – P. 145–151. – DOI: 10.1361/105994902770344204.
14. The influence of austenite stability on the hydrogen embrittlement and stress-corrosion cracking of stainless steel / D. Eliezer, D.G. Chakrapani, C.J. Altstetter, E.N. Pugh // Metallurgical Transactions A. – 1979. – Vol. 10. – P. 935–941. – DOI: 10.1007/BF02658313.
15. Singh S., Altstetter C. Effects of hydrogen concentration on slow crack growth in stainless steels // Metallurgical Transactions A. – 1982. – Vol. 13. – P. 1799–1808. – DOI: 10.1007/BF02647836.
16. Rozenak P., Bergman R. X-ray phase analysis of martensitic transformations in austenitic stainless steels electrochemically charged with hydrogen // Materials Science and Engineering A. – 2006. – Vol. 437. – P. 366–378. – DOI: 10.1016/j.msea.2006.07.140.
17. Yang Q., Luo J.L. Martensite transformation and surface cracking of hydrogen charged and outgassed type 304 stainless steel // Materials Science and Engineering: A. – 2000. – Vol. 288, iss. 1. – P. 75–83. – DOI: 10.1016/S0921-5093(00)00833-9.
18. Effects of high-pressure hydrogen charging on the structure of austenitic stainless steels / M. Hoelzel, S.A. Danilkin, H. Ehrenberg, D.M. Toebbens, T.J. Udovic, H. Fuessa, H. Wipf // Materials Science and Engineering: A. – 2004. – Vol. 384, iss. 1–2. – P. 255–261. – DOI: 10.1016/j.msea.2004.06.017.
19. Schramm R., Reed R. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels // Metallurgical Transactions A. – 1975. – Vol. 6. – P. 1345–1351. – DOI: 10.1007/bf02641927.
20. Rhodes C., Thompson A. The composition dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels // Metallurgical Transactions A. – 1977. – Vol. 8. – P. 1901–1906. – DOI: 10.1007/BF02646563.
21. Piatti G., Schiller P. Thermal and mechanical properties of the Cr-Mn-(Ni-free) austenitic steels for fusion reactor applications // Journal of Nuclear Materials. – 1986. – Vol. 141–143. – P. 417–426. – DOI: 10.1016/S0022-3115(86)80076-9.
22. Stacking fault energy of cryogenic austenitic steels / D. Qi-Xun, W. Xiao-Nong, A.-D. Cheng, L. Xin-Min, L. Xin-Min // Chinese Physics. – 2002. – Vol. 11, N 6. – P. 596–600. – DOI: 10.1088/1009-1963/11/6/315.
23. Hydrogen-assisted quasi-cleavage fracture in a single crystalline type 316 austenitic stainless steel / M. Koyama, E. Akiyama, T. Sawaguchi, K. Ogawa, I.V. Kireeva, Yu.I. Chumlyakov, K. Tsuzaki // Corrosion Science. – 2013. – Vol. 75. – P. 345–353. – DOI: 10.1016/j.corsci.2013.06.018.
24. Structure, phase composition and mechanical properties of austenitic steel Fe–18Cr–9Ni–0.5Ti–0.08C subjected to chemical deformation processing / E. Melnikov, G. Maier, V. Moskvina, E. Astafurova // AIP Conference Proceedings. – 2016. – Vol. 1783. – P. 020151-1 – 020151-4. – DOI: 10.1063/1.4966444.
25. Influence of hydrogenation regime on structure, phase composition and mechanical properties of Fe18Cr9Ni0.5Ti0.08C steel in cold rolling / E. Melnikov, G. Maier, V. Moskvina, E. Astafurova // AIP Conference Proceedings. – 2017. – Vol. 1909. – P. 020136-1 – 020136-4. – DOI: 10.1063/1.5013817.
26. Креслин В.Ю., Найденов Е.П. Автоматизированный комплекс для исследования характеристик магнитоупругих материалов // Приборы и техника эксперимента. – 2002. – № 1. – С. 83–86.
27. Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. – М.: Металлургия, 1973. – 584 с.
28. Christian J.W., Mahajan S. Deformation twinning // Progress in Materials Science. – 1995. – Vol. 39, N 1–2. – P. 1–157. – DOI: 10.1016/0079-6425(94)00007-7.
29. Unusual strain-induced martensite and absence of conventional grain refinement in twinning induced plasticity high-entropy alloy processed by high-pressure torsion / P. Sathiyamoorthi, P. Asghari-Rad, G.M. Karthik, A. Zargarani, H.S. Kim // Materials Science and Engineering: A. – 2021. – Vol. 803. – P. 140570. – DOI: 10.1016/j.msea.2020.140570.
30. Microstructure and mechanical response of single-crystalline high-manganese austenitic steels under high-pressure torsion: the effect of stacking-fault energy / E.G. Astafurova, M.S. Tukeeva, G.G. Maier, E.V. Melnikov, H.J. Maier // Materials Science and Engineering: A. – 2014. – Vol. 604. – P. 166–175. – DOI: 10.1016/j.msea.2014.03.029.
31. Киреева И.В., Чумляков Ю.И., Лузгинова Н.В. Скольжение и двойникование в монокристаллах аустенитных нержавеющих сталей с азотом // Физика металлов и металловедение. – 2002. – Т. 94, № 5. – С. 92–104.
32. Двойникование в монокристаллах стали Гадфильда / Е.И. Литвинова, И.В. Киреева, Е.Г. Захарова, Н.В. Лузгинова, Ю.И. Чумляков, Х. Сехитоглу,

