

УДК 620.18: 621.771.016

ОБОБЩЕННЫЕ ДИАГРАММЫ И УРАВНЕНИЯ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ  
ХОЛОДНОДЕФОРМИРОВАННОЙ СТАЛИ Ст. 3*Беломытцев М.Ю., д.т.н., профессор кафедры металловедения и физики  
прочности (myubelom@yandex.ru)*Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»  
(Россия, 119049, Москва, Ленинский пр., 4)

**Аннотация.** Изучены процессы рекристаллизации стали Ст. 3 в ферритном состоянии. Образцы диаметром 8 мм и высотой 10 мм деформировали сжатием при 20 °С на 20 – 80 %, отжигали при 400 – 735 °С от 5 мин до 10 ч и охлаждали на воздухе. На образцах определяли размер зерна на продольных (по отношению к оси сжатия) шлифах. После разделения всего массива экспериментальных данных (степень деформации  $\epsilon$ , температура  $T$ , время отжига  $\tau$ , размер зерна  $D$ ) на три группы (нет рекристаллизации, начало и конец первичной рекристаллизации), методом дискриминантного математического анализа найдены уравнения гиперплоскостей, наилучшим образом разделяющих эти группы. Показано, что рекристаллизация не наблюдается, если температура ниже 465 °С, либо если степень деформации ниже 20 % при любых сочетаниях остальных параметров. Деформированная структура полностью рекристаллизуется, если экспериментальные точки находятся в области параметров:  $T > 550$  °С,  $\epsilon > 40$  %,  $\tau > 30$  мин. Самое большое измельчение зерна (до 7 – 10 мкм) получали после деформации с максимальной степенью (80 %). Первая критическая (физическая) степень деформации, после которой размер рекристаллизованного зерна больше исходного, отсутствует. Вторая критическая (техническая) степень деформации составляет 25 – 35 % для температур 530 – 735 °С. При таких степенях наблюдалось измельчение зерна в сравнении с исходным деформированным состоянием. Математическую связь размера рекристаллизованного зерна с параметрами опытов анализировали двояко: по Аррениусу в виде  $D = A\epsilon^N \tau^M \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$  и по Холломону с линейной зависимостью от температуры ( $D \sim T$ ). Решение по Аррениусу дало следующее уравнение:  $\log(D) = 2,08 - 0,33\log(\epsilon) + 0,023\log(\tau) - 967,31\frac{1}{T}$ . Из него найдена энергия активации процесса рекристаллизации, равная ~18 000 Дж/моль. Для случая анализа по Холломону предложено в качестве параметра Холломоуна использовать функцию вида  $P_H = \frac{T}{1000}[C_H - \log(\tau) + \log(\epsilon)]$ , а константу Холломоуна  $C_H$  находить численными методами. Для этих условий получено уравнение  $d = -21,317 - 0,034T + 0,0032\log(\tau)T - 0,0032\log(\epsilon)T$ . Точность обоих описаний, определенная через сумму квадратов отклонений измеренных значений размеров зерен от рассчитанных, равна ~3,3 мкм или (при нормировке на среднее значение) ~20 %.

**Ключевые слова:** строительные стали, рекристаллизация, обобщенная диаграмма рекристаллизации, энергия активации, зависимость Аррениуса, зависимость Холломоуна.

DOI: 10.17073/0368-0797-2019-11-879-886

Использование изделий из строительной стали марки Ст. 3 в состоянии после холодной деформации ставит вопрос о стабильности ее структуры при нагревах. Закономерное снижение прочностных характеристик и повышение характеристик пластичности с ростом температуры из-за возврата свойств должно резко ускоряться с началом рекристаллизации. Подробно изучены процессы рекристаллизации стали Ст. 3 в аустенитном состоянии при высоких температурах (применительно к процессам ее контролируемой прокатки) [1 – 2]. Обобщенных данных о рекристаллизации холоднодеформированной стали Ст. 3 в литературе нет [3 – 11]. Этот вопрос ставился целью настоящей работы.

Исследования проводили на цилиндрических образцах диаметром 8 мм и высотой 10 мм, отрезанных от горячекатаной проволоки такого же сечения. Сталь Ст. 3 (0,21 % С; 0,5 % Мн; 0,12 % Si; 0,16 % Cu; примесей – не более 0,51 % в сумме; ост. – Fe) в исходном состоянии имела размер ферритного зерна  $46 \pm 8$  мкм.

Среднее количество перлита в стали 17,25 % (об.) (посчитано точечным методом, рис. 1, а). Образцы деформировали сжатием при 20 °С на 20 – 80 % со скоростью ~15 мм/мин. После осадки образцы отжигали на воздухе, либо в аргоне (при длительности отжига более 2 ч) при 400 – 735 °С в течение от 5 мин до 10 ч и охлаждали на воздухе. На осаженных образцах после их отжига анализировали зерно на продольных (по отношению к оси сжатия) шлифах. Размер вытянутых зерен (коэффициент анизотропии более ~2, рис. 1, б) определяли подсчетом общего их числа (не менее 200) на заданной площади снимка и вычислением на этой основе условного среднего размера зерна при описании его формы кругом. Размер рекристаллизованных зерен (коэффициент анизотропии не более ~1,5, рис. 1, в) определяли методом секущих. Контрольный счет этими двумя методами на однородной изотропной структуре показал совпадение результатов с точностью не менее 7 %.

