

УДК 669.141.24

УДОСКОНАЛЕННЯ МЕТОДИКИ ВИЗНАЧЕННЯ СПЕКТРАЛЬНОГО СКЛАДУ ГРАНИЦЬ ЗЕРЕН В НИЗЬКОВУГЛЕЦЕВИХ СТАЛЯХ

СУХОМЛИН Г. Д.¹, *д.т.н., проф.*,
Щудро Р. Є.², *магістр*,
Щудро А. Є.³, *аспірант*,

¹ кафедра матеріалознавства та обробки матеріалів, Державний вищий навчальний заклад «Придніпровська державна академія будівництва та архітектури», вул. Чернишевського, 24-а, 49600, Дніпропетровськ, Україна, тел. +38 (0562) 47-59-51, e-mail: g_suhomlin@mail.ru ORCID ID: 000-0001-5840-169

² кафедра матеріалознавства та обробки матеріалів, Державний вищий навчальний заклад «Придніпровська державна академія будівництва та архітектури», вул. Чернишевського, 24-а, 49600, Дніпропетровськ, Україна, тел. +38 (0562) 47-59-51, e-mail: spilimvse@inbox.ru, ORCID ID: 0000-0001-7042-2610

³ кафедра матеріалознавства та обробки матеріалів, Державний вищий навчальний заклад «Придніпровська державна академія будівництва та архітектури», вул. Чернишевського, 24-а, 49600, Дніпропетровськ, Україна, тел. +38 (0562) 47-59-51, e-mail: spilimvse@inbox.ru, ORCID ID: 0000-0002-1153-0539

Анотація. Завданням металургійного комплексу України, є розширення і використання якісного сталевого прокату на внутрішньому ринку країни. **Мета.** Створення такої комплексної методики визначення відносної кількості (спектрального складу) границь в феритній складовій доєвтектоїдних сталей, яка буде суміщати переваги двох способів оцінки атомної будови границь – аналітично-мікроструктурного з одного боку, та методу дифракції зворотньо розсіяних електронів (ДЗРЕ) – з іншого. **Актуальність.** За допомогою методики можна розширити методичну базу матеріалознавства, більш достовірно оцінювати кількісні співвідношення звичайних та спеціальних границь, що дозволить цілеспрямовано впливати на зернограничну структуру і – як наслідок – покращувати експлуатаційні характеристики металів і сплавів з ОЦК решіткою.

Ключові слова: ферит, концепція РСВ, спеціальні низькоенергетичні границі, метод ДЗРЕ

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СПЕКТРАЛЬНОГО СОСТАВА ГРАНИЦ ЗЕРЕН В НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ

СУХОМЛИН Г. Д.^{1*}, *д. т. н., проф.*,
ЩУДРО Р. Е.², *магистр*,
ЩУДРО А. Е.³, *аспирант*

¹ кафедра материаловедения и обработки материалов, Государственное высшее учебное заведение «Приднепровская государственная академия строительства и архитектуры», ул. Чернышевского, 24а, 49600, Днепропетровск, Украина, тел. +38 (0562) 47-59-51, e-mail: g_suhomlin@mail.ru ORCID ID: 000-0001-5840-169

² кафедра материаловедения и обработки материалов, Государственное высшее учебное заведение «Приднепровская государственная академия строительства и архитектуры», ул. Чернышевского, 24а, 49600, Днепропетровск, Украина, тел. +38 (0562) 47-59-51, e-mail: spilimvse@inbox.ru, ORCID ID: 0000-0001-7042-2610

³ кафедра материаловедения и обработки материалов, Государственное высшее учебное заведение «Приднепровская государственная академия строительства и архитектуры», ул. Чернышевского, 24а, 49600, Днепропетровск, Украина, тел. +38 (0562) 47-59-51, e-mail: spilimvse@inbox.ru, ORCID ID: 0000-0002-1153-0539

