

## Термическая стабильность структуры стали ЭИ-961Ш после комбинированной обработки

© 2022

**Фрик Александра Анатольевна**<sup>\*1,3</sup>, аспирант кафедры материаловедения и физики металлов  
**Никитина Марина Александровна**<sup>1,2,4</sup>, кандидат технических наук, старший научный сотрудник  
**Исламгалиев Ринат Кадыханович**<sup>1,5</sup>, доктор физико-математических наук, профессор,  
профессор кафедры материаловедения и физики металлов

<sup>1</sup>Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа (Россия)

<sup>2</sup>Башкирский государственный университет, Уфа (Россия)

\*E-mail: [frikaleksandra@gmail.com](mailto:frikaleksandra@gmail.com)

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0483-2851>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5623-6117>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6234-7363>

Поступила в редакцию 14.07.2021

Принята к публикации 28.07.2022

**Аннотация:** Важным аспектом при разработке материалов с повышенными функциональными свойствами является обеспечение их способности выдерживать эксплуатационные температуры готового изделия. Для увеличения срока службы и эффективности работы изделий, изготовленных из ферритно-мартенситных сталей, применяются различные виды деформационно-термических обработок. Исследовано влияние различных температурных режимов на структуру и термическую стабильность ферритно-мартенситной стали ЭИ-961Ш, подвергнутой прокатке и дополнительной закалке. В качестве метода деформационно-термической обработки использовалась холодная прокатка с последующей перезакалкой с температуры выше фазового перехода феррит/аустенит. Образцы прокатывали в несколько проходов на лабораторном прокатном стане с деформацией за проход 6 % на конечную толщину 4,3 мм до степени обжатия 70 %. Структурные исследования проводились методом просвечивающей электронной микроскопии и растровой электронной микроскопии. Показано, что в результате прокатки формировалась бимодальная полосовая структура с распределением карбидных частиц  $Cr_{23}C_6$  вдоль границ зерен. При применении дополнительной закалки наблюдается увеличение доли глобулярных карбидов, в структуре при исследовании методом просвечивающей электронной микроскопии обнаружены нанодвойники. Ширина полос после обжатия на 50 % составила 0,5 мкм, после холодной прокатки и дополнительной термообработки – 0,4 мкм. Для изучения термической стабильности структуры ферритно-мартенситной стали после холодной прокатки и дополнительной термообработки были проведены короткие отжиги в диапазоне рабочих температур. Изучение термической стабильности показало, что многие структурные особенности, сформированные в результате предшествующей деформационно-термической обработки, сохраняются, однако после отжига при 600 °С в структуре отсутствуют визуально наблюдаемые нанодвойники.

**Ключевые слова:** холодная прокатка; ферритно-мартенситная сталь; ЭИ-961Ш; мартенсит; карбиды; термическая стабильность; деформация; термообработка; обжатие.

**Благодарности:** А.А. Фрик благодарит за финансовую поддержку министерство науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания ФГБОУ ВО «УГАТУ» (соглашение № 075-03-2022-318/1) «Молодежная научно-исследовательская лаборатория НОЦ "Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях"».

М.А. Никитина благодарит за финансовую поддержку министерство науки и высшего образования РФ в рамках проекта № 0838-2020-0006 «Фундаментальное исследование новых принципов создания перспективных электромеханических преобразователей энергии с характеристиками выше мирового уровня, с повышенной эффективностью и минимальными удельными показателями, с использованием новых высокоэффективных электротехнических материалов».

Статья подготовлена по материалам докладов участников X Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2021), Тольятти, 13–17 сентября 2021 года.

**Для цитирования:** Фрик А.А., Никитина М.А., Исламгалиев Р.К. Термическая стабильность структуры стали ЭИ-961Ш после комбинированной обработки // Frontier Materials & Technologies. 2022. № 3. С. 79–89. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-3-2-79-89.

### ВВЕДЕНИЕ

Как известно, холодная прокатка ( $T_{пр} < 0,3 T_{пл}$ ) приводит к увеличению прочностных характеристик металла, таких как предел текучести, предел прочности и твердость, однако при этом с увеличением степени деформации происходит резкое снижение пластичности [1–3]. В структуре металла наблюдаются значительные

изменения: зерна вытягиваются в направлении обработки, и вместе с формой зерен изменяется пространственная ориентировка их кристаллической решетки [4–6]. Но при нагреве прокатанных образцов происходит рекристаллизация и аннигиляция дислокаций.

Как известно, сформированные в процессе пластической деформации нанокристаллические и ультрамелкозернистые (УМЗ) состояния являются метастабильными,

и при нагреве теряются свойства вследствие перехода в крупнокристаллическое состояние. Исследования на чистых металлах, в том числе в  $\alpha$ -Fe, показали начало роста зерна при  $T/T_{\text{пл}} \leq 0,4$  [7–9].

В работах [10; 11] представлено воздействие термической обработки на количество и термическую стабильность остаточного аустенита в мартенситных сталях. Температура и время выдержки при данной температуре считаются основными параметрами, влияющими на количество остаточного аустенита: так, остаточный аустенит оставался стабилен при термообработке до 24 ч при 450 °С.

Ферритно-мартенситная сталь ЭИ-961Ш (13X11H2B2MB-Ш) относится к классу коррозионно-стойких жаропрочных высоколегированных сталей. Она применяется для изготовления деталей газовых турбин, в том числе лопаток, работающих в условиях температур до 600 °С. В исходном состоянии сталь ЭИ-961Ш содержит карбиды  $MC$ ,  $M_3C$ ,  $M_{23}C_6$  [12; 13]. Отжиги стали после интенсивной пластической деформации (ИПД) в диапазоне температур 300–700 °С показали стабильность микроструктур до 500 °С вне зависимости от структурно-фазового состояния до ИПД. После отжига при 600 °С проявляются различия в исходном структурно-фазовом состоянии [14; 15].

Несмотря на большой объем исследований влияния УМЗ структуры на микроструктуру и свойства различных металлических материалов, данных о влиянии термической обработки на структуру в ферритно-мартенситных сталях марки ЭИ-961Ш недостаточно. Ранее было показано, что формирование структуры методом РКУП приводит к повышению прочностных свойств [16; 17]. В сплаве ЭИ-961Ш, подвергнутом равнональному угловому прессованию (РКУП) и последующей перезакалке (ПЗ), формирование УМЗ структуры приводит к улучшению механических свойств [18].

Важным является изучение возможности использования промышленных методов деформации, таких как прокатка, для достижения высоких механических характеристик стали ЭИ-961Ш, а также применение нового подхода в виде дополнительной термообработки выше температуры фазового перехода феррит/аустенит к прокатанным образцам [18].

В работе представлены результаты изучения эволюции структуры после комбинированной обработки, заключающейся в прокатке и дополнительной термообработке выше температуры фазового перехода феррит/аустенит, а также во время последующего отжига ферритно-мартенситной стали, которые позволили оценить стабильность микроструктурных параметров и свойств при повышенных температурах. Так как

максимальной рабочей температурой для изделий из данной стали является температура 600 °С, были проведены кратковременные (в течение 30 мин) отжиги при температуре 450 и 600 °С.

Цель работы – изучение термической стабильности структуры стали ЭИ-961Ш, подвергнутой прокатке и перезакалке.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Объектом исследований послужила 12 % Cr ферритно-мартенситная сталь ЭИ-961Ш (таблица 1).

