НЕОРГАНИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ, 2020, том 56, № 12, с. 1388–1392

УДК 669-1:620.187

СРОСТКИ ДОЭВТЕКТОИДНОГО И ПЕРЛИТНОГО ФЕРРИТОВ В НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ НИЗКОЛЕГИРОВАННОЙ СТАЛИ

© 2020 г. М. М. Кантор[1], К. Г. Воркачев[1, *], В. И. Челпанов[1], К. А. Солнцев[1]

[1]*Институт металлургии и материаловедения им А.А. Байкова Российской академии наук, Ленинский пр., 49, Москва, 119334 Россия*

**e-mail: kvorkachev@imet.ac.ru*

Поступила в редакцию 15.05.2020 г.
После доработки 14.07.2020 г.
Принята к публикации 17.07.2020 г.

Экспериментально доказана непрерывность доэвтектоидного и перлитного ферритов в сростках в микроструктуре низкоуглеродистой низколегированной ферритно-перлитной стали. Такие сростки ферритов различного происхождения многократно наблюдали наряду с зернами доэвтектоидного феррита и перлита. Предлагается сростки доэвтектоидного и перлитного ферритов рассматривать как характерную особенность микроструктуры и учитывать это при определении характеристик микроструктуры.

Ключевые слова: сростки, дифракция отраженных электронов, микроструктура, доэвтектоидный феррит, перлитный феррит

DOI: 10.31857/S0002337X20120088

ВВЕДЕНИЕ

В доэвтектоидных ферритно-перлитных сталях $\gamma \rightarrow \alpha$-превращение начинается с выделения доэвтектоидного (первичного) феррита по границам зерен бывшего аустенита. Рост ферритных зерен сопровождается оттеснением углерода в непревращенные аустенитные области. При достижении достаточной для осуществления превращения концентрации C в аустените происходит образование узлов перлита, состоящего из перлитного (эвтектоидного) феррита и цементита. Этот процесс сопровождается образованием границы раздела между смежными областями зерен доэвтектоидного и перлитного ферритов (**ДФ** и **ПФ**) [1].

Однако существуют экспериментальные результаты, которые не укладываются в описанные представления. Например, при изучении доэвтектоидных сталей с содержанием 0.18 и 0.5% C было показано, что граница раздела между ДФ и ПФ может не выявляться металлографическими методами в 30% случаев [2]. В доэвтектоидной стали, содержащей 0.34% C, при изучении методом просвечивающей электронной микроскопии это явление наблюдалось в 13 из 168 случаев [3]. В стали эвтетктоидного состава [4], специально обработанной с целью получения ферритно-перлитной микроструктуры, методом дифракции отраженных электронов (**ДОЭ**) непрерывность ДФ и ПФ наблюдалась лишь в единичных случаях. Также отмеченную особенность наблюдали в доэвтектоидной стали с 0.1% C [5].

Интерес к образованию сростков ДФ и ПФ (без образования границы раздела) в микроструктуре доэвтектоидных ферритно-перлитных сталей обусловлен несколькими причинами. Образование сростков оказывает влияние на ход перлитного превращения. Также это явление следует принимать во внимание при анализе процесса разрушения доэвтеткоидных сталей.

Целью настоящей работы являлось получение прямых доказательств существования в микроструктуре ферритно-перлитных сталей сростков ДФ и ПФ. Для этого использовали продвинутые возможности двухлучевой микроскопии. Применение фокусированного ионного пучка (**ФИП**) позволяет вырезать ламели из заданной области сечения образца, а также послойно стравливать области микроструктуры с целью осуществления 3-мерной реконструкции [6, 7]. Изучение ламелей методом просвечивающей Кикучи-дифракции (**ПКД**) в растровом электронном микроскопе (**РЭМ**) позволяет с большим разрешением изучить границы раздела между ДФ и ПФ [8, 9].

