

Г.Б. Ешманова* , И.А. Манакова , М.Ф. Верещак , Ж.К. Тлеубергенов 

Институт ядерной физики, Алматы, Казахстан

*e-mail: g.yeshmanova@inp.kz

КИНЕТИКА ОБРАТНОГО МАРТЕНСИТНО-АУСТЕНИТНОГО ПРЕВРАЩЕНИЯ В ДУПЛЕКСНОЙ СТАЛИ CF8 ПРИ ТЕРМИЧЕСКОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

С использованием методов мессбауэровской спектроскопии и рентгеновской дифракции изучена кинетика мартенситно-аустенитного превращения при термическом воздействии (300-850 °C) в дуплексной стали CF8, предварительно подвергнутой холодной пластической деформации со степенью деформации $\epsilon = 55\%$. Динамика обратного α' -мартенсит $\rightarrow \gamma$ -аустенит превращения не наблюдалась при температурах до 500 °C. Однако, замечен рост среднего сверхтонкого магнитного поля $\langle H_n \rangle$ от 241 ± 1 до 269 ± 1 кЭ. Дальнейшее увеличение температуры отжига привело к уменьшению среднего эффективного сверхтонкого поля $\langle H_n \rangle$. При этом распределение магнитного поля $p(H_n)$ показало постепенное увеличение вклада с $H_n \geq 330$ кЭ, что связано с уменьшением количества атомов хрома в ближайшем окружении железа. Интенсивный $\alpha' \rightarrow \gamma$ переход происходил в интервале температур 600-700 °C. При 850 °C завершилось восстановление исходной структуры γ -аустенита. Процесс $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращений преимущественно происходил путем сдвигового механизма. Результаты рентгено-дифракционного анализа подтверждают данные мессбауэровской спектроскопии: структура стали CF8 до отжигов представляет собой ферромагнитную фазу (α' -мартенсит), после отжига при 850 °C на рентгенограмме отражены рефлексы, характерные для γ -аустенита.

Ключевые слова: нержавеющая сталь CF8, аустенит, мартенсит, отжиг, мессбауэровская спектроскопия.

Г.Б. Ешманова*, И.А. Манакова, М.Ф. Верещак, Ж.К. Тлеубергенов

Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

*e-mail: g.yeshmanova@inp.kz

Термиялық әсер ету кезінде CF8 дуплексті болатқа кері мартенсит-аустенит түрленуінің кинетикасы

Мессбауэр спектроскопиясы мен рентгендік дифракция әдістерін қолдана отырып, алдын ала деформация дәрежесі $\epsilon = 55\%$ тең сүйк пластикалық деформацияға ұшыраған CF8 дуплексті болатта термиялық әсер ету кезінде (300 - 850 °C) мартенсит-аустенитті түрлендірудің кинетикасы зерттелді. Кері α' -мартенсит $\rightarrow \gamma$ -аустенит түрлену динамикасы 500 °C дейінгі температурада байқалмады. Алайда, орташа өте жұқа магнит өрісінің $\langle H_n \rangle$ 241 ± 1 -ден 269 ± 1 кЭ-ге дейін айтарлықтай өсуі байқалды. Құйдіру температурасының одан әрі жоғарылауы орташа тиімді өте жұқа өрістің төмендеуіне әкелді $\langle H_n \rangle$. Сонымен қатар, магнит өрісінің таралуы $p(H_n)$ үлестің $H_n \geq 330$ кЭ біртіндеп өсуін көрсетті, бұл темірдің жақын ортасындағы хром атомдарының санының азаюымен байланысты. Қарқынды $\alpha' \rightarrow \gamma$ түрлену 600-700 °C температура аралығында болды. 850 °C -де бастапқы γ -аустенит құрылымын қалпына келтіру аяқталды. $\alpha' \rightarrow \gamma$ түрлену процесі негізінен ығысу механизмі арқылы жүрді. Рентгендік-дифракциялық талдаудың нәтижелері Мессбауэр спектроскопиясының деректерін растайды: құйдіруге дейінгі CF8 болаттың құрылымы ферромагниттік фаза (α' -мартенсит) болып табылады, 850 °C құйдіруден кейін рентгенограммада γ -аустенитке тән рефлекстер көрсетілді.

Түйін сөздер: тот баспайтын болат CF8, аустенит, мартенсит, құйдіру, Мессбауэр спектроскопиясы.