Для стали ЭИ-961Ш принятой термообработкой является закалка с температуры 1050 °С в масле и отпуск при 550–710 °С с последующим охлаждением на воздухе. Для изучения исходной структуры материала была проведена стандартная термическая обработка (СТО).

В качестве метода деформации выбрана продольная холодная прокатка (ХП). Из прутка стали ЭИ-961Ш после стандартной термообработки были подготовлены пластины размером 28×14,5×85 мм. Образцы прокатывали в несколько проходов на лабораторном прокатном стане с диаметром рабочих валков 70 мм и скоростью вращения валков 1,5 м/мин с деформацией за проход 6 % на конечную толщину 4,3 мм. После проходов на суммарное обжатие 30 и 50 % от образцов отрезали части для исследования структуры, оставшаяся часть подвергалась последующей деформационной обработке до степени обжатия 70 %.

Для дальнейшего улучшения физико-механических свойств была применена постдеформационная термообработка выше температуры фазового превращения феррит/аустенит (850 °С) с последующей закалкой в масле (перезакалка).

Для анализа термической стабильности структуры были проведены кратковременные отжиги в течение 30 мин в диапазоне рабочих температур при 450 и 600 °С.

Для изучения особенностей микроструктуры использовалась просвечивающая (ПЭМ) и растровая электронная микроскопия (РЭМ). Структуру стали исследовали с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEM-2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ. Поверхность рельефа образцов изучали на растровом микроскопе JSM-6390 с ускоряющим напряжением 30 кВ в режиме вторичных электронов. Для приготовления фольг из образцов вырезали окружности диаметром 3 мм, используя для этого станок с ЧПУ АРТА-120. Далее эти диски механически утоняли с помощью шлифовальной бумаги до толщины 0,11–0,15 мм.

Таблица 1. Химический состав стали ЭИ-961Ш, ат. %  
Table 1. Chemical composition of EI-961Sh steel, at. %

V	W	Si	Mn	Cu	Mo	Ni	S	C	P	Cr
0,18–0,30	1,6–2,0	до 0,6	до 0,6	до 0,3	0,35–0,5	1,5–1,8	до 0,025	0,10–0,16	до 0,03	10,5–12,0

<sup>1</sup> ГОСТ 5632-2014 Нержавеющие стали и сплавы коррозионно-стойкие, жаростойкие и жаропрочные.

При помощи установки Тепирол-5 методом электрополирования проводили финишное утонение. Режимы полировки: температура  $20 \pm 5$  °С, напряжение 20–50 В. Состав электролита – 10%-й раствор химически чистой хлорной кислоты  $\text{HClO}_4$  в бутаноле.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В результате закалки была сформирована структура пакетного мартенсита, средняя толщина пластин которого составила  $518 \pm 30$  нм. В структуре мартенсита наблюдались дислокации высокой плотности, представленные как отдельными дислокациями, так и в виде широких стенок дислокаций в объеме пластин мартенсита. Мелкие карбидные частицы, характерные для структуры исходного состояния, после закалки не наблюдались (рис. 1 а) – наблюдались только единичные крупные карбидные частицы.

Проведение отпуска приводит к более равновесному состоянию структуры, распределение частиц вторых фаз по объему происходит более равномерно (рис. 1 б). Визуализация частиц характеризуется зернограничным

расположением, частицы также располагаются вдоль границ бывших пластин мартенсита. На фотографиях микроструктуры (рис. 1 б) присутствуют частицы различной морфологии, расположенные как в теле зерна, так и по границам. Частицы с большим размером, вытянутые вдоль своей оси, – карбиды типа  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , включения меньшего размера – частицы МХ.

ПЭМ-изображения образцов после СТО и ПЗ демонстрируют структуру с увеличенной плотностью дислокаций в объеме зерна, содержащую крупные карбидные частицы  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  размером до 200 нм, имеющие преимущественно зернограничное расположение (рис. 2).

Согласно РЭМ структура стали ЭИ-961Ш при обжатии до 30 % сохраняет исходные очертания бывших аустенитных зерен. Увеличение степени обжатия до 50 % приводит к формированию полосовой структуры со средней шириной полос до 2 мкм. При достижении степени деформации 70 % формируется текстура по направлению прокатки. При этом происходит перераспределение грубых карбидов, которые выстраиваются цепочками вдоль границ зерен (рис. 3).

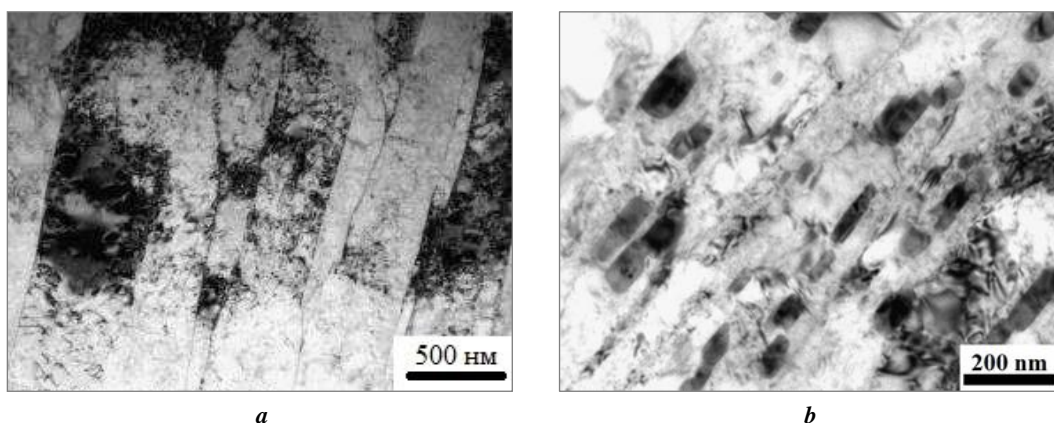


Рис. 1. Микроструктура стали ЭИ-961Ш после стандартной закалки (а) и отпуска (б). ПЭМ-изображения  
Fig. 1. The microstructure of EI-961Sh steel after standard quenching (a) and tempering (b). TEM-images

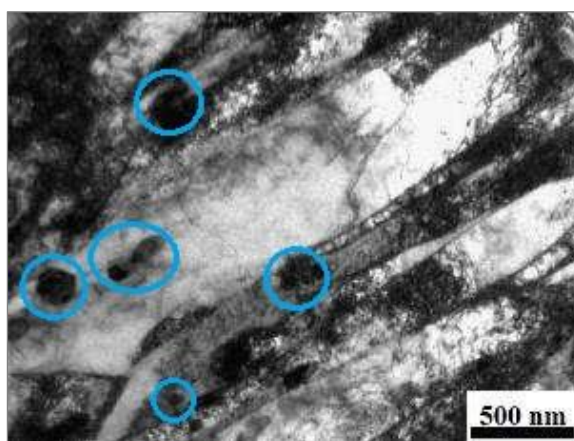
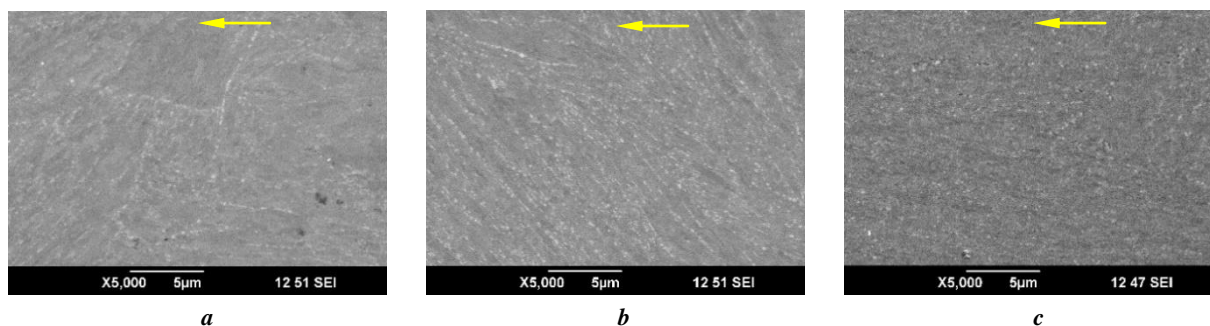


Рис. 2. Микроструктура ферритно-мартенситной стали после СТО и ПЗ с температуры 850 °С.

