

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ  
ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ ИМ. А. А. БАЙКОВА  
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

На правах рукописи

**Воркачев Константин Григорьевич**

**МИКРОСТРУКТУРА НИЗКОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ И  
ОСОБЕННОСТИ ИХ РАЗРУШЕНИЯ В ИНТЕРВАЛЕ  
ВЯЗКО-ХРУПКОГО ПЕРЕХОДА**

Специальность 05.16.01

«Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Диссертация

на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель  
академик РАН **Солнцев Константин Александрович**

Научный консультант  
к.т.н. **Кантор Матвей Матвеевич**

Москва - 2020

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>ВВЕДЕНИЕ</b> .....	6
<b>ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ</b> .....	13
1.1. Низколегированные стали как конструкционный материал .....	13
1.2. Особенности структурного состояния низколегированных сталей и их влияние на вязкость в интервале вязко-хрупкого перехода .....	20
1.2.1. Стали ферритно-перлитного класса .....	20
1.2.2. Изучение особенностей строения перлитной составляющей микроструктуры .....	23
1.2.3. Стали ферритно-бейнитного класса .....	24
1.2.4. Изучение микроструктуры ферритно-бейнитных сталей .....	28
1.3. Применение дифракции отраженных электронов для изучения микроструктуры сталей .....	30
1.3.1. Метод дифракции отраженных электронов .....	30
1.3.2. Применение дифракции отраженных электронов для количественной характеристики микроструктуры сталей .....	31
1.3.3. Основные подходы к изучению особенностей микроструктуры и субструктуры сталей методом дифракции отраженных электронов .....	35
1.3.4. Применение продвинутых методов дифракции отраженных электронов для изучения микроструктуры сталей .....	44
1.4. Выводы по Главе 1 .....	46
<b>ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ</b> .....	48
2.1. Материал .....	48
2.2. Испытания на ударный изгиб .....	51
2.3. Испытания на статическое растяжение .....	52
2.4. Измерение микротвердости .....	52
2.5. Макро- и микрофрактографический анализ изломов .....	53
2.6. Изучение сечений образцов, подвергнутых испытаниям на ударный изгиб ...	54

2.7. Изучение действительной микроструктуры.....	55
2.7.2. Режим получения изображений в фокусированном ионном пучке.....	56
2.7.3. Получение изображений в режиме микроскопии ориентационного контраста .....	57
2.7.4. Изучение микроструктуры методом дифракции отраженных электронов...	57
2.7.5. Изучение микроструктуры методом просвечивающей Кикучи дифракции в растровом электронном микроскопе.....	59
2.7.6. Изучение микроструктуры методом 3-х мерной реконструкции .....	60
2.8. Изучение микроструктуры бывшего аустенита.....	60
<b>ГЛАВА 3. ИЗУЧЕНИЕ МИКРОСТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ ВЯЗКОСТИ НИЗКОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ В ИНТЕРВАЛЕ ВЯЗКО-ХРУПКОГО ПЕРЕХОДА .....</b>	<b>62</b>
3.1. Экспериментальное изучение рассеяния значений ударной вязкости низкоуглеродистых низколегированных сталей в интервале вязко-хрупкого перехода.....	63
3.2. Изучение природы и количественных характеристик микротрещин, сопровождающих разрушение ударным изгибом в интервале вязко-хрупкого перехода.....	67
3.3. Новый подход к изучению вязкости, основанный на природе рассеяния значений ударной вязкости низкоуглеродистых низколегированных сталей в интервале вязко-хрупкого перехода.....	81
3.4. Выводы по Главе 3 .....	84
<b>ГЛАВА 4. ИЗУЧЕНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ <math>\gamma \rightarrow \alpha</math> ПРЕВРАЩЕНИЯ МЕТОДАМИ ДОЭ В НИЗКОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЯХ С ФЕРРИТНО-ПЕРЛИТНОЙ МИКРОСТРУКТУРОЙ ПОСЛЕ НЕПРЕРЫВНОГО ОХЛАЖДЕНИЯ.....</b>	<b>87</b>
4.1. Изучение $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения методами дифракции отраженных электронов в низколегированных сталях с ферритно-перлитной микроструктурой после непрерывного охлаждения .....	89

4.2. Механизм $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения в низколегированных сталях с ферритно-перлитной микроструктурой после непрерывного охлаждения .....	106
4.3. Выводы по Главе 4 .....	111

**ГЛАВА 5. ИЗУЧЕНИЕ КОЛИЧЕСТВЕННЫХ СООТНОШЕНИЙ МИКРОСТРУКТУРА – МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НИЗКОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ .....**

5.1. Новый подход к количественному определению характеристик микроструктуры низкоуглеродистых низколегированных сталей методом дифракции отраженных электронов.....	114
5.1.1. Количественное определение характеристик микроструктуры ферритно-перлитных сталей методом дифракции отраженных электронов.....	117
5.1.2. Количественное определение характеристик микроструктуры ферритно-бейнитных сталей после термического улучшения методом дифракции отраженных электронов.....	122
5.2. Изучение микротвердости составляющих микроструктуры в стали 09Г2С после термического улучшения.....	129
5.3. Изучение микроструктуры бывшего аустенита в стали 09Г2С после термического улучшения.....	131
5.4. Изучение карбидной составляющей в стали 09Г2С после термического улучшения .....	133
5.5. Соотношения микроструктура – вязкость / механические свойства.....	135
5.6. Выводы по Главе 5 .....	139

**ГЛАВА 6. ПРИМЕНЕНИЕ НОВОГО ПОДХОДА К ИЗУЧЕНИЮ ВЯЗКОСТИ ВЫСОКОВЯЗКИХ НИЗКОУГЛЕРОДИСТЫХ МИКРОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ В ИНТЕРВАЛЕ ВЯЗКО ХРУПКОГО ПЕРЕХОДА .....**

6.1. Экспериментальное изучение разрушения ударным изгибом в интервале вязко-хрупкого перехода.....	142
6.2. Изучение микроструктуры .....	150

6.2.1. Микроструктура бывшего аустенита .....	150
6.2.2. Изучение действительной микроструктуры методом дифракции отраженных электронов.....	151
6.3. Неоднородность микроструктуры низкоуглеродистой микролегированных сталей, как источник повышенного рассеяния величин ударной вязкости в интервале вязко-хрупкого перехода.....	159
6.4. Выводы по Главе 6 .....	160
<b>ОБЩИЕ ВЫВОДЫ</b> .....	162
<b>Список литературы</b> .....	164
<b>Приложения</b> .....	183

## **ВВЕДЕНИЕ**

### **Актуальность темы и степень разработанности проблемы**

Основной проблемой применения низколегированных сталей как конструкционного материала является обеспечение надежности и безотказности работы в условиях эксплуатации. Нормативно-техническая документация на изготовление конструкций из низколегированных сталей предполагает, что работоспособность считается обеспеченной при определенном значении вязкости. Фундаментальной особенностью низколегированных сталей является существование вязко-хрупкого (В-Х) перехода на температурной зависимости вязкости, обусловленное тем, что их микроструктура содержит преимущественно ферритные составляющие (с ОЦК-решеткой). Многочисленные исследования выявили зависимость изменения температуры В-Х перехода в зависимости от структурного состояния сталей. При испытаниях большого количества номинально идентичных образцов в интервале В-Х перехода наблюдается ряд значений характеристик вязкости (вязкости разрушения, ударной вязкости). Определение характеристик вязкости в интервале В-Х перехода часто проводят по 3-5 измерениям, что может привести к их недостоверной оценке, а следовательно, и к возникновению аварийных ситуаций.

Повышенное рассеяние характеристик вязкости неоднократно изучалось экспериментально, но анализировалось преимущественно статистическими методами. Наиболее эффективными для прогнозирования температуры перехода от вязкого разрушения к хрупкому оказались методы, основанные на статистике Вейбулла. Однако, к настоящему времени причины и источники повышенного рассеяния вязкости в интервале В-Х перехода остаются экспериментально неустановленными.

### **Цель и задачи исследования**

Целью настоящей работы является экспериментальное изучение источников и причин происхождения повышенного рассеяния величин ударной вязкости в

интервале вязко-хрупкого перехода и их взаимосвязи с микроструктурой низколегированных сталей.

Для достижения обозначенной цели, принимая во внимание разработанность проблемы, были поставлены и решены следующие **задачи**:

1. Разработка нового экспериментального подхода к изучению вязкости низколегированных сталей в интервале вязко-хрупкого перехода, основанного на изучении рассеяния величин ударной вязкости.
2. Рассмотрение микротрещин, сопровождающих разрушение образцов низколегированных сталей ударным изгибом в интервале вязко-хрупкого перехода, в качестве индикаторов образования локальных областей микроструктуры с пониженной и повышенной вязкостью.
3. Изучение особенностей  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения в современных низкоуглеродистых низколегированных сталях как возможного источника повышенного рассеяния величин ударной вязкости в интервале вязко-хрупкого перехода.
4. Количественная характеристика соотношений микроструктура-ударная вязкость низкоуглеродистых низколегированных ферритно-перлитных и ферритно-бейнитных сталей после непрерывного охлаждения.
5. Применение нового подхода к изучению вязкости высоковязких низкоуглеродистых микролегированных сталей с уровнем прочности 625-825 МПа в интервале вязко-хрупкого перехода.

### **Научная новизна работы**

1. Впервые предложен метод, позволяющий отличить деформацию сопровождающую разрушение, от деформации предшествующей разрушению ударным изгибом низколегированных сталей в интервале вязко-хрупкого перехода. Метод основан на визуализации локальной деформации объемов металла пластических зон, образующихся при распространении магистральной трещины.

2. Предложено использование суммарной длины микротрещин в сечениях конкретных образцов низкоуглеродистой низколегированной стали, в качестве интегральной количественной характеристики разрушения при испытаниях на ударный изгиб в интервале вязко-хрупкого перехода. Впервые экспериментально выявлена корреляционная связь между соотношением суммарной длины хрупких и вязких микротрещин и величиной ударной вязкости при испытаниях на ударный изгиб.
3. Посредством применения методов дифракции отраженных электронов, просвечивающей Кикучи дифракции и 3-х мерной реконструкции микроструктуры экспериментально доказано существование в микроструктуре низколегированных ферритно-перлитных сталей непрерывных сростков доэвтектоидного и перлитного феррита.
4. Посредством сопоставления особенностей внутреннего строения и характера изменения ориентации, установлено, что фрагментация ферритной матрицы перлитного феррита происходит на стадии роста пластин цементита при нарушении условий кооперации.

### **Практическая значимость**

1. Экспериментально показана обусловленная рассеянием величин ударной вязкости необходимость проведения множественных испытаний на ударный изгиб при оценке применимости низколегированных сталей в качестве конструкционных материалов, эксплуатируемых в интервале температур вязко-хрупкого перехода.
2. Показана перспективность применения методов дифракции отраженных электронов для углубленной оценки характеристик микроструктуры низколегированных ферритно-перлитных сталей. Разделение перлитных составляющих по критерию фрагментации перлитного феррита, а также учет образования сростков доэвтектоидного и перлитного ферритов позволяет



более точно оценить соотношения микроструктура – вязкость в низколегированных ферритно-перлитных сталях.

3. Установлено, что обеспечение повышенной вязкости в интервале вязко-хрупкого перехода для низколегированных сталей после термического улучшения достигается не только за счет измельчения размеров зерен, но и за счет варьирования в микроструктуре содержания более пластичного и вязкого квази-полигонального феррита.
4. Установлено, что разрушение высоковязких низкоуглеродистых микролегированных сталей в интервале вязко-хрупкого перехода сопровождается образованием микротрещин вязкого отрыва в пластической зоне под вязкой составляющей изломов и микротрещин транскристаллитного скола в пластической зоне в области расщеплений. Локальная изменчивость вязкости обусловлена следующими особенностями микроструктуры: образованием аномально крупных блинообразных зерен бывшего аустенита, образованием разнотермической микроструктуры, содержащей ряд ферритных составляющих, остаточный аустенит и мартенсит-аустенитную составляющую. Полученные результаты были применены на практике в ходе совместных работ ИМЕТ РАН и ИТЦ АО "ВМЗ" при оптимизации микроструктуры толстолистового проката и зоны термического влияния низкоуглеродистых микролегированных сталей.

#### **Основные положения, выносимые на защиту**

1. Подход к изучению вязкости низколегированных сталей, основанный на экспериментальном анализе причин и источников повышенного рассеяния величин ударной вязкости в интервале вязко-хрупкого перехода.
2. Образование вязких и хрупких микротрещин как индикаторов формирования локальных областей микроструктуры с повышенной и пониженной вязкостью в пластической зоне при разрушении низколегированных сталей ударным изгибом в интервале вязко-хрупкого перехода.

3. Результаты экспериментального изучения фрагментации перлитного феррита и образования сростков доэвтектоидного и перлитного ферритов в микроструктуре современных низколегированных ферритно-перлитных сталей после непрерывного охлаждения.
4. Особенности  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения в современных низкоуглеродистых низколегированных и микролегированных сталях с ферритно-бейнитной микроструктурой, как источник рассеяния величин ударной вязкости в интервале вязко-хрупкого перехода.

### **Достоверность и надежность полученных результатов**

Научные результаты получены на сертифицированном испытательном оборудовании, с применением современных методов исследований. Большой массив экспериментальных данных подвергся статистической обработке и проверке на низкоуглеродистых низколегированных и микролегированных сталях других составов. Результаты работы апробированы на международных и всероссийских конференциях, а также в реферируемых научных журналах.

### **Личный вклад автора**

Автор диссертационной работы принимал непосредственное участие в постановке цели и задач исследования, в проведении механических испытаний образцов, проводил изучение микроструктуры и микротрещин в низкоуглеродистых низколегированных и микролегированных всеми представленными в работе методами микроскопии, а также анализировал полученные результаты.

### **Апробация работы**

Основные результаты диссертации доложены и обсуждены на российских и международных конференциях:

1. IX, X, XI, XII, XIII, XIV, XV, XVI Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов» (октябрь 2012, 2013, 2014, 2015, 2016, 2017, 2018, 2019 года, г. Москва).
2. Всероссийская молодежная научно-техническая конференция с международным участием «Инновации в материаловедении» (июнь 2013 года, г. Москва)
3. XIX Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел (июнь 2015 года, г. Черногловка).
4. Международная конференция IUMRS-ICAM 2015 (октябрь 2015 года, г. Джеджу, Республика Корея).
5. VI, VII Международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов (ноябрь 2015, 2017 года, г. Москва)
6. Международная конференция State-of-the-art Trends of Scientific Research of Artificial and Natural Nanoobjects 2016, 2018 (апрель 2016 года, г. Санкт-Петербург, октябрь 2018 года, г. Москва).
7. Международная конференция Materials Science and Engineering Congress 2016, 2018 (сентябрь 2016, 2018 года, г. Дармштадт, Германия).
8. 16-ая конференция молодых ученых и специалистов «Новые материалы и технологии» КМУС-2017 (июнь 2017 года, г. Санкт-Петербург).
9. Международная конференция XIV Китайско-Российский Симпозиум «Новые материалы и технологии (ноябрь-декабрь 2017 года, г. Санья, Китай).
10. VIII Евразийского симпозиума по проблемам прочности материалов и машин для регионов холодного климата посвященный памяти и 80-летию академика В.П. Ларионова Eurastrencold-2018 (июль 2018 года, г. Якутск).
11. Международная конференция и школа Oxford Instruments EBSD user meeting 2019 (сентябрь-октябрь 2019 года, г. Эрбах, Германия).

## **Публикации**

Основные положения диссертации изложены в 5 публикациях из перечня журналов ВАК и/или в журналах, индексируемых в системах Scopus и WOS.

## **Структура диссертации**

Диссертация изложена на 183 страницах машинописного текста, содержит введение, 6 глав, выводы, 19 таблиц, 89 рисунков, 14 формул, список литературы из 194 наименований, а также 1 приложение.

## **ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ**

### **1.1. Низколегированные стали как конструкционный материал**

Низколегированными называют стали, суммарное содержание легирующих элементов в которых не превышает 2,5% [1,2]. Низколегированные стали применяют в качестве конструкционных материалов наиболее металлоемких конструкций: объектов промышленного и гражданского строительства, трубопроводов, судостроения, мостостроения, сосудов давления, железнодорожного транспорта, электро- и атомной энергетики. Побудительным мотивом для применения низколегированных сталей (вместо ранее используемых низкоуглеродистых сталей) оказывается требование повысить прочность применяемых материалов во вновь проектируемых конструкциях. Например, длительное время для строительства трубопроводов использовали низколегированные стали с ферритно-перлитной микроструктурой уровня прочности до 460-760 МПа (класс прочности X52-X60 [3]). Необходимость повышения мощности трубопроводов при сохранении на приемлемом уровне толщин стенок труб потребовало повышения давления транспортируемого газа, а также использования низколегированных сталей более высокой прочности 625-825 МПа (класс прочности X80 [3]). Это было реализовано при строительстве газопровода Бованенково-Ухта. Для безаварийной работы металлоконструкций наряду с высокой прочностью необходим достаточно высокий уровень пластичности. В случаях возникновения локальной пластической деформации материал должен быть способен к перераспределению напряжений. Обеспечение работоспособности в процессе длительной эксплуатации конструкций возможно только при сохранении механических свойств низколегированных сталей на уровне, принятом на стадии проектирования. Иными словами, необходима реализация минимального уровня механического и деформационного старения.

Целостность металлоконструкции считают обеспеченной, если вязкость низколегированной стали, из которой она изготовлена достаточна чтобы остановить распространение разрушения. Поэтому основным критерием обеспечения работоспособности металлоконструкций является вязкость

низколегированных сталей. Вязкость также является важнейшей характеристикой качества стали, потому что из всех механических свойств ударная вязкость является наиболее чувствительной к локальным неоднородностям микроструктуры [4].

Из-за необходимости удовлетворения непрерывно растущих требований к материалам металлоконструкций, сама концепция разработки низколегированных сталей неоднократно подвергалась пересмотру. Первоначально низколегированные стали изготавливались в несварном варианте, для клепаных конструкций. С повсеместным внедрением сварки возникла проблема свариваемости сталей. В связи с этим появились новые требования, отразившиеся во введении понятия об углеродном эквиваленте [5,6]. Микролегирование стало играть роль не только в упрочнении низколегированных сталей, но и быть важной составляющей оптимизации технологического процесса. В свою очередь именно микролегирование Nb, V, Ti в сочетании с использованием термомеханического контролируемого процесса (ТМКП) позволило создать высокопрочные низколегированные стали, сочетающие, казалось бы, несовместимые характеристики прочности, пластичности и вязкости. Например, широкое применение в металлургии ТМКП привело к пересмотру подходов к микролегированию [7]. Еще одна составляющая разработки современных микролегированных сталей является их рафинирование. Последнее привело к тому, что некоторые давно разработанные композиции низколегированных сталей используются до сих пор [8].

Высокие значения вязкости низколегированных сталей могут быть получены только при низком содержании в них серы и углерода, рис. 1.1 [9]. В старых сталях, содержащих сотые доли процента серы, значительное количество марганца оказывается связанным во включениях MnS. В сталях, содержащих одну-две тысячные марганца, такие включения можно наблюдать в основном в зоне осевой ликвации. В результате, концентрация марганца в феррите повышается даже при прежнем номинальном содержании. Таким образом, сохраняется только прежняя марка стали, которая отражает систему легирования. Фактически же, под той же

маркой применяется более прочная сталь, где легирующие элементы, например марганец, используются более эффективно. Таким образом, за счет очистки от серы и фосфора возможна оптимизация микроструктуры и свойств современных низколегированных сталей.

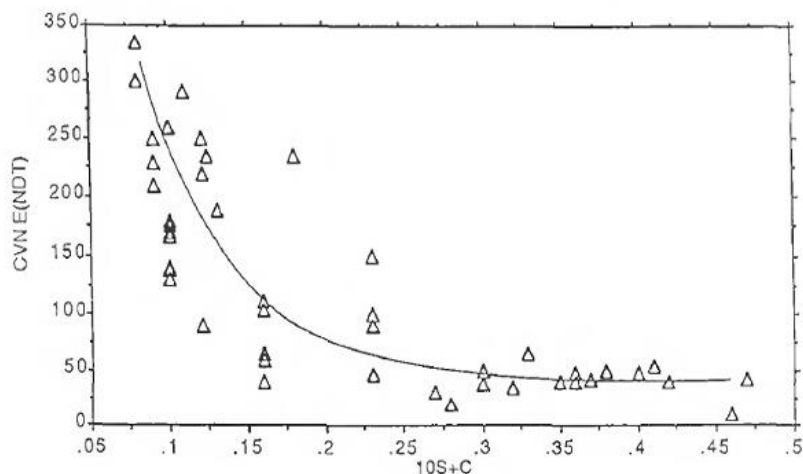


Рисунок 1.1 - Влияние содержания S и C на поглощенную энергию удара CVN (температуру нулевой вязкости NDTT) [9].

Удовлетворению этих требований препятствуют экономические ограничения. В следствие исключительно больших объемов применения низколегированных сталей их себестоимость должна быть минимальной. Поэтому вариативность легирования представляется очень ограниченной как по системе, так и по содержанию легирующих элементов. Кроме того, следует отметить, что сами легирующие добавки должны быть недорогими и доступными.

Однако, вязкость низколегированных сталей составляет наибольшую проблему в их использовании. Все низколегированные стали являются либо ферритными, либо содержат продукты  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения на основе ОЦК-решетки. Иными словами, для всех низколегированных сталей существует температура, при которой происходит переход от вязкого разрушения к хрупкому (В-Х). Иногда эту температуру называют верхним порогом хладноломкости. При температурах ниже температуры В-Х перехода разрушение низколегированных сталей происходит как

по вязкому механизму, так и по хрупкому. Результатом этого служит образование смешанного излома. С понижением температуры доля хрупкой составляющей в изломах увеличивается, а вязкой уменьшается. Температурный интервал В-Х перехода может простираться на десятки градусов. Поэтому важнейшим материаловедческим условием обеспечения работоспособности низколегированной стали как конструкционного материала является недопущение хрупкого разрушения. Разумеется, температуру, которая соответствует 100% доли вязкой составляющей в изломе, можно считать вполне достаточным критерием работоспособности металлоконструкции. К сожалению, определение этой температуры затруднено. Неточная оценка температуры верхнего порога хладноломкости по характеристикам вязкости порождает нестабильность прогноза работоспособности конструкции [10]. Однако, в настоящее время часто полагают достаточным критерием абсолютную величину вязкости (ударной вязкости, вязкости разрушения). При этом не принимают во внимание нестабильность величин вязкости при температурах, которые ниже температуры верхнего порога В-Х перехода.

Количественную оценку вязкости низколегированных сталей производят посредством макроскопических испытаний с целью определения характеристик ударной вязкости, либо вязкости разрушения. Однако при таких испытаниях серии номинально одинаковых образцов при одной и той же температуре получают не одну определенную величину вязкости, а ряд величин. Значения характеристик могут отличаться в 2-3 раза. То есть имеет место повышенное рассеяние значений ударной вязкости.

Впервые повышенное рассеяние значений ударной вязкости в интервале В-Х перехода было отмечено Давиденковым [11], представления которого основывались на феноменологических теориях хладноломкости [12-14]. Основываясь на результатах электронно-фрактографических и статистических исследований, полагали, что первопричиной рассеяния вязкости в интервале В-Х перехода может быть образование в микроструктуре специфических областей. Такие области способны выполнять две функции: действовать в качестве триггеров



для зарождения хрупких транскристаллитных микротрещин скола и быть способными пересекать границы зерен, зародившимися микротрещинами [15].

Для описания экспериментальных результатов первоначально использовали приближение Олдфилда [16], который считал возможным описывать изменение вязкости в интервале В-Х перехода посредством тангенциальной функции:

$$Y = A + B * Tg\left(\frac{T-T_0}{C}\right) (1),$$

где  $A$ ,  $B$ ,  $T_0$  и  $C$  – параметры, устанавливаемые методами регрессии.

Однако, Олдфилд указывал, что это соотношение справедливо только в тех случаях, когда эмпирическое соотношение симметрично. Дальнейшее развитие это нашло в построении статистических моделей различной степени сложности [17-19].

В других случаях, этот набор величин ударной вязкости, полученных при испытании номинально одинаковых образцов при одной и той же температуре в интервале В-Х перехода, чаще описывали как рассеяние величин значений ударной вязкости [20,21]. Однако, источник и происхождение этого рассеяния до сих пор не известны. Круссар предлагал описывать рассеяние статистически как бимодальность температурной зависимости вязкости в интервале В-Х перехода.

Именно в этой работе впервые было проведено микроскопическое исследование механизмов разрушения низколегированных сталей в интервале В-Х перехода посредством изучения изломов ударных образцов в ПЭМ с использованием реплик. Было показано, что хрупкому разрушению предшествует образование внутренних микротрещин. В свою очередь, вязкое разрушение предваряла значительная локальная пластическая деформация. Для количественного изучения рассеяния в интервале В-Х прехода авторы использовали статистические методы, испытывая при одной и той же температуре до 150 образцов. Рассеяние описывалось статистически как бимодальное распределение величин ударной вязкости. В дальнейшем источники рассеяния видели в неравномерности расположения дефектов (чаще всего частиц карбидов), которые служат триггерами разрушения.

Это привело к представлениям о существовании двух температур В-Х перехода: температуры зарождения разрушения и температуры распространения разрушения. При этом предполагали, что эти температуры не обязательно совпадают. Какая из этих стадий оказывает решающее влияние на величину вязкости не было определено. Эти представления до сих пор не получили экспериментального доказательства.

Вскоре было экспериментально подтверждено существование микротрещин скола в микроструктуре низкоуглеродистых сталей [22-25]. Места возникновения микротрещин скола свидетельствуют о существовании в микроструктуре областей с пониженной вязкостью, а места остановки таких трещин свидетельствовали о наличии областей микроструктуры с повышенной вязкостью.

Хрупкое разрушение низкоуглеродистых сталей (содержащих ферритные составляющие с ОЦК-решеткой) происходит посредством транскристаллитного скола, то есть быстрого распространения трещины по определенным кристаллографическим плоскостям (преимущественно по  $\{100\}$  феррита). Согласно [26] разрушение сколом происходит тогда, когда максимальное напряжение перед вершиной трещины  $\sigma_{yy}$  превышает значение критического растягивающего напряжения для нестабильного скола  $\sigma_f$  не в одной точке, а на протяжении характеристического расстояния  $X$ . В свою очередь, величина характеристического расстояния  $X$  зависит от параметров микроструктуры: расстояния между карбидными частицами (триггерами скола) и размера зерен.

Статистический характер распределения размеров карбидных частиц приводит к экспериментально наблюдаемым вариациям связи характеристического расстояния  $X$  с размером зерен микроструктуры [27-29]. Поэтому механизм зарождения разрушения низколегированных сталей определяется статистической конкуренцией между карбидными частицами различных размеров в быстро меняющемся поле напряжений в вершине трещины. В результате чего номинально одинаковые образцы могут выявлять значительно отличающиеся величины вязкости из-за случайного расположения карбидных частиц, которые являются триггерами для зарождения разрушения сколом. Если вблизи вершины трещины

располагается карбидная частица, то такой образец будет проявлять меньшую вязкость разрушения по сравнению с образцом, в котором карбидная частица находится далеко от вершины трещины. При разрушении образца во втором случае потребуется большая нагрузка на карбидной частице-триггере для повышения напряжения до критической величины.

Такие представления легли в основу действующего стандарта на определение температуры В-Х перехода ASTM E 1921-97 [30]. Таким образом, предполагается, что решающей стадией разрушения низколегированной стали в интервале В-Х перехода является стадия зарождения разрушения. В то же время, исследование микромеханизмов разрушения нескольких сотен образцов роторных сталей при испытаниях на вязкость разрушения, проведенное методами оптической и растровой электронной микроскопии показало, что решающей является стадия распространения разрушения [31].

Из вышеизложенного следует, что в литературе признается, что источником рассеяния вязкости низколегированной стали в интервале В-Х перехода является совокупное действие двух микромеханизмов разрушения: вязкого разрушения отрывом и хрупкого транскристаллитного разрушения сколом. Однако, по вопросу об источниках и происхождении рассеяния значений вязкости в интервале В-Х перехода существуют противоположные мнения.

По-видимому, области пониженной вязкости, в которых давно наблюдались микротрещины скола, связаны с особенностями  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения в низколегированных сталях.

## 1.2. Особенности структурного состояния низколегированных сталей и их влияние на вязкость в интервале вязко-хрупкого перехода

### 1.2.1. Стали ферритно-перлитного класса

Согласно классическим представлениям, ферритно-перлитная микроструктура листового проката низколегированных низкоуглеродистых сталей образуется в результате  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения в присутствии зерен доэвтектоидного феррита [32-35], рис. 1.2.

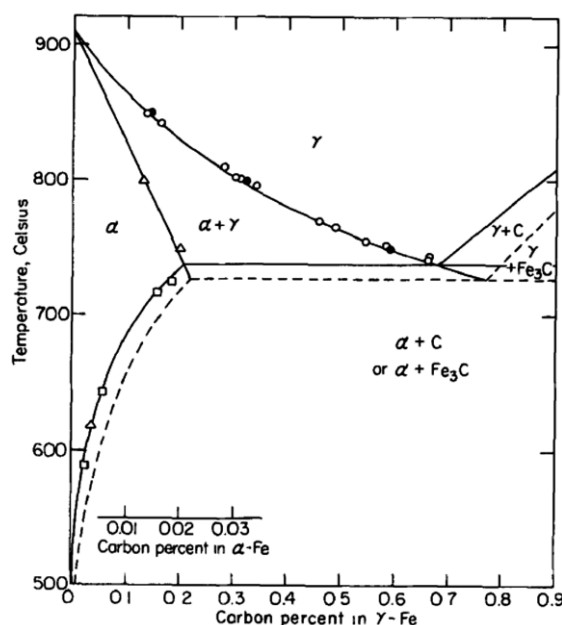


Рисунок 1.2 - Равновесная диаграмма состояния Fe-Fe<sub>3</sub>C [34].