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Материалом для исследования послужила низкоуглеродистая низколегированная сталь 09Г2С,

Таблица 1. Химический состав материала для исследования

Элемент	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu
C, мас. доля	0.121	0.69	1.59	0.013	0.008	0.06	0.08	0.18

подвергнутая горячей прокатке по промышленной технологии. Химический состав приведен в табл. 1.

Микроструктуру изучали на двухлучевой системе CrossBeam 1540 EsB (Carl Zeiss), состоящей из электронной колонны Gemini с катодом полевой эмиссии, системы ДОЭ (Oxford instruments) и колонны ФИП (Orsay Physics).

Методику ДОЭ применяли для построения ориентационных карт. Ускоряющее напряжение составляло 15 кВ в режиме высокого тока с апертурой 60 мкм и рабочим расстоянием в 15 мм на образцах, наклоненных на 70° (рис. 1а).

Образцы вырезали из листового проката в плоскости, перпендикулярной направлению и плоскости прокатки. Шлифы подготавливали по стандартным металлографическим методикам. Снятие поверхностного дефектного слоя на финишной стадии полировки осуществляли суспензией коллоидного кремния с величиной зерна 0.05 мкм.

Для изучения границы раздела ДФ/ПФ применяли метод ПКД в РЭМ (рис. 1б). В отличие от метода ДОЭ в случае ПКД электронный пучок проходит сквозь электронно-прозрачную область образца, наклоненного по отношению к горизонтали на 0°–20° [9]. Из-за того что объем взаимодействия в металле сопоставим с размерами сечения падающего электронного пучка, происходит существенное улучшение пространственного разрешения. В настоящей работе для съемки ПКД-карт применяли угол наклона 20°, рабочее расстояние 7 мм и ускоряющее напряжение 30 кВ при шаге построения карт 20 нм.

Образцом для ПКД-исследования послужила ламель, вырезанная ФИП из области микроструктуры в плоскости, перпендикулярной плоскости шлифа, и приваренная на медную полусеточку с применением Pt-прекурсора. Размер электронно-прозрачной области на ламели составил 10 × 15 × × 0.2 мкм.

3-Мерную реконструкцию микроструктуры проводили послойным травлением (рис. 1в) и съемкой ДОЭ-карт (рис. 1а) методом ФИП/ДОЭ [7].

Постоперационную обработку ориентационных данных проводили в программном пакете HKL Channel 5 (Oxford Instruments).

Карты качества картин Кикучи Band Slope (BS), основанные на исходной информации об уширении Кикучи-полос на ДОЭ-картинах, использовали для визуализации расположения участков ПФ.

Для характеристики ориентации зерен использовали ДОЭ-карты в представлении обратной полюсной фигуры (**ОПФ**).

Карты углового отклонения от средней ориентации зерен Grod angle использовали для отображения накопительной природы разориентаций внутри зерен.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

На рис. 2 представлены результаты изучения микроструктуры методом ДОЭ. Микроструктура содержит как индивидуальные зерна ДФ и ПФ, так и их сростки. Зерна ДФ имеют наиболее со-