Контуром обозначены карбидные частицы. ПЭМ-изображение

Fig. 2. The microstructure of ferrite/martensite steel after standard heat treatment and re-quenching from the temperature of 850 °C.  
Circles indicate carbide particles. TEM-images



**Рис. 3.** Эволюция структуры стали ЭИ-961Ш при холодной деформации:  
*a* – 30 %; *b* – 50 %; *c* – 70 %. Стрелками отмечено направление прокатки. РЭМ-изображения  
**Fig. 3.** The evolution of the EI-061Sh steel structure during cold deformation:  
*a* – 30 %; *b* – 50 %; *c* – 70 %. Arrows indicate the rolling direction. SEM-images

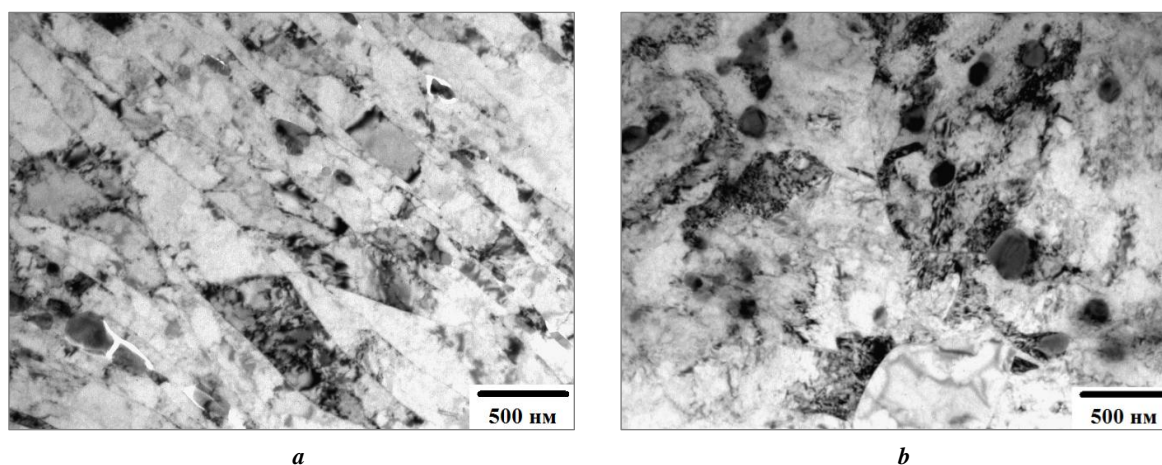
ПЭМ-фотографии тонкой структуры стали ЭИ-961Ш после холодной прокатки на 70 %, представленные на рис. 4 а, также демонстрируют формирование полосовой структуры со средней шириной пластин  $200 \pm 20$  нм. Анализ структуры после прокатки до степени деформации 70 % и перезакалки (рис. 4 б) показал, что формируется вытянутая пластинчатая структура, присутствуют равноосные зерна размером  $2 \pm 0,5$  мкм. Внутри микронных зерен наблюдаются пластины мартенсита, ширина которых колеблется от 20 до 250 нм.

После холодной прокатки и последующей перезакалки отмечается увеличение доли глобулярных карбидов размером  $200 \pm 20$  нм (рис. 4 б) по сравнению с состоянием после прокатки. Очевидно, что перезакалка способствует значительному увеличению размеров частиц. Частицы уже перестают сдерживать движение границ зерен и приводят к формированию структуры с равноосной формой зерен.

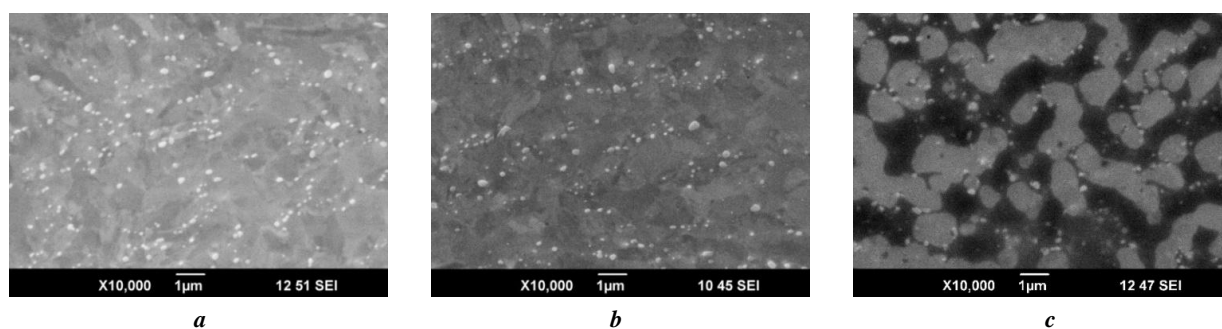
Анализ структуры методом РЭМ (рис. 5) показал, что после прокатки с накопленной деформацией 30

и 50 % и перезакалки в структуре стали формируется равноосная структура. Средний размер зерен после перезакалки уменьшается с повышением степени предварительной деформации: с 5 мкм для 30 % до 2 мкм для 50 %. Крупные карбиды после перезакалки сохраняют свое распределение, сформированное при прокатке.

Согласно ПЭМ и РЭМ отжиг при температуре  $450^\circ\text{C}$  образцов, полученных методами холодной прокатки, а также холодной прокатки с последующей перезакалкой, не привел к существенным изменениям в микроструктуре (рис. 6 и 7). Так, в образцах после холодной прокатки со степенью деформации 50 % сохраняется полосовая структура со средней шириной пластин  $200 \pm 19$  нм. Внутри полос – развитая субзеренная структура. По границам полос сохраняются многочисленные строчные выделения карбидов, средний размер которых составляет  $80 \pm 10$  нм. На рис. 6 с видно, что первоначальное распределение карбидов вдоль бывших аустенитных зерен сохранилось и имеет строчный характер распределения.

