

## Влияние старения на микроструктуру, фазовый состав и микротвердость высокоазотистой аустенитной стали

© 2020

**Тумбусова Ирина Алексеевна**<sup>\*1,2,3</sup>, студент, инженер лаборатории физики структурных превращений  
**Майер Галина Геннадьевна**<sup>2,4</sup>, кандидат физико-математических наук,  
научный сотрудник лаборатории физики структурных превращений  
**Панченко Марина Юрьевна**<sup>2,5</sup>, аспирант,  
младший научный сотрудник лаборатории локальной металлургии в аддитивных технологиях  
**Москвина Валентина Александровна**<sup>2,6</sup>, аспирант,  
младший научный сотрудник лаборатории локальной металлургии в аддитивных технологиях  
**Мельников Евгений Васильевич**<sup>2,7</sup>, младший научный сотрудник  
лаборатории локальной металлургии в аддитивных технологиях  
**Астафуров Сергей Владимирович**<sup>2,8</sup>, кандидат физико-математических наук,  
старший научный сотрудник лаборатории физики структурных превращений  
**Астафурова Елена Геннадьевна**<sup>2,9</sup>, доктор физико-математических наук,  
ведущий научный сотрудник лаборатории физики структурных превращений

<sup>1</sup>Томский политехнический университет, Томск (Россия)

<sup>2</sup>Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, Томск (Россия)

\*E-mail: [tumbusova031098@mail.ru](mailto:tumbusova031098@mail.ru)

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6793-4324>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3043-9754>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0236-2227>

<sup>6</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6128-484X>

<sup>7</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8238-6055>

<sup>8</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3532-3777>

<sup>9</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1995-4205>

**Аннотация:** В работе изучали влияние продолжительности старения при температуре 700 °С на микроструктуру, фазовый состав и микротвердость высокоазотистой стали Fe-23Cr-17Mn-0,1C-0,6N (мас. %). Показано, что старение в течение 0,5 ч при температуре 700 °С сопровождается комплексом фазовых превращений: распадом δ-феррита (с образованием σ-фазы и аустенита) и образованием ячеек прерывистого распада по границам аустенитных зерен (с формированием частиц на основе нитрида хрома Cr<sub>2</sub>N и аустенита, обедненного по атомам внедрения). При старении с выдержкой больше 10 ч помимо прерывистого распада аустенитных зерен происходит гомогенное (непрерывное) выделение нитрида хрома в тех аустенитных зернах, которые не претерпели прерывистый распад на начальных этапах старения. При увеличении продолжительности старения до 50 ч наблюдали рост ячеек распада в аустенитных зернах и формирование смешанной структуры. Такая структура состояла из зерен аустенита, претерпевших прерывистый распад с образованием пластинчатых выделений нитрида хрома в аустените; зерен аустенита с дисперсными частицами, образованными по механизму непрерывного выделения; зерен с σ-фазой, нитридами хрома и аустенитом, образовавшимися в результате распада высокотемпературного феррита при старении. Старение сопровождается увеличением микротвердости, величина которой зависит от механизма дисперсионного твердения – непрерывный или прерывистый распад в аустените или выделение интерметаллидной σ-фазы и пластин нитридов хрома в зернах высокотемпературного феррита.

**Ключевые слова:** высокоазотистая сталь; Fe-23Cr-17Mn-0,1C-0,6N; старение; σ-фаза; Cr<sub>2</sub>N; аустенит; дисперсионное твердение; микротвердость.

**Благодарности:** Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант № 17-19-01197).

Статья подготовлена по материалам докладов участников IX Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2019) с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 9–13 сентября 2019 года.

**Для цитирования:** Тумбусова И.А., Майер Г.Г., Панченко М.Ю., Москвина В.А., Мельников Е.В., Астафуров С.В., Астафурова Е.Г. Влияние старения на микроструктуру, фазовый состав и микротвердость высокоазотистой аустенитной стали // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2020. № 2. С. 74–81. DOI: 10.18323/2073-5073-2020-2-74-81.

### ВВЕДЕНИЕ

Аустенитные стали обладают важным комплексом физико-механических и служебных характеристик, таких как хорошая пластичность, повышенная ударная вязкость, способность к интенсивному деформационному упрочнению и ряд других [1–3]. При этом низкий

уровень предела текучести и твердости этих сталей ограничивает их практическое применение в качестве конструкционных материалов, работающих в условиях больших нагрузок. Создание высокоазотистых сталей путем легирования азотом железо-хром-марганцевого аустенита позволяет повысить предел текучести и прочности сталей. Система легирования, азот и марганец,

обеспечивает стабильность аустенита к фазовым превращениям и позволяет полностью исключить из состава сталей дорогостоящий никель [1; 4; 5].

Не только система легирования, но и режимы термической и термомеханической обработки определяют комплекс механических свойств высокоазотистых сталей. Существует несколько основных способов повышения их прочностных свойств: холодная пластическая деформация, фазовый наклеп, обусловленный прямым и обратным фазовым превращением ( $\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \gamma$ ), и старение, сопровождающееся дисперсионным твердением и формированием дуэльных структур [6]. При этом холодная пластическая деформация может быть использована далеко не во всех практически важных случаях из-за сильного наклепа и низкой деформационной способности высокопрочных, легированных азотом и углеродом фаз, а фазовый наклеп требует сложной многоступенчатой термической обработки [6; 7].

