

## Исследование прочностных и пластических характеристик композиционных слоев в аустенитной нержавеющей стали, подвергнутой ионно-плазменной обработке, методом наноиндентирования

© 2020

*Загibalова Елена Андреевна*<sup>\*1,2,4</sup>, студент, инженер

*Москвина Валентина Александровна*<sup>2,5</sup>, аспирант, младший научный сотрудник

*Астафуров Сергей Владимирович*<sup>2,6</sup>, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник

*Майер Галина Геннадьевна*<sup>2,7</sup>, кандидат физико-математических наук, научный сотрудник

*Мельников Евгений Васильевич*<sup>2,8</sup>, младший научный сотрудник

*Панченко Марина Юрьевна*<sup>2,9</sup>, аспирант, младший научный сотрудник

*Рамазанов Камилъ Нуруллаевич*<sup>3,10</sup>, доктор технических наук, профессор

*Астафурова Елена Геннадьевна*<sup>2,11</sup>, доктор физико-математических наук, доцент, ведущий научный сотрудник

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

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

<sup>3</sup>Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа (Россия)

\*E-mail: zagibalova-lena99@mail.ru

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2079-7198>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6128-484X>

<sup>6</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3532-3777>

<sup>7</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3043-9754>

<sup>8</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8238-6055>

<sup>9</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0236-2227>

<sup>10</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7962-5964>

<sup>11</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1995-4205>

**Аннотация:** Одна из основных проблем аустенитных нержавеющей сталей – низкие прочностные свойства и износостойкость – может быть частично или полностью устранена путем модификации поверхности изделий и создания упрочненных поверхностных слоев. Доступным и эффективным методом поверхностного упрочнения сложных деталей конструкций является ионно-плазменное насыщение сплавов атомами внедрения, которое проводится в смеси газов различного состава. При этом механические и пластические свойства обработанных материалов определяются комплексом свойств базового сплава и упрочненной поверхности, и определить их влияние на механические и пластические свойства каждого из составляющих композиционного материала не всегда возможно. Метод наноиндентирования позволяет установить локальные механические и пластические характеристики отдельных областей упрочненных материалов (базового сплава и поверхности) путем приложения нагрузки на локальные участки микроскопического объема. В работе с использованием метода наноиндентирования были установлены механические и пластические характеристики упрочненных слоев, полученных при ионно-плазменной обработке образцов аустенитной нержавеющей стали 01X17H13M3 с зеренно-субзеренной и крупнозернистой структурой. Ионно-плазменная обработка стальных образцов способствовала поверхностному упрочнению и образованию композиционного поверхностного слоя толщиной  $\approx 20\text{--}25$  мкм. Высокие показатели значения нано твердости в композиционном слое обусловлены комплексным упрочнением образцов: твердорастворным упрочнением аустенита азотом и углеродом, дисперсионным твердением и образованием нитридов и карбонитридов различного состава, а также малой долей феррита. Экспериментально показано, что прочностные свойства и пластические характеристики такого слоя существенным образом зависят от исходной микроструктуры базового материала – формирование высокодефектной зеренно-субзеренной структуры способствует образованию более прочного поверхностного слоя по сравнению с крупнозернистыми образцами.

**Ключевые слова:** аустенитная сталь; ионно-плазменная обработка; наноиндентирование; метод Оливера – Фарра; пластические характеристики; нано твердость; сталь 01X17H13M3.

**Благодарности:** Работа выполнена при поддержке стипендии Президента РФ (СП-14.2019.1).

Исследования проведены с использованием оборудования центра коллективного пользования «Нанотех» ИФПМ СО РАН.

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:** Загibalова Е.А., Москвина В.А., Астафуров С.В., Майер Г.Г., Мельников Е.В., Панченко М.Ю., Рамазанов К.Н., Астафурова Е.Г. Исследование прочностных и пластических характеристик композиционных слоев в аустенитной нержавеющей стали, подвергнутой ионно-плазменной обработке, методом наноиндентирования // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2020. № 1. С. 32–40. DOI: 10.18323/2073-5073-2020-1-32-40.

## ВВЕДЕНИЕ

Аустенитные нержавеющие стали востребованы в современной промышленности из-за их высокой пластичности, формовости и коррозионной стойкости. Несмотря на это, аустенитные нержавеющие стали имеют недостаточную износостойкость и поверхностную твердость. С помощью термической обработки данные недостатки сталей не устраняются [1–3]. Для повышения их прочностных свойств применяют пластическую деформацию в совокупности с термической обработкой, дисперсионное твердение или легирование [3–5]. Наряду с этим, перспективным методом, позволяющим улучшить поверхностные свойства аустенитных нержавеющих сталей, является поверхностное упрочнение атомами внедрения (азотом, углеродом, бором) – азотирование, карбидизация, нитроцементация и борирование [6–8]. Эти обработки способствуют модификации структуры и фазового состава поверхностного слоя упрочняемого сплава и улучшению его физико-механических и эксплуатационных свойств [9–11]. Применение ионно-плазменных и электронно-лучевых технологий позволяет существенно повысить эффективность упрочнения по сравнению с традиционными обработками в газовой среде или соляной ванне [6–8].

W.J. Yang и соавторы в одной из своих работ [12] показали, что улучшать механические свойства аустенитных нержавеющих сталей и повышать их коррозионную стойкость эффективнее с помощью азотирования в плазме электронного пучка низкого давления по режиму: 400 °С, 1 ч. В результате данной обработки у нержавеющей стали AISI 316L в поверхностном слое происходит образование легированного азотом аустенита  $\gamma_N$  (S-фаза). Вследствие этого улучшились показатели износостойкости, коррозионной стойкости и поверхностной твердости стали (950 HV) [12]. Авторы [13] показали, что низкотемпературное азотирование (550 °С) образцов из нержавеющей стали AISI 316 в плазме электронного пучка приводит к образованию слоя, состоящего преимущественно из S-фазы, которая, в свою очередь, одновременно улучшает показатели поверхностной твердости (~1700 HV0,001) и коррозионной стойкости образцов [13].

