



Phase transformation in austenitic steel induced by plastic deformation

FÁZOVÁ TRANSFORMACE V AUSTENITICKÉ OCELI VYVOLANÁ PLASTICKOU DEFORMACÍ

J. Drahokoupil¹, P. Haušild¹, V. Davydov² a P. Pilvin³

¹FJFI ČVUT, Trojanova 13, 120 00 Praha 2, ČR

²UJF AV ČR, v.v.i., 250 68 Řež, ČR

³Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux de Bretagne, Université de Bretagne-Sud, Rue de Saint Maudé, BP 92116, 56321 Lorient, France
draho@fzu.cz

Keywords:

Phase transformation, Texture, X-ray diffraction, Neutron diffraction, Electron backscatter diffraction

Abstract

Kinetics of deformation induced martensitic transformation in metastable austenitic AISI 301 steel was characterized by several techniques including classical light metallography, X-ray diffraction, neutron diffraction and electron back scattered diffraction. In order to characterize the martensitic transformation, several specimens were tensile pre-deformed to 5%, 10% and 20% of plastic deformation and compared with non-deformed state. During straining, the volume fraction of α' -martensite rapidly prevails over the volume fraction of original austenite and reach the value circa 70%.

Úvod

V austenitické oceli s nízkým obsahem niklu dochází vlivem tváření za studena k fázové transformaci z kubického plošně centrovaného γ -austenitu na kubický prostorově centrovaný α' -martenzit a na hexagonální δ -martenzit [1]. Cílem tohoto výzkumu bylo porovnat charakterizaci martenzitické transformace v metastabilní austenitické oceli pomocí tří difrakčních technik (rtg, neutrony, EBSD). Kromě fázové transformace byla pozorována i textura a v případě rtg difrakce také vývoj velikosti krystalitů na vložení deformaci. Objemové zastoupení deformačně indukovaného martenzitu f_m bývá efektivně popisováno pomocí kinetické rovnice navržené Shinem [2]:

$$f_m = 1 - \exp(-n \cdot \epsilon_{pl}) \quad (1)$$

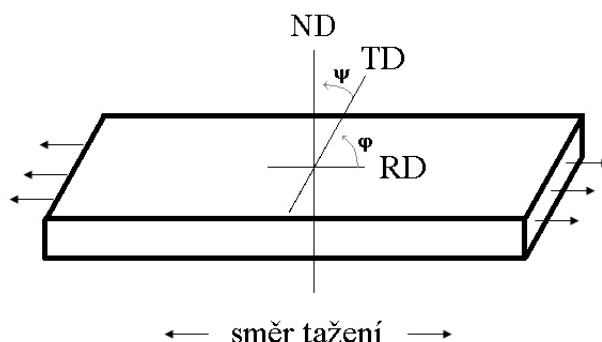
kde ϵ_{pl} je volný parametr stability, ϵ_{pl} je plastická deformace a n je deformační parametr.

Materiál a metody

Jako vzorky byly použity plechy tloušťky 0,68 mm z chrom-niklové austenitické oceli odpovídající AISI 301. Analyzované chemické složení udané výrobcem odpovídá 0,05 % C, 17 % Cr, 7 % Ni, 0,5 % Si, 1,5 % Mn, 0,1 % Mo (hmotnostní %). Několik vzorků bylo předdeformováno na zkušební stroji INSPEKT 100kN na hodnoty deformace 5 %, 10 %, 15 % a 20 %. Byla použita pomalá rychlost

deformace $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, abychom se vyhnuli zahřívání vzorku,

které se objevilo při vyšších rychlostech deformace. U metastabilních ocelí může příprava vzorků jako je mechanické broušení a leštění vést v povrchových vrstvách k fázové transformaci, proto byly povrchové vrstvy elektrolyticky odleštěny. K pozorování mikrostruktury byl použit světelný mikroskop Neophot 32. Difrakce zpětně rozptýlených elektronů (EBSD) byla provedena v řádkovacím elektronovém mikroskopu s autoemisní katodou FEI Quanta 200 FEG s EBSD detektorem TSLTM. Pro rentgenová difrakční měření byl použit difraktometr X'Pert PRO s texturním nástavcem ATC-3, Co lampou a detektorem X'Celerator. Neutronová difrakce byla provedena na difraktometru TEXTDIFF na reaktoru LVR-15 v Řeži s vlnovou délkou neutronů $\lambda = 0,16476 \text{ nm}$. Pro neutronová měření bylo spojeno pět vzorků se stejnou hodnotou deformace v jeden za účelem zvýšení difrakčního objemu a tedy zvýšení intenzity difrakčního



