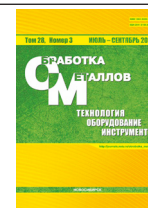




Обработка металлов (технология • оборудование • инструменты)

Сайт журнала: http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov



Оценка возможности снижения остаточного аустенита при лазерной цементации низкоуглеродистой стали дополнительной криогенной обработкой

Антонина Карлина^{1, а, *}, Виталий Гладких^{1, б}, Галина Витькина^{2, с},
Роман Кононенко^{2, 3, д}, Виктор Кондратьев^{2, 4, е}

¹ Национальный исследовательский Московский государственный строительный университет, Ярославское шоссе, 26, г. Москва, 129337, Россия

² Череповецкий государственный университет, ул. Луначарского, 5, г. Череповец, 162602, Россия

³ Иркутский национальный исследовательский технический университет, ул. Лермонтова, 83, г. Иркутск, 664074, Россия

⁴ Институт геохимии им. А.П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук, ул. Фаворского, стр. 1А, г. Иркутск, 664033, Россия

^а <https://orcid.org/0000-0003-3287-3298>, karlinat@mail.ru; ^б <https://orcid.org/0000-0003-1953-1584>, gladkich_87@mail.ru;

^с <https://orcid.org/0000-0002-1076-2709>, 20procents@mail.ru; ^д <https://orcid.org/0009-0001-5900-065X>, istu_politeh@mail.ru;

^е <https://orcid.org/0000-0002-7437-2291>, imz@mail.ru

ИНФОРМАЦИЯ О СТАТЬЕ

УДК 621.793

История статьи:

Поступила: 08 июня 2026

Рецензирование: 16 июля 2026

Принята к печати: 29 июля 2026

Доступно онлайн: 15 сентября 2026

Ключевые слова:

Цементация

Паста

Мартенсит

Ледебурит

Аустенит

АННОТАЦИЯ

Введение. Остаточный аустенит представляет собой аустенитную фазу, сохраняющуюся в стали после ее неполного превращения в мартенсит/бейнит/феррит. Присутствие остаточного аустенита в стали может вызывать положительные или отрицательные изменения в зависимости от его доли. Следовательно, в готовых изделиях должен быть соответствующий диапазон содержания остаточного аустенита. В процессе традиционной химико-термической обработки металлов цементацией остаточный аустенит является недопустимым дефектом процесса. В сфере поверхностной обработки металлов концентрированными источниками энергии этому вопросу посвящено очень мало работ. **Цель работы** – снижение остаточного аустенита в цементируемом слое после лазерного упрочнения с использованием дополнительной криогенной обработки. **Материалы и методы исследований.** Лазерную цементацию стали 20 проводили волоконным лазером непрерывного действия на основе иттербия (LS-16, 1,5 кВт, IPG Photonics, Оксфорд, Массачусетс, США), излучающим на длине волны 1,07 мкм. Содержание углерода в заданном науглероженном слое определяли методом оптической эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда (GD-Profilers 2TM). Твердость измеряли с помощью полуавтоматического твердомера Виккерса с нагрузкой 500 г и шагом вдавливания 0,25 мм. Рентгенодифракционные спектры регистрировали с помощью прибора SmartLab 9KW с медной мишенью Cu-Kα и длиной волны рентгеновского излучения (λ) 1,5406 Å. Диапазон угла сканирования 2θ составлял от 40 до 100°, скорость сканирования – 2° в минуту. Количественный анализ объемной доли остаточного аустенита проводился в соответствии с рекомендациями, указанными в ASTM E975-13. Криогенную обработку осуществляли при температуре –196 °С. **Результаты исследований.** Различное содержание графита в составе паст для лазерной цементации приводит к формированию разных структур и фаз (цементита, ледебурита, мартенсита, остаточного аустенита) в поверхностном слое. Исследование микроструктурного состояния поверхностного слоя показало, что структура исходного материала стали 20 состоит из мягкого и пластичного феррита с твердым перлитом. Тепловой градиент на поверхности расплавленной углеродосодержащей смеси, создаваемый лазерным лучом, трансформировал исходную микроструктуру в мартенсит путем растворения углеродного состава смеси и затвердевания аустенитной фазы в мартенсит посредством быстрого охлаждения. При этом из-за быстрого охлаждения поверхностного слоя формируется остаточный аустенит. В работе показано, что лазерная цементация приводит к образованию модифицированного поверхностного слоя, состоящего из насыщенного углеродом мартенсита, остаточного аустенита и карбидов. Криогенная и отпускная обработка дополнительно преобразуют остаточный аустенит в цементированном слое в мартенсит, что повышает твердость цементированного слоя.

Для цитирования: Оценка возможности снижения остаточного аустенита при лазерной цементации низкоуглеродистой стали дополнительной криогенной обработкой / А.И. Карлина, В.А. Гладких, Г.Ю. Витькина, Р.В. Кононенко, В.В. Кондратьев // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2026. – Т. 28, № 3. – С. 286–314. – DOI: 10.17212/1994-6309-2026-28.3-286-314.

Введение

Низкоуглеродистые стали широко используется во многих отраслях промышленности благодаря умеренной прочности на разрыв, доступности, хорошей механической обрабатываемости, ударной вязкости и пластичности. Однако относительно низкая твердость поверхности и износостойкость ограничивают их эксплуата-

*Адрес для переписки

Карлина Антонина Игоревна, к.т.н., научный сотрудник
Национальный исследовательский Московский
государственный строительный университет,
Ярославское шоссе, 26,
129337, г. Москва, Россия
Тел.: +7 950 120-19-50, e-mail: karlinat@mail.ru

ционные характеристики для работы в сложных условиях [1, 2]. Для решения этих проблем и расширения функциональности деталей машин и механизмов из низкоуглеродистой стали исследователи обратились к методам модификации поверхности, направленным на улучшение их механических свойств [1–10]. Одним из наиболее эффективных методов модификации поверхности является термообработка посредством процесса науглероживания поверхностного слоя металла низкоуглеродистых сталей.

Науглероживание – широко распространенный термохимический процесс, который вводит диффундирующие элементы, такие как углерод, в поверхностный слой стали при повышенной температуре, после чего следует закалка и отпуск для повышения твердости и износостойкости [1–3]. Операции механической обработки низкоуглеродистых сталей, предназначенных для цементации, обычно выполняются до процесса цементации. На этом этапе сердцевина из низкоуглеродистой стали остается относительно мягкой и пластичной, что позволяет эффективно ее резать, строгать и сверлить с минимальным износом инструмента [3–5]. Низкоуглеродистая сталь обладает превосходной обрабатываемостью по сравнению с углеродистыми и легированными сталями, прежде всего благодаря высокому содержанию феррита, самой мягкой фазы стали. Упрочнение низкоуглеродистой стали с помощью процесса цементации значительно повышает ее характеристики во многих инженерных приложениях, где прочность поверхности имеет решающее значение.

Традиционные методы цементации в твердой, жидкой и газовой среде ограничены длительным временем обработки, непостоянной атмосферой, межзерненным окислением и искажением размеров, особенно в деталях сложной формы или тонких деталях [1, 2]. Хотя низкотемпературная (вакуумная) цементация решает многие из этих проблем, предлагая более быстрые циклы науглероживания, минимальное окисление, улучшенную однородность и уменьшенную деформацию, но она также имеет свои недостатки, включая высокие первоначальные инвестиции, зависимость от точной дозировки газа и контроля потока, а также сложность добавления углеродородов, таких как ацетилен, без образования сажи или смолистых отложений, что ограничи-

вает ее широкое применение [1–4]. Кроме того, традиционные процессы производят опасные побочные продукты, генерируют выбросы CO_2 и создают проблемы с утилизацией отработанных цементирующих составов, что делает их экологически неустойчивыми [5, 6]. Более того, для многих инженерных решений существует компромисс между глубиной поверхностного слоя и пластичностью сердцевины, поскольку чрезмерное или глубокое образование науглероженного поверхностного слоя в тонких деталях может снизить общую прочность на растяжение за счет термического роста зерен и увеличения остаточного напряжения. Следовательно, при проектировании необходимо тщательно сбалансировать твердость поверхности и вязкость сердцевины.

Эффективным решением проблемы сокращения времени цементации является поверхностное насыщение с использованием концентрированных источников нагрева. Существует множество методов поверхностного упрочнения высокоизносостойкими материалами. К ним относятся прежде всего лазерная [8–12], электронно-лучевая [13–17], плазменная [18–26] и электродуговая [27, 28] обработка.

Поверхностные слои, содержащие ~1,57...2,55 % (масс.) углерода, были получены методом атмосферной электронно-лучевой наплавки низкоуглеродистых стальных пластин смесью порошков железа и графита [13–17]. Основным параметром процесса, определяющим толщину, структуру и механические свойства упрочненного слоя, был ток электронного пучка. При увеличении тока пучка от 20 до 26 мА толщина наплавленных слоев увеличивалась от 1,2 до 2,6 мм, а твердость снижалась от 5,7 до 4,5 ГПа. В испытаниях на трение с неподвижными абразивными частицами износостойкость наплавленных слоев была близка к износостойкости образцов, подвергнутых цементации в порошковой среде. Лазерная цементация [8–12], так же как и плазменная [18–28], осуществляется преимущественно с плавлением поверхностного слоя, на который предварительно нанесена углеродосодержащая порошковая смесь. Лазерное поверхностное легирование проводилось экспериментально для различных подложек и легирующих элементов [8–10, 29–34]. Большая часть опубликованных работ [8–12, 29–34],

касающихся лазерной цементации сталей, выполнена именно этим методом.

В работах с использованием электронного луча [13–17] плазменной дуги также были получены гиперэвтектические составы по углероду [18–28]. Однако перекристаллизация подложки приводит к образованию трещин, что является существенным недостатком процесса и объясняется изначально хрупкой природой получаемых микроструктур, чему способствуют чрезвычайно высокие скорости охлаждения и затвердевания. Еще одним недостатком процесса является образование газовой пористости в затвердевших поверхностных слоях.

Известно, что мартенсит можно разделить на высокоуглеродистый пластинчатый мартенсит и низкоуглеродистый пластинчатый мартенсит в зависимости от содержания углерода [2, 3]. Повышенное содержание углерода вблизи поверхности при цементации с получением гиперэвтектических составов ($> 4,3$ масс. % С) цементированных слоев [13–17, 22–29] способствует образованию крупнозернистого пластинчатого мартенсита и значительного количества остаточного аустенита, что, следовательно, снижает прочность поверхности и негативно влияет на общие характеристики материала [1–3]. Для снижения содержания остаточного аустенита и повышения прочности поверхности используют многоступенчатые стратегии термообработки, включая двойной высокотемпературный отпуск, вторичное закачивание, криогенную обработку и отпуск при отрицательных температурах.

В отличие от механизма плавления, механизм лазерной цементации, включающий аустенизацию подложки и последующую твердотельную диффузию углерода в аустените, исследовался очень мало [7–9, 29–33]. Этот механизм, безусловно, ближе к традиционным методам газовой и порошковой цементации, но возникает важный вопрос относительно возможности получения цементированных слоев в твердом состоянии с использованием лазерного излучения без плавления поверхности. Это в основном связано с чрезвычайно высокими скоростями нагрева, встречающимися при лазерном облучении сталей, которые составляют порядка 10^4 К/с или даже выше [7–10]. Кроме того, время, проведенное выше критической температуры аустенизации (время выдержки), очень короткое, что

ограничивает доступное время для диффузии углерода в аустените.

Лучшим решением может стать прямой процесс лазерной закалки в контролируемой атмосфере. В подходящей газовой среде лазерный луч способен вызывать химическую реакцию вблизи поверхности стали, что дает возможность изменять ее поверхностные свойства [29–33]. Таким образом, он сочетает в себе преимущества как газового науглероживания, так и лазерного луча, а также устраняет необходимость в дорогостоящих печах и их управлении. Кроме того, контролируемая атмосфера также обеспечивает однородность и управляемость процесса. Необходимо отметить преимущества цементации через пасту или обмазку [13, 14, 19–27], наносимую на поверхность металла, ввиду простоты способа нанесения, контроля содержания углерода в составе пасты и возможности локализации мест цементации на конкретном месте на деталях и инструментах. В то же время особенности лазерной цементации как в газовой, так и твердой фазе, с оплавлением или без оплавления поверхностного слоя и с высокими скоростями нагрева, которые составляют порядка 10^4 К/с или даже выше [8–10], способствуют незавершенности мартенситного процесса на стадии охлаждения, что приводит к формированию остаточного аустенита (ОА) в упрочненном слое. Проведенный нами анализ открытых источников информации показывает, что вопросу остаточного аустенита не уделяется достаточного внимания со стороны научных школ лазерной [8–12], электронно-лучевой [13–17], плазменной [19–28] поверхностной цементации. В то же время большой опыт теоретических и экспериментальных исследований накоплен в области традиционных печных химико-термических методов обработки различных металлов [1–5, 34–44].

Известно [1, 2, 36, 41, 42], что остаточный аустенит обнаруживается в сталях, когда аустенит не полностью превращается в продуктивные фазы. Термин «остаточный аустенит» обозначает аустенит, который не подвергается превращению при комнатной температуре. Стабильность и количество остаточного аустенита являются важными факторами при проектировании стали. Хотя исследования показали, что остаточный аустенит улучшает механические свойства стали, но его склонность к превращению в мартенсит

при дальнейшем переохлаждении или приложенном напряжении также может быть нежелательной. Например, сообщалось, что остаточный аустенит увеличивает срок службы подшипников при усталостном качении, но его избыточное количество может ухудшить размерную стабильность подшипников [37–40]. Присутствие ОА в стали может вызывать положительные или отрицательные изменения в зависимости от его доли. Следовательно, в готовых изделиях, таких как шестерни, подшипники и инструменты, желателен соответствующий диапазон содержания ОА. Для повышения долговечности подшипников в различных областях применения их микроструктура должна быть настроена в соответствии с их использованием. Например, подшипники в редукторах могут преждевременно выйти из строя из-за образования трещин в подшипниковой стали, если не поддерживается необходимое содержание ОА [37–40]. Сообщалось, что увеличение содержания ОА ($> 20\%$) в этих подшипниках обеспечивает относительно длительный срок службы в таких областях применения.

В работах [4–6] рассмотрены вопросы влияния длительности процесса насыщения углеродом на величину остаточного аустенита среднеуглеродистых сталей 40X, 35XГСА и 42CrMoS4. Показано, что увеличение времени насыщения с 8 до 12 часов приводит к увеличению остаточного аустенита с 7 до 14 %.

Авторы работы [41] показали, что прямая оценка количества аустенита, оставшегося неизменным после полной закалки, с помощью рентгенодифракционного анализа затруднена, поскольку высокоинтенсивные пики аустенита и мартенсита перекрываются и сливаются, а аустенит превращается в мартенсит во время подготовки образца из-за своей низкой стабильности. Результаты показывают, что количество остаточного аустенита в полностью закаленном образце низкоуглеродистой стали недооценивается при использовании стандартной рентгенодифракционной спектроскопии.

Однако, по мнению авторов [41], становится возможным обнаружить даже это небольшое количество остаточного аустенита после короткой термической обработки (нагрев до температур 200–400 °C), которая приводит к обогащению аустенита углеродом. Из-за обеднения мартен-

сита углеродом и сопутствующего обогащения аустенита пики разделяются и разрешаются.

В работе [42] исследуется магнитоиндуктивный метод оценки различных уровней содержания остаточного аустенита в цементированной подшипниковой стали 20NiCrMo7, при этом проводится сравнение с соответствующими измерениями методом рентгеновской дифрактометрии и анализом изображений с помощью оптического микроскопа. Содержание остаточного аустенита в цементированной стали 20NiCrMo7 было изменено путем дополнительного отпуска; магнитоиндуктивный метод дает точные результаты (со средним отклонением 0,5 %) с достаточной чувствительностью на различных уровнях (включая значения ниже 5 об. %) остаточного аустенита.