Поверхностная твердость является локальной характеристикой упрочненного слоя, сформированного при ионно-плазменной обработке, и она существенным образом отличается от свойств базового материала. Она зависит от фазового состава и микроструктуры упрочненного слоя и важна для обоснования выбора материала для конструкций и изделий и режимов его обработки. Определение локальных микромеханических свойств поверхностных слоев осуществляют методом наноиндентирования, поскольку он позволяет измерить нанотвердость и модуль упругости (модуль Юнга) в микрометровом или нанометровом масштабе [14–16]. Для определения показателя нанотвердости используют различные методы наноиндентирования и приборы, которые позволяют производить непрерывное локальное измерение силового воздействия и глубины внедрения индентора в материал [14–16]. Полученные данные, в свою очередь, характеризуют деформационный отклик приповерхностных слоев материалов [14].

Расчет данных по нанотвердости преимущественно выполняется методом, предложенным в конце 1990-х гг. американскими учеными У. Оливером и Дж. Фарром [17]. При расчете значения нанотвердости при наноиндентировании важен показатель глубины контакта индентора с материалом. Суть метода заключается в расчете значений нанотвердости – определение отношения максимальной нагрузки при наноиндентировании к площади проекции контакта индентора с материалом [17]. Ввиду того, что в результате различного рода модификации поверхности металлов и сплавов в поверхностных слоях происходят структурно-фазовые превращения и формирование градиентных структур, метод локальной аттестации механических характеристик является эффективным способом определения свойств упрочненных слоев материалов. Например, в работе [18] С. Тромас и соавторы с применением метода наноиндентирования и оптической эмиссионной спектроскопии с тлеющим разрядом продемонстрировали влияние концентрации атомов азота на локальные механические свойства поверхностных слоев аустенитной нержавеющей стали 316L после плазменного азотирования при температуре 400 °С в течение 20 ч.

Цель работы – определение с помощью метода наноиндентирования механических и пластических характеристик поверхностных упрочненных слоев, полученных ионно-плазменной обработкой в аустенитной нержавеющей стали 01X17H13M3 с крупнозернистой и зеренно-субзеренной (деформационной) структурой.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве объекта исследования была выбрана стабильная аустенитная сталь 01X17H13M3 (Fe-16,8Cr-13,3Ni-2,7Mo-1,7Mn-0,6Si-0,01C мас. %). Две партии закаленных стальных заготовок были подвергнуты термо-механическим обработкам (ТМО) по следующим режимам: многоходовая холодная плоская прокатка со сменой направления деформации при каждом проходе, с суммарной степенью осадки  $\varepsilon \approx 80\%$  (ТМО-1); холодная плоская прокатка до степени осадки  $\varepsilon \approx 40\%$  с последующим пятичасовым отжигом в среде инертного газа при температуре 1050 °С и охлаждением в воду (ТМО-2). Для того, чтобы исключить влияние нагрева при ионно-плазменной обработке (ИПО) на структурно-фазовые превращения в ТМО-1 образцах, часть заготовок после прокатки были подвержены нагреву в течение 12 ч при температуре 540 °С (аналогично термообработке в процессе ИПО). После ТМО из заготовок вырезали образцы с линейными размерами 1,7×2,7×18 мм, далее их подвергали шлифованию на абразивных бумагах с разной зернистостью и электролитически полировали в растворе 50 г CrO<sub>3</sub> в 200 мл H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> при комнатной температуре. Стальные образцы были подвергнуты ИПО на модернизированной установке ЭЛУ-5 (Уфа). Обработку продолжительностью 12 ч проводили при температуре 540 °С в смеси газов Ar(70 %)+N<sub>2</sub>(25 %)+C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>(5 %), при давлении P=300 Па.

Микроструктуру полученных образцов после ТМО исследовали с помощью метода просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ, микроскоп JEM 2100) и оптической (световой) микроскопии (ОМ, микроскоп Altami MET 1C). Для изучения тонкой структуры

образцов (ПЭМ исследование) были подготовлены фольги для просвечивающего электронного микроскопа [19]. Для выявления микроструктуры образцы подвергали химическому травлению в смеси концентрированных азотной и соляной кислот. Средний размер зерна был определен с помощью метода секущих по оптическим изображениям.

Для построения профилей распределения нанотвердости по глубине образцы были вырезаны перпендикулярно ИПО поверхностям (поперечное сечение). Вырезанные образцы механически шлифовали и затем полировали на алмазных пастах до зеркального блеска. Наноиндентирование осуществляли с применением нанотвердомера CSEM Nano Hardness Tester с индентором Виккерса при нагрузке 3 мН. Обработку полученных данных осуществляли с применением методики расчета Оливера – Фарра [17]. Измерения проводили от обработанной поверхности к центру образцов. Значения нанотвердости образцов были рассчитаны по формуле

$$HV = \frac{P_{\max}}{A_c \cdot 9,81},$$

где  $HV$  – твердость стали по Виккерсу;

$P_{\max}$  – максимальная нагрузка;

$A_c$  – площадь контакта после снятия нагрузки [17].

Схема процесса нагружения с указанием параметров, характеризующих геометрию контакта индентора с материалом, приведена в работе [14].

## РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 представлены изображения микроструктуры аустенитной нержавеющей стали 01X17H13M3 после обработки в соответствии с режимами ТМО-1 и ТМО-2, полученные методом просвечивающей электронной микроскопии (рис. 1 а, 1 б) и световой микроскопии (рис. 1 с).

Режим ТМО-1 (прокатка до 80 %) способствовал формированию высоконеравновесной разориентированной зеренно-субзеренной структуры с высокой плотностью деформационных дефектов и границ различного типа: дислокации и их комплексы, субграницы, двойники и т. п. (рис. 1 а). Средний размер элементов структуры, определенный с помощью темнопольного ПЭМ анализа, составлял  $D=330\pm190$  нм. Нагрев образцов при температуре  $540^\circ\text{C}$  в течение 12 ч не приводит к существенным изменениям микроструктуры, фазовым превращениям или началу рекристаллизационных процессов в ней – по-прежнему наблюдается зеренно-субзеренная микроструктура субмикронного масштаба с высокой плотностью дефектов (рис. 1 б). Таким образом, продолжительное термическое воздействие при ТМО не сказывается на микроструктуре стальных образцов. Обработка по режиму ТМО-2 позволила сформировать равновесную крупнозернистую структуру в стали (рис. 1 с). Средний размер зерна составил  $d=70\pm18$  мкм.