Obrázek 1. Orientace směrů RD, TD a ND vůči směru tažení a definice úhlů ψ a ϕ .

záznamu. Orientace vzorku vůči směru tažení s označením směrů a úhlů popisujících orientaci vzorku je na obr. 1. Pro stanovení fázového zastoupení u texturovaných materiálů je např. v případě Rietveldovy metody [3] možné použít March-Dollasovu korekci [4]. Tento postup byl použit při zpracování neutronových dat s využitím programu FullProf [5]. Pro rtg měření byl použit postup korigující intenzitu pomocí pólových obrazců. Výpočet byl proveden ve vlastním programu, který minimalizoval následující faktor shody R:

$$R = \frac{w_p (I_p^{avrP} I_p^{cal})^2}{w_p (I_p^{cal})^2}, \quad (2)$$

kde I_p^{avrP} je průměrná intenzita pólového obrazce pro difrakci p , $w_p = 1/I_p^{avrP}$ je váhový faktor, I_p^{cal} $mSLPF$ je vypočtená intenzita pro difrakci p . Kde m je faktor násobnosti difrakce, S je její škálovací faktor, L a P označují Lorentzův a Polarizační faktor a F je strukturní faktor. Při samotné minimalizaci docházelo k upřesňování škálových faktorů martenzitu a austenitu a společného teplotního faktoru.

Frakční hmotností zastoupení fáze je pak vypočteno pomocí následujícího vztahu [6]:

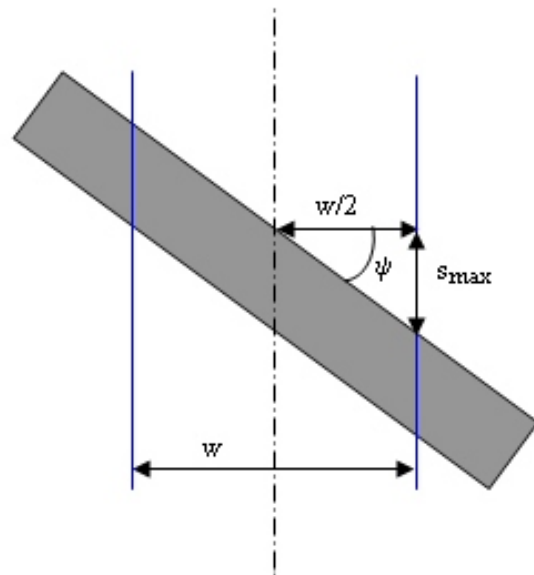
$$W = \frac{(SZMV)}{(SZMV)_i}, \quad (3)$$

kde S je škálovací faktor, Z je počet atomů v základní buňce, M je hmotnost atomu, V objem základní buňky, index i označuje sumaci přes všechny fáze. Tento vztah je vlastně použit i při Rietveldově metodě. Rozdíl obou postupů je dán jen ve stanovení škálového faktoru.

Při rtg texturní analýze byly austenitové linie 111 , 200 , 220 , 311 , 222 a γ' -martenzitové linie 110 , 200 , 211 , 220 měřeny v rozsahu úhlu od 0° do 80° a od 0° do 360° , oba dva úhly s krokem 10° . Kromě hrubých přímých pólových obrazců byla měřena pomocí netexturovaného standardu wolframu i defokuse a provedeny korekce na defokuse a pozadí [7]. V programu X'Pert Texture byla nejprve vypočtena ODF a poté i kompletní pólové obrazce, které při reflexní geometrii není možné naměřit v celém rozsahu.

Při EBSD analýze je orientace a fáze přiřazena každému měřenému bodu a fázové zastoupení je dáno plošným obsahem konkrétních fází. Analyzována oblast $300 \times 300 \text{ m}^2$ odpovídá ploše cca 100 původních austenitických zrn.