И. Караман // Физическая мезомеханика. – 1999. – Т. 7 (1–2). – С. 115–121.

33. Механизмы деформации монокристаллов аустенитных нержавеющей сталей, легированных азотом / А.А. Шульмина, Н.В. Лузгинова, И.В. Киреева, Ю.И. Чумляков, В.Ф. Ульянычева // Физическая мезомеханика. – 2004. – Т. 7, спец. вып., ч. 1. – С. 253–265.

34. *Astafurova E.G., Zakharova G.G., Maier H.J.* Hydrogen-induced twinning in $\langle 001 \rangle$ Hadfield steel single crystals // *Scripta Materialia*. – 2010. – Vol. 63, iss. 12. – P. 1189–1192. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2010.08.029.

35. Effect of hydrogen charging on mechanical twinning, strain hardening, and fracture of $\langle 111 \rangle$ and $\langle 144 \rangle$ hadfield steel single crystals / E.G. Astafurova, G.G. Maier, E.V. Melnikov, V. Moskvina, V. Vojtsik, G. Zakharov, A. Smirnov, V. Bataev // *Physical Mesomechanics*. – 2018. – Vol. 21. – P. 263–273. – DOI: 10.1134/S1029959918030116.

36. Основы пластической деформации наноструктурных материалов / Э.В. Козлов, А.М. Глезер, Н.А. Конева, Н.А. Попова, И.А. Курзина; под ред. А.М. Глезера. – М.: Физматлит, 2016. – 304 с. – ISBN 978-5-9221-1689-3.

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

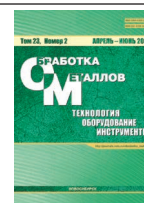
© 2021 Авторы. Издательство Новосибирского государственного технического университета. Эта статья доступна по лицензии Creative Commons «Attribution» («Атрибуция») 4.0 Всемирная (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>)



Obrabotka metallov -

Metal Working and Material Science

Journal homepage: http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov



Influence of hydrogen saturation on the structure and mechanical properties of Fe-17Cr-13Ni-3Mo-0.01C austenitic steel during rolling at different temperatures

Evgeny Melnikov^{a, *}, Galina Maier^b, Valentina Moskvina^c, Elena Astafurova^d

Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, 2/4 pr. Akademicheskii, Tomsk, 634055, Russian Federation