На рис. 2 представлены диаграммы нагружения ТМО-1 и ТМО-2 стальных образцов. Максимальная глубина проникновения индентора в материал зависела от структуры, сформированной в результате термомеханических обработок по режимам ТМО-1 и ТМО-2. Из-

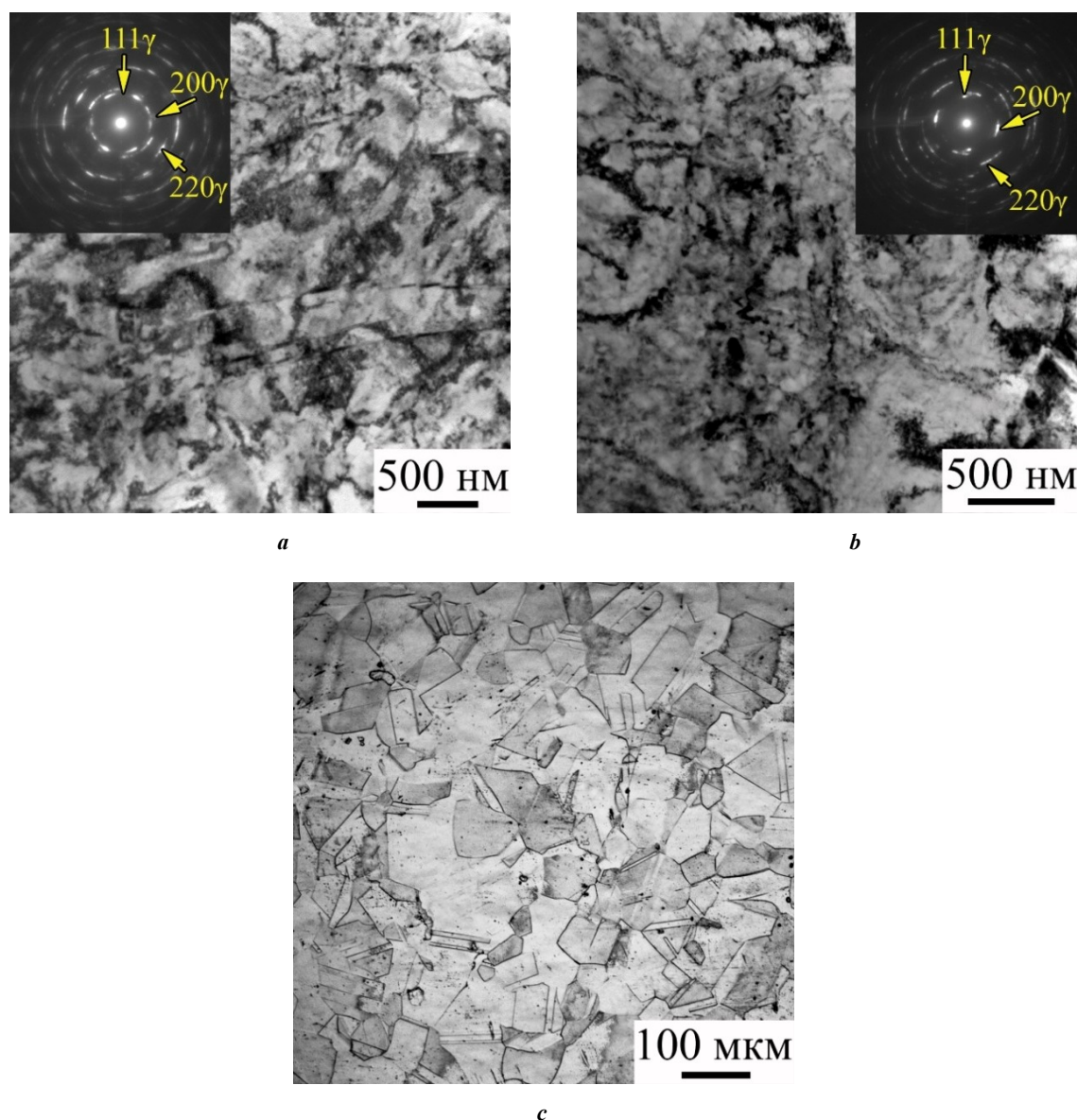
за различий в исходной микроструктуре стали после снятия нагрузки при наноиндентировании величины остаточной глубины отпечатков для двух режимов отличались в  $\approx 1,5$  раза (рис. 2).

Образцы с высокодефектной зеренно-субзеренной структурой обладают более высокими показателями нанотвердости ( $HV=5,1$  ГПа) по сравнению с образцами с крупнокристаллической структурой ( $HV=2,7$  ГПа). Это обусловлено наличием высокой плотности деформационно-индуцированных дефектов в стальных образцах в результате прокатки по режиму ТМО-1, в то время как ТМО-2 образцы обладают крупнокристаллической структурой с невысокой плотностью дефектов кристаллического строения.

Независимо от режима предшествующей ТМО на поверхности образцов, подвергнутых ионно-плазменной обработке в смеси газов аргона, азота и ацетилена, образуется гетерофазный композиционный слой толщиной  $\approx 20\text{--}25$  мкм, состоящий из легированного азотом и углеродом аустенита, феррита с твердорастворным упрочнением, нитридов и карбонитридов различного состава  $\text{Cr}(\text{N}, \text{C})$ ,  $\text{Fe}_4(\text{N}, \text{C})$  [20]. Изменение фазового состава при проведении поверхностной ИПО стальных образцов способствовало упрочнению их поверхностей [20]. На рис. 3 изображены профили распределения нанотвердости по глубине в композиционном слое, диффузионной зоне и матрице образцов после ИПО. Полученные композиционные слои обладают высокими показателями нанотвердости, однако для ТМО-1 образцов значения поверхностной твердости выше (23 ГПа), чем для ТМО-2 образцов (17 ГПа) (рис. 3). Нанотвердость зависит нелинейно от расстояния до обработанной поверхности в образцах с разной структурой.