Stanovení velikosti krystalitů bylo provedeno jen pro data naměřená rtg difrakcí. Stanovení bylo komplikováno texturou, která omezuje množství pozorovatelných difrakcí pro danou orientaci vzorku, elastickou anizotropií, která komplikuje separaci deformační a velikostního rozšíření a pravděpodobnou směrovou závislost velikostí krystalitů způsobenou orientovanou deformací. Proto byla vybrána tato dvojice difrakcí 111 - 222 pro austenit a 110 - 220 pro martenzit a vzorek natočen o cca 25° od normály povrchu. Toto naklonění způsobuje další rozšíření difrakčních profilů. Pro výpočet velikostí krystalitů byl použit program Topas [8], který používá tzv. „Fundamental parametr approach“, pomocí kterého je možné instrumentální profil vypočítat. Je však nutné zadat instrumentální parametry jako je poloměr difraktometru, velikosti clon, štěrbin,... . Řada běžných instrumentálních vlivů je už v programu zahrnuta, pro jiné je možné, pokud jsme schopni popsat jejich vliv na difrakční profil, je zahrnout pomocí aditivní konvoluce. Tak tomu bylo i v případě náklonu vzorku. Pokud je vzorek nakloněn o úhel ψ , dostane se jedna část vzorku nad osu goniometru a druhá část vzorku pod osu goniometru, jak je to vyznačeno



Obrázek 2. Natočení vzorku o úhel ψ . Maximální vyosení vzorku z osy goniometru s_{max} , je dané šířkou svazku w .

na obr.2. Je zřejmé, že maximální vyosení vzorku z osy goniometru s_{max} bude pak popsáno vztahem:

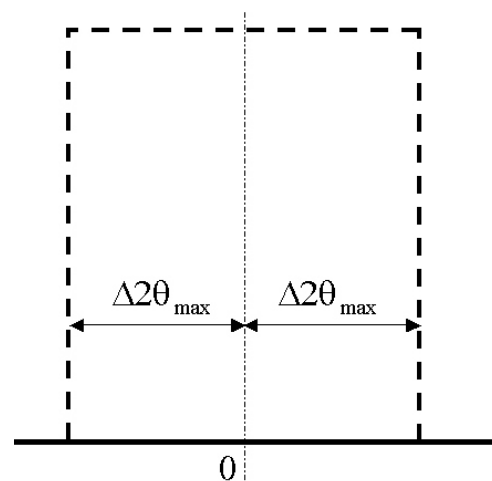
$$s_{max} = \frac{w}{2} \tan \psi, \quad (4)$$

uvážíme-li navíc, že posun difrakčního maxima $2\Delta\theta_{max}$ vlivem vyosení vzorku z osy goniometru je popsán pomocí běžně známého vztahu $2\Delta\theta_{max} = s_{max} \cos \theta / R$ [9], dostaneme pro maximální posun difrakčního maxima výraz:

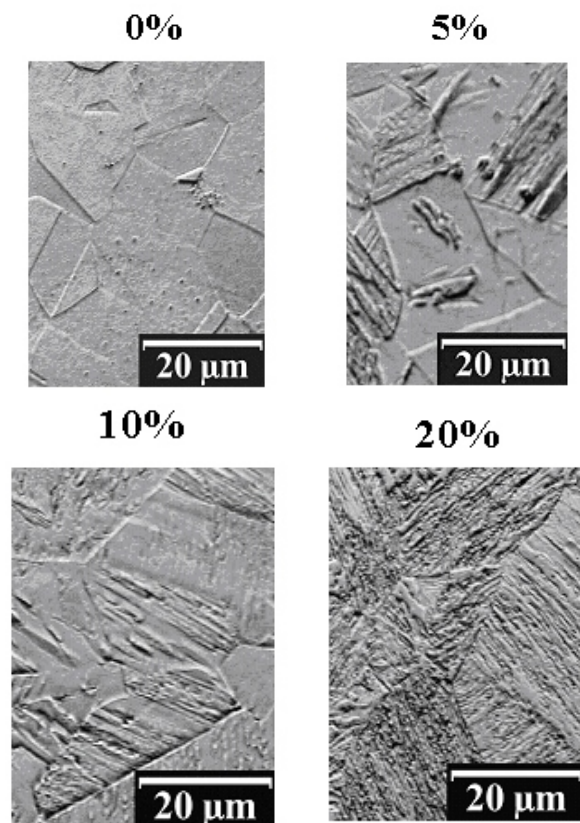
$$2\Delta\theta_{max} = \frac{w \cos \theta}{2R} \tan \psi, \quad (5)$$

kde w je šířka svazku a R poloměr difraktometru.