В работе [45] используются фотографии микроструктур и содержание углерода для обучения моделей машинного прогнозирования остаточного аустенита цементированной стали. Для установления взаимосвязи между химическими элементами, микроструктурой и механическими свойствами сначала необходимо металлографически точно определить микроструктуру. Нейронная сеть устанавливает отображение из пространства признаков в целевой атрибут без учета каких-либо сложных законов внутренних преобразований; вместо этого она преобразует процесс в набор обучаемых весов, которые теоретически могут аппроксимировать любой тип нелинейного преобразования. Таким образом, крайне важно уметь точно сегментировать фотографии микроструктур стали [45]. Результаты показывают, что точность сегментации по фотографиям микроструктуры с помощью модели достигает 95,2 %.

Криогенная обработка (КИ) широко известна своей эффективностью в снижении доли остаточного аустенита и стабилизации фаз при комнатной температуре [46]. Во время КИ материал выдерживается при температуре значительно ниже температуры завершения мартенситного превращения (M_f) в течение определенного времени, после чего следует процесс повторного нагрева до комнатной температуры [1–10, 42–44].

В работе [47] разработан комплексный технологический процесс для стали, включающий в себя цементацию, отпуск, закалку и криогенную обработку. Цементированные образцы

были охарактеризованы путем анализа профиля углерода, содержания остаточного аустенита на поверхности, микроструктуры и профиля твердости. Стали $17\text{Cr}_2\text{Ni}_2\text{MoVNb}$ и $20\text{Cr}_2\text{Ni}_4\text{A}$ имели схожую микроструктуру после цементации, состоящую из высокоуглеродистого игольчатого мартенсита, карбидов и остаточного аустенита в поверхностном слое и низкоуглеродистого пластинчатого мартенсита в сердцевине. Глубина цементированного слоя составляла около $1,4 (\pm 0,05)$ мм. Была получена хорошая микроструктура с игольчатым отпущенным мартенситом, меньшим количеством остаточного аустенита, мелкозернистыми дисперсными карбидами и отсутствием оксидов. Твердость образцов вблизи поверхности после криогенной обработки увеличилась на 102...122 HV.

Ранее мы указывали, что в процессе поверхностной цементации формируются ледебуритные структуры в цементированном слое [13, 14, 24]. Представляет интерес работа [48], где была исследована микроструктура ледебуритовой стали Vanadis 6, подвергнутой обработке при отрицательных температурах -140°C в течение различного времени с последующими различными режимами отпуска. Полученные результаты позволяют авторам сделать следующие выводы: 1) количество остаточного аустенита уменьшается в пять раз в результате этой обработки, и в этой фазе возникают сжимающие напряжения выше 1500 МПа; 2) в период обработки при отрицательных температурах -140°C образуется большое количество «дополнительных» цементитных карбидов; это количество выше, чем достигается при обработке при отрицательных температурах -196°C .

Анализ литературы как по традиционным методам цементации, так и по методам с использованием концентрированных источников нагрева показывает, что процесс цементации является критически важной технологией для улучшения характеристик поверхности и механической надежности металлов, однако он сопряжен с рядом проблем и ограничений, которые могут повлиять на его эффективность. Вопросам снижения остаточного аустенита при традиционных способах цементации уделяется особое внимание. Криогенная обработка является в настоящий момент единственной операцией, позволяющей уменьшить его содержание в цементированной стали [47–49].

Результаты недавних исследований подчеркивают как достижения, так и критические проблемы, связанные с методами цементации [29–33]. Точный контроль потенциала углерода, температуры и времени выдержки необходим для достижения равномерной глубины закали и концентрации углерода, но отклонения могут привести к остаточному аустениту, хрупким карбидным сеткам или неполному упрочнению из-за недостаточной диффузии углерода [1–10].

В работе [33] проведен обзор литературы в области лазерной поверхностной термообработки сталей. Авторами показано, что за период с 2008 по 2024 год количество публикаций, посвященных лазерной обработке стали, увеличилось почти в 20 раз. К 2024 году число статей оставалось на уровне более 200. Это демонстрирует значительный интерес к технологии лазерной поверхностной закалке как простых сталей, так и цементированных сталей в различных центрах по всему миру и подтверждает утверждение о том, что она обладает значительным потенциалом применения с измеримыми экономическими выгодами. В то же время отметим, что в обзоре [33] приоритет отдавался публикациям, содержащим подробные числовые и описательные данные, относящиеся к процессу лазерной обработки (закалки), такие как мощность лазера, скорость сканирования, диаметр пятна, тип лазерного источника, конечная твердость и химический состав стали. Первоначально это была база данных, содержащая около 100 наиболее релевантных исследований. В обзоре нет ссылок на отдельную область применения лазеров в процессах химико-термической обработки, кроме двух работ [29–32], приведенных выше.

В настоящей работе представлен метод лазерного упрочнения с применением нанесенной на поверхность низкоуглеродистой стали графитовой смеси, которая переплавлялась с поверхностным слоем металла с использованием лазерного излучения и последующей дополнительной криогенной обработкой.

Целью работы является снижение остаточного аустенита в цементуемом слое после лазерного упрочнения с использованием дополнительной криогенной обработки.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие **задачи**:

- исследование микроструктуры и распределение микротвердости поверхностного слоя

низкоуглеродистой стали после лазерной цементации с оплавлением;

- исследование влияния криогенной обработки на твердость и содержание остаточного аустенита в упрочненном слое.

Материалы и методы исследований

В качестве основы для получения цементуемого поверхностного слоя в металле использовали сталь 20 – низкоуглеродистую качественную конструкционную сталь, известную своей высокой прочностью, хорошей обрабатываемостью, свариваемостью и ковкостью. Типичный химический состав стали 20 по ГОСТ 1050–2013: 0,17...0,24 % (C), 0,35...0,65 % (Mn), 0,17...0,37 % (Si), не более 0,030 % (P), не более 0,030 % (S). Она обладает минимальным пределом прочности на растяжение 450 МПа и пределом текучести 245 МПа. Удлинение до разрушения может достигать 35...40 %. Легко подвергается холодной и горячей вытяжке с использованием соответствующего формовочного оборудования. Размеры образцов для лазерной обработки составили 100×40×10 мм. На поверхность образца стали 20 наносилась графитсодержащая смесь (графит марки ЭГС).

На рис. 1 представлены фрагменты графита в порошковом составе. Подробная технология нанесения графитовой смеси в виде пастообразной массы на поверхность образцов подробно приведена в работах авторов [13–29]. Лазерная модификация поверхности с нанесенным графитовым слоем проводилась с использованием

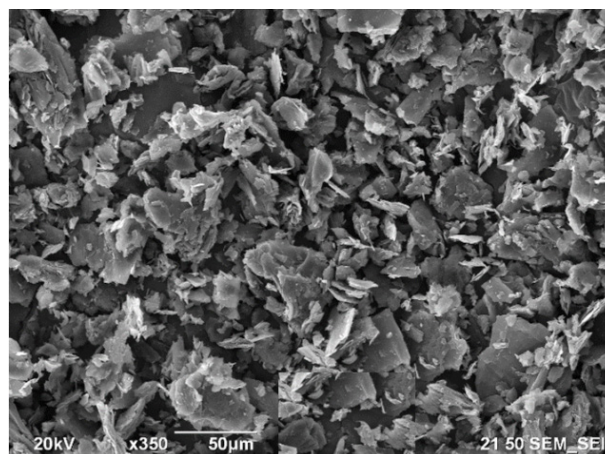


Рис. 1. Фрагменты частиц графитового покрытия с размером < 0,08 мм

Fig 1. Fragments of graphite coating particles with a size of < 0.08 mm

ем обрабатывающего блока, оснащенного волоконным лазером непрерывного действия на основе иттербия (LS-16, 1,5 кВт, IPG Photonics, Оксфорд, Массачусетс, США), излучающим на длине волны 1,07 мкм. В табл. 1 показаны режимы, при которых осуществляли процесс лазерного насыщения.

Содержание углерода в заданном науглероженном слое определяли методом оптической эмиссионной спектрометрии тлеющего разряда (GD-Profilер 2™). Твердость измеряли с помощью полуавтоматического твердомера Виккерса МН-500 с нагрузкой 500 г и шагом вдавливания 0,25 мм. Рентгенодифракционные спектры регистрировали с помощью прибора SmartLab 9KW с медной мишенью Cu-Kα и длиной волны рентге-

Таблица 1

Table 1

Параметры процесса насыщения
Parameters of the saturation process

Расстояние до поверхности образца, мм / Distance to sample surface (mm)	Скорость перемещения, мм/с / Traverse speed (mm/s)	Мощность лазерного нагрева, кВт / Laser power (kW)	Содержание графита, % / Graphite content (%)	Удельный вес покрытия, г/м ² / Coating specific weight (g/m ²)
5	3	1,0 / 1.0	10	100...120
5	3	1,0 / 1.0	25	130...150
5	3	1,0 / 1.0	50	160...180
4	10	1,5 / 1.5	10	80...100
4	10	1,5 / 1.5	25	110...130
4	10	1,5 / 1.5	50	140...160

новского излучения (λ) 1,5406 Å. Диапазон угла сканирования 2θ составлял от 40 до 100°, а скорость сканирования – 2 градуса в минуту. Количественный анализ объемной доли остаточного аустенита проводился в соответствии с рекомендациями, указанными в ASTM E975-13 [49]. Расчет объемной доли основывался на интегральных интенсивностях дифракционных пиков (200) γ , (220) γ , (311) γ , (200) α и (211) α . Кроме того, средняя концентрация углерода в остаточном аустените C_γ (масс. %) определялась с использованием следующего уравнения [46, 47]:

$$C_\gamma = (\alpha_\gamma - 3,547) / 0,046, \quad (1)$$

где α_γ параметр кристаллической решетки остаточного аустенита, Å, определен по положению дифракционных пиков (200) γ и (220) γ .

Микроструктурные исследования проводились с помощью сканирующей электронной микроскопии (Zeiss Auriga Compact SEM). Микроструктура поверхностного слоя изучалось с использованием оптического микроскопа MET-2. Содержание остаточного аустенита измерялось с помощью программного обеспечения для анализа изображений Stream Essentials Olympus.

Для оценки криогенной обработки образцы после лазерного насыщения углеродом погружали в жидкий азот при -196°C на 2, 5 и 10 ч. Кроме того, для изучения влияния продолжительности криогенной обработки образцы подвергались отпуску при 200°C в течение 2 ч. Схема эксперимента представлена на рис. 2.

Результаты исследований

Внешний вид поверхности образцов после лазерной цементации представлен на рис. 3. На рис. 3, а показан внешний вид поверхности до нанесения пасты. На рис. 3, б, в – поверхность после обработки лазером с различной мощностью. Видно, что при мощности 1 кВт остаются частицы графита на поверхности расплава. С увеличением мощности до 1,5 кВт поверхность имеет минимальное количество не расплавленных частиц.

На рис. 4, а показан поперечный шлиф после применения покрытия с 10 % графита, на рис. 4, б – после применения покрытия с 25 % графита. На рис. 4, в приведена объем-

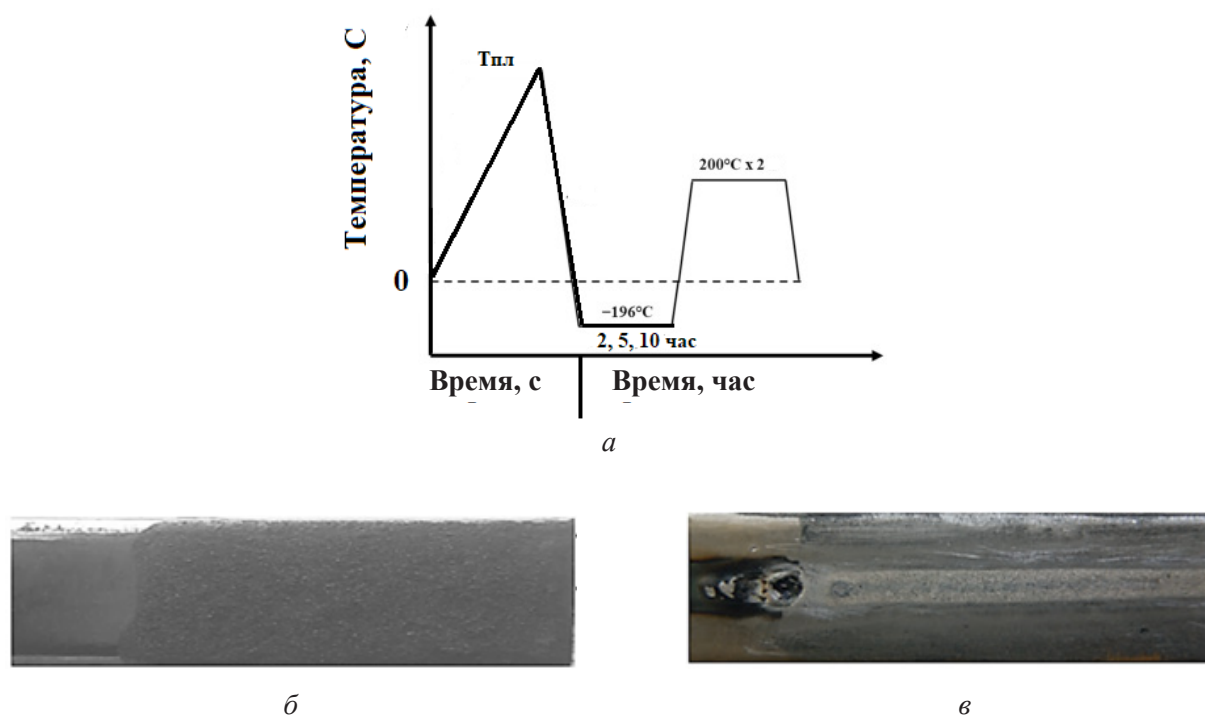


Рис. 2. Процесс лазерного насыщения с различной продолжительностью криогенной обработки и отпуска (а); образец с графитовой пастой (б); образец после лазерного оплавления графитовой пастой (в)

Fig. 2. Laser saturation process with different durations of cryogenic treatment and tempering (a); sample with graphite paste (b); sample after laser melting of graphite paste (в)

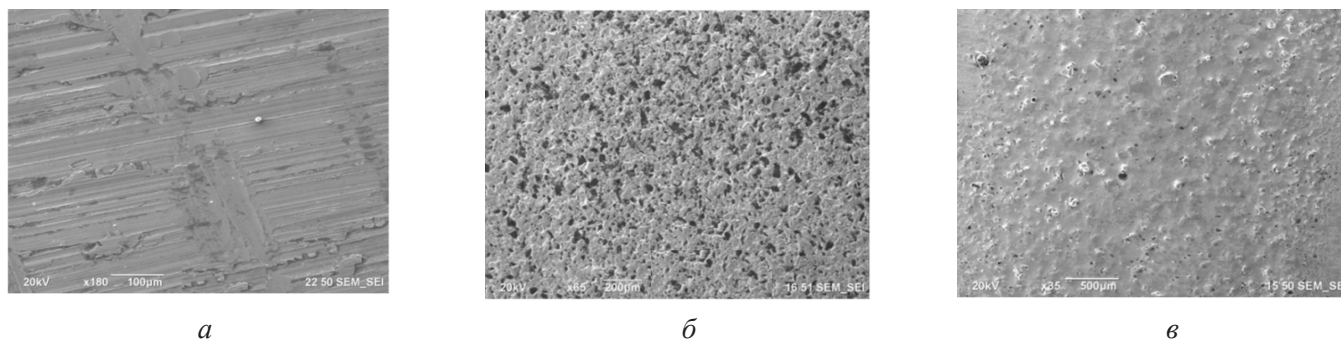


Рис. 3. Поверхности образцов после лазерной цементации:
а – исходная поверхность; *б* – после нанесения порошковой смеси (25 % графита); *в* – 50 % графита

Fig. 3. Surfaces of samples after laser carburizing:
a – original surface; *б* – after application of powder mixture (25% graphite); *в* – 50% graphite