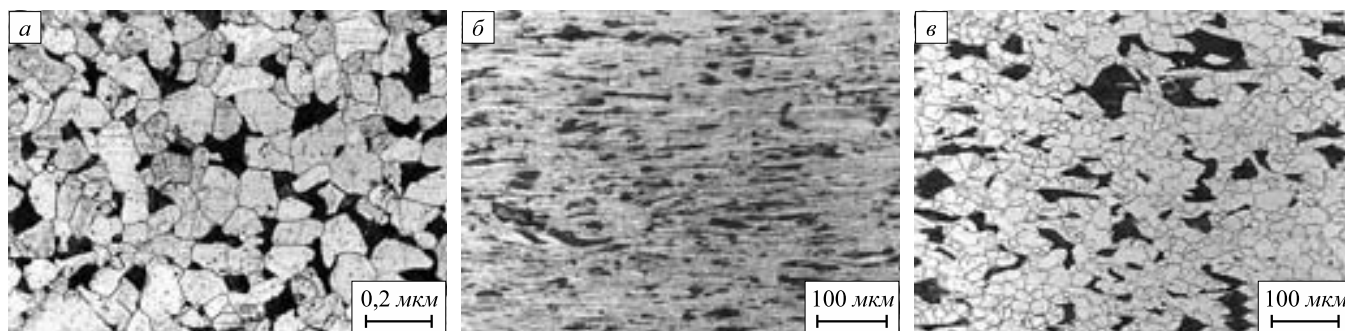


Рис. 1. Микроструктура стали Ст. 3 в исходном состоянии (а), после отжигов при 465 °С в течение 2 ч (б) и при 530 °С в течение 30 мин (в)

Fig. 1. Microstructure of steel St. 3 in the initial state (a); after annealing at 465 °C for 2 hours (b) and at 530 °C for 30 minutes (c)

Для описания процессов рекристаллизации строилась обобщенная диаграмма рекристаллизации в следующем варианте. Весь массив из 127 экспериментальных точек разбивался на три группы (рекристаллизации нет (1), рекристаллизация только началась (2), первичная рекристаллизация полностью закончилась (3)) и определяли уравнения плоскостей, разграничивающих эти группы (ни в одном из опытов не было обнаружено начала вторичной рекристаллизации). Множества, основанные на этих группах, частично перекрываются. Поиск коэффициентов плоскостей проводили по одной из разновидностей методики, представленной в работе [12]. По этой методике для каждой группы точек определяли координаты центра сферы минимального радиуса, охватывающей данные точки. Для соседних множеств находили уравнение линии, соединяющей центры этих сфер. Определяли уравнение плоскости, перпендикулярной этому отрезку и проходящей через такую точку на нем, чтобы число точек каждого из

двух множеств, не попавших в свою область пространства, было минимально. Поиск координат точки на линии, соединяющей центры множеств, через которую должна проходить перпендикулярная ей плоскость, проводили численным методом. Получены следующие уравнения:

– плоскость между множествами (1) и (2)

$$11\,670\frac{1}{T} - 1,12\log(e) - \log(\tau) - 12 = 0;$$

– плоскость между множествами (2) и (3)

$$55\,000\frac{1}{T} - 17,5\log(e) - \log(\tau) - 65 = 0,$$

где  $\tau$  – время, с,  $e$  – деформация, доли,  $T$  – температура, К. Графическое представление приведено на рис. 2.

Рекристаллизация не наблюдалась, если температура была ниже 465 °С, либо если степень деформации

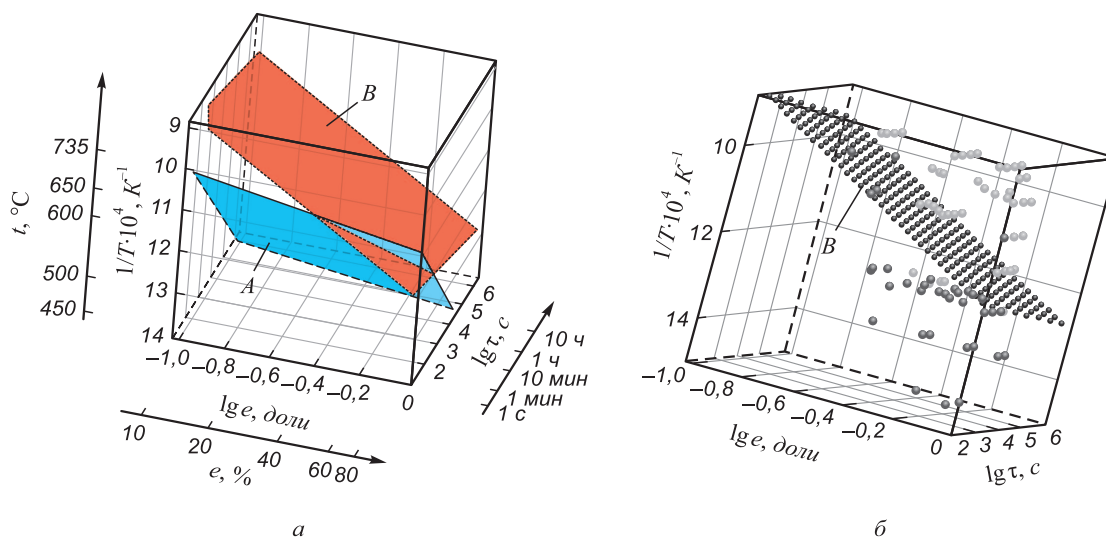


Рис. 2. Обобщенная диаграмма рекристаллизации феррита стали Ст. 3. Фрагмент а: А, В – гиперплоскости; А разделяет наклеп от начала рекристаллизации, В соответствует концу первичной рекристаллизации. Фрагмент б: положение точек, соответствующих началу рекристаллизации (темные) и концу рекристаллизации (светлые) относительно гиперплоскости В

Fig. 2. Generalized diagram of ferrite recrystallization in steel St. 3. Fragment a: A, B – hyperplanes; A – separates hardening from the beginning of recrystallization, B – corresponds to the end of primary recrystallization. Fragment b: position of the points corresponding to recrystallization beginning (dark) and to recrystallization end (light colored) relative to the hyperplane B

была ниже 20 % при любых сочетаниях остальных параметров. Деформированная структура полностью рекристаллизуется, если экспериментальные точки находятся в области следующих параметров:  $T > 550$  °С,  $e > 40$  %,  $\tau > 30$  мин.

Самое большое измельчение зерна (до 7–10 мкм) получали после деформации с максимальной степенью (80 %). Первая критическая (физическая) степень деформации, после которой размер рекристаллизованного зерна больше исходного, отсутствует. Вторая критическая (техническая) степень деформации составляет 25–35 % для температур 530–735 °С. При таких степенях наблюдалось измельчение зерна в сравнении с исходным деформированным состоянием (рис. 3, а). Критическая степень деформации, при которой зерно измельчается в сравнении с начальным в результате рекристаллизации, совпадала со степенями, необходимыми для начала рекристаллизации.