Naměřený difrakční profil pak bude sumou dílčích profilů s různým stupněm vyosení. Pro zahrnutí korekce pro rozšíření difrakčního profilu vlivem vyosení vzorku z osy difraktometru je nutné použít konvoluci s tzv. „TOP-HAT“ funkcí s šířkou $2 \times 2\Delta\theta_{max}$, viz. obr. 3. Tato funkce je nenulová pouze v definovaném oboru, mimo tuto oblast má hodnotu rovnou nule.



Obrázek 3. Aberační „TOP-HAT“ funkce s šířkou $2 \times 2\Delta\theta_{max}$.



Obrázek 4. Mikrostruktura oceli AISI301 v nedeformovaném stavu a po několika úrovních plastické deformace.

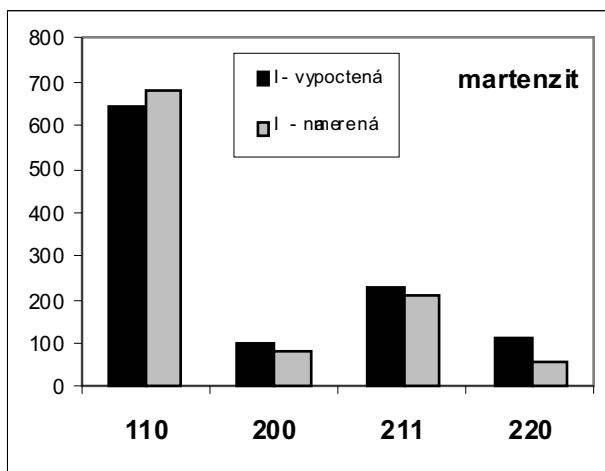
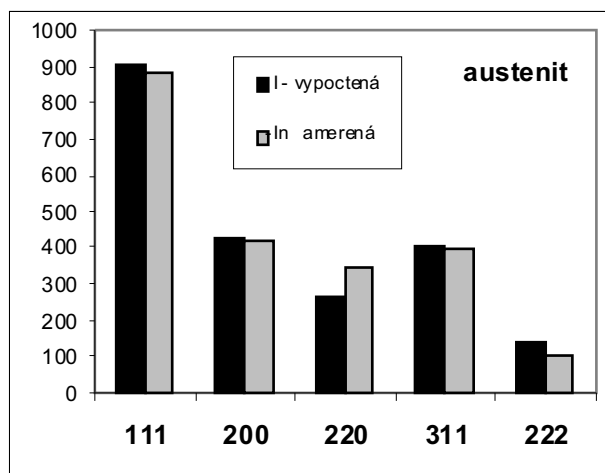
Výsledky a diskuse

Světelná mikroskopie. Mikrostruktura počátečního stavu a po různém stupni plastické deformace je zobrazena na obr. 4.

V nedeformovaném stavu je struktura tvořena velkými austenitickými zrny s typickou dvojčatovou strukturou. Vlivem plastické deformace se v těchto zrnech začínají objevovat martenzitické oblasti. Množství martenzitu se s rostoucí plastickou deformací zvětšuje až fáze martenzitu začne převládat nad původním austenitem.

Fázová analýza. Výstup z vlastního programu korigujícího intenzitu difrakcí pomocí pólových obrazců ukazující shodu mezi naměřenou a vypočtenou intenzitou pro jednotlivé difrakce fází martenzitu a austenitu je zobrazen na obr. 5. Souhrnně lze říci, že nejmenší shoda mezi naměřenými a vypočtenými intenzitami se projevovala u posledních linií 222 austenitu a 220 martenzitu. Tento nesouhlas je pravděpodobně dán malým vstupním oknem detektoru v případě těchto nejširších linií a nedokonalou korekcí na tento efekt.