Дисперсионное твердение является одним из эффективных способов повышения прочностных характеристик сталей. Многочисленные исследования показали, что нитрид хрома  $\text{Cr}_2\text{N}$  является основной вторичной фазой в высокоазотистых сталях. Морфология и механизм выделения частиц  $\text{Cr}_2\text{N}$  зависит от состава стали, температуры и продолжительности старения [8–10]. В основном выделения  $\text{Cr}_2\text{N}$  образуются на границах зерен в результате прерывистого распада твердого раствора аустенита. В состаренных высокоазотистых сталях ячеистые выделения представляют собой чередование пластин  $\text{Cr}_2\text{N}$  и аустенита, появление таких выделений вызывает значительное падение пластичности и коррозионной стойкости стали [11–13]. V. Kartik с соавторами [8] исследовали влияние продолжительности старения (1–200 ч) при температуре 850 °С на микроструктуру и механические свойства высокоазотистой Fe-18Cr-19Mn-0,3Si-0,1C-0,5N, мас. % стали. Они обнаружили образование ячеистых выделений  $\text{Cr}_2\text{N}$  после 1 ч старения, а после 100 ч выдержки идентифицировали появление интерметаллидной  $\sigma$ -фазы. При этом авторы наблюдали монотонное уменьшение значений микротвердости ( $H_u$ ) с увеличением продолжительности старения в результате образования ячеистых выделений  $\text{Cr}_2\text{N}$  и обеднения аустенита по азоту.

Авторы работы [11] в состаренной высокоазотистой стали Fe-18Cr-19Mn-0,9N (мас. %) (400–900 °С, 1 ч; 800 °С, 150 ч) наблюдали выделение частиц  $\text{Cr}_2\text{N}$  по прерывистому механизму распада аустенита и показали, что микротвердость нераспавшегося аустенита слабо падает с увеличением продолжительности и температуры старения, зерна с ячеистыми выделениями обладали повы-

шенной микротвердостью, пик наблюдали при температуре 800 °С, 1 ч.

Многообразие структур и свойств высокоазотистых сталей в зависимости от их состава, механизма выделения частиц, типа упрочняющей фазы, количества и характера ее распределения представляет основную сложность при решении проблемы формирования оптимальных прочностных и пластических характеристик. К настоящему времени полностью эта проблема не решена. Особенно важным является формулирование четких критериев выбора содержания азота и других легирующих элементов, а также режимов термической обработки для создания высокопрочного состояния с удовлетворительной пластичностью в азотистых конструкционных сталях.

Цель работы – исследование эволюции фазового состава, микроструктуры и микротвердости высокоазотистой аустенитной стали Fe-23Cr-17Mn-0,1C-0,6N в зависимости от продолжительности старения при температуре 700 °С.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

В качестве материала для исследования выбрана высокоазотистая аустенитная сталь Fe-23Cr-17Mn-0,1C-0,6N, ее химический состав представлен в таблице 1.

Для получения аустенитного состояния производили нагрев образцов до 1200 °С, выдерживали в течение 30 мин и закачивали в воду комнатной температуры. Старение закаленных стальных образцов выполняли в среде гелия при температуре 700 °С в течение 0,5, 1, 2, 5, 10 и 50 ч.

После старения образцы подвергли стандартной металлографической подготовке: механической шлифовке и электролитической полировке в пересыщенном растворе ангидрида хрома в ортофосфорной кислоте (25 мл  $\text{CrO}_3$  + 210 мл  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) при напряжении тока  $U=15$  В. Для выявления микроструктуры стали после старения проводили электролитическое травление образцов в том же растворе при напряжении тока  $U=20$  В.

Структуру протравленных образцов изучали при помощи металлографического оптического микроскопа «Альтами МЕТ 1С» с цифровой фотокамерой. Средний размер зерен и объемную площадь зерен, претерпевших фазовый распад, определяли методом секущих по оптическим изображениям.

Электронно-микроскопические исследования проводили с использованием просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) Теспаи G2 FEI при ускоряющем напряжении 200 кВ. Фольги для электронно-микроскопических исследований утоняли струйной полировкой в приборе TinuPol-5.

Таблица 1. Химический состав высокоазотистой аустенитной стали  
Table 1. Chemical composition of high-nitrogen austenitic steel

Сталь	Легирующий элемент, мас. % (Fe – ост.)					
	Cr	Mn	V	Ni	C	N
Fe-Cr-Mn-C-N	23	17	0,04	0,18	0,1	0,6

Рентгеноструктурный и рентгенофазовый анализ проводили на дифрактометре Дрон-3 с использованием  $\text{Cu K}\alpha$  излучения в интервале углов  $2\theta = 35\div 100^\circ$ . Для определения параметра решетки использовали экстраполяционную функцию [14; 15]:

$$f(\theta) = 1/2(\cos^2 \theta / \sin \theta + \cos^2 \theta / \theta) .$$

Микротвердость стали в исходном состоянии и после старения измеряли на приборе Duramin 5 с нагрузкой 200 г и  $t=10$  с.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

На рис. 1 представлены рентгенограммы для исследуемой стали после закалки (исходное состояние) и после старения при температуре  $700^\circ\text{C}$ . В исходном состоянии после закалки исследуемая сталь имела структуру азотистого аустенита ( $\gamma_{\text{N1}}$ -фаза) с параметром решетки  $a=3,629 \text{ \AA}$ , а также содержала 18 %  $\delta$ -феррита с параметром решетки  $2,88 \text{ \AA}$ . Появление ферритной фазы обусловлено высоким содержанием Сг в составе стали [16].