G. Yeshmanova*, I. Manakova, M. Vereshchak, Zh. Tleubergenov

Institute of Nuclear Physics, Almaty, Kazakhstan

*e-mail: g.yeshmanova@inp.kz

Kinetics of reverse martensitic-austenitic transformation in duplex steel CF8 under thermal action

Using the methods of Mössbauer spectroscopy and X-ray diffraction, the kinetics of martensitic-austenitic transformation under thermal action (300 - 850 °C) in duplex steel CF8, previously subjected to cold plastic deformation with a deformation degree of $\varepsilon = 55\%$, was studied. The dynamics of the reverse α' -martensite $\rightarrow \gamma$ -austenite transformation was not observed at temperatures up to 500 °C. However, there was a noticeable increase in the average hyperfine magnetic field $\langle H_n \rangle$, from 241 ± 1 to 269 ± 1 kOe. A further increase in the annealing temperature led to a decrease in the average effective hyperfine field. At the same time, the distribution of the magnetic field $p(H_n)$ showed a gradual increase in the contribution from $H_n \geq 330$ kOe, which is associated with a decrease in the number of chromium atoms in the nearest iron environment. The intense $\alpha' \rightarrow \gamma$ transition occurred in the temperature range of 600-700 °C. At 850 °C, the restoration of the original structure of γ -austenite was completed. The process of transformations mainly occurred by means of a shear mechanism. The results of X-ray diffraction analysis confirm the data of Mossbauer spectroscopy: the structure of CF8 steel before annealing is a ferromagnetic phase (α' -martensite), after annealing at 850°C, the X-ray diffraction patterns characteristic of γ -austenite are reflected.

Key words: CF8 stainless steel, austenite, martensite, annealing, Mössbauer spectroscopy.

Введение

Метод мессбауэровской спектроскопии (МС) очень чувствителен практически к любому изменению окружения исследуемого резонансного ядра. Это делает его возможным для применения в диагностике нарушений кристаллической решетки железосодержащих сплавов [1-3]. Немалое количество работ посвящено изучению структурных изменений и объемной доли выделений при мартенситно-аустенитном превращении в стали путем деформационного, термического и радиационного воздействия с использованием эффекта Мессбауэра [4-8]. В большинстве работ приводится изучение влияния пластической деформации на структурные изменения в стали, что является следствием возникновения дефектов в кристаллической решетке [9-11]. Известно, что мартенситное превращение, вызванное деформацией, в метастабильных аустенитных нержавеющих сталях, повышает прочность при существенном сохранении пластичности [12]. Изменение интенсивности линии аустенита при деформировании является результатом изменения фазового состава стали, а значительное уширение линий мартенсита по сравнению с аустенитной линией свидетельствует о неоднородности внутреннего магнитного поля у ядра железа в решетке мартенсита, которое вызывается различным

окружением атомов железа. В работе [13] на примере сплавов Fe-Cr, содержащие до 15 ат.-% хрома, было показано, что среднее значение сверхтонких полей, действующих на ядрах ^{57}Fe , является функцией содержания хрома в ближайшем окружении атомов железа.

Изучение влияние термического воздействия на структурные изменения и магнитные свойства деформированных сплавов стали описаны в работах [14-18]. Авторами в [14] было исследовано влияние отпуска при 400-600°C на структурно-фазовые изменения сплава Fe-12Ni-11Cr-2Mo. Выявлено, что наряду с процессами $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения в α -твердом растворе протекают процессы перераспределения атомов, приводящие к образованию концентрационных неоднородностей. В работе [15] установлено, что α' -фаза стабильна при температуре отжига ниже 770 К, а переход от ОЦК к структуре ГЦК возникает при температуре ~ 770 К и завершается при температуре ~ 1070 К. В работе [16] описывается, что переход от α' к γ происходит в диапазоне температур примерно 450-680 °C. Более того, механизм превращения мартенсита в аустенит в сплавах системы Fe-Cr-Ni при различных температурах были подробно охарактеризованы процессами сдвига и диффузии [17, 18].

В данной работе была изучена кинетика обратного мартенситно-аустенитного превраще-

ния при термическом воздействии в дуплексной стали CF8, предварительно подвергнутой холодной пластической деформации.