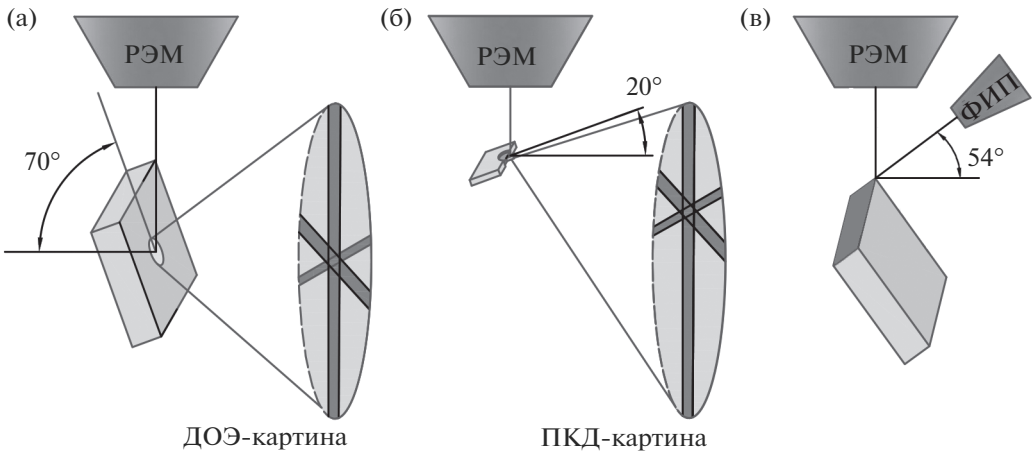

Рис. 1. Конфигурация двухлучевой установки: а – положение ДОЭ, б – положение ПКД, в – положение ФИП.

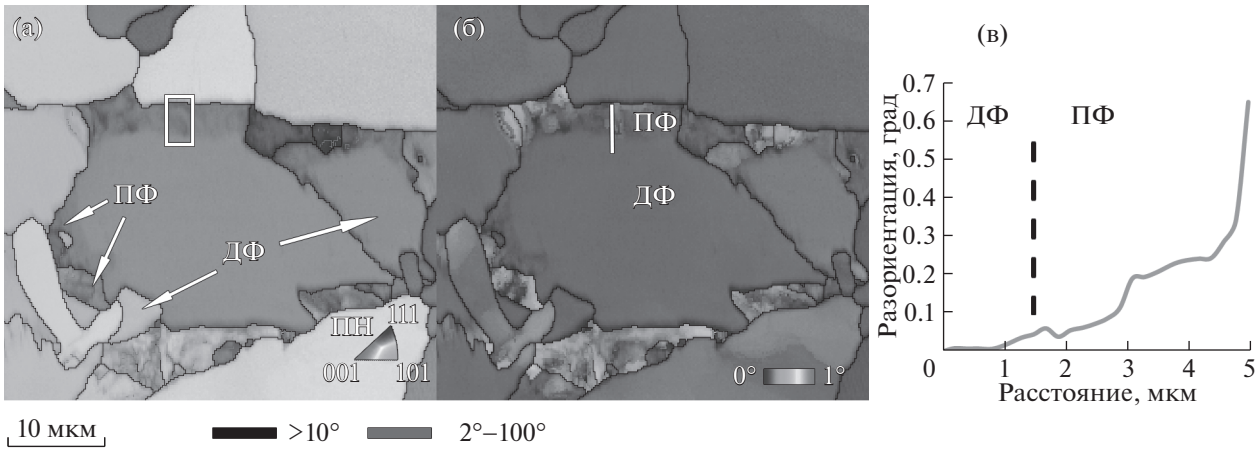

Рис. 2. Микроструктура. ДОЭ: а – карта ОПФ + BS, б – карта Grod angle + BS, в – профиль разориентации (ПН – поперечное направление).

вершенное строение, о чем говорят их постоянная ориентация на картах ОПФ (рис. 2а) и отсутствие ориентационных градиентов на карте Grod angle (рис. 2б). Зерна ПФ отличаются несовершенным строением, что позволяет визуализировать их на картах ОПФ по отклонениям от постоянной ориентации, а также на картах Grod angle по ориентационным градиентам [10]. Профиль разориентации в области сростка ДФ и ПФ приведен на рис. 2в. Видно, что между смежными областями ДФ и ПФ разориентация составляет не более 0.2°. Для области ПФ характерно несколько участков накопления разориентаций, соответствующих различным перлитным колониям. Описанные случаи непрерывности ДФ и ПФ наблюдали приблизительно в 1/3 случаев образования перлита.

Для того чтобы понять, связан ли эффект отсутствия границы с конкретным плоским сечением и ограничениями пространственного разрешения метода ДОЭ, сросток ДФ и ПФ был изучен методом ПКД в РЭМ. На рис. 3 приведены результаты изучения ламели, вырезанной ФИП в плоскости, нормальной к плоскости металлографического шлифа из обозначенной прямоугольником области на рис. 2. Лучшее пространственное разрешение позволяет визуализировать отдельные цементитные пластины и тем самым более четко выявить возможное расположение границы раздела (рис. 3а). Разориентация областей ДФ и ПФ в области предполагаемой границы раздела различается слабо, о чем свидетельствуют близкие цвета на карте ОПФ. Так же как и в случае ДОЭ-карт, наблюдаются ориентационные градиенты внутри ПФ (рис. 3б). Малые разориентации (меньше 0.2°) между областями ДФ и ПФ предполагают отсутствие границы раздела и в нормальной плоскости (рис. 3в).