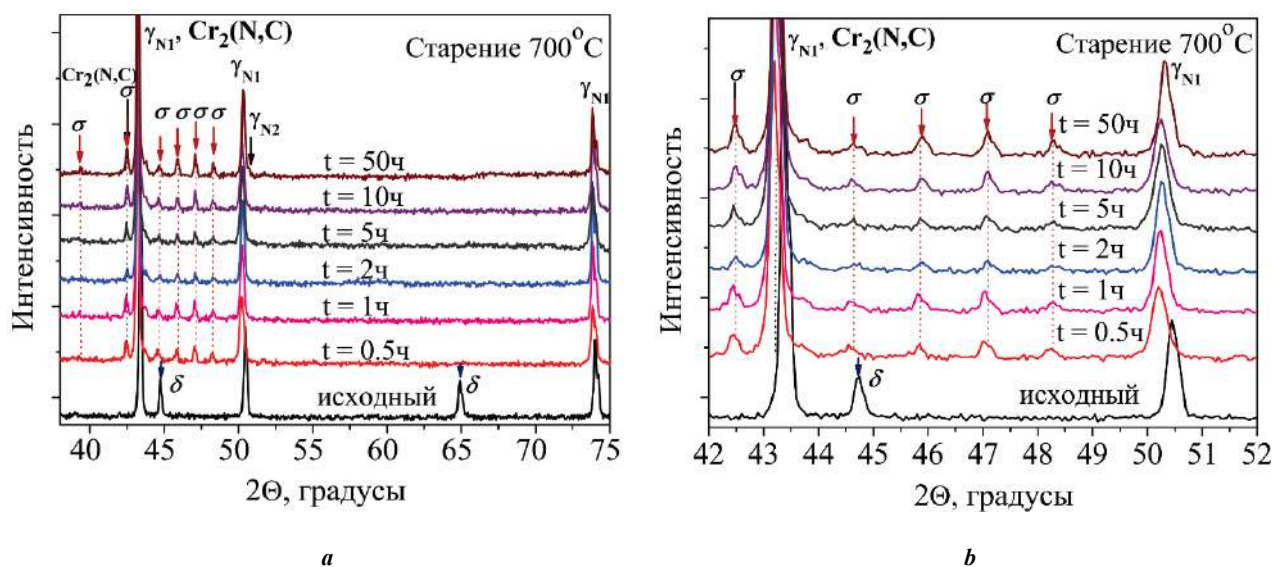
Старение при температуре  $700^\circ\text{C}$ , 30 мин вызывает исчезновение рентгеновской линии, соответствующей  $\delta$ -ферриту, и размытие линий аустенита в сторону меньших углов. При этом на рентгенограммах наблюдали появление рентгеновских линий с межплоскостными расстояниями, соответствующими  $\sigma$ -фазе и нитридам хрома  $\text{Cr}_2\text{N}$ . Это связано с распадом  $\delta$ -феррита в результате старения из-за его нестабильности к температурным воздействиям [16–18]. После старения при температуре  $700^\circ\text{C}$  с выдержкой от 30 мин до 50 ч на рентгенограммах идентифицируются отражения от ис-

ходной аустенитной фазы ( $\gamma_{\text{N1}}$ ), аустенита, обедненного атомами внедрения ( $\gamma_{\text{N2}}$ ), нитридов хрома  $\text{Cr}_2\text{N}$  и  $\sigma$ -фазы. С увеличением продолжительности старения при температуре  $700^\circ\text{C}$  увеличивается интенсивность линий, соответствующих  $\sigma$ -фазе и нитридам хрома  $\text{Cr}_2\text{N}$ .

После старения при температуре  $700^\circ\text{C}$ , независимо от его продолжительности, небольшая доля ферритной фазы присутствовала в структуре стали, но ее объемное содержание составляло менее 5 %. Наличие ферритной фазы после старения аустенитной стали может быть связано как с распадом аустенита и образованием феррита в обедненных по азоту областях аустенитной структуры, так и с присутствием остаточного  $\delta$ -феррита, не претерпевшего фазовый распад при старении.

Исследования зависимости параметра решетки аустенита от продолжительности старения при температуре  $700^\circ\text{C}$  методом рентгеноструктурного анализа показали, что с увеличением продолжительности старения он изменяется слабо, но имеет тенденцию к уменьшению (таблица 2). Этот эффект обусловлен обеднением твердого раствора аустенита по азоту и углероду в результате выделения частиц  $\text{Cr}_2\text{N}$ .

При исследованиях методом ПЭМ после старения при температуре  $700^\circ\text{C}$ , 0,5 ч наблюдали формирование мелкозернистых  $\sigma$ -фазы и аустенита в зернах  $\delta$ -феррита и ячейки распада на границах аустенитных зерен с образованием нитрида хрома по механизму прерывистого выделения (рис. 2). Структура носила смешанный характер. На металлографических изображениях видно, что границы зерен обладали повышенной травимостью (рис. 2 а, 2 б). С увеличением продолжительности старения, зерен аустенита, охваченных прерывистым распадом, становится больше. На металлографических



**Рис. 1.** Влияние продолжительности старения при температуре  $700^\circ\text{C}$  на рентгенограммы исследуемой стали в интервале  $2\theta$ : **a** –  $(35\text{--}95)^\circ$ ; **b** –  $(42\text{--}52)^\circ$   
**Fig. 1.** The influence of aging duration at the temperature of  $700^\circ\text{C}$  on the X-ray patterns of steel under the study in the interval of  $2\theta$ : **a** –  $(35\text{--}95)^\circ$ ; **b** –  $(42\text{--}52)^\circ$

**Таблица 2.** Параметр решетки ( $a$ ) аустенита и фазовый состав стали Fe-Cr-Mn-C-N в зависимости от продолжительности старения при температуре 700 °С  
**Table 2.** Lattice parameter ( $a$ ) of austenite and phase composition of Fe-Cr-Mn-C-N steel depending on aging duration at the temperature of 700 °C