Методология

Для исследования были представлены Аргонской национальной лабораторией (США) образцы состареной при температуре 350°C в течение 10 000 часов стали CF8 в виде пластин с размерами 10 мм × 10 мм толщиной 600 мкм. Образцы были прокатаны до толщины 100 мкм и подвергнуты отжигу при температуре 900°C в вакууме $1 \cdot 10^{-6}$ мм.рт.ст. продолжительностью 4 часа. Структура таких образцов представляла из себя γ -аустенит. Для получения образцов со степенью деформации $\epsilon=55\%$ отожженные образцы были прокатаны до толщины 45 мкм. Полученная толщина позволила использовать образцы для исследования методом МС, широко используемым для изучения химического состояния железа в структуре железосодержащих материалов, в том числе нержавеющих сталей [19, 20]. Для изучения кинетики обратного мартенситно-аустенитного превращения было проведено термическое воздействие на сталь путем изохронного отжига при 300 - 850 °C продолжительностью 2 часа предварительно деформированных образцов.

Измерение МС спектров осуществляли при комнатной температуре в режиме постоянного ускорения на спектрометре MS-1104Em.

Источником γ -квантов служил ^{57}Co в матрице хрома. Анализ и обработку полученных спектров выполняли с помощью программного комплекса SpectrRelax [21]. Парциальные спектры (подспектры) характеризовались параметрами сверхтонкого взаимодействия на ядрах ^{57}Fe , а именно изомерным сдвигом относительно металлического железа I_s , квадрупольным расщеплением Δ , квадрупольным сдвигом Q_s для магниторасщепленных спектров, магнитным полем H_n и интегральной интенсивностью подспектра S .

Для определения кристаллической структуры изучаемых образцов был использован рентгено-дифракционный анализ (РДА). Измерения проводили на дифрактометре D8 ADVANCE (Bruker, Германия) с Си анод. Рабочие параметры 40 кВ, 40 мА, шаг 0.02°, скорость сканирования 1.0 сек./шаг. Фазовый анализ выполняли в программе EVA с интегрированной базой ICDD. Элементный анализ приповерхностного слоя образцов определяли методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) с помощью микроскопа Hitachi TM4000 Plus, оснащенного приставкой для энергодисперсионного микроанализа Quantax75c энергетическим разрешением на линии характеристического излучения Mn $K_{\alpha 1,2}$ 137 эВ при ускоряющем напряжении 5 - 15 кВ и временем накопления 60 секунд.

Элементный состав нержавеющей дуплексной стали CF8 приведен в Таблице 1.

Таблица 1 – Химический состав стали CF8 (масс. %)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Fe
< 0.08	< 2	< 1.5	< 0.04	< 0.04	18.0 – 21.0	8.0 – 11.0	основа ASTM A743
0.07	1.56	0.96	-	-	19.41	8.63	69.31 измерено

Результаты и обсуждение

На рисунке 1 приведены МС-спектры и распределения сверхтонкого магнитного поля $p(H_n)$ образцов деформированной при 55 % нержавеющей стали CF8 до и после отжигов при температуре 300-850 °C. Площадь под кривой интегрального профиля подспектра S пропорциональна вероятности эффекта Мессбауэра и количеству атомов железа в неэквивалентных положениях. Это позволило провести количественный анализ железосодержащих фаз, содержащихся в стали. Первым этапом обработки МС-спектров было восстановление распределения сверхтонких параметров, а именно распределения магнитного поля $p(H)$. Далее

расчетные данные $p(H)$ были использованы для создания конкретной физической модели. Модельное декодирование спектров было заключительным этапом обработки спектров. Расчет спектров и распределений $p(H)$ мартенситной составляющей МС-спектра проводился аналогично расчету в случае бинарных сплавов Fe–Cr с ОЦК кристаллической решеткой [22]. Экспериментальный спектр α -фазы был смоделирован как сумма подспектров, каждый из которых соответствует различному окружению ^{57}Fe атомами примесей (хрома) в двух ближайших координационных сферах.