В ходе  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения сначала по границам зерен аустенита выделяются зерна доэвтектоидного феррита, оттесняя С по в непревращенные области аустенита. При достижении достаточной для перлитного превращения концентрации С (0.77% С), начинается перлитное превращение.

Перлитная составляющая состоит из ферритной матрицы и карбидных выделений, чаще всего пластинчатой морфологии. Однородность распределения перлитной составляющей микроструктуры зависит от метода термомеханической обработки металла. В промышленных условиях производства листового проката ферритно-перлитная микроструктура формируется посредством горячей прокатки

и/или нормализации (нагрева до температуры выше аустенитной на 30°C с последующей выдержкой и охлаждением на воздухе). В ходе горячей прокатки образуется неоднородная полосчатая ферритно-перлитная микроструктура. Основной задачей нормализации в таких сталях является компенсация микроструктурной неоднородности, образовавшейся в процессе горячей прокатки.

Наличие прочной и хрупкой карбидной фазы в перлите обеспечивает повышение прочности ферритно-перлитных сталей по сравнению с однофазными сталями. Экспериментально показано, что при деформировании такой микроструктуры сначала происходит текучесть пластичного феррита, а при более значительных степенях деформации ферритно-перлитной стали наблюдается пластическая деформация цементита, входящего в состав перлита. При этом величина предела текучести ферритно-перлитных сталей приблизительно такая же, как и у однофазной ферритной стали с таким же размером зерен. Однако напряжение течения ферритно-перлитной стали значительно выше соответствующей характеристики однофазного феррита. В результате в микроструктуре ферритно-перлитной стали создаются градиенты деформации, вызывающие ее упрочнение. Упрочнение ферритно-перлитной стали происходит гораздо быстрее, чем в случае однофазной стали [36].

Снижение сопротивления хрупкому разрушению в ферритно-перлитных сталях связано с наличием в перлите карбидных частиц, облегчающих возникновение трещин при разрушении. Вследствие этого наблюдается понижение пластичности и повышается температура верхнего порога хладноломкости [37]. Оптимальное сочетание прочности и вязкости ферритно-перлитных сталей зависит от ряда факторов, прежде всего от химического состава и микроструктуры.

Аналитическим выражением сказанного являются количественные соотношения, связывающие механические свойства ферритно-перлитных сталей с их химическим составом и средними значениями характеристик микроструктуры.

В общем случае для оценки механических свойств сталей справедливо соотношение Холла-Петча (2) [38], характеризующее предел текучести:

$$\sigma_y = \sigma_0 + K_y d^{-1/2} \quad (2)$$

$$\text{где } \sigma_0 = \sigma_i + \sum K_i c_i \quad (3),$$

где  $\sigma_y$  – нижний предел текучести,  $\sigma_0$  – напряжение, обусловленное твердорастворным упрочнением,  $\sigma_i$  – напряжение трения,  $c_i$  – концентрация  $i$ -го раствора,  $K_y$  – коэффициент упрочнения,  $K_i$  – коэффициент упрочнения  $i$ -го раствора,  $d$  – средний размер зерен.

Совместное влияние легирующих элементов и доли перлитной составляющей были оценены в эмпирических соотношениях, установленных посредством многофакторного регрессионного анализа десятков плавок сталей с ферритно-перлитной микроструктурой в работах [39-41].

В работах [39,40] на основе исследований марганцовистых сталей были получены соотношения (4) и (5):

$$\sigma_y = 15,4 (3,5 + 2,1(\%Mn) + 5,4 (\% Si) + 23(N_f) + 1,13d^{-1/2}) \quad (4),$$

где  $N_f$  – содержание несвязанного азота.

Из этого соотношения следовало, что перлит не оказывает значимого влияния на предел текучести. В то же время влияние перлита оценивалось как значимое при оценке предела прочности (5):

$$\sigma = 15,4(19,1 + 1,8(\% Mn) + 5,4 (\% Si) + 0,25(\% Перлита) + 0,5d^{-1/2}) \quad (5)$$

Однако, в более позднем исследовании, проведенном на сталях системы С-Мn-Si [41] был учтен вклад перлита при оценке предела текучести (6):

$$\sigma_y = 13,29 + 5,90(\% Mn) + 10,21 (\% Si) + 0,220(\% Перлита) + 0,47d^{-1/2} \quad (6),$$

где  $\sigma_{ys}$  – либо нижний предел текучести, либо  $\sigma_{0,2}$ , выраженный в килофунтах на квадратный дюйм (1 ksi=6,895 МПа).

Также в работе [39] была установлена зависимость температуры В-Х перехода ( $T_{50}$ , 50% хрупкой и 50% вязкой составляющих в изломе) (7):

$$T_{50} = 19 + 44 (\% Si) + 700(N_f)^{1/2} + 2,2(\% Перлита) - 11,5d^{-1/2} \quad (7),$$

где  $d$  – средний размер зерен, полученный методом линейных пересечений.

Из вышеизложенных соотношений следует, что измельчение зерен существенным образом улучшает вязкость, понижая температуру В-Х перехода.

Несвязанный азот и кремний оказывают негативное влияние на вязкость, повышая температуру В-Х перехода. Упрочнение микроструктуры низколегированных сталей перлитной составляющей невелико, но приводит к значительному повышению температуры В-Х перехода.

К недостатку описанного подхода можно отнести то, что при количественном описании микроструктуры, перлитные узлы в неявной форме рассматриваются как однородные включения.

### **1.2.2. Изучение особенностей строения перлитной составляющей микроструктуры**

Механические свойства ферритно-перлитных сталей зависят не только от размера зерен доэвтектоидного феррита, но и от размера и морфологии перлитных колоний, а также межпластинчатого расстояния в перлите [42].

Вопрос о морфологии перлита обычно рассматривался на сталях эвтектоидного состава с полностью перлитной микроструктурой [43-46]. Для оценки микроструктуры перлита использовали следующие характеристики: размер перлитных колоний, размер перлитных узлов, а также межпластинчатое расстояние и толщину цементитных пластин. При этом в [43] нашли, что параметром, контролирующим температуру верхнего порога хладноломкости, является размер перлитной колонии. Однако другие исследователи [44,45] полагали, что важен не размер перлитной колонии, а размер узла перлита. Также высказывалось мнение об определяющей роли межпластинчатого расстояния в перлите [46].

В отличие от эвтектоидных сталей, в которых прочность перлита повышается с уменьшением межпластинчатого расстояния, в доэвтектоидных ферритно-перлитных сталях определенной корреляции между прочностью перлита и межпластинчатым расстоянием обнаружено не было [47]. Одной из причин такого несоответствия может быть то обстоятельство, что в микроструктуре ферритно-перлитных сталей возможно сосуществование перлита различных морфологий. В микроструктуре горячекатаной низкоуглеродистой ферритно-перлитной стали наблюдали как привычный пластинчатый перлит, так и крупные узлы перлита

нерегулярной формы с неоднородным распределением цементита. Такой перлит содержал пластины феррита, зародившегося в аустените в процессе  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения (как идиоморфный, так и видманштеттовский феррит), а также области феррита, несодержавшие, либо содержавшие небольшое количество карбидов [48].

Полагают, что непластинчатый перлит зарождается задолго до того, как основная масса зерен аустенита достигнет состава эвтектоида и реализуется перлитная реакция. Это свидетельствует о невозможности простого перенесения на ферритно-перлитные стали представлений о морфологии и субструктуре перлита, которые развиты на основе результатов изучения эвтектоидных сталей.

Оценка значимости параметров, контролирующая механические свойства, особенно вязкость перлита, даже применительно к весьма широко изученным полностью перлитным сталям неоднозначна. Поэтому перенос оценки микроструктуры перлита посредством величин межпластинчатого расстояния и толщиной цементитных пластин на ферритно-перлитные стали представляется, по крайней мере, спорной [42].

Описанные выше представления сформировались на основе результатов измерения элементов микроструктуры, которые были получены с использованием традиционной экспериментальной методики. Выявленная химическим травлением микроструктура металлографических шлифов изучалась методами оптической/растровой электронной микроскопии. Однако, в таком случае точность определения размеров узлов перлита составляет только 30 - 40% [49]. Противоречивость представлений, развитых на основе результатов изучения микроструктуры перлита традиционными экспериментальными методами, побуждает рассмотреть возможности альтернативных подходов.

### **1.2.3. Стали ферритно-бейнитного класса**

Требование дальнейшего повышения прочности низколегированных сталей, привело к разработке недорогих хорошо свариваемых конструкционных сталей ферритно-бейнитного класса.



Существует несколько подходов к реализации такого комплекса свойств в условиях промышленного производства:

- Применение термического улучшения: закалки и высокого отпуска.
- Применение контролируемого термомеханического процесса, включающего стадию деформации из двухфазной  $\alpha+\gamma$  области.
- Легирование стали элементами, подавляющими образование полигонального феррита и способствующими образованию игольчатых или бейнитных составляющих микроструктуры.

Термическое улучшение состоит из двух стадий. В ходе нагрева в аустенитную область (820-880°C), выдержки и последующей закалки происходит  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращение измельченных зерен рекристаллизованного аустенита. Результатом этого процесса является формирование напряженной мелкодисперсной микроструктуры, содержащей зерна доэвтектоидного феррита, а также ферритные продукты  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения, часто игольчатой морфологии [50].

Высокий отпуск (нагрев до 500-650°C) приводит к выпадению мелкодисперсных карбидных выделений и частичному снятию напряжений [51]. В ходе термического улучшения, таким образом, реализуются два дополнительных механизма упрочнения: дисперсионное твердение и дислокационное упрочнение, а соотношения Холла-Петча приобретает вид (8) [7]:

$$\sigma_y = \sigma_i + \sum K_i c_i + K_y d^{-\frac{1}{2}} + \left( \frac{10,8 f^{\frac{1}{2}}}{X} \right) \left( \ln \left( \frac{X}{6,125} \times 10^{-4} \right) \right), \quad (8)$$

где  $f$  – доля частиц второй фазы, а  $X$  – размер частиц второй фазы.

Заданный уровень прочности и вязкости достигается варьированием соотношения составляющих микроструктуры, посредством изменения режимов термической обработки.

Преимуществом закалки и последующего отпуска является получение более однородного распределения составляющих микроструктуры по сравнению с направленной микроструктурой после прокатки, что положительным образом сказывается на характеристиках вязкости. Однако, промышленная реализация

термического улучшения толстолистого проката требует специального дорогостоящего оборудования и дополнительных технологических операций. Удорожание процесса является одним из основных недостатков описанного метода.

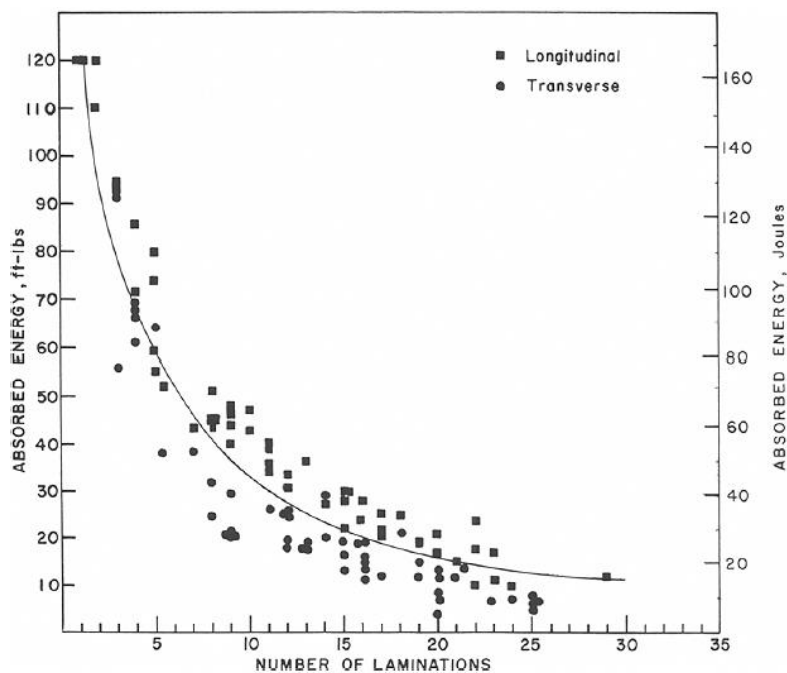
Более широкое промышленное применение, по сравнению с термическим улучшением, получил наиболее экономичный метод обработки низколегированных сталей - термомеханический контролируемый процесс (ТМКП) [52-55]. ТМКП реализуется в два этапа на одной производственной линии. Сначала осуществляется контролируемая прокатка, затем ускоренное охлаждение. Контролируемая прокатка, в отличие от обычной горячей прокатки, предназначенной в первую очередь для формообразования, предназначена для достижения заданного уровня свойств посредством варьирования температуры, степени обжатия и выдержки. Принципиальным отличием такого метода является реализация превращения деформированного аустенита из двухфазной  $\gamma+\alpha$  области. В ходе прокатки при пониженных температурах происходит накопление деформации как в зернах аустенита, так и в зернах доэвтектоидного феррита. Накопление деформации приводит к рекристаллизации зерен доэвтектоидного феррита и деформации аустенитных зерен, сопровождающейся возникновением полос скольжения (деформационных полос), которые служат дополнительными местами зарождения зерен феррита. Результатом контролируемой прокатки является формирование микроструктуры, содержащей мелкодисперсные рекристаллизованные зерна доэвтектоидного феррита, а также ферритные продукты  $\gamma\rightarrow\alpha$  превращения, часто игольчатой морфологии [50]. Происходит существенное измельчение зерен.

Снижение температуры прокатки лимитировано процессами рекристаллизации. Поэтому значимый эффект от снижения температуры прокатки может быть получен посредством применения в низколегированных сталях микролегирующих добавок технологического назначения. Введение сильных карбидообразующих элементов повышает температуру рекристаллизации аустенита, тем самым увеличивая интервал возможных температур прокатки [56].

Чаще всего для этих целей в качестве микролегирующих элементов используют Nb, V, Ti.

Помимо этого, микролигирование приводит к обусловленному наведенной деформацией дисперсионному твердению. Происходит выпадение наноразмерных частиц карбидных и/или карбонитридных выделений Nb, V, Ti. Упрочнение мелкодисперсными выделениями матрицы ферритных составляющих микроструктуры приводит к снижению пластичности и негативно сказывается на вязкости сталей. Микролигирование приводит к повышению температуры В-Х перехода [53].

Дополнительным механизмом упрочнения по сравнению с термическим улучшением в ходе ТМКП является текстурирование микроструктуры [56]. С одной стороны выраженная текстура прокатки приводит к увеличению прочности, с другой может приводить к образованию расщеплений, наблюдаемых в плоскости прокатки при разрушении образцов. В работе [57] установлена взаимосвязь количества расщеплений в изломах и величины поглощенной энергии при ударном разрушении образцов, рис. 1.3.



Риснок 1.3 - Влияние количества расщеплений на поглощенную энергию разрушения [57].

Применение ускоренного охлаждения на второй стадии ТМКП позволило усилить эффекты введения дислокаций и образования текстуры, посредством минимизации негативного влияния самоотпуска (процессов рекристаллизации и возврата).

Еще одним вариантом реализации сочетания повышенной прочности и вязкости низколегированных сталей является легирование Мо и В, подавляющими образование доэвтектоидного феррита и способствующими образованию бейнита [58].

#### **1.2.4. Изучение микроструктуры ферритно-бейнитных сталей**

Представления о структуре низколегированных сталей развиты на основе ее изучения методами оптической микроскопии, растровой электронной микроскопии, а также изучения отдельных элементов микроструктуры методом просвечивающей электронной микроскопии [59-61]. Согласно классификации по морфологии и субструктуре, к основным ферритным составляющим микроструктуры низколегированных сталей ферритно-бейнитного класса относят: доэвтектоидный феррит, квази-полигональный феррит, гранулярный бейнит, речный бейнит. Перечисленные ферритные составляющие отличаются по механизмам и температурам образования [62]. С увеличением скорости охлаждения в промежуточном интервале  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения диффузионный механизм сменяется сдвиговым.

##### ***Доэвтектоидный феррит***

Доэвтектоидный феррит ( $\Phi$ ) образуется по диффузионному механизму в процессе  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения выше эвтектоидной температуры на границах и внутри зерен бывшего аустенита. Прямыми наблюдениями при температурах, превышающих эвтектоидную, установлено, что в условиях небольших переохлаждений рост зерен доэвтектоидного феррита происходит миграцией гладких, очень подвижных межфазных поверхностей и приводит к образованию полиэдрических зерен, имеющих в основном равноосную форму [63]. Для таких

зерен характерна слабо развитая субструктура, состоящая из единичных дислокаций и редких малоугловых границ [64].

### ***Квази-полигональный феррит***

Квази-полигональный феррит был обнаружен при изучении сталей, содержащих 0,01-0,05% С [62,65,66]. Зерна квази-полигонального феррита являются результатом быстрого перераспределения атомов ближнего порядка на аустенит/ферритных межфазных границах. Такие зерна характеризуются искаженной полиэдрической формой границ, иногда с участками зазубренной формы, повышенной плотностью дислокаций и наличием повышенной плотности малоугловых границ.

### ***Реечный бейнит***

Бейнитный феррит – продукт промежуточного  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения, образующийся при больших скоростях переохлаждения по сдвигово-диффузионному механизму [60,65,66]. Зерно бывшего аустенита может содержать несколько бейнитных пакетов. Пакеты реечного бейнита в свою очередь состоят из отдельных реек, продолговатых субзерен игольчатой морфологии. В связи с этим часто выявление реек на оптических микрофотографиях затруднено. Рост реек бейнитного феррита может сопровождаться оттеснением углерода в межреечное пространство. Результатом этого процесса является стабилизация аустенита (остаточный аустенит), либо образование мартенсит-аустенитной составляющей (М/А). По результатам изучения микроструктуры низколегированных низкоуглеродистых высокопрочных сталей методом просвечивающей электронной микроскопии была установлена высокая плотность дислокаций внутри реек бейнитного феррита.

### ***Гранулярный бейнит***

Гранулярный бейнит или гранулярный бейнитный феррит образуется в промежуточном интервале температур  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения [67]. В отличии от зерен реечного бейнита зерна гранулярного бейнита имеют равноосную морфологию и проявляют наличие полигонизованной субструктуры. Часто внутри зерен гранулярного бейнита наблюдают островки М/А составляющей полигональной

формы. По результатам ПЭМ была выявлена высокая плотность дислокаций внутри ферритной матрицы гранулярного бейнита. Из-за того, что отдельные кристаллы гранулярного бейнита разделены малоугловыми границами, на оптических микрофотографиях в таких зернах может не выявляться субструктура.

### ***Продукты незавершенного $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения***

Помимо ферритных составляющих в локальных областях ферритно-бейнитной микроструктуры низколегированных сталей могут содержаться продукты незавершенного  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения: остаточный аустенит и мартенсит-аустенитная составляющая (М/А). Если в локальной области микроструктуры в ходе  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения достигается высокая концентрация С и Мп, то тогда может произойти стабилизация высокотемпературной аустенитной микроструктуры при комнатной температуре. Если же концентрация С и Мп не достигает требуемых для стабилизации аустенита значений, то в таких локальных областях происходит образование мартенсит-аустенитной составляющей. М/А составляющая образуется преимущественно по сдвиговому механизму, поэтому обладает наибольшей прочностью. В отличие от остаточного аустенита, присутствие в микроструктуре М/А составляющей приводит к существенному снижению низкотемпературной вязкости [68,69].

Недостаточное разрешение оптической микроскопии и локальность просвечивающей электронной микроскопии для характеристики сложной ферритно-бейнитной микроструктуры низколегированных сталей вынуждает искать другие подходы, основанные на применении новых аналитических методов.

## **1.3. Применение ДОЭ для изучения микроструктуры сталей**

### **1.3.1. Метод дифракции отраженных электронов**

Автоматизированное построение карт методом дифракции отраженных электронов (ДОЭ) позволяет получать кристаллографическую информацию о микроструктуре, субструктуре и текстуре поликристаллических материалов [70-72]. Взаимодействие пучка электронов с любой удовлетворяющей условию Вульфа-Брегга кристаллографической плоскостью наклоненного на  $70^\circ$

кристаллического образца, приводит к формированию двух дифракционных конусов. Проекцию таких дифракционных конусов на флуоресцентный экран ДОЭ детектора принято называть полосой Кикучи, а множества – ДОЭ картиной. ДОЭ картины фиксируются с помощью высокоскоростной камеры, затем оцифровываются. Получившееся изображение подвергается автоматизированной индексации, каждой полосе Кикучи на ДОЭ картине присваивается определенная кристаллографическая ориентация, рис. 1.4 [73].

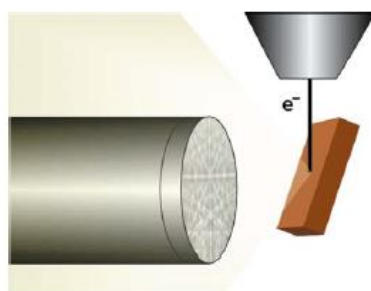


Рисунок 1.4 - Схема проведения ДОЭ эксперимента [73].

Сбор кристаллографической информации для построения ДОЭ карт осуществляется по растру (чаще по квадратному, но также возможен вариант гексагонального).

### **1.3.2. Применение ДОЭ для количественной характеристики микроструктуры сталей**

Традиционные методики определения количественных характеристик микроструктуры, основанные на выявлении границ зерен посредством химического травления поверхности металлографических шлифов, на протяжении многих лет применяются при анализе микроструктуры сталей. Появление полуавтоматических и автоматических систем анализа изображений позволило улучшить достоверность количественной информации о характеристиках микроструктуры. Однако главным недостатком традиционного подхода является зависимость точности определения характеристик микроструктуры от качества травления и толщины выявленных границ [74].

Появление коммерчески доступных систем автоматизированного построения ДОЭ карт позволила получить более достоверную количественную информацию о характеристиках микроструктуры металлов и сплавов на основе кристаллографических данных [73,75,76]. Прямое измерение размера зерен на основе кристаллографической информации позволило минимизировать влияние толщины границ. Повышенная чувствительность ДОЭ картин к состоянию материала в области генерации сигнала налагает особые требования к чистоте поверхности металлографических шлифов. Область генерации Кикучи картин для металлических образцов составляет 5-15 нм. В связи с этим поверхность металлографических шлифов подвергается дополнительным стадиям обработки для снятия дефектного слоя: полировке коллоидным кремнием, ионной, либо электролитической полировке.

Для количественной характеристики микроструктуры методом ДОЭ за зерно принимается область микроструктуры, ограниченная высокоугловыми границами ( $>10-15^\circ$ ), а границы меньше заданного критерия рассматриваются как малоугловые [77-80]. Определение среднего размера зерен в поликристаллических материалах методом ДОЭ в случае однофазных микроструктур стандартизовано [81,82]. Исходной информацией служит площадь зерен  $A$ , получаемая в результате суммирования площадей всех точек, принадлежащих зерну. При этом для определения размера зерен допускается использование любого из существующих стандартизованных методов [74,83]: методом линейных пересечений  $l_{cp}$ , методом средних эквивалентных диаметров, определение средней площади зерен по сечению. Чаще всего размер зерен методом ДОЭ определяют аппроксимацией микроструктуры средним эквивалентным диаметром. При этом по стандарту ISO 13067 допускается определение, фактически двух величин  $d_{cp.экв}(A_{cp})$  и  $d_{cp.экв}$  (9) и (10):

$$d_{cp.экв}(A_{cp}) = 2 \sqrt{\frac{A_{cp}}{\pi}} = 1,13 \sqrt{A_{cp}}, \quad (9)$$



где  $d_{\text{ср.экв}}(A_{\text{ср}})$  – средний эквивалентный диаметр средней площади зерен;

$A_{\text{ср}}$  – средняя площадь зерен.

$$d_{\text{ср.экв}} = \sum \frac{d_{\text{экв}i}}{n} = \sum \frac{1,13\sqrt{A_i}}{n}, \quad (10)$$

где  $d_{\text{ср.экв}}$  – средняя величина эквивалентных диаметров  $n$  зерен;

$d_{\text{экв}i}$  – эквивалентный диаметр  $i$ -го зерна;

$A_i$  – площадь  $i$ -го зерна.

В работе [84] на основе традиционной металлографической методики между величинами среднего эквивалентного диаметра  $d_{\text{ср.экв}}(A_{\text{ср}})$  и  $l_{\text{ср}}$  было установлено эмпирическое соотношение (11):

$$l_{\text{ср}} \cong \frac{d_{\text{ср.экв}}(A_{\text{ср}})}{2} \sqrt{\pi}, \quad (11)$$

где  $d_{\text{ср.экв}}(A_{\text{ср}})$  определено из средней площади зерен по сечению.

В работе [85] на основе ДОО данных и симуляции микроструктур были установлены наиболее актуальные на данный момент эмпирические соотношения (12) и (13):

$$l_{\text{ср}} \cong 0,8336 d_{\text{ср.экв}} \quad (12)$$

$$d_{\text{ср.экв}}(A_{\text{ср}}) \cong 1,0621 d_{\text{ср.экв}} \quad (13)$$

Главным недостатком вышеописанных соотношений является то, что при оценке микроструктуры не учитывается различный вклад мелких и больших зерен.

Построение распределения взвешенных или нормированных по площади эквивалентных диаметров  $d_{\text{экв.взв}}$  применяется для оценки вклада зерен с различной площадью [86], рис. 1.5. Нормирование эквивалентных диаметров происходит путем присвоения каждому зерну веса, в зависимости от его площади по отношению к общей площади выборки.

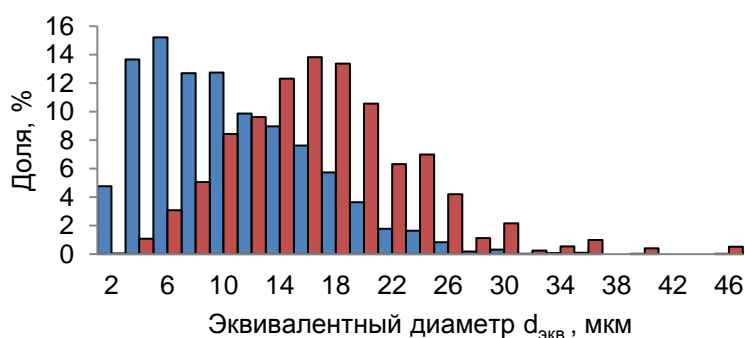


Рисунок 1.5 - Распределения размеров зерен в стали после горячей прокатки. ДОЭ: (а) частотное распределение эквивалентных диаметров (синий); (б) распределение взвешенных по площади эквивалентных диаметров (красный).

Интегральной характеристикой, описывающей распределение  $d_{экв.взв}$  является средневзвешенный по площади эквивалентный диаметр  $d_{экв.срвзв}$  (14):

$$d_{экв.срвзв} \cong \frac{\sum d_{эквi} P_i}{\sum P_i}, \quad (14)$$

где  $d_{экв.срвзв}$  – средневзвешенный по площади эквивалентный диаметр;

$P_i$  – вес зерна по площади.

Как характеры распределений эквивалентных диаметров  $d_{экв}$  и взвешенных по площади эквивалентных диаметров  $d_{экв.взв}$ , так и их средние величины будут иметь значимые различия для микроструктур с большим вкладом мелких зерен по количеству.

Основным условием для количественного определения характеристик сталей является надежная идентификация составляющих микроструктуры. Идентификация составляющих возможна посредством разделения по критерию различий типов кристаллических решеток, а также на основе дополнительной кристаллографической информации.

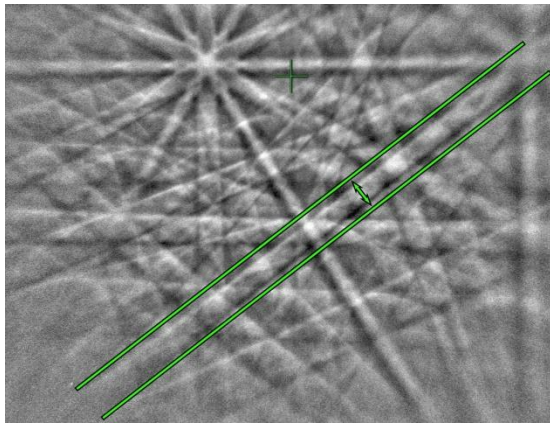
### **1.3.3. Основные подходы к изучению особенностей микроструктуры и субструктуры сталей методом ДОЭ**

Постоперационная обработка ДОЭ карт позволяет представить кристаллографическую информацию о строении составляющих микроструктуры множеством различных способов. Каждый способ имеет свои преимущества и недостатки при отображении различных признаков составляющих микроструктуры на ДОЭ картах. К таким признакам относятся: различия в совершенстве кристаллических решеток, различия в концентрации напряжений, наличие/отсутствие ближнедействующих и дальнедействующих разориентаций, различия в субструктуре и фазовом составе.

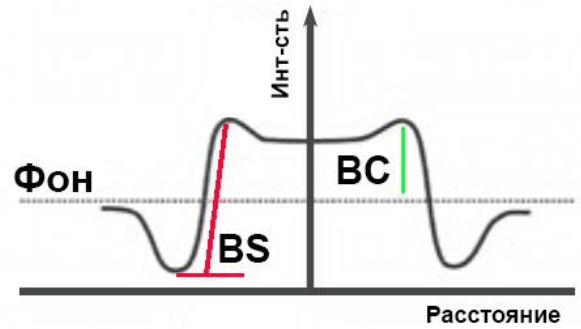
#### ***Подход качества ДОЭ картин***

В процессе построения ДОЭ карт первичной информацией являются ДОЭ картины, образующиеся в каждой точке раstra в результате взаимодействия электронного пучка и наклоненного на  $70^\circ$  образца. Качество ДОЭ картин сильно зависит от нескольких факторов. Присутствие в микрообъемах материала границ зерен, повышенной плотности дислокаций, поверхностных дефектов, приводит к возникновению некогерентного рассеяния, что проявляется в размытии полос Кикучи. В случае если микрообъем содержит малое количество дефектов, либо не содержит вообще, полосы Кикучи будут четкими [87]. Количественным выражением качества ДОЭ картин являются параметры Band Contrast (BC, контраст Кикучи полос) и Band slope (наклон Кикучи полос) [88, 89], рис. 1.6.