На распределение нанотвердости по глубине стальных образцов после ИПО сильно влияет исходная микроструктура стали. ТМО-1 образцы имеют тонкий ( $\approx 5$  мкм) упрочненный подслои с высокими значениями нанотвердости. С увеличением расстояния от поверхности (ниже  $\approx 5$  мкм) значения нанотвердости быстро уменьшаются. Затем на глубине 5–25 мкм (в упрочненном слое) значения нанотвердости уменьшаются более плавно до величины, соответствующей диффузионной зоне. Для ТМО-2 образцов значения поверхностной нанотвердости в упрочненном слое ниже, чем в ТМО-1 образцах. Они снижаются постепенно и после достижения глубины  $\approx 5$  мкм имеют близкие значения к значениям образцов ТМО-1 (рис. 3). Для ТМО-1 образцов характерна более протяженная зона диффузионного насыщения (до  $\approx 150\text{--}200$  мкм) по сравнению с крупнозернистыми образцами, у которых она достигает  $\approx 50$  мкм [21]. Значения нанотвердости в диффузионной зоне не такие высокие, как в упрочненном композиционном слое, но они выше, чем в базовых ТМО-1 и ТМО-2 образцах (рис. 3).

На рис. 4 представлены диаграммы нагружения ТМО-1 и ТМО-2 образцов аустенитной нержавеющей стали после ИПО в зависимости от расстояния до обрабатываемой поверхности. Анализ диаграмм для ТМО-1 и ТМО-2 образцов после ИПО также позволяет выявить три характерные зоны: упрочненный слой, диффузионную зону и матрицу (рис. 4 а, 4 б). Сопоставление кривых нагрузки-разгрузки в упрочненном слое позволяет говорить о том, что в обоих режимах вид кривых примерно



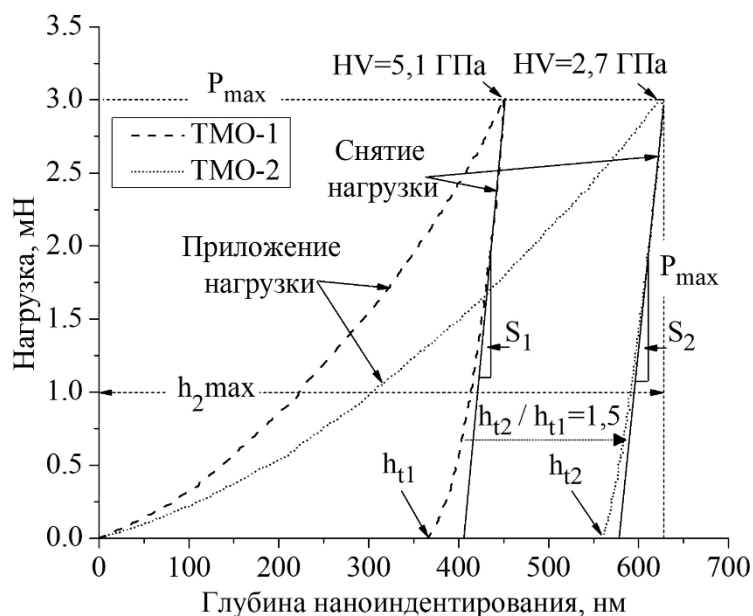
**Рис. 1.** Светлопольные ПЭМ-изображения (a, b) и соответствующие им микродифракционные (МД) картины (вклейки на a, b), металлографическое изображение микроструктуры (c) аустенитной нержавеющей стали 01X17H13M3 после обработок по режимам ТМО-1 (a), ТМО-1 с последующей выдержкой в течение 12 ч при температуре 540 °C (b) и ТМО-2 (c). МД-картины были получены с участков фольг площадью  $S=1,5 \text{ мкм}^2$

**Fig. 1.** Bright-field transmission electron microscopy images (a, b) and their corresponding micro-diffraction (MD) patterns (insertions on a, b), metallographic image of microstructure (c) of austenitic stainless CrNiMo steel after thermomechanical treatment by the modes TMT-1 (a), TMT-1 with the subsequent holding during 12 hours at the temperature of 540 °C (b) and TMT-2 (c). MD patterns were obtained from the foil lists with an area of  $S=1.5 \text{ μm}^2$

одинаков до глубины  $\approx 20 \text{ мкм}$  для ТМО-1 образцов и до глубины  $\approx 25 \text{ мкм}$  для ТМО-2 образцов (рис. 4 а, 4 б, 4 с), за исключением тонкого поверхностного 5-мкм слоя в ТМО-1 образцах (выделен прямоугольной областью на рис. 4 а). Как было описано выше, в этом подслое наблюдались максимальные значения нанотвердости. Для ТМО-2 образцов с крупнокристаллической структурой такого подслоя не наблюдали, и распределение кривых нагружения по глубине упрочненного слоя более однородное по мере продвижения к диффузионной

зоне. Для обоих типов образцов площадь под кривыми в упрочненном слое и в диффузионной зоне увеличивается по мере продвижения от композиционного слоя к аустенитной матрице (рис. 4 с, 4 д).

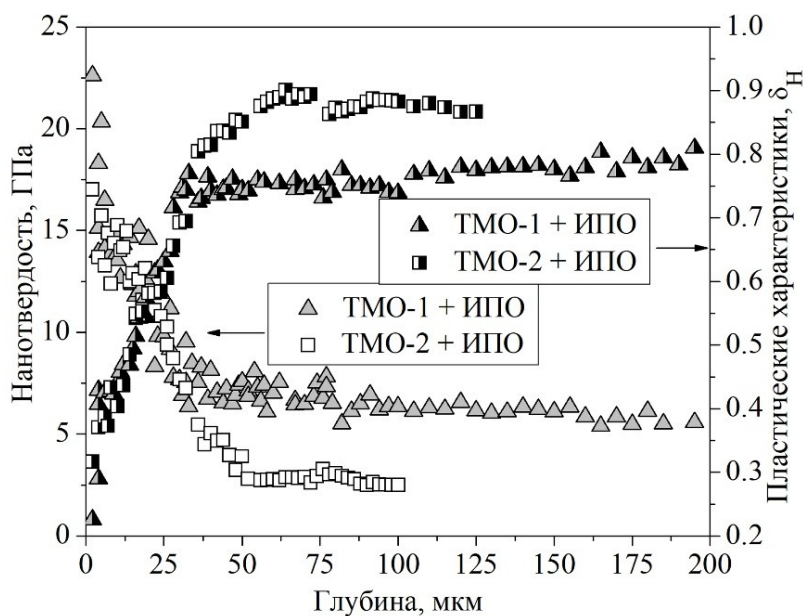
Высокие значения нанотвердости в упрочненном слое обусловлены комплексным упрочнением образцов: твердорастворным упрочнением аустенита азотом и углеродом, дисперсионным твердением и образованием нитридов и карбонитридов различного состава, феррита. Постепенное уменьшение значений нанотвердости