^a <https://orcid.org/0000-0001-8238-6055>, melnickow-jenya@yandex.ru, ^b <https://orcid.org/0000-0003-3043-9754>, galinazg@yandex.ru,
^c <https://orcid.org/0000-0002-6128-484X>, valya_moskvina@mail.ru, ^d <https://orcid.org/0000-0002-1995-4205>, elena.g.astafurova@ispms.ru

ARTICLE INFO

Article history:

Received: 15 February 2021

Revised: 09 March 2021

Accepted: 29 March 2021

Available online: 15 June 2021

Keywords:

Austenitic steel

Plastic deformation

Hydrogenization

Microstructure

Mechanical properties

Funding

The work was carried out within the framework of the state assignment of the IPPM SB RAS, topic number FWRW-2019-0030.

Acknowledgements

The studies were carried out on the equipment of IPPM SB RAS (Center for Collective Use “Nanotech”) and NRU “BelGU” (Center for Collective Use “Diagnostics of the structure and properties of nano-materials”).

ABSTRACT

Introduction. The development of hydrogen energy implies a decrease in the dependence of various human activities on fossil energy sources and a significant reduction in carbon dioxide emission into the atmosphere. Therefore, the requirements for the quality of structural materials, which have the prospect of being used for storage and transportation of hydrogen, as well as for the creation of infrastructure facilities for hydrogen energy, are increasing. Therefore, the scientific researches on the hydrogen-assisted microstructure and mechanical behavior of structural materials in various loading schemes are of great importance. **The aim of this work** is to establish the effect of chemical-deformation treatment, including rolling combined with hydrogen saturation, on the microstructure, phase composition, and mechanical properties of 316L-type austenitic stainless steel. **Methods.** Transmission electron microscopy and backscattered electron diffraction, X-ray diffraction, X-ray phase and magnetic phase analysis, microindentation and uniaxial static tension are utilized. **Results and Discussion.** It is shown experimentally that after rolling with 25 and 50 % upset, the morphology of the defect structure and the phase composition of 316L steel substantially depends on the deformation temperature (at room temperature or with the cooling of the samples in the liquid nitrogen) and on hydrogen saturation rate (for 5 hours at a current density of 200 mA/cm²). The main deformation mechanisms of the steel in rolling are slip, twinning, and microlocalization of plastic flow, which all provide the formation of ultrafine grain-subgrain structure in the samples. In addition, deformation-induced ϵ and α' martensitic phases are formed in the structure of the rolled samples. Regardless of the regime of chemical-deformation processing, grain-subgrain structures with a high density of deformation defects are formed in steel, but its morphologies are dependent on the processing regime. The experimental data indicate that both preliminary hydrogen saturation and a decrease in the deformation temperature contribute to the more active development of mechanical twinning and deformation-induced phase transformations during rolling. Despite the discovered effects on the influence of hydrogen saturation on the deformation mechanisms and the morphology of a defective microstructure formed during rolling, preliminary hydrogenation has little effect on the mechanical properties of steel at a fixed degree and temperature of deformation. These data indicate that irrespective of the morphology of the defective grain-subgrain structure, grain refinement, accumulation of deformation defects and an increase in internal stresses lead to an increase in the strength characteristics of the steel.

For citation: Melnikov E.V., Maier G.G., Moskvina V.A., Astafurova E.G. Influence of hydrogen saturation on the structure and mechanical properties of Fe-17Cr-13Ni-3Mo-0.01C austenitic steel during rolling at different temperatures. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty)* = *Metal Working and Material Science*, 2021, vol. 23, no. 2, pp. 81–97. DOI: 10.17212/1994-6309-2021-23.2-81-97. (In Russian).