BC определяется как разность максимальной интенсивности полосы Кикучи и фона после обработки исходной ДОЭ картины посредством преобразования Хафа [90]. Аналогами параметра BC при использовании других систем обработки ДОЭ данных являются такие характеристики как Image quality (IQ - качество изображения) и Pattern Quality (PQ - качество картины).



(a)

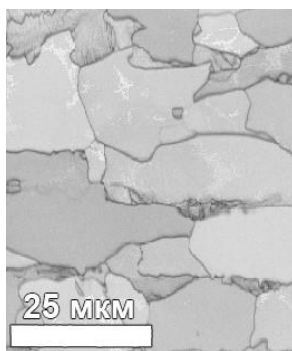


(б)

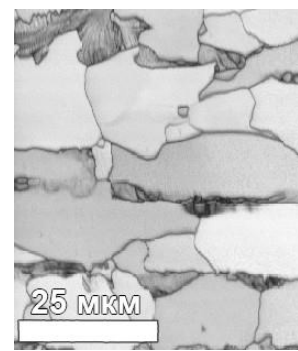
Рисунок 1.6 - Параметры качества ДОЭ картин: (а) Кикучи полоса (зеленый) на ДОЭ картине; (б) График распределения интенсивности по ширине полосы Кикучи.

BS определяется как угол между горизонталью и наклоном графика интенсивности на краю полосы Кикучи, рис. 1.6 (б). Фактически, параметр BS выражает уширение полос Кикучи. Определение параметра BS как критерия качества ДОЭ картин было предложено лабораторией NKL technology, поэтому при использовании коммерчески доступного программного обеспечения его оценка предусмотрена только в пакете программного обеспечения NKL channel 5 (Oxford Instruments) [75].

Графическим отображением параметров качества являются ДОЭ карты BC и BS, рис. 1.7.



(a)



(б)

Рисунок 1.7 - Карты качества. ДОЭ: (а) BC; (б) BS.

При построении карт качества каждой точке раstra приписывается значение градации серого. Темные области соответствуют низкому качеству, светлые – высокому [91]. В зависимости от ориентации кристаллитов на детектор ДОЭ будут попадать различное количество Кикучи полос, отличающихся по интенсивности. Поэтому на картах ВС будет проявляться ориентационный контраст, рис. 1.7 (а). В свою очередь изменение ориентации кристаллита слабо влияет на уширение (четкость) полос Кикучи, рис. 1.7 (б). Таким образом, карты ВС являются предпочтительными для отличий составляющих микроструктуры по их совершенству, искажениям кристаллической решетки.

Интегральное распределение параметра качества в микроструктуре отображается на гистограмме, рис. 1.8.

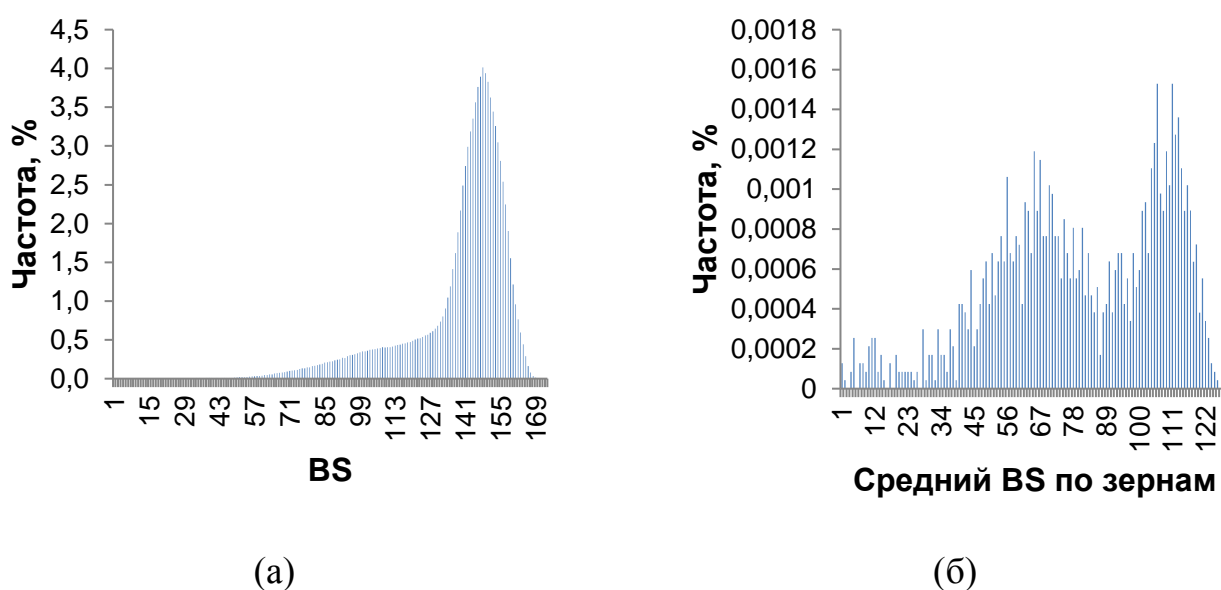


Рисунок 1.8 - Гистограмма параметра качества BS: (а) исходная; (б) усредненная по зернам.

Если на гистограмме присутствуют четко выраженные пики, то подбор порогового значения для разделения составляющих микроструктуры не вызовет затруднений. В работах [92,93] данный прием был использован для разделения феррита и мартенсита при изучении микроструктуры двухфазных сталей. В работе [94] карты качества были использованы для изучения мартенсит-аустенитной составляющей

в микроструктуре среднемарганцовистой стали. В микроструктуре низколегированных сталей такой случай встречается нечасто. Обычно гистограмма не имеет четко выраженных пиков, рис. 1.8 (а). В работе [95] предложен метод деконволюции гистограммы параметра качества IQ для определения объемных долей составляющих сложных микроструктур, на примере изучения высокопрочных низколегированных сталей с ферритно-мартенситной микроструктурой, а также сталей со сложной ферритной микроструктурой. Сходный подход применялся при анализе ферритно-перлитной и ферритно-бейнитной микроструктуры низколегированных сталей в работе [96]. Однако, главным недостатком этого подхода является неопределенность принадлежности точек к конкретному зерну. Поэтому более перспективным представляется применения усреднения параметров качества внутри каждого зерна [97,98]. В таком случае на гистограмме появляются пики, связанные с природой различных составляющих микроструктуры, рис. 1.8 (б). Недостатком данного подхода является неправильное усреднение в случаях, когда две составляющие микроструктуры не разделены высокоугловыми границами, либо ДОЭ картины от составляющих имеют слишком плохое качество, что они не идентифицируются.

#### ***Подход кернеловских средних разориентаций (КСР).***

Другим подходом является анализ кернеловских средних разориентаций (КСР). В основе подхода КСР лежат следующие соображения [87, 99]. Объем взаимодействия пучка с материалом образца в процессе построения ориентационной карты охватывает достаточно большую совокупность пикселей, в пределах которой характеристики этого взаимодействия распределяются непрерывным образом. Поэтому предполагают, что интенсивность отраженных электронов в каждой точке растра определенным образом связана со значением интенсивности в соседних точках. Это позволяет рассчитывать среднее арифметическое значение не каждого отдельного пикселя, а группы пикселей (кернала), рис. 1.9.

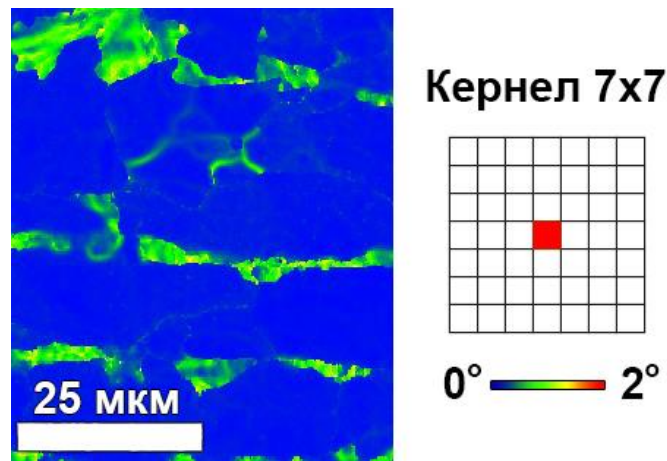


Рисунок 1.9 - Карта кернеловских средних разориентаций (КСР). Кернел 7x7. ДОЭ.

Средние арифметические значения скалярных разориентаций (углов поворота без учета осей поворота) между группами пикселей могут быть расширены за пределы соседних пикселей. Поэтому для визуализации локальных ориентационных неоднородностей целесообразно использовать кернелы большего размера, чем 3x3. На картах КСР отображаются только те разориентации, которые превысили заданное максимальное значение разориентации. Обычно выбор такого значения привязан к минимальному углу разориентации малоугловых границ, который по различным источникам лежит в интервале от 2° до 5° [99]. Следует отметить, что карты КСР чувствительны к ориентационным шумам, неизбежно возникающим в процессе построения ориентационных карт из-за недостаточного углового разрешения метода ДОЭ. Для устранения ориентационных шумов целесообразно применять фильтр Кувахары [101].

С точки зрения запасенной энергии карты КСР являются мерой плотности геометрически необходимых дислокаций (ГНД), присутствующих в микроструктуре [102-104]. Образование ГНД сопутствует фазовым превращениям, так как являются механизмом компенсации возникающих деформаций. В работе [99] критерий максимального значения КСР внутри зерен использовали для разделения феррита и бейнита в TRIP сталях. В работе [105] карты КСР использованы для оценки составляющих микроструктуры неполигональной морфологии с различной плотностью дислокаций в высокопрочных

низкоуглеродистых низколегированных сталях. В работе [106] карты КСР использовали для оценки плотности ГНД в перлите.

### ***Подход оценки локальных разориентаций внутри зерен***

Основной информацией, получаемой методом ДОЭ, является ориентация кристаллитов в каждой точке растра. На основе этой информации посредством сравнения разориентаций между соседними точками, начиная с первого зерна (левый верхний угол карты), вычисляется ориентация зерен. Визуализация ориентации зерен осуществляется двумя основными способами [107]: посредством представления в эйлеровых координатах, посредством представления в координатах обратной полюсной фигуры (ОПФ), рис. 1.10.

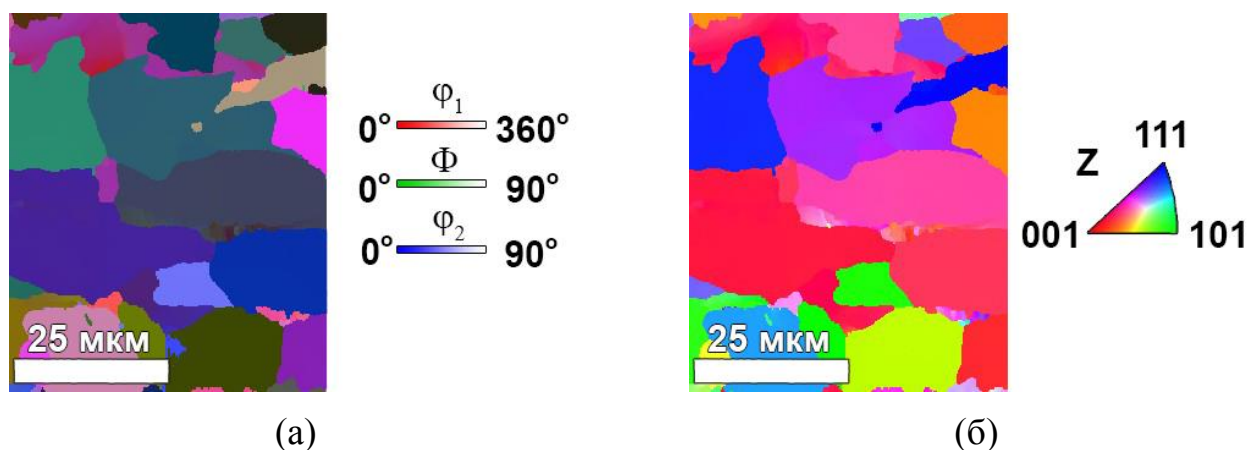


Рисунок 1.10 - Ориентационные карты. ДОЭ: (а) Эйлеровы координаты; (б) ОПФ.

Карты в эйлеровых координатах  $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$  описывают минимальный набор поворотов для того, чтобы совпали две ориентации, рис. 1.10 (а). Такой метод визуализации подходит для общего представления микроструктуры, но не всегда корректен в отображении ориентации зерен. Из-за особенностей цветовой схемы, когда точка растра имеет близкие к предельным значениям одного или всех трех эйлеровых углов может происходить неправильное отображение ориентации. Этот факт снижает чувствительность карт в эйлеровых координатах по отношению к локальным разориентациям внутри зерен. Карты в представлении обратной полюсной фигуры отражают проекцию ориентации кристаллитов относительно



одной из осей образца, обычно оси Z, рис. 1.10 (б). Цветовое кодирование RGB отражает основные кристаллографические направления, соответствующие ОПФ. Особенности цветового восприятия позволяют различить человеческому глазу едва заметные изменения ориентации зерен, не превышающие критерия разориентации малоугловых границ.

Локальные разориентации в микроструктуре являются индикаторами распределения пластической деформации в материале [87,101,108]. Такая пластическая деформация может быть как результатом напряжений, возникающих в ходе фазовых превращений, так и являться следствием приложения внешней силы (например, при механических испытаниях). Различия в количестве и распределении локальных разориентаций в составляющих микроструктуры могут быть визуализированы методами, основанными на визуализации локальных разориентаций в каждой точке (частным случаем является подход КСР), так и методами усреднения разориентаций внутри зерен.

Карты углового отклонения от средней ориентации зерен (GROD angle) усиливают визуализацию локальных разориентаций внутри зерен, по сути, посредством исключения с карт ОПФ информации о средней ориентации зерен, рис. 1.11.

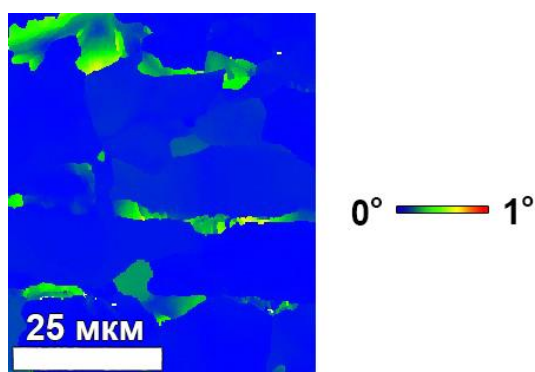


Рисунок 1.11 - Карта углового отклонения от средней ориентации зерен (GROD). ДООЭ.

В работе [99] посредством построения карт отклонения от средней угловой ориентации (GROD) показана принципиальная возможность разделения феррита и

бейнита в TRIP сталях. В зернах доэвтектоидного феррита отклонения от средней ориентации либо отсутствуют, либо минимальны. Визуализация разориентации внутри зерен (Grain internal misorientation) была использована при анализе ориентационных градиентов в перлите доэвтектоидных сталей в работе [106].

Усреднение разориентаций внутри зерен позволяет оценить разницу между концентрациями локальных разориентаций в разных зернах, исключая информацию об их расположении внутри зерен. Разброс разориентаций зерна (Grain orientation spread - POЗ) является средним отклонением по ориентации между каждой точкой, принадлежащей зерну и его средней ориентацией [87,109,110], рис. 1.12. Каждому зерну приписывается только одно значение параметра POЗ. В работе [111] характеристика POЗ была использована для разделения составляющих микроструктуры в низкомарганцевистых микролегированных сталях. Также иногда POЗ еще называют средней внутренней разориентацией (Grain internal mean misorientation - СВРЗ). В работе [112] этот параметр использовали как критерий разделения сложной ОЦК-микроструктуры в продвинутых высокопрочных сталях.

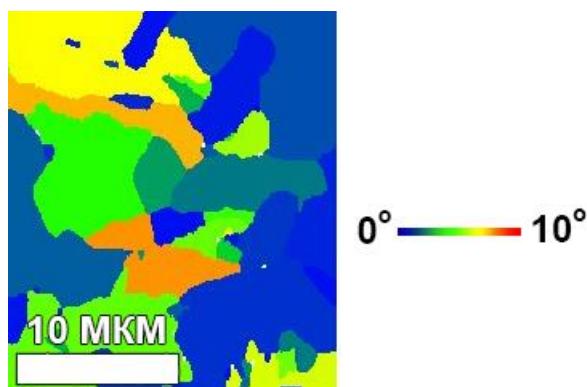


Рисунок 1.12 – Карта разброса разориентаций зерен POЗ. ДООЭ.

Сходным параметром является определение средней разориентации зерен (Grain average misorientation – СРЗ), которая вычисляется как средняя разориентация между каждой парой соседних пикселей внутри зерна. Этот параметр является более чувствительным по отношению к шагу при построении

карт. Чем меньше шаг, тем меньше разориентация между соседними точками. В работе [97] эта характеристика была использована для разделения составляющих микроструктуры в TRIP сталях. В работе [113] критерий СРЗ совместно с критерием формы зерен был использован для разделения составляющих в микролегированной стали. В работе [114] такой же подход использован для разделения ферритных составляющих в ультратонкой литой полосе.

Отдельной задачей, является изучение процессов рекристаллизации методами ДОЭ [115,116]. Критерием того, что зерно является рекристаллизованным является отсутствие в зерне разориентаций, превышающих заданную величину малоугловой границы [107], рис. 1.13. Субструктурированными считают зерна, в которых средняя внутренняя разориентация не превышает критерия разориентации высокоугловых границ. Остальные зерна считают деформированными. Ориентационные карты в рекристаллизационном компоненте помимо задачи определения долей рекристаллизованных, субструктурированных и деформированных зерен, могут быть использованы для разделения составляющих микроструктуры на основе природы их образования.



Рисунок 1.13 - Ориентационная карта в рекристаллизационном компоненте. ДОЭ. Синий – рекристаллизованные зерна, желтый – субструктурированные зерна, красный – деформированные зерна.

### 1.3.4. Применение продвинутых ДОЭ методов для изучения микроструктуры сталей

Ограничения пространственного разрешения методов ДОЭ из-за наклона образца на  $70^\circ$  ( $\sim 90$  нм х 30 нм) [117] и потребность изучения кристаллографических особенностей материалов в нано-масштабе на базе стандартных ДОЭ систем [118] привели к созданию метода просвечивающей дифракции отраженных электронов П-ДОЭ (Т-EBSD) [119] или просвечивающей Кикучи дифракции ПКД (ТКД) [120]. Применение стандартных ПЭМ образцов и специального держателя с наклоном  $0-20^\circ$  по отношению к горизонтали позволили достичь пространственного разрешения при изучении методом ПКД в РЭМ  $\sim 12$  нм [121, 122], рис. 1.14.

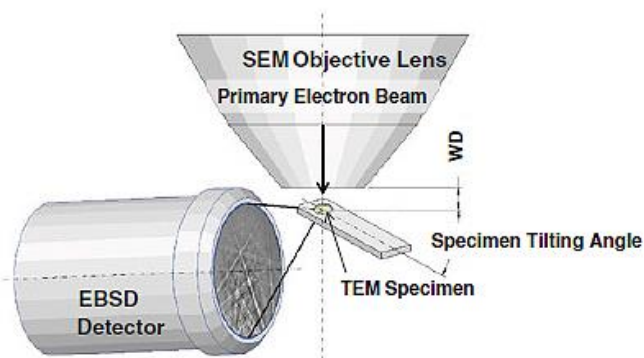


Рисунок 1.14 - Схема расположения образца при изучении методом просвечивающей Кикучи дифракции (ПКД) [121].

Существенное улучшение пространственного разрешения расширило область применения ДОЭ в РЭМ. Стало возможным получение надежной кристаллографической информации о нано-размерных особенностях микроструктуры и субструктуры, в том числе из сильно деформированных областей. При изучении низколегированных сталей метод ПКД использовали для характеристики тонкой структуры М-А составляющей в низколегированной низкоуглеродистой стали [123,124]. В работе [125] методом ПКД был впервые

показана возможность разрешить отдельные цементитные частицы по границам бейнитных пакетов.

Ограничения методов ДОЭ, связанные с тем, что исследуются только плоские сечения образцов, были преодолены посредством создания метода 3-мерной реконструкции микроструктуры. Изучение особенностей микроструктуры и субструктуры материалов методом ДОЭ в 3-х измерениях было реализовано посредством послойного стравливания слоя материала фокусированным ионным пучком (ФИП) с последующей съемкой ДОЭ карт, рис. 1.15 [126,127]. Метод ФИП-ДОЭ реконструкции микроструктуры получил широкое распространение как при исследовании морфологии составляющих микроструктуры, их внутреннего строения, так и при изучении процессов деформации и разрушения [126-128].

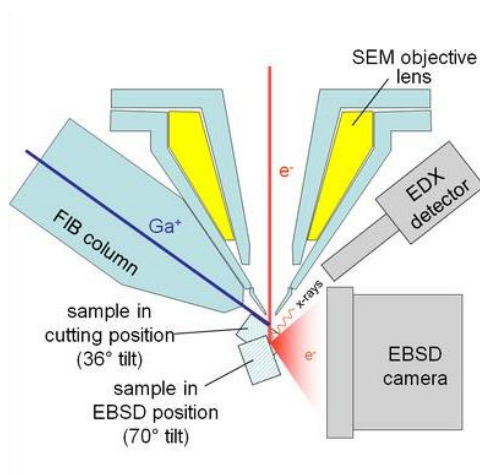


Рисунок 1.15 - Принципиальная схема ФИП-ДОЭ эксперимента [127].

#### 1.4. Выводы по Главе 1

Проведен аналитический обзор публикаций на тему изучения взаимосвязи механических свойств и ударной вязкости с особенностями микроструктуры низколегированных сталей.

Основной характеристикой, определяющей надежность низколегированных сталей как конструкционного материала, является их вязкость. Свойственный низкоуглеродистым низколегированным (ферритным) сталям температурный интервал В-Х перехода характеризуется повышенным рассеянием величин вязкости. Показана недостаточность определения характеристик вязкости на основе малого количества измерений. Описаны основные особенности формирования микроструктуры низколегированных сталей, полученные по результатам ее изучения традиционными методами. Показаны возможности применения методов дифракции отраженных электронов (ДОЭ) для изучения микроструктуры сталей.

Сведения о происхождении рассеяния величин вязкости в интервале В-Х перехода и недостаточно полное описание особенностей микроструктуры современных низколегированных сталей посредством традиционных подходов позволяют сформулировать **цель работы**:

Экспериментальное изучение источников и причин происхождения повышенного рассеяния величин ударной вязкости в интервале вязко-хрупкого перехода и их взаимосвязи с микроструктурой низколегированных сталей.

Для достижения обозначенной цели, принимая во внимание разработанность проблемы, были поставлены и решены следующие **задачи**:

1. Разработка нового экспериментального подхода к изучению вязкости низколегированных сталей в интервале вязко-хрупкого перехода, основанного на изучении рассеяния величин ударной вязкости.
2. Рассмотрение микротрещин, сопровождающих разрушение образцов низколегированных сталей ударным изгибом в интервале вязко-хрупкого

перехода, в качестве индикаторов образования локальных областей микроструктуры с пониженной и повышенной вязкостью.

3. Изучение особенностей  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения в современных низкоуглеродистых низколегированных сталях как возможного источника повышенного рассеяния величин ударной вязкости в интервале вязко-хрупкого перехода.
4. Разработка подхода к количественному определению размера зерен и объемных долей составляющих микроструктуры низкоуглеродистых низколегированных ферритно-перлитных и ферритно-бейнитных сталей после непрерывного охлаждения.
5. Применение нового подхода к изучению вязкости высоковязких низкоуглеродистых низколегированных сталей с уровнем прочности 625-825 МПа в интервале вязко-хрупкого перехода.

## ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

### 2.1. Материал

Исследование проведено на образцах, изготовленных из листового проката двух плавов современной низкоуглеродистой низколегированной стали марки 09Г2С и листового проката двух плавов низкоуглеродистых микролегированных сталей прочностью 625-825 МПа (класс прочности Х80 [3]).

В Таблице 2.1 приведены данные о результатах химического анализа изученных сталей. Оценка концентрации химических элементов, кроме углерода и серы, выполнялись методом фотоэлектрического спектрального анализа по ГОСТ 18895-97 по результатам трех измерений на атомно-эмиссионном спектрометре тлеющего разряда Лесо GDS-850А. Измерения концентрации углерода и серы выполнялись на анализаторе Лесо CS-600 методом инфракрасной абсорбции по количеству газообразных  $\text{CO}_2$  и  $\text{SO}_3$ , выделившихся при окислительном плавлении в керамическом тигле в индукционной печи с плавнем.

По заводской технологии ПАО «Северсталь» в электропечи с вакуумированием выплавлено две плавки стали марки 09Г2С. Содержание Р и S в плавках **I** и **II** стали 09Г2С, выплавленной по заводской технологии ПАО «Северсталь» в электропечи с вакуумированием было существенно ниже действующих требований Р – 0,009...0,013%, S – 0,002...0,008%. Пониженное содержание Р и S, позволяет считать сталь одной и той же марки 09Г2С, произведенной по современной металлургической технологии и по обычной технологии (Р < 0,035%; S < 0,03% [129]:), фактически различными материалами. Снижение содержания Р и S приводит к изменению хода  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения за счет перераспределения Mn из сульфидов в твердый раствор.

Химический состав стали плавки **III ТМКП** удовлетворяет требованиям ГОСТ Р ISO 3183-2012 [3].



Таблица 2.1.

Химический состав изученных сталей, массовая доля %.

Элемент		Плавка			d*
		I (ТУ1, ГК, Н)	II (ТУ2)	III (ТМКП)	
Содержание элемента в весовых %.	C	0,121	0,106	0,04	-
	Si	0,69	0,58	0,23	0,01
	Mn	1,59	1,53	1,88	0,03
	P	0,013	0,009	0,015	0,003
	S	0,008	0,002	0,004	-
	Cr	0,063	0,060	0,052	0,007- 0,030
	Ni	0,08	0,06	0,27	0,03
	Cu	0,178	0,111	0,284	0,007
	Al	0,043	0,027	0,030	0,007
	Ti	0,02	0,01	0,02	0,01
	Mo	-	-	0,192	0,007
	Nb	0,010	0,010	0,025	0,007
	V	<0,005	<0,005	<0,005	0,004- 0,020

d\* – допускаемое максимальное расхождение результатов двух параллельных измерений

Методы обработки, микроструктура и толщина проката описаны в Таблице 2.2. Режим изготовления листового проката из металла плавки I стали 09Г2С: температура начала прокатки составляла 1060°C; температура начала чистой прокатки - 1200°C; температура конца прокатки - 940°C. Конечная толщина листа составила 12 мм.

Таблица 2.2.

Способы обработки, структура и толщина проката изученного материала.

Сталь	Плавка	Способ обработки	Структура	Толщина проката, мм
09Г2С	<b>I</b>	Горячая прокатка (ГК)	Ферритно-перлитная (Ф-П)	12
		Нормализация (Н)	Ф-П	
		Термическое улучшение (закалка + высокий отпуск ТУ1)	Ферритно-бейнитная (Ф-Б)	
	<b>II</b>	Термическое улучшение ТУ2	Ф-Б	14
X80	<b>III</b>	Термомеханический контролируемый процесс (ТМКП)	Ф-Б	28

Металл плавки **I** стали 09Г2С изучался в трех структурных состояниях:

- После горячей прокатки **ГК** с ферритно-перлитной (**Ф-П**) микроструктурой
- После горячей прокатки и нормализации (нагрев в аустенитную область + охлаждение на воздухе) **Н** с **Ф-П** микроструктурой.
- После термического улучшения (закалка + высокий отпуск) **ТУ1** с ферритно-бейнитной (**Ф-Б**) микроструктурой.

Нагрев под нормализацию проводился до 900°C. По результатам дилатометрических измерений температура критической точки  $A_{c3}$  стали 09Г2С составляет 860°C [130].

Режим термического улучшения металла плавки **I**: температура нагрева под закалку - 930°C; температура отпуска - 705°C (высокий отпуск).

Точность нагрева при нормализации и термическом улучшении составляла  $\pm 5^\circ\text{C}$ .

Металл плавки **II** стали 09Г2С изучался в **Ф-Б** состоянии после термического улучшения **ТУ2**. Режимы прокатки и термического улучшения были идентичными тем, что применялись при изготовлении металла плавки **I**. Конечная толщина листа металла плавки **II** составляла 14 мм.

Металл плавки **III** низкоуглеродистой микролегированной стали класса прочности X80 изучался в **Ф-Б** состоянии поставки после промышленной реализации контролируемого термомеханического процесса. Толщина листового проката составляла 28 мм.

## 2.2. Испытания на ударный изгиб

Для изучения рассеяния величин ударной вязкости в интервале вязко-хрупкого перехода использовали стандартные поперечные образцы с U-образным надрезом размерами 55x10x10 мм [131], показывающие наибольшую чувствительность по отношению к локальным изменениям микроструктуры [132], рис. 2.1.