Влияние температуры на размер рекристаллизованного зерна в изученном диапазоне варьирования факторов слабое (рис. 3, б, область температур 550–735 °С). С увеличением времени отжига размер зерна растет (рис. 3, в) из-за собирательной рекристаллизации.

Сходные условия воздействия температуры и деформации на сталь Ст. 3 описаны в работе [13], где исследована структура образцов, подвергнутых испытанию на кратковременную ползучесть (до 2 ч) при температурах 450–650 °С. В зоне сосредоточенной деформации (шейке), где степень деформации составляла ~40 %, явления рекристаллизации найдено не было даже при 650 °С. Обнаружена была лишь фрагментация структуры по типу полигонизации. Сопоставление данных из [5, 6, 13] с полученными в настоящей работе показывает, что появление рекристаллизации определяется не только общей накопленной степенью деформации (при других «подходящих» условиях), но и скоростью ее накопления. При малой скорости деформации ферритной структуры (даже в нагретом состоянии) вероятность начала рекристаллизации и связанного с этим разупрочнения снижается. Обнаруженное явление конкуренции

полигонизации и рекристаллизации наблюдали в работах [3, 14–20], но для много меньших степеней деформации. В этих работах при отжигах образцов, подвергнутых малым степеням деформаций (~5 %), на примере поликристаллического железа высокой чистоты после деформации на 7 % [14] и никрома после деформации на 5 % [3, 14] было показано, что рекристаллизация не наблюдается даже после 100 ч отжига при 680 °С. С повышением температуры деформации температура, при которой наблюдается только полигонизация и отсутствует рекристаллизация, повышается. При этом, по данным авторов [3, 14–20], необходимым остается условие малости суммарной степени деформации для изученных сталей всех марок.

Общепринятой формой математического описания зависимости размера рекристаллизованного зерна от исходной структуры, предварительной деформации и условий нагрева в литературе является мультипликативная зависимость Аррениусовского типа [4–6, 11, 15, 21–23] вида

$$D = A \varepsilon^N \tau^M \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right),$$

в которой каждый из сомножителей описывает зависимость от экспериментального фактора. При логарифмировании эта форма становится линейной от логарифмов соответствующих величин и обратной температуры:

$$\log(D) = A1 + N \log(\varepsilon) + M \log(\tau) - B \frac{1}{T}.$$

Поиск коэффициентов обобщенного уравнения рекристаллизации (как зависимости размера рекристаллизованного зерна от варьируемых факторов) легко осуществляется с помощью специализированных расчетных компьютерных программ типа Mathcad, Statistica и т.п.

Решение этой задачи для рассматриваемых данных дало следующее уравнение

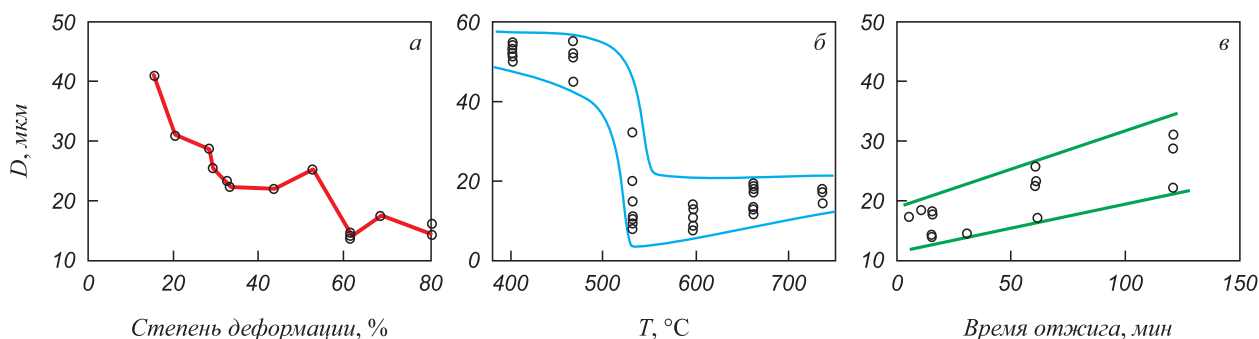


Рис. 3. Влияние степени деформации (фрагмент а, отжиг при 730 °С), температуры (фрагмент б, степень деформации 80 %) и времени отжига (фрагмент в, отжиг при 730 °С) на размер рекристаллизованного зерна в стали Ст. 3

Fig. 3. Effect of the deformation degree (fragment а, annealing at 730 °С), temperature (fragment б, for deformation degree of 80 %), and the annealing time (fragment в, annealing at 730 °С) on the size of recrystallized grain in steel St. 3

$$\log(D) = 2,08 - 0,33 \log(\varepsilon) + 0,023 \log(\tau) - 967,31 \frac{1}{T}.$$

В этом уравнении размер зерна  $D$  задан в мкм, деформация  $\varepsilon$  – в долях, время отжига  $\tau$  – в с, температура отжига  $T$  – в К. Ошибка предсказания полученной модели, оцененная через анализ суммы квадратов отклонений рассчитанных размеров зерна от экспериментальных, составила 21 %.

Коэффициент при температуре дает энергию активации этого процесса. Она оказалась равной  $\sim 18\,000$  Дж/моль, что во много раз меньше, чем наблюдавшиеся значения ( $\sim 300\,000 \div 500\,000$  Дж/моль) при горячей деформации аустенита [24 – 26] и феррита [13, 27 – 30]. Как-либо объяснить этот результат не удалось.