Аннотация. Задачей металлургического комплекса Украины, является расширение и использование качественного стального проката на внутреннем рынке страны. **Цель.** Создание такой комплексной методики определения относительного количества (спектрального состава) границ в ферритной составляющей доэвтектоидных сталей, которая будет совмещать преимущества двух способов оценки атомного строения границ, – аналитически-микроструктурных, с одной стороны, и метода дифракции обратно рассеянных электронов (ДЗРЕ) – с другой. **Актуальность.** С помощью методики можно расширить методическую базу материаловедения, более достоверно оценивать количественные соотношения обычных и специальных границ, что позволит целенаправленно влиять на зернограничную структуру и, как следствие, улучшать эксплуатационные характеристики металлов и сплавов с ОЦК решеткой.

Ключевые слова: феррит, концепция РСВ, специальные низькоенергетические границы, метод ДЗРЕ

IMPROVED METHODOLOGY FOR DETERMINING THE SPECTRAL COMPOSITION OF GRAIN BOUNDARIES IN THE LOW-CARBON STEEL

Suhomlin G. D.¹, *dr. sc.(tech.), prof.*,
 Shchudro R. E.², *master*,
 Shchudro A. E.³, *postgraduate*,

Abstract. The objective of the metallurgical complex of Ukraine is the expansion and use of high-quality rolled steel in the domestic market. **Purpose.** Creating such a complex methodology for determining the relative amount of (spectral) limits in ferritic steels doevtektoidnyh component that will combine the advantages of two methods of evaluation atomic structure boundaries - analytical and microstructure on the one hand, and the method of backward scattered electron diffraction (EBSD) - on the other. **Urgency.** Using techniques can expand the methodical base materials, more reliably assess the quantitative value of ordinary and special boundaries that will specifically affect structure and - as a result - improved performance metals and alloys with bcc lattice.

Keywords: ferrite, special low energy boundary, method EBSD

Вступ

Одним з важливих завдань в металознавстві є вивчення структури границь в феритній складовій малоперлітних будівельних сталей. Це потрібно для того, щоб підвищити міцність металу, що в свою чергу призведе до зменшення поперечного перерізу виробів, а як результат – до економії металу [1,2,8]. Зміцнення будівельних сталей зазвичай здійснюється за рахунок підвищення дисперсності феритної складової, тобто, збільшенням питомої поверхні границь зерен в фериті. Це здійснюється як контрольованою прокаткою, так і створенням мартенситних або бейнітних структур типу голчастого фериту. У свою чергу, границі зерен в полікристалічних матеріалах є найважливішим компонентом структури.

Останнім часом усе більш розповсюдженими стають методи визначення атомної будови границь, засновані на концепції решіток співпадаючих вузлів (РСВ), яка дозволяє оцінити властивості і поведінку великокутових границь у різноманітних полікристалічних матеріалах.

Основна частина

Для визначення відносної кількості (спектрального складу) різних типів границь в феритній складовій доевтектoidних сталей було відібрано зразки низьковуглецевих мікролегованих сталей 10Г2ФБ та 06Х1 промислової виплавки, які широко використовуються в будівельній, нафтогазовидобувній та інших галузях промисловості.

Зразки сталей були вирізані з поверхні та з середини листів таким чином, щоб прослідкувати залежність кількості спеціальних границь по всій товщині листа.

Аналітично-мікроструктурний метод заснований на використанні енергетичних властивостей спеціальних границь та умов рівноваги в потрійних стиках [5,10,11]. Для виявлення спеціальних границь у фериті дотримувалися таких основних ідентифікаційних ознак, які вказують на спеціальну

структуру і понижену поверхневу енергію границі (рис. 1):

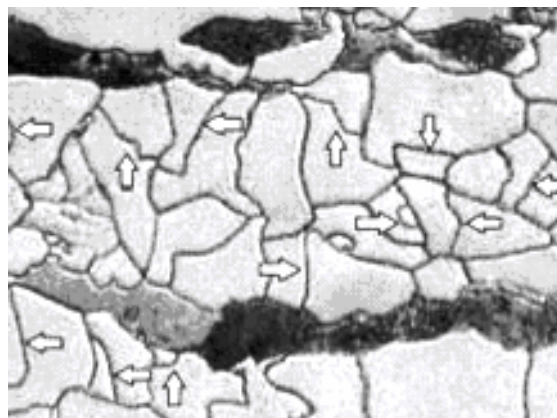


Рис. 1. Спеціальні границі у феритній складовій доевтектoidних сталей:

спеціальні границі $\Sigma=3^n$ (показані стрілками).