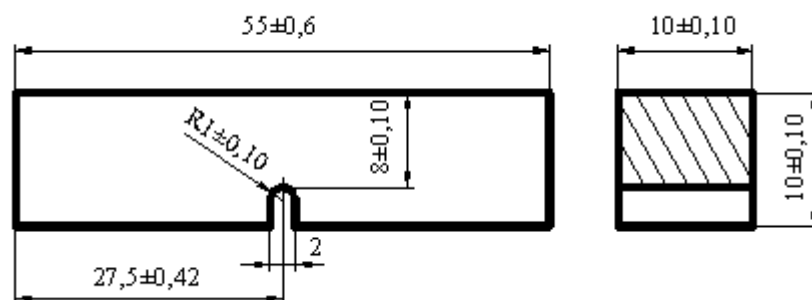


Рисунок 2.1 - Стандартный образец 55x10x10 мм с U-образным надрезом для испытаний на ударный изгиб по ГОСТ Р ИСО 148-1-2013.

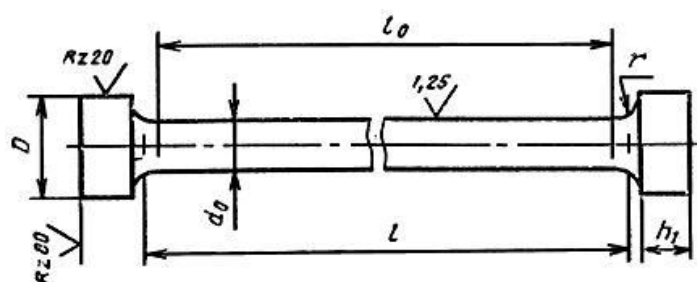
Испытания на ударный изгиб металла плавки **II** проводились на маятниковом копре Roell Amsler RKP-450 (Zwick/Roell) с потенциальной энергией в 450 Дж и скоростью маятника 5,23 м/с при температурах -80°C, -60°C, -40°C, -20°C, 0°C, +20°C. Было испытано не менее чем по 50 образцов на каждую из температур испытания.

Испытания на ударный изгиб металла плавки **III** проводились на маятниковом копре Roell Amsler PSW 750 IR GE (Zwick/Roell) с потенциальной энергией в 750 Дж и скоростью маятника 5,42 м/с при температурах -60°C, -40°C, 0°C, +20°C. Ударному разрушению были подвергнуты по 40 образцов при

температурах 0°C, -20°C и -40°C, а также по 20 образцов при температурах 20°C, -60°C, -80°C и -100°C.

### 2.3. Испытания на статическое растяжение

Для каждого структурного состояния стали 09Г2С плавов I ГК и II ТУ1 и ТУ2 испытания на статическое растяжение при комнатной температуре проводили на стандартных цилиндрических пропорциональных пятикратных образцах типа III, №6 с диаметром 6 мм и рабочей длиной 30 мм (ГОСТ 1497-84 [133]), рис. 2.2. Для этой цели была использована универсальная испытательная машина Instron 3382. Скорость нагружения составляла 1 мм/мин. Определялись значения условного предела текучести  $\sigma_{0,2}$ , временного сопротивления  $\sigma_b$ , относительного сужения  $\Psi$  и относительного удлинения  $\delta$ . Механические свойства стали X80 плавки III ТМКП были взяты из сертификата.



Номер образца	$d_0$	$L_0=5d_0$	$L_0=10d_0$	$l$	$D$	$h_1$	$r$
6	6	30	60	70	12	10	1,5

Рисунок 2.2 - Стандартный пятикратный образец типа III, №6 для испытаний на статическое растяжение по ГОСТ 1497-84 [133].

### 2.4. Измерение микротвердости

Твердость каждой из ферритных составляющих микроструктуры плавов I ТУ1 и II ТУ2 стали 09Г2С оценивалась на микротвердомере Wolpert Wilson 402HVP по

методу Виккерса с нагрузкой в 1 Н в течение 10 с посредством проведения не менее 50 измерений.

## 2.5. Макро- и микрофрактографический анализ изломов

Макро- и микрофрактографическое изучение поверхностей разрушения образцов, подвергнутых испытаниям на ударный изгиб, проводилось с целью определения механизмов разрушения, а также определения соотношений составляющих изломов.

Для исследования фрактографических особенностей полностью разрушенные образцы (с неотделившимися после испытаний на ударный изгиб половинами) разделялись посредством долота при  $-196^{\circ}\text{C}$ . При определении соотношений хрупкой и вязкой составляющих зоны долота и области расщеплений исключались. Для съемки макрофотографий изломов применялась система макросъемки, состоявшая из фотоаппарата Canon EOS 6D с объективом для макросъемки Canon mp-e 65/2,8 1-5x macro, штатива, графического планшета Cintiq 13HD DTK-1300 (Wacom) и коммерчески доступного программного обеспечения для количественной обработки фотографий. На хрупкую и вязкую составляющие изломов наносилась маска, рис. 2.3.

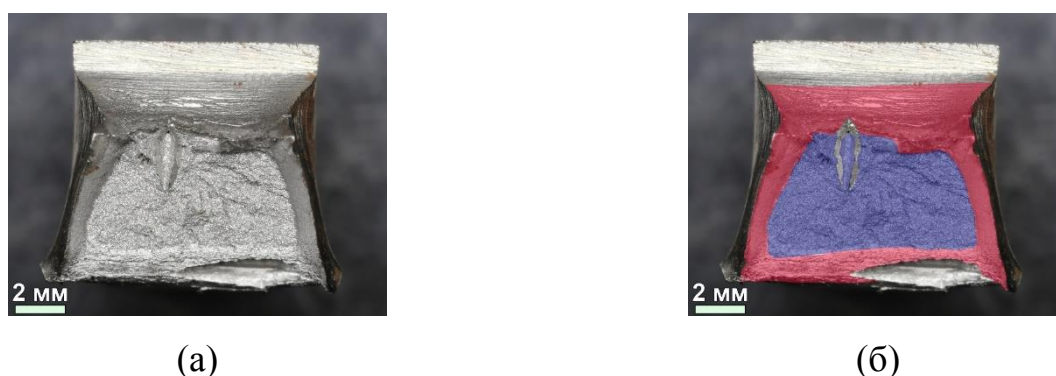


Рисунок 2.3 – Определение долей хрупкой и вязкой составляющих изломов. Макрофотография.: (а) исходная поверхность разрушения; (б) с маской. синий – хрупкая составляющая излома, красный – вязкая.

Определение долей вязкой и хрупкой составляющей проводилось посредством сравнения фактических площадей макроскопических проекций изломов. Микрофрактографический анализ проводился на образцах высоковязкой стали X80 плавки III ТМКП с целью характеристики поверхностей разрушения в области расщеплений. Для получения микрофрактографий изломов использовалась двухлучевая установка CrossBeam 1540 EsB в режиме РЭМ.

## 2.6. Изучение сечений образцов, подвергнутых испытаниям на ударный изгиб

Изучение микротрещин проводили на сечениях стандартных образцов с U-образным надрезом, подвергнутых испытаниям на ударный изгиб, рис. 2.4. Образцы стали 09Г2С плавки II ТУ2 и стали X80 плавки III ТМКП изучались после разрушения ударным изгибом при температуре  $-60^{\circ}\text{C}$  находившейся в интервале В-Х перехода, рис. 2.4 (а). Образцы плавки I ГК изучались после разрушения при температуре  $-196^{\circ}\text{C}$ , находившейся ниже нижнего порога хладноломкости, рис. 2.4 (б).

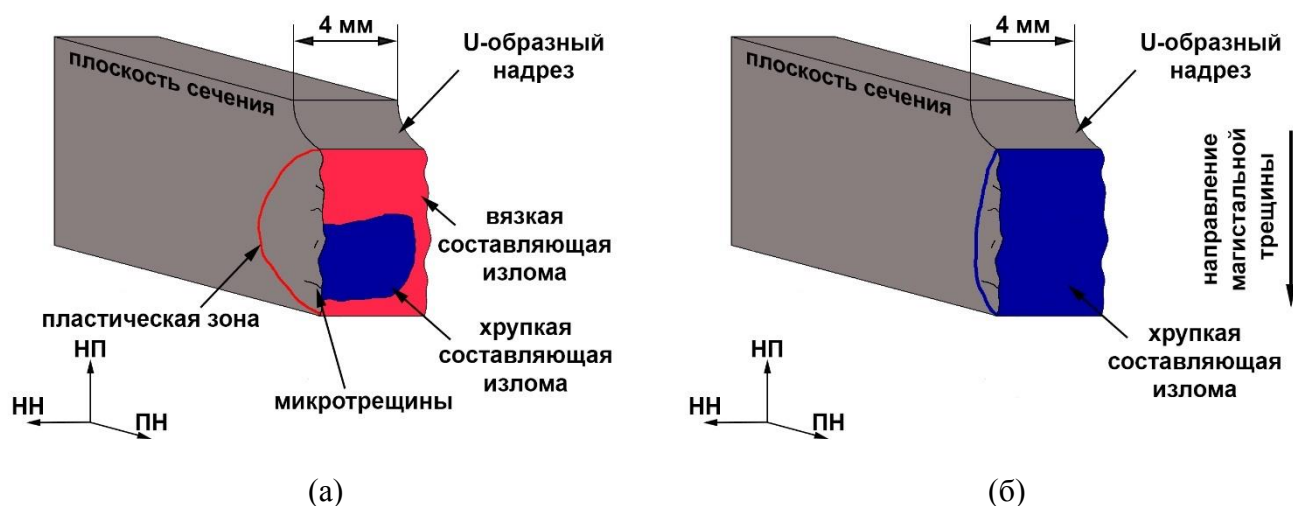


Рисунок 2.4 - Схема раскроя стандартных образцов с U-образным надрезом, разрушенных ударным изгибом: (а) при  $-60^{\circ}\text{C}$  для стали 09Г2С плавки II ТУ2 и стали X80 плавки III ТМКП; (б) при  $-196^{\circ}\text{C}$  для плавки I ГК.

Изучение количественных характеристик и природы микротрещин в металле плавки II ТУ2 проводилось на 6 полностью разрушенных образцах (половины

разрушенных образцов разделялись без значительных усилий) показавших рассеяние минимальных величин ударной вязкости КСУ<sup>-60</sup>.

Для демонстрации природы микротрещин в стали X80 плавки III ТМКП был выбран показавший минимальное значение КСУ<sup>-60</sup> образец, точно расположенный в интервале В-Х перехода.

Металлографические шлифы подготавливались по стандартным методикам. Для снятия поверхностного дефектного слоя на финишной стадии полировки использовалась суспензия коллоидного кремния с размером частиц 0,05 мкм.

## 2.7. Изучение действительной микроструктуры

Для изучения действительной микроструктуры применялась двухлучевая установка CrossBeam 1540 EsB (Carl Zeiss), состоящая из электронной колонны растрового электронного микроскопа (РЭМ) Gemini с катодом полевой эмиссии и колонны фокусированного ионного пучка (ФИП) (Orsay physics). Двухлучевая установка оборудована системой ДОЭ (Oxford Instruments), состоящей из камеры Nordlys S, 4-ех детекторов вперед отраженных электронов и программного обеспечения Aztec 3.1, рис. 2.5.

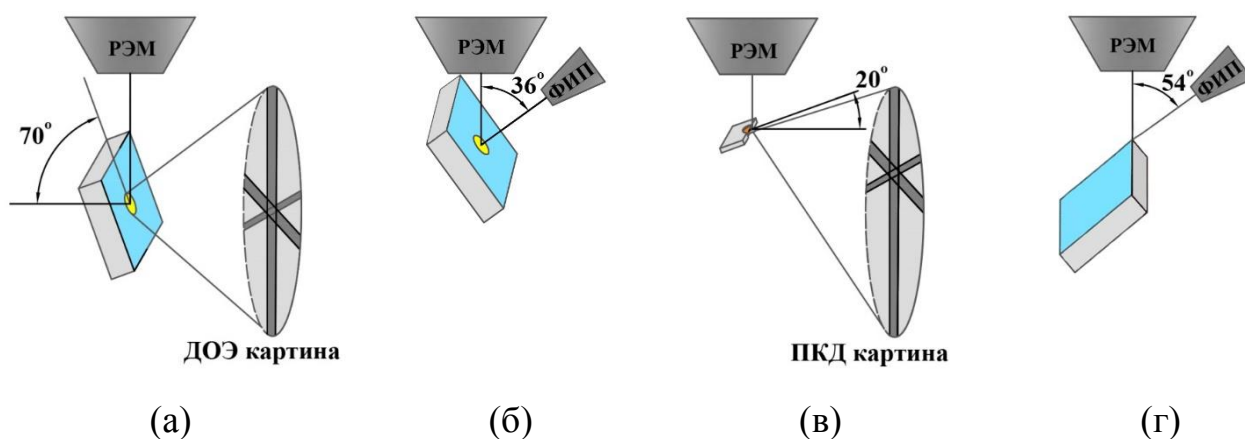


Рисунок 2.5 - Конфигурация двухлучевой системы CrossBeam 1540 EsB: (а) режим ДОЭ/РЭМ/МОК; (б) режим изображений ФИП; (в) режим ПКД; (г) режим травления ФИП при 3-х мерной реконструкции микроструктуры.

### **2.7.1. Режим растровой электронной микроскопии**

Конфигурация двухлучевой установки в режиме растровой электронной микроскопии (РЭМ) представлена на рис. 2.5 (а). В режиме РЭМ для получения микрофотографий был использован детектор вторичных электронов (SE2) и внутрилинзовый детектор вторичных электронов (Inlens). Ускоряющее напряжение в режиме РЭМ составляло 20 кВ, апертура 30 мкм, наклон образца составлял 70° (0° в случае микрофрактографического исследования стали X80 плавки **III ТМКП**).

Для выявления микроструктуры пластических зон металлографические шлифы подвергались травлению ниталом (4% водный раствор HNO<sub>3</sub>). Калибровку увеличения в режиме растровой электронной микроскопии проводили в соответствии с ГОСТ Р 8.636-2007 [134], используя стандартный образец из монокристаллического кремния.

### **2.7.2. Режим получения изображений в фокусированном ионном пучке**

Изучение особенностей микроструктуры и субструктуры осуществлялось в режиме получения изображений в фокусированном ионном пучке (ФИП), рис. 2.5 (б). Сигналом при формировании изображений служат вторичные электроны, возбужденные ионами Ga<sup>+</sup>. Отличием от изображений во вторичных электронах является то, что в режиме ФИП происходит усиление вкладов как композиционного, так и ориентационного компонентов в итоговый сигнал. Данный эффект позволяет отчетливо визуализировать позиции карбидных частиц в микроструктуре. Также к преимуществу метода относится возможность тонкого травления поверхности образца в процессе визуализации микроструктуры. В некоторых случаях такое травление может приводить к деградации микроструктуры. Например, при изучении цементитных выделений в вырожденном перлите применение ФИП режима съемки иногда приводило к их исчезновению. Ускоряющее напряжение в режиме получения изображений ФИП составляло 30 кВ при токе 50 пА, угол наклона образца 54°, рабочее расстояние 4,9 мм.



### **2.7.3. Получение изображений в режиме микроскопии ориентационного контраста**

В случае изучения тонкой структуры вырожденного перлита применялся режим микроскопии ориентационного контраста (МОК), рис. 2.5 (а). Формирование сигнала в таком режиме осуществляется детекторами вперед отраженных электронов. При использовании пары нижних детекторов, как и в случае изображений в ФИП режиме, усиливается ориентационный компонент сигнала. К преимуществам применения такого подхода относится то, что поверхность образца не деградирует (возможно изучение тонких мелкодисперсных выделений), а также удобство получения карт дифракции отраженных электронов без изменения положения образца. Изображения во вперед отраженных электронах по информативности в отношении малых изменений ориентации могут быть более чувствительными, чем карты дифракции отраженных электронов [135]. Ускоряющее напряжение в режиме МОК составляло 20 кВ, в режиме высокого тока («high current»), рабочий отрезок – 15 мм, наклон образца - 70°, апертура - 120 мкм.

### **2.7.4. Изучение микроструктуры методом дифракции отраженных электронов**

Метод дифракции отраженных электронов (ДОЭ) [70-72, 81,82] применяли для изучения микроструктуры и субструктуры сталей, в том числе в области микротрещин, рис. 2.5 (а).

Ускоряющее напряжение в режиме ДОЭ составляло 15 кВ, использовался режим «высокого тока», апертура -120 мкм, рабочий отрезок - 15 мм, наклон образца - 70°. Получение ориентационных карт производилось по квадратному растру с шагом 100-200 нм и коррекцией дрейфа, усреднение сигнала на ДОЭ камере осуществлялось с бинингом 4x4. Области интереса выбирались из 1/3 по толщине листового проката.

Первичная постоперационная обработка ДОЭ данных производилась в программном пакете HKL Channel5 (Oxford Instruments, Великобритания), углубленная в программном пакете Python. В работе использованы следующие методы постобработки кристаллографических данных:

Карты качества изображений Band Slope (BS), характеризующие совершенство кристаллической решетки в каждой точке растра, применялись для визуализации элементов микроструктуры, а также для оценки степени пластической деформации. Темным участкам на ДОЭ картах соответствовала наибольшая концентрация дефектов, наибольшие искажения кристаллической решетки.

Карты в представлении обратной полюсной фигуры (ОПФ) использовали для визуализации ориентации зерен, а также визуализации ориентационных неоднородностей внутри них. Цветовое кодирование таких карт осуществляется в соответствии с основными кристаллографическими направлениями относительно одной из осей образца.

Карты кернеловских средних разориентаций (КСР) использовали для визуализации локальных разориентаций в микроструктуре. Усреднение разориентаций в каждой точке осуществлялось по кернелу 7x7. Отображение локальных разориентаций от 0° (синий) до 2° (красный) осуществлялось в соответствии с градиентной шкалой.

Карты углового отклонения от средней ориентации зерен Grod angle использовали для отображения накопительной природы разориентаций внутри зерен. Отображение отклонений каждой точки зерна от средней ориентации осуществлялось в соответствии с градиентной шкалой от 0° (синий) до 2° (красный).

Карты рассеяния ориентации зерен (РОЗ) использовали для визуализации степени пластической деформации образцов. Карты РОЗ отображают среднюю разориентацию между каждой точкой зерна и средней ориентацией зерна. Каждому зерну в таком случае соответствует одно значение РОЗ. Цветовое кодирование соответствовало градиентной шкале от 0° (синий) до максимального значения РОЗ, которое присутствовало в микроструктуре (красный).

Для устранения ориентационных шумов на ДОЭ картах однократно применяли фильтр Кувахары.

Калибровку ДОЭ детектора осуществляли в соответствии с ISO 24173:2013 по эталонному образцу монокристаллического Si [136].

### 2.7.5. Изучение микроструктуры методом просвечивающей Кикучи дифракции в растровом электронном микроскопе

Особенности строения перлитной составляющей микроструктуры стали 09Г2С плавки I в ГК состоянии изучались методом просвечивающей Кикучи дифракции (ПКД) в растровом электронном микроскопе, рис. 2.5 (в). Угол наклона образца к горизонтали составлял  $20^\circ$ , рабочее расстояние 7 мм. Образцами для ПКД исследования послужили ламели, вырезанные ФИП перпендикулярно плоскости металлографического шлифа, рис. 2.6.

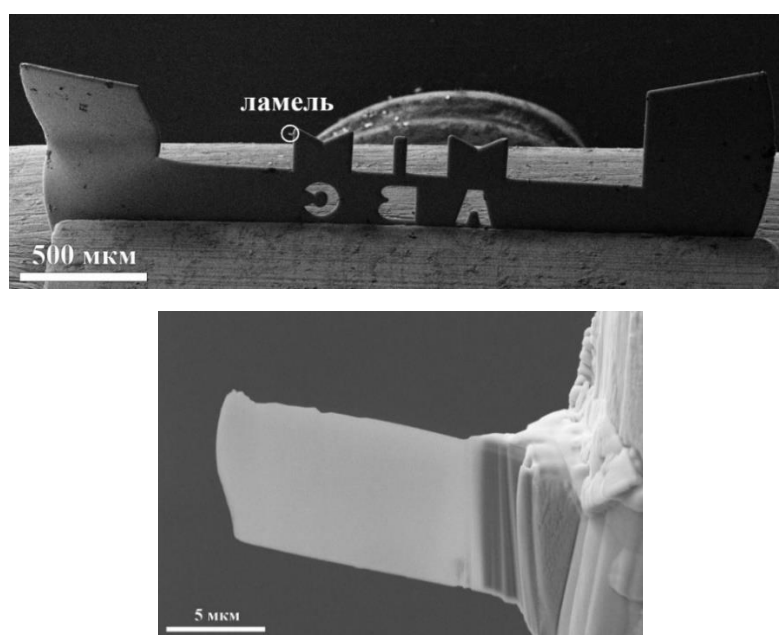


Рисунок 2.6 - Приваренная на медную полусеточку ламель. Вторичные электроны. РЭМ.

Приготовление ламелей осуществлялось в несколько стадий. Ламели вырезались ФИП с ускоряющим напряжением 30 кВ и токах 200 пА – 10 нА, с помощью системы впрыска газа (GIS) приваривались Pt прекурсором к игле микроманипулятора, затем приваривались к медной полусеточке и окончательно утонялись ФИП до состояния электронной прозрачности. В процессе приготовления ламелей наклон образца составлял  $50-58^\circ$ , а рабочий отрезок 4,9 мм. На последней стадии утонения ламелей осуществлялось снятие поверхностного аморфизованного слоя ФИП с ускоряющим напряжением 3 кВ и током 100 Па.

Размер электронно-прозрачной области ламелей составлял 10x15x0.2 мкм. Шаг при построении ПКД карт составил 20 нм, ускоряющее напряжение - 30 кВ растр – квадратный, апертура 60 мкм. Съемка осуществлялась в режиме «высокого тока» с коррекцией дрейфа.

### **2.7.6. Изучение микроструктуры методом 3-х мерной реконструкции**

3-х мерная реконструкция микроструктуры стали 09Г2С плавки I ГК проводилась послойным травлением и съемкой ДОЭ карт методом ФИП/ДОЭ. В положении ФИП, рис. 2.5 (г), травление области микроструктуры осуществлялось по грани образца параллельной пучку ФИП с ускоряющим напряжением 30 кВ и токами 1нА и 200 пА, рабочий отрезок 4,9 мм. В положении ДОЭ, рис. 2.5 (а), ускоряющее напряжение составляло 15 кВ, шаг – 200 нм, бининг 4x4, рабочий отрезок – 15 мм. Съемка ДОЭ карт осуществлялась по квадратному растру с коррекцией дрейфа в режиме «высокого тока». Для сбора кристаллографической информации использовалось программное обеспечение HKL Fast acquisition. Массив корректных данных - 50 слоев, расстояние между слоями по оси Z - 200 нм. Сборка и обработка 3-х мерного массива данных осуществлялась в программном обеспечении HKL 3-d viewer.

### **2.8. Изучение микроструктуры бывшего аустенита**

Изучение микроструктуры бывшего аустенита проводилось на металле плавки I ТУ1, плавки II ТУ2, плавок III ТМКП. Для захвата изображений использовали оптический микроскоп Axioscope A1 (Carl Zeiss), оборудованного цифровой камерой и программным обеспечением Axiovision. Области интереса выбирались из 1/3 листового проката по толщине.

Для выявления микроструктуры бывшего аустенита (высокотемпературной фазы) металлографические шлифы подвергались травлению в нагретом до 90°C насыщенном водном растворе пикриновой кислоты с добавлением 18 мл катион-анионного поверхностно активного вещества лаурилсульфат натрия и 1 мл HCl на

200 мл раствора. Для устранения проявлений действительной микроструктуры применялась финишная полировка с добавлением частиц коллоидного кремния 0,05 мкм. При необходимости процесс травления и полировки многократно повторялся до выявления четкой сетки границ зерен бывшего аустенита. Размер зерен бывшего аустенита определялся посредством нанесения маски границ зерен на оптические микрофотографии.

### **ГЛАВА 3. ИЗУЧЕНИЕ МИКРОСТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ ВЯЗКОСТИ НИЗКОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ В ИНТЕРВАЛЕ ВЯЗКО-ХРУПКОГО ПЕРЕХОДА**

Хорошо известно, что количественные характеристики, определяющие вязкость (ударная вязкость, вязкость разрушения) низколегированных сталей в интервале вязко-хрупкого (В-Х) перехода обнаруживают повышенное рассеяние измеряемых величин [11,20,21,30,137]. Все эти параметры вязкости определяются в результате испытаний макроскопических образцов. Поглощенная энергия при разрушении таких образцов содержит не только и не столько вклад пластической деформации, сопровождающей возникновение и распространение разрушающей трещины, но и пластическую деформацию этих макроскопических образцов, которая происходит до начала разрушения [138]. Анализ факторов, влияющих на испытания образцов посредством ударного изгиба, приводит к выводу о необходимости разработки метода выделения той доли поглощенной энергии, которая приводит к возникновению и распространению разрушающей трещины. В настоящей главе предлагается новый подход к изучению вязкости, основанный на природе рассеяния величин ударной вязкости низколегированных сталей в интервале вязко-хрупкого (В-Х) перехода. Этот подход исходит из полученных ранее результатов многочисленных испытаний на ударный изгиб низколегированных сталей при температурах интервала В-Х перехода и анализа природы микротрещин сопровождающих процесс разрушения номинально идентичных образцов [139,140]. Для выделения пластической деформации, сопровождающей собственно процесс разрушения, предлагается использовать основанный на ДОЭ метод визуализации локальной неоднородности пластической зоны и изучения природы образующихся микротрещин.

### 3.1. Экспериментальное изучение рассеяния значений ударной вязкости низкоуглеродистых низколегированных сталей в интервале вязко-хрупкого перехода

Первая часть подхода, основанная на экспериментальном изучении рассеяния значений ударной вязкости низкоуглеродистых низколегированных сталей в интервале В-Х перехода, рассматривается на примере промышленной плавки II стали 09Г2С с пониженным содержанием S и P в состоянии после термического улучшения ТУ2 (закалки с последующим высоким отпуском). Химический состав, режим изготовления листового проката и термообработки приведены в **Главе 2**, Таблица 2.1, Таблица 2.2.

Испытания на ударный изгиб проводились на стандартных номинально идентичных образцах 10x10x55 мм с U-образной формой надреза для усиления чувствительности по отношению к локальным особенностям микроструктуры ударной вязкости в интервале В-Х перехода. Испытания проводились при температурах от  $-80^{\circ}\text{C}$  до  $20^{\circ}\text{C}$  с интервалом в  $20^{\circ}\text{C}$ . Для получения более достоверных величин ударной вязкости в интервале В-Х перехода при каждой температуре было испытано не менее чем по 50 образцов.

Нахождение образцов в интервале В-Х перехода определялось исходя из характера поверхности разрушения, рис. 3.1.

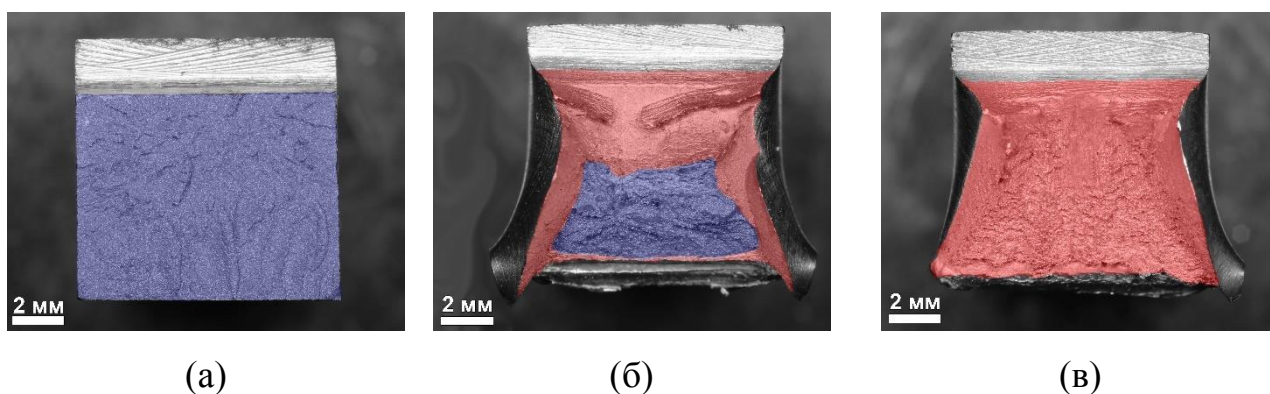


Рисунок 3.1 - Характер поверхности разрушения стандартных образцов с U-образным надрезом. Сталь 09Г2С плавка II ТУ2. Ом.: (а)  $-196^{\circ}\text{C}$ ; (б)  $-60^{\circ}\text{C}$ ; (в)  $20^{\circ}\text{C}$ . Красный - вязкая составляющая излома; синий – хрупкая.

Верхняя полка интервала В-Х перехода (верхний порог хладноломкости) находится в области  $0^{\circ}\text{C}$ . Все образцы, разрушенные при температурах от  $-80^{\circ}\text{C}$  до  $0^{\circ}\text{C}$  проявляли смешанный характер разрушения. При температуре  $20^{\circ}\text{C}$  наблюдалось исключительно вязкое разрушение.

Температурная зависимость ударной вязкости КСУ стали 09Г2С ТУ2 представлена на рис. 3.2, а количественные характеристики ударной вязкости в интервале В-Х перехода приведены в Таблице 3.1.