Обработка		$a$ , Å	Фазовый состав (тип кристаллической решетки)
Закалка		3,6280	$\gamma_{N1}$ -Fe (гцк); $\delta$ -Fe (оцк)
Старение, 700 °С, ч	0,5	3,6282	$\gamma_{N1}$ -Fe (гцк); $\gamma_{N2}$ -Fe (гцк) $\delta(\alpha)$ -Fe (оцк/оцт); Cr <sub>2</sub> N (гпу); $\sigma$ -фаза(тетрагон.)
	1	3,6285	
	2	3,6268	
	5	3,6258	
	10	3,6262	
	50	3,6273	

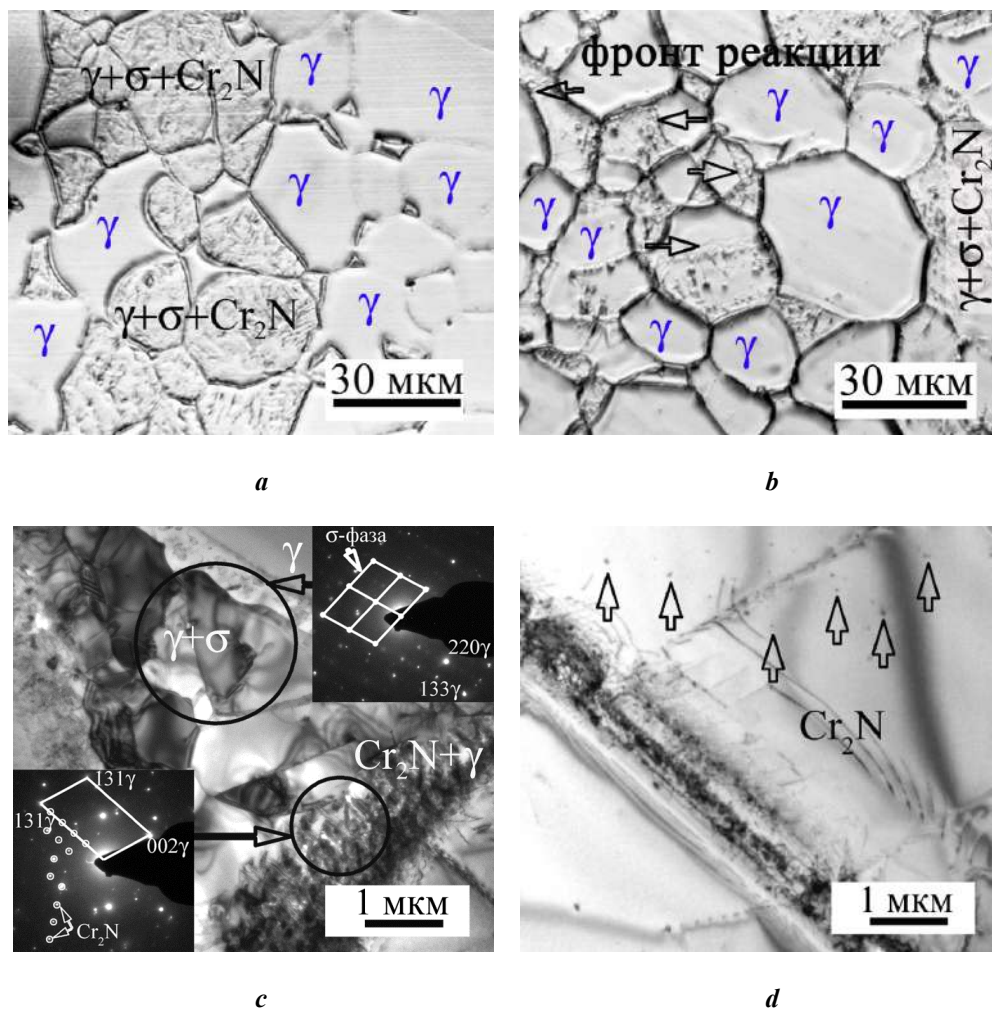
снимках и ПЭМ-изображениях (рис. 2) видно, что фронт прерывистого распада распространяется от границ аустенитного зерна и постепенно распространяется по зерну до тех пор, пока оно не станет заполнено пластинами нитрида хрома. Морфология таких выделений схожа со структурой перлита в углеродистых сталях и получила название «азотистый перлит» [1].

На рис. 3 представлена зависимость объемной доли зерен, претерпевших фазовый распад, от продолжительности старения при 700 °С. Зависимость на рис. 3 отражает кинетику процесса старения. Старение при температуре 700 °С при малых продолжительностях старения способствует быстрому увеличению доли превращенного объема материала, что в большой степени связано с распадом высокотемпературного феррита, объемная доля которого после закалки составляла 18 % (была определена по металлографическим шлифам). После завершения распада  $\delta$ -феррита скорость превращения уменьшается, и она определяется преимущественно прерывистым распадом аустенита с образованием нитридов хрома. При этом полного распада аустенита не происходит даже после 50-часовой выдержки.

Авторы [19; 20] полагают, что миграция границ зерен приводит к выделению ячеек Cr<sub>2</sub>N по прерывистому механизму и движущей силой процесса является разница химических потенциалов претерпевшего и не претерпевшего фазовый переход аустенита. С другой точки зрения, прерывистые выделения Cr<sub>2</sub>N появляются в результате диффузии азота от нераспавшегося аустенита к ячейке выделения. Авторы [21] полагают, что выделения Cr<sub>2</sub>N по прерывистому механизму контролируются диффузией атомов хрома на малые расстояния и диффузией азота на большие расстояния. Согласно экспериментальным данным об изменении параметра решетки, о закономерностях зарождения и роста второй фазы, наиболее вероятным механизмом зарождения и роста выделений Cr<sub>2</sub>N является диффузия азота и хрома. В силу того, что скорость диффузии хрома намного меньше, чем скорость диффузии азота, зарождение выделений Cr<sub>2</sub>N контролируется прежде всего диффузией хрома.