**Рис. 2.** Диаграммы нагружения образцов аустенитной стали после обработок по режимам ТМО-1 и ТМО-2.  $P_{max}$  – максимальное значение приложенной нагрузки для ТМО-1 и ТМО-2 образцов;  $h_{t1}$ ,  $h_{t2}$  – остаточные глубины отпечатков после снятия нагрузки для ТМО-1 и ТМО-2 образцов соответственно;  $h_{1max}$ ,  $h_{2max}$  – максимальные глубины проникновения индентора в ТМО-1 и ТМО-2 образцы соответственно;  $S_1$ ,  $S_2$  – величины жесткости контакта для ТМО-1 и ТМО-2 образцов соответственно [14]

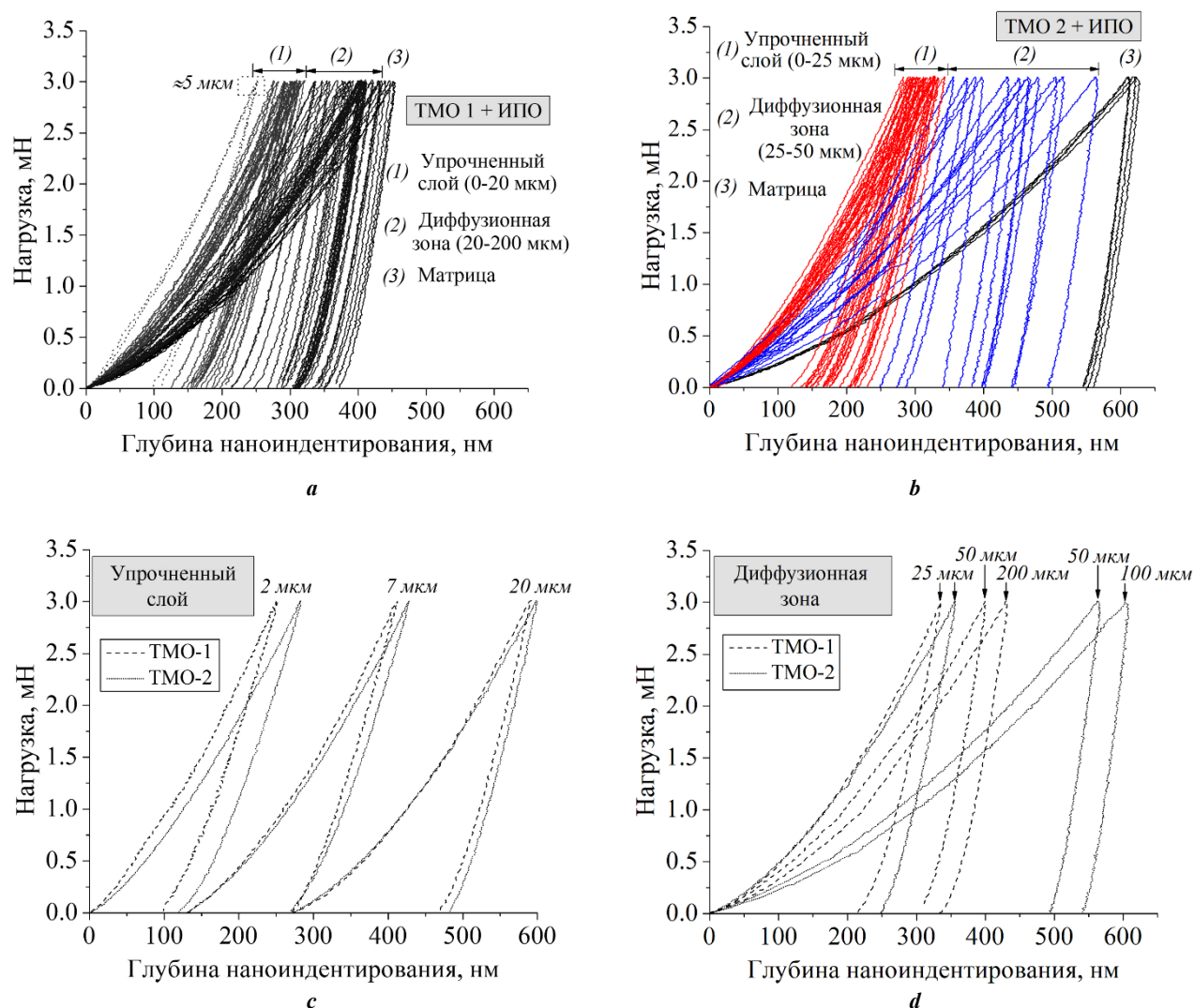
**Fig. 2.** Loading diagrams of austenitic steel specimens after treatment by the TMT-1 and TMT-2 modes.

$P_{max}$  – maximum value of applied load for TMT-1 and TMT-2 specimens;  $h_{t1}$ ,  $h_{t2}$  – residual depths of indentation after the load removal for TMT-1 and TMT-2 specimens respectively;  $h_{1max}$ ,  $h_{2max}$  – maximum depths of indenter penetration into the TMT-1 and TMT-2 specimens respectively;  $S_1$ ,  $S_2$  – contact rigidity values for the TMT-1 and TMT-2 specimens respectively [14]



**Рис. 3.** Профили распределения нанотвердости и пластических характеристик в композиционном слое, диффузионной зоне и матрице ТМО-1 и ТМО-2 образцов аустенитной стали после ИПО

**Fig. 3.** The profiles of distribution of nanohardness and plastic characteristics in the composite layer, diffusion zone, and matrix of TMT-1 and TMT-2 specimens of austenitic steel after the ion-plasma treatment



**Рис. 4.** Диаграммы нагружения образцов ТМО-1 (а) и ТМО-2 (б) после ионно-плазменной обработки (измерения проводили от обработанной поверхности вглубь образцов) в зависимости от расстояния до обрабатываемой поверхности; диаграммы нагружения образцов, характеризующие упрочненный слой (с) и диффузионную зону (д) ТМО-1 и ТМО-2 образцов