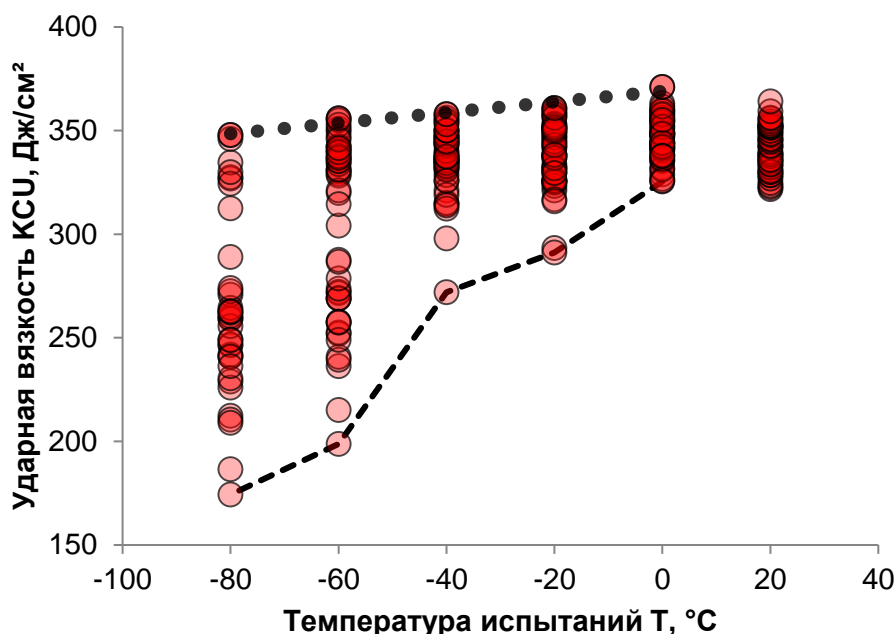


Рисунок 3.2 - Температурная зависимость ударной вязкости КСУ. Сталь 09Г2С плавка II ТУ2.

Интервал В-Х перехода характеризуется повышенным по сравнению со статистическим рассеянием величин ударной вязкости. С уменьшением температуры испытаний наблюдалась двойственность характера снижения значений ударной вязкости. Часто такую двойственность описывают верхней и нижней огибающими. Снижение максимальных значений ударной вязкости с понижением температуры испытаний носило монотонный и практически линейный характер. Снижение минимальных значений выявило наличие двух



участков в интервале В-Х перехода: высокотемпературного – ВТИ и низкотемпературного – НТИ [142].

Таблица 3.1.

Количественные характеристики ударной вязкости КСУ в интервале В-Х перехода.

Температура, °С.	КСУ <sub>ср.</sub> , Дж/см <sup>2</sup>	КСУ <sub>мин.</sub> , Дж/см <sup>2</sup>	КСУ <sub>макс.</sub> , Дж/см <sup>2</sup>	Размах вариации, Дж/см <sup>2</sup>	Участок интервала В-Х перехода
0	346,2	325,4	371,0	45,6	ВТИ
-20	338,1	291,1	360,9	69,8	
-40	335,6	271,9	357,9	86,0	
-60	303,4	198,8	355,8	157,0	НТИ
-80	263,1	174,3	347,9	173,6	

Переход между интервалами имел скачкообразный характер. Визуализировать изменение рассеяния значений позволяет построение температурной зависимости размаха вариации ударной вязкости, рис. 3.3.

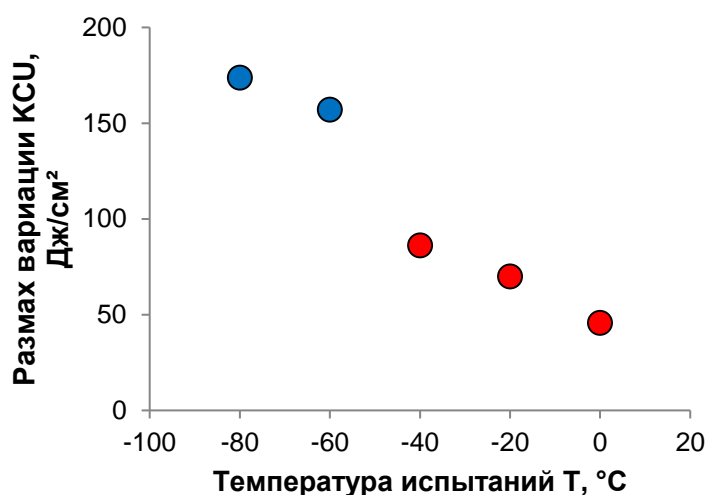


Рисунок 3.3 - Температурная зависимость размаха вариации ударной вязкости КСУ. Сталь 09Г2С плавка II ТУ2. Высокотемпературный интервал ВТИ - красный; низкотемпературный интервал НТИ - синий.

Размах вариации на обоих участках интервала В-Х перехода с уменьшением температуры снижается практически монотонно. При этом как видно из Таблицы 3.1, смена участков В-Х интервала между температурами  $-60^{\circ}\text{C}$  и  $-40^{\circ}\text{C}$  сопровождалась скачкообразным падением размаха вариации КСУ на  $71 \text{ Дж/см}^2$ .

Наличие двух участков интервала В-Х перехода проявляется в различной форме частотных распределений величин ударной вязкости КСУ, рис. 3.4.

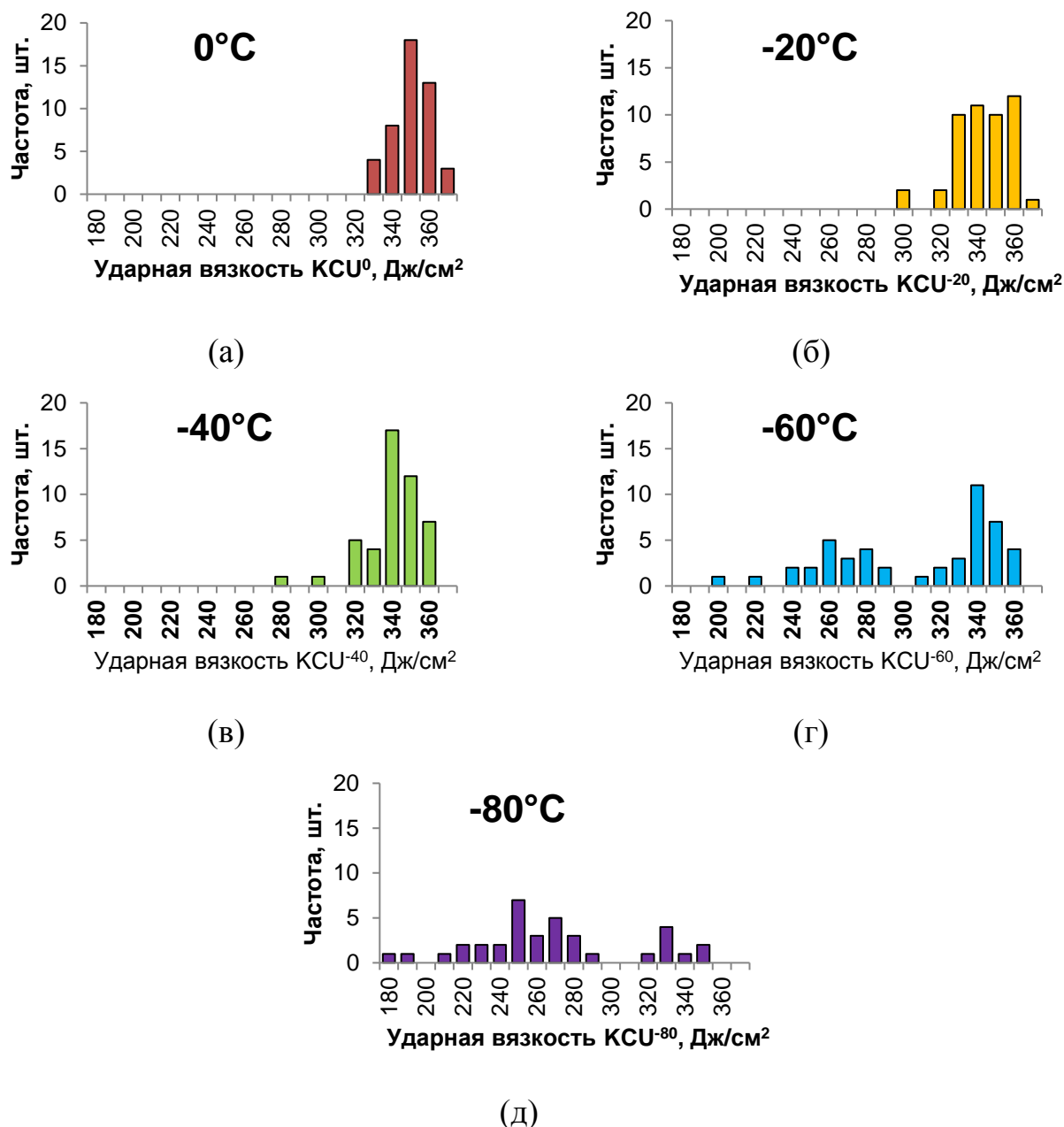


Рисунок 3.4 - Частотные распределения величин ударной вязкости КСУ в интервале В-Х перехода. Сталь 09Г2С плавка II ТУ2.

Высокотемпературный участок ВТІ характеризуется мономодальным распределением величин ударной вязкости, рис. 3.4 (а-в). Доля хрупкой составляющей  $\Phi_{хр.}$  в изломах находилась в интервале 5-15%. На низкотемпературном участке НТІ наблюдается наличие как минимум двух мод в распределениях, рис. 3.4 (г, д). Образование дополнительных мод сопровождалось повышением доли хрупкой составляющей в изломах (при  $-60^{\circ}\text{C}$  появлялась вторая мода  $\Phi_{хр.2} = 15-40\%$ , рис. 3.4 (г)). Из вышеописанного следует, что рассеяние величин ударной вязкости в интервале В-Х перехода вызвано возрастанием вклада хрупкого механизма разрушения при образовании смешанных изломов [139].

### **3.2. Изучение природы и количественных характеристик микротрещин, сопровождающих разрушение ударным изгибом в интервале вязко-хрупкого перехода**

Характерной особенностью, позволяющей связать механизм повышенного рассеяния величин ударной вязкости при разрушении образцов в интервале В-Х перехода с локальными особенностями микроструктуры конкретных образцов, является образование микротрещин.

Вторая часть подхода основана на экспериментальном изучении механизмов разрушения при испытаниях на ударный изгиб в интервале В-Х перехода посредством анализа природы и количественных характеристик микротрещин.

Для этих целей выбирались только разрушенные при температуре  $-60^{\circ}\text{C}$  образцы плавки II стали 09Г2С ТУ2, точно находящиеся в интервале В-Х перехода. Изучению подверглись шесть полностью разрушенных (разделившихся пополам после испытаний на ударный изгиб без каких-либо дополнительных усилий) стандартных образца с U-образным надрезом, показавших рассеяние величин ударной вязкости  $KCU^{-60}$ . Макрофрактографический анализ поверхностей разрушения показал наличие как вязкой, так и хрупкой составляющих, рис. 3.5.

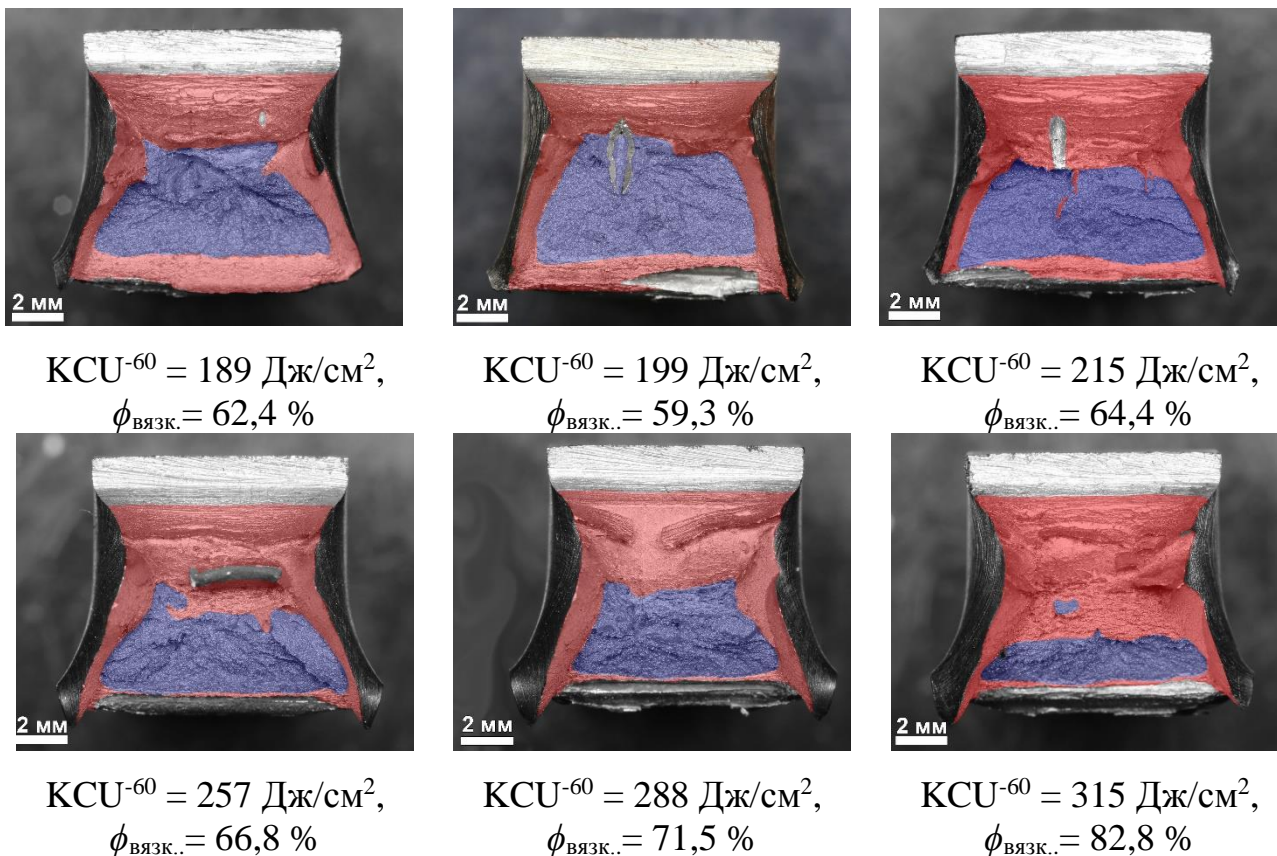


Рисунок 3.5 – Макрофотографический анализ поверхностей разрушения образцов, показавших рассеяние величин ударной вязкости  $KCU^{-60}$ . ОМ. Сталь 09Г2С плавка II ТУ2.

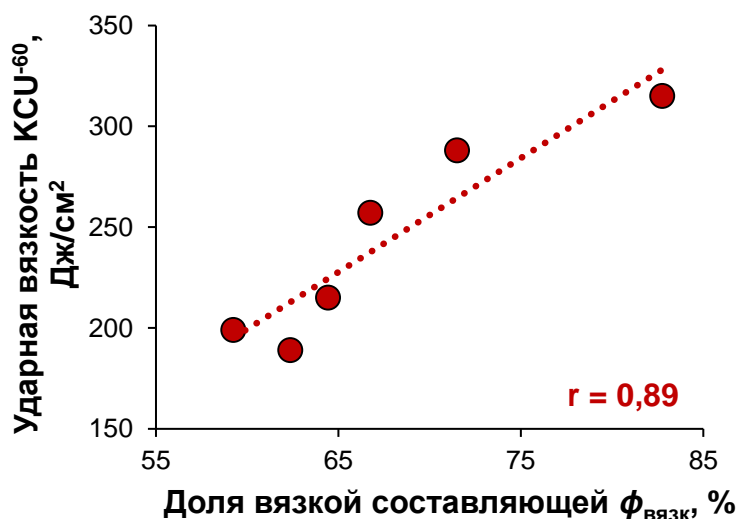


Рисунок 3.6 – Соотношение доли вязкой составляющей и величины ударной вязкости конкретных образцов  $KCU^{-60}$ . Сталь 09Г2С плавка II ТУ2.

Доля вязкой составляющей в изломах коррелировала с величиной ударной вязкости ( $r = 0,89 > 0,87$ ,  $P=0,99$ ,  $f=5$ ), рис. 3.6.

Схема приготовления металлографических шлифов из сечений разрушенных образцов показана на рис. 3.7.

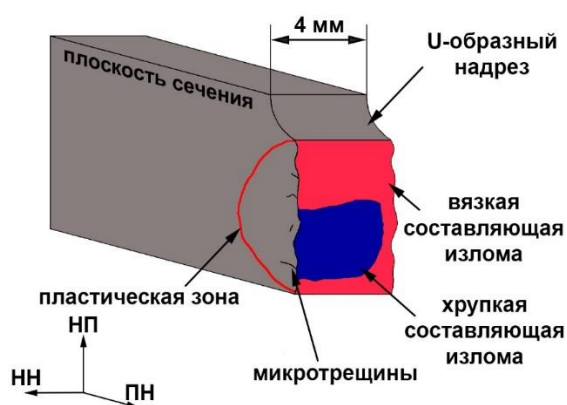


Рисунок 3.7 - Схема приготовления сечений стандартных ударных образцов 10x10x55 мм с U-образным надрезом, подвергнутых разрушению в интервале В-Х перехода.

Основной особенностью разрушения сталей в интервале В-Х перехода помимо смешанного характера разрушения является наличие микротрещин, рис. 3.8. Такие микротрещины могут наблюдаться как в областях, граничащих с поверхностью разрушения (ответвления от магистральной макротрещины), так и под поверхностью разрушения (остаточные микротрещины). В отличие от результатов, представленных в работе [143], в изученных образцах наблюдали микротрещины как в областях хрупкого, так и вязкого разрушения.

С методологической точки зрения новизной настоящего подхода является определение количественных характеристик всех микротрещин в сечении каждого из изученных образцов, вне зависимости от их расположения относительно магистральной макротрещины, с целью оценки локальной пластичности стали.

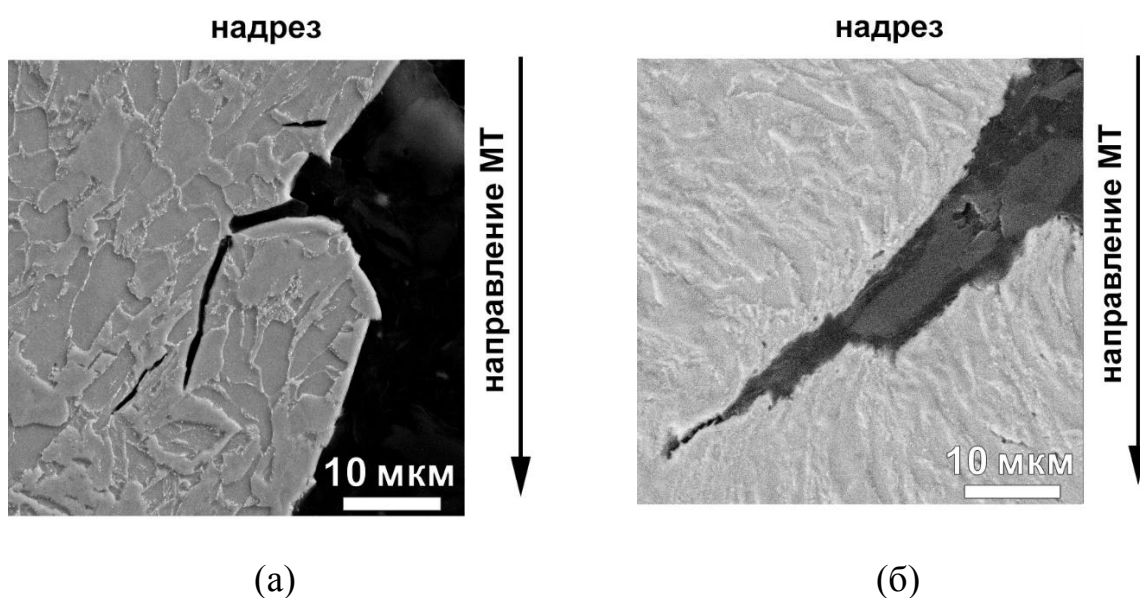


Рисунок 3.8 - Микротрещины, сопровождающие ударное разрушение в интервале В-Х перехода. Сталь 09Г2С плавка II ТУ2. Температура испытаний  $-60^{\circ}\text{C}$ .: (а) в области хрупкой составляющей излома; (б) в области вязкой составляющей излома.

В Таблице 3.2 и на рис. 3.9 приведены результаты количественной оценки распространенных характеристик микротрещин: количества микротрещин (а), средней (б) и максимальной (в) длины микротрещин.

Таблица 3.2.

Результаты количественного определения характеристик микротрещин.

Образец	Ударная вязкость КСУ <sup>-60</sup> , Дж/см <sup>2</sup>	Количество, шт.	Средняя длина, мкм	Макс. длина, мкм	Суммарная длина, мкм
1	189	95	9,5	84	890
2	199	136	11	47	1430
3	215	129	14	156	1835
4	257	133	10	48	1295
5	288	122	12	74	1491
6	315	151	16	270	2405

В отличие от предыдущих исследований [22,24,25], в настоящей работе не наблюдается отчетливой зависимости между значениями ударной вязкости и абсолютными значениями распространенных количественных характеристик микротрещин. Более универсальной количественной характеристикой, описывающей вклад всех микротрещин в работу поглощенной энергии удара, может являться суммарная длина всех микротрещин сечения, рис. 3.9 (г).

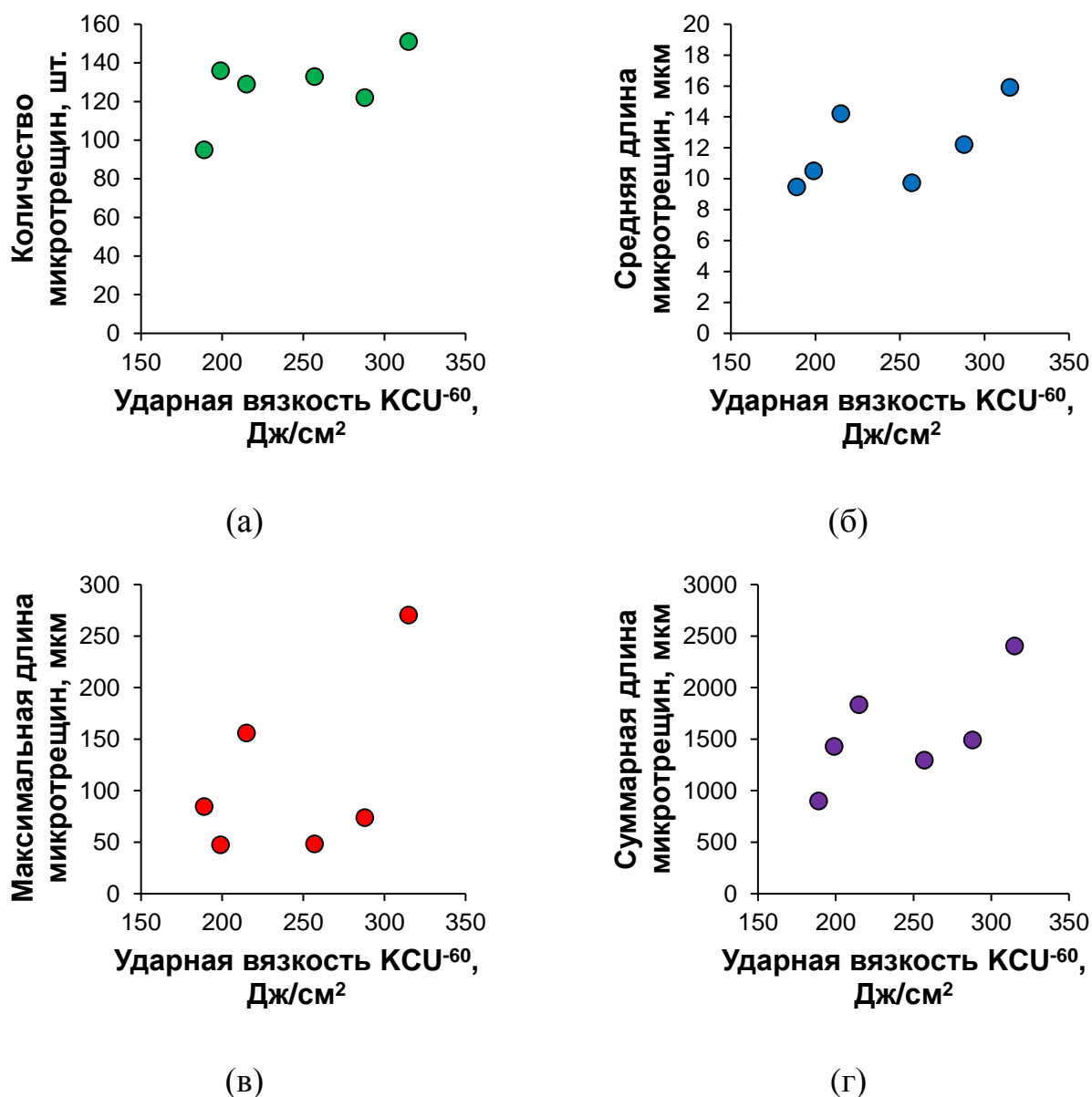


Рисунок 3.9 - Соотношения характеристика микротрещин – ударная вязкость КСУ-60. Сталь 09Г2С плавка II ТУ2: (а) средняя длина; (б) количество; (в) максимальная длина; (г) суммарная длина.

Корреляционной связи выявить не удалось, однако суммарная длина микротрещин показала нелинейный характер роста с увеличением значений ударной вязкости. Как видно из описанных выше результатов, рассмотрение соотношений ударной вязкости и параметров микротрещин без учета природы последних не позволяет сделать однозначного вывода о роли микротрещин в процессе разрушения ударных образцов.

Возможной причиной этого является двойственность природы микротрещин. Согласно [138], основное отличие хрупкого разрушения от вязкого состоит в количестве попутно поглощенной работы пластической деформации, которая при вязком разрушении на порядки величин превышает аналогичную характеристику в случае хрупкого разрушения. Хрупкое разрушение зарождается от одного очага и распространяется непрерывно от фасетки к фасетке. В отличие от хрупкого, для вязкого разрушения характерно непрерывное зарождение множества очагов в поле пластической деформации, которое передвигается вместе с растущей макротрещиной. Пластическое течение в металлических материалах возможно при напряжениях, которые значительно ниже напряжения скола. Поэтому в металлических материалах возможен рост вязкой трещины, и только в поле напряжений, создаваемой вязкой трещиной, возможен скол. При распространении вязкой трещины работа пластической деформации совершается в слое гораздо большей толщины, чем необходимо для самого элементарного акта разрушения, так как для последнего необязательно пластическое течение. Поскольку при пластической деформации объем материала сохраняется, смещение берегов образовавшейся макротрещины приводит к возникновению напряжений и образованию пластически деформированной зоны.

При таком подходе основным диагностическим признаком, позволяющим отличить вязкую трещину от хрупкой, является наличие следов пластической деформации в слоях металла, примыкающих к макроскопической трещине. В дополнение к общепринятым характеристикам микротрещин (форма траектории, место зарождения, острота вершины) для оценки их природы был использован



критерий степени пластической деформации по берегам микротрещин, выявленный в работе [140] посредством применения ДОЭ.

Принцип разделения микротрещин на хрупкие и вязкие представлен на рис. 3.10-3.12. Для сравнения также представлена область микроструктуры в исходном состоянии, которая не была подвергнута пластической деформации, рис. 3.13. Результаты оценки размеров зерен и разброса ориентации зерен (РОЗ) в областях металла по берегам микротрещин представлены в Таблице 3.3.

Микроструктура пластической зоны под хрупкой составляющей излома, содержащая оба типа микротрещин (остаточные и ответвления), представлена на рис. 3.10 и рис. 3.11 соответственно. Микротрещины под хрупкой составляющей излома проявляют прямую траекторию распространения и наличие острых вершин, рис. 3.10 (а), рис. 3.11 (а).

Таблица 3.3.

Результаты оценки размера зерен и разброса ориентации зерен (РОЗ) в области микротрещин.

Область интереса	Тип микротрещины	Размер зерен, мкм	Средний РОЗ, град.
Под хрупкой составляющей излома	Ответвление от магистральной макротрещины	7,6	6,9
	Остаточная	7,5	6,0
Под вязкой составляющей излома	Ответвление от магистральной макротрещины	4,3	11,1
Исходная (недеформированная) микроструктура	Нет микротрещин	7,9	2,6

Небольшое снижение параметра качества ДОЭ картин BS под хрупкой составляющей излома, рис. 3.10 (а), рис. 3.11 (а), по отношению к исходному состоянию, рис. 3.13 (а), указывает на низкую степень предшествующей разрушению пластической деформации. Из карт ОПФ видно, что наблюдаемые микротрещины имели транскристаллитный характер, рис. 3.10 (б), рис. 3.11 (б).