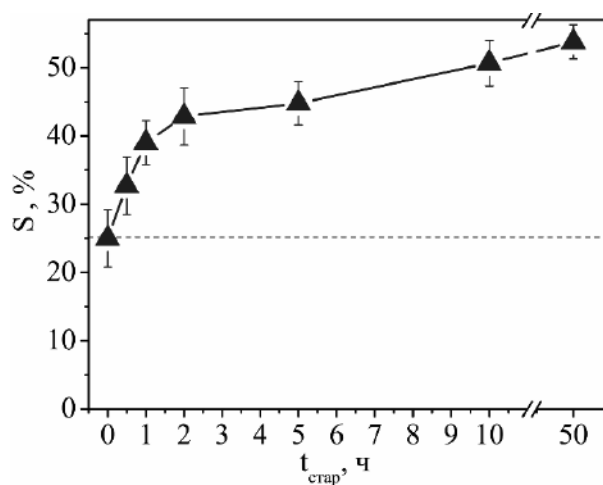
Образование ячеек Cr<sub>2</sub>N вызывает уменьшение концентрации Cr и N в приграничной области выделения; таким образом, обедненные области между двумя зародышами Cr<sub>2</sub>N представляют собой аустенит  $\gamma_{N2}$ , отличный от  $\gamma_{N1}$  в закаленном кристалле и  $\gamma_{N1}$  в зернах, не претерпевших фазовый распад. Рост ячеек в результате миграции их границ происходит за счет роста выделений Cr<sub>2</sub>N в продольном направлении. С увеличением продолжительности старения диффузия азота и хрома становится сложнее (из-за увеличения расстояния для диффузии и уменьшения градиента концентрации элементов вблизи ячеек) и рост выделений Cr<sub>2</sub>N в продольном направлении замедляется. Этот эффект подтверждается данными зависимости объемной доли зерен, претерпевших фазовый распад с образованием  $\sigma$ -фазы и Cr<sub>2</sub>N ( $Z_2$ ), от продолжительности старения. После 10 ч старения рост доли  $Z_2$  замедляется.

Последовательность фазовых и структурных превращений при старении определяет изменение микротвердости исследуемой стали. На рис. 4 изображен график зависимости микротвердости от продолжительности старения при температуре 700 °С. В исходном состоянии микротвердость стали составляла 3,09±0,08 ГПа. После старения микротвердость в зернах, претерпевших фазовый распад ( $Z_2$ ) ( $\gamma_{N1}$ -Fe+ $\sigma$ -фаза+Cr<sub>2</sub>N+ $\gamma_{N2}$ -Fe+ $\delta$ -феррит), существенно выше, чем в однофазных зернах азотистого аустенита ( $Z_1$ ) ( $\gamma_{N1}$ -Fe). Значения микротвердости с увеличением продолжительности старения изменяются немонотонно. Старение в течение 1 ч сопровождается сильным увеличением микротвердости в зернах, претерпевших распад в результате формирования интерметаллидной  $\sigma$ -фазы и дисперсионного твердения. Дальнейшее уменьшение микротвердости при старении более 2 ч связано с процессами огрубления и коагуляции дисперсных фаз. После старения наблюдали небольшое увеличение микротвердости в аустенитных зернах, не претерпевших распад. Вероятно, это обусловлено эффектами предвыделений и непрерывного (гомогенного) выделения нитридов хрома в них.

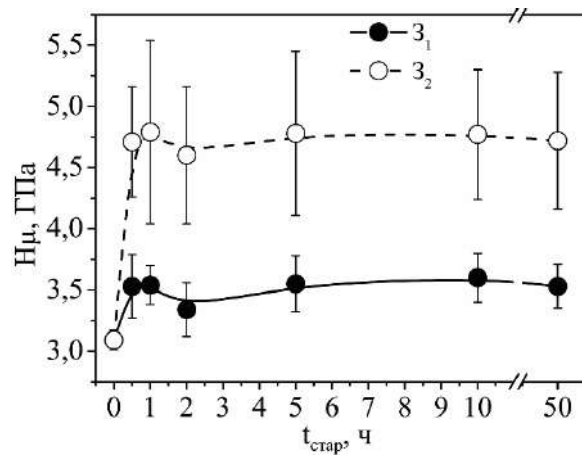


**Рис. 2.** Изображения протравленных поверхностей образцов, полученные методом световой микроскопии (a, b), и светл-польные ПЭМ-изображения (c, d) микроструктуры стали Fe-Cr-Mn-0,1C-N после старения при температуре 700 °C в течение: a – 0,5 ч; b – 50 ч; c, d – 10 ч

**Fig. 2.** Images of etched surfaces of specimens produced by the light microscopy technique (a, b) and bright-field electron transmission microscopy images (c, d) of microstructure of Fe-Cr-Mn-0.1C-N steel after aging at the temperature of 700 °C during: a – 0.5 h; b – 50 h; c, d – 10 h



**Рис. 3.** Зависимость объемной доли зерен, претерпевших фазовый распад, от продолжительности старения при температуре 700 °C  
**Fig. 3.** The dependence of volume fraction of grains subjected to phase decomposition on the aging duration at the temperature of 700 °C



**Рис. 4.** Зависимость значений микротвердости Fe-Cr-Mn-N стали от продолжительности старения при температуре 700 °С  
**Fig. 4.** The dependence of microhardness values of Fe-Cr-Mn-N steel on the aging duration at the temperature of 700 °С