Všechny tři difrakční techniky prokázaly, že deformační proces transformuje původní austenit převážně na γ' -martenzit. V malém množství byl pozorován i α' -martenzit a to zejména pomocí EBSD a neutronů, při rtg měření nebyl téměř identifikován. Tento rozpor je pravděpodobně dán tím, že díky překryvům difrakčních linií α' -martenzitu s fází γ' -austenitu je možné pozorovat jen některé difrakční maxima a tím, že identifikace fází pro rtg měření byla provedena z rovin s normálou ve směru ND,

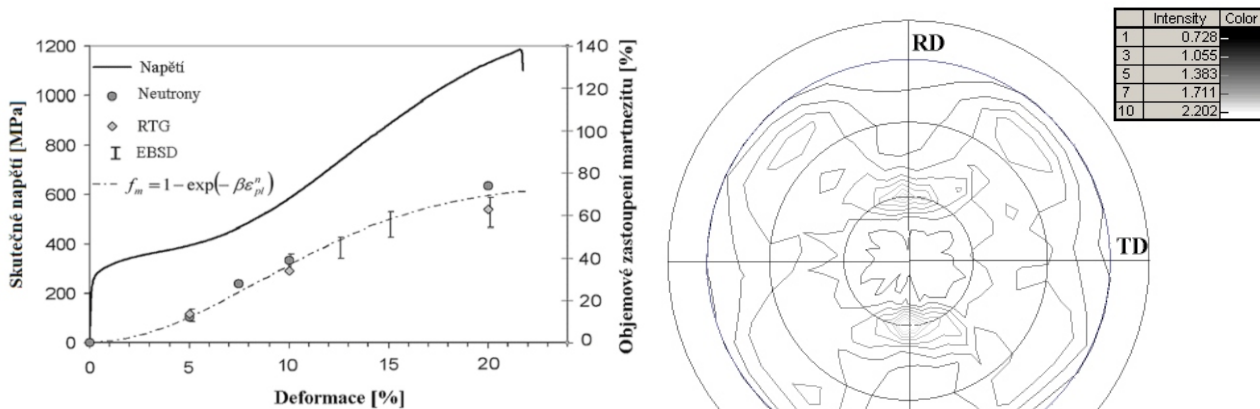


Obrázek 5. Porovnání shody intenzit jednotlivých difrakcí austenitu (vlevo) a martenzitu pro vzorek s plastickou deformací rovnou 15%. Tmavé sloupce odpovídají vypočteným intenzitám a světlé sloupce naměřeným.

oproti EBSD a neutronům, kde byly pozorovány roviny s normálou ve směru RD. Procentuální objemové zastoupení plasticky indukovaného martenzitu je pro všechny tři difrakční techniky ve shodě s kinetickou rovnicí [2]. Objem martenzitu se zvětšuje s rostoucí deformací, až postupně převáží nad původním austenitem dosahující hodnoty okolo 70%, viz obr. 6.

Textura. Původní válcovací textura austenitu se během deformačního procesu téměř nezměnila, což opět potvrdily všechny tři difrakční techniky. Pro rtg data je to zobrazeno na obr. 7. Fázová transformace probíhá přibližně podle orientačních relací Kurdjumova a Sachse [10], kdy původní hustě obsazené roviny $\{111\}$ austenitu přechází na hustě obsazené roviny γ' -martenzitu $\{110\}$, jak je patrné z obr. 8., kde jsou vyneseny pólové obrazce linií 111 austenitu a 110 martenzitu všech tří difrakčních technik pro vzorek s deformací 10%.

Velikost krystalitů. Závislost velikosti krystalitů D na stupni deformace je ukázána na obr. 9. Jak je již patrné z optických pozorování, velikost krystalitů austenitu se vlivem deformace zmenšuje, řádově z 250 nm v nedeformovaném stavu až po cca 50 nm ve stavu po plastické deformaci úměrně 20%. Na velikost krystalitů martenzitu se deformace projevuje dvěma vlivy. Prvním



Obrázek 6. Vývoj objemové frakce γ -martenzitu po plastické deformaci. Parametry kinetické rovnice (1) byli zpřesněny pro dosažení nejlepší shody ($\beta = 70$, $n = 2$).