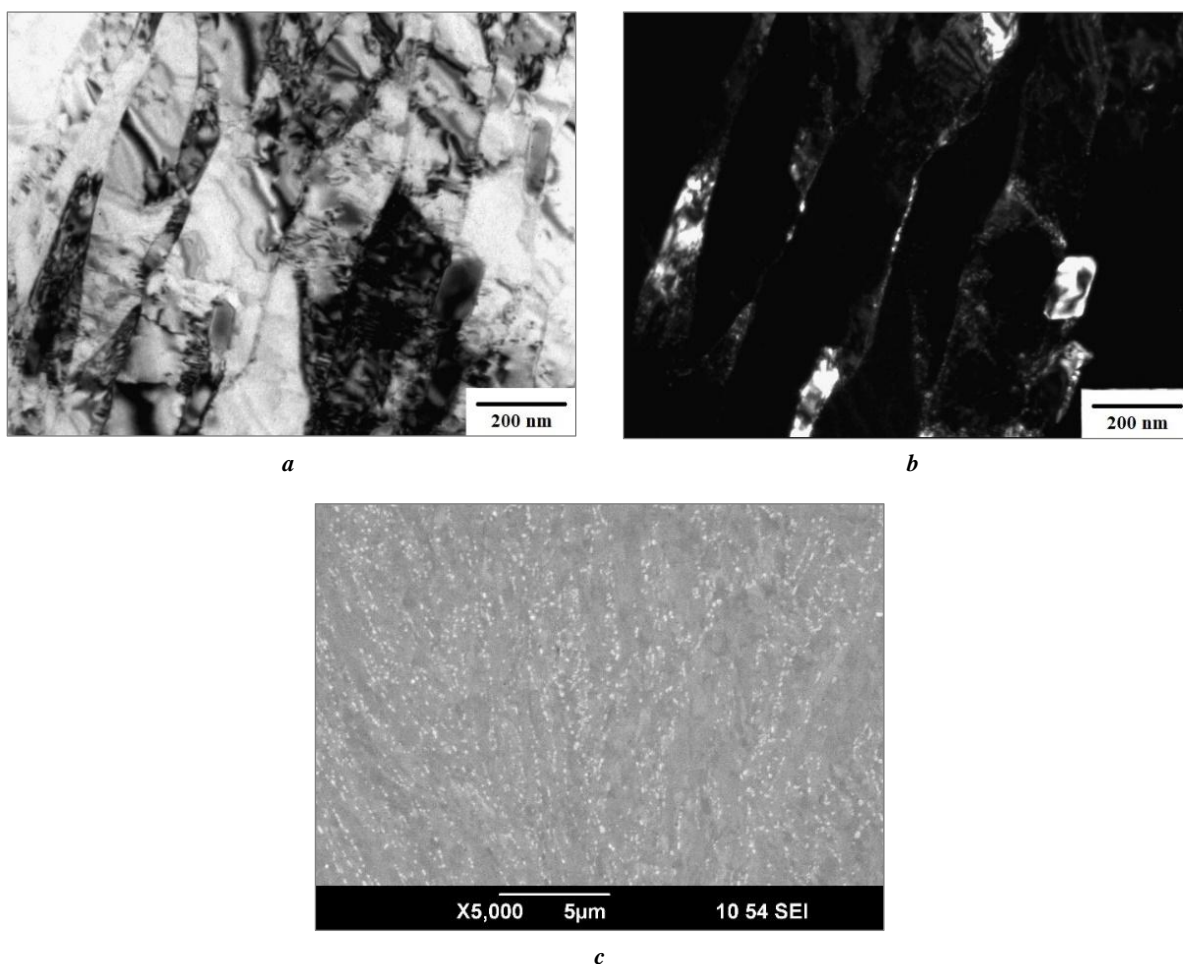


**Рис. 4.** Структура образцов, подвергнутых холодной прокатке:  
*a* – прокатка до деформации 70 %;  
*b* – прокатка до деформации 70 % и дополнительная перезакалка. ПЭМ-изображения  
**Fig. 4.** The structure of specimens subjected to cold rolling:  
*a* – rolling to the deformation of 70 %;  
*b* – rolling to the deformation of 70 % and additional re-tempering. TEM-images



**Рис. 5.** Влияние перезакалки на структуру стали ЭИ-961Ш после холодной прокатки на: *a* – 30 %; *b* – 50 %; *c* – 70 %. РЭМ-изображения

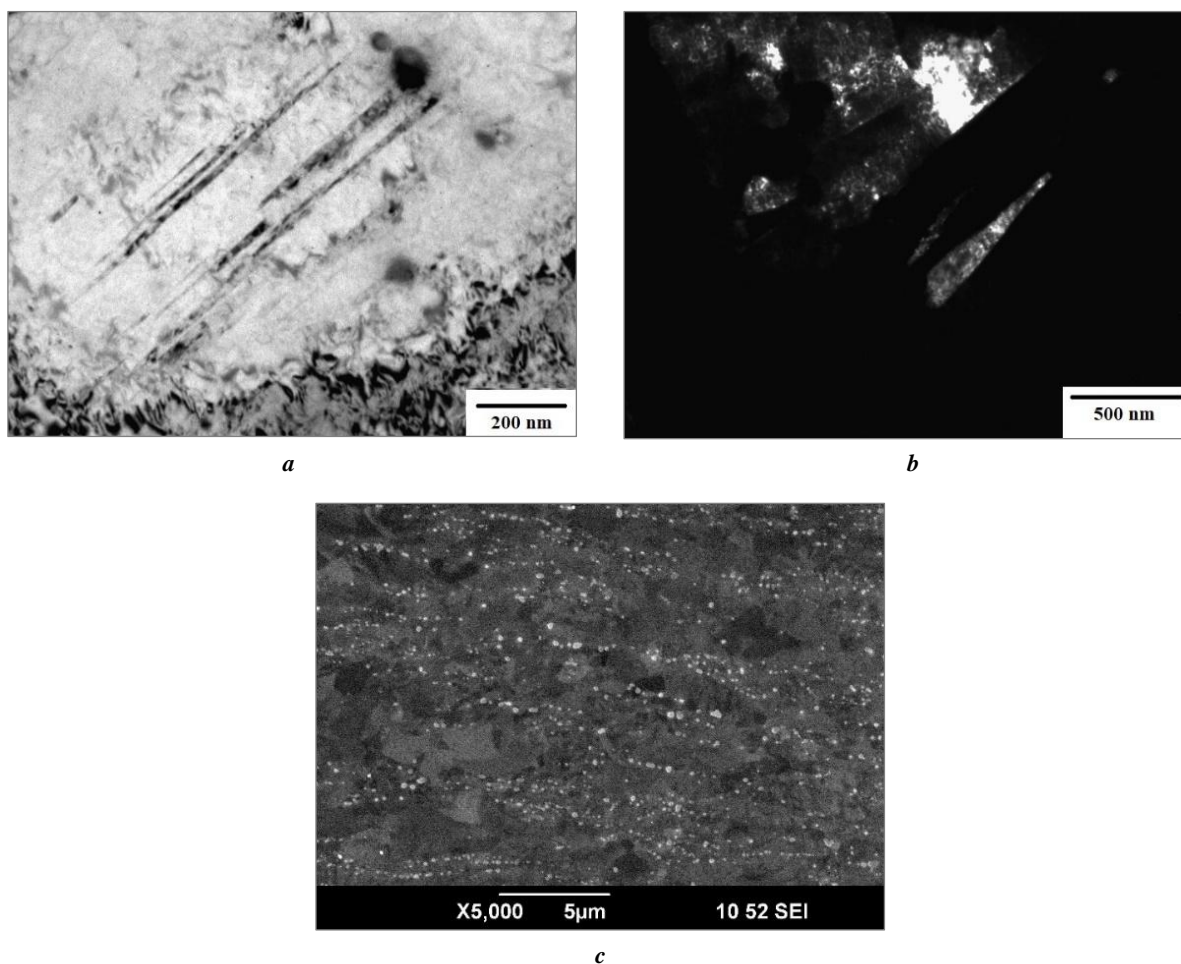
**Fig. 5.** The influence of re-quenching on the structure of EI-961Sh steel after cold rolling by: *a* – 30 %; *b* – 50 %; *c* – 70 %. SEM-images