**Fig. 4.** Loading diagrams of TMT-1 (a) and TMT-2 (b) specimens after the ion-plasma treatment (the measurements were carried out from the treated surface into the depth of specimens) depending on the distance to the processed surface; specimen loading diagrams characterizing the hardened layer (c) and the diffusion zone (d) of the TMT-1 and TMT-2 specimens

и увеличение площади под кривыми нагружения возникает в результате того, что по мере удаления от поверхностного композиционного слоя вглубь образца влияние дисперсионного твердения уменьшается и превалирует твердорастворное упрочнение (диффузионная зона) [21]. Большая плотность дефектов кристаллического строения и границ (субграниц) способствует большому накоплению атомов внедрения в ТМО-1 образцах [21] и вызывает большие эффекты упрочнения в тонком поверхностном слое толщиной  $\approx 5$  мкм по сравнению с ТМО-2 образцами. Формирование высокодисперсных нитридных и карбонитридных фаз и аустенита с пересыщенным твердым раствором азота и углерода в упрочненных слоях на глубинах  $\approx 5$ –25 мкм приводит к близким эффектам упрочнения в ТМО-1 и ТМО-2 образцах,

и исходная микроструктура в этом случае слабо влияет на прочностные характеристики.

Присутствие избыточной плотности деформационных дефектов и границ в ТМО-1 образцах способствует большей диффузии атомов внедрения и их накоплению на дефектах кристаллического строения [21], поэтому в них уровень твердорастворного упрочнения в диффузионной зоне выше, чем в ТМО-2 образцах. Показатели нанотвердости в области диффузионной зоны для образцов с зеренно-субзеренной структурой выше, чем для образцов с крупнозернистой структурой из-за различий в исходной микроструктуре и величине плотности деформационных дефектов (включая границы и субграницы), которые сохраняются после ИПО. Несмотря на количественные различия в глубине

диффузионной зоны и значениях нанотвердости, качественные изменения площади под кривой наноиндентирования по мере продвижения от диффузионной зоны к матрице имеют схожие закономерности для ТМО-1 и ТМО-2 образцов.

На рис. 3 приведены пластические характеристики поверхностных слоев образцов стали после ИПО, которые были рассчитаны с применением подхода, предложенного Ю. Мильманом, при наноиндентировании материалов с помощью индентора Виккерса [15; 16]:

$$\delta_H = 1 - 14,3 \cdot (1 - \nu - \nu^2) \cdot \frac{HB}{E},$$

где  $E$  – модуль Юнга, определяемый из диаграммы нагружения;

$HV$  – твердость стали по Виккерсу;

$\nu$  – коэффициент Пуассона ( $\nu=0,3$  для сталей).

Данные пластические характеристики косвенно отражают способность к пластической деформации поверхностных слоев, диффузионной зоны и матрицы образцов. Пластические характеристики в матрицах для ТМО-1 и ТМО-2 образцов достаточно сильно отличаются, что находится в соответствии с данными на растяжение: крупнокристаллические образцы способны деформироваться до удлинения в 55 %, а образцы с зеренно-субзеренной структурой разрушаются после 8 % пластической деформации [22]. Данные на рис. 3 указывают на низкую деформационную способность композиционных слоев. Характеристики пластичности для упрочненных слоев ТМО-1 и ТМО-2 образцов близки из-за того, что их пластические характеристики определяются, в первую очередь, низкой деформационной способностью карбонитридных фаз.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Для образцов аустенитной нержавеющей стали 01X17H13M3 с зеренно-субзеренной и крупнозернистой структурой, подвергнутых ионно-плазменной обработке в смеси газов азота, аргона и ацетилена, показана зависимость диаграмм нагружения при наноиндентировании, величин нанотвердости и пластических характеристик композиционных слоев от расстояния до обрабатываемой поверхности. Ионно-плазменное насыщение образцов аустенитной нержавеющей стали способствует поверхностному упрочнению стали. Различия в исходной микроструктуре образцов оказывают значительное влияние на прочностные и пластические характеристики образцов после ионно-плазменной обработки. После обработки поверхностная нанотвердость в образцах с высокой плотностью деформационных дефектов и субграниц дефектов имела большее значение (23 ГПа) по сравнению с крупнозернистыми образцами (17 ГПа). После поверхностной обработки исходно высокодефектные образцы характеризуются протяженной зоной диффузионного насыщения (до  $\approx 150$ – $200$  мкм) по сравнению с крупнозернистыми образцами ( $\approx 50$  мкм), что, в свою очередь, отражается на отклике диаграмм нагружения при наноиндентировании образцов. Экспериментально установлены низкие показатели, характеризующие пластичность упрочненных слоев, по сравнению с материалом в диффузионной