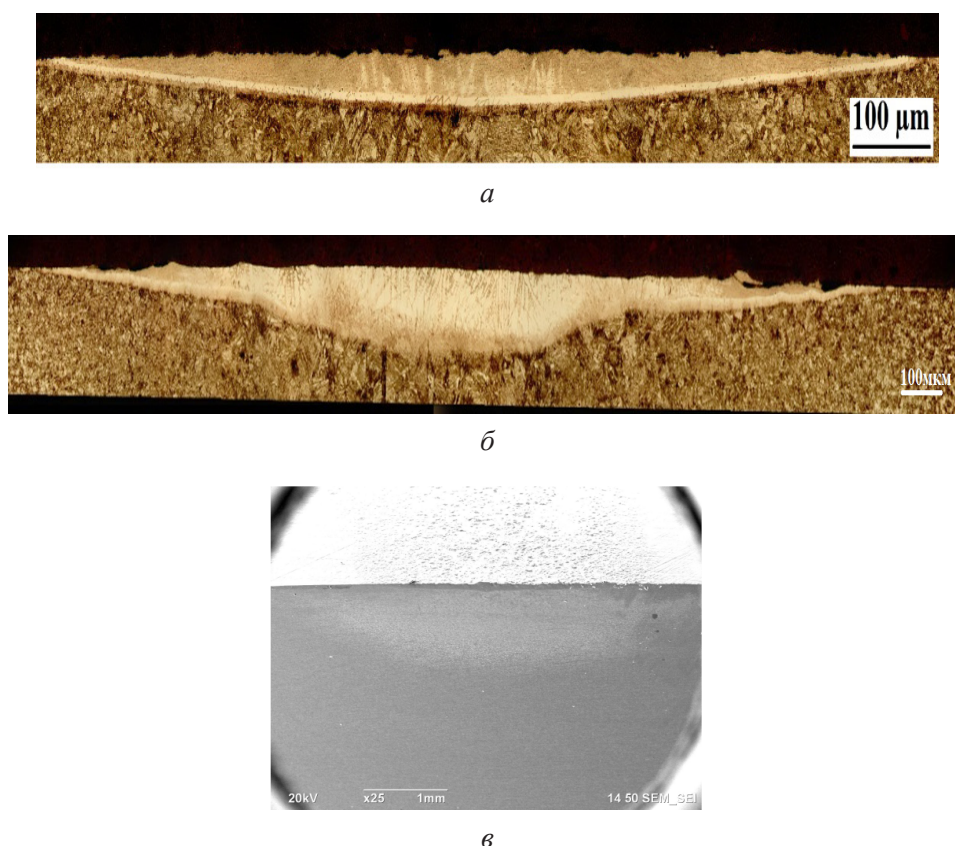


Рис. 4. Упрочненный слой в металле после оплавления порошковой смеси в поперечном сечении:

а – оптическая металлография 10 % графита; *б* – оптическая металлография 25 % графита; *в* – электронный снимок 10 % графита

Fig. 4. Hardened layer in the metal after melting of the powder mixture in cross section:

a – optical metallography, 10% graphite; *б* – optical metallography, 25% graphite; *в* – SEM image, 10% graphite

ная фотография под электронным микроскопом, где одновременно видно поверхность покрытия и поперечный разрез по глубине. Видно, что глубина науглероженного слоя составляет не

более 100 мкм (рис. 4). Далее идет зона термического влияния со структурами, характерными для поверхностной закалки. Науглероженный слой на рис. 4, *а*, *б* под поверхностью отличается

ся темно-желтым цветом, этот слой однороден и простирается на глубину ($50 \pm 0,1$) мкм. Отчетливо виден белый слой остаточного аустенита. Оптические микроснимки на рис. 4, а, б выявили наличие остаточного аустенита (светлые области) с реечным и пластинчатым мартенситом (темные области). Этот процесс хорошо описан в литературе по данной области. В образцах были обнаружены два типа остаточного аустенита – блочная и пленочная морфология.

В ходе экспериментов установлено, что с увеличением содержания графита в порошковой смеси до 50 % были получены эвтектидные и гиперэвтектические составы по углероду с большим количеством остаточного аустенита (рис. 5). Градиентное распределение значений микротвердости (рис. 6) является хорошим маркером содержания (распределения) углерода по поперечному сечению слоя. На поперечных шлифах цементированного слоя с помощью оптического микроскопа остаточный аустенит идентифицируется хорошо (рис. 4, 5, 7, 8). Содержание углерода в цементированном слое измеряли послойно (по глубине) для каждого состава порошковой смеси; результаты измерений приведены в табл. 2.

С помощью рентгенодифракционного анализа, представленного на рис. 9, была определена объемная доля остаточного аустенита. Установлено, что исходная поверхность стали 20 не содержат остаточного аустенита при комнатной температуре (рис. 9, а). После проведения лазерной поверхностной цементации с покрытием 50 % графита обнаружены пики аустенита (рис. 9, б). Для дальнейшего количе-

ственного определения доли остаточного аустенита образцы, обработанные при скорости 3 мм/с и мощности лазерного излучения 1 кВт с 50%-м содержанием графита, после обработки были отшлифованы и исследованы профили рентгеновской дифракции, соответствующие глубинам науглероживания 20, 60, 120, 190, 280 и 500 мкм, как показано в табл. 3. Все полученные дифрактограммы имели одинаковое распределение пиков по глубине цементированного слоя (как на рис. 9, б), отличались только ширина и высота пиков. Были обнаружены пики закаленного мартенсита и остаточного аустенита. Проанализированы дифракционные пики для γ , а именно (200), (220) и (311), а также пики для α (200) и (211). На глубинах от 60 до 280 мкм зафиксировано максимальное количество остаточного аустенита в диапазоне от 11 до 21 %.

Участки поверхностного слоя после лазерной цементации, исследованные методом рентгеновской дифракции, были параллельно изучены с помощью оптической микроскопии (табл. 4). Оценка проводилась на основе изображений в оттенках серого для получения процентного содержания остаточного аустенита на единицу площади. Предполагая случайное распределение зерен и изотропный рост зерен, процентное содержание на единицу площади было принято равным объемному проценту. На рис. 8, а–в, демонстрирующих репрезентативную микроструктуру всех образцов, подтверждено присутствие мартенсита и остаточного аустенита в каждом образце. Кроме того, на рис. 8 показаны репрезентативные изображения образца в цвете, полученные с помощью оптической

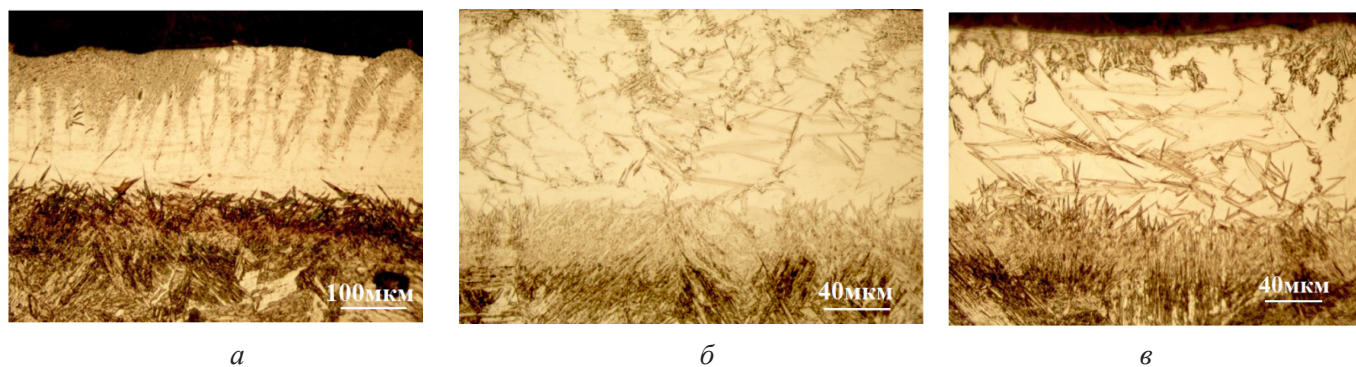
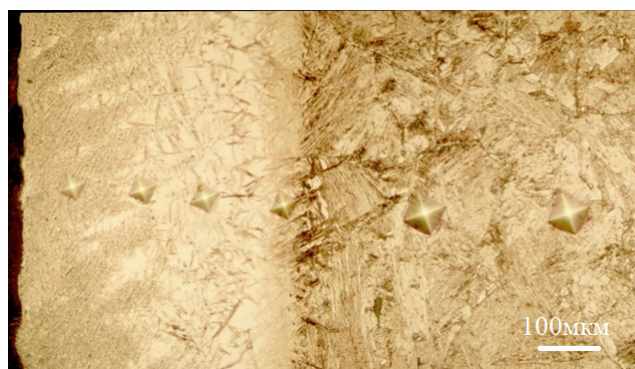


Рис. 5. Упрочненный слой в металле после оплавления порошковой смеси в поперечном сечении:
а, б – 25 % графита; в – 50 % графита

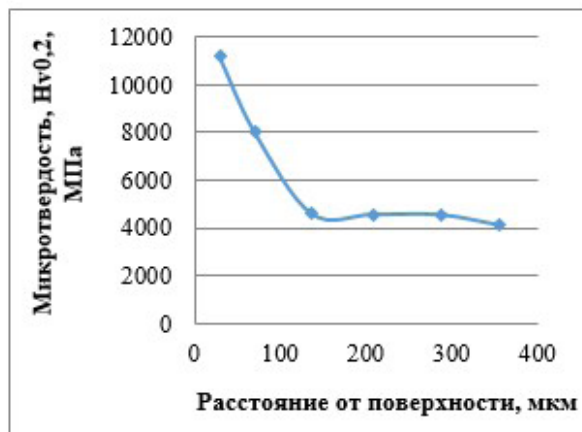
Fig. 5. Hardened layer in the metal after melting of the powder mixture in cross section:
а, б – optical metallography, 25% graphite; в – optical metallography, 50% graphite



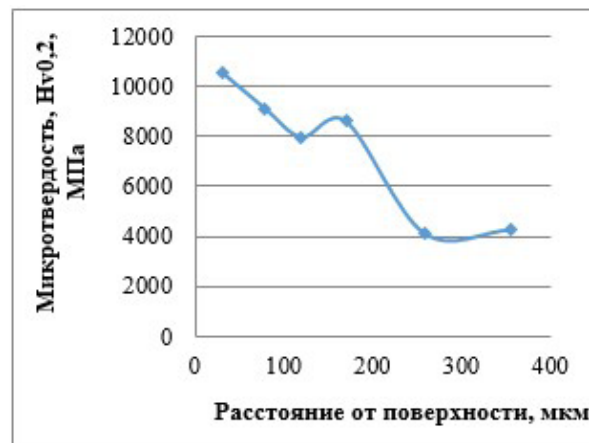
а



б



в



г

Рис. 6. Поверхностный слой после лазерного переплавления графитосодержащей порошковой смеси по глубине:

а – при 50 % графита; б – 25 % графита; в – распределение микротвердости 50 % графита; г – распределение микротвердости 25% графита

Fig. 6. Surface layer after laser carburizing by depth:

а – 50% graphite; б – 25% graphite; в – microhardness distribution, 50% graphite; г – microhardness distribution, 25% graphite

Таблица 2

Table 2

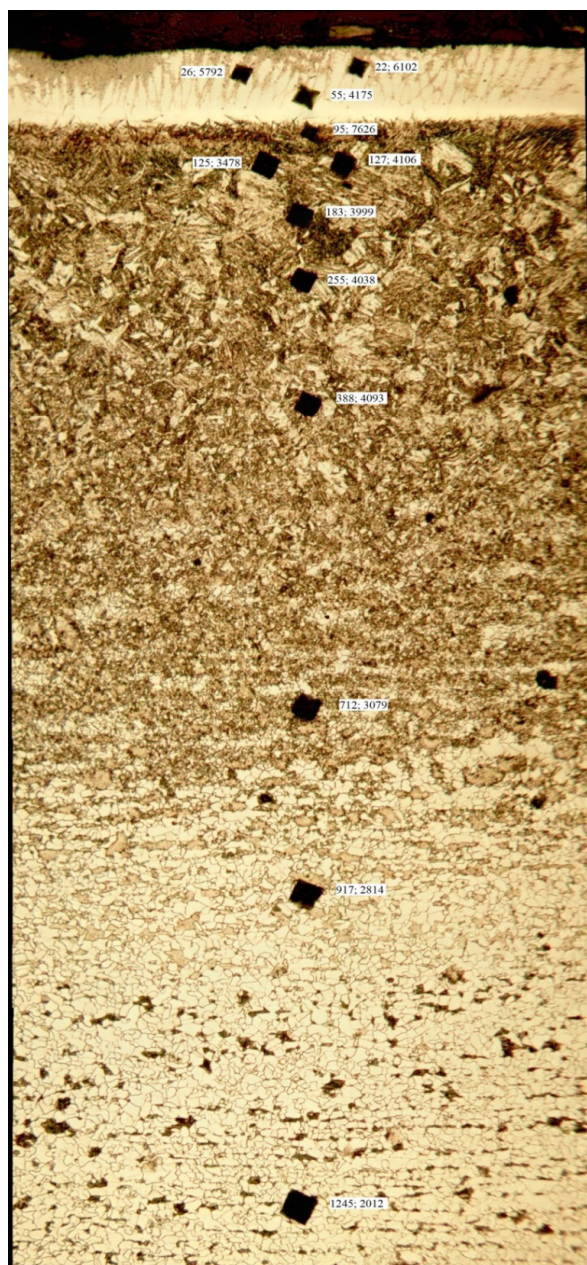
Содержание углерода в поверхностном слое стали 20 после лазерной цементации от состава пасты
The carbon content in the surface layer of steel 20 after laser carburizing from the paste composition

Глубина, мкм / Depth (μm)	Содержание С, % (покрытие с 10 % графита) / C content (10% graphite coating)	Содержание С, % (покрытие с 50 % графита) / C content (50% graphite coating)
0	0,8 / 0.8	2,4 / 2.4
200	0,6 / 0.6	1,8 / 1.8
500	0,4 / 0.4	1,2 / 1.2

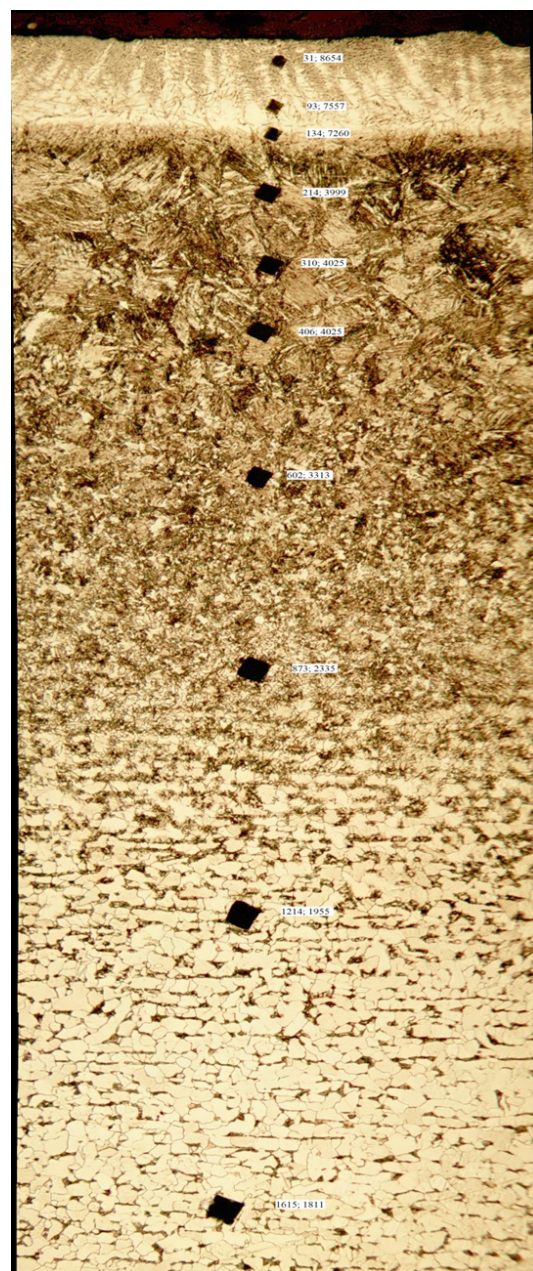
микроскопии. Появление однородного мартенсита (темный) и остаточного аустенита (белый) в цвете облегчает измерение доли отдельных фаз.