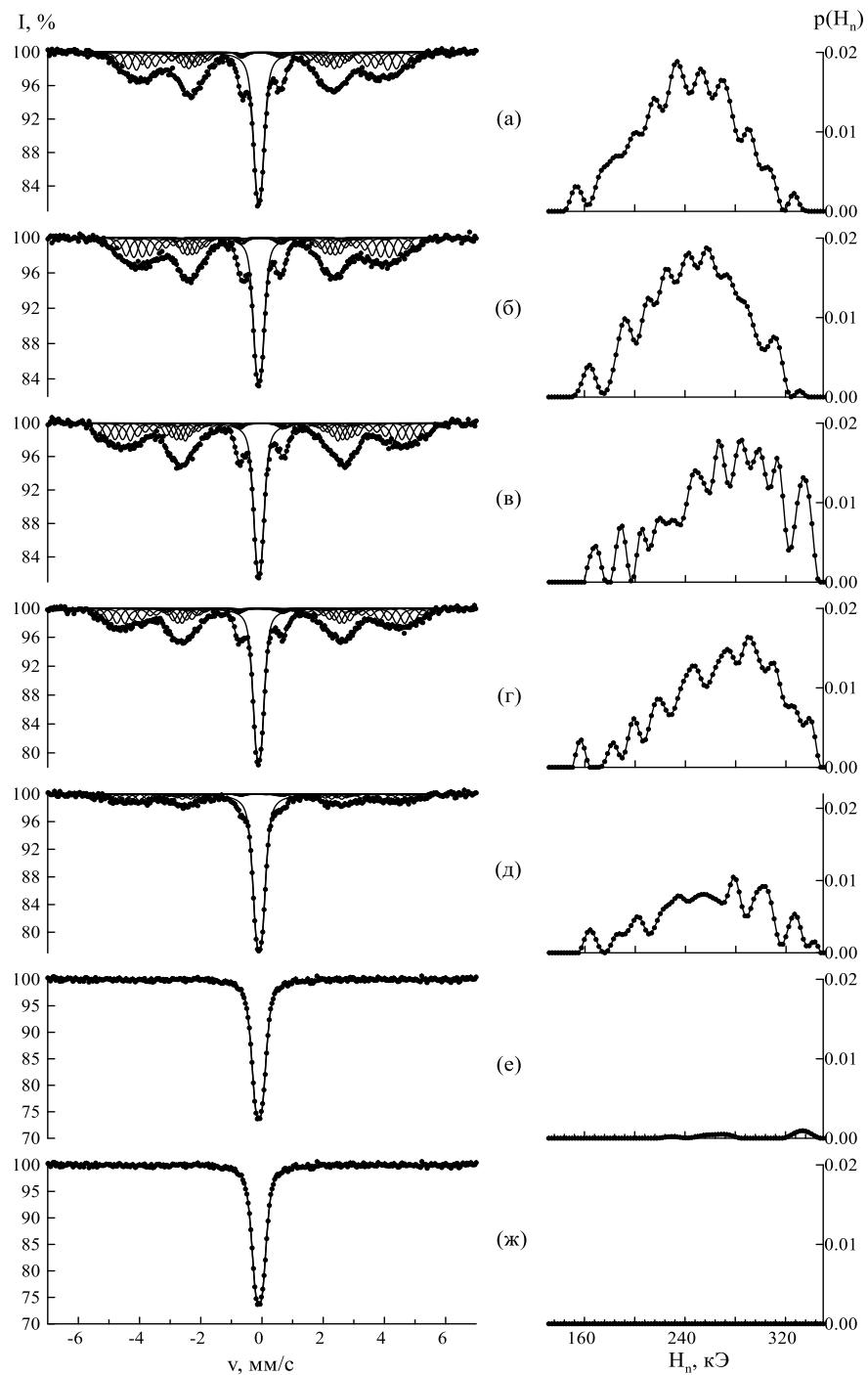


Рисунок 1 – МС-спектры и распределения сверхтонкого магнитного поля $p(H_n)$ на ядрах ^{57}Fe образцов деформированной нержавеющей стали CF8 до (а) и после отжига при температуре 300 (б), 500 (в), 600 (г), 700 (д), 800 (е) и 850 °C (ж)

Из рисунка 1 видно, что с увеличением температуры отжига происходит уменьшение интенсивности ферромагнитной фазы (мартенсита) и после отжига при 850 °C на спектре представлена только парамагнитная линия аустенита. На рисунке 2(а) приведена зависимость относительной интенсивности подспектра α' -мартенсита от температуры последовательного

отжига. Результаты показали, что динамика обратного $\alpha' \rightarrow \gamma$ -превращения наблюдается от 500 °C, при 600 °C происходит видимое уменьшение относительной интенсивности α -фазы. Дальнейший отжиг приводит к распаду α' -мартенсита и росту содержания γ -аустенита. При 850 °C происходит завершение образования γ -аустенита.