* Corresponding author

Melnikov Evgeny V., Junior Researcher

Institute of Strength Physics and Materials,

Science of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences,

2/4 pr. Akademicheskii,

634055, Tomsk, Russian Federation

Tel: 8 (3822) 28-68-65, e-mail: melnickow-jenya@yandex.ru

References

1. Takeichi N., Senoh H., Yokota T., Tsuruta H., Hamada K., Takeshita H.T., Tanaka H., Kiyobayashi T., Takano T., Kuriyama N. "Hybrid hydrogen storage vessel", a novel high pressure hydrogen storage vessel combined with hydrogen storage material. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2003, vol. 28, iss. 10, pp. 1121–1129. DOI: 10.1016/S0360-3199(02)00216-1.
2. Duschek D., Wellnitz J. High pressure hydrogen storage system based on new hybrid concept. *Sustainable Automotive Technologies*. Cham, 2013, pp. 27–33. DOI: 10.1007/978-3-319-01884-3_3.
3. Macadre A., Artamonova M., Matsuoka S., Furtado J. Effects of hydrogen pressure and test frequency on fatigue crack growth properties of Ni-Cr-Mo steel candidate for a storage cylinder of a 70 MPa hydrogen filling station. *Engineering Fracture Mechanics*, 2011, vol. 78, iss. 18, pp. 3196–3211. DOI: 10.1016/j.engfracmech.2011.09.007.
4. Michler T., Marchi C.S., Naumann J., Weber S., Martin M. Hydrogen environment embrittlement of stable austenitic steels. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2012, vol. 37, pp. 16231–16246. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2012.08.071.
5. Perng T.P., Altstetter C.J. Comparison of hydrogen gas embrittlement of austenitic and ferritic stainless steels. *Metallurgical Transactions A*, 1987, vol. 18, pp. 123–134. DOI: 10.1007/BF02646229.
6. Shakhova I., Dudko V., Belyakov A., Tsuzaki K., Kaibyshev R. Effect of large strain cold rolling and subsequent annealing on microstructure and mechanical properties of an austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2012, vol. 545, pp. 176–186. DOI: 10.1016/j.msea.2012.02.101.
7. Wasnik D.N., Gopalakrishnan I.K., Yakhmi J.V., Kain V., Samajdar I. Cold rolled texture and microstructure in types 304 and 316L austenitic stainless steels. *ISIJ International*, 2003, vol. 43, no. 10, pp. 1581–1589. DOI: 10.2355/isijinternational.43.1581.
8. Padilha A.F., Plaut R.L., Rios P.R. Annealing of cold-worked austenitic stainless steels. *ISIJ International*, 2003, vol. 43, no. 2, pp. 135–143. DOI: 10.2355/isijinternational.43.135.
9. Ghosh S.K., Mallick P., Chattopadhyay P.P. Effect of cold deformation on phase evolution and mechanical properties in an austenitic stainless steel for structural and safety applications. *Journal of Iron and Steel Research International*, 2012, vol. 19, no. 4, pp. 63–68. DOI: 10.1016/s1006-706x(12)60089-2.