На рис. 10 представлены результаты после криогенной обработки и отпуска. На рис. 10, а показано исходное содержание остаточного ау-

стенита после лазерной цементации составом 20 % графита, на рис. 10, б – после двух часов выдержки при -196°C . По оптическим изображениям видно снижение остаточного аустенита, расчет по программе показал снижение до 10 %. Рис. 10, в показывает картину после выдержки



a



б

Рис. 7. Панорамный снимок по глубине поверхностного слоя после лазерной цементации с распределением микротвердости по слоям (науглероженный слой, зона термического влияния, переходный слой к основному металлу):

a – 25 % графита; *б* – 50 % графита

Fig. 7. Panoramic image of the surface layer depth after laser carburizing with microhardness distribution by layers (carburized layer, heat-affected zone, transition layer to the base metal):

a – 25% graphite; *б* – 50% graphite

5 часов. Для дальнейшего количественного определения доли остаточного аустенита были исследованы профили рентгеновской дифракции после криогенной обработки и отпуска, соответствующие глубинам науглероживания, как показано в табл. 5. Были обнаружены пики закаленного мартенсита и остаточного аустенита.

Были проанализированы дифракционные пики для γ , а именно (200), (220) и (311), а также пики для α (200) и (211). Количество остаточного аустенита снижается по всей глубине.

На рис. 11 представлена совмещенная компиляция результатов исследований, показывающая микроструктуру мартенсита и остаточного

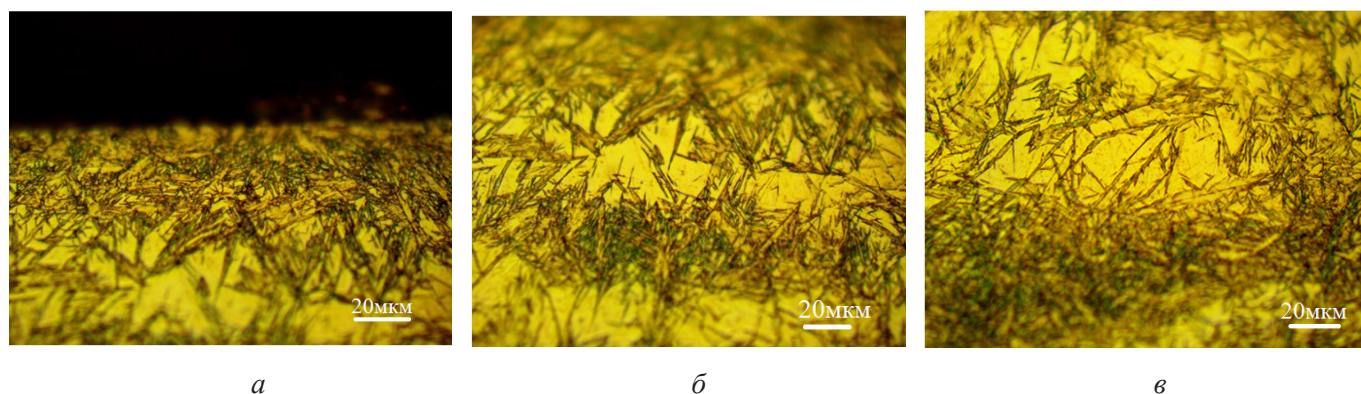


Рис. 8. Оптическая металлография фрагментов слоя по глубине после обработки порошковой смеси, содержащей 10 % графита:

a – на поверхности; *б* – середина слоя; *в* – переход к основному металлу

Fig. 8. Optical metallography of layer fragments by depth after processing with a powder mixture containing 10% graphite:

a – at the surface; *б* – middle of the layer; *в* – transition to the base metal

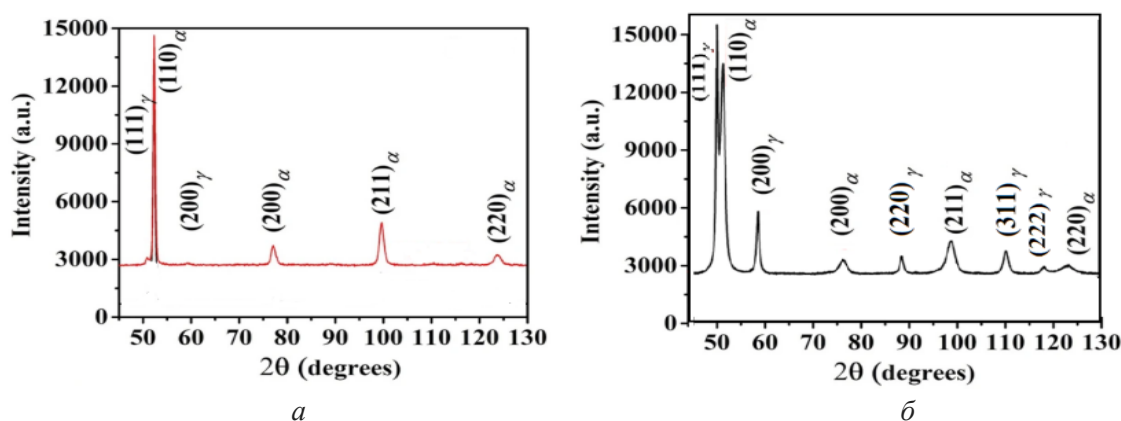


Рис. 9. Рентгенодифракционные спектры:

a – исходной стали 20; *б* – после лазерной цементации с использованием пасты с 50 % графита

Fig. 9. X-ray diffraction patterns:

a – initial 0.2% C steel; *б* – after laser carburizing with 50% graphite paste

Таблица 3

Table 3

Распределение мартенсита, остаточного аустенита по данным рентгенодифракционного анализа после лазерной цементации с 50 % графита

Distribution of martensite and residual austenite according to X-ray diffraction analysis after laser carburizing with 50% graphite coating

Глубина, мкм / Depth (μm)	Мартенсит, % / Martensite (%)	Аустенит, % / Austenite (%)
20	95,99631845	4,003681549
60	78,00152027	21,99847973
120	83,2360707	16,7639293
190	82,97027584	17,02972416
280	88,87531497	11,12468503
500	95,60167217	4,398327833
580	99,50605689	0,493943112

Таблица 4

Table 4

Результаты измерений на различной глубине количества остаточного аустенита с помощью оптической металлографии

Results of measurements at different depths of the amount of residual austenite using optical metallography

Образец / Sample	Глубина, мкм / Depth, μm			
	0	100	200	500
Покрытие с 10 % графита / 10% graphite coating	2,1	8,2	28,5	10,2
Покрытие с 25 % графита / 25% graphite coating	6,2	16,5	32,4	12,5
Покрытие с 50 % графита / 50% graphite coating	12,3	28,7	29,4	20,8

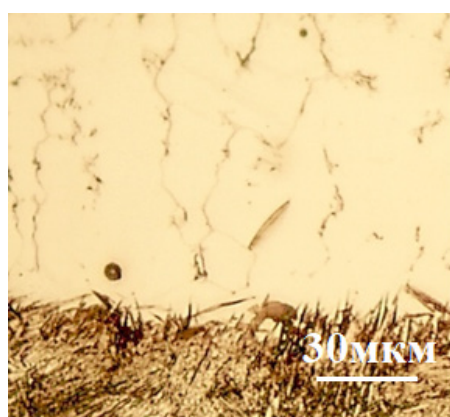
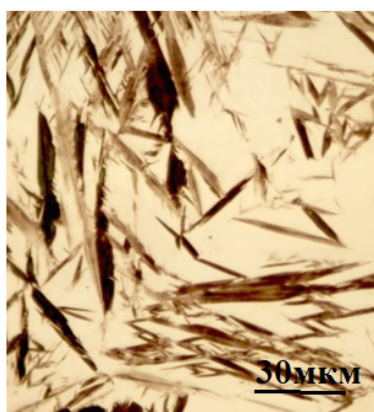
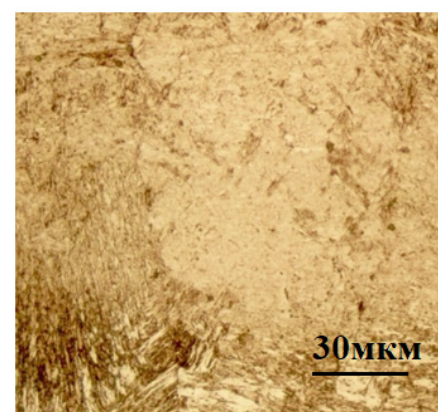
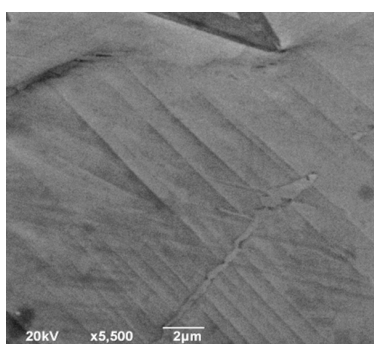
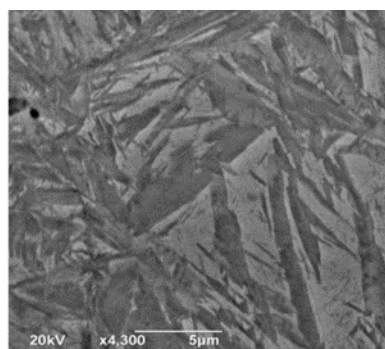
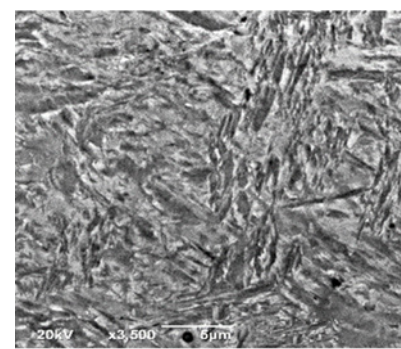

a

б

в

г

д

е

Рис. 10. Микроструктура цементруемого слоя после криогенной обработки и отпуска:

a, г – исходное содержание остаточного аустенита 20 %; *б, д* – после 2 часов выдержки при $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$, снизилось до 16 %; *в, е* – после выдержки 5 часов, снизилось до 10 %

Fig. 10. Microstructure of the carburized layer after cryogenic treatment and tempering:

a, г – initial residual austenite content 20%; *б, д* – after 2 h of holding at $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$, decreased to 16%; *в, е* – holding for 5 h, decreased to 10%

аустенита с распределением значений микротвердости по глубине слоя. Видно, что в зоне с максимальным количеством остаточного аустенита наблюдается провал твердости. После криогенной обработки в течение двух часов и отпуска этот провал твердости устраняется за счет

превращения остаточного аустенита в мартенсит (рис. 12). Криогенная обработка в течение 10 часов не добавила положительного эффекта в снижении остаточного аустенита в цементированном слое. Отметим повышение микротвердости после криогенной обработки (рис. 11).

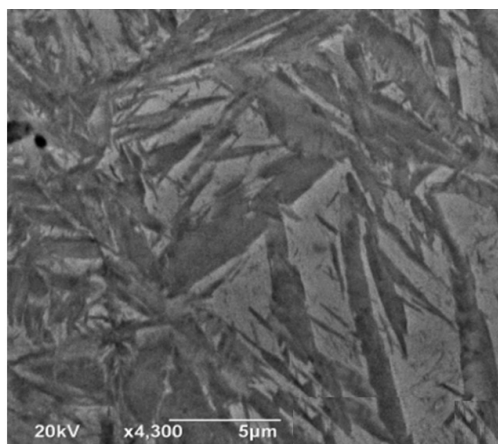
Таблица 5

Table 5

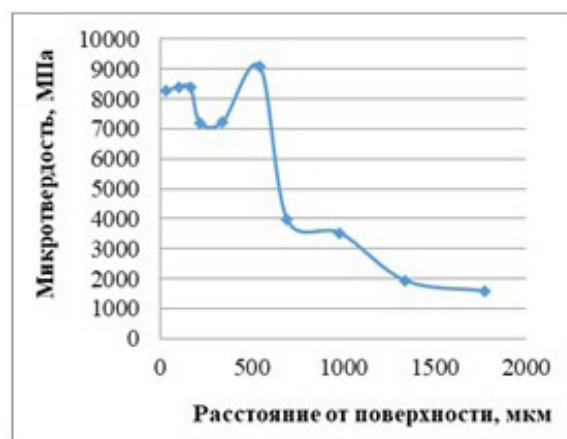
Распределение мартенсита, остаточного аустенита по данным рентгенодифракционного анализа после криогенной обработки (5 ч) и отпуска

Distribution of martensite and residual austenite according to X-ray diffraction analysis after cryogenic treatment (5 h) and tempering

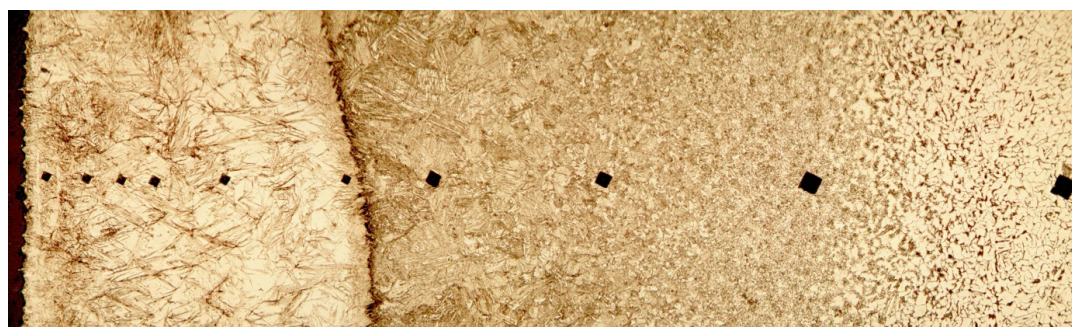
Глубина, мкм / Depth, (μm)	Мартенсит, % / Martensite, (%)	Аустенит, % / Austenite, (%)
20	99,50605689	0,493943112
60	94,60167217	5,398327833
120	88,87531497	11,12468503
190	92,97027584	7,02972416
280	98,990674	1,009326002
500	99,50605689	0,493943112
580	99,44403915	0,555960854



а



б



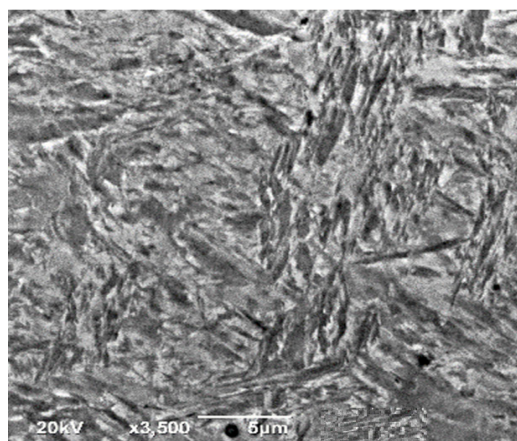
в

Рис. 11. Обобщение результатов исследований после лазерной цементации на режимах с оплавлением поверхности при скорости 3 мм/с (содержание 25 % графита):

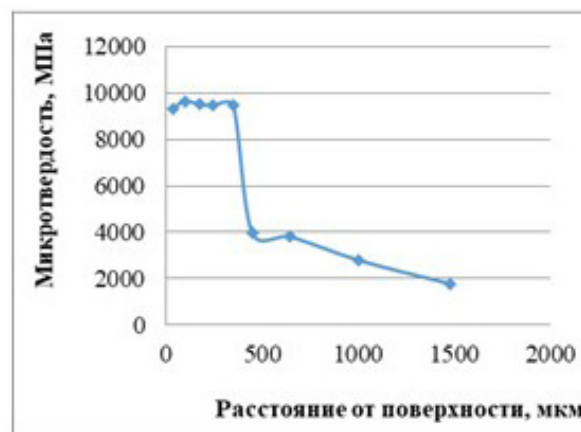
а – микроструктура слоя мартенсит; б – распределение микротвердости по глубине упрочнения;
в – панорамное оптическое фото упроченной зоны по глубине