**Рис. 6.** Структура стали ЭИ-961Ш после холодной прокатки на 50 % (ХП50%) и дополнительного отжига при температуре 450 °С в течение 30 мин:

*a* – светлопольное изображение (ПЭМ); *b* – темнопольное изображение (ПЭМ); *c* – РЭМ-изображение

**Fig. 6.** The structure of EI-961Sh steel after cold rolling by 50 % (CR50%) and additional annealing at the temperature of 450 °C during 30 minutes: *a* – bright-field image (TEM); *b* – dark-field image (TEM); *c* – SEM-image



**Рис. 7.** Структура образцов стали ЭИ-961Ш после холодной прокатки со степенью деформации 50 % и перезакалки, подвергнутых отжигу при температуре 450 °С в течение 30 мин:

*a* – светлопольное изображение (ПЭМ); *b* – темнопольное изображение (ПЭМ); *c* – РЭМ-изображение

**Fig. 7.** The structure of EI-961Sh steel specimens after cold rolling with the deformation degree of 50 % and re-quenching subjected to annealing at the temperature of 450 °C during 30 minutes:

*a* – bright-field image (TEM); *b* – dark-field image (TEM); *c* – SEM-image

На рис. 7 представлена структура образцов стали после холодной прокатки со степенью деформации 50 %, перезакалки и кратковременного отжига при температуре 450 °С в течение 30 мин. Сформированные в результате перезакалки нанодвойники сохраняют свои размеры 25–100 нм. Размер карбидов не меняется, на рис. 7 с видно их более равномерное расположение по сравнению с состоянием без перезакалки.

Кратковременный отжиг при температуре 600 °С образцов после холодной прокатки со степенью деформации 50 % сохраняет структурные особенности предшествующей деформационной обработки. На рис. 8 изображена характерная полосовая структура со средней шириной полос 200 нм, вдоль которых строчно располагаются карбиды пластинчатой и сферической формы. Снимок, полученный с помощью РЭМ, подтверждает характерное строчное расположение карбидов (рис. 8 с).

В микроструктуре образцов после холодной прокатки со степенью деформации 50 %, перезакалки и дополнительного отжига при температуре 600 °С в течение 30 мин отсутствуют характерные нанодвойники

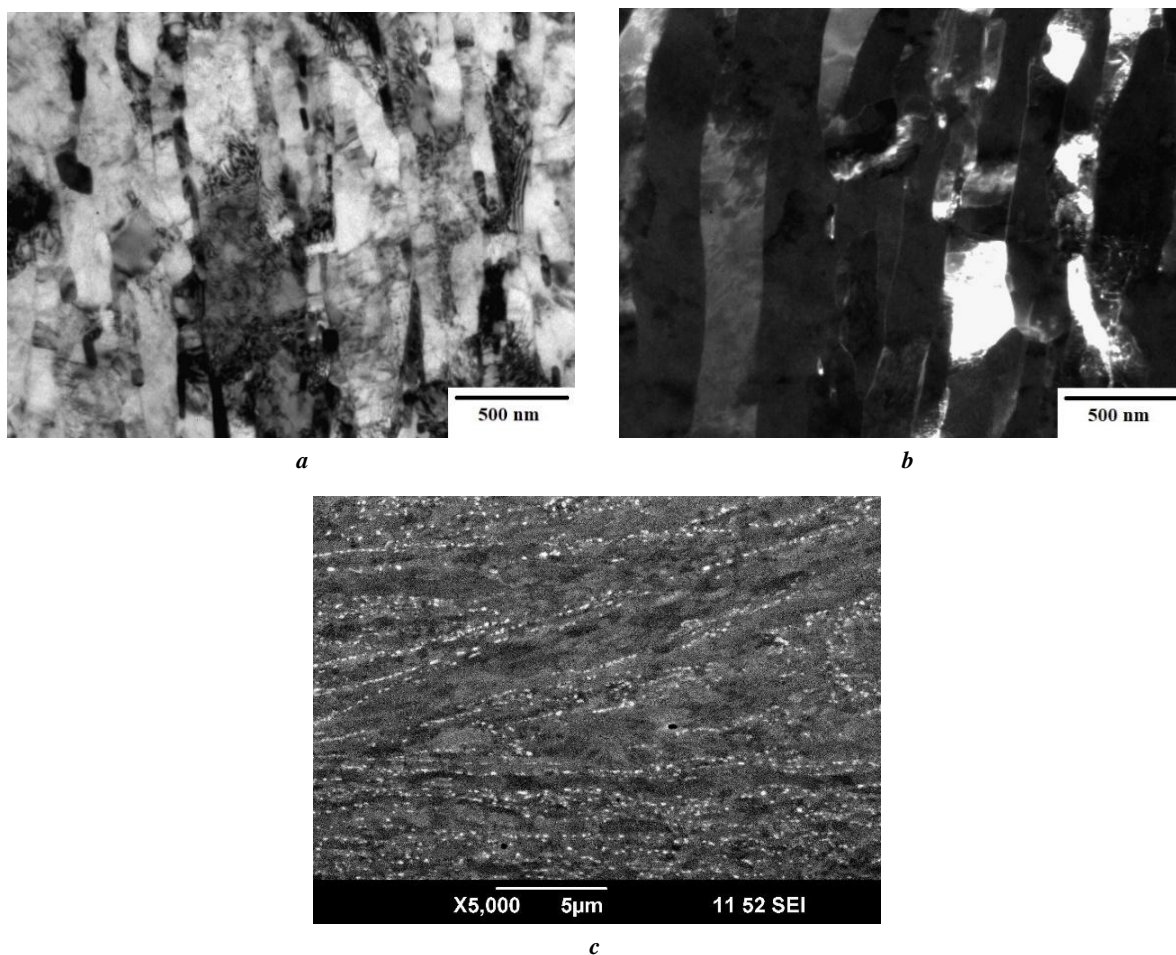
(рис. 9). При этом видно, что более существенных изменений в структуре не произошло. Структура по-прежнему остается сильно деформированной с высокой плотностью дислокаций. Размер карбидов прежний, характер их распределения не меняется (рис. 9 б).

Основные параметры, характеризующие структуру стали ЭИ-961Ш после различных видов обработки, представлены в таблице 2.

Холодная прокатка до степени деформации 50 % приводит к уменьшению размера зерна, происходит измельчение частиц вторых фаз, и, согласно структурным исследованиям, их более равномерное распределение по границам зерен.