10. Ren-bo S., Jian-ying X., Dong-po H. Characteristics of mechanical properties and microstructure for 316L austenitic stainless steel. *Journal of Iron and Steel Research International*, 2011, vol. 18, no. 11, pp. 53–59. DOI: 10.1016/S1006-706X(11)60117-9.
11. Litovchenko I.Yu., Shevchenko N.V., Tyumentsev A.N., Naiden E.P. Fazovyi sostav i defektnaya substruktura austenitnoi stali 02X17T14M2 posle deformatsii prokatkoi pri komnatnoi temperature [Phase composition and defective substructure of austenitic steel 02Cr17Ni14Mo2 after room temperature rolling]. *Fizicheskaya mezomekhanika = Physical mesomechanics*, 2006, vol. 9, spec. iss. 1, pp. 137–140. DOI: 10.24411/1683-805X-2006-00050.
12. Litovchenko I.Yu., Tyumentsev A.N., Naiden E.P. Osobennosti martensitnykh prevrashchenii i evolyutsiya defektnoi mikrostrukturny v protsesse prokatki metastabil'noi austenitnoi stali pri komnatnoi temperature [Peculiarities of martensite transformations and evolution of defect microstructure in metastable austenitic steel rolled at room temperature]. *Fizicheskaya mezomekhanika = Physical mesomechanics*, 2014, vol. 17, no. 1, pp. 31–42. DOI: 10.24411/1683-805X-2014-00045.
13. Hadji M., Badji R. Microstructure and mechanical properties of austenitic stainless steels after cold rolling. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2002, vol. 11, pp. 145–151. DOI: 10.1361/105994902770344204.
14. 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. *Metallurgical Transactions A*, 1979, vol. 10, pp. 935–941. DOI: 10.1007/BF02658313.
15. Singh S., Altstetter C. Effects of hydrogen concentration on slow crack growth in stainless steels. *Metallurgical Transactions A*, 1982, vol. 13, pp. 1799–1808. DOI: 10.1007/BF02647836.
16. Rozenak P., Bergman R. X-ray phase analysis of martensitic transformations in austenitic stainless steels electrochemically charged with hydrogen. *Materials Science and Engineering A*, 2006, vol. 437, pp. 366–378. DOI: 10.1016/j.msea.2006.07.140.
17. Yang Q., Luo J.L. Martensite transformation and surface cracking of hydrogen charged and outgassed type 304 stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2000, vol. 288, iss. 1, pp. 75–83. DOI: 10.1016/S0921-5093(00)00833-9.
18. Hoelzel M., Danilkin S.A., Ehrenberg H., Toebbens D.M., Udovic T.J., Fuessa H., Wipf H. Effects of high-pressure hydrogen charging on the structure of austenitic stainless steels. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, vol. 384, iss. 1–2, pp. 255–261. DOI: 10.1016/j.msea.2004.06.017.