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

В результате старения при температуре 700 °С выявлены следующие закономерности эволюции фазового состава и микроструктуры высокоазотистой стали Fe-Cr-Mn-C-N. При малой продолжительности старения (0,5 ч) наблюдали распад δ-феррита, в результате которого образовалась σ-фаза и аустенит. Одновременно с этим процессом происходило формирование ячеек прерывистого распада по границам аустенитных зерен – частиц на основе нитрида хрома Cr<sub>2</sub>N и аустенита, обедненного по атомам внедрения. При увеличении продолжительности старения наблюдали рост ячеек распада в аустенитных зернах и формирование смешанной структуры, включающей зерна аустенита, претерпевшие прерывистый распад, нераспавшиеся зерна аустенита с дисперсионным твердением по непрерывному механизму и зерна с σ-фазой и аустенитом, образовавшимися в результате распада δ-феррита.

Измерение микротвердости состаренных при температуре 700 °С образцов стали показало, что в результате старения образуется гетерогенная по прочностным свойствам микроструктура. Значения микротвердости зерен, претерпевших фазовый распад, выше (4,5–4,7 ГПа) в сравнении с зернами, в которых распад не произошел (3,5–3,7 ГПа). После старения при 0,5–1 ч наблюдали максимальное значение микротвердости для обоих типов зерен, в результате обильного выделения дисперсных частиц Cr<sub>2</sub>N и интерметаллидной σ-фазы.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Berns H., Gavriljuk V., Riedner S. High interstitial stainless austenitic steels. Berlin: Springer-Verlag, 2013. 170 p.
- Rashev T.V., Eliseev A.V., Zhekova L.T., Bogeov P.V. High-Nitrogen Steel // Steel in Translation. 2019. Vol. 49. № 7. P. 433–439.
- Wang S., Yang K., Shan Y., Laifeng L. Plastic deformation and fracture behaviors of nitrogen-alloyed austenitic stainless steels // Materials Science and Engineering: A. 2008. Vol. 490. № 1-2. P. 95–104.
- Mullner P., Solenthaler C., Uggowitz P., Speidel M.O. On the effect of nitrogen on the dislocation structure of austenitic stainless steel // Materials Science and Engineering: A. 1993. Vol. 164. № 1-2. P. 164–169.
- Gavrilyuk V., Petrov Yu., Shanina B. Effect of nitrogen on the electron structure and stacking fault energy in austenitic steels // Scripta Materialia. 2006. Vol. 55. № 6. P. 537–540.
- Баннх И.О., Севостьянов М.А., Пруцков М.Е. Исследование влияния термической обработки на механические свойства и структуру высокоазотистой аустенитной стали 02X20AG10H4MФБ // Металлы. 2016. № 4. С. 39–44.
- Макаров А.В., Лучко С.Н., Шабашов В.А., Волкова Е.Г., Осинцева А.Л., Заматовский А.Е., Литвинов А.В., Сагарадзе В.В. Структурно-фазовые превращения и микромеханические свойства высокоазотистой аустенитной стали, деформированной сдвигом под давлением // Физика металлов и металлостроение. 2017. Т. 118. № 1. С. 55–68.
- Kartik B., Veerababu R., Sundararaman M., Satyanarayana D.V.V. Effect of high temperature ageing on microstructure and mechanical properties of a nickel-free high nitrogen austenitic stainless steel // Material Science and Engineering: A. 2015. Vol. 642. P. 288–296.
- Li H.B., Jiang Z.-H., Feng H., Ma Q.-F., Zhan D.-P. Aging Precipitation behavior of 18Cr-16Mn-2Mo-1.1N High Nitrogen Austenitic Stainless Steel and Its Influences on Mechanical Properties // Journal of Iron and Steels Research International. 2012. Vol. 19. № 6. P. 43–51.
- Pettersson N., Frisk K., Fluch R. Experimental and computational study of nitride precipitation in a CrMnN austenitic stainless steel // Material Science and Engineering: A. 2017. Vol. 684. P. 435–441.