В металловедении при анализе процессов, в которых одними из варьируемых факторов являются температура и время одновременно, предлагается и другая форма обобщенной зависимости искомой функции от исходных переменных, а с ней и методика такого анализа, известная под названием «анализа по Холломо-ну» [31]. Принципиальная разница от методики анализа «по Аррениусу» – линейная, а не экспоненциальная зависимость функции от температуры. Методика анализа по Холломону (и особенно ее частный случай – методика Ларсена-Миллера) широко применяется для анализа зависимости длительной прочности при ползучести [31 – 34], изменения характеристик прочности и твердости в результате старения в процессе длительных отжигов [6, 17, 23, 35 – 39], оценки накопления повреждаемости в гихах паропроводов [40]. Сам анализ имеет двухстадийный характер. Так, например, при анализе ползучести на первой стадии рассчитывается параметр Холломо-на  $P$ , как функция вида

$$P_H = \frac{T}{1000} [C_H + \log(\tau)],$$

где  $T$  – абсолютная температура,  $\tau$  – время,  $C_H$  – константа Холломо-на. На второй стадии анализируется графическая зависимость искомой функции от параметра  $P_H$  и по ее виду предлагается вид математической связи функции  $[\log(\tau)]$  и  $P_H$ . Во всех известных работах представлена линейная связь этих величин, коэффициенты линейного уравнения находятся методом наименьших квадратов. В данной работе эта методика применена для анализа процесса рекристаллизации стали Ст. 3. Особенности применения методики раскрыты ниже.

Параметр Холломо-на  $P_H$  рассчитывался по предложенному уравнению в виде

$$P_H = \frac{T}{1000} [C_H - \log(\tau) + \log(\varepsilon)],$$

где  $\varepsilon$  – относительная деформация в долях,  $\tau$  – время отжига в секундах. Неопределенной величиной в уравнении является константа Холломо-на  $P_H$ . (В методе Ларсена-Миллера она постулируется равной 20.) Для

ее определения в литературе предлагаются два способа [31, 41]: первый – основанный на анализе коэффициента корреляции свойства (в [31] – предела ползучести) и параметра Холломо-на [41] и второй – основанный на парном анализе двух опытов, в которых параметр Холломо-на имеет одинаковое значение [31]. В данной работе константа  $C_H$  определялась численными методами [42] по признаку минимума суммы квадратов расхождений экспериментальных ( $d_{\text{эксп}}$ ) и рассчитанных ( $d_{\text{расчет}}$ ) значений размеров зерен. Уравнение связи экспериментальных величин в общем виде выглядит следующим образом:

$$d_{\text{расчет}} = a + b C_H \frac{T}{1000} - b \log(\tau) \frac{T}{1000} + b \log(\varepsilon) \frac{T}{1000}, \quad (1)$$

где  $a, b, C_H$  – константы, подлежащие определению.

Связь параметра Холломо-на  $P_H$  и размеров зерен (для случая  $C_H = -10$ ) приведена на рис. 4, а. Из этого рисунка видно, что предположение о линейной связи величин  $P_H$  и  $b$  не является необоснованным. На рис. 4, б приведена зависимость суммы квадратов отклонений измеренных и рассчитанных по уравнению (1) значений размеров зерен при варьировании величины  $C_H$ . Из этого графика следует, что наилучшее описание экспериментальных данных будет при  $C_H = -11$ . В этом случае уравнение (1) принимает вид

$$d = -21,317 - 0,034 T + 0,0032 \log(\tau) T - 0,0032 \log(\varepsilon) T. \quad (2)$$

Точность предложенного уравнения, определенная через сумму квадратов отклонений измеренных и рассчитанных по уравнению (2) значений размеров зерен, нормированных на число измерений, равна 3,32 мкм или (при нормировке на среднее значение) 21,3 %.

**Выводы.** Показано, что рекристаллизация стали Ст.3 после холодной деформации не наблюдается, если температура отжига ниже 465 °С, либо если степень деформации ниже 20 % при любых сочетаниях остальных параметров. Деформированная структура полностью рекристаллизуется, если экспериментальные точки находятся в области параметров:  $T > 550$  °С,  $e > 40$  %,  $\tau > 30$  мин.

Найдено уравнение гиперплоскости, разделяющей множество условий опытов, в которых рекристаллизация началась, но не закончилась, от множества условий опытов, в которых рекристаллизация прошла полностью. Уравнение имеет вид:  $55\,000 \frac{1}{T} - 17,5 \log(e) - \log(\tau) - 65 = 0$ , где  $\tau$  – время, с,  $e$  – деформация, доли,  $T$  – температура, К.

Зависимость размера зерна от температуры, степени деформации и времени отжига может быть вы-



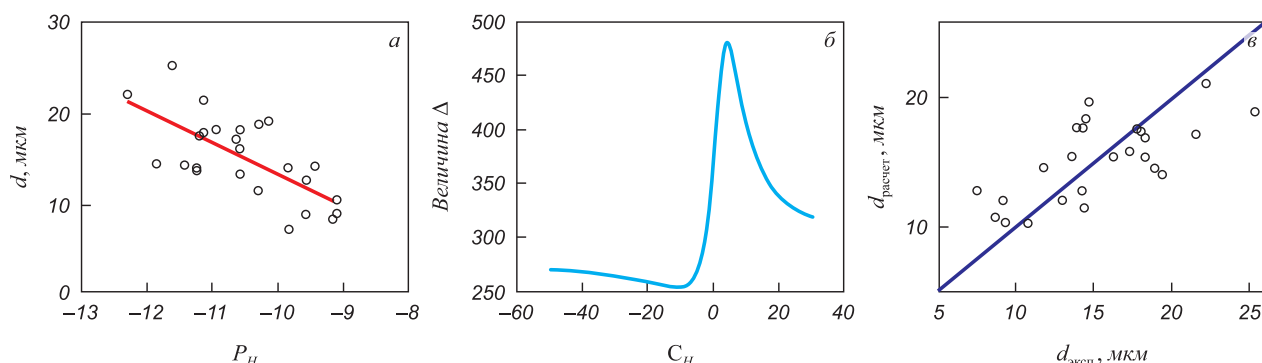


Рис. 4. Графические характеристики уравнения Холломоны:

*a* – связь параметра Холломоны  $P_H$  (для случая  $C_H = -10$ ) и размера рекристаллизованного зерна стали Ст. 3;

*б* – поиск оптимального значения константы  $C_H$   $\left\{ \Delta = \sqrt{\sum \frac{[\log(d_{\text{эксп}}) - \log(d_{\text{расчет}})]^2}{n-2}} \right\}$ ;

*в* – соотношение между расчетными (по уравнению (2)) и экспериментальными значениями размеров зерен