Fig. 11. Summary of research results after laser carburizing in modes with surface melting at a speed of 3 mm/s (25% graphite):

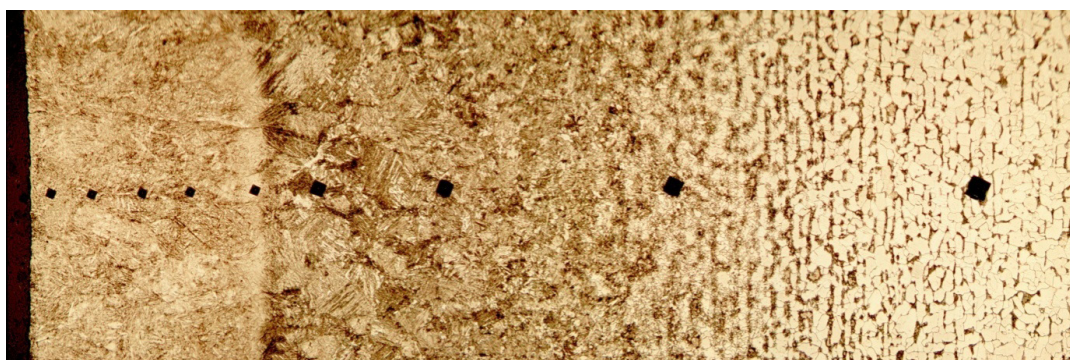
а – microstructure of the layer (martensite); б – microhardness distribution by hardening depth; в – panoramic optical image of the hardened zone by depth



а



б



в

Рис. 12. Обобщение результатов исследований после лазерной цементации на режимах с оплавлением поверхности при скорости 3 мм/с (содержание 25 % графита) + криогенная обработка и отпуск:

а – микроструктура слоя мартенсит; б – распределение микротвердости по глубине упрочнения; в – панорамное оптическое фото упрочненной зоны по глубине

Fig. 12. Summary of research results after laser carburizing in modes with surface melting at a speed of 3 mm/s (25% graphite) + cryogenic treatment and tempering:

а – microstructure of the layer (martensite); б – microhardness distribution by hardening depth; в – panoramic optical image of the hardened zone by depth

Обсуждение результатов

Прежде чем приступить к обсуждению результатов, необходимо сформулировать тезис о том, что мы в ходе экспериментов получили в поверхностном слое стали 20 сверхнасыщенный углеродом металл, который с точки зрения фаз и структур, сформированных в нем, не имеет ничего общего с основой. Мы только использовали сталь 20 как основу для проведения поверхностной цементации. Естественно, при анализе фаз и структур мы будем обращаться к работам других авторов, где аналогичные фазовые и структурные превращения исследованы в работах [13–29]. На рис. 4 показаны изображе-

ния образцов, полученные с помощью оптического микроскопа, которые соответствуют поверхностному слою, подповерхностному слою, переходному слою и сердцевине слева направо. После лазерной поверхностной цементации поверхностный слой в основном состоит из цементита, а подповерхностный слой – из более мелких игольчатых мартенситов и остаточного аустенита. Распределение мартенсита и остаточного аустенита по данным рентгенодифракционного анализа после лазерной цементации было представлено в табл. 2. Видно, что содержание остаточного аустенита распределено по глубине неоднородно. Для более точного понимания зависимости процесса формирования остаточно-

го аустенита от условий лазерной цементации необходимы дополнительные исследования. В настоящий момент мы можем впервые констатировать, что такая проблема в процессе лазерной цементации есть и ранее она в работах [13–26] не освещалась. Вопрос, хорошо это или плохо, остаётся открытым, так как основная цель лазерной цементации – это повышение твердости и износостойкости.

На рис. 5–8 показаны изображения образцов, полученные с помощью оптического микроскопа, которые соответствуют поверхностному слою, подповерхностному слою, переходному слою и сердцевине слева направо. В целом на панорамном снимке видно, что в результате лазерной цементации формируется насыщенный углеродом слой, имеющий четкую границу по линии сплавления с основным металлом. При этом основной металл по линии сплавления нагревался ниже температуры плавления, и в нем видна зона термического влияния, в которой тоже сформировались структуры закалки. Таким образом, получился своеобразный композиционный слой.

Поверхностный слой при содержании графита порошковой смеси в диапазоне до 25 % в основном состоит из игольчатого мартенсита и остаточного аустенита, а подповерхностный слой – из более мелких игольчатых мартенситов и остаточного аустенита. С уменьшением содержания углерода микроструктура переходного слоя в основном представлена пластинчатым мартенситом и небольшим количеством игольчатого мартенсита, в то время как сердцевина в основном состоит из пластинчатого мартенсита из-за длительного времени выдержки. Большое количество остаточного аустенита фиксируется визуально при оптической съемке (рис. 4, 5) при содержании графита 50 % в порошковой смеси, что совпадает с результатами работ, полученных методами электронно-лучевой обработки без вакуума [13–16] и плазменным [21–29] при цементации низкоуглеродистых стальных пластин смесью порошков железа и графита. Основными структурными компонентами в наплавленных слоях [13, 14, 21, 22] были ледебурит, вторичный видманштеттеновский цементит и перлит. Механизм формирования ледебурита, цементита и перлита при содержании в порошковой смеси до 50 % и более подробно рассмотрен в работах [13,

14, 21–26]. Для получения высокоуглеродистой мартенситной структуры авторы работы [13] рекомендуют непосредственно в процессе наплавки путем повышения теплопередачи в более холодный объем заготовки увеличить толщину и массу заготовки или уменьшить толщину упрочняющего слоя.

Микроструктурный анализ поверхностного цементированного слоя в низкоуглеродистой стали, подвергнутой цементации, также выявляет значительные изменения морфологии и распределения зерен в различных зонах. Градиент микроструктуры от поверхности к центру подчеркивает диффузионно-обусловленный характер цементации, приводящий к упрочненному внешнему слою с повышенным содержанием углерода, сужающемуся к более мягкой, пластичной сердцевине (рис. 7, 11, 12). Такой микроструктурный профиль желателен, поскольку он сочетает в себе износостойкость поверхности с прочностью сердцевины, что является важным свойством для конструктивных применений, требующих долговечности. Микроснимки также подтверждают, что более высокие содержания графита в пасте при науглероживающей обработке способствуют более высокому насыщению углеродом, что приводит улучшению механических свойств, в частности твердости [13–23]. Оптическая металлография выявила видимый контраст между поверхностным слоем и сердцевиной после травления, что позволило качественно оценить глубину поверхностного слоя. Эти результаты подтверждают эффективность цементации в улучшении поверхностных свойств при сохранении прочности сердцевины [2, 3] и соотносятся с результатами работ других авторов [13–26].

После криогенной обработки (рис. 10, 12) и отпуска часть остаточного аустенита дополнительно трансформируется, и содержание мартенсита в поверхностном слое образца дополнительно увеличивается, в то время как переходный слой и сердцевина в основном состоят из отпускаемого пластинчатого мартенсита.

Измерение содержания остаточного аустенита на различной глубине с помощью оптической микроскопии (табл. 4) показало аналогичную тенденцию, как и измерение методом рентгеновской дифракции (XRD) (табл. 3). Однако с помощью этого метода сложно точно количественно

оценить низкий уровень остаточного аустенита ($< 2\%$) [34–39]. С целью снятия вопросов о количественном несоответствии почти в полтора раза используемых в работе двух способов определения остаточного аустенита дадим следующее пояснение.

Важно отметить главный тезис нашей работы, что в наших исследованиях не стояла цель оценить точность каждого метода, мы просто для сравнения использовали два метода, чтобы выявить роль или влияние операции криогенной обработки на превращения остаточного аустенита. Для этих целей нам и необходимо было использовать именно два метода, чтобы понимать, как протекает процесс поверхностного насыщения стали углеродом, какие структуры и фазы в нем формируются и как влияет криогенная обработка на эти процессы.

С точки зрения точности и достоверности полученных двумя способами значений остаточного аустенита отметим, что оптический способ относится к качественной оценке остаточного аустенита [2, 3], так как, несмотря на четкую визуализацию (см. рис. 5–8) и большую площадь изучения (типичная площадь измерения $> 100 \text{ мкм}^2$), простота подготовки образца и используемого оборудования (оптический микроскоп) в процессе исследования остаточного аустенита имеет ограничения в части определения пленочного остаточного аустенита (расположенного по границам пластин мартенсита) и, что самое важное, высока вероятность ошибочной интерпретации с карбидом железа [50], также имеющим белый оттенок при просмотре в оптический микроскоп [51]. С целью устранения ошибочной интерпретации необходимо дополнительно использовать микротвердомер. Следующий момент, который важно учитывать, – как выбрать подходящий травитель (обычно это 3...5%-я азотная кислота в спирте), так как время и интенсивность травления могут сильно изменять контрастность структуры таким образом, что незакаленные (тетрагональные) мартенситные пластины невозможно отличить от остаточного аустенита.

Отдельного нормативного документа на способ определения остаточного аустенита в РФ нет, есть отсылки к ГОСТ 8233–56 «Сталь. Эталоны микроструктуры», ГОСТ 11878–66 «Сталь аустенитная. Методы определения содержания

ферритной фазы в прутках». В последнем нормативном документе предписано: «На каждом шлифе при увеличении 280–320 и диаметре поля зрения микроскопа 0,38–0,43 мм определяют место с наибольшим содержанием исследуемой фазы, которое визуальным оценивают в баллах или в процентах путем сравнения с фотоэталоном прилагаемой шкалы». В нормативном документе («Эталон микроструктуры») структуры аустенита нет. С учетом сказанного выше оптическая микроскопия дает качественные данные с субъективным количественным предположением, однако содержание остаточного аустенита ниже 5 % определить сложно. Автор работы [51] отмечает, что оптическая микроскопия дает отклонение до 20 % в зависимости от содержания остаточного аустенита и отпуска. Этот метод субъективен и дает большие разбросы результатов. Поэтому некоторые компании разработали собственные корпоративные стандартные микроснимки [51]. С учетом сказанного данные оптической металлографии необходимо рассматривать как качественные показатели именно оценки процесса формирования остаточного аустенита в поверхностном слое при лазерной цементации с использованием паст, содержащих графит от 10 до 50 %.

Измерение методом рентгеновской дифракции (XRD) признается большинством исследователей надежным инструментальным способом измерения остаточного аустенита в стали (погрешность измерения до 0,1%) [34, 37, 39, 41, 46, 48, 49, 52]. Однако присутствие карбидов [50, 51] может влиять на определение остаточного аустенита. Это влияние обусловлено наличием перекрывающихся или соседних пиков карбидов, которые могут мешать и изменять интенсивность пиков феррита или аустенита. Стандартный алгоритм, основанный на оценке интересующей области, может привести к неверной оценке остаточного аустенита [51, 52], поскольку он может быть полностью или частично учтен при интегрировании пиков. Используя подход полного профиля, можно учесть влияние этого пика и не учитывать его, а также все остальные пики карбидов, которые могут мешать. В то же время, как отмечает автор [51], наличие дополнительных фаз и отражений, обусловленных размером зерна, карбидами или текстурой, может вызывать искажения и отклонения.

Многие исследователи считают, что метод дифракции отраженных электронов EBSD способен дать более точную картину по остаточному аустениту в цементированном слое по сравнению с оптическим методом и рентгеновской дифракцией. Однако это не так, и метод EBSD имеет еще больше ограничений, чем представленные выше два метода [53, 54]. Первое – это размеры: очень небольшие размеры образца (не более 5 мм сторона квадрата) и толщина образца не более 1 мм. В добавление к этому сама съемка проводится на еще меньшей площади образца (строится карта площадью не более 100 мкм), т. е. это локальная нерепрезентативная выборка. Если еще учесть, что в нашем случае возможно неравномерное распределение мартенсита и остаточного аустенита (см. рис. 8) в площади картирования, то этот метод с точки зрения количественных значений нам ничего не дает. Авторы [53] отмечают, что возможно строить карты и больше 100 мкм, но это увеличивает время съемки до 24...120 часов.

Второе требование – по шероховатости поверхности: высота неровностей не более 100 нм [53, 54].

И третье, самое важное для нашего случая определения остаточного аустенита: для получения четких точек идентификации при картировании необходимо устранить остаточные напряжения в цементированном слое путем отпуска или отжига [53, 54], так как при наличии напряженного состояния на поверхности и в поверхностном слое дифракционная картина не будет формироваться по причине нарушения физической сущности метода EBSD, заключающегося в том, что электроны дифрагируют на плоскостях кристаллической решетки и формируют на детекторе уникальные узоры (линии Кикучи), а если кристаллическая решетка сильно искажена, то не происходит дифракции и линии Кикучи не формируются на детекторе. Карта съемки не формируется и вместо идентификации типа кристаллической решетки получаются сплошные темные точки. Для снятия остаточных напряжений после термообработки рекомендуется высокий отпуск или отжиг [1, 2]. В нашем случае это недопустимо. Известно [1, 2], что остаточный аустенит уже находится в состоянии сильного сжатия после обычной закалки. Это происходит потому, что домены остаточного аустенита «ин-

капсулированы» между мартенситными доменами и подвергаются сжимающему напряжению в результате положительного изменения объема при превращении остаточного аустенита в мартенсит.

Важное дополнение, что частицы остаточного аустенита размером менее 0,2 мкм не могут быть проиндексированы методом EBSD [53]. Следовательно, количество остаточного аустенита, изображенное на фазовых картах, недооценивается. Кроме того, размер мартенсита измеряется в соответствии с различными ориентациями мартенсита на обратных полюсных диаграммах (IPF).

С учетом сказанного выше данные, полученные в нашей работе методом рентгеновской дифракции (XRD), достоверны с учетом апробированного используемого метода, который имеет погрешность измерения остаточного аустенита до 0,1 % [37, 39, 41, 46, 48, 49]. В табл. 6 представлены данные по содержанию остаточного аустенита в цементированном слое для разного состава паст, содержащих графит, при следующих режимах обработки: скорость 3 мм/с, мощность лазерного излучения 1 кВт. Как правило, в мартенситной микроструктуре высокоуглеродистых сталей или цементированных сталей с содержанием углерода 0,8 масс. % может сохраняться 30 об. % или более аустенита [2]. Содержание углерода в поверхностном слое стали 20 после лазерной цементации от состава пасты (см. табл. 2) показывает нам, что углерода на поверхности может быть от 0,8 до 2,2 %. Данные табл. 6 не противоречат результатам, полученным при традиционных способах цементации [2].

Проведенная нами криогенная обработка образцов после лазерной цементации показала положительные результаты (рис. 13.) Известно, что традиционная закалка обычно проводится при температуре окружающей среды, что приводит к сохранению части остаточного аустенита в закаленном слое. С другой стороны, при криогенной обработке из-за объемного расширения, происходящего при превращении аустенитной фазы в «новую мартенситную» фазу, непреобразованный остаточный аустенит испытывает состояние сжимающего гидростатического давления во всех направлениях, что затрудняет дальнейшее превращение [55–59].