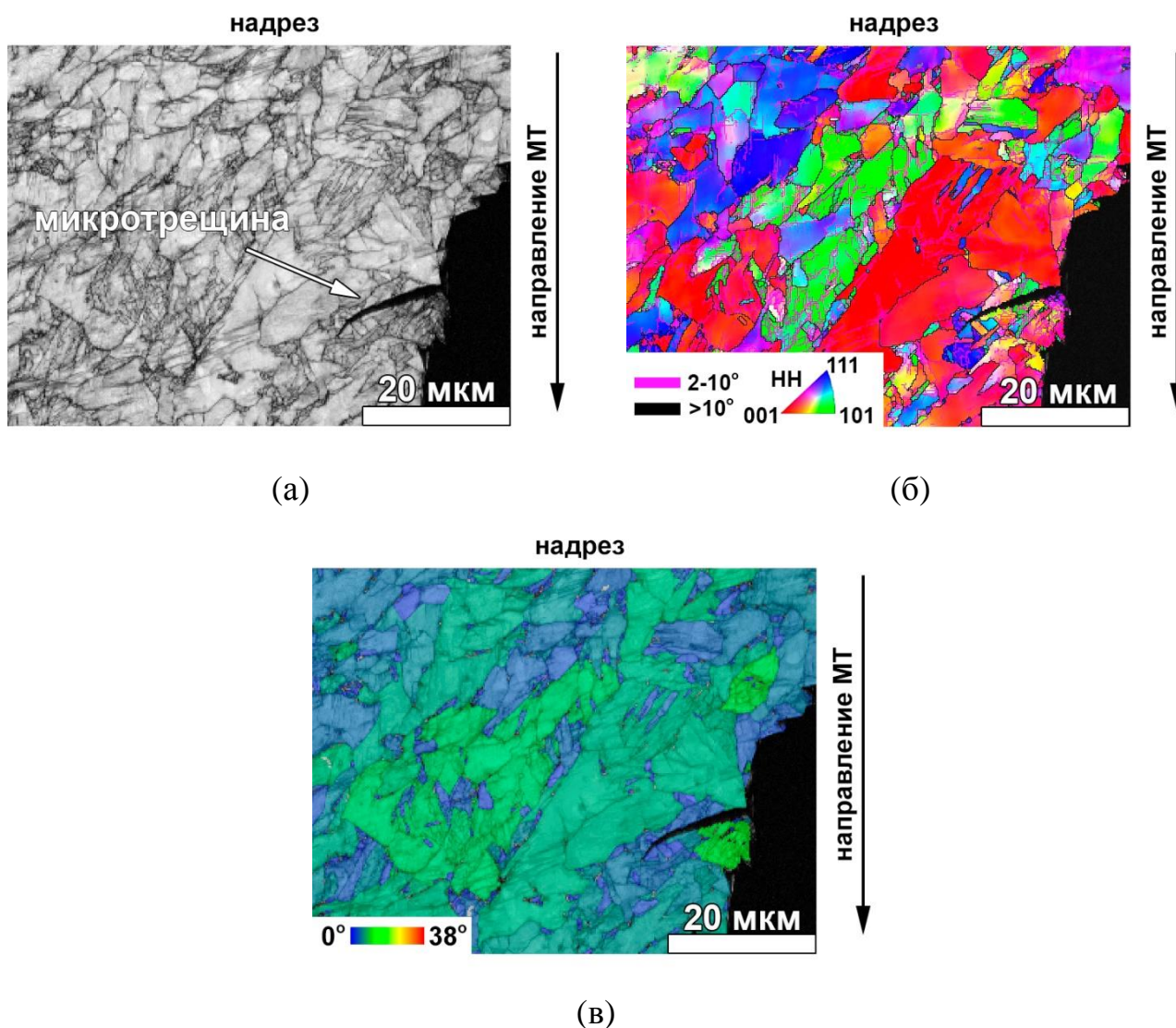


Рисунок 3.10 - микроструктура в области хрупкой составляющей излома, содержащая микротрещину-ответвление от магистральной макротрещины. Образец с U-образным надрезом, разрушенный ударным изгибом при  $-60^{\circ}\text{C}$ . Сталь 09Г2С плавка II ТУ2. ДОЭ.: (а) BS; (б) ОПФ; (в) РОЗ.

Низкая степень пластической деформации также подтверждается практически неизменившимся размером зерен под действием предшествующей разрушению пластической деформации (7,5 мкм и 7,9 мкм в исходном состоянии). Области, содержавшие ответвления от магистральной макротрещины показывают большую степень пластической деформации по сравнению с областями, содержавшими остаточные микротрещины. Сравнительная оценка степени пластической деформации была осуществлена по картам РОЗ, рис. 3.10 (в), рис. 3.11 (в).

Величина РОЗ в областях под хрупкой составляющей изломов была приблизительно в 3 раза больше, чем в исходном состоянии ( $2.6^\circ$ ) и составляла  $6-7^\circ$ . Основываясь на результатах ДОЭ исследования природы микротрещин, в дальнейшем все микротрещины, возникшие в области хрупкого разрушения, рассматриваются в качестве хрупких. Механизмом образования хрупких микротрещин является разрушение сколом.

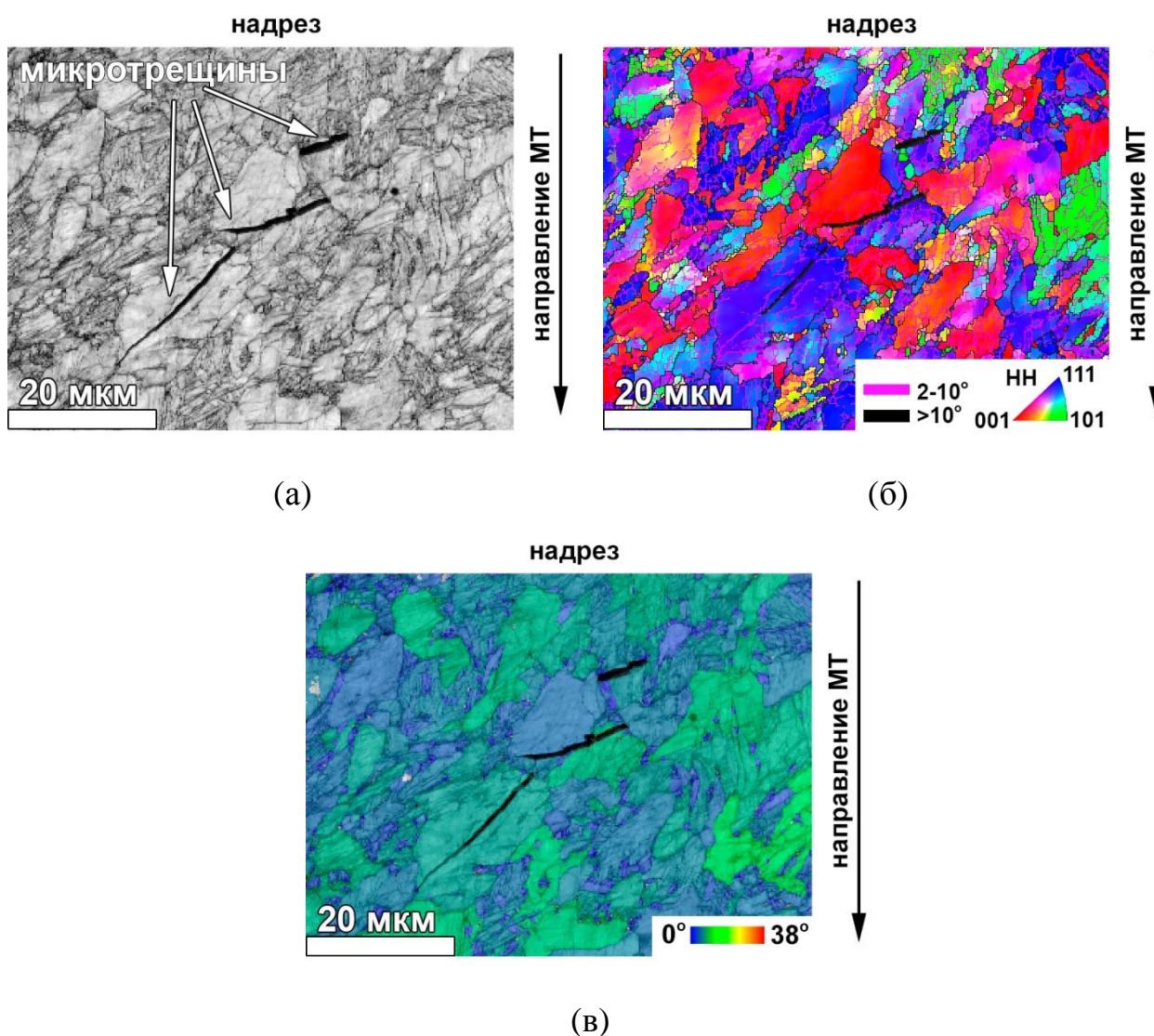


Рисунок 3.11 - Микроструктура в области хрупкой составляющей излома, содержащая остаточные микротрещины. Образец с U-образным надрезом, разрушенный ударным изгибом при  $-60^\circ\text{C}$ . Сталь 09Г2С ТУ2. ДОЭ.: (а) BS; (б) ОПФ; (в) РОЗ.

Микроструктура пластической зоны в области вязкой составляющей излома, содержащая микротрещину, показана на рис. 3.12.

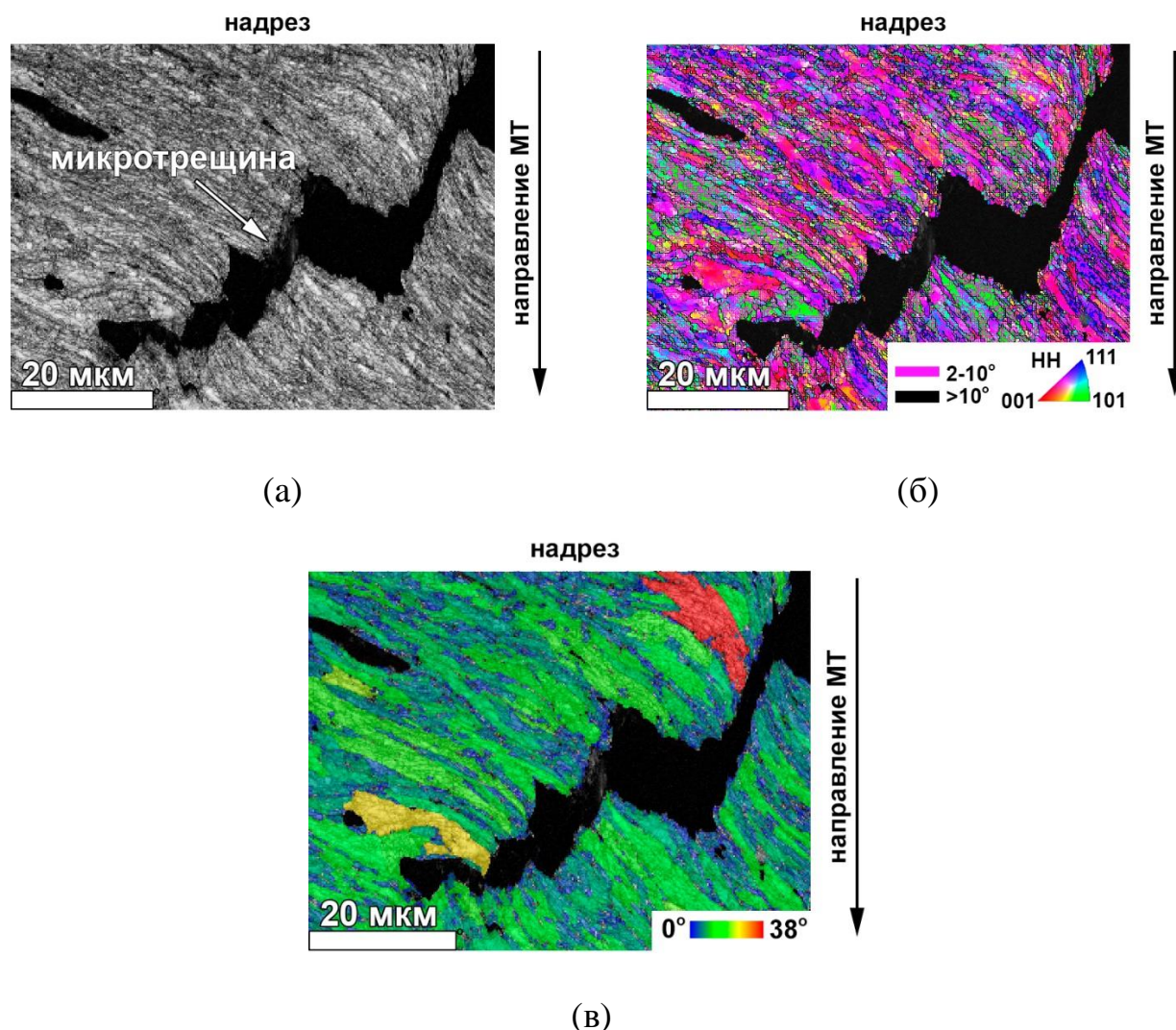
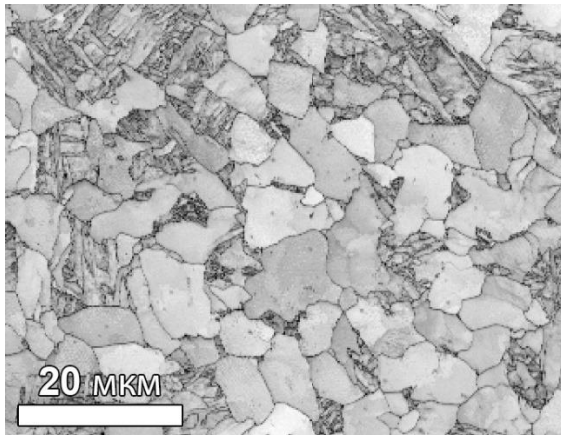
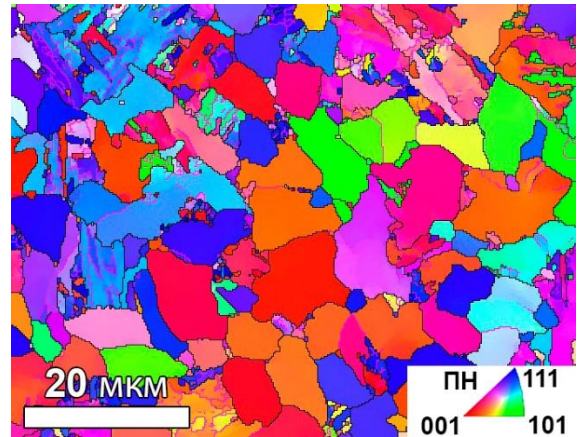


Рисунок 3.12 - Микроструктура в области вязкой составляющей излома, содержащая микротрещину-ответвление от магистральной макротрещины. Образец с U-образным надрезом, разрушенный ударным изгибом при  $-60^{\circ}\text{C}$ . Сталь 09Г2С плавка II ТУ2. ДООЭ.: (а) BS; (б) ОПФ; (в) РОЗ.

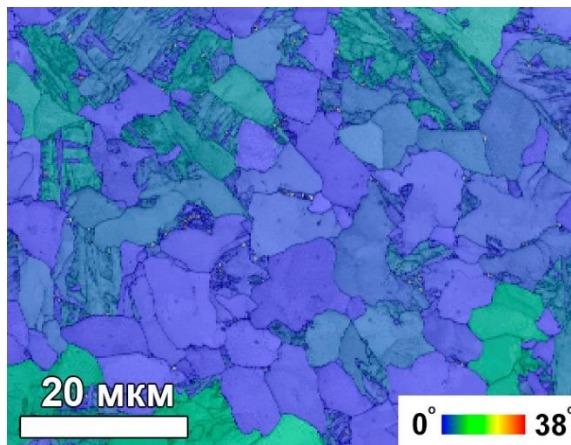
Микротрещины под вязкой составляющей изломов образуются как ответвления от магистральной макротрещины. Вершины таких микротрещин затуплены, рис. 3.12 (а). Представленная микротрещина имеет зигзагообразную траекторию распространения. В отличие от представленного, в некоторых случаях траектории микротрещин могут быть практически прямыми, а вершины незатупленными.



(а)



(б)



(в)

Рисунок 3.13 - Исходная микроструктура недеформированного образца. Сталь 09Г2С плавка II ТУ2. ДОЭ.: (а) BS; (б) ОПФ; (в) РОЗ.

Однако, природу таких микротрещин всегда определяет высокая степень пластической деформации микроструктуры по ее берегам. Подтверждением этому служит низкое качество ДОЭ картин в области вязкой составляющей излома, что приводит к низкой степени индексации (вплоть до 50% неиндексированных точек). Из карт ОПФ на рис. 3.12 (б) отчетливо видно, что микроструктура выглядит полностью измененной как по сравнению с исходной микроструктурой, рис. 3.13 (б), так и с микроструктурой под хрупкой составляющей излома, рис. 3.10 (б). Зерна сильно вытянуты и субструктурированы. Средний размер зерна в такой микроструктуре существенно измельчен и составляет около половины от исходного (4,3 мкм). Высокая степень пластической деформации визуализируется

на картах РОЗ, рис. 3.12 (в). В микроструктуре присутствуют зерна с РОЗ 20-38°, в то время как средние значения характеристики были в 4 раза больше, чем для исходного состояния (11,1° по сравнению с 2,6° в исходном), Таблица 3.3.

Из результатов анализа ДОЭ данных следует, что на образование микротрещин под вязкой составляющей смешанных изломов затрачивается значительная работа разрушения. Из этого следует, что такие микротрещины образуются по механизму вязкого отрыва [144], поэтому в настоящей работе будут рассматриваться как вязкие.

На рис. 3.14, рис. 3.15 и в Таблице 3.4 представлены соотношения ударная вязкость – суммарная длина микротрещин с учетом их природы. С увеличением величин ударной вязкости конкретных образцов абсолютные значения суммарной длины вязких микротрещин возрастали практически линейно ( $r = 0,95 > 0,87$ ,  $P = 0,99$ ,  $f = 5$ ), рис. 3.14. В свою очередь выявить корреляцию абсолютных значений суммарной длины хрупких микротрещин не удалось ( $r = 0,67 < 0,75$ ,  $P = 0,95$ ,  $f = 5$ ). Это явление объясняется изменчивостью видимой траектории микротрещин в зависимости от выбранного сечения.

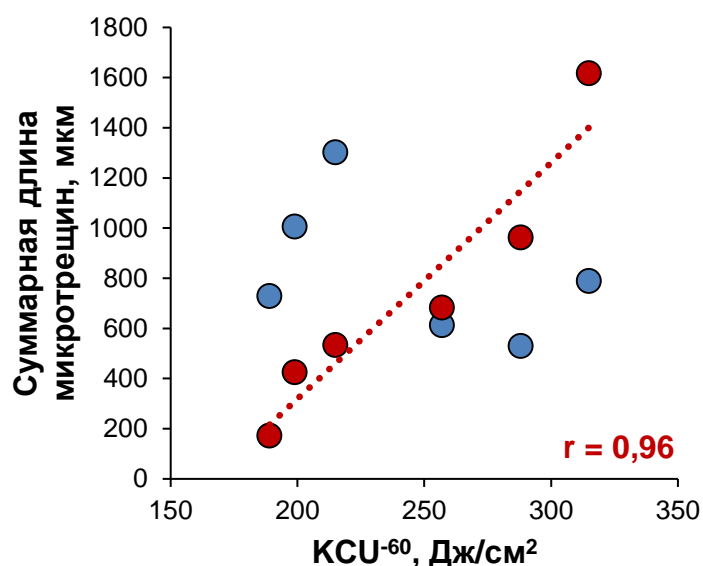


Рисунок 3.14 – Соотношение суммарной длины микротрещин и величины ударной вязкости  $КСУ^{-60}$  конкретных образцов. Сталь 09Г2С плавка II ТУ2.: красный – вязкие микротрещины; синий – хрупкие микротрещины.

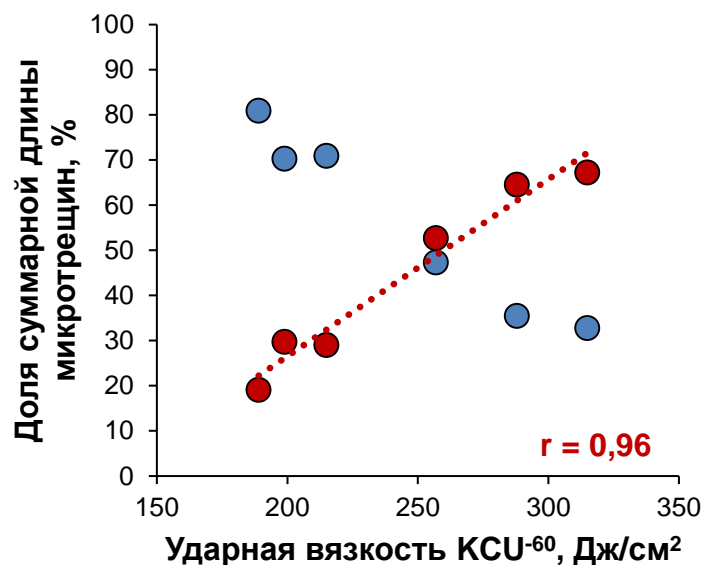


Рисунок 3.15 – Соотношение доли суммарной длины микротрещин и величины ударной вязкости КСУ<sup>-60</sup> образца. Сталь 09Г2С плавка II ТУ2.: красный – вязкие микротрещины; синий – хрупкие микротрещины.

Таблица 3.4.

Результаты количественной оценки параметров микротрещин, с учетом их природы.

Образец	Ударная вязкость, Дж/см <sup>2</sup>	Суммарная длина хрупких микротрещин, мкм	Суммарная длина вязких микротрещин, мкм	Доля суммарной длины хрупких микротрещин, %	Доля суммарной длины вязких микротрещин, %
1	189	728,2	171,7	80,9	19,1
2	199	1005,0	425,2	70,3	29,7
3	215	1301,8	533,3	70,9	29,1
4	257	612,6	682,0	47,3	52,7
5	288	529,0	962,3	35,5	64,5
6	315	787,9	1616,7	32,8	67,2

Построение соотношений в относительных величинах позволило нивелировать изменчивость количества микротрещин в зависимости от рассмотренного случайного сечения образца, рис. 3.15. Установлено, что величина ударной

вязкости линейно зависит от суммарной длины вязких и хрупких микротрещин в интервале В-Х перехода. А корреляция наблюдается как для доли суммарной длины вязких, так и хрупких микротрещин ( $r = 0,96 > 0,87$ ,  $P = 0,99$ ,  $f = 5$ ). Основываясь на сопоставлении коэффициентов корреляции, рис. 3.6, рис. 3.15, можно сделать вывод о том, что зависимость доли суммарной длины микротрещин от величины ударной вязкости  $KCU^{-60}$  более сильная, чем зависимость ударной вязкости от доли вязкой составляющей изломов.

Соотношение между долями суммарных длин хрупких и вязких микротрещин и долями вязкой составляющей в изломах конкретных образцов представлено на рис. 3.16.

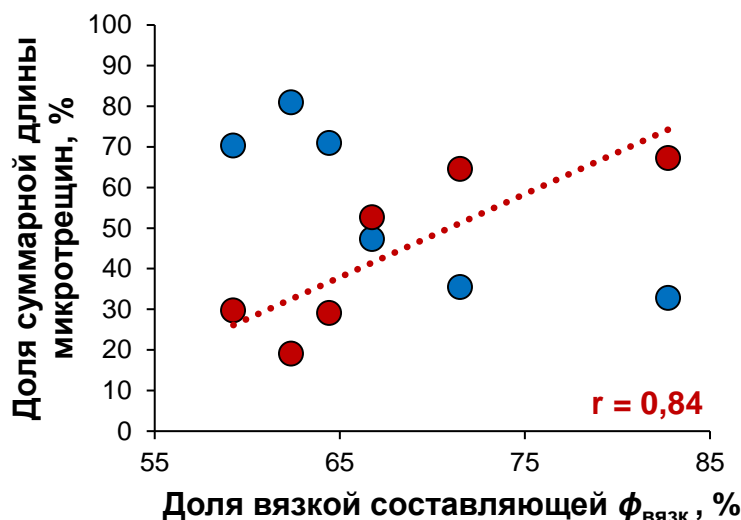


Рисунок 3.16 – Корреляционная зависимость доли суммарной длины микротрещин от доли вязкой составляющей в изломах образцов, разрушенных в интервале В-Х перехода ударным изгибом. Сталь 09Г2С ТУ2.: красный – вязкие микротрещины; синий – хрупкие микротрещины.

С увеличением доли вязкой составляющей изломов увеличивается суммарная длина вязких микротрещин и снижается суммарная длина хрупких микротрещин. Однако выявленная корреляция более слабая по сравнению с корреляцией долей суммарных длин вязких/хрупких микротрещин и ударной вязкости ( $r = 0,84 > 0,75$ ,  $P = 0,99$ ,  $f = 5$ ).



### **3.3. Новый подход к изучению вязкости, основанный на природе рассеяния значений ударной вязкости низкоуглеродистых низколегированных сталей в интервале вязко-хрупкого перехода**

Предлагаемый подход к изучению вязкости в интервале В-Х перехода низкоуглеродистых низколегированных сталей сочетает в себе анализ результатов экспериментального построения температурной зависимости ударной вязкости на основе множественных испытаний номинально идентичных образцов на ударный изгиб и количественную оценку суммарной длины микротрещин различной природы в сечениях изломов образцов, разрушенных в интервале В-Х перехода.

Таким образом, на основании корреляции величин ударной вязкости и суммарной длины вязких микротрещин, предлагается считать установленным факт того, что причиной различных величин поглощенной энергии конкретных образцов, разрушенных при одной и той же температуре испытаний, является образование позиций пониженной вязкости. Однако, величина ударной вязкости конкретного образца необязательно однозначно связана с температурой испытаний. Это указывает на то, что вязкость образца обусловлена локальными особенностями  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения.

Принимая во внимание вышесказанное, общая картина разрушения ударным изгибом образцов в интервале В-Х перехода представляется следующей.

Экспериментально полученные максимальные величины ударной вязкости, характеризующиеся верхней огибающей, выражают полный ресурс вязкости. Верхняя огибающая температурной зависимости ударной вязкости в интервале В-Х перехода определяет достижимый при данном химическом составе уровень вязкости ферритной матрицы низколегированной стали (с бездефектной, либо с наиболее совершенной из возможных структурой) при каждой из температур испытаний. Полный ресурс вязкости снижается монотонно с понижением температуры испытаний в интервале В-Х перехода. Пониженные по сравнению с этим величины вязкости связаны с возникновением микротрещин хрупкого скола. С другой стороны, минимальные значения ударной вязкости, характеризующиеся нижней огибающей, предлагается рассматривать как вязкость, вызванную

преждевременным разрушением. Эти значения вязкости определяют практическую применимость стали как надежного конструкционного материала.

Возникновение двух частей интервала В-Х перехода связано с появлением аномально низких значений ударной вязкости. Преждевременное разрушение возникает еще до исчерпания полного ресурса вязкости в результате ускоренного зарождения и распространения микротрещин скола. Следствием этого является тот факт, что в интервале В-Х перехода при каждой температуре испытаний в номинально идентичных образцах наблюдаются различные величины напряжений скола. Хотя способность к хрупкому разрушению очень чувствительна к локальным особенностям микроструктуры, рассеяние значений ударной вязкости контролируется не только дефектами и дисперсностью составляющих микроструктуры. Независимо от роли карбидной составляющей и границ микроструктуры, некоторое количество предварительной пластической деформации требуется для зарождения хрупкого скола, рис. 3.10 и рис. 3.11.

Разрушение сколом обычно рассматривается как статистическое явление [145]. Однако концепции, описывающие источники транскристаллитного разрушения сколом, представляются не вполне отчетливыми. Как следует из полученных в настоящем исследовании результатов рассеяние величин ударной вязкости определяется изменениями локальной пластичности феррита, вызванными предварительной или сопровождающей процесс зарождения хрупкого скола пластической деформацией. Применение метода ДОЭ позволило визуализировать различия в пластической зоне под хрупкой и вязкой составляющими смешанного излома, тем самым разделив деформацию сопровождающую разрушение (связанную с образованием локальных участков пластической зоны с повышенной и пониженной вязкостью) от деформации предшествующей разрушению (связанную с изгибом образца), рис. 3.17 [140].

Различия микроструктуры под хрупкой и вязкой составляющими смешанных изломов указывают на то, что в одном и том же образце могут присутствовать области с пониженной и повышенной пластичностью. Причины возникновения микрообъемов металла с повышенной и пониженной пластичностью остаются

неизвестными и требуют дальнейшего изучения локальной неоднородности распределения химического состава, микроструктуры и механических свойств на более глубинном уровне с применением высокоразрешающих методов исследований (например, методов аналитической просвечивающей микроскопии, атомно-зондовой томографии и наноиндентирования).

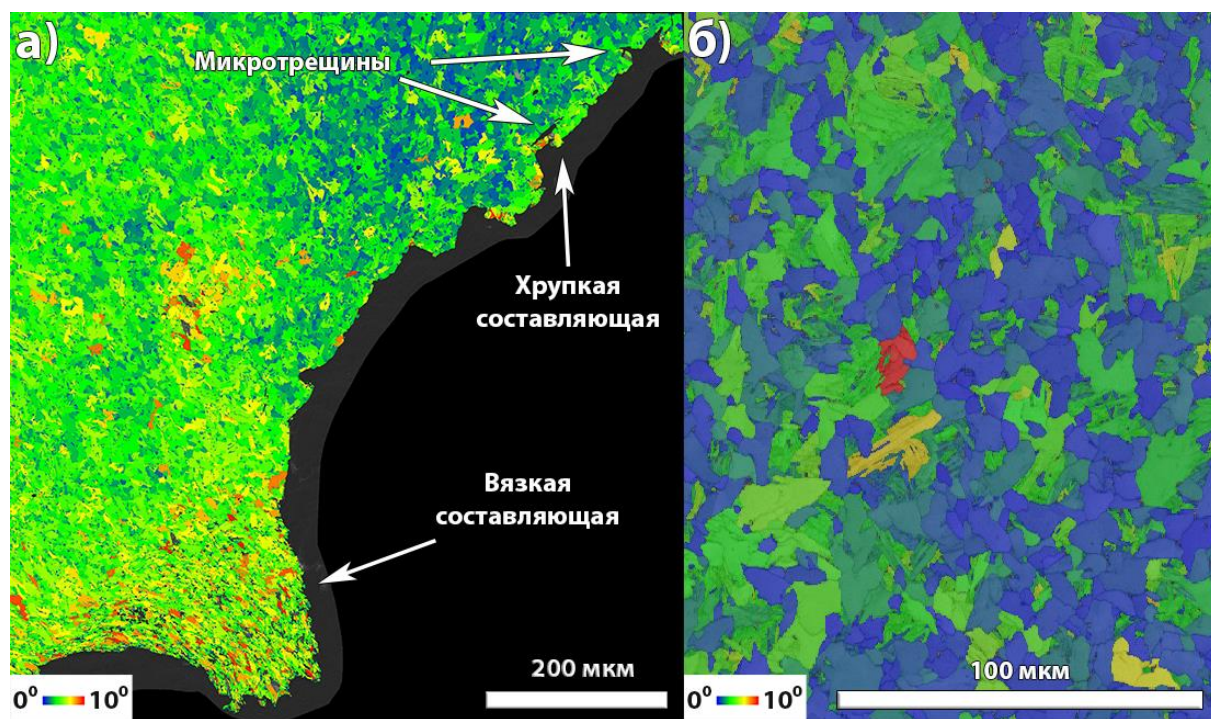


Рисунок 3.17 - Карта разброса ориентации зерен (РОЗ). Сталь 09Г2С плавка II ТУ2. ДОЭ: (а) Пластическая зона вблизи поверхности разрушения; (б) исходная микроструктура [140].