Fig. 4. Graphical characteristics of the Hollomon equation:

*a* – relation of the Hollomon parameter  $P_H$  (for the case of  $C_H = -10$ ) and the size of recrystallized grain in steel St. 3;

*б* – search for the optimal value of constant  $C_H$   $\left\{ \Delta = \sqrt{\sum \frac{[\log(d_{\text{эксп}}) - \log(d_{\text{расчет}})]^2}{n-2}} \right\}$ ;

*в* – ratio between the calculated (by the equation (2)) and the experimental values of grain sizes

ражена двояко с одинаковой степенью предсказательной точности  $\sim 21\%$ : через зависимость Аррениуса  $\left( \text{как} \sim \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \right)$  и через зависимость Холломоны (как  $\sim T$ ). Сами уравнения имеют вид  $\log(D) = 2,08 - 0,33\log(\epsilon) + 0,023\log(\tau) - 967,31\frac{1}{T}$  и  $d = -21,317 - 0,034T + 0,0032\log(\tau)T - 0,0032\log(\epsilon)T$  соответственно.

Найденное на основе Аррениусовской зависимости значение энергии активации процесса рекристаллизации холоднодеформированной стали Ст. 3 составляет  $\sim 18\,000$  Дж/моль, что во много раз меньше, чем обычные значения ( $\sim 300\,000 \div 500\,000$  Дж/моль) при горячей деформации аустенита и феррита. Как либо объяснить этот результат не удалось.

#### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Лизунов В.И., Шкатов В.В., Моляров В.Г., Канев В.П. Управление по структуре качеством стали при горячей прокатке // *Металловедение и термическая обработка стали*. 1999. № 4. С. 52 – 56.
2. Лизунов В.И., Моляров В.Г., Корочкин Е.А. *Черная металлургия России и стран СНГ в XXI веке*. Матер. конф. Т. 4. – М.: Металлургия, 1994. С. 39 – 43.
3. Горелик С.С. *Рекристаллизация металлов и сплавов*. – М.: Металлургия, 1978. – 568 с.
4. Горелик С.С., Капуткина Л.М., Добаткин С.В. *Рекристаллизация металлов и сплавов*. – М.: Металлургия, 2003. – 452 с.
5. Humphreys F.J., Hatherly M. *Recrystallization and related annealing phenomena*. – Amsterdam: Elsevier, 2012. – 128 p.
6. Doherty R., Hughes D., Humphreys F. etc. Current issues in recrystallization: A Review // *Materials Science and Engineering A*. 1997. Vol. 238. No. 2. P. 219 – 274.
7. Jacques P., Delannay F., Cornet X. etc. Enhancement of the mechanical properties of a low-carbon, low-silicon steel by formation of a multiphased microstructure containing retained austenite // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1998. Vol. 29A. No. 9. P. 2383 – 2393.
8. Tokizane M., Matsumura N., Tsuzaki K. etc. Recrystallization and formation of austenite in deformed lath martensitic structure of low carbon steels // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1982. Vol. 13. No. 5. P. 1379 – 1388.
9. Tsuji N., Maki T. Enhanced structural refinement by combining phase transformation and plastic deformation in steels // *Scripta Materialia*. 2009. Vol. 60. No. 12. P. 1044 – 1049.
10. Torres C.R., Sanchez F., Gonzalez A. etc. Study of the kinetics of the recrystallization of cold-rolled low-carbon steel // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2002. Vol. 33A. No. 1. P. 25 – 31.
11. Lu Y., Molodov D.A., Gottstein G. Recrystallization kinetics and microstructure evolution during annealing of a cold-rolled Fe–Mn–C alloy // *Acta Materialia*. 2011. Vol. 59. No. 8. P. 3229 – 3243.
12. Штремель М.А. *Прочность сплавов. Часть 2. Деформация*. – М.: МИСИС, 1996. – 584 с.
13. Белокрытцев М.Ю., Мордашев С.В. Ползучесть Ст.3 в условиях кратковременного ресурса // *Изв. вуз. Черная металлургия*. 2015. № 11. С. 798 – 801.
14. Рогельберг И.Л., Шпичинский Е.С. *Диаграммы рекристаллизации металлов и сплавов: Справочник*. – М.: Металлургиздат, 1950. – 280 с.
15. Lin Y., Chen M.-S., Zhong J. Study of static recrystallization kinetics in a low alloy steel // *Computation Materials Science*. 2008. Vol. 44. No. 2. P. 316 – 321.
16. Mao H., Zhang R., Hua L., Yin F. Study of static recrystallization behaviors of GCr15 steel under two-pass hot compression deformation // *J. of Materials Engineering Performance*. 2015. Vol. 24. No. 2. P. 930 – 935.
17. Taheri A. K., Maccagno T., Jonas J. J. Effect of cooling rate after hot rolling and of multistage strain aging on the drawability of low-carbon-steel wire rod // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1995. Vol. 26A. No. 5. P. 1183 – 1193.