Таблица 6

Table 6

Количество остаточного аустенита на поверхности цементированного слоя от содержания графита в пасте при лазерной цементации

Amount of retained austenite on the surface of the carburized layer as a function of graphite content in the paste during laser carburizing

Содержание графита, % / Graphite content (%)	Параметр решетки, Å (аустенит α_γ) / Lattice parameter, Å (austenite α_γ)	Параметр решетки, Å (мартенсит α_α) / Lattice parameter, Å (martensite α_α)	Аустенит, % (рентгеноструктурный анализ) / Austenite (%) (XRD)
10	3,59175 / 3.59175	2,87231 / 2.87231	5,829724 / 5.829724
25	3,58959 / 3.58959	2,87278 / 2.87278	10,29394 / 10.29394
50	3,58777 / 3.58777	2,87356 / 2.87356	24,983112 / 24.983112

■ -После лазерной цементации
■ -После лазерной цементации
+криогенная обработка +отпуск

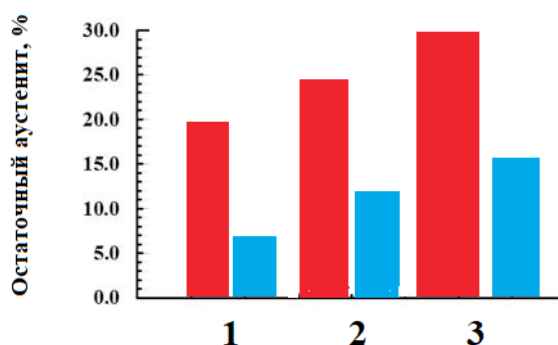


Рис. 13. Результаты снижения остаточного аустенита в науглероженном поверхностном слое стали 20 после криогенной обработки в течение 5 часов и последующем отпуске:

1 – покрытие 10 % графита; 2 – покрытие 25 % графита;
3 – покрытие 50 % графита

Fig. 13. Results of residual austenite reduction in the carburized surface layer of 0.2% C steel after cryogenic treatment for 5 h and subsequent tempering:

1 – 10% graphite coating; 2 – 25% graphite coating; 3 – 50% graphite coating

В наших исследованиях после криогенной обработки образовалась фаза «нового мартенсита», которая в основном включала тонкопластинчатый мартенсит и линзовидный мартенсит, а в фазе «нового мартенсита» образовались кристаллические дефекты, такие как двойники (рис. 10–12). Это согласуется с результатами обзорных работ [55–59], где сообщили, что тер-

мически активированное образование мартенсита можно интерпретировать как рост тонкопластинчатого мартенсита, который термически зарождается во время охлаждения, в линзовидный мартенсит. Другие исследования [46–48] показали, что существует ориентационное соотношение К–С между мартенситной фазой и остаточным аустенитом в процессе фазового превращения мартенсита.

В целом из обзорных работ по криогенной обработке сталей [55–59] следует, что строгое ориентационное соотношение К–С или Н–В между «новым мартенситом» и остаточным аустенитом способствует структурной стабильности материала. Значительное увеличение этого соотношения после криогенной обработки предполагает, что криогенная обработка полезна для повышения стабильности твёрдости материала (рис. 12). Образование фазы «нового мартенсита» увеличивает плотность дислокаций, а источником дислокаций может быть тонкая пластинка или изотермическая мартенситная фаза [58, 59]. Кроме того, высокая плотность дислокаций вокруг нерастворенных карбидов увеличилась из-за разницы в коэффициентах теплового расширения матричной структуры и карбидов [50]. Некоторые исследователи считают, что криогенная обработка может полностью устранить фазу остаточного аустенита [44–47], в то время как другие придерживаются противоположного мнения – что она может только уменьшить содержание остаточного аустенита [49, 50]. С другой стороны, известно [1, 2], что темпера-

тура завершения мартенситного превращения (Mf) высоколегированных мартенситных сталей ниже температуры окружающей среды и остаточный аустенит объективно всегда присутствует в стали.

Из анализа обзорных работ [55–59] можно сделать вывод, что криогенная обработка вызывает благоприятные изменения в микроструктуре низкоуглеродистых цементированных, высокоуглеродистых сталей, приводящие к повышению твердости и улучшению износостойкости. Эти улучшения объясняются несколькими факторами. Большинство исследований связывают улучшение характеристик со снижением содержания остаточного аустенита (γ -фазы) и увеличением количества карбидов. Другие исследования также подчеркивают измельчение мартенсита с большей плотностью дислокаций и мелким двойникованием, образование вторичных карбидов и установление более однородного распределения наноразмерных переходных преципитатов. Однако конкретные механизмы, определяющие эти улучшения, и их степень варьируются в зависимости от состава материала и параметров обработки.

В то же время отметим, что согласно обзорной работе [58] на криогенную обработку стали существенно влияют схемы технологического процесса криогенной обработки. Существует дискуссия о последовательности термической обработки и ее влиянии на результат окончательной обработки. Использовались различные последовательности [58]. Наиболее часто применялся «классический» режим с криогенной обработкой после закалки и перед отпуском – последовательность А. Однако есть и другие последовательности: В – последовательность без отпуска после КИ; С – последовательность с многократным последующим закаливанием и КИ перед отпуском; D – последовательность с прерывистым охлаждением или предварительным старением перед КИ; E – последовательность с КИ после отпуска; F – последовательность с предварительным отпуском, КИ и последующим отпуском; G – последовательность с несколькими циклами КИ/отпуска. Они оказывают сильное влияние на содержание остаточного аустенита. Время погружения в криогенную среду является вторым по значимости параметром (после температуры криогенной среды), влия-

ющим на микроструктуру и свойства металлов. Скорость охлаждения – третий по значимости параметр, влияющий на микроструктуру и механические свойства материалов (9,34...14 % изменений) [58]. Четвертый параметр – время выдержки в криогенной среде.

Применительно к нашим результатам все эти факторы мы не учитывали при проведении исследований, что позволяет нам в будущем провести комплексное исследование по этим параметрам. В то же время, анализируя работы [56, 57], можно с уверенностью сказать, что выдержка в криогенной среде 10 часов в наших экспериментах не дала положительного прироста эффекта снижения остаточного аустенита и прироста твердости по причине прекращения эксперимента с нашей стороны. Однако, как показывают результаты работы [56], быстрый прирост твердости на 1-2 единицы по шкале HRC происходил в первые 2...5 часов, далее идет медленное нарастание твердости, т. е. в наших исследованиях необходимо было увеличить выдержку до 15...42 часов как минимум [56]. В работе [56] даны рекомендации по времени выдержки, скорости погружения и температуре криогенной среды для различных типов сталей, что дает нам возможность в дальнейшем проверить эти рекомендации.

В ряде обзорных статей [55–59] за последние примерно два десятилетия авторы обсуждали влияние криогенной обработки на различные металлы и материалы. Несмотря на значительный объем исследований, подтверждающих преимущества криогенной обработки, сохраняется необходимость в комплексных исследованиях именно в способах поверхностной цементации, где пока недостаточно экспериментальных исследований. Большая часть работ в области поверхностного упрочнения с использованием концентрированных источников нагрева [8–22] направлена на повышение твердости и износостойкости стали. Одна из главных проблем традиционной термообработки сталей путем закалки и отпуска – содержание остаточного аустенита (γ R), который является мягким, нестабильным при низких температурах и в процессе эксплуатации превращается в хрупкий мартенсит.

Роль остаточного аустенита в процессе трения еще до конца не изучена, и какой процент – 1, 10, 20, 25 % – благоприятно влияет на повы-

шение износостойкости, тоже вопрос дискуссий. Превращение аустенита в мартенсит связано с расширением объема примерно на 4 %, что вызывает деформацию компонентов. Таким образом, для минимизации содержания γR в сталях используется либо обработка при отрицательных температурах, либо многократный отпуск при относительно высокой температуре и (или) в течение более длительного времени. Преимущества криообработки для повышения износостойкости сталей были отмечены исследователями [46–48]. Однако механизмы, ответственные за повышение износостойкости при криообработке, еще не установлены. Некоторые исследователи [46–48, 56, 57] утверждают, что повышение износостойкости происходит только за счет превращения γR в мартенсит. Однако это явление представляет собой общую черту как холодной обработки (до -80°C , так и криообработки (-196°C), и поэтому значительное повышение износостойкости сталей при криообработке по сравнению с холодной обработкой не может быть объяснено исключительно минимизацией γR .

Хотя механизм повышения износостойкости при криообработке еще не до конца изучен, представленные данные об износе криообработанных сталей также не дают никаких указаний для количественной оценки степени улучшения. Таким образом, сложно обобщить существующие результаты для получения единой картины. В дальнейших своих исследованиях мы продолжим работы в этом направлении в части испытаний на износ образцов с различным содержанием остаточного аустенита в поверхностном слое после лазерной цементации.

Выводы

Установлено, что в процессе лазерной поверхностной цементации при скорости 3 мм/с и мощности лазерного излучения 1 кВт с использованием порошковой смеси графита от 10 до 50 % происходит формирование в цементированном слое остаточного аустенита в пределах 5,8...24,9 %.

Проанализированы дифракционные пики для γ , а именно (200), (220) и (311), а также пики для α (200) и (211). Были обнаружены пики закаленного мартенсита и остаточного аустенита. Максимальное количество остаточного аустени-

та находится на глубине от 60 до 280 мкм в диапазоне от 11 до 21 %.

Криогенная обработка образцов после лазерной цементации с выдержкой в течение 2...5 часов и последующего отпуска позволяет снизить в 1,5...2 раза количество остаточного аустенита в науглероженном слое. Криогенная обработка в течение 10 часов не показала дополнительного снижения остаточного аустенита.

Криогенная обработка образцов после лазерной цементации с выдержкой в течение 2...5 часов и последующего отпуска существенно повышает твердость. Макротвердость по шкале HRC увеличивается на 1–2 единицы, микротвердость по шкале Виккерса – на 100–180 ед.

Список литературы

1. Филиппов М.А., Косицына И.И., Гервасьев М.А. Упрочнение и защита поверхности металлов. – Екатеринбург: УрО РАН, 2012. – 234 с.
2. Лахтин Ю.М., Арзамасов Б.Н. Химико-термическая обработка металлов. – М.: Металлургия, 1985. – 256 с.
3. The influence of carburization parameters on the mechanical behavior of mild steel: a review / M.J. Madu, O. Adedipe, S.A. Lawal, A.S. Abdulrahman // Journal of Engineering and Applied Science. – 2025. – Vol. 72 (1). – P. 193. – DOI: 10.1186/s44147-025-00776-9.
4. Effect of soaking time on paste carburizing of carburized low carbon steel / M.H. Jumadin, B. Abdullah, M.H. Ismail, S.K. Alias, S. Ahmad // Key Engineering Materials. – 2017. – Vol. 740. – P. 93–99. – DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.740.93.
5. Effect of carburizing process on high cycle fatigue behavior of 18CrNiMo7-6 steel / S. Qin, C. Zhang, B. Zhang, H. Ma, M. Zhao // Journal of Materials Research and Technology. – 2022. – Vol. 16. – P. 1136–1149. – DOI: 10.1016/j.jmrt.2021.12.074.
6. Influence of the carburization time on the structural and mechanical properties of XC20 steel / S. Abdenour, A. Linda, C. Oualid, B. Ali, L.M. Salah, D. Hamid, C. Francisco // Materials Research Express. – 2021. – Vol. 8 (8). – P. 085604. – DOI: 10.1088/2053-1591/ac1ece.
7. A review – Effect of accelerating methods on gas nitriding: accelerating mechanism, nitriding behavior, and techno-economic analysis / Y.L. Zhou, F. Xia, A.J. Xie, H.P. Peng, J.H. Wang, Z.W. Li // Coatings. – 2023. – Vol. 13 (11). – P. 1846. – DOI: 10.3390/coatings13111846.
8. Song H., Tao F. Laser-assisted coating techniques and surface modifications // Coatings. – 2026. – Vol. 16 (4). – P. 430. – DOI: 10.3390/coatings16040430.



9. Effect of laser heat-treatment and laser nitriding on the microstructural evolutions and wear behaviors of AISI P21 mold steel / W.S. Shin, H.J. Yoo, J.H. Kim, J. Choi, E.J. Chun, C. Park, Y.J. Kim // *Metals*. – 2020. – Vol. 10 (11). – P. 1487. – DOI: 10.3390/met10111487.

10. Бровер Г.И., Бровер А.В., Дьяченко Л.Д. Структура и свойства инструментальных сталей после обработки различными источниками концентрированных потоков энергии // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2005. – № 12. – С. 27–31.

11. Чудина О.В. Комбинированные методы поверхностного упрочнения сталей с применением лазерного нагрева: теория и технология. – М.: МАДИ, 2003. – 248 с.

12. Григорьянц А.Г., Шиганов И.Н., Мисюров А.И. Технологические процессы лазерной обработки: учебное пособие для вузов. – М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2006. – 664 с.

13. Losinskaya A.A., Lozhkina E.A., Bardin A.I. Structure and properties of steel case-hardened by non-vacuum electron-beam cladding of carbon fibers // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. – 2017. – Vol. 286. – P. 012036. – DOI: 10.1088/1757-899X/286/1/012036.

14. Surface hardening of steels with carbon by non-vacuum electron-beam processing / I. Bataev, M. Golkovskii, A. Bataev, A. Losinskaya, R. Dostovalov, A. Popelyukh, E. Drobyaz // *Surface and Coatings Technology*. – 2014. – Vol. 242. – P. 164–169. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2014.01.038.

15. Non-vacuum electron-beam carburizing and surface hardening of mild steel / I.A. Bataev, M.G. Golkovskii, A.A. Losinskaya, A.A. Bataev, A.I. Popelyukh, T. Hassel, D.D. Golovin // *Applied Surface Science*. – 2014. – Vol. 322. – P. 6–14. – DOI: 10.1016/j.apsusc.2014.09.137.

16. Влияние низкотемпературной цементации в плазме электронного пучка на упрочнение и шероховатость поверхности метастабильной аустенитной стали / П.А. Скорынина, А.В. Макаров, А.И. Меньшаков, А.Л. Осинцева // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. – 2019. – Т. 21, № 2. – С. 97–109. – DOI: 10.17212/1994-6309-2019-21.2-97-109.

17. Структура и свойства поверхностных слоев низкоуглеродистой стали, полученных методом наплавки углеродсодержащих порошковых смесей и последующей закалки / А.А. Лосинская, Е.А. Дробяз, В.А. Батаев, Н.В. Плотникова, М.Г. Голковский // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. – 2013. – № 4 (61). – С. 5–11.

18. Влияние фрикционной обработки и низкотемпературной плазменной цементации на структуру и фазовый состав метастабильной аустенитной стали / Р.А. Саврай, П.А. Скорынина, А.В. Макаров,

А.И. Меньшаков, В.С. Гавико // *Физика металлов и металловедение*. – 2023. – Т. 124, № 5. – С. 409–416. – DOI: 10.31857/S0015323023600442.

19. Structure and surface properties of metastable austenitic steel subjected to liquid carburizing at a reduced temperature / R.A. Savrai, P.A. Skorynina, A.V. Makarov, A.L. Osinceva // *Physics of Metals and Metallography*. – 2020. – Vol. 121 (1). – P. 65–71. – DOI: 10.1134/S0031918X20010135.

20. Effect of liquid carburizing at lowered temperature on the micromechanical characteristics of metastable austenitic steel / R.A. Savrai, P.A. Skorynina, A.V. Makarov, A.L. Osinceva // *Physics of Metals and Metallography*. – 2020. – Vol. 121 (10). – P. 1015–1020. – DOI: 10.1134/S0031918X20100105.

21. Visualization of the reverse side of cathode and anode spots in a welding arc / Y.I. Karlina, A.E. Balanovskiy, G.E. Kurdyumov, V.A. Gladkikh, V.Y. Konyukhov, T.A. Oparina, R.V. Kononenko, V.V. Kondratiev // *Applied Sciences*. – 2026. – Vol. 16. – P. 3385. – DOI: 10.3390/app16073385.

22. Балановский А.Е., Ву Ван Гюи. Насыщение поверхности металла углеродом при плазменной поверхностной обработке // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2017. – Т. 13, № 9 (153). – С. 82–91.

23. Ву Ван Гюи, Балановский А.Е. Исследование износостойкости поверхности стали после плазменной цементации с использованием углеродосодержащей пасты // *Вестник ИРГТУ*. – 2017. – Т. 21, № 4. – С. 10–21.

24. Ву Ван Гюи, Балановский А.Е. Физические основы технологии плазменной поверхностной цементации деталей на примере втулки шпинтона пассажирского вагона // *Вестник ИРГТУ*. – 2017. – Т. 21, № 3. – С. 10–22.

25. Балановский А.Е., Ву Ван Гюи. Плазменная поверхностная цементация с использованием графитового покрытия // *Письма о материалах*. – 2017. – Т. 7, № 2. – С. 175–179. – DOI: 10.22226/2410-3535-2017-2-175-179.