Special border component in ferritic steels doevtektoidnyh: special boundary $\Sigma = 3^n$ (arrow)

- Наявність фасеток під тупими кутами завжди вказує на те, що границя володіє орієнтаційною чутливістю, тобто, моментом, що обертає, а, отже, відноситься до спеціальних. Якщо фасетки можна розділити на 2-3 групи з однаковою спрямованістю і подібним ступенем травимості, то ймовірність, що така границя є спеціальною, різко зростає;

- Якщо два сегменти границі паралельні один одному і обмежують порівняно вузький прошарок, а їхні контакти у двох стиках мають протилежні кути, рівні майже 180° , то така границя відноситься до типу $\Sigma=3$, утворюючи «висячий» двійник відпаду;

- Границю можна віднести до низькоенергетичних, типу $\Sigma=3$, якщо в одному з потрійних стиків протилежний їй кут близький до 180° ; ця ознака є додатковою, але недостатньою;

- Якщо один або обидва кінці границі входять до четверних стиків, то стик містить одну або кілька границь, що відносяться до типу $\Sigma=3$;

- Якщо границя одним кінцем входить до четверного або п'ятирного стику, а другим кінцем до

потрійного з утворенням протилежного кута, близького до 180° , то вона відноситься до типу $\Sigma=3$.

- Якщо границя містить фасетки або групи фасеток, а в одному з її потрійних стиків кут близький до 180° , то вона відноситься до типу $\Sigma=3$.

Збіг або чітке проявлення одного чи декількох з указаних ознак з високою мірою вірогідності вказує на приналежність даної границі до спеціальних, низькоенергетичних границь.

Для порівняння та вдосконалення аналізу спектрального складу границь в феритній складовій доєвтектоїдних сталей, було також застосовано метод дифракції зворотно розсіяних електронів (ДЗРЕ). Він заснований на аналізі Кікучі-ліній – дифракційних відображень від поверхні шліфів, які складаються з пар темних і світлих паралельних ліній або смуг, розташуваних яких визначає орієнтацію кристала щодо поверхні шліфа [6,9].

Дослідження було проведено на растровому електронному мікроскопі «Zeiss EVO-50» фірми «Karl Zeiss», укомплектованому детектором дифракції відбитих електронів фірми «Oxford Instruments» при прискорюючій напрузі джерела електронів 20 кеВ і струмі зонда 1 нА. Нахил зразка відносно до пучка електронів складав 70° .

Для однозначного індексування ліній дифракції проводили інтегрування по трьох дифракційних картинах Кікучі-ліній. Ця методика в поєднанні з високошвидкісним індексуванням електронограм за допомогою пакету програм «HKL Channel 5» дозволяє проаналізувати і оцінити за короткий проміжок часу великі масиви полікристалів.

Результати отримані за допомогою оптичної світлової мікроскопії підтверджуються результатами комплексного дослідження границь зерен, отриманими методом ДЗРЕ-аналізу. Для прикладу на рис. 2а зображена структура сталі 10Г2ФБ отримана на растровому електронному мікроскопі.

Великокутові границі загального типу зображені чорними жирними лініями. Границі, які зображені переривчасто різними кольорами є спеціальними (рис. 2б). На рис. 2в зображені умовні кольори спеціальних границь з різними $\Sigma=3^n$, для їхньої ідентифікації в полікристалі.