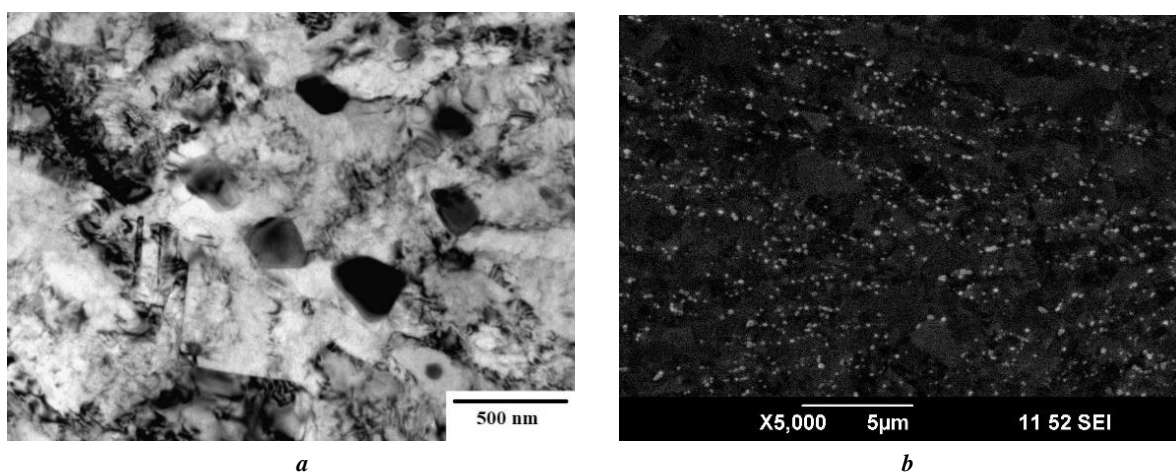
## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Предполагается, что достигнутый достаточно высокий уровень высокотемпературной кратковременной стабильности после отжигов главным образом определяется высокой плотностью наноразмерных частиц вторых фаз [19], а также наличием в структуре нанодвойниковых границ [20]. Обладая высокой термической



**Рис. 8.** Структура образцов стали ЭИ-961Ш после холодной прокатки со степенью деформации 50 % и дополнительного отжига при температуре 600 °С в течение 30 мин:

**a** – светлопольное изображение (ПЭМ); **b** – темнопольное изображение (ПЭМ); **c** – РЭМ-изображение  
**Fig. 8.** The structure of EI-961Sh steel specimens after cold rolling with the deformation degree of 50 % and additional annealing at the temperature of 600 °C during 30 minutes:  
**a** – bright-field image (TEM); **b** – dark-field image (TEM); **c** – SEM-image



**Рис. 9.** Структура образцов стали ЭИ-961Ш после холодной прокатки со степенью деформации 50 % и перекалки, подвергнутых отжигу при температуре 600 °С в течение 30 мин:

**a** – светлопольное изображение (ПЭМ); **b** – РЭМ-изображение  
**Fig. 9.** The structure of EI-961Sh steel specimens after cold rolling with the deformation degree of 50 % and re-rolling subjected to annealing at the temperature of 600 °C during 30 minutes:  
**a** – bright-field image (TEM); **b** – SEM-image

Таблица 2. Структурные параметры после различных видов обработки  
Table 2. Structural parameters after different types of treatment

Состояние	Ширина пластин, мкм	Средний размер частиц, нм	Температура, °С в течение 0,5 ч	
			450	600
			Средний размер частиц, нм	
Стандартная обработка	5,8±0,6	250±30	200±50	210±50
ХП50%	0,5±0,2	70±20	85±10	85±20
ХП50%+ПЗ	0,4±0,15	85±15	110±15	115±20

стабильностью при  $T=450$  и  $600$  °С, эти частицы закрепляют элементы дефектной субструктуры и обеспечивают сохранение ферритно-мартенситной структуры с высокой плотностью дислокаций после отжига.

Карбиды  $M_{23}C_6$ , выделившиеся по границам зерен, тормозят миграцию границ зерен в условиях термической обработки. Вероятно, что эти частицы, сдерживая миграцию границ зерен и тормозя процессы рекристаллизации, вносят существенный вклад в обеспечение структурной стабильности в случае отжига рассматриваемой стали.

Таким образом, перекалка после деформационной обработки способствует значительному увеличению размеров частиц. Частицы уже перестают сдерживать движение границ зерен, что приводит к формированию структуры с равноосной формой зерен. При проведении кратковременных отжигов также наблюдается незначительное увеличение размера частиц вторых фаз.

## ВЫВОДЫ

Анализируя представленные выше данные о термической стабильности структуры в диапазоне рабочих температур стали ЭИ-961Ш после различных видов обработок, можно сделать вывод о том, что короткие отжиги при температурах  $450$  и  $600$  °С не приводят к существенным изменениям в структуре образцов после ХП50%, после ХП50%+ПЗ. Все сформированные структурные особенности в результате предшествующей деформационно-термической обработки сохраняются. Однако после отжига при  $600$  °С в структуре отсутствуют визуально наблюдаемые нанодвойники.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Шахова Я.Э., Янушкевич Ж.Ч., Беляков А.Н. Влияние холодной прокатки на структуру и механические свойства аустенитной коррозионно-стойкой стали 10X18H8ДЗБР // *Металлы*. 2012. № 5. С. 38–45. EDN: [PCQHXL](#).
- Однобокова М.В., Беляков А.Н. Влияние холодной прокатки и последующего отжига на микроструктуру и микротекстуру аустенитных коррозионно-стойких сталей // *Деформация и разрушение материалов*. 2018. № 9. С. 23–32. EDN: [XZCJXV](#).
- Anastasiadi G.P., Kondrat'ev S.Yu., Malyshevskii V.A., Sil'nikov M.V. Importance of thermokinetic diagrams

of transformation of supercooled austenite for development of heat treatment modes for critical steel parts // *Metal Science and Heat Treatment*. 2017. Vol. 58. № 11-12. P. 656–661. DOI: [10.1007/s11041-017-0074-4](#).

- Blinov V.M., Lukin E.I., Blinov E.V., Samoilova M.A., Seval'nev G.S. Tensile Fracture of Austenitic Corrosion-Resistant Steels with an Overequilibrium Nitrogen Content and Various Vanadium Contents // *Russian Metallurgy (Metally)*. 2021. Vol. 2021. № 10. P. 1265–1269. DOI: [10.1134/S0036029521100062](#).
- Celada-Casero C., Sietsma J., Santofimia M.J. The role of the austenite grain size in the martensitic transformation in low carbon steels // *Materials and Design*. 2019. Vol. 167. Article number 107625. DOI: [10.1016/j.matdes.2019.107625](#).
- Liang Z.Y., Luo Z.C., Huang M.X. Temperature dependence of strengthening mechanisms in a twinning-induced plasticity steel // *International Journal of Plasticity*. 2019. Vol. 116. P. 192–202. DOI: [10.1016/j.ijplas.2019.01.003](#).
- Altenberger I., Scholtes B., Martin U., Oettel H. Cyclic deformation and near surface microstructures of shot peened or deep rolled austenitic stainless steel AISI 304 // *Materials Science and Engineering A*. 1999. Vol. 264. № 1-2. P. 1–16. DOI: [10.1016/S0921-5093\(98\)01121-6](#).
- Sun G., Zhao M., Du L., Wu H. Significant effects of grain size on mechanical response characteristics and deformation mechanisms of metastable austenitic stainless steel // *Materials Characterization*. 2022. Vol. 184. Article number 111674. DOI: [10.1016/j.matchar.2021.111674](#).
- Karavaeva M.V., Abramova M.M., Enikeev N.A., Rabab G.I., Valiev R.Z. Superior strength of austenitic steel produced by combined processing, including equal-channel angular pressing and rolling // *Metals*. 2016. Vol. 6. № 12. P. 310–324. DOI: [10.3390/met6120310](#).
- Park E.S., Yoo D.K., Sung J.H., Kang C.Y., Lee J.H., Sung J.H. Formation of reversed austenite during tempering of 14Cr-7Ni-0,3Nb-0,7Mo-0,03C super martensitic stainless steel // *Metals and Materials International*. 2004. Vol. 10. № 6. P. 521–525. DOI: [10.1007/BF03027413](#).
- Zhang W.X., Chen Y.Z., Cong Y.B., Liu Y.H., Liu F. On the austenite stability of cryogenic Ni steels: microstructural effects: a review // *Journal of Materials Science*. 2021. Vol. 56. № 22. P. 12539–12558. DOI: [10.1007/s10853-021-06068-w](#).