18. Akbari E., Karimi Taheri K., Karimi Taheri A. The effect of prestrain temperature on kinetics of static recrystallization, microstructure evolution, and mechanical properties of low carbon steel // *J. of Materials Engineering Performance*. 2018. Vol. 27. No. 5. P. 2049 – 2059.
19. Qu H.P., Lang Y.P., Yao C.F. etc. The effect of heat treatment on recrystallized microstructure, precipitation and ductility of hot-rolled Fe–Cr–Al–REM ferritic stainless steel sheets // *Materials Science and Engineering A*. 2013. Vol. 562. P. 9 – 16.
20. Тальбо Ж. Поведение железа высокой чистоты при отжиге. – В кн.: Физические и химические свойства металлов высокой чистоты. – М.: Металлургиздат, 1964. С. 183 – 222.
21. Shen G., Zheng C., Gu J., Li D. Coupled simulation of ferrite recrystallization in a dual-phase steel considering deformation heterogeneity at mesoscale // *Computation Materials Science*. 2018. Vol. 149. P. 191 – 201.
22. Shi-Hoon Choi, Jae Hyung Cho. Primary recrystallization modeling for interstitial free steels // *Materials Science and Engineering A*. 2005. Vol. 405. No. 1. P. 86 – 101.
23. Suna G.S., Dua L.X., Hua J., Misra R.D.K. Microstructural evolution and recrystallization behavior of cold rolled austenitic stainless steel with dual phase microstructure during isothermal annealing // *Materials Science and Engineering A*. 2018. Vol. 709. P. 254 – 264.
24. Шкатов В.В., Лизунов В.И., Чернышев А.П. Методика количественного сопоставления кинетики изотермических и неизотермических превращений // *Изв. вуз. Черная металлургия*. 1990. № 7. С. 109 – 110.
25. Шкатов В.В., Чернышев А.П., Лизунов В.И. Кинетика сфероидизации перлита в углеродистой стали // *Физика металлов и материаловедение*. 1990. № 10. С. 122 – 128.
26. Шкатов В.В., Чернышев А.П., Лизунов В.И. Превращения феррито-перлитной структуры при охлаждении рулонов горячекатаной полосовой стали 09Г2 // *Изв. вуз. Черная металлургия*. 1990. № 11. С. 61 – 63.
27. Oyarza M., Martinez-de-Guerenu A., Gutierrez I. Effect of stored energy and recovery on the overall recrystallization kinetics of a cold rolled low carbon steel // *Materials Science and Engineering A*. 2008. Vol. 485. No. 1. P. 200 – 209.
28. Etesami S.A., Enayati M.H. Microstructural evolution and recrystallization kinetics of a cold-rolled, ferrite-martensite structure during intercritical annealing // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2016. Vol. 47A. No. 7. P. 3271 – 3276.
29. Doherty R.D., Cahn R.W. Nucleation of new grains in recrystallization of cold-worked metals // *Journal of the Less-Common Metals*. 1972. Vol. 28. P. 279 – 296.
30. Mazaheri Y., Kermanpur A., Najafizadeh A., Kalashami A.G. Kinetics of ferrite recrystallization and austenite formation during intercritical annealing of the cold-rolled ferrite/martensite duplex structures // *Metallurgical and Materials Transactions*. 2016. Vol. 47 A. No. 3. P. 1040 – 1051.
31. Химушин Ф.Ф. Жаропрочные стали и сплавы. – М.: Металлургия, 1969. – 752 с.
32. Розенберг В.М. Основы жаропрочности металлических материалов. – М.: Металлургия, 1973. – 328 с.
33. Гарофало Ф. Законы ползучести и длительной прочности металлов. – М.: Металлургия, 1968. – 304 с.
34. Tamura M., Abe F., Shiba K. etc. Larson–Miller constant of heat-resistant steel // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2013. Vol. 44a. P. 2645 – 2661.
35. Адашкин А.М., Бутрим В.Н., Кремнев Л.С. и др. Определение константы Холломоны для жаропрочного сплава на основе хрома с целью прогнозирования его свойств // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2015. № 10. С. 34 – 38.
36. Адашкин А.М., Бутрим В.Н., Кубаткин В.С., Сапронов И.Ю. Кривые деформационного упрочнения и механические свойства жаропрочного сплава на основе хрома в зависимости от термической обработки и температуры испытаний // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2015. № 10. С. 50 – 63.
37. Janjusevic Z., Gulisia Z., Mihalovic M., Pataric A. The investigation of applicability of the Hollomon-Jaffe equation on tempering the HSLA steel // *Chemical Industry and chemical Engineering Quarterly*. 2009. Vol. 15. No. 3. P. 131 – 136.
38. Etesami S.A., Enayati M.H., Kalashami A.G. Austenite formation and mechanical properties of a cold rolled ferrite-martensite structure during intercritical annealing // *Materials Science and Engineering A*. 2017. Vol. 682. P. 296 – 303.
39. Wu H., Du L., Ai Z., Liu X. Static recrystallization and precipitation behavior of a weathering steel microalloyed with vanadium // *J. of Materials Science Technologies*. 2013. Vol. 29. No. 12. P. 1197 – 1203.
40. Гладштейн В.И. Оценка влияния напряжений и температуры на накопление поврежденности в габках паропроводов путем моделирования живучести металла при испытании образцов с надрезом // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2011. № 12 (678). С. 42 – 48.
41. Шлякман Б.М., Ямпольский О.Н., Ратушев Д.В. Один способ определения константы С в параметре Холломоны // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2010. № 9 (663). С. 48 – 51.
42. Мельниченко А.С. Статистический анализ в металлургии и материаловедении. – М.: ИД МИСиС, 2009. – 268 с.

Поступила в редакцию 11 мая 2018 г.

После доработки 12 сентября 2019 г.

Принята к публикации 23 сентября 2019 г.

IZVESTIYA VUZOV. CHERNAYA METALLURGIYA = IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY. 2019. Vol. 62. No. 11, pp. 879–886.

## GENERALIZED DIAGRAMS AND EQUATIONS OF RECRYSTALLIZATION OF COLD-DEFORMED STEEL St. 3

*M. Yu. Belomytsev*

National University of Science and Technology “MISIS” (MISIS),  
Moscow, Russia

**Abstract.** The recrystallization processes in steel St. 3 in the ferrite state were studied. Samples with diameter of 8 mm and with height of 10 mm were deformed by compression at 20 °C for 20 to 80 %, annealed at 400 – 735 °C for a period from 5 minutes to 10 hours, and cooled in the air. On the samples, the grain size was determined in longitudinal sections (with respect to the compression axis). After separation of the entire array of experimental data (degree of deformation  $\varepsilon$ , temperature  $T$  and time  $\tau$  of annealing, grain size  $D$ ) into 3 groups (no

recrystallization, beginning and end of the primary recrystallization), the equations of hyperplanes best sharing these groups were found by the method of discriminant mathematical analysis. Recrystallization is not observed if the temperature is below 465 °C, or if the degree of deformation is lower than 20 % for any combination of other parameters. The deformed structure completely recrystallizes if the experimental points are in the parameter range:  $T > 550$  °C,  $\varepsilon > 40$  %,  $\tau > 30$  min. The largest grain refinement (up to 7 – 10  $\mu\text{m}$ ) was obtained after deformation with a maximum degree (80 %). The first critical (physical) degree of deformation, after which the size of the recrystallized grain is larger than the original one, is absent. The second critical (technical) degree of deformation is 25 – 35 % for temperatures of 530 – 735 °C. At such degrees grain refinement was observed in comparison with the

initial deformed state. Mathematical relation between the size of the recrystallized grain and the experiments' parameters was analyzed in two

ways: according to Arrhenius in the form  $D = A\epsilon^N \tau^M \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$ ,

and according to Hollomon with linear temperature dependence ( $D \sim T$ ). The Arrhenius solution gave the following equation:  $\log(D) =$