19. Schramm R., Reed R. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions A*, 1975, vol. 6, pp. 1345–1351. DOI: 10.1007/bf02641927.
20. Rhodes C., Thompson A. The composition dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions A*, 1977, vol. 8, pp. 1901–1906. DOI: 10.1007/BF02646563.
21. Piatti G., Schiller P. Thermal and mechanical properties of the Cr-Mn-(Ni-free) austenitic steels for fusion reactor applications. *Journal of Nuclear Materials*, 1986, vol. 141–143, pp. 417–426. DOI: 10.1016/S0022-3115(86)80076-9.
22. Qi-Xun D., Xiao-Nong W., Cheng A.-D., Xin-Min L., Xin-Min L. Stacking fault energy of cryogenic austenitic steels. *Chinese Physics*, 2002, vol. 11, no. 6, pp. 596–600. DOI: 10.1088/1009-1963/11/6/315.
23. Koyama M., Akiyama E., Sawaguchi T., Ogawa K., Kireeva I.V., Chumlyakov Yu.I., Tsuzaki K. Hydrogen-assisted quasi-cleavage fracture in a single crystalline type 316 austenitic stainless steel. *Corrosion Science*, 2013, vol. 75, pp. 345–353. DOI: 10.1016/j.corsci.2013.06.018.
24. Melnikov E., Maier G., Moskvina V., Astafurova E. Structure, phase composition and mechanical properties of austenitic steel Fe–18Cr–9Ni–0.5Ti–0.08C subjected to chemical deformation processing. *AIP Conference Proceedings*, 2016, vol. 1783, pp. 020151-1 – 020151-4. DOI: 10.1063/1.4966444.
25. Melnikov E., Maier G., Moskvina V., Astafurova E. Influence of hydrogenation regime on structure, phase composition and mechanical properties of Fe18Cr9Ni0.5Ti0.08C steel in cold rolling. *AIP Conference Proceedings*, 2017, vol. 1909, pp. 020136-1 – 020136-4. DOI: 10.1063/1.5013817.
26. Kreslin V.Y., Naiden E.P. Automatic complex for a study of the characteristics of hard magnetic materials. *Instruments and Experimental Techniques*, 2002, vol. 45, pp. 55–57. DOI: 10.1023/A:1014548225622. Translated from *Pribory i tekhnika eksperimenta*, 2002, no. 1, pp. 83–86.
27. Utevsii L.M. *Difraktsionnaya elektronnyaya mikroskopiya v metallovedenii* [Diffraction electron microscopy in metal science]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1973. 584 p.
28. Christian J.W., Mahajan S. Deformation twinning. *Progress in Materials Science*, 1995, vol. 39, no. 1–2, pp. 1–157. DOI: 10.1016/0079-6425(94)00007-7.
29. Sathiyamoorthi P., Asghari-Rad P., Karthik G.M., Zargar A., Kim H.S. Unusual strain-induced martensite and absence of conventional grain refinement in twinning induced plasticity high-entropy alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, vol. 803, p. 140570. DOI: 10.1016/j.msea.2020.140570.
30. Astafurova E.G., Tukeeva M.S., Maier G.G., Melnikov E.V., Maier H.J. Microstructure and mechanical response of single-crystalline high-manganese austenitic steels under high-pressure torsion: The effect of stacking-fault energy. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, vol. 604, pp. 166–175. DOI: 10.1016/j.msea.2014.03.029.
31. Kireeva I.V., Chumlyakov Yu.I., Luzginova N.V. Skol'zhenie i dvoynikovanie v monokristallakh austenitnykh nerzhavayushchikh staley s azotom [Slip and twinning in single crystals of austenitic stainless steels with nitrogen]. *Fizika metallov i metallovedenie = The Physics of Metals and Metallography*, 2002, vol. 94, no. 5, pp. 92–104. (In Russian).
32. Litvinova E.I., Kireeva I.V., Zakharova E.G., Luzginova N.V., Chumlyakov Yu.I., Sekhitoglu Kh., Karaman I. Dvoynikovanie v monokristallakh stali Gadfil'da [Twinning of Hadfield steel single crystals]. *Fizicheskaya mezomekhanika = Physical mesomechanics*, 1999, vol. 7 (1–2), pp. 115–121.
33. Shul'mina A.A., Luzginova N.V., Kireeva I.V., Chumlyakov Yu.I., Ul'yanycheva V.F. Mekhanizmy deformatsii monokristallov austenitnykh nerzhavayushchikh staley, legirovannykh azotom [Deformation mechanisms of austenitic stainless steel single crystals alloyed with nitrogen]. *Fizicheskaya mezomekhanika = Physical mesomechanics*, 2004, vol. 7, spec. iss., pt. 1, pp. 253–265.
34. Astafurova E.G., Zakharova G.G., Maier H.J. Hydrogen-induced twinning in <001> Hadfield steel single crystals. *Scripta Materialia*, 2010, vol. 63, iss. 12, pp. 1189–1192. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2010.08.029.
35. Astafurova E.G., Maier G.G., Melnikov E.V., Moskvina V., Vojtsik V., Zakharov G., Smirnov A., Bataev V. Effect of hydrogen charging on mechanical twinning, strain hardening, and fracture of <111> and <144> hadfield steel single crystals. *Physical Mesomechanics*, 2018, vol. 21, pp. 263–273. DOI: 10.1134/S1029959918030116.
36. Kozlov E.V., Glezer A.M., Koneva N.A., Popova N.A., Kurzina I.A. *Osnovy plasticheskoi deformatsii nanostrukturnykh materialov* [Fundamentals of plastic deformation of nanostructured materials]. Moscow, Fizmatlit Publ., 2016. 304 p. ISBN 978-5-9221-1689-3.

Conflicts of Interest

The authors declare no conflict of interest.

© 2021 The Authors. Published by Novosibirsk State Technical University. This is an open access article under the CC BY license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).