12. Sitdikov V.D., Islamgaliev R.K., Nikitina M.A., Sitdikova G.F., Wei K.X., Alexandrov I.V., Wei W. Analysis of precipitates in ultrafine-grained metallic materials // *Philosophical Magazine*. 2019. Vol. 99. № 1. P. 73–91. DOI: [10.1080/14786435.2018.1529443](https://doi.org/10.1080/14786435.2018.1529443).
13. Islamgaliev R.K., Nikitina M.A., Ganeev A.V., Karavaeva M.V. Effect of grain refinement on mechanical properties of martensitic steel // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2017. Vol. 194. № 1. Article number 012025. DOI: [10.1088/1757-899X/194/1/012025](https://doi.org/10.1088/1757-899X/194/1/012025).
14. Jia D., Ramesh K.T., Ma E. Effects of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on constitutive behavior and shear bands in iron // *Acta Materialia*. 2003. Vol. 51. № 12. P. 3495–3509. DOI: [10.1016/S1359-6454\(03\)00169-1](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00169-1).
15. Kecskes L.J., Cho K.C., Dowding R.J., Schuster B.E., Valiev R.Z., Wei Q. Grain size engineering of bcc refractory metals: Top-down and bottom-up – Application to tungsten // *Materials Science and Engineering A*. 2007. Vol. 467. № 1-2. P. 33–43. DOI: [10.1016/j.msea.2007.02.099](https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.02.099).
16. Lowe T.C., Davis S.L., Campbell C.R., Miles K.P., LeBeau M.A., Buk G.P., Griebel A.J., Ewing B.R. High-speed Continuous Equal Channel Angular Pressing of 316 LVM stainless steel // *Materials Letters*. 2021. Vol. 304. Article number 130631. DOI: [10.1016/j.matlet.2021.130631](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.130631).
17. Dobatkin S.V., Kopylov V.I., Pippin R., Vasil'eva O.V. Formation of High-Angle Grain Boundaries in Iron upon Cold Deformation by Equal-Channel Angular Pressing // *Materials Science Forum*. 2004. Vol. 467-470. № 2. P. 1277–1282. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.467-470.1277](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.467-470.1277).
18. Nikitina M., Islamgaliev R., Ganeev A., Sitdikov V. Microstructure and Fatigue of Ultrafine-Grained Ferritic/Martensitic Steel // *Advanced Engineering Materials*. 2020. Vol. 22. № 10. Article number 2000034. DOI: [10.1002/adem.202000034](https://doi.org/10.1002/adem.202000034).
19. Wei L.L., Gao G.H., Kim J., Misra R.D.K., Yang C.G., Jin X.J. Ultrahigh strength-high ductility 1 GPa low density austenitic steel with ordered precipitation strengthening phase and dynamic slip band refinement // *Materials Science and Engineering A*. 2022. Vol. 838. Article number 142829. DOI: [10.1016/j.msea.2022.142829](https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.142829).
20. Lechartier A., Meyer N., Estevez R., Mantel M., Martin G., Parry G., Veron M., Deschamps A. Deformation behavior of lean duplex stainless steels with strain induced martensitic transformation: role of deformation mechanisms, alloy chemistry and predeformation // *Materialia*. 2019. Vol. 5. Article number 100190. DOI: [10.1016/j.mtla.2018.100190](https://doi.org/10.1016/j.mtla.2018.100190).
21. Shakhova Ya.E., Yanushkevich Zh.Ch., Belyakov A.N. Effect of cold rolling on the structure and mechanical properties of austenitic corrosion-resistant 10Kh18N8D3BR steel. *Russian metallurgy (Metally)*, 2012, vol. 2012, no. 9, pp. 772–778. DOI: [10.1134/S0036029512090133](https://doi.org/10.1134/S0036029512090133).
22. Odnobokova M.V., Belyakov A.N. Effect of cold rolling and subsequent annealing on the microstructure and the microtexture of austenitic corrosion-resistant steels. *Russian metallurgy (Metally)*, 2019, no. 4, pp. 315–325. DOI: [10.1134/S003602951904027X](https://doi.org/10.1134/S003602951904027X).
23. Anastasiadi G.P., Kondrat'ev S.Yu., Malyshevskii V.A., Sil'nikov M.V. Importance of thermokinetic diagrams of transformation of supercooled austenite for development of heat treatment modes for critical steel parts. *Metal Science and Heat Treatment*, 2017, vol. 58, no. 11-12, pp. 656–661. DOI: [10.1007/s11041-017-0074-4](https://doi.org/10.1007/s11041-017-0074-4).
24. Blinov V.M., Lukin E.I., Blinov E.V., Samoilova M.A., Seval'nev G.S. Tensile Fracture of Austenitic Corrosion-Resistant Steels with an Overequilibrium Nitrogen Content and Various Vanadium Contents. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2021, vol. 2021, no. 10, pp. 1265–1269. DOI: [10.1134/S0036029521100062](https://doi.org/10.1134/S0036029521100062).
25. Celada-Casero C., Sietsma J., Santofimia M.J. The role of the austenite grain size in the martensitic transformation in low carbon steels. *Materials and Design*, 2019, vol. 167, article number 107625. DOI: [10.1016/j.matdes.2019.107625](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107625).
26. Liang Z.Y., Luo Z.C., Huang M.X. Temperature dependence of strengthening mechanisms in a twinning-induced plasticity steel. *International Journal of Plasticity*, 2019, vol. 116, pp. 192–202. DOI: [10.1016/j.ijplas.2019.01.003](https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2019.01.003).
27. Altenberger I., Scholtes B., Martin U., Oettel H. Cyclic deformation and near surface microstructures of shot peened or deep rolled austenitic stainless steel AISI 304. *Materials Science and Engineering A*, 1999, vol. 264, no. 1-2, pp. 1–16. DOI: [10.1016/S0921-5093\(98\)01121-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)01121-6).
28. Sun G., Zhao M., Du L., Wu H. Significant effects of grain size on mechanical response characteristics and deformation mechanisms of metastable austenitic stainless steel. *Materials Characterization*, 2022, vol. 184, article number 111674. DOI: [10.1016/j.matchar.2021.111674](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111674).
29. Karavaeva M.V., Abramova M.M., Enikeev N.A., Raab G.I., Valiev R.Z. Superior strength of austenitic steel produced by combined processing, including equal-channel angular pressing and rolling. *Metals*, 2016, vol. 6, no. 12, pp. 310–324. DOI: [10.3390/met6120310](https://doi.org/10.3390/met6120310).
30. Park E.S., Yoo D.K., Sung J.H., Kang C.Y., Lee J.H., Sung J.H. Formation of reversed austenite during tempering of 14Cr-7Ni-0,3Nb-0,7Mo-0,03C super martensitic stainless steel. *Metals and Materials International*, 2004, vol. 10, no. 6, pp. 521–525. DOI: [10.1007/BF03027413](https://doi.org/10.1007/BF03027413).
31. Zhang W.X., Chen Y.Z., Cong Y.B., Liu Y.H., Liu F. On the austenite stability of cryogenic Ni steels: microstructural effects: a review. *Journal of Materials Science*, 2021, vol. 56, no. 22, pp. 12539–12558. DOI: [10.1007/s10853-021-06068-w](https://doi.org/10.1007/s10853-021-06068-w).
32. Sitdikov V.D., Islamgaliev R.K., Nikitina M.A., Sitdikova G.F., Wei K.X., Alexandrov I.V., Wei W. Analysis of precipitates in ultrafine-grained metallic materials. *Philosophical Magazine*, 2019, vol. 99, no. 1, pp. 73–91. DOI: [10.1080/14786435.2018.1529443](https://doi.org/10.1080/14786435.2018.1529443).
33. Islamgaliev R.K., Nikitina M.A., Ganeev A.V., Karavaeva M.V. Effect of grain refinement on mechanical properties of martensitic steel. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2017,