Подтвердить непрерывность ориентации ферритов различного происхождения в 3 измерениях позволяет применение метода 3-мерной ФИП/ДОЭ-реконструкции микроструктуры (рис. 4). На рис. 4а представлен участок микроструктуры, содержащий сросток ДФ и ПФ. Различный характер разориентации внутри областей ДФ (практически без накопления разориентаций) и ПФ (накопительный) позволяет их дифференцировать. Однако, как и в предыдущих случаях, границу раздела выявить не удается (рис. 4б). 3-Мерная ФИП/ДОЭ-реконструкция микроструктуры выполнена посредством сборки 50 двумерных ориентационных карт (рис. 4в). ДОЭ-карты получены с шагом 200 нм, расстояние между слоями составляло 200 нм, соответственно размер вокселя – 200 × 200 × 200 нм. Ориентации смежных объемов ДФ и ПФ, как и в случае двумерных сечений, отличались слабо (рис. 4г). Подтверждается, что в ПФ наблюдаются пространственные ориентационные градиенты [7]. Малые разориентации между соседними вокселями в области предполагаемой границы раздела ДФ и ПФ (не превышали 0.2°) объясняют то, что граница раздела не выявляется.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Таким образом, можно считать установленным факт существования в микроструктуре низкоуглеродистых низколегированных ферритно-перлитных сталей распространенного элемента структуры – сростков феррита различного происхождения. Частота наблюдений сростков в микроструктуре по сравнению со сталями с большим содержанием С [2–4] позволяет предполагать, что образование сростков является характерной особенностью микроструктуры таких сталей.

Обычно $\gamma \rightarrow \alpha$-превращение в ферритно-перлитных сталях рассматривается в соответствии с концепцией, изложенной Хиллертом [2], в которой не учитывалось образование фрагментации

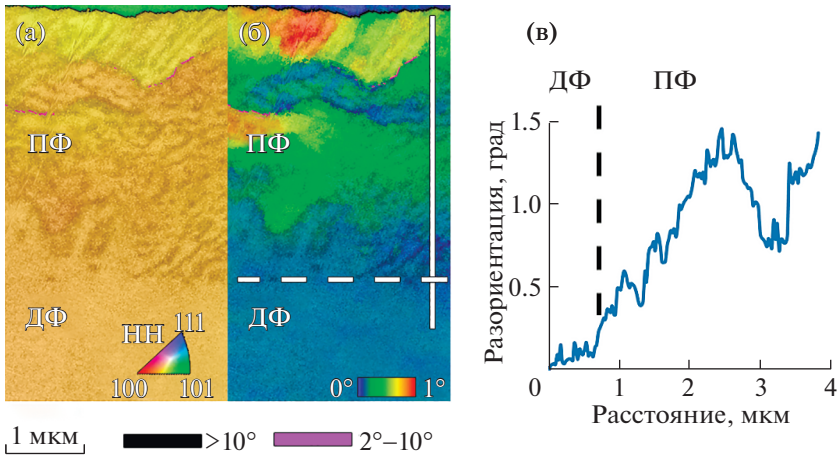

Рис. 3. Сросток доэвтектоидного и перлитного феррита, ПКД: а – карта ОПФ + BS, б – карта Grod Angle + BS, в – профиль разориентации (НН – нормальное направление).