На рис. 3 зображена карта розорієнтацій зерен сталі 10Г2ФБ, на якій осі, перпендикулярні поверхні шліфа, представлені різними кольорами: для вершин стандартного стереографічного трикутника [001] - червоним кольором; [101] - зеленим; [111] - синім, а зерна з проміжними орієнтаціями зображені тонами, отриманими змішуванням цих основних кольорів у відповідних пропорціях, як показано в правому верхньому куту рис. 3.

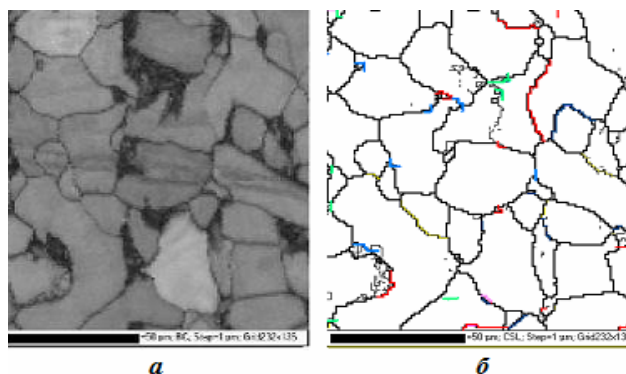


Рис. 2. Результати дослідів структури сталі 10Г2ФБ отримані методом ДЗРЕ: а – структура сталі 10Г2ФБ; б, – функціонал програми «HKL Channel 5»;

б - карта великокутових та спеціальних границь зерен (умовні кольори спеціальних границь з різними Σ .)

The experimental results 10G2FB steel structure obtained by EBSD: a - steel structure 10H2FB; b - functional program "HKL Shannel 5 "; map high angle and special grain boundaries; in - conditional special colors with different boundary Σ .

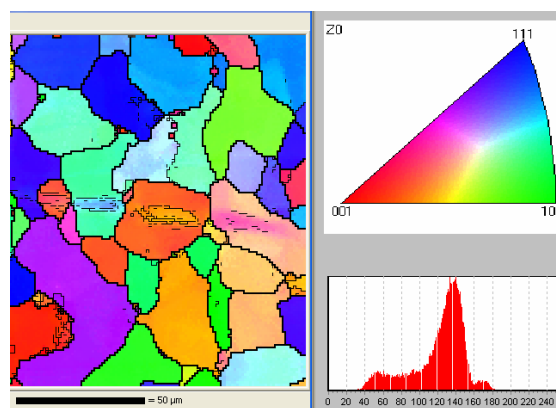


Рис. 3. Карта розорієнтації зерен сталі 10Г2ФБ, отримані методом ДЗРЕ.

Map disorientation grain steel 10G2FB obtained by EBSD.

Границі, відмічені тонкими лініями на рис. 4а - це малокутові полігональні границі. В підтвердження цього, на профілі розорієнтації уздовж довільної січної наочно показано, де у більшості границь кути розорієнтації не перевищують двох-трьох градусів (рис. 4б). Великокутові границі загального типу зображені чорними жирними лініями на рис. 4а, і відображаються на профілі розорієнтації кутами в 37° , 48° та 50° на відстані 10,5 мкм, 17 мкм та 32 мкм відповідно (рис. 4б).

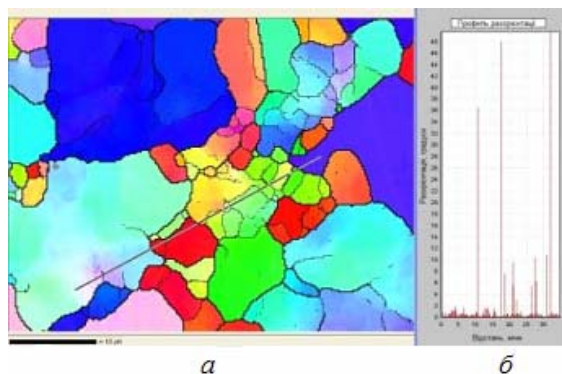


Рис. 4. Результати аналізу структури сталі 10Г2ФБ, отримані методом ДЗРЕ: а - карта розорієнтації;

б - профіль розорієнтації границь зерен уздовж довільної січної, показаної на рис. 4а.