Возникновение микротрещин скола предопределяет механизм разрушения феррит-содержащих сталей в интервале В-Х перехода. Распространение магистральной макротрещины происходит в два этапа. На первом этапе в результате опережающего образования микротрещин скола в поле напряжений магистральной макротрещины происходит образование скрытых микрообъемов металла, связанных между собой перемычками. Вторая стадия разрушения происходит в условиях присутствия рассеянных в микроструктуре разрушенных сколом микрообъемов металла. Магистральная макротрещина распространяется,

отбирая наиболее выгодную с энергетической точки зрения траекторию, на которую затрачивается минимальное количество работы. Поэтому часть образовавшихся микротрещин скола, в зависимости от расположения по отношению к магистральной макротрещине, включаются в траекторию ее распространения. Завершение разрушения происходит посредством разрушения перемычек между хрупкими микротрещинами по вязкому механизму. В результате реализации такого механизма возникают смешанные изломы в интервале перехода от хрупкого к вязкому разрушению. Из-за различий микроструктуры номинально идентичных образцов суммарная длина как вязких, так и хрупких микротрещин оказывается различной, что приводит к образованию рассеяния значений ударной вязкости. Чем больше хрупких микротрещин включается в траекторию распространения магистральной макротрещины, тем меньшую поглощенную энергию показывает образец.

### **3.4. Выводы по Главе 3**

На основе изучения особенностей рассеяния величин ударной вязкости, анализа природы и количественных характеристик микротрещин для образцов плавки П ТУ2 стали 09Г2С предложен новый подход к изучению вязкости низколегированных сталей в интервале В-Х перехода. Подход состоит из двух частей:

Первая часть - экспериментальное построение и анализ температурной зависимости ударной вязкости

Вторая часть - экспериментальное изучение механизмов разрушения при испытаниях на ударный изгиб в интервале В-Х перехода посредством анализа природы и количественных характеристик микротрещин в сечениях конкретных образцов.

Экспериментально показана обусловленная рассеянием величин ударной вязкости необходимость проведения множественных испытаний на ударный изгиб при оценке применимости низколегированных сталей в качестве конструкционных материалов, эксплуатируемых в интервале температур вязко-хрупкого перехода.

Предложен подход к интерпретации максимальных и минимальных величин ударной вязкости в интервале В-Х перехода. Максимальные значения ударной вязкости, аппроксимируемые верхней огибающей, следует рассматривать как присущую вязкость феррита (ферритной матрицы) при определенной температуре испытаний. Эта величина описывает полный возможный ресурс вязкости феррита. С другой стороны, минимальные значения ударной вязкости, характеризующиеся нижней огибающей, предлагается рассматривать как вязкость, вызванную преждевременным разрушением. Эти величины вязкости определяют практическую применимость стали как надежного конструкционного материала.

Экспериментально подтверждено наличие двух участков интервала В-Х перехода: высокотемпературного ВТІ и низкотемпературного НТІІ. Между двумя участками наблюдается скачкообразное изменение размаха вариации ударной вязкости.

Впервые предложен метод, позволяющий отличить деформацию сопровождающую разрушение, от деформации предшествующей разрушению ударным изгибом низколегированных сталей в интервале В-Х перехода. Метод основан на визуализации локальной деформации объемов металла пластической зоны, образующихся при распространении магистральной трещины.

Экспериментально показано, что источником рассеяния величин ударной вязкости образцов низколегированных сталей в интервале В-Х перехода является образование локальных областей микроструктуры пластической зоны с повышенной и пониженной вязкостью. Индикаторами локальной неоднородности пластической зоны является образование хрупких и вязких микротрещин, свидетельствующих о различной степени предшествовавшей разрушению пластической деформации.

Предложено использование суммарной длины микротрещин в сечениях конкретных образцов низкоуглеродистой низколегированной стали, в качестве интегральной количественной характеристики разрушения при испытаниях на ударный изгиб в интервале В-Х перехода.

Впервые экспериментально выявлена корреляционная связь между соотношением суммарной длины хрупких/вязких микротрещин и величиной ударной вязкости при испытаниях на ударный изгиб. Предложено использовать признак природы микротрещин в качестве индикатора нахождения стали в интервале В-Х перехода.

Процесс разрушения образцов низкоуглеродистых низколегированных сталей в интервале В-Х перехода происходит в два этапа. На первом этапе в поле напряжений магистральной макротрещины происходит образование микротрещин скола, связанных между собой перемычками. На втором этапе магистральная макротрещина, распространяясь по наиболее выгодной с энергетической точки зрения траектории, отбирает из всей совокупности микротрещин только наиболее выгодные, включая их в свою траекторию. Оставшиеся перемычки разрушаются вязким отрывом.

## ГЛАВА 4. ИЗУЧЕНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ $\gamma \rightarrow \alpha$ ПРЕВРАЩЕНИЯ МЕТОДАМИ ДОО В НИЗКОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЯХ С ФЕРРИТНО-ПЕРЛИТНОЙ МИКРОСТРУКТУРОЙ ПОСЛЕ НЕПРЕРЫВНОГО ОХЛАЖДЕНИЯ

$\gamma \rightarrow \alpha$  превращение в низкоуглеродистых низколегированных сталях с однородным распределением легирующих элементов и в условиях отсутствия предварительной деформации происходит следующим образом. При переходе через линию GS ( $A_{e3}$ ) по границам зерен аустенита выделяются зерна доэвтектоидного феррита, рис. 4.1 [32-34].

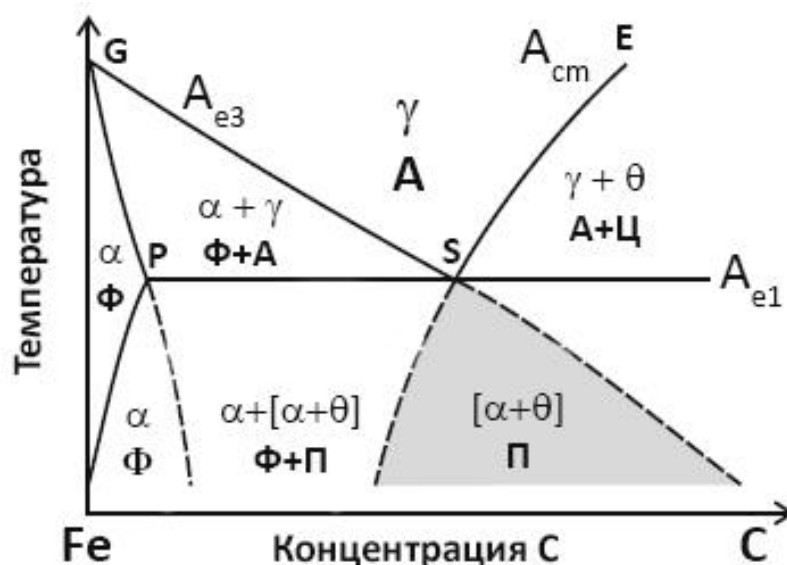


Рисунок 4.1 – Схематичное представление диаграммы состояния Fe-C. Закрашена область образования перлита, согласно экстраполяции Халтгрена.

Рост зерен доэвтектоидного феррита сопровождается оттеснением C в области непревращенного аустенита. При достижении концентрации C, соответствующей перлитному интервалу (Согласно [35] интервал перлитного превращения расположен между продолжениями линий ES ( $A_{cm}$ ) и GS ( $A_{e1}$ )), перлитное превращение происходит в присутствии зерен доэвтектоидного феррита.

Промышленное производство листового проката низкоуглеродистых низколегированных сталей сопровождается  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращением при непрерывном

охлаждении. Условия превращения осложняются тем, что горячая деформация металла сопровождается конкуренцией процессов возврата и рекристаллизации высокотемпературной аустенитной структуры [146]. Превращение происходит в присутствии неравномерно распределенных дислокационных несовершенств. Еще одним фактором, влияющим на кинетику превращения, служит локальная неоднородность распределения легирующих элементов. Как результат, диффузионные процессы в различных объемах металла протекают с различной скоростью. Поэтому  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращение в промышленных низкоуглеродистых низколегированных ферритно-перлитных сталях может сопровождаться образованием отдельных областей бейнита, остаточного аустенита и мартенсит-аустенитной составляющей [147-149].

Наличие перлитной составляющей в микроструктуре ферритно-перлитных сталей предопределяет их механические свойства. Перлит представляет собой взаимно переплетающиеся монокристаллы феррита и цементита [33]. Цементит в перлите с одной стороны обеспечивает повышенную прочность, а с другой облегчает возникновение трещин при разрушении. Следствием этого является снижение пластичности и повышение температуры верхнего порога хладноломкости сталей, содержащих перлит [39].

Установление эмпирических регрессионных зависимостей между размером зерен феррита, химическим составом сталей и долей перлитной составляющей позволило оптимизировать технологию термомеханической обработки низколегированных Ф-П сталей с целью повышения механических свойств [39-41]. Возрастание требований к вязкости при сохранении себестоимости низколегированных сталей привело к потребности в поиске дальнейших путей оптимизации. Одной из возможностей является оптимизация микроструктуры. Однако, изучение особенностей микроструктуры лимитировано применением традиционного подхода. Например, точность определения размеров узлов перлита составляет только 30-40% [49]. В свою очередь помимо размеров узлов перлита на механические свойства и вязкость влияет его внутреннее строение. В микроструктуре ферритно-перлитных сталей могут наблюдаться перлиты с



различным внутренним строением [45-47,49]. В настоящей главе представлены результаты изучения особенностей  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения при непрерывном охлаждении в низколегированных сталях с ферритно-перлитной микроструктурой как источника повышенного рассеяния величин ударной вязкости в интервале В-Х перехода. Рассматривались выявленные методами ДОЭ, ПКД, 3-х мерной ФИП/ДОЭ реконструкции, визуализации МОК и ФИП особенности микроструктуры промышленной плавки I стали 09Г2С в горячекатаном (ГК) и нормализованном (Н) состояниях, Таблица 2.1, Таблица 2.2 (Глава 2).

#### **4.1. Изучение $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения методами дифракции отраженных электронов в низколегированных сталях с ферритно-перлитной микроструктурой после непрерывного охлаждения**

Применение метода дифракции отраженных электронов (ДОЭ) позволяет получить достоверную информацию как о размерах составляющих микроструктуры Ф-П сталей, так и изучить особенности внутреннего строения отдельных составляющих [70-73,75].

На примере изучения недеформированной (без приложения внешней нагрузки) Ф-П микроструктуры низколегированной низкоуглеродистой стали, применение методов ДОЭ, позволило установить наличие ориентационных градиентов в перлитном феррите и их отсутствие в доэвтектоидном феррите [106,150]. Совместным применением методов РЭМ и ДОЭ была установлена связь между кривизной пластин цементита и ориентацией феррита в пластинчатом перлите. В то же время, при изучении полностью перлитной микроструктуры в работе [151] было подтверждено наличие ориентационных градиентов в перлитном феррите. Однако также было установлено, что корреляция между изменением ориентации перлитного феррита и кривизной цементитных пластин наблюдается не всегда. Таким образом, в вопросе о существовании связи между геометрическим расположением, формой частиц цементита и локальными изменениями кристаллической ориентации в перлитном феррите существуют значительные расхождения. Не вполне ясно, является ли образование ориентационных

градиентов характерной особенностью пластинчатого перлита, либо является общей чертой для любого перлитного превращения, в частности вырожденного перлитного превращения.

Также стоит отметить неопределенность в вопросе о существовании межфазной границы между перлитным ферритом и смежными зернами доэвтектоидного феррита. На основе результатов, полученных традиционными металлографическими методами, в ранних работах [152,153] утверждалось, что межфазная граница между перлитным ферритом и доэвтектоидным ферритом наблюдалась во всех случаях. Корректность данных представлений была подвергнута сомнению в работе [33]. В качестве опровержения показано, что может наблюдаться непрерывность доэвтектоидного и перлитного ферритов при образовании перлитной составляющей микроструктуры. Совместным применением методов РЭМ и ДОЭ в работе [151] установлено, что в полностью перлитной микроструктуре границы между зернами перлитного феррита наблюдаются во всех случаях, однако могут не совпадать с границами перлитных узлов. В стали эвтектоидного состава термически обработанной с целью формирования ферритно-перлитной микроструктуры наблюдались как случаи непрерывности доэвтектоидного и перлитного ферритов, так и случаи существования межфазной границы. Тем не менее, к настоящему времени никаких предположений о причинах вышеописанной двойственности сделано не было.

Методом ДОЭ подтверждено наличие ориентационных градиентов в феррите пластинчатого феррита в низколегированной низкоуглеродистой стали 09Г2С плавки I в ГК состоянии после непрерывного охлаждения, рис. 4.2. Из рис. 4.2 (а, б) видно, что в представленном перлитном узле присутствуют 3 колонии пластинчатого перлита, отличающиеся по ориентации перлитного феррита (различный цвет на карте ОПФ). Цементитные пластины внутри перлитных колоний имели одно и то же направление, взаимная разориентация пластин цементита между левой и центральной колониями составила  $9^\circ$ , между центральной и правой составила  $4^\circ$ . Морфология цементита во всех колониях

пластинчатая, рис. 4.2 (а). В левой колонии наблюдается неоднородность межпластиночного расстояния (1).

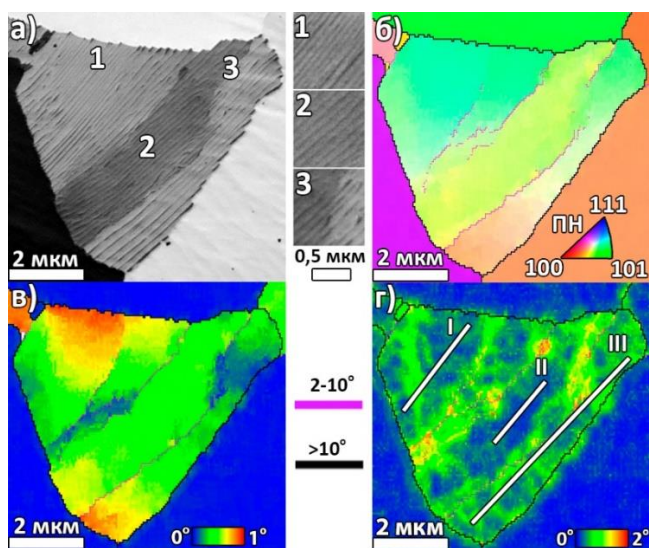


Рисунок 4.2 - Перлитный узел. 09Г2С плавка I ГК: (а) изображение ФИП; (б) карта ОПФ (в) карта GROD; (г) карта КСР.

Центральная колония наряду с участками «совершенного» перлита с однородно расположенными прямыми параллельными пластинами цементита [146] (2), содержит дефектные участки с нарушением непрерывности цементитных пластин и их изгибами. При переходе от центральной колонии к правой направлению роста пластин цементита в отдельных случаях не менялось (3). В перлитном феррите каждой из вышеописанных колоний наблюдаются ориентационные градиенты, рис. 4.2 (б). Визуализация ориентационных градиентов может быть усилена посредством построения карт GROD, показывающих отклонение угловой ориентации каждой точки от средней ориентации зерен, рис. 4.2 (в). Между собой колонии перлита разделены малоугловыми границами. Карты КСР позволяют визуализировать расположение в микроструктуре локальных разориентаций, что свидетельствует о наличии геометрически необходимых дислокаций [100], рис. 4.2 (г). Локальные разориентации внутри перлитных колоний распределены неоднородно: участки с более совершенным строением перлита (2) указывают на практически полное отсутствие локальных разориентаций (синий), в то же время участки с

нарушениями расположения, морфологии и непрерывности цементитных пластин (1) и (3) указывают на наличие повышенной концентрации локальных разориентаций (желтые и зеленые области).

Профили разориентации внутри колоний перлитного феррита представлены на рис. 4.3.

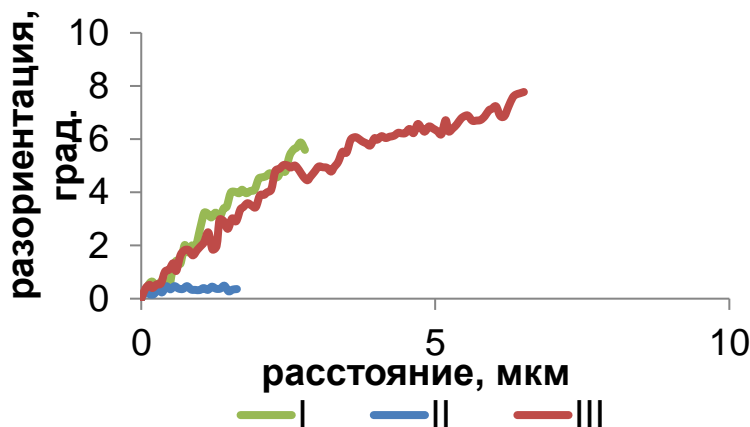


Рисунок 4.3 - Профили разориентации в феррите пластинчатого перлита (рис. 4.2). ДОЭ.

Разориентации в перлитном феррите вдоль направления пластин цементита с дефектами морфологии (профили I и III внутри левой и правой колоний с рис. 4.2) подтверждают наличие дальнедействующих разориентаций накопительного характера. В то же время профиль разориентации II с области феррита «совершенного» пластинчатого перлита указывает на отсутствие дальнедействующих разориентаций.

Выявленные особенности субструктуры феррита пластинчатого перлита указывают на ее двухуровневый характер, подобный описанному в работе [154].

Первый уровень субструктуры состоит из фрагментов, развернутых относительно друг друга на малые углы ( $<2^\circ$ ). Разориентации между такими фрагментами проявляют ближнедействующий характер. Фрагментация первого уровня на картах КСР, рис. 4.2 (г), представляет собой области с повышенной концентрацией локальных разориентаций.

Второй уровень субструктуры состоит из крупных фрагментов, которые являются результатом непрерывных изменений ориентации кристаллов феррита пластинчатого перлита. Разориентации в таких фрагментах имеют накопительную природу, что позволяет считать их дальнедействующими [155]. Фактически, субзерна, представляющие собой колонии пластинчатого перлита, можно рассматривать как отдельные фрагменты второго уровня [115,156].

Совместным применением высококонтрастных изображений (изображения ФИП) и ДОЭ установлена корреляционная связь между локальными отклонениями от «совершенства» в строении перлита и субструктурой перлитного феррита, рис. 4.4.

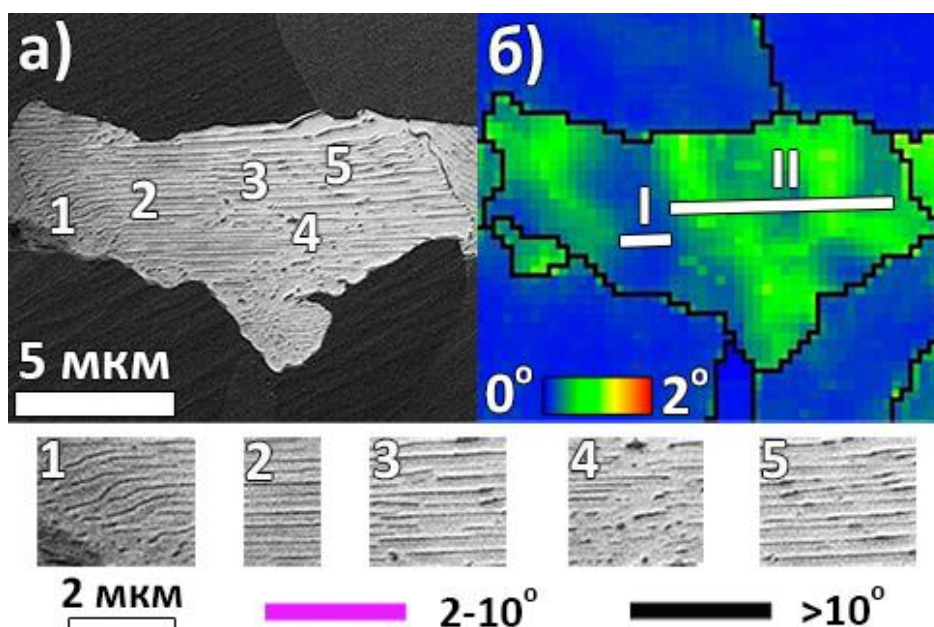


Рисунок 4.4 - Визуализация субструктуры узла пластинчатого перлита с различными нарушениями расположения цементитных пластин. Сталь 09Г2С плавка I Н: (а) изображение ФИП; (б) карта КСР. 1 – искривление пластин цементита, 2 – «совершенный» перлит, 3 – разрывы пластин цементита, 4 – нарушение морфологии, 5 – нарушение расстановки пластин цементита.

Посредством усиления компонента ориентационного контраста, рис. 4.4 (а), на примере одного узла пластинчатого перлита, показаны основные типы расстановки

и морфологии цементитных пластин. Участки «совершенного» пластинчатого перлита (2) в сталях после непрерывного охлаждения встречаются редко. Обычно пластинчатый перлит проявляет наличие дефектов строения цементита: (1) изгибы пластин, (3) нарушения непрерывности или разрывы пластин, (4) локальные изменения морфологии, (5) нарушения расстановки пластин. Полученные экспериментальные результаты подтверждают наблюдения дефектов строения перлита методом ПЭМ на примере сплава Fe-C высокой чистоты [157].

Различный контраст изображения в левой и правой частях изображения свидетельствует о неоднородности ориентации ферритной матрицы. Дефектным участкам перлита соответствуют области повышенной концентрации локальных разориентаций  $1,2-1,5^\circ$  (зеленые и желтые области) на картах КСР, рис. 4 (б). Участку «совершенного» пластинчатого перлита (2) соответствует область практически без локальных разориентаций (синяя область). Построение профилей разориентации подтверждает корреляцию между отклонением от «совершенства» строения пластинчатого перлита и накопительной природой разориентаций, рис. 4.5.

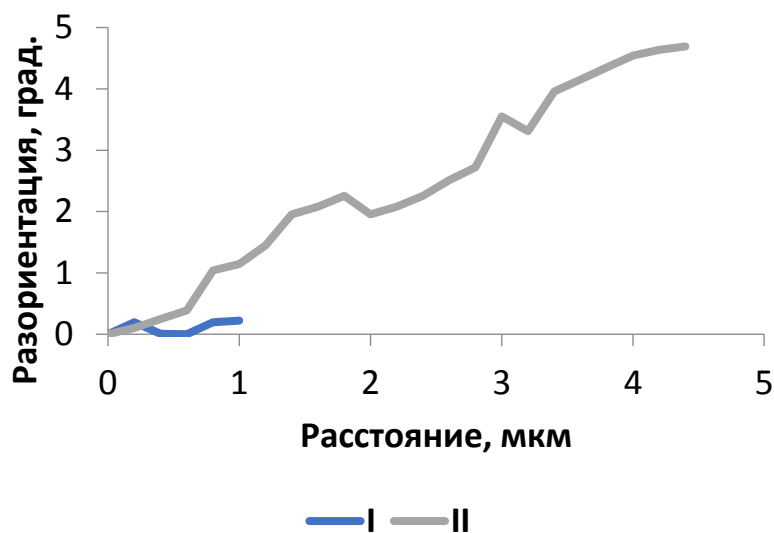


Рисунок 4.5 - Профили разориентации в феррите пластинчатого перлита (рис. 2). ДООЭ.

Определение разориентаций методом ДОЭ в локальных областях «совершенного» пластинчатого перлита ограничено их размерами и разрешающей способностью самого метода. Для сталей пространственное разрешение ДОЭ составляет ~90 нм в направлении параллельном оси пучка электронов и 30 нм в перпендикулярном [158]. Достижение разрешения ~12 нм обеспечивается применением метода просвечивающей Кикучи дифракции в РЭМ (ПКД) [122].

Методом просвечивающей Кикучи дифракции (ПКД) в РЭМ подтверждено, отсутствие фрагментации в феррите «совершенного» пластинчатого перлита, рис. 4.6.

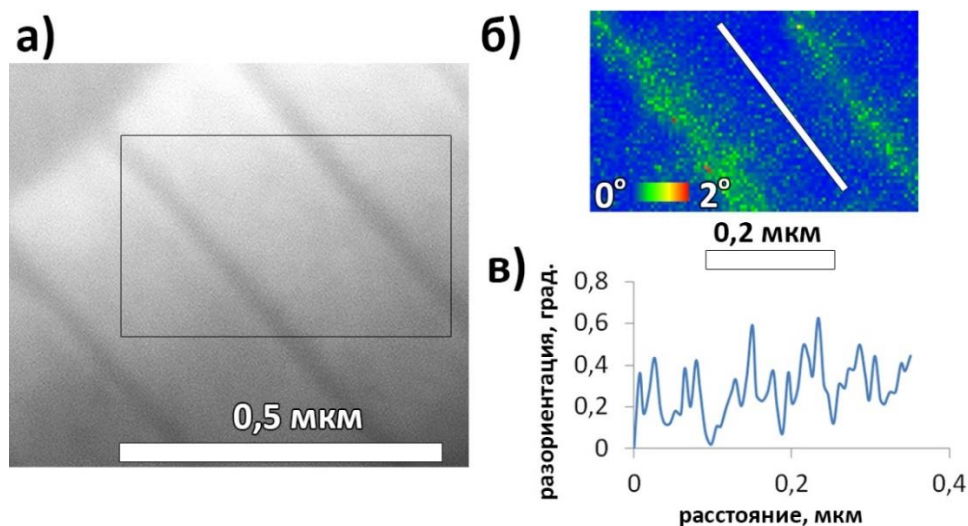


Рисунок 4.6 - «Совершенный» пластинчатый перлит. Сталь 09Г2С плавка I ГК, ПКД, шаг 20 нм: (а) изображение МОК; (б) карта КСР; (г) профиль разориентации.

$\gamma \rightarrow \alpha$  превращение низколегированных сталей при непрерывном охлаждении может сопровождаться образованием вырожденного перлита. Вырожденным перлитом называют «ферриты, содержащие мелкие выделения цементита» [159]. При этом выделения цементита могут быть частично пластинчатыми, а частично непластинчатыми [160-162].

Совместным применением микроскопии ориентационного контраста (МОК) и ДОЭ установлено, что в случае вырожденного перлита с частицами

непластинчатой морфологии фрагментация отсутствует, в то время как в вырожденном перлите с частицами пластинчатой морфологии наблюдается фрагментация, аналогичная случаю пластинчатого перлита, рис. 4.7.

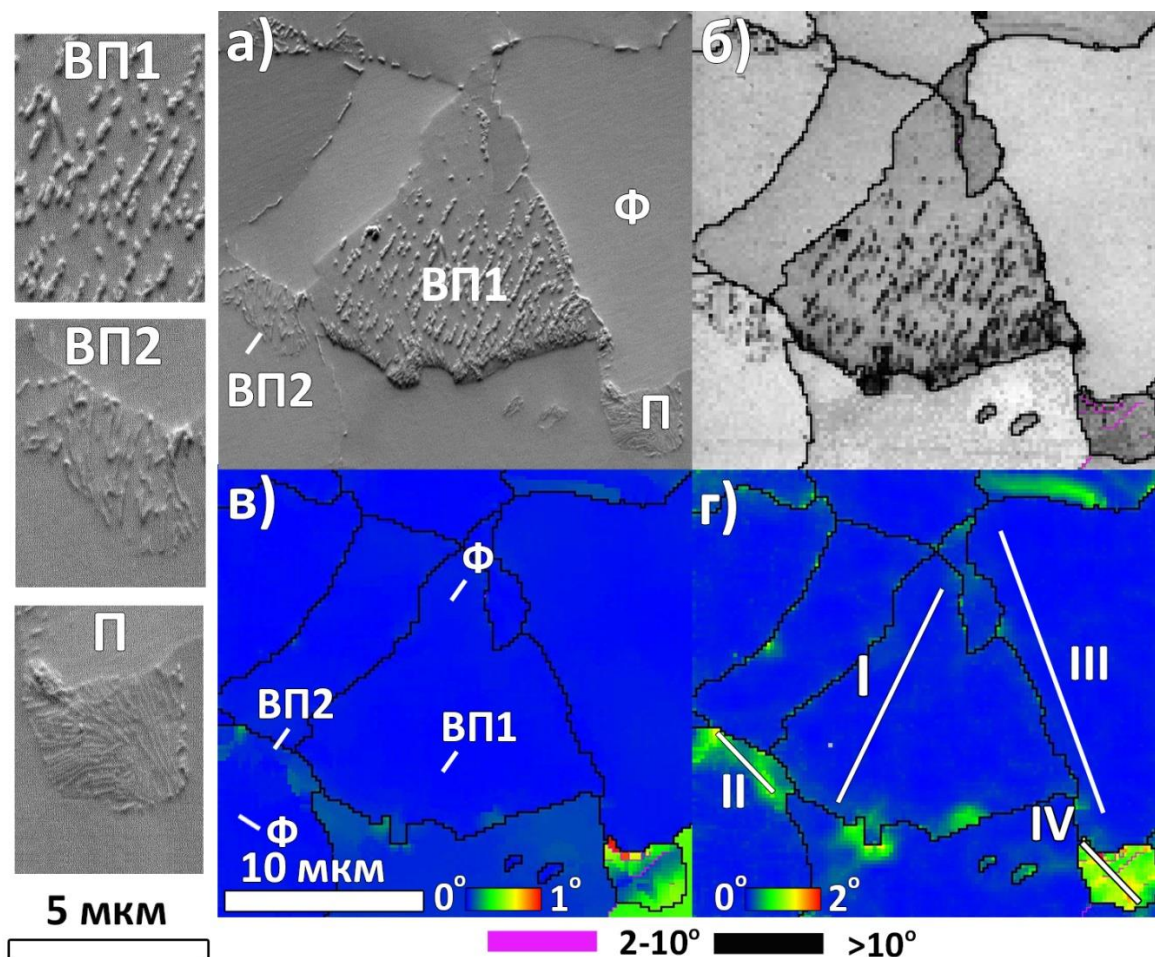


Рисунок 4.7 - Участок микроструктуры, содержащий два типа вырожденного перлита. Сталь 09Г2С плавка I Н: изображение МОК; (б) карта BS; (в) карта GROD; (г) карта КСР.