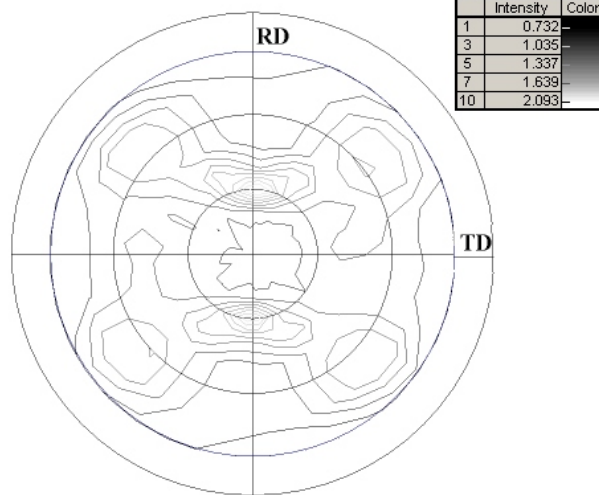
a)

z nich je přeměna nestabilního austenitu na martenzit a druhým je porušování krystalitů vlivem deformace. Jak je patrné z obr. 9. vliv přeměny převáží nad rozbíjením deformací a velikost krystalitů se s rostoucí deformací postupně zvětšuje až na cca 75 nm při 20% plastické deformaci.

Shrnutí a závěry

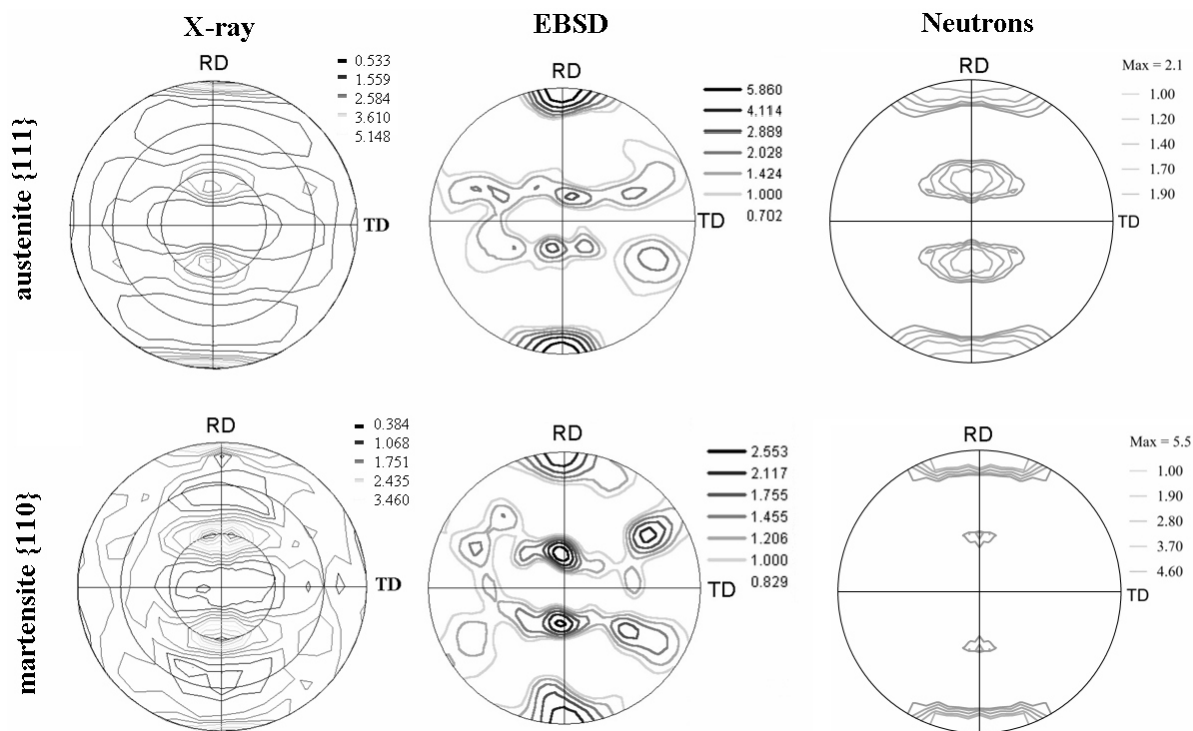
Použité difrakční techniky se liší zejména ve studovaném objemu vzorku. Pro neutronovou difrakci to může být oblast až cm^3 , pro rentgenovou difrakci je to plocha $\sim \text{cm}^2$ a pro EBSD $\sim 0,01 \text{ mm}^2 \times 10 \text{ nm}$. Velký studovaný objem může být samozřejmě výhodou, ale i nevýhodou pokud se zajímáme o lokální vlastnosti. Neutronová difrakce je přes své přednosti relativně experimentálně a časově náročná technika vyžadující větší množství vzorku. Rentgenová difrakce umožňuje získat informace z výrazně menšího objemu vzorku, je relativně rychlá a experimentálně nenáročná. Difrakce zpětně rozptýlených elektronů umožňuje lokální studium mikrostruktury.