$= 2,08 - 0,33 \log(\epsilon) + 0,023 \log(\tau) - 967,31 \frac{1}{T}$ . Therefore, activation

energy of the recrystallization process is found to be  $\sim 18,000$  J/mol. In case of the Hollomon analysis, it was proposed to use the function

$P_H = \frac{T}{1000} [C_H - \log(\tau) + \log(\epsilon)]$  as the Hollomon parameter, and the

Hollomon constant of  $C_H$  should be found by numerical methods. For these conditions, the equation  $D = -21,317 - 0,034T + 0,0032 \log(\tau)T - 0,0032 \log(\epsilon)T$  was obtained. The accuracy of both descriptions, defined as the sum of deviations squares of the measured grain sizes from calculated, is equal to  $\sim 3,3$   $\mu\text{m}$  or (when normalized to an average value)  $\sim 20$  %.

**Keywords:** constructional steel, recrystallization, generalized recrystallization diagram, activation energy, Arrhenius dependence, Hollomon dependence.

**DOI:** 10.17073/0368-0797-2019-11-879-886

## REFERENCES

- Lizunov V.I., Shkatov V.V., Molyarov V.G., Kanev V.P. Control over the quality of steel in hot rolling by its structure. *Metal Science and Heat Treatment*. 1999, vol. 41, no. 3-4, pp. 186–189.
- Lizunov V.I., Molyarov V.G., Korochkin E.A. In: *Chernaya metallurgiya Rossii i stran SNG v XXI veke. Materialy konferentsii. T. 4* [Ferrous metallurgy in Russia and CIS countries in the 21<sup>st</sup> century. Conference proc. Vol. 4]. Moscow: Metallurgiya, 1994, pp. 39–43. (In Russ.).
- Gorelik S.S. *Rekristallizatsiya metallov i splavov* [Recrystallization of metals and alloys]. Moscow: Metallurgiya, 1978, 568 p. (In Russ.).
- Gorelik S.S., Kaputkina L.M., Dobatkin S.V. *Rekristallizatsiya metallov i splavov* [Recrystallization of metals and alloys]. Moscow: Metallurgiya, 2003, 452 p. (In Russ.).
- Humphreys F.J., Hatherly M. *Recrystallization and related annealing phenomena*. Amsterdam: Elsevier, 2012, 128 p.
- Doherty R., Hughes D., Humphreys F., Jonas J., Jensen D.J., Kassner M., King W., McNelley T., McQueen H., Rollett A. Current issues in recrystallization: A Review. *Materials Science and Engineering A*. 1997, vol. 238, no. 2, pp. 219–274.
- Jacques P., Delannay F., Cornet X., Harlet Ph., Ladriere J. Enhancement of the mechanical properties of a low-carbon, low-silicon steel by formation of a multiphased microstructure containing retained austenite. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1998, vol. 29A, no. 9, pp. 2383–2393.
- Tokizane M., Matsumura N., Tsuzaki K., Maki T., Tamura I. Recrystallization and formation of austenite in deformed lath martensitic structure of low carbon steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1982, vol. 13, no. 5, pp. 1379–1388.
- Tsuji N., Maki T. Enhanced structural refinement by combining phase transformation and plastic deformation in steels. *Scripta Materialia*. 2009, vol. 60, no. 12, pp. 1044–1049.
- Torres C.R., Sanchez F., Gonzalez A., Actis F., Herreara R. Study of the kinetics of the recrystallization of cold-rolled low-carbon steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2002, vol. 33A, no. 1, pp. 25–31.
- Lu Y., Molodov D.A., Gottstein G. Recrystallization kinetics and microstructure evolution during annealing of a cold-rolled Fe–Mn–C alloy. *Acta Materialia*. 2011, vol. 59, no. 8, pp. 3229–3243.
- Shtremel' M.A. *Prochnost' splavov. Chast' 2: Deformatsiya* [Strength of alloys. Part 2. Deformation]. Moscow: ID MISiS, 1999, 518 p. (In Russ.).
- Belomytsev M.Yu., Mordashev S.V. Regularities of short-term creep of St3 steel. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2015, no. 11, pp. 798–801. (In Russ.).
- Rogel'berg I.L., Shpichinetskii E.S. *Diagrammy rekristallizatsii metallov i splavov. Spravochnik* [Diagrams of recrystallization of metals and alloys. Directory]. Moscow: Metallurgizdat, 1950, 280 p. (In Russ.).
- Lin Y., Chen M.-S., Zhong J. Study of static recrystallization kinetics in a low alloy steel. *Computation Materials Science*. 2008, vol. 44, no. 2, pp. 316–321.
- Mao H., Zhang R., Hua L., Yin F. Study of static recrystallization behaviors of GCr15 steel under two-pass hot compression deformation. *J. of Materials Engineering Performance*. 2015, vol. 24, no. 2, pp. 930–935.
- Taheri A. K., Maccagno T., Jonas J. J. Effect of cooling rate after hot rolling and of multistage strain aging on the drawability of low-carbon-steel wire rod. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1995, vol. 26A, no. 5, pp. 1183–1193.
- Akbari E., Karimi Taheri K., Karimi Taheri A. The effect of pre-strain temperature on kinetics of static recrystallization, microstructure evolution, and mechanical properties of low carbon steel. *J. of Materials Engineering Performance*. 2018, vol. 27, no. 5, pp. 2049–2059.
- Qu H.P., Lang Y.P., Yao C.F., Chen H.T., Yang C.Q. The effect of heat treatment on recrystallized microstructure, precipitation and ductility of hot-rolled Fe–Cr–Al–REM ferritic stainless steel sheets. *Materials Science and Engineering A*. 2013, vol. 562, pp. 9–16.
- Tal'bo Zh. Annealing behavior of puron. In: *Fizicheskie i khimicheskie svoystva metallov vysokoi chistoty* [Physical and chemical properties of metals of high purity]. Moscow: Metallurgizdat, 1964, pp. 183–222. (In Russ.).
- Shen G., Zheng C., Gu J., Li D. Coupled simulation of ferrite recrystallization in a dual-phase steel considering deformation heterogeneity at mesoscale. *Computation Materials Science*. 2018, vol. 149, pp. 191–201.
- Shi-Hoon Choi, Jae Hyung Cho. Primary recrystallization modeling for interstitial free steels. *Materials Science and Engineering A*. 2005, vol. 405, no. 1, pp. 86–101.
- Suna G.S., Dua L.X., Hua J., Misra R.D.K. Microstructural evolution and recrystallization behavior of cold rolled austenitic stainless steel with dual phase microstructure during isothermal annealing. *Materials Science and Engineering A*. 2018, vol. 709, pp. 254–264.
- Shkatov V.V., Lizunov V.I., Chernyshev A.P. Quantitative comparison of the kinetics of isothermal and nonisothermal transformations. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 1990, no. 7, pp. 109–110. (In Russ.).
- Shkatov V.V., Chernyshev A.P., Lizunov V.I. Kinetics of pearlite spheroidization in carbon steel. *Physics of Metals and Metallography*. 1990, vol. 70, no. 4, pp. 116–121.
- Shkatov V.V., Chernyshev A.P., Lizunov V.I. Transformations in ferrite-pearlite structure of hot-rolled strip steel 09G2 at coils cooling. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 1990, no. 11, pp. 61–63. (In Russ.). (In Russ.).
- Oyarza M., Martinez-de-Guerenu A., Gutierrez I. Effect of stored energy and recovery on the overall recrystallization kinetics of a cold rolled low carbon steel. *Materials Science and Engineering A*. 2008, vol. 485, no. 1, pp. 200–209.
- Etesami S.A., Enayati M.H. Microstructural evolution and recrystallization kinetics of a cold-rolled, ferrite-martensite structure during intercritical annealing. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2016, vol. 47A, no. 7, pp. 3271–3276.
- Doherty R. D., Cahn R. W. Nucleation of new grains in recrystallization of cold-worked metals. *Journal of the Less-Common Metals*. 1972, vol. 28, pp. 279–296.
- Mazaheri Y., Kermanpur A., Najafzadeh A., Kalashami A G. Kinetics of ferrite recrystallization and austenite formation during intercritical annealing of the cold-rolled ferrite/martensite duplex structures. *Metallurgical and Materials Transactions*. 2016, vol. 47 A, no. 3, pp. 1040–1051.