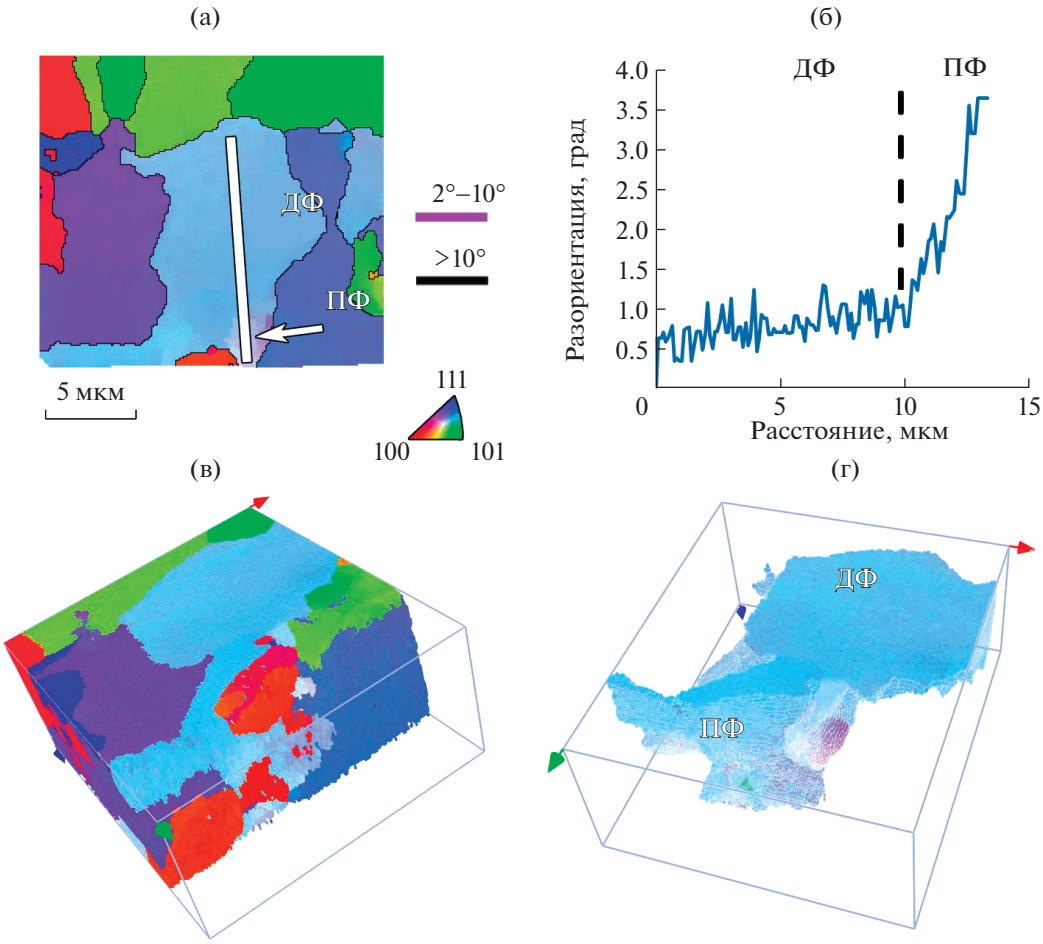

Рис. 4. 3-Мерная ФИП/ДОЭ-реконструкция микроструктуры (ДОЭ): а – карта ОПФ, б – профиль разориентации, в – 3Д-реконструкция микроструктуры 50 слоев, г – пространственная визуализация сростка ДФ и ПФ (*X*-ось (красный): 18 мкм, *Y*-ось (зеленый): 20.2 мкм, *Z*-ось (синий): 10 мкм).

ПФ. Между тем, экспериментально показано влияние субструктуры на рост цементита в перлите [11]. Это предполагает, что $\gamma \rightarrow \alpha$-превращение, в ходе которого ПФ может фрагментироваться, происходит несколько иначе, чем рассматривалось в концепции Хиллерта. Поэтому при использовании вышеописанного подхода предлагается учитывать наличие субструктуры.