11. Vanderschaeve F., Taillard R., Foct J. Discontinuous precipitation of Cr<sub>2</sub>N in a high nitrogen, chromium-manganese austenitic stainless steel // *Journal of Materials Science*. 1995. Vol. 30. № 23. P. 6035–6046.
12. Panchenko M.Yu., Maier G.G., Tumbusova I.A., Astafurov S.V., Melnikov E.V., Moskvina V.A., Burlachenko A.G., Mirovoy Y.A., Mironov Y.P., Galchenko N.K., Astafurova E.G. The effect of age-hardening mechanism on hydrogen embrittlement in high-nitrogen steels // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2019. Vol. 44. № 36. P. 20529–20544.
13. Maier G., Astafurova E., Moskvina V., Melnikov E., Astafurov S.V., Tumbusova I., Fortuna A., Panchenko M., Mironov Y., Mirovoy Y., Galchenko N. Effect of age hardening on phase composition and microhardness of V-free and V-alloyed high-nitrogen austenitic steels // *AIP Conference Proceedings*. 2018. Vol. 2051. P. 020183-1–020183-5.
14. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. М.: МИСИС, 2002. 360 с.
15. Тейлор А. Рентгеновская металлография. М.: Металлургия, 1965. 663 с.
16. Hsieh C.-C., Wu W. Overview of Intermetallic Sigma ( $\sigma$ ) Phase Precipitation in Stainless Steels // *ISRN Metallurgy*. 2012. Vol. 2012. Art. ID 732471. DOI: 10.5402/2012/732471.
17. Sourmail T. Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels // *Materials Science and Technology*. 2001. Vol. 17. № 1. P. 1–14.
18. Ma Y.-X., Rong F., Zhou R., Lang Y.-P., Jiang Y.-H. Study on precipitation of high nitrogen containing austenitic stainless steel during isothermal aging at intermediate temperature // *Proceeding of Sino-Swedish Structural Materials Symposium*. 2007. Vol. 14. № 5. P. 344–349.
19. Knutsen R.D., Lang C.I., Basson J.A. Discontinuous cellular precipitation in Cr-Mn-N steel with niobium and vanadium additional // *Acta Materialia*. 2004. Vol. 52. № 8. P. 2407–2417.
20. Shi F., Wang L.-J., Cui W.-F., Liu C.-M. Precipitation kinetics of Cr<sub>2</sub>N in high nitrogen austenitic stainless steel // *Journal of Iron and Steel Research*. 2008. Vol. 15. № 6. P. 72–77.
21. Santhi Srinivas N.C., Kutumbarao V.V. On the discontinuous precipitation of Cr<sub>2</sub>N in Cr-Mn-N austenitic stainless steels // *Scripta materialia*. 1997. Vol. 37. № 3. P. 285–291.
22. Berns H., Gavriljuk V., Riedner S. *High interstitial stainless austenitic steels*. Berlin, Springer-Verlag, 2013. 170 p.
23. Rashev T.V., Eliseev A.V., Zhekova L.T., Boge P.V. High-Nitrogen Steel. *Steel in Translation*, 2019, vol. 49, no. 7, pp. 433–439.
24. Wang S., Yang K., Shan Y., Laifeng L. Plastic deformation and fracture behaviors of nitrogen-alloyed austenitic stainless steels. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, vol. 490, no. 1-2, pp. 95–104.
25. Mullner P., Solenthaler C., Uggowitz P., Spei del M.O. On the effect of nitrogen on the dislocation structure of austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 1993, vol. 164, no. 1-2, pp. 164–169.
26. Gavriljuk V., Petrov Yu., Shanina B. Effect of nitrogen on the electron structure and stacking fault energy in austenitic steels. *Scripta Materialia*, 2006, vol. 55, no. 6, pp. 537–540.
27. Bannykh I.O., Sevost'yanov M.A., Prutskov M.E. Effect of heat treatment on the mechanical properties and the structure of a high-nitrogen austenitic O2Kh20AG10N4MFB steel. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2016, vol. 2016, no. 7, pp. 613–618.
28. Makarov A.V., Luchko S.N., Shabashov V.A., Volkova E.G., Zamatovskii A.E., Litvinov A.V., Sagaradze V.V., Osintseva A.I. Structural and phase transformations and micromechanical properties of the high-nitrogen steel deformed by shear under pressure. *The physics of metals and metallography*, 2017, vol. 118, no. 1, pp. 52–64.
29. Kartik B., Veerababu R., Sundararaman M., Satyanarayana D.V.V. Effect of high temperature ageing on microstructure and mechanical properties of a nickel-free high nitrogen austenitic stainless steel. *Material Science and Engineering: A*, 2015, vol. 642, pp. 288–296.
30. Li H.B., Jiang Z.-H., Feng H., Ma Q.-F., Zhan D.-P. Aging Precipitation behavior of 18Cr-16Mn-2Mo-1.1N High Nitrogen Austenitic Stainless Steel and Its Influences on Mechanical Properties. *Journal of Iron and Steels Research International*, 2012, vol. 19, no. 6, pp. 43–51.
31. Pettersson N., Frisk K., Fluch R. Experimental and computational study of nitride precipitation in a CrMnN austenitic stainless steel. *Material Science and Engineering: A*, 2017, vol. 684, pp. 435–441.
32. Vanderschaeve F., Taillard R., Foct J. Discontinuous precipitation of Cr<sub>2</sub>N in a high nitrogen, chromium-manganese austenitic stainless steel. *Journal of Materials Science*, 1995, vol. 30, no. 23, pp. 6035–6046.
33. Panchenko M.Yu., Maier G.G., Tumbusova I.A., Astafurov S.V., Melnikov E.V., Moskvina V.A., Burlachenko A.G., Mirovoy Y.A., Mironov Y.P., Galchenko N.K., Astafurova E.G. The effect of age-hardening mechanism on hydrogen embrittlement in high-nitrogen steels. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2019, vol. 44, no. 36, pp. 20529–20544.
34. Maier G., Astafurova E., Moskvina V., Melnikov E., Astafurov S.V., Tumbusova I., Fortuna A., Panchenko M., Mironov Y., Mirovoy Y., Galchenko N. Effect of age hardening on phase composition and microhardness of V-free and V-alloyed high-nitrogen austenitic steels. *AIP Conference Proceedings*, 2018, vol. 2051, pp. 020183-1–020183-5.
35. Gorelik S.S., Skakov Yu.A., Rastorguev L.N. *Rentgenograficheskiy i elektronno-opticheskiy analiz [X-ray and electron-optical analysis]*. Moscow, MISIS Publ., 2002. 360 p.
36. Teylor A. *Rentgenovskaya metallografiya [X-ray metallography]*. Moscow, Metallurgiya Publ., 1965. 663 p.
37. Hsieh C.-C., Wu W. Overview of Intermetallic Sigma ( $\sigma$ ) Phase Precipitation in Stainless Steels. *ISRN Metallurgy*, 2012, vol. 2012, art. ID 732471. DOI: 10.5402/2012/732471.
38. Sourmail T. Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels. *Materials Science and Technology*, 2001, vol. 17, no. 1, pp. 1–14.