The analysis of steel structures 10G2FB obtained by EBSD a - map disorientation; b - profile disorientation grain boundaries along arbitrary cutting

Апробація. Проведення аналізу залежності кількості спеціальних границь від місця вирізання зразків

З урахуванням зазначених раніше правил, для визначення відносної кількості спеціальних границь η границь у феритній складовій ферито-перлітної структури сталі, використовували аналітичний метод оцінки будови границь із застосуванням січних ліній. Після визначення сумарних чисел перетинаючих січних із звичайними $N_{об}$ і спеціальними $N_{сп}$ границями, визначали η зі співвідношення:

$$\eta = \frac{N_{сп}}{N_{сп} + N_{об}} \cdot 100\%$$

Паралельно був використаний метод електронної растрової мікроскопії з застосуванням дифракції зворотно розсіяних електронів.

Спочатку підрахунки проводили на знімках зразків, вирізаних з поверхні листів (рис. 5а,б).

Були отримані наступні результати: у сталі 10Г2ФБ відношення

$n_{сп}/n_{заг}=0,055$; у сталі 06Х1 відношення $n_{сп}/n_{заг}=0,195$ відповідно.

На рис. 6а,б показані знімки зразків досліджуваних сталей, які були вирізані з середини листів. Були отримані наступні результати: у сталі 10Г2ФБ відношення $n_{сп}/n_{заг}=0,105$; у сталі 06Х1 відношення $n_{сп}/n_{заг}=0,215$ відповідно.

Всі результати занесені в табл. 1.

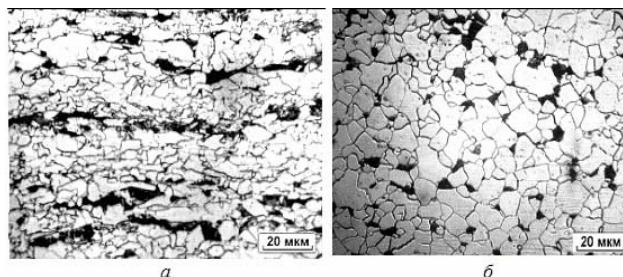


Рис. 5. Зразки досліджуваних сталей, вирізані з поверхні листа:

а - 10Г2ФБ; б - 06Х1.

The samples studied steel cut from the leaf surface: а - 10G2FB; b - 06H1

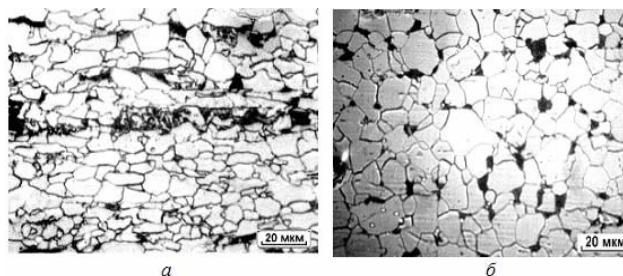


Рис. 6. Зразки досліджуваних сталей, вирізані з середини листа:

а - 10Г2ФБ; б - 06Х1.

The samples studied steel cut from the middle of the letter: а - 10G2FB; b - 06H1

Таблиця 1

Відсоток спеціальних границь в загальній кількості границь у сталях 10Г2ФБ та 06Х1 визначений методом ДЗРЕ.

Марка сталі	06Х1		10Г2ФБ	
	Поверхн	Серед	Поверх	Серед
Спец. границі, %	19,5	21,5	5,5	10,5

Відносна кількість спеціальних границь у сталі 06Х1 після гарячої деформації складає приблизно 21%, а у сталі 10Г2ФБ після режиму контрольованої прокатки – близько 5...6%. Ці результати пояснюються наявністю розвиненої субзеренної структури з її частковою рекристалізацією у сталі 10Г2ФБ.