Часто при характеристике микроструктуры ферритно-перлитных сталей раздельно учитывают влияние ДФ и перлита. Например, такой подход применяется в случае построения регрессионных зависимостей микроструктура–механические свойства [12]. Неоднородная природа частей сростков может приводить к вариациям упрочнения сталей за счет образования геометрически необходимых дислокаций [3, 13, 14]. Поэтому представляется целесообразным при количественном описании характеристик микроструктуры учитывать вклад сростков как отдельной составляющей. Однако следует принять во внимание, что при автоматическом определении объемной доли составляющих микроструктуры методом ДОЭ [15] сростки будут отнесены к ферритной составляющей.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На примере изучения микроструктуры низкоуглеродистой низколегированной ферритно-перлитной стали с использованием методов ДОЭ, ПКД в РЭМ и 3-мерной реконструкции экспериментально показана непрерывность ДФ и ПФ в сростках.

Предлагается сростки ДФ и ПФ рассматривать как характерную особенность микроструктуры низкоуглеродистых низколегированных ферритно-перлитных сталей и учитывать при определении характеристик микроструктуры.

БЛАГОДАРНОСТЬ

Работа выполнена в рамках государственного задания № 075-00947-20-00.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Porter D.A., Easterling K.E.* Phase Transformations in Metals and Alloys, 2nd ed. London: Chapman & Hall, 1992.
2. *Hillert M.* The Formation of Pearlite // Decomposition of Austenite by Diffusional Processes / Eds Zackay V.F., Aaronson H.J. N.Y.: Interscience, 1962.
3. *Сухомлин Г.Д.* Особенности кристаллографических связей между решетками первичного и эвтектоидного ферритов // Строительство. Материаловедение. Машиностроение. Серия: Стародубовские чтения. 2014. № 73. С. 202–207.
4. *Walentek A.* Quantitative Characterization of Microstructure of Two-Phase Materials. The Case of Pearlite: Katholike Univeraiteit Leuven, 2007. 191 p.
5. *Kantor M.M., Vorkachev K.G.* Microstructure and Substructure of Pearlite in Hypoeutectoid Ferritic-Pearlitic Steels // Met. Sci. Heat Treatment. 2017. № 5. P. 265–271.
6. *Volkert C.A., Minor A.M.* Focused Ion Beam Microscopy and Micromachining // MRS Bull. 2007. V. 32. P. 389–393.
7. *Zaefferer S., Wright S.I., Raabe D.* Three-Dimensional Orientation Microscopy in a Focused Ion Beam–Scanning Electron Microscope: A New Dimension of Microstructure Characterization // Metall. Mater. Trans. A. 2008. V. 39 A. P. 374–389.
8. *Sneddon G.C., Trimby P.W., Cairney J.M.* Transmission Kikuchi Diffraction in a Scanning Electron Microscope: A Review // Mater. Sci. Eng. 2016. V. 110. P. 1–12.
9. *Suzuki S.* Features of Transmission EBSD and Its Application // JOM. 2013. V. 65. № 9. P. 1254–1263.
10. *Takahashi T., Ponge D., Raabe D.* Investigation of Orientation Gradients in Pearlite in Hypoeutectoid Steel by Use of Orientation Imaging Microscopy // Steel Res. 2007. V. 78. № 1. P. 38–44.
11. *Bramfitt B.L., Marder A.R.* A Transmission-Electron-Microscopy Study of the Substructure of High-Purity Pearlite // Metallography. 1973. V. 6. P. 483–495.
12. *Пикеринг Ф.Б.* Физическое металловедение и разработка сталей; пер. с англ. М.: Металлургия, 1982. 182 с.
13. *Ashby M.F.* The Deformation of Plastically Non-Homogeneous Materials // Phil. Mag.: J. Theor. Exp. Appl. Phys. 1970. V. 21. № 170. P. 399–424.
14. *Calcagnotto M., Ponge D., Demir E., Raabe D.* Orientation Gradients and Geometrically Necessary Dislocations in Ultrafine Grained Dual-Phase Steels Studied by 2D and 3D EBSD // Mater. Sci. Eng. A. 2010. V. 527. P. 2738–2746.
15. ASTM E 1382-97(15) Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis. West Conshohocken: ASTM International, 2015.