## REFERENCES

1. Shakhova Ya.E., Yanushkevich Zh.Ch., Belyakov A.N. Effect of cold rolling on the structure and mechanical properties of austenitic corrosion-resistant 10Kh18N8D3BR steel. *Russian metallurgy (Metally)*, 2012, vol. 2012, no. 9, pp. 772–778. DOI: [10.1134/S0036029512090133](https://doi.org/10.1134/S0036029512090133).

- vol. 194, no. 1, article number 012025. DOI: [10.1088/1757-899X/194/1/012025](https://doi.org/10.1088/1757-899X/194/1/012025).
14. Jia D., Ramesh K.T., Ma E. Effects of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on constitutive behavior and shear bands in iron. *Acta Materialia*, 2003, vol. 51, no. 12, pp. 3495–3509. DOI: [10.1016/S1359-6454\(03\)00169-1](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00169-1).
  15. Kecskes L.J., Cho K.C., Dowding R.J., Schuster B.E., Valiev R.Z., Wei Q. Grain size engineering of bcc refractory metals: Top-down and bottom-up – Application to tungsten. *Materials Science and Engineering A*, 2007, vol. 467, no. 1-2, pp. 33–43. DOI: [10.1016/j.msea.2007.02.099](https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.02.099).
  16. Lowe T.C., Davis S.L., Campbell C.R., Miles K.P., LeBeau M.A., Buk G.P., Griebel A.J., Ewing B.R. High-speed Continuous Equal Channel Angular Pressing of 316 LVM stainless steel. *Materials Letters*, 2021, vol. 304, article number 130631. DOI: [10.1016/j.matlet.2021.130631](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.130631).
  17. Dobatkin S.V., Kopylov V.I., Pippin R., Vasil'eva O.V. Formation of High-Angle Grain Boundaries in Iron upon Cold Deformation by Equal-Channel Angular Pressing. *Materials Science Forum*, 2004, vol. 467-470, no. 2, pp. 1277–1282. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.467-470.1277](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.467-470.1277).
  18. Nikitina M., Islamgaliev R., Ganeev A., Sitdikov V. Microstructure and Fatigue of Ultrafine-Grained Ferritic/Martensitic Steel. *Advanced Engineering Materials*, 2020, vol. 22, no. 10, article number 2000034. DOI: [10.1002/adem.202000034](https://doi.org/10.1002/adem.202000034).
  19. Wei L.L., Gao G.H., Kim J., Misra R.D.K., Yang C.G., Jin X.J. Ultrahigh strength-high ductility 1 GPa low density austenitic steel with ordered precipitation strengthening phase and dynamic slip band refinement. *Materials Science and Engineering A*, 2022, vol. 838, article number 142829. DOI: [10.1016/j.msea.2022.142829](https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.142829).
  20. Lechartier A., Meyer N., Estevez R., Mantel M., Martin G., Parry G., Veron M., Deschamps A. Deformation behavior of lean duplex stainless steels with strain induced martensitic transformation: role of deformation mechanisms, alloy chemistry and predeformation. *Materialia*, 2019, vol. 5, article number 100190. DOI: [10.1016/j.mtla.2018.100190](https://doi.org/10.1016/j.mtla.2018.100190).

## Thermal stability of the ЭИ-961Ш steel structure after combined processing

© 2022

*Aleksandra A. Frik*<sup>\*1,3</sup>, postgraduate student

*Marina A. Nikitina*<sup>1,2,4</sup>, PhD (Engineering), senior researcher

*Rinat K. Islamgaliev*<sup>1,5</sup>, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, professor of Chair of Materials Science and Physics of Metals

<sup>1</sup>Ufa State Aviation Technical University, Ufa (Russia)

<sup>2</sup>Bashkir State University, Ufa (Russia)

\*E-mail: [frikaleksandra@gmail.com](mailto:frikaleksandra@gmail.com)

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0483-2851>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5623-6117>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6234-7363>

Received 14.07.2021

Accepted 28.07.2022

**Abstract:** A crucial aspect in the development of materials with improved functional properties is ensuring their ability to withstand the operating temperatures of a finished product. To increase the service life and efficiency of products made of ferrite-martensite steels, various types of deformation and thermal treatments are used. The authors studied the influence of different temperature regimes on the structure and thermal stability of ЭИ-961Ш ferrite-martensite steel subjected to rolling and additional hardening. As a method of deformation and heat treatment, the authors used cold rolling followed by re-quenching from a temperature above the ferrite/austenite phase transition. The samples were rolled during several passes on a laboratory rolling mill with the deformation of 6 % per pass for a final thickness of 4.3 mm to a reduction degree of 70 %. The authors carried out structural studies by transmission electron microscopy and scanning electron microscopy. The study showed that as a rolling result, a bimodal band structure forms with the distribution of Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> carbide particles along the grain boundaries. When using additional hardening, an increase in the globular carbides proportion is observed, and during the study by transmission electron microscopy, nano-twins were found in the structure. The bands' width after the reduction by 50 % was 0.5 microns and after cold rolling and additional heat treatment – 0.4 microns. The authors carried out short annealing in the operating temperature range to study the thermal stability of ferrite/martensite steel structure after cold rolling and additional heat treatment. The thermal stability study showed that many structural features formed during previous deformation and heat treatment are preserved, however, after annealing at 600 °C, there are no visually observable nano-twins in the structure.

**Keywords:** cold rolling; ferrite-martensite steel; steel ЭИ-961Ш; martensite; carbides; thermal stability; deformation; heat treatment; reduction.

**Acknowledgments:** A.A. Frik expresses gratitude to the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation for its financial support within the state assignment of the Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education “USATU” (agreement No. 075-03-2022-318/1) “Youth Research Laboratory of the REC “Metals and Alloys under the Extreme Conditions”.

M.A. Nikitina expresses gratitude to the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation for its financial support within the project No. 0838-2020-0006 “Fundamental research of new principles of creation of the ad-

vanced electromechanical energy converters with the characteristics higher than the international standards with the improved efficiency and minimum specific indicators with the use of new high-performance electrotechnical materials”.

The paper was written on the reports of the participants of the X International School of Physical Materials Science (SPM-2021), Togliatti, September 13–17, 2021.

**For citation:** Frik A.A., Nikitina M.A., Islamgaliev R.K. Thermal stability of the ЭИ-961Ш steel structure after combined processing. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 3, pp. 79–89. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-3-2-79-89.