На рисунке 2(б) показана зависимость среднего эффективного сверхтонкого поля на ядрах ^{57}Fe в α' -мартенсите от температуры отжига. С увеличением температуры до 500 °C наблюдался заметный рост среднего сверхтонкого магнитного поля $\langle H_n \rangle$, от 241 ± 1 до 269 ± 1 кЭ. При этом распределение магнитного поля $p(H_n)$ (рисунок 1) показало постепенное увеличение вклада с $H_n \geq 330$ кЭ, что, вероятно, связано с уменьшением количества атомов хрома в ближайшем окружении железа [23-25].

Дальнейшее увеличение температуры отжига привело к уменьшению $\langle H_n \rangle$. Относительная интенсивность дублета, описывающего γ -аустенит, увеличивалась с ростом температуры отжига. Изомерный сдвиг оставался постоянным ($\sim 0.10 \pm 0.01$ мм/с), указывая на неизменность электронной структуры аустенита. Ширина линии дублета увеличивалась от 0.29 ± 0.01 до 0.36 ± 0.01 . Это объясняется влиянием замещающих и внедренных атомов (преимущественно Cr и Ni) в аустенит.

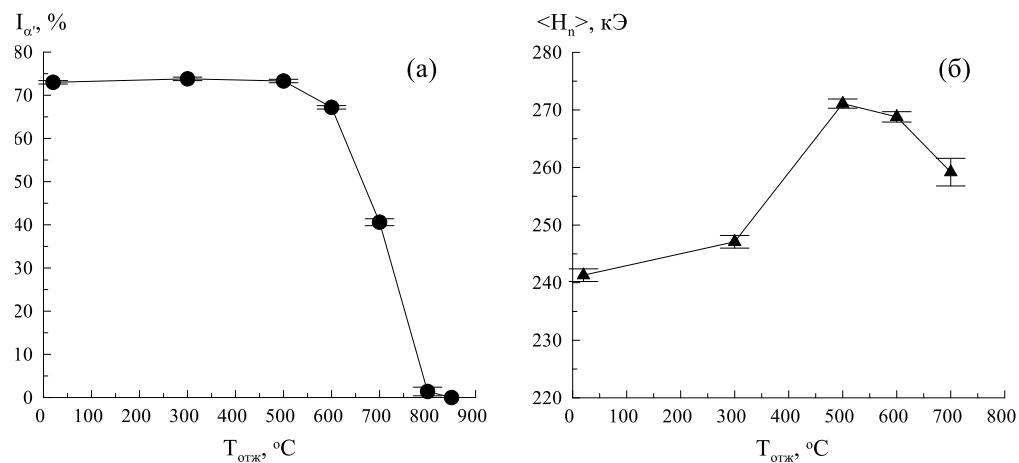


Рисунок 2 – Зависимость относительной интенсивности α' -мартенсита и среднего эффективного поля на ядрах ^{57}Fe в МС спектрах образца стали CF8 от температуры отжига

На рисунке 3 приведены рентгеновские дифрактограммы предварительно деформированных образцов стали, снятые до отжигов и после отжига при 850 °C. Результаты демонстрируют в снятом до отжигов образце

наличие α' -мартенсита на отражениях (110), (200) и (211), что подтверждает результаты МС. После отжига при 850 °C структура образца состоит только из γ -аустенита.

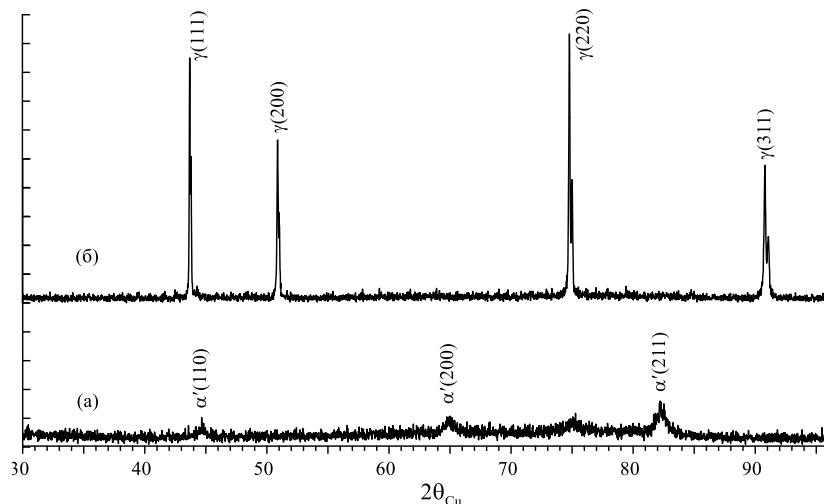


Рисунок 3 – Дифрактограммы образца нержавеющей стали CF8 до отжигов (а) и после отжига при температуре 850 °C (б)