31. Khimushin F.F. *Zharoprochnye stali i splavy* [Heat-resistant steels and alloys]. Moscow: Metallurgiya, 1969, 752 p. (In Russ.).
32. Rozenberg V.M. *Osnovy zharoprochnosti metallicheskih materialov* [Fundamentals of high-temperature strength of metallic materials]. Moscow: Metallurgiya, 1973, 328 p. (In Russ.).
33. Garofalo F. *Fundamentals of Creep and Creep-rupture in metals*. New York and London, 1965. (Russ.ed.: Garofalo F. *Zakony polzuchesti i dlitel'noi prochnosti metallov i splavov*. Moscow: Metallurgiya, 1968, 304 p.).
34. Tamura M., Abe F., Shiba K., Sakasegawa H., Tanigawa H. Larson–Miller constant of heat-resistant steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2013, vol. 44a, pp. 2645–2661.
35. Adaskin A.M., Butrim V.N., Kremnev L.S., Kubatkin V.S., Sapronov I.Yu. Determination of the Hollomon parameter for a chromium-base refractory alloy with the aim of predicting its properties. *Metal Science and Heat Treatment*. 2016, vol. 57, no. 9–10, pp. 610–613.
36. Adaskin A.M., Butrim V.N., Kubatkin V.S., Sapronov I.Yu. Strain hardening curves and mechanical properties of a chromium-base refractory alloy as a function of heat treatment and test temperature. *Metal Science and Heat Treatment*. 2016, vol. 57, no. 9–10, pp. 625–631.
37. Janjusevic Z., Gulisia Z., Mihalovic M., Pataric A. The investigation of applicability of the Hollomon–Jaffe equation on tempering the HSLA steel. *Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly*. 2009, vol. 15, no. 3, pp. 131–136.
38. Etesami S.A., Enayati M.H., Kalashami A.G. Austenite formation and mechanical properties of a cold rolled ferrite-martensite structure during intercritical annealing. *Materials Science and Engineering A*. 2017, vol. 682, pp. 296–303.
39. Wu H., Du L., Ai Z., Liu X. Static recrystallization and precipitation behavior of a weathering steel microalloyed with vanadium. *J. of Materials Science Technologies*. 2013, vol. 29, no. 12, pp. 1197–1203.
40. Gladshtein V.I. Estimation of the effect of stresses and temperature on damage accumulation in steam pipe bends by simulating the endurance of the metal by testing notched specimens. *Metal Science and Heat Treatment*. 2011, vol. 53, no. 11–12, pp. 611–617.
41. Shlyakman B.M., Yampol'skii O.N., Ratushev D.V. A method for determining constant C in the Hollomon parameter. *Metal Science and Heat Treatment*. 2011, vol. 52, no. 9–10, pp. 451–453.
42. Mel'nikhenko A.S. *Statisticheskii analiz v metallurgii i materialovedenii* [Statistical analysis in metallurgy and materials science]. Moscow: ID MISiS, 2009, 268 p. (In Russ.).

**Information about the author:**

**M.Yu. Belomytsev**, Dr. Sci. (Eng.), Professor of the Chair “Metallography and Physics of Strength” (myubelom@yandex.ru)

Received May 11, 2018  
Revised September 12, 2019  
Accepted September 23, 2019