26. New plasma carburizing method / A.E. Balanovskii, M.V. Grechneva, Vu Van Huy, D.A. Zhuravlev // *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*. – 2017. – Vol. 87. – P. 092003. – DOI: 10.1088/1755-1315/87/9/092003.

27. Surface saturation with carbon using plasma arc and graphite coating / V.H. Vu, A.E. Balanovskiy, V.T. Doan, V.T. Nguyen // *Tribology in Industry*. – 2021. – Vol. 43 (2). – P. 211–221. – DOI: 10.24874/ti.951.08.20.12.

28. Balanovskiy A.E. Digital visualisation of the process of heating and melting of metal in arc discharge with a non-consumable electrode // *Welding International*. – 2017. – Vol. 31 (6). – P. 467–476. – DOI: 10.1080/09507116.2016.1268765.

29. Höche D., Kaspar J., Schaaf P. 2 – Laser nitriding and carburization of materials // Laser surface engineering: processes and applications / ed. by J. Lawrence and D.G. Waugh. – Elsevier, 2015. – P. 33–58. – (Woodhead Publishing Series in Electronic and Optical Materials; no. 65). – DOI: 10.1016/B978-1-78242-074-3.00002-7.
30. Katsamas A.I., Haidemenopoulos G.N. Laser-beam carburizing of low-alloy steels // Surface and Coatings Technology. – 2001. – Vol. 139 (2–3). – P. 183–191. – DOI: 10.1016/S0257-8972(00)01061-6.
31. Maharjan N., Zhou W., Wu N. Direct laser hardening of AISI 1020 steel under controlled gas atmosphere // Surface and Coatings Technology. – 2020. – Vol. 385. – P. 125399. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2020.125399.
32. The effect of laser energy density on the microstructure, residual stress and phase composition of H13 steel treated by laser surface melting / J. Zhang, M. Yu, Z. Li, Y. Liu, Q. Zhang, R. Jiang, S. Sun // Journal of Alloys and Compounds. – 2021. – Vol. 856. – P. 158168. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2020.158168.
33. Laser surface hardening of carburized steels: a review of process parameters and application in gear manufacturing / J. Kluczyński, K. Jasik, J. Łuszczek, J. Pokropek // Materials. – 2025. – Vol. 18 (15). – P. 3623. – DOI: 10.3390/ma18153623.
34. Поздняков Е.П., Степанкин И.Н. Влияние длительности цементации на структуру и свойства конструкционных среднеуглеродистых сталей 40Х, 35ХГСА и 42CrMoS4 // Литье и металлургия. – 2024. – № 1. – С. 69–77. – DOI: 10.21122/1683-6065-2024-1-69-77.
35. Карлина Ю.И., Конюхов В.Ю., Опарина Т.А. Исследование процесса поверхностного обезуглероживания стали 20 после цементации и термической обработки // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2025. – Т. 27, № 3. – С. 122–136. – DOI: 10.17212/1994-6309-2025-27-3-122-136.
36. Wong A. Modelling the stability and transformation kinetics of retained austenite in steels // Materials Science and Technology. – 2022. – Vol. 38 (11). – P. 676–688. – DOI: 10.1080/02670836.2022.2063539.
37. The effect of morphology on the stability of retained austenite in a quenched and partitioned steel / X.C. Xiong, B. Chen, M.X. Huang, J.F. Wang, L. Wang // Scripta Materialia. – 2013. – Vol. 68 (5). – P. 321–324. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2012.11.003.
38. Advantages and shortcomings of retained austenite in bearing steels: a review / C. Sidoroff, M. Perez, P. Dierickx, D. Girodin // Bearing Steel Technologies: 10th Volume, Advances in Steel Technologies for Rolling Bearings. – ASTM International, 2014. – P. 1–37. – DOI: 10.1520/STP158020140081.
39. Effect of retained austenite – Compressive residual stresses on rolling contact fatigue life of carburized AISI 8620 steel / Y. Shen, S.M. Moghadam, F. Sadeghi, K. Paulson, R.W. Trice // International Journal of Fatigue. – 2012. – Vol. 75. – P. 135–144. – DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2015.02.017.
40. Evans M.H. An updated review: white etching cracks (WECs) and axial cracks in wind turbine gearbox bearings // Materials Science and Technology. – 2016. – Vol. 32 (11). – P. 1133–1169. – DOI: 10.1080/02670836.2015.1133022.
41. Kumar S., Singh S.B. Quantification of retained austenite in low-carbon steels // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2023. – Vol. 54 (11). – P. 4283–4294. – DOI: 10.1007/s11661-023-07162-1.
42. Evaluation of retained austenite in carburized bearing steel using magneto-inductive method / L.G. Ionescu, M.V. Pantawane, C. Tănase, R.V. Sichim, C.A. Dascălu, B. Ghiban // Crystals. – 2023. – Vol. 13 (8). – P. 1173. – DOI: 10.3390/cryst13081173.
43. Zhu Z., Liang Y. Prediction of residual stress of carburized steel based on machine learning // Applied Sciences. – 2020. – Vol. 10 (21). – P. 7759. – DOI: 10.3390/app10217759.
44. Experimental study on vacuum carburizing process for low-carbon alloy steel / S. Wei, G. Wang, X. Zhao, X. Zhang, Y. Rong // Journal of materials engineering and performance. – 2014. – Vol. 23 (2). – P. 545–550. – DOI: 10.1007/s11665-013-0762-1.
45. Effectiveness of machine-learning and deep-learning strategies for the classification of heat treatments applied to low-carbon steels based on microstructural analysis / J. Muñoz-Rodenas, F. García-Sevilla, J. Coello-Sobrino, A. Martínez-Martínez, V. Miguel-Eguía // Applied Sciences. – 2023. – Vol. 13. – P. 3479. – DOI: 10.3390/app13063479.
46. Jovičević-Klug P., Podgornik B. Review on the effect of deep cryogenic treatment of metallic materials in automotive applications // Metals. – 2020. – Vol. 10 (4). – P. 434. – DOI: 10.3390/met10040434.
47. Effect of cryogenic treatment on microstructure, mechanical properties and distortion of carburized gear steels / Y. Yan, K. Liu, Z. Luo, M. Wang, X. Wang // Metals. – 2021. – Vol. 11. – P. 1940. – DOI: 10.3390/met11121940.
48. Changes in microstructure of ledeburitic tool steel due to vacuum austenitizing and quenching, sub-zero treatments at – 140°C and tempering / J. Đurica, J. Ptačinová, M. Dománková, L. Čaplovič, M. Čaplovičová, L. Hrušovská, V. Malovcová, P. Jurči // Vacuum. – 2019. – Vol. 170. – P. 108977. – DOI: 10.1016/j.vacuum.2019.108977.



49. ASTM E975-13. Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation. – West Conshohocken, PA, USA: ASTM International, 2013.

50. Effects of nucleation site and morphology of carbide-free bainite on microstructures and properties of bainite/martensite multi-phase steels / J. Zhao, X. Zhao, X. Zhao, C. Dong, S. Kang // *Materials Science and Engineering: A*. – 2019. – Vol. 744. – P. 86–93. – DOI: 10.1016/j.msea.2018.11.060.

51. *Wingens T.* Techniques for determining retained austenite // *AM&P Technical Articles*. – 2022. – Vol. 180. – P. 60–64. – DOI: 10.31399/asm.amp.2022-05.p060.

52. *Koistinen D., Marburger R.* A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels // *Acta Metallurgica*. – 1959. – Vol. 7. – P. 59–60. – DOI: 10.1016/0001-6160(59)90170-1.

53. Возможности метода дифракции обратно-рассеянных электронов для анализа структуры деформированных материалов / В.Н. Варюхин, Е.Г. Пашинская, А.В. Завдовеев, В.В. Бурховецкий. – Киев: Наукова думка, 2014. – 102 с. – DOI: 10.13140/2.1.5016.6720.

54. Advancements in EBSD techniques: a comprehensive review on characterization of composites and metals, sample preparation, and operational parameters

/ S. Doddapaneni, S. Kumar, S. Sharma, G. Shankar, M. Shettar, N. Kumar, G. Aroor, S.M. Ahmad // *Journal of Composites Science*. – 2025. – Vol. 9 (3). – P. 132. – DOI: 10.3390/jcs9030132.

55. *Kalsi N.S., Sehgal R., Sharma V.S.* Cryogenic treatment of tool materials: a review // *Materials and Manufacturing Processes*. – 2010. – Vol. 25 (10). – P. 1077–1100. – DOI: 10.1080/10426911003720862.

56. *Singla A.K., Vishal J., Sharma V.S.* Processing of materials at cryogenic temperature and its implications in manufacturing: a review // *Materials and Manufacturing Processes*. – 2018. – Vol. 33 (15). – P. 1603–1640. – DOI: 10.1080/10426914.2018.1424908.

57. Reitz W., Pendray J. Cryoprocessing of materials: a review of current status // *Materials and Manufacturing Processes*. – 2001. – Vol. 16 (6). – P. 829–840. – DOI: 10.1081/AMP-100108702.

58. *Jurči P., Dlouhý I.* Cryogenic treatment of martensitic steels: microstructural fundamentals and implications for mechanical properties and wear and corrosion performance // *Materials*. – 2024. – Vol. 17. – P. 548. – DOI: 10.3390/ma1703054.

59. Senthilkumar D., Rajendran I. A research review on deep cryogenic treatment of steels // *International Journal of Materials and Structural Integrity*. – 2014. – Vol. 8. – P. 169–184. – DOI: 10.1504/IJMSI.2014.064784.

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

© 2026 Авторы. Издательство Новосибирского государственного технического университета. Эта статья доступна по лицензии Creative Commons «Attribution» («Атрибуция») 4.0 Всемирная (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0>).



Evaluation of the possibility of reducing residual austenite during laser carburization of low-carbon steel by additional cryogenic treatment

Antonina Karlina^{1, a, *}, Vitaly Gladkikh^{1, b}, Galina Vitkina^{2, c}, Roman Kononenko^{2, 3, d}, Viktor Kondratiev^{2, 4, e}

¹ National Research Moscow State University of Civil Engineering, 26 Yaroslavskoe Shosse, Moscow, 129337, Russian Federation

² Cherepovets State University, 5 Lunacharsky pr., Cherepovets, 162600, Russian Federation

³ Irkutsk National Research Technical University, 83 Lermontova str., Irkutsk, 664074, Russian Federation

⁴ A.P. Vinogradov Institute of Geochemistry SB RAS, 1A Favorskiy St., Irkutsk, 664033, Russian Federation

^a  <https://orcid.org/0000-0003-3287-3298>,  karlinat@mail.com; ^b  <https://orcid.org/0000-0003-1953-1584>,  gladkikh_87@mail.ru;

^c  <https://orcid.org/0000-0002-1076-2709>,  20procents@mail.ru; ^d  <https://orcid.org/0009-0001-5900-065X>,  istu_politeh@mail.ru;

^e  <https://orcid.org/0000-0002-7437-2291>,  imz@mail.ru

ARTICLE INFO

Article history:

Received: 08 June 2026

Revised: 16 July 2026

Accepted: 29 July 2026

Available online: 15 September 2026

Keywords:

Carburizing

Paste

Martensite

Ledeburite

Austenite

ABSTRACT

Introduction. Residual austenite is an austenitic phase that persists in steel after its incomplete transformation into martensite/bainite/ferrite. The presence of residual austenite in steel can cause positive or negative changes depending on its proportion. Therefore, the finished products must have an appropriate range of residual austenite content. In the process of traditional chemical and thermal treatment of metals by carburizing, residual austenite is an unacceptable defect in the process. Very few papers have been devoted to this issue in the processes of surface treatment of metals with concentrated energy sources. **The purpose of this work** is to reduce the residual austenite in the carburized layer after laser hardening using additional cryogenic treatment. **Materials and methods.** Laser carburizing of 0.2% C steel was performed with a continuous-wave ytterbium fiber laser (LS-16, 1.5 kW, IPG Photonics, Oxford, MA, USA) emitting at a wavelength of 1.07 μm. The carbon content in the carburized layer was determined by glow discharge optical emission spectrometry (GD-Profilier 2TM). Hardness was measured using a semi-automatic Vickers hardness tester with a load of 500 g and an indentation pitch of 0.25 mm. X-ray diffraction patterns were recorded using a SmartLab 9KW diffractometer with a Cu-Kα target (λ = 1.5406 Å). The scanning angle range of 2θ ranged from 40 to 100°, and the scanning speed was 2°/min. Quantitative analysis of the volume fraction of residual austenite was carried out in accordance with the recommendations specified in ASTM E975-13. Cryogenic treatment was carried out at a temperature of –196 °C. **Results and discussion.** Different graphite contents in the laser carburizing pastes lead to the formation of different structures and phases (cementite, ledeburite, martensite, residual austenite) in the surface layer. Microstructural examination of the surface layer showed that the structure of the original material (0.2% C steel) consists of soft and ductile ferrite with hard pearlite. The thermal gradient on the surface of the molten carbon-containing mixture, created by the laser beam, transformed the original microstructure into martensite by dissolving the carbonaceous mixture and solidifying the austenitic phase into martensite through rapid cooling. At the same time, residual austenite is formed in the surface layer due to rapid cooling. It was shown that laser carburizing leads to the formation of a modified surface layer consisting of carbon-saturated martensite, residual austenite and carbides. Cryogenic and tempering treatments additionally transform residual austenite in the carburized layer into martensite, which increases the hardness of the carburized layer.

For citation: Karlina A.I., Gladkikh V.A., Vitkina G.Y., Kononenko R.V., Kondratiev V.V. Evaluation of the possibility of reducing residual austenite during laser carburization of low-carbon steel by additional cryogenic treatment. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty)* = *Metal Working and Material Science*, 2026, vol. 28, no. 3, pp. 286–314. DOI: 10.17212/1994-6309-2026-28.3-286-314. (In Russian).