зоне и матрице, что может быть обусловлено низкой деформационной способностью карбонитридных фаз.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Lo K.H., Shek C.H., Lai J. K.L. Recent developments in stainless steels // *Materials Science and Engineering R: Reports*. 2009. Vol. 65. № 4-6. P. 39–104.
- Gardner L. Stability and design of stainless steel structures – Review and outlook // *Thin-Walled Structures*. 2019. Vol. 141. P. 208–216.
- Cao Y., Ni S., Liao X., Song M., Zhu Y. Structural evolutions of metallic materials processed by severe plastic deformation // *Materials Science and Engineering R: Reports*. 2018. Vol. 133. P. 1–59.
- Belyakov A., Miura H., Sakai T. Dynamic recrystallization under warm deformation of a 304 type austenitic stainless steel // *Materials Science and Engineering A*. 1998. Vol. 255. № 1-2. P. 139–147.
- Yanushkevich Z., Dobatkin S.V., Belyakov A., Kaibyshev R. Hall-Petch relationship for austenitic stainless steels processed by large strain warm rolling // *Acta Materialia*. 2017. Vol. 136. P. 39–48.
- Jiang L., Luo H., Zhao C. Nitrocarburising of AISI 316 stainless steel at low temperature // *Surface Engineering*. 2018. Vol. 34. № 3. P. 205–210.
- Lopez-Chipres E., Mejia I., Maldonado C., Bedolla-Jacuinde A., El-Wahabi M., Cabrera J.M. Hot flow behavior of boron microalloyed steels // *Materials Science and Engineering A*. 2008. Vol. 480. № 1-2. P. 49–55.
- Cardoso R.P., Mafra M., Brunatto S.F. Low-temperature Thermochemical Treatments of Stainless Steels – An Introduction // *Plasma Science and Technology: Progress in Physical States and Chemical Reactions*. IntechOpen, 2016. P. 107–130.
- Hoshiyama Y., Mizobata R., Miyake H. Mechanical properties of austenitic stainless steel treated by active screen plasma nitriding // *Surface and Coating Technology*. 2016. Vol. 307. P. 1041–1044.
- Mandl S., Manova D. Modification of metals by plasma immersion ion implantation // *Surface and Coating Technology*. 2018. Vol. 365. P. 83–93.
- Manova D., Mandl S., Neumann H., Rauschenbach B. Analysis of in situ XRD measurements for low energy ion beam nitriding of austenitic stainless steel // *Surface and Coating Technology*. 2014. Vol. 256. P. 64–72.
- Yang W.J., Zhang M., Zhao Y.H., Shen M.L. Enhancement of mechanical property and corrosion resistance of 316L stainless steels by low temperature arc plasma nitriding // *Surface and Coating Technology*. 2016. Vol. 298. P. 64–72.
- Li X.Y. Low temperature plasma nitriding of 316 stainless steel – nature of S phase and its thermal stability // *Surface Engineering*. 2001. Vol. 17. № 2. P. 147–152.
- Viktorov S.D., Golovin Yu.I., Kochanov A.N., Tyurin A.I., Shuklinov A.V., Shuvarin I.A., Pirozhkova T.S. Micro- and nano-indentation approach to strength and deformation characteristics of minerals // *Journal of Mining Science*. 2014. Vol. 50. № 4. P. 652–659.
- Milman Y.V. Plasticity characteristic obtained by indentation // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2008. Vol. 41. № 7. P. 074013.

16. Milman Yu.V., Galanov B.A., Chugunova S.I. Plasticity characteristic obtained through hardness measurement // *Acta Metallurgica Materialia*. 1993. Vol. 41. № 9. P. 2523–2532.
17. Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // *Journal of Materials Research*. 1992. Vol. 7. № 6. P. 1564–1583.
18. Tromas C., Stinville J.C., Templier C., Villechaise P. Hardness and elastic modulus gradients in plasma-nitrided 316L polycrystalline stainless steel investigated by nanoindentation tomography // *Acta Materialia*. 2012. Vol. 60. № 5. P. 1965–1973.
19. Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. М.: Металлургия, 1973. 584 с.
20. Moskvina V., Astafurova E., Maier G., Ramazanov K., Astafurov S., Melnikov E. Effect of grain refinement on the elemental composition and nanohardness of the surface layers in AISI 316L austenitic steel subjected to ion-plasma hardening // *Defect and Diffusion Forum*. 2018. Vol. 385. P. 267–272.
21. Moskvina V., Astafurova E., Maier G., Ramazanov K., Astafurov S., Melnikov E., Mironov Yu. A role of initial microstructure in characteristics of the surface layers produced by ion-plasma treatment in CrNiMo austenitic stainless steel // *Materials Characterization*. 2019. Vol. 153. P. 372–380.
22. Астафурова Е.Г., Мельников Е.В., Астафуров С.В., Раточка И.В., Мишин И.П., Майер Г.Г., Москвина В.А., Захаров Г.Н., Смирнов А.И., Батаев В.А. Закономерности водородного охрупчивания аустенитных нержавеющих сталей с ультрамелкозернистой структурой разной морфологии // *Физическая мезомеханика*. 2018. Т. 21. № 2. С. 103–117.
- havior of boron microalloyed steels. *Materials Science and Engineering A*, 2008, vol. 480, no. 1-2, pp. 49–55.
8. Cardoso R.P., Mafra M., Brunatto S.F. Low-temperature Thermochemical Treatments of Stainless Steels – An Introduction. *Plasma Science and Technology: Progress in Physical States and Chemical Reactions*. IntechOpen, 2016, pp. 107–130.
9. Hoshiyama Y., Mizobata R., Miyake H. Mechanical properties of austenitic stainless steel treated by active screen plasma nitriding. *Surface and Coating Technology*, 2016, vol. 307, pp. 1041–1044.
10. Mandl S., Manova D. Modification of metals by plasma immersion ion implantation. *Surface and Coating Technology*, 2018, vol. 365, pp. 83–93.
11. Manova D., Mandl S., Neumann H, Rauschenbach B. Analysis of in situ XRD measurements for low energy ion beam nitriding of austenitic stainless steel. *Surface and Coating Technology*, 2014, vol. 256, pp. 64–72.
12. Yang W.J., Zhang M., Zhao Y.H., Shen M.L. Enhancement of mechanical property and corrosion resistance of 316L stainless steels by low temperature arc plasma nitriding. *Surface and Coating Technology*, 2016, vol. 298, pp. 64–72.
13. Li X.Y. Low temperature plasma nitriding of 316 stainless steel – nature of S phase and its thermal stability. *Surface Engineering*, 2001, vol. 17, no. 2, pp. 147–152.
14. Viktorov S.D., Golovin Yu.I., Kochanov A.N., Tyurin A.I., Shuklinov A.V., Shuvarin I.A., Pirozhkova T.S. Micro- and nano-indentation approach to strength and deformation characteristics of minerals. *Journal of Mining Science*, 2014, vol. 50, no. 4, pp. 652–659.
15. Milman Y.V. Plasticity characteristic obtained by indentation. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2008, vol. 41, no. 7, p. 074013.
16. Milman Yu.V., Galanov B.A., Chugunova S.I. Plasticity characteristic obtained through hardness measurement. *Acta Metallurgica Materialia*, 1993, vol. 41, no. 9, pp. 2523–2532.
17. Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 1992, vol. 7, no. 6, pp. 1564–1583.
18. Tromas C., Stinville J.C., Templier C., Villechaise P. Hardness and elastic modulus gradients in plasma-nitrided 316L polycrystalline stainless steel investigated by nanoindentation tomography. *Acta Materialia*, 2012, vol. 60, no. 5, pp. 1965–1973.
19. Utevsky L.M. *Difraktsionnaya elektronnaya mikroskopiya v metallovedenii* [Diffraction electron microscopy in metal science]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1973. 584 p.
20. Moskvina V., Astafurova E., Maier G., Ramazanov K., Astafurov S., Melnikov E. Effect of grain refinement on the elemental composition and nanohardness of the surface layers in AISI 316L austenitic steel subjected to ion-plasma hardening. *Defect and Diffusion Forum*, 2018, vol. 385, pp. 267–272.
21. Moskvina V., Astafurova E., Maier G., Ramazanov K., Astafurov S., Melnikov E., Mironov Yu. A role of initial microstructure in characteristics of the surface layers produced by ion-plasma treatment in CrNiMo austenitic