Deformace vyvolá fázovou transformaci původního metastabilního austenitu převážně na γ -martenzit. Protože austenitické roviny $\{111\}$ odpovídají přibližně po transformaci martenzitickým rovinám $\{110\}$ a tedy odpovídající texturní maxima leží zhruba ve stejném směru, je možné jednoduše provést analýzu velikostí krystalitů z rovin stejně orientovaných vůči souřadnému systému vzorku. Během deformace dochází k postupnému převážení zastoupení γ -martenzitu nad původním austenitem až na objemový podíl téměř 70%. Deformační proces také zmenšuje velikost krystalitů austenitu. Naproti tomu se velikost krystalitů martenzitu mírně zvětšuje. Jak pro fázovou analýzu tak pro studium textury, daly všechny tři difrakční techniky obdobné výsledky. Protože rtg difrakce brala informaci z povrchu vzorku, EBSD z lokálních oblastí ve středu vzorku a neutronová difrakce z několika vzorků můžeme konstatovat, že použitý deformační proces je relativně homogení a povrchové hodnoty se neliší od objemových.

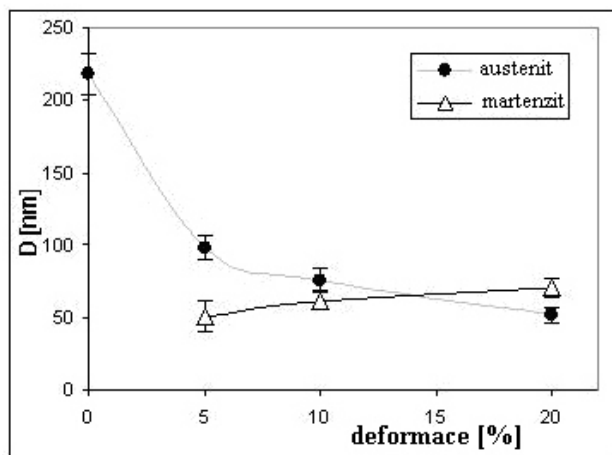


b)

Obrázek 7. Pólové obrazce rovin $\{200\}$ austenitu a) v původním stavu a b) ve stavu po 15% deformaci.



Obrázek 8. Pólové obrazce všech tří difrakčních technik rovin {111} austenitu a {110} martenzitu pro vzorek s 10% deformací.



Obrázek 9. Vývoj velikosti krystalitů s úrovní deformace.

- H. M. Rietveld: *J. Appl. Cryst.*, **2**, (1969), pp. 65-71.
- W.A. Dollase: *J. Appl. Cryst.* (1986), **19**, 267 - 272.
- <http://www.ill.eu/sites/fullprof>.
- RJ. Hill, C.J.Howard: *J. Appl. Crystallogr.* **20** (1987), pp. 467-474.
- V. Randle, O. Engler, *Introduction to Texture Analysis*, 2nd ed., CRC Press: Boca Raton. 2010
- <http://www.bruker-axs.de/topas.html>
- Vitalij K. Pecharsky and Peter Y. Zavalij: *Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials*. Kluwer Academic Publishers: Boston/Dordrecht/London. 2004.
- H.K.D.H. Bhadeshia, R. Honeycombe: *Steels, Microstructure and Properties*, 3rd edition. Elsevier. 2006.

Literatura:

- L. Mangonon Jr., G. Thomas: *Metall. Trans.* **1** (1970), p. 1577.
- H.C. Shin, T.K. Ha, Y.W. Chang: *Scripta Mater.* **45** (2001), p.823.

Poděkování

Tato práce vznikla za finanční podpory Grantové agentury České republiky skrze grant č. 101/09/0702 a také díky projektu studentské grantové soutěže ČVUT č. SGS 10/300/OHK4/3T/14.