Как было описано в работе [26] в зависимости от температуры мартенсит, вызванный деформацией, может быть метастабильным, и его превращение в аустенит может происходить по диффузионному или сдвиговому механизму. Диффузионный механизм характеризуется, в основном, широким диапазоном температур отжига, при котором происходит $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращение. Более того, диффузионное превращение происходит при высоких температурах (Stout, 1976:10). В механизме сдвига процесс превращений происходит в узком диапазоне температур и становится диффузионно-зависимым процессом только после того, как происходит первоначальное превращение мартенсита при сдвиге в аустенит с высокой плотностью дислокаций. Так, по данным настоящих исследований, процесс $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращений преимущественно происходит путем сдвигового механизма в диапазоне температур 600-700 °C. Схожие результаты сообщили авторы в (Tomimura, 1991:31), где в сплаве Fe-16Cr-10Ni процесс бездиффузионной обратной трансформации произошел между 530 °C и 630 °C, а диапазон температур превращения составлял около 100 °C независимо от скорости нагрева. Узкий диапазон температур превращения может заключаться в более высокой стабильности аустенита.

Заключение

С использованием методов мессбауэровской спектроскопии в геометрии на пропускание и рентгеновской дифракции изучена кинетика обратного мартенситно-аустенитного превращения в предварительно деформированной ($\epsilon = 55\%$) дуплексной стали CF8 при термическом воздействии в диапазоне температур 300-850 °C. Динамика обратного $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения не наблюдалась при температурах до 500 °C. Интенсивный $\alpha' \rightarrow \gamma$ переход происходил в интервале температур 600 - 700 °C. Восстановление исходной структуры γ -аустенита завершилось при 850 °C. Процесс $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращений преимущественно происходит путем сдвигового механизма. Фазовый состав стали CF8, предварительно подвергнутой холодной пластической деформации, до отжига представляет собой α' -мартенсит, и после отжига при 850 °C структура стали состоит из γ -аустенита.

Благодарность, конфликт интересов

Работа выполнена при поддержке Комитета науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (AP19679693).

Литература

- 1 S.M. Dubiel, *Critical Reviews in Solid State and Material Sciences* **49**(5), 1-52 (2023). <https://doi.org/10.1080/10408436.2023.2273462>
- 2 D. Košovský, M. Miglierini, M. Pavúk, K. Sedláčková, T. Kmjec and J. Kopeček, *Physica status solidi (b)* **259**(6), 2100632 (2022). <https://doi.org/10.1002/pssb.202100632>
- 3 M.B. Miglierini, L. Pašteka, M. Cesnek, et al., *J Radioanal Nucl Chem.* **322**, 1495–1503 (2019). <https://doi.org/10.1007/s10967-019-06737-w>
- 4 J. Pechousek, L. Kouril, P. Novak, J. Kaslik and J. Navarik, *Meas.* **131**, 671–676 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2018.09.028>
- 5 M. Vereshchak, I. Manakova and A. Shokanov, *Materials* **16**, 3813 (2023). <https://doi.org/10.3390/ma16103813>
- 6 E.A. Eid and M.M. Sadawy, *Met. Mater. Int.* **27**, 4536-4549 (2021). <https://doi.org/10.1007/s12540-020-00722-9>
- 7 D.A. Oliveira, P.P. Brito, F.C. Magalhaes, P.C. Azzi, J.D. Ardisson and A.M. Abrao, *J. Mater. Res. Technol.* **27**, 4573–4594 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.10.133>
- 8 J. Ramos, J.F. Piamba, H. Sanchez, et al., *Hyperfine Interact* **238**, 55 (2017). <https://doi.org/10.1007/s10751-017-1425-7>
- 9 J. Li, Y. Wang, X. Chen, X. Yan and L. Xiang, *Mater. Charact.* **148**, 266–271 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.12.026>
- 10 E. Aldırmaz, M. Güler and E. Guler, *The European Physical Journal Plus* **136**(1), 98 (2021). <https://doi.org/10.1140/epjp/s13360-020-01021-3>
- 11 M. Vereshchak, I. Manakova, G. Yeshmanova and Zh. Tleubergenov, *Metals* **14**(12), 1449 (2024). <https://doi.org/10.3390/met14121449>
- 12 Sh.T. Yang, T.W. Shyr, W.S. Hwang and Ch.N. Ko, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **330**, 147-151 (2013). <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2012.11.008>
- 13 S.M. Dubiel, *Acta Physica Polonica A* **49**(5), 619-626 (1976).
- 14 P.L. Gruzin, M.N. Rayevskaya, Y.L. Rodionov, V.S. Mkrtchyan, *FMM* **35**, 157-162 (1973). (in Russ)