Оскільки спеціальні границі зароджуються при полігонізації, а при рекристалізації відбувається їх інтенсивне збільшення, як їх кількості, так і сумарної питомої площі, то це дозволяє використовувати дані про спеціальні границі в практичних цілях, наприклад, для оцінки ступеня рекристалізації або стійкості гарячедеформованих структур.

Аналітичний метод оцінки будови та метод дифракції зворотно розсіяних електронів - не є універсальними окремо. Найкращі результати досліджень отримуються тільки в поєднанні цих

методів, що комбінують переваги кожного з них. Використання запропонованої методики істотно підвищує продуктивність і точність аналізу, дає можливість уникнути впливу недоліків при використанні кожного з методів окремо.

Застосовуючи цю методику на практиці, стало можливим ідентифікувати і достовірно оцінювати кількісні співвідношення між спеціальними границями зерен і великокутовими границями загального типу.

Методика дозволяє розширити методичну базу матеріалознавства, що в свою чергу буде сприяти практичному застосуванню полікристалічних матеріалів в промисловості.

Висновки:

1. Досліджено формування зернограничної структури в феритній складовій доєвтектоїдних сталей методом кількісної та якісної світлової мікроскопії та методом дифракції зворотньо розсіяних електронів.

2. За допомогою поєднання двох способів оцінки атомної будови границь зерен, була отримана комплексна методика визначення спектрального складу границь в феритній складовій доєвтектоїдних сталей.

3. Запропонована методика суміщає переваги світлооптичної та дифракційної мікроскопії. Вона дозволяє значно підвищити достовірність результатів визначення відносної кількості та спектрального складу границь зерен, а відтак – і якості виробів із низьковуглецевих сталей.

4. Проведено аналіз залежності кількості спеціальних границь від місця вирізання зразків. Числові дані показали, що найбільша доля спеціальних границь спостерігається в сталі 06X1 після гарячої прокатки.

5. Підвищена кількість спеціальних границь в серединних шарах сталей, які було розглянуто, можна вважати причиною деякого зниження механічних властивостей у цих сталях.

6. На прикладі сталі 10Г2ФБ показано, якщо застосовувати запропоновану методику на практиці, то це буде сприяти підвищенню механічних властивостей прокату з низьковуглецевих сталей і збільшенню виходу придатної продукції на металургійних комбінатах України.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Большаков В.И., Сухомлин Г.Д. и др. Специальные границы в мартенситных структурах низкоуглеродистых сталей. // Металлознание та термічна обробка металів – 2006. – №4 (35) – С. 5 - 14.
Bol'shakov V. I., Sukhomlin G.D. i dr. Spetsialnye granitsy v martensitnyh strukturah nizkouglerodistykh staley. // Metalloznauvstvo ta termichna obrobka metaliv – 2006. – №4. (35) – S. 5 - 14.
[Електронний ресурс]. – Режим доступу: <http://ecat.dii.edu.ua>

2. Лаборатория металлографии. / Панченко Е.В., Скаков Ю.А. и др. – М. Металлургия, 1965. – 440 с.
Laboratoriya metallografii. / Panchenko E.V., Skakov i dr. – М. Metallurgiya, 1965. – 440 s.
[Електронний ресурс]. – Режим доступу: <http://library.kpi.kharkov.ua/>

3. Неразрушающий контроль: Справочник: В 8 т. / Под общ. Ред. В.В.Клюева. Кн. 1 В.В. Клюев, В.Ф. Музицей, Э.С. Горкунов, В.Е. Щербинин. Магнитные методы контроля.-2е изд., испр.- М.: Машиностроение, 2006.-848с.

Nerazrushayushiy kontrol: Spravochnik v 8 t. / Pod obsch. red. V.V. Klyueva. Kn.1 V.V. Klyuev, V.F. Muzhetsei, E.S. Gorkunov, V.E. Scherbinin. Magnitnye metody kontrolya. 2-e izd., ispr. - М.: Mashinostroenie, 2006.-848s.