* Corresponding author

Karlina Antonina I., Ph.D. (Engineering), Research Associate
 National Research Moscow State Construction University,
 26 Yaroslavskoe shosse,
 129337, Moscow, Russian Federation
 Tel: +7 950 120-19-50, e-mail: karlinat@mail.ru

References

1. Filippov M.A., Kositsyna I.I., Gervas'ev M.A. *Uprochnenie i zashchita poverkhnosti metallov* [Hardening and protection of metal surfaces]. Ekaterinburg, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences Publ., 2012. 234 p.
2. Lakhtin Yu.M., Arzamasov B.N. *Khimiko-termicheskaya obrabotka metallov* [Chemical-thermal treatment of metals]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1985. 256 p.
3. Madu M.J., Adedipe O., Lawal S.A., Abdulrahman A.S. The influence of carburization parameters on the mechanical behavior of mild steel: a review. *Journal of Engineering and Applied Science*, 2025, vol. 72 (1), p. 193. DOI: 10.1186/s44147-025-00776-9.
4. Jumadin M.H., Abdullah B., Ismail M.H., Alias S.K., Ahmad S. Effect of soaking time on paste carburizing of carburized low carbon steel. *Key Engineering Materials*, 2017, vol. 740, pp. 93–99. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.740.93.
5. Qin S., Zhang C., Zhang B., Ma H., Zhao M. Effect of carburizing process on high cycle fatigue behavior of 18CrNiMo7-6 steel. *Journal of Materials Research and Technology*, 2022, vol. 16, pp. 1136–1149. DOI: 10.1016/j.jmrt.2021.12.074.
6. Abdenour S., Linda A., Oualid C., Ali B., Salah L.M., Hamid D., Francisco C. Influence of the carburization time on the structural and mechanical properties of XC20 steel. *Materials Research Express*, 2021, vol. 8 (8), p. 085604. DOI: 10.1088/2053-1591/ac1ece.
7. Zhou Y.-L., Xia F., Xie A.-J., Peng H.-P., Wang J.-H., Li Z.-W. A review – Effect of accelerating methods on gas nitriding: accelerating mechanism, nitriding behavior, and techno-economic analysis. *Coatings*, 2023, vol. 13 (11), p. 1846. DOI: 10.3390/coatings13111846.
8. Song H., Tao F. Laser-assisted coating techniques and surface modifications. *Coatings*, 2026, vol. 16 (4), p. 430. DOI: 10.3390/coatings16040430.
9. Shin W.-S., Yoo H.J., Kim J.H., Choi J., Chun E.-J., Park C., Kim Y.-J. Effect of laser heat-treatment and laser nitriding on the microstructural evolutions and wear behaviors of AISI P21 mold steel. *Metals*, 2020, vol. 10 (11), p. 1487. DOI: 10.3390/met10111487.
10. Brover G.I., Brover A.V., Dyachenko L.D. Struktura i svoistva instrumental'nykh stalei posle obrabotki razlichnymi istochnikami kontsentririrovannykh potokov energii [Structure and Properties of Tool Steels after Treatment with Various Sources of Concentrated Energy Flows]. *Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya = Strengthening Technologies and Coatings*, 2005, no. 12, pp. 27–31.
11. Chudina O.V. *Kombinirovannyye metody poverkhnostnogo uprochneniya stalei s primeneniem lazernogo nagreva: teoriya i tekhnologiya* [Combined methods of surface hardening of steels using laser heating: theory and technology]. Moscow, MADI Publ., 2003. 248 p.
12. Grigoryants A.G., Shiganov I.N., Misyurov A.I. *Tekhnologicheskie protsessy lazernoi obrabotki* [Technological processes of laser processing]. Moscow, Bauman MSTU Publ., 2006. 664 p.
13. Losinskaya A.A., Lozhkina E.A., Bardin A.I. Structure and properties of steel case-hardened by non-vacuum electron-beam cladding of carbon fibers. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 2017, vol. 286, p. 012036. DOI: 10.1088/1757-899X/286/1/012036.
14. Bataev I.A., Golkovskii M.G., Bataev A.A., Losinskaya A.A., Dostovalov R.A., Popelyukh A.I., Drobyaz E.A. Surface hardening of steels with carbon by non-vacuum electron-beam processing. *Surface and Coatings Technology*, 2014, vol. 242, pp. 164–169. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2014.01.038.
15. Bataev I.A., Golkovskii M.G., Losinskaya A.A., Bataev A.A., Popelyukh A.I., Hassel T., Golovin D.D. Non-vacuum electron-beam carburizing and surface hardening of mild steel. *Applied Surface Science*, 2014, vol. 322, pp. 6–14. DOI: 10.1016/j.apsusc.2014.09.137.
16. Skorynina P.A., Makarov A.V., Menshakov A.I., Osintseva A.L. Vliyanie nizkotemperaturnoi tsementatsii v plazme elektronogo puchka na uprochnenie i sherokhovatost' poverkhnosti metastabil'noi austenitnoi stali [Effect of low-temperature carburizing in electron beam plasma on the hardening and surface roughness of metastable austenitic steel]. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2019, vol. 21 (2), pp. 97–109. DOI: 10.17212/1994-6309-2019-21.2-97-109.
17. Losinskaya A.A., Drobyaz E.A., Bataev V.A., Plotnikova N.V., Golkovsky M.G. Struktura i svoistva poverkhnostnykh sloev nizkouglerodistoi stali, poluchennykh metodom naplavki uglerodsoderzhashchikh poroshkovykh smesei i posleduyushchei zakalki [Structure and properties of surface layers of low-carbon steel obtained by surfacing carbon-containing powder mixtures and subsequent hardening]. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2013, no. 4 (61), pp. 5–11.

18. Savrai R.A., Skorynina P.A., Makarov A.V., Men'shakov A.I., Gaviko V.S. Vliyanie friktsionnoi obrabotki i nizkotemperaturnoi plazmennoi tsementatsii na strukturu i fazovyi sostav metastabil'noi austenitnoi stali [The influence of frictional treatment and low-temperature plasma carburizing on the structure and phase composition of metastable austenitic steel]. *Fizika metallov i metallovedenie = Physics of Metals and Metallography*, 2023, vol. 124, no. 5, pp. 409–416. DOI: 10.31857/S0015323023600442.
19. Savrai R.A., Skorynina P.A., Makarov A.V., Osinceva A.L. Structure and surface properties of metastable austenitic steel subjected to liquid carburizing at a reduced temperature. *Physics of Metals and Metallography*, 2020, vol. 121 (1), pp. 65–71. DOI: 10.1134/S0031918X20010135.
20. Savrai R.A., Skorynina P.A., Makarov A.V., Osinceva A.L. Effect of liquid carburizing at lowered temperature on the micromechanical characteristics of metastable austenitic steel. *Physics of Metals and Metallography*, 2020, vol. 121 (10), pp. 1015–1020. DOI: 10.1134/S0031918X20100105.
21. Karlina Y.I., Balanovskiy A.E., Kurdyumov G.E., Gladkikh V.A., Konyukhov V.Y., Oparina T.A., Kononenko R.V., Kondratiev V.V. Visualization of the reverse side of cathode and anode spots in a welding arc. *Applied Sciences*, 2026, vol. 16, p. 3385. DOI: 10.3390/app16073385.
22. Balanovsky A.E., Vu Van Huy. Nasyshchenie poverkhnosti metalla uglerodom pri plazmennoi poverkhnostnoi obrabotke [Saturation of the metal surface with carbon during plasma surface treatment]. *Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya = Strengthening Technologies and Coatings*, 2017, vol. 13, no. 9 (153), pp. 82–91.
23. Vu Van Huy, Balanovsky A.E. Issledovanie iznosostoikosti poverkhnosti stali posle plazmennoi tsementatsii s ispol'zovaniem uglerodosoderzhashchei pasty [Study of wear resistance of steel surface after plasma carburizing using carbon-containing paste]. *Vestnik Irkutskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta = Bulletin of Irkutsk State Technical University*, 2017, vol. 21, no. 4, pp. 10–21.
24. Vu Van Huy, Balanovsky A.E. Fizicheskie osnovy tekhnologii plazmennoi poverkhnostnoi tsementatsii detalei na primere vtulki shpintona passazhirskogo vagona [Physical principles of plasma surface carburizing of parts as exemplified by an antirattle bushing of a passenger coach]. *Vestnik Irkutskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta = Bulletin of Irkutsk State Technical University*, 2017, vol. 21, no. 3, pp. 10–22.
25. Balanovskii A., Vu Van Huy. Plasma surface carburizing with graphite paste. *Letters on Materials*, 2017, vol. 7 (2), pp. 175–179. DOI: 10.22226/2410-3535-2017-2-175-179.
26. Balanovskii A.E., Grechneva M.V., Vu Van Huy, Zhuravlev D.A. New plasma carburizing method. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 2017, vol. 87, p. 092003. DOI: 10.1088/1755-1315/87/9/092003.
27. Vu V.H., Balanovskiy A.E., Doan V.T., Nguyen V.T. Surface saturation with carbon using plasma arc and graphite coating. *Tribology in Industry*, 2021, vol. 43 (2), pp. 211–221. DOI: 10.24874/ti.951.08.20.12.
28. Balanovskiy A.E. Digital visualisation of the process of heating and melting of metal in arc discharge with a non-consumable electrode. *Welding International*, 2017, vol. 31 (6), pp. 467–476. DOI: 10.1080/09507116.2016.1268765.
29. Höche D., Kaspar J., Schaaf P. 2 – Laser nitriding and carburization of materials. *Laser surface engineering: processes and applications*. Ed. by J. Lawrence and D.G. Waugh. *Woodhead Publishing Series in Electronic and Optical Materials*, no. 65. Elsevier, 2015, pp. 33–58. DOI: 10.1016/B978-1-78242-074-3.00002-7.
30. Katsamas A.I., Haidemenopoulos G.N. Laser-beam carburizing of low-alloy steels. *Surface and Coatings Technology*, 2001, vol. 139 (2–3), pp. 183–191. DOI: 10.1016/S0257-8972(00)01061-6.
31. Maharjan N., Zhou W., Wu N. Direct laser hardening of AISI 1020 steel under controlled gas atmosphere. *Surface and Coatings Technology*, 2020, vol. 385, p. 125399. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2020.125399.
32. Zhang J., Yu M., Li Z., Liu Y., Zhang Q., Jiang R., Sun S. The effect of laser energy density on the microstructure, residual stress and phase composition of H13 steel treated by laser surface melting. *Journal of Alloys and Compounds*, 2021, vol. 856, p. 158168. DOI: 10.1016/j.jallcom.2020.158168.
33. Kluczyński J., Jasik K., Łuszczek J., Pokropek J. laser surface hardening of carburized steels: a review of process parameters and application in gear manufacturing. *Materials*, 2025, vol. 18 (15), p. 3623. DOI: 10.3390/ma18153623.
34. Pozdnyakov E.P., Stepankin I.N. Vliyanie dlitel'nosti tsementatsii na strukturu i svoistva konstruktsionnykh sredneuglerodistykh stalei 40Kh, 35KhGSA i 42CrMoS4 [Influence of cementation duration on the structure and properties of structural middle carbon steel 40Cr4, 35CrMnSi4 and 42CrMoS4]. *Lit'e i metallurgiya = Foundry Production and Metallurgy*, 2024, no. 1, pp. 69–77. DOI: 10.21122/1683-6065-2024-1-69-77.
35. Karlina Yu.I., Konyukhov V.Yu., Oparina T.A. Issledovanie protsessa poverkhnostnogo obezuglerozhivaniya stali 20 posle tsementatsii i termicheskoi obrabotki [Investigation of the process of surface decarburization of steel

20 after cementation and heat treatment]. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2025, vol. 27, no. 3, pp. 122–136. DOI: 10.17212/1994-6309-2025-27.3-122-136.

36. Wong A. Modelling the stability and transformation kinetics of retained austenite in steels. *Materials Science and Technology*, 2022, vol. 38 (11), pp. 676–688. DOI: 10.1080/02670836.2022.2063539.

37. Xiong X.C., Chen B., Huang M.X., Wang J.F., Wang L. The effect of morphology on the stability of retained austenite in a quenched and partitioned steel. *Scripta Materialia*, 2013, vol. 68 (5), pp. 321–324. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2012.11.003.

38. Sidoroff C., Perez M., Dierickx P., Girodin D. Advantages and shortcomings of retained austenite in bearing steels: a review. *Bearing Steel Technologies: 10th Volume, Advances in Steel Technologies for Rolling Bearings*, ASTM International, 2014, pp. 1–37. DOI: 10.1520/STP158020140081.

39. Shen Y., Moghadam S.M., Sadeghi F., Paulson K., Trice R.W. Effect of retained austenite –Compressive residual stresses on rolling contact fatigue life of carburized AISI 8620 steel. *International Journal of Fatigue*, 2015, vol. 75, pp. 135–144. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2015.02.017.

40. Evans M.H. An updated review: white etching cracks (WECs) and axial cracks in wind turbine gearbox bearings. *Materials Science and Technology*, 2016, vol. 32 (11), pp. 1133–1169. DOI: 10.1080/02670836.2015.1133022.

41. Kumar S., Singh S.B. Quantification of retained austenite in low-carbon steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2023, vol. 54 (11), pp. 4283–4294. DOI: 10.1007/s11661-023-07162-1.

42. Ionescu L.G., Pantawane M.V., Tănase C., Sichim R.V., Dascălu C.A., Ghiban B. Evaluation of retained austenite in carburized bearing steel using magneto-inductive method. *Crystals*, 2023, vol. 13 (8), p. 1173. DOI: 10.3390/cryst13081173.

43. Zhu Z., Liang Y. Prediction of residual stress of carburized steel based on machine learning. *Applied Sciences*, 2020, vol. 10 (21), p. 7759. DOI: 10.3390/app10217759.

44. Wei S., Wang G., Zhao X., Zhang X., Rong Y. Experimental study on vacuum carburizing process for low-carbon alloy steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2014, vol. 23 (2), pp. 545–550. DOI: 10.1007/s11665-013-0762-1.

45. Muñoz-Rodenas J., García-Sevilla F., Coello-Sobrino J., Martínez-Martínez A., Miguel-Eguía V. Effectiveness of machine-learning and deep-learning strategies for the classification of heat treatments applied to low-carbon steels based on microstructural analysis. *Applied Sciences*, 2023, vol. 13, p. 3479. DOI: 10.3390/app13063479.

46. Jovičević-Klug P., Podgornik B. Review on the effect of deep cryogenic treatment of metallic materials in automotive applications. *Metals*, 2020, vol. 10 (4), p. 434. DOI: 10.3390/met10040434.

47. Yan Y., Liu K., Luo Z., Wang M., Wang X. Effect of cryogenic treatment on microstructure, mechanical properties and distortion of carburized gear steels. *Metals*, 2021, vol. 11, p. 1940. DOI: 10.3390/met11121940.

48. Đurica J., Ptačinová J., Dománková M., Čaplovič L., Čaplovičová M., Hrušovská L., Malovcová V., Jurči P. Changes in microstructure of ledeburitic tool steel due to vacuum austenitizing and quenching, sub-zero treatments at – 140°C and tempering. *Vacuum*, 2019, vol. 170, p. 108977. DOI: 10.1016/j.vacuum.2019.108977.

49. ASTM E975-13. *Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation*. West Conshohocken, PA, USA, ASTM International, 2013.

50. Zhao J., Zhao X., Zhao X., Dong C., Kang S. Effects of nucleation site and morphology of carbide-free bainite on microstructures and properties of bainite/martensite multi-phase steels. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, vol. 744, pp. 86–93. DOI: 10.1016/j.msea.2018.11.060.

51. Wingens T. Techniques for determining retained austenite. *AM&P Technical Articles*, 2022, vol. 180, pp. 60–64. DOI: 10.31399/asm.amp.2022-05.p060.

52. Koistinen D., Marburger R. A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels. *Acta Metallurgica*, 1959, vol. 7, pp. 59–60. DOI: 10.1016/0001-6160(59)90170-1.

53. Varyukhin V.N., Pashinskaya E.G., Zavdoveev A.V., Burkhovetskii V.V. *Vozmozhnosti metoda difraktsii obratno-rasseyannykh elektronov dlya analiza struktury deformirovannykh materialov* [Possibilities of the Electron Backscatter Diffraction Method for Analysis of the Structure of Deformed Materials]. Kyiv, Naukova Dumka Publ., 2014. 102 p. DOI: 10.13140/2.1.5016.6720.

54. Doddapaneni S., Kumar S., Sharma S., Shankar G., Shettar M., Kumar N., Aroor G., Ahmad S.M. Advancements in EBSD techniques: a comprehensive review on characterization of composites and metals, sample preparation, and operational parameters. *Journal of Composites Science*, 2025, vol. 9 (3), p. 132. DOI: 10.3390/jcs9030132.

55. Kalsi N.S., Sehgal R., Sharma V.S. Cryogenic treatment of tool materials: a review. *Materials and Manufacturing Processes*, 2010, vol. 25 (10), pp. 1077–1100. DOI: 10.1080/10426911003720862.

56. Singla A.K., Singh J., Sharma V.S. Processing of materials at cryogenic temperature and its implications in manufacturing: a review. *Materials and Manufacturing Processes*, 2018, vol. 33 (15), pp. 1603–1640. DOI: 10.1080/10426914.2018.1424908.

57. Reitz W., Pendray J. Cryoprocessing of materials: a review of current status. *Materials and Manufacturing Processes*, 2001, vol. 16 (6), pp. 829–840. DOI: 10.1081/AMP-100108702.

58. Jurči P., Dlouhý I. Cryogenic treatment of martensitic steels: microstructural fundamentals and implications for mechanical properties and wear and corrosion performance. *Materials*, 2024, vol. 17, p. 548. DOI: 10.3390/ma1703054.

59. Senthilkumar D., Rajendran I. A research review on deep cryogenic treatment of steels. *International Journal of Materials and Structural Integrity*, 2014, vol. 8, pp. 169–184. DOI: 10.1504/IJMSI.2014.064784.

Conflicts of Interest

The authors declare no conflict of interest.

© 2026 The Authors. Published by Novosibirsk State Technical University. This is an open access article under the CC BY license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0>).