## REFERENCES

1. Berns H., Gavriljuk V., Riedner S. *High interstitial stainless austenitic steels*. Berlin, Springer-Verlag, 2013. 170 p.
2. Rashev T.V., Eliseev A.V., Zhekova L.T., Boge P.V. High-Nitrogen Steel. *Steel in Translation*, 2019, vol. 49, no. 7, pp. 433–439.
3. Wang S., Yang K., Shan Y., Laifeng L. Plastic deformation and fracture behaviors of nitrogen-alloyed austenitic stainless steels. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, vol. 490, no. 1-2, pp. 95–104.
4. Mullner P., Solenthaler C., Uggowitz P., Spei del M.O. On the effect of nitrogen on the dislocation structure of

18. Ma Y.-X., Rong F., Zhou R., Lang Y.-P., Jiang Y.-H. Study on precipitation of high nitrogen containing austenitic stainless steel during isothermal aging at intermediate temperature. *Proceeding of Sino-Swedish Structural Materials Symposium*, 2007, vol. 14, no. 5, pp. 344–349.
19. Knutsen R.D., Lang C.I., Basson J.A. Discontinuous cellular precipitation in Cr-Mn-N steel with niobium and vanadium additional. *Acta Materialia*, 2004, vol. 52, no. 8, pp. 2407–2417.
20. Shi F., Wang L.-J., Cui W.-F. Liu C.-M. Precipitation kinetics of Cr<sub>2</sub>N in high nitrogen austenitic stainless steel. *Journal of Iron and Steel Research*, 2008, vol. 15, no. 6, pp. 72–77.
21. Santhi Srinivas N.C., Kutumbarao V.V. On the discontinuous precipitation of Cr<sub>2</sub>N in Cr-Mn-N austenitic stainless steels. *Scripta materialia*, 1997, vol. 37, no. 3, pp. 285–291.

## The influence of age hardening on microstructure, phase composition, and microhardness of high-nitrogen austenitic steel

© 2020

**Irina A. Tumbusova**<sup>\*1,2,3</sup>, student, engineer of Laboratory of Physics of Structural Transformations

**Galina G. Maier**<sup>2,4</sup>, PhD (Physics and Mathematics),

researcher of Laboratory of Physics of Structural Transformations

**Marina Yu. Panchenko**<sup>2,5</sup>, postgraduate student,

junior researcher of Laboratory of Local Metallurgy in Additive Technologies

**Valentina A. Moskvina**<sup>2,6</sup>, postgraduate student,

junior researcher of Laboratory of Local Metallurgy in Additive Technologies

**Evgeny V. Melnikov**<sup>2,7</sup>, junior researcher of Laboratory of Local Metallurgy in Additive Technologies

**Sergey V. Astafurov**<sup>2,8</sup>, PhD (Physics and Mathematics),

senior researcher of Laboratory of Physics of Structural Transformations

**Elena G. Astafurova**<sup>2,9</sup>, Doctor of Science (Physics and Mathematics),

leading researcher of Laboratory of Physics of Structural Transformations

<sup>1</sup>Tomsk Polytechnic University, Tomsk (Russia)

<sup>2</sup>Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, Tomsk (Russia)

\*E-mail: [tumbusova031098@mail.ru](mailto:tumbusova031098@mail.ru)

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6793-4324>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3043-9754>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0236-2227>

<sup>6</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6128-484X>

<sup>7</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8238-6055>

<sup>8</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3532-3777>

<sup>9</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1995-4205>

**Abstract:** The authors studied the effect of duration of age hardening at the temperature of 700 °C on the microstructure, phase composition and microhardness of high-nitrogen Fe-23Cr-17Mn-0.1C-0.6N (wt. %) steel. The study showed that age hardening at the temperature of 700 °C for half an hour causes the complex of phase transformations: the decomposition of δ-ferrite (with the formation of σ-phase and austenite) and the formation of cells of discontinuous decomposition on the austenitic grains boundaries (the formation of particles based on the chromium nitride Cr<sub>2</sub>N and the depletion of austenite by interstitials). After age hardening for more than 10 hours, besides the discontinuous decomposition of austenitic grains, a homogeneous (continuous) precipitation of chromium nitride occurs in those austenitic grains, which have not undergone discontinuous decomposition in the initial stages of aging. With an increase in the aging duration up to 50 hours, the authors observed the growth of decomposition cells in austenitic grains and the formation of mixed structure. Such structure consisted of austenite grains, which underwent discontinuous decomposition with the formation of lamellar precipitations of chromium nitride in austenite; austenitic grains with the dispersed particles formed by the mechanism of continuous decomposition; and the grains with σ-phase, chromium nitrides, and austenite formed as a result of the high-temperature ferrite decomposition during aging. The aging caused the increase in the microhardness, which value depends on the mechanism of precipitation hardening – continuous or discontinuous decomposition in austenite or the precipitation of intermetallic σ-phase and chromium nitrides plates in the grains of high-temperature ferrite.

**Keywords:** high-nitrogen steel; Fe-23Cr-17Mn-0.1C-0.6N; age hardening; σ-phase; Cr<sub>2</sub>N; austenite; precipitation hardening; microhardness.

**Acknowledgements:** This work was supported by the Russian Science Foundation (grant of RSF № 17-19-01197).

The paper was written on the reports of the participants of the IX International School of Physical Materials Science (SPM-2019) with elements of a scientific school for young adults, Togliatti, September 9–13, 2019.

**For citation:** Tumbusova I.A., Maier G.G., Panchenko M.Yu., Moskvina V.A., Melnikov E.V., Astafurov S.V., Astafurova E.G. The influence of age hardening on microstructure, phase composition, and microhardness of high-nitrogen austenitic steel. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2020, no. 2, pp. 74–81. DOI: 10.18323/2073-5073-2020-2-74-81.