[Електронний ресурс]. – Режим доступу: <http://www.tdj.ru/index.php/news/40-2009-10-04-05-39-55/112>

4. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. - М.: Мет-гия, 1970.-375 с.

Saltykov S.A. Stereometricheskaya metallografiya. - М. Metallurgiya, 1970. -375 s. [Електронний ресурс]. – Режим доступу: <http://www.twirpx.com/file/825320/>

5. Сухомлин Г.Д. Специальные границы в феррите низкоуглеродистых сталей //Металлофизика и новейшие технологии. – 2013. Т. 35, № 9 – С.1237-1249.

Sukhomlin G.D. Spetsialnye granitsy v ferrite nizkouglerodistykh staley. //Metallofizika i noveishie tehnologii. – 2013. Т. 36, № 9 – С.1237-1249.

[Електронний ресурс]. – Режим доступу: http://mars.arbicon.ru/?mdl=journal_info&id_journal=981

6. Сухомлин Г.Д. Множественные специальные стыки границ зерен в ГЦК поликристаллах. //ФММ, т. 54, вып. 2.- 1982.- С. 402-405

Sukhomlin G.D. Mnozhestvennye spetsialnye ctyki granits zeren v GTSK polikristallah. //FMM, t. 54, vyp. 2. – 1982.– С. 402-405. [Електронний ресурс]. – Режим доступу: <http://fmm.imp.uran.ru/?raz=about>

7. Bolshakov V., Sukhomlin G., Laukhin D., Beketov O., Derkach T., Kuksenko V. Special boundaries and plural grain boundary junctions in the hypoeutectoid ferrite of lowcarbon

steels. // Theoretical foundations of civil engineering. – Warszawa.: Polit. Warsh. – 2007. – P. 73-80

[Електронний ресурс]. – Режим доступу: <https://architektura.um.warszawa.pl/>

8. Пикеринг Ф.Б. Физическое металловедение и разработка сталей (пре. с англ.). М.: Металлургия, 1982. – 184с.

Pikering F.B. Fizicheskoe metallovedenie i razrabotka staley (pre. s angl.). М.: Metallurgiya, 1982. – 184p.

[Електронний ресурс]. – Режим доступу: <http://www.twirpx.com/file/1047403/>

9. Попов А.А., Попова Л.Е. Изотермические и термокинетические диаграммы распада переохлажденного аустенита. М.: Металлургия, 1965. – 495 с.

Popov A.A., Popova L.E. Izotermicheskie i termokineticcheskie diagrammy raspada pereoohlazhdennogo austenita. М.: Metallurgiya, 1965. – 495 p.

[Електронний ресурс]. – Режим доступу: <http://lib-bkm.ru/load/88-1-0-1406>

10. Смолмен Р. Современная металлография / Р. Смолмен, К. Ашби. - М. : Атомиздат, 1970. – 208 с.

Smolmen R. Sovremennaya metallografiya / R. Smolmen, K. Ashbi. - M. : Atomizdat, 1970. – 208 p.
[Електронний ресурс]. – Режим доступу:
<http://ntb.misis.ru:591/OpacUnicode/index.php?url=/notices/index/IdNotice:508003/>

11. Большаков В.И., Сухомлин Г.Д., Лаухин Д.В. Атлас структур металлов и сплавов. Дн-ск: ГВУЗ «ПГАСиА», 2010. – 174с.

Bol'shakov V.I., Sukhomlin G.D., Laukhin D.V. Atlas struktur metallov i splavov. Dn-sk: GVUZ «PGASiA», 2010. – 174 p.
[Електронний ресурс]. – Режим доступу:
<http://www.twirpx.com/file/1065794/>

Стаття рекомендована до публікації д-ром техн. наук, проф. Вахрушевою В. С (Україна); д-ром техн. наук, проф. Лаухіним Д. В. (Україна)

Стаття надійшла до редколегії 25.05.2015 р.