- 15 B. Boubeker, J.P. Eymery, P. Auric and M. Rahmoune, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* **101**, 267-274 (1995).
- 16 R.K. Stout and C.R. Brooks, *Scripta Metallurgica*, **10**, 741-746 (1976). [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(76\)90354-9](https://doi.org/10.1016/0036-9748(76)90354-9)
- 17 T.H. Coleman and D.R.F. West, *Metal Science* **9(1)**, 342-345, (1975). <https://doi.org/10.1179/0306345757590445035>
- 18 K. Tomimura, S. Takaki and Y. Tokunaga, *ISIJ International* **31(12)**, 1431-1437 (1991).
- 19 V. Shabashov, V. Sagaradze, K. Kozlov and Y. Ustyugov, *Metals* **8**, 995 (2018). <https://doi.org/10.3390/met8120995>
- 20 G.Principi, *Metals* **10**, 992 (2020). <https://doi.org/10.3390/met10080992>
- 21 M.E. Matsnev and V.S. Rusakov, *AIP Conf. Proc.* **1489**, 178-185 (2012). <https://doi.org/10.1063/1.4759488>
- 22 K.A. Kozlov, V.A. Shabashov, A.E. Zamatovskii, V.V. Sagaradze and K.A. Lyashkov, *Physics of Metals and Metallography* **119(11)**, 1093-1100 (2018). <https://doi.org/10.1134/S0031918X18110121>
- 23 K. Kozlov, V. Shabashov, A. Kozlov, V. Sagaradze, V. Semyonkin, V. Panchenko, A. Zamatovskii, N. Kataeva and A. Nikitina, *J. Nucl. Mater.* **558**, 153384 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2021.153384>
- 24 K. Kozlov, V. Shabashov, A. Zamatovskii, E. Novikov and Y. Ustyugov, *Metals* **10**, 659 (2020). <https://doi.org/10.3390/met10050659>
- 25 S.M. Dubiel, J. Cieslak and J. Zukrowski, *Appl. Surf. Sci.* **359**, 526-532 (2015). <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.10.152>
- 26 J. Zhao and Zh. Jiang, *Progress in Materials Science* **94**, 174-242 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.01.006>

История статьи:

Поступила – 10.02.2025
Қабылданды – 20.05.2025

Авторлар туралы мәлімет:

- Ешманова Гаухар Бауыржанқызы** (автор-корреспондент) – МНС, Институт ядерной физики, Алматы Казахстан. e-mail: g.yeshmanova@inp.kz
- Манакова Ирина Анатольевна** – зав. лаб., Институт ядерной физики, Алматы Казахстан. e-mail: manakova@inp.kz
- Верещак Михаил Федорович** – к.ф.-м.н., ВНС, Институт ядерной физики, Алматы, Казахстан. e-mail: m.vereshchak@inp.kz
- Тлеубергенов Жандос Қанатбекұлы** – МНС, Институт ядерной физики, Алматы Казахстан. e-mail: z.tleubergenov@inp.kz

Article history:

Received 10 February 2025
Accepted 20 May 2025

Information about authors:

- Gaukhar Eshmanova** (corresponding Author) – Junior Researcher, Institute of Nuclear Physics, Almaty Kazakhstan. e-mail: g.yeshmanova@inp.kz
- Irina Manakova** – Head of Lab, Institute of Nuclear Physics, Almaty, Kazakhstan. e-mail: manakova@inp.kz
- Mikhail Vereshchak** – Cand. Phys.-Math.Sci, Leading Researcher, Institute of Nuclear Physics, Almaty, Kazakhstan. e-mail: m.vereshchak@inp.kz
- Zhandos Tleubergenov** – Junior Researcher, Institute of Nuclear Physics, Almaty Kazakhstan. e-mail: z.tleubergenov@inp.kz