## REFERENCES

1. Lo K.H., Shek C.H., Lai J. K.L. Recent developments in stainless steels. *Materials Science and Engineering R: Reports*, 2009, vol. 65, no. 4-6, pp. 39–104.
2. Gardner L. Stability and design of stainless steel structures – Review and outlook. *Thin-Walled Structures*, 2019, vol. 141. P. 208–216.
3. Cao Y., Ni S., Liao X., Song M., Zhu Y. Structural evolutions of metallic materials processed by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering R: Reports*, 2018, vol. 133, pp. 1–59.
4. Belyakov A., Miura H., Sakai T. Dynamic recrystallization under warm deformation of a 304 type austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, 1998, vol. 255, no. 1-2, pp. 139–147.
5. Yanushkevich Z., Dobatkin S.V., Belyakov A., Kaibyshev R. Hall-Petch relationship for austenitic stainless steels processed by large strain warm rolling. *Acta Materialia*, 2017, vol. 136, pp. 39–48.
6. Jiang L., Luo H., Zhao C. Nitrocarburising of AISI 316 stainless steel at low temperature. *Surface Engineering*, 2018, vol. 34, no. 3, pp. 205–210.
7. Lopez-Chipres E., Mejia I., Maldonado C., Bedolla-Jacunde A., El-Wahabi M., Cabrera J.M. Hot flow be-

stainless steel. *Materials Characterization*, 2019, vol. 153, pp. 372–380.  
22. Astafurova E.G., Melnikov E.V., Astafurov S.V., Ratochka I.V., Mishin I.P., Mayer G.G., Moskvina V.A.,

Zakharov G.N., Smirnov A.I., Bataev V.A. Hydrogen embrittlement of austenitic stainless steels with ultrafine-grained structure of different morphologies. *Physical Mesomechanics*, 2018, vol. 22, no. 4, pp. 313–326.

## The investigation of strength and plasticity characteristics of composite layers in austenitic stainless steel subjected to ion-plasma treatment using the nanoindentation method

© 2020

*Elena A. Zagibalova*<sup>\*1,2,4</sup>, student, engineer

*Valentina A. Moskvina*<sup>2,5</sup>, postgraduate student, junior researcher

*Sergey V. Astafurov*<sup>2,6</sup>, PhD (Physics and Mathematics), senior researcher

*Galina G. Maier*<sup>2,7</sup>, PhD (Physics and Mathematics), researcher

*Evgeny V. Melnikov*<sup>2,8</sup>, junior researcher

*Marina Yu. Panchenko*<sup>2,9</sup>, postgraduate student, junior researcher

*Kamil N. Ramazanov*<sup>3,10</sup>, Doctor of Sciences (Engineering), Professor

*Elena G. Astafurova*<sup>2,11</sup>, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor, leading researcher

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

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

<sup>3</sup>Ufa State Aviation Technical University, Ufa (Russia)

\*E-mail: zagibalova-lena99@mail.ru

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2079-7198>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6128-484X>

<sup>6</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3532-3777>

<sup>7</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3043-9754>

<sup>8</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8238-6055>

<sup>9</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0236-2227>

<sup>10</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7962-5964>

<sup>11</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1995-4205>

**Abstract:** One of the main issues of austenitic stainless steel is low strength properties and low wear-resistance. It can be partially or fully eliminated by the product surface modification and the creation of hardened surface layers. The ion-plasma saturation of alloys with interstitials, which is carried out in a mixture of gases with different compositions is an available and effective method of surface hardening of complex structural parts. At the same time, the mechanical and plastic characteristics of the processed materials are determined by the complex of properties of the base alloy and the hardened surface, and it is not always possible to identify their influence on the mechanical and plastic properties of each component of the composite material. The nanoindentation method allows determining local mechanical and plastic characteristics in certain areas of hardened materials (base alloy and surface) by the dynamic loading of the local microscopic areas. In this paper, using the nanoindentation method, the authors identified the mechanical and plastic characteristics of hardened layers produced by the ion-plasma treatment of austenitic CrNiMo stainless steel with the grain-subgrain and coarse-grain structures. The ion-plasma treatment of steel specimens facilitates surface hardening and the formation of a composite surface layer of  $\approx 20\text{--}25\text{ }\mu\text{m}$  in thickness. High values of nano-hardness in a composite layer are caused by the complex hardening of specimens: solid-solution hardening of austenite with nitrogen and carbon, the dispersion hardening and the formation of different nitrides and carbonitrides and the ferrite low fraction. The experimental results show that the strength properties and plasticity characteristics of such a layer strongly depend on the base material initial microstructure – the formation of a highly-defective grain-subgrain structure promotes the formation of a more enforced surface layer compared to the coarse-grained specimens.

**Keywords:** austenitic steel; ion-plasma treatment; nanoindentation; Oliver-Pharr method; plasticity characteristics; nanohardness; CrNiMo steel.

**Acknowledgements:** This research was supported by the Russian President Scholarship (SP-14.2019.1).

The research was carried out on the equipment of the Core Facility Centre “Nanotech” ISPMS SB RAS.

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:** Zagibalova E.A., Moskvina V.A., Astafurov S.V., Maier G.G., Melnikov E.V., Panchenko M.Yu., Ramazanov K.N., Astafurova E.G. The investigation of strength and plasticity characteristics of composite layers in austenitic stainless steel subjected to ion-plasma treatment using the nanoindentation method. *Vektor nauki Tolyatinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2020, no. 1, pp. 32–40. DOI: 10.18323/2073-5073-2020-1-32-40.