В микроструктуре стали 09Г2С плавки I Н после непрерывного охлаждения помимо доэвтектоидного феррита Ф и узлов пластинчатого перлита П присутствуют два типа вырожденного перлита, различающихся по морфологии частиц цементита: с частицами непластинчатой морфологии ВП1 и с частицами пластинчатой морфологии ВП2. Из изображений МОК, рис. 4.7 (а) видно, что центральное зерно вырожденного перлита проявляет наличие двух областей:



ферритная область без частиц (сверху) и область с частицами непластинчатой морфологии ВП1 (снизу). Цементит непластинчатой морфологии расположен в виде параллельных цепочек частиц. Вырожденный перлит ВП2 отличается от обычного пластинчатого перлита тем, что в нем вместо пластин цементита наблюдаются отдельные частицы пластинчатой морфологии, которые могут быть расположены как регулярно [159], так и нерегулярно (представленный случай). Представленное зерно также состоит из области ВП2 (сверху) и области феррита без частиц (снизу). Из карты качества BS, рис. 4.7 (б) видно, что в области присутствия частиц цементита непластинчатой морфологии, черные островки, концентрация дефектов в ферритной матрице ВП1 остается той же, что и в ферритной области (сверху). В случае частиц пластинчатой морфологии, показатель качества BS ферритной матрицы ВП2 незначительно снижается по сравнению с ферритной областью.

Из ориентационной карты GROD, рис. 4.7 (в) следует, что зерно, содержащее участок ВП1, имеет постоянную ориентацию (синяя область), а внутри него отсутствуют разориентации накопительного характера. Между участками ВП1 и Ф не наблюдается каких-либо границ. В области ферритной матрицы ВП2 наблюдаются разориентации накопительного характера, как и в случае феррита пластинчатого перлита. В то же время ферритная область (снизу) того же зерна, не содержит дальнедействующих разориентаций. Эти наблюдения подтверждаются отсутствием ближнедействующих разориентаций в областях феррита без частиц и области феррита ВП1, а также повышенной концентрацией локальных разориентаций в областях ВП1 и П, рис. 4.7 (г). В отличие от ферритных матриц ВП2 и П, накопления разориентаций в доэвтектоидном феррите и ферритной матрице ВП1 не происходит, рис. 4.8.

Отмеченные особенности вырожденного перлита наблюдали неоднократно. Возможность образования сростков доэвтектоидный феррит / перлитный феррит является общим моментом для перлитных превращений в низкоуглеродистых низколегированных сталях после непрерывного охлаждения.

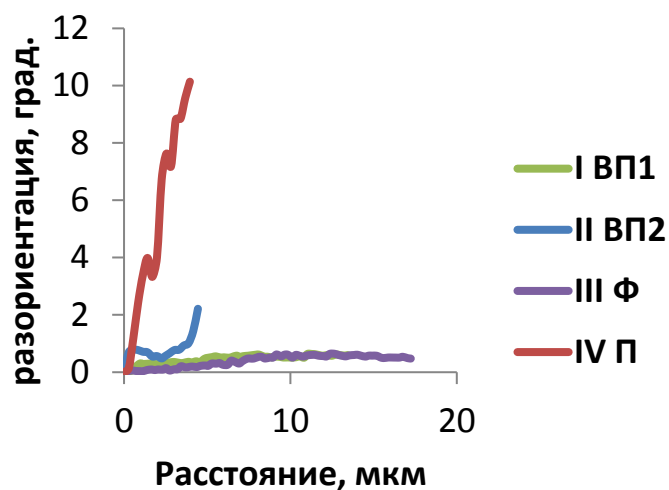


Рисунок 4.8 - Профили разориентаций с областей микроструктуры на рис.6. Сталь 09Г2С Н. ДОЭ.

Показано, что в низколегированных Ф-П сталях после непрерывного охлаждения наблюдаются два варианта пластинчатого перлита: пластинчатый перлит, ограниченный со всех сторон высокоугловыми границами и пластинчатый перлит в сростках, рис. 4.9.

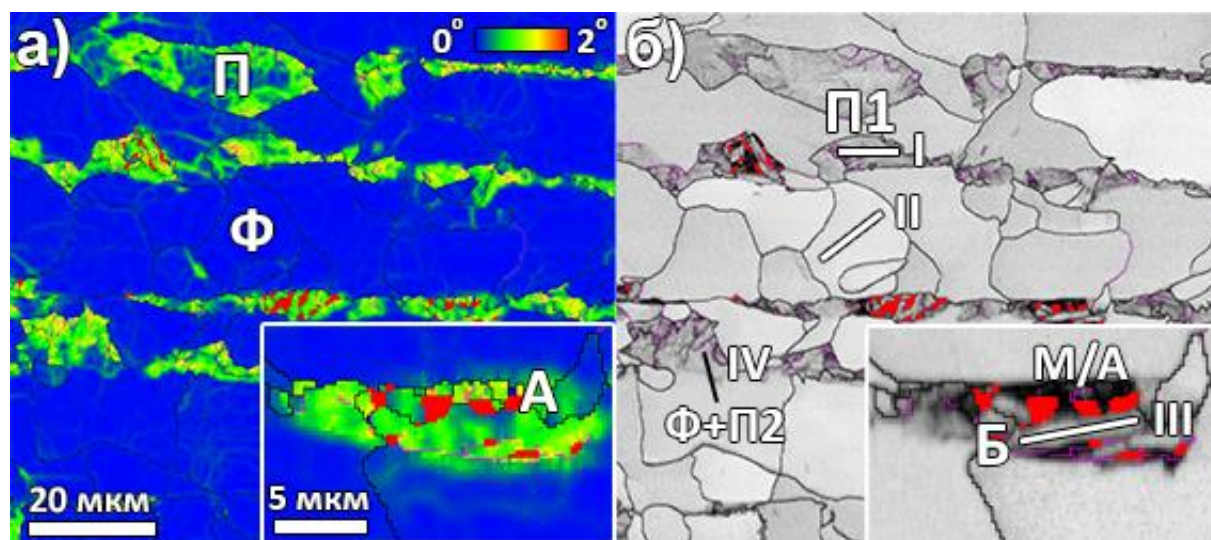


Рисунок 4.9 - Неравновесные составляющие в микроструктуре Ф-П стали. Сталь 09Г2С плавка I ГК. ДОЭ: (а) карта КСР; (б) карта BS.

На рис. 4.9 (а) показана карта КСР, иллюстрирующая расположение составляющих микроструктуры с повышенной концентрацией локальных разориентаций. Непрерывно охлажденная микроструктура Ф-П стали после горячей прокатки преимущественно состоит из полос доэвтектоидного феррита Ф (разориентации  $<0,2^\circ$ , обозначены синим цветом) и перлитного феррита П, а также отдельно расположенных перлитных узлов (разориентации  $0,2 - 1,6^\circ$ , обозначены желтым и зеленым цветами). В локальных областях микроструктуры, чаще всего в перлитных полосах, встречаются участки, содержащие неравновесные составляющие микроструктуры, которые проявляют наличие повышенной концентрации локальных разориентаций. На наличие таких областей указывает присутствие в микроструктуре остаточного аустенита, идентифицированного по критерию отличия кристаллической решетки. Зерна остаточного аустенита А, имеющие ГЦК-решетку, обозначены красным.

Анализ морфологии составляющих и оценка совершенства кристаллической решетки составляющих показали, что в микроструктуре помимо феррита (светлые области с наибольшим параметром качества BS), перлита (области со сниженным параметром качества, из-за наличия дефектов и цементитных пластин) и остаточного аустенита (обозначены красным), также содержатся мартенсит-аустенитные области (области с самым низким параметром качества BS) и бейнитные области (области с пониженными значениями параметра качества BS, которые проявляют реечную морфологию границ, либо реечную субструктуру), рис. 4.9 (б).

Профили разориентации составляющих микроструктуры, содержащих феррит представлены на рис. 4.10. Видно, что в микроструктуре присутствует два вида зерен, содержащих пластинчатый перлит. Зерна первого типа П1 представляют собой перлитные узлы, ограниченные со всех сторон высокоугловыми границами. Зерна второго типа содержат как перлитную область П2, так и ферритную область Ф. Методом ДОЭ выявить границу между описанными областями не удастся.

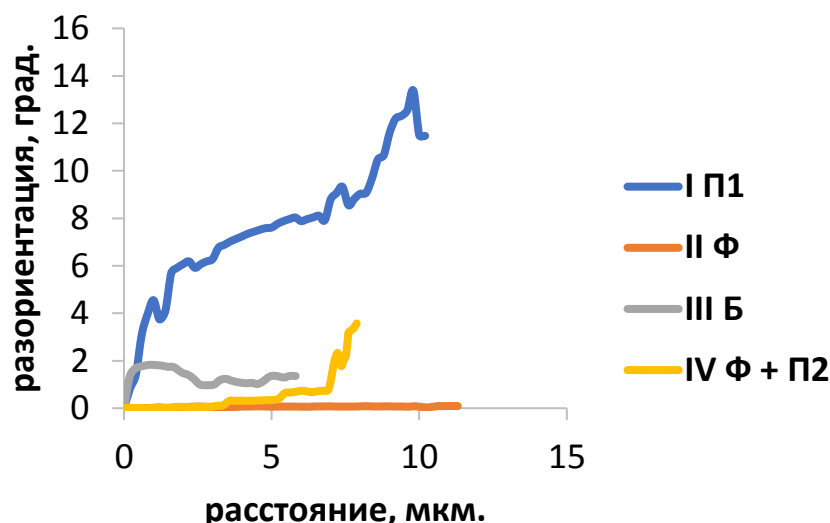


Рисунок 4.10 - Профили разориентаций с областей микроструктуры на рис. 4.9. Сталь 09Г2С плавка I ГК. ДОЭ.

Однако идентифицировать области позволяет различная природа разориентаций в доэвтектоидном феррите и феррите пластинчатого перлита. Феррит пластинчатого перлита проявляет накопительный характер разориентаций (профиль I и правая часть профиля IV). Ферритная область зерен, содержащих перлит П2 (левая часть профиля IV) проявляет отсутствие накопительного характера разориентаций, как и в случае отдельно лежащих зерен доэвтектоидного феррита (профиль II). В отличие от перлитных областей, фрагментация вдоль рек бейнитного феррита имеет неоднородный характер (профиль III). Внутри рек существуют как области с накопительным характером разориентаций, так и области без накопления разориентаций.

Наличие двух вариантов перлитного превращения также характерно и для микроструктуры после нормализации.

Совместным применением ДОЭ и ПКД установлено, что в сростках между смежными областями доэвтектоидного феррита и перлитного феррита отсутствует какая-либо граница, а ориентация доэвтектоидного феррита наследуется ферритом пластинчатого перлита, рис. 4.11.

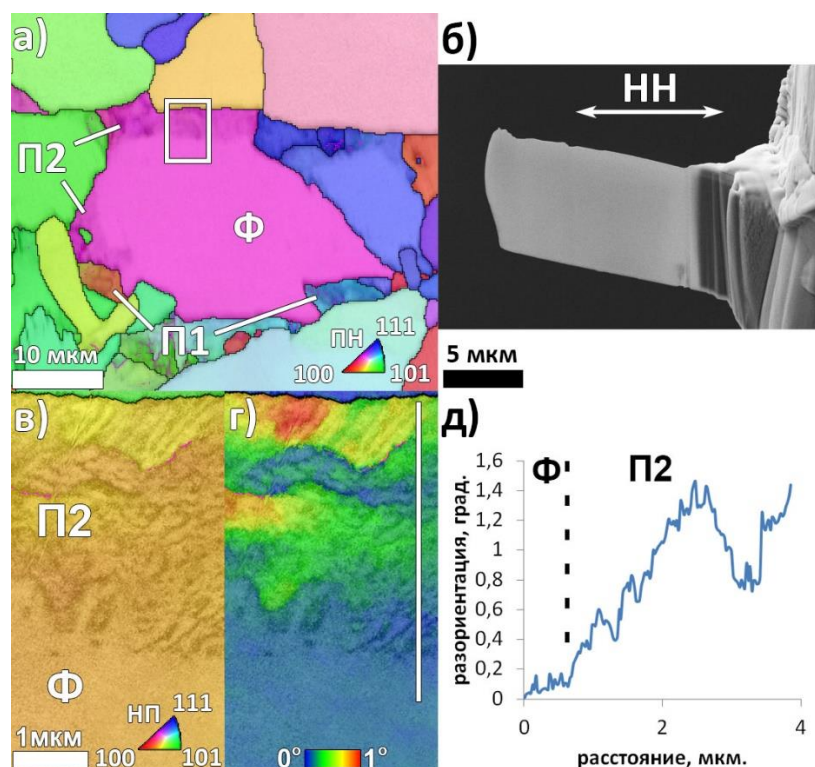


Рисунок 4.11 - Сrostки в Ф-П стали. Сталь 09Г2С плавка I ГК: (а) карта ОПФ + BS, ДОЭ; (б) ламель для ПКД, РЭМ; (в) карта ОПФ + BS, ПКД; (г) карта GROD + BS, ПКД; (д) профиль разориентаций, ПКД.

Ориентация перлитного феррита П1, ограниченного со всех сторон высокоугловыми границами, сильно отличается от ориентации смежных зерен, что видно по цветовому кодированию на карте ОПФ (ДОЭ), рис. 4.11 (а). Ориентация перлитного феррита П2 практически совпадает с ориентацией доэвтектоидного феррита Ф (одинаковый цвет). Для того, чтобы понять связан ли эффект отсутствия границы с конкретным планарным сечением и ограничениями пространственного разрешения метода ДОЭ, сrostок доэвтектоидного феррита и перлитного феррита был изучен методом ПКД. Для этого из сrostка, область выделенная белым прямоугольником, посредством ФИП в перпендикулярной плоскости была вырезана ламель. Затем посредством микроманипулятора и напыления платинового прекурсора ламель была перенесена и приварена к медной полусеточке, предназначенной для изучения методами ПЭМ. На последней стадии процесса ламель подверглась утонению ФИП до состояния электронной

прозрачности при 30 кЭВ. Размер электронно-прозрачной области на ламели составил 10x15x0.2 мкм, рис. 4.11 (б).

При изучении ламели методом ПКД ее наклон по отношению к горизонтали составил 20°, ускоряющее напряжение 30 кВ, а шаг построения карт – 20 нм. Уменьшение объема взаимодействия между пучком электронов и тонкой электронно-прозрачной областью позволило существенным образом улучшить разрешение ориентационной карты в области сростка доэвтектоидного и перлитного ферритов, рис. 4.11 (в-д).

Ориентации доэвтектоидного феррита и феррита пластинчатого перлита в перпендикулярной плоскости также остаются непрерывными, рис. 4.11 (в). Отсутствует межфазная граница. При этом лучшее пространственное разрешение позволяет связать локальные разориентации феррита пластинчатого перлита с отклонениями роста пластин цементита, рис. 4.11 (г). Профиль разориентации на рис. 4.11 (д) показывает наличие нескольких колоний в перлитном узле, подтверждает накопительный характер разориентаций в феррите пластинчатого перлита П2 и отсутствие межфазной границы.

Подтвердить или опровергнуть отсутствие границы между доэвтектоидным ферритом и перлитным ферритом в 3-х измерениях позволяет применение метода 3-х мерной ФИП/ДОЭ реконструкции микроструктуры. Массив ориентационных данных получается посредством многократного чередования фазы съемки ДОЭ карты и фазы стравливания тонкого материала ФИП. 3-х мерная реконструкция микроструктуры осуществляется стыковкой получившихся ориентационных карт по оси Z образца.

Методом 3-х мерной ФИП/ДОЭ реконструкции установлено наличие в микроструктуре низкоуглеродистой низколегированной стали после непрерывного охлаждения истинных сростков доэвтектоидного и перлитного ферритов, показано что фрагментация перлитного феррита в сростках имеет неплоский характер [163], рис. 4.12. На рис. 4.12 (а) представлен участок микроструктуры, содержащий сросток доэвтектоидного феррита Ф и перлитного феррита П2, между которыми отсутствует межфазная граница.

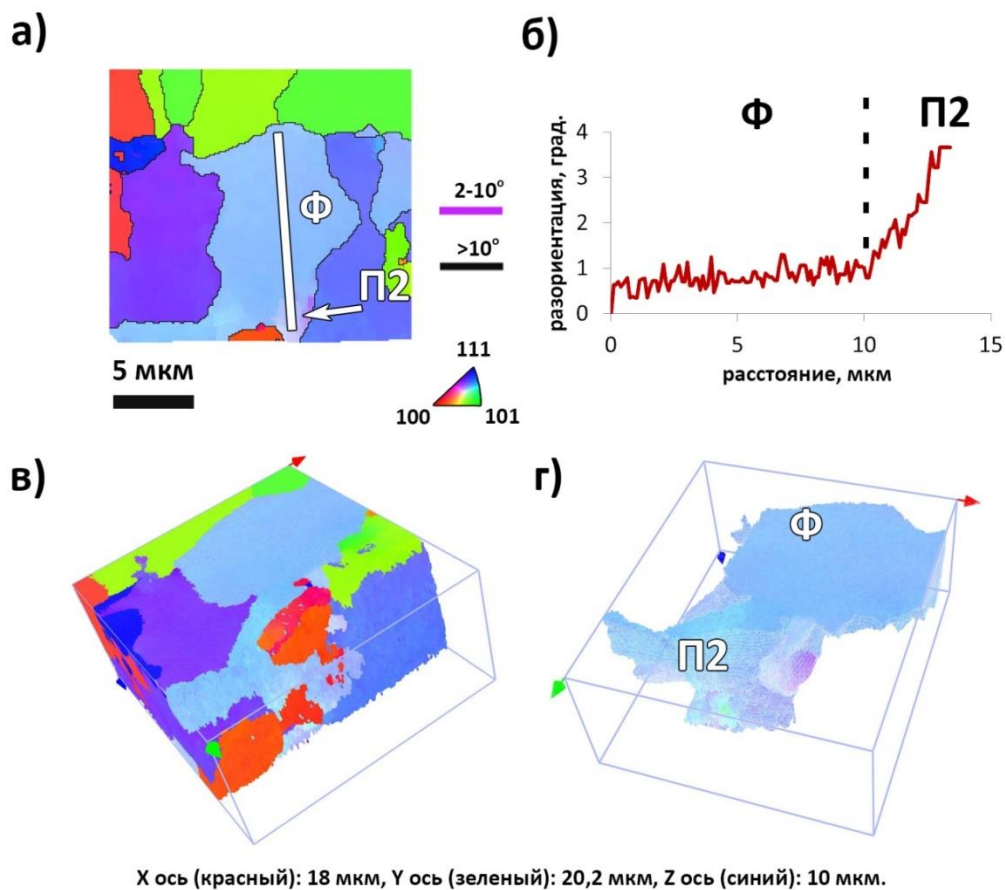


Рисунок 4.12 - 3-х мерная ФИП/ДОЭ реконструкция микроструктуры в области перлитной полосы. Сталь 09Г2С плавка I ГК: (а) двумерная карта ОПФ; (б) профиль разориентации; (в) 3д реконструкция микроструктуры 50 слоев; (г) пространственная визуализация сростка доэвтектоидного феррита и перлитного феррита.

Наличие пластинчатого перлита П2 и отсутствие межфазной границы подтверждается профилем разориентаций, рис. 4.12 (б). 3-х мерная ФИП/ДОЭ реконструкция микроструктуры выполнена посредством сборки 50 двумерных ориентационных карт, рис. 4.12 (в). ДОЭ карты сняты с шагом 200 нм, расстояние между слоями составило 200 нм, соответственно размер вокселя - 200 x 200 x 200 нм. Даже задаваясь величиной разориентации в  $1,5^\circ$  (меньше критерия существования малоугловых границ) между соседними вокселями, межфазной границы в сростках не выявлено, рис. 4.12 (г). В то же время установлено, что

аналогично фрагментации в перлитном феррите П1 [127], фрагментация перлитного феррита П2 в сrostках имеет непlosкий характер.

Экспериментально установленный факт присутствия в микроструктуре как отдельных зерен пластинчатого перлита П1, так и истинных сrostков доэвтектоидного и феррита перлита П2, наводит на мысль о различной чувствительности таких зерен по отношению к распространению хрупкого разрушения.

Посредством анализа ДОЭ карт сечения поверхности изломов стандартных образцов с U-образным надрезом, подвергнутых испытанию на ударный изгиб при  $-196^{\circ}\text{C}$ , установлена различная чувствительность двух вариантов пластинчатого перлита по отношению к распространению хрупкой магистральной трещины, рис. 4.13 – 4.15. Схема раскроя стандартного образца из стали 09Г2С плавки I ГК размерами 55x10x10 мм с U-образным надрезом, разрушенного при  $-196^{\circ}\text{C}$  ударным изгибом приведена на рис. 4.13.

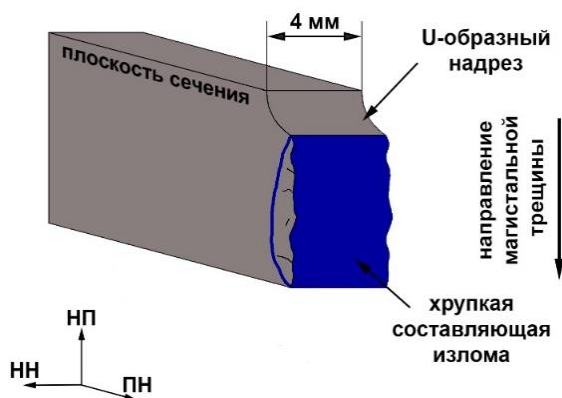


Рисунок 4.13 - Изображение плоскости сечения стандартного образца с U-образным надрезом, подвергнутого испытанию на ударный изгиб при  $-196^{\circ}\text{C}$ . Сталь 09Г2С плавка I ГК.

На рис. 4.14 показан случай разрушения перлита П1, ограниченного высокоугловыми границами. Распространение хрупкой магистральной трещины приводит к образованию фасетки, состоящей из одного зерна перлита П1, рис. 14.4



(а). При достижении высокоугловой границы перлитного узла П1 направление распространения магистральной трещины меняется, рис. 14.4 (б).

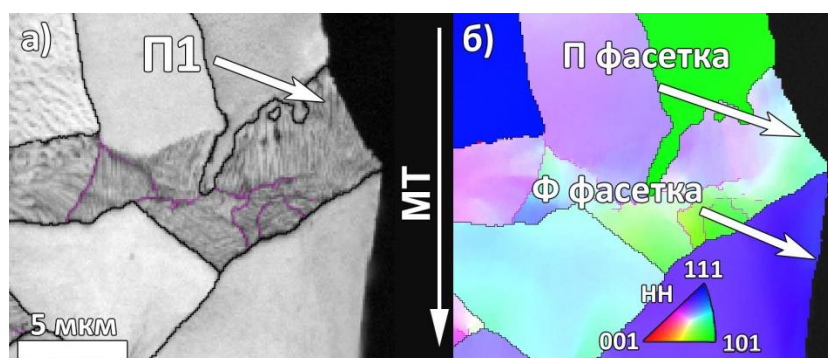


Рисунок 4.14 - Поверхность разрушения. Сталь 09Г2С плавка I ГК, ударный изгиб  $-196^{\circ}\text{C}$ . ДОЭ: (а) карта BS; (б) карта ОПФ.

В таком случае одному зерну перлита соответствует одна фасетка.

На рис. 4.15 показан случай сростка, содержащий участок перлита П2, одна из границ в котором отсутствует.

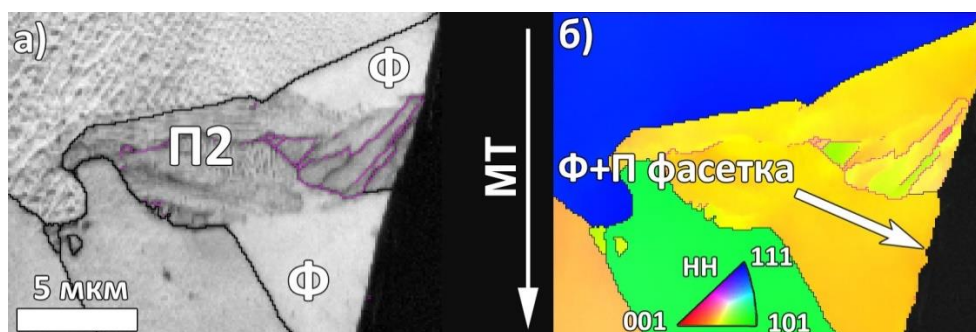


Рисунок 4.15 - Поверхность разрушения. Сталь 09Г2С плавка I ГК, ударный изгиб  $-196^{\circ}\text{C}$ . ДОЭ: (а) карта BS; (б) карта ОПФ.

Из рис. 4.15 (а) видно, что представленная фасетка состоит из участков доэвтектоидного феррита (синий цвет, разориентации  $\sim 0,6^{\circ}$ ) и участка перлитного феррита П2 (зеленый цвет, разориентации  $\sim 1,3^{\circ}$ ). Между участками доэвтектоидного и перлитного феррита отсутствует одна из границ. Ориентации перлитного феррита и доэвтектоидного ферритов совпадают, рис. 4.15 (б). Малые

разориентации вызваны присутствием перлита П2. Направление скола не меняется при прохождении магистральной трещины через сросток. Фасетка образована целым сростком.

Вышеописанные особенности  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения могут являться источниками повышенного рассеяния величин ударной вязкости низколегированных ферритно-перлитных сталей при разрушении в интервале В-Х перехода.

#### **4.2. Механизм $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения в низколегированных сталях с ферритно-перлитной микроструктурой после непрерывного охлаждения**

Полученные экспериментальные результаты позволяют уточнить и обобщить механизмы перлитного превращения в низкоуглеродистых низколегированных сталях после непрерывного охлаждения.

Общепринятым положением является тот факт, что в доэвтектоидных сталях реализация  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения в равновесных условиях, сопровождается образованием пластинчатого перлита из двухфазной  $\gamma + \alpha$  области диаграммы состояния, то есть в присутствии зерен доэвтектоидного феррита, рис. 4.1. В случае сталей эвтектоидного состава образование пластинчатого перлита происходит из однофазной  $\gamma$ -области диаграммы состояния. В таком случае на полукогерентной  $\gamma/\gamma$  границе происходит зарождение и рост перлитной составляющей микроструктуры в сторону одного из аустенитных зерен [33]. Характерной особенностью такого превращения является образование зерен перлитной составляющей, ограниченных со всех сторон высокоугловыми границами.

В то же время, сам факт обнаружения как случаев перлитных зерен, ограниченных со всех сторон высокоугловыми границами, так и случаев непрерывности доэвтектоидного и эвтектоидного феррита в микроструктуре стали эвтектоидного состава, подвергнутой специальной термической обработке для получения Ф-П микроструктуры [151], указывает на возможность реализации различных механизмов перлитного превращения в зависимости от наличия/отсутствия зерен доэвтектоидного феррита.

Характерная для микроструктуры низкоуглеродистых низколегированных сталей Ф-II класса после непрерывного охлаждения неоднородность локального распределения С и Mn [164-166], о чем свидетельствует присутствие областей неравновесных составляющих, создает условия для реализации вариантов  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения как с образованием пластинчатого перлита из двухфазной  $\gamma + \alpha$  области (П2), так и из однофазной  $\gamma$  (П1) области диаграммы состояния.

Если к началу  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения концентрация С в локальных областях микроструктуры доэвтектоидной стали не достигает необходимых для реализации перлитного превращения значений, то в таком случае перлитное превращение происходит в присутствии доэвтектоидного феррита. Экспериментально установленный факт образования истинных сростков доэвтектоидного и перлитного (П2) ферритов указывает на то, что перлитное превращение из двухфазной  $\gamma + \alpha$  области диаграммы состояния происходит посредством кооперативного роста зародышей цементита и перлитного феррита (П2) на мигрирующей  $\alpha/\gamma$  границе. При этом перлитный феррит зарождается эпитаксиально, наследуя ориентацию подложки из доэвтектоидного феррита.

Если концентрация С в локальных областях микроструктуры доэвтектоидной стали к моменту начала  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения достигла эвтектоидной, то, как и в случае сталей эвтектоидного состава, перлитное превращение из однофазной  $\gamma$  области реализуется посредством образования зерен пластинчатого перлита (П1), ограниченных со всех сторон высокоугловыми границами.

Вопрос о влиянии процессов рекристаллизации, полигонизации и наклепа при высокотемпературной деформации как одного из возможных объяснений образования двух вариантов  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения остается открытым и требует дальнейшего изучения.

Согласно модели перлитного превращения в доэвтектоидных сталях [167], нашедшей экспериментальное подтверждение в работе [168], для образования и непрерывного роста пластинчатого перлита должно одновременно соблюдаться два условия. Скорость перемещения межфазной  $\gamma/\alpha$  границы должна быть достаточно медленной для того, чтобы образовался зародыш цементита. Вторым

условием является достаточное содержание С для реализации перлитного превращения (локальная концентрация С должна находиться в области перлитного интервала, также превращение возможно и при меньших концентрациях С [168,169]).

В случае реализации перлитного превращения при непрерывном охлаждении как после горячей прокатки, так и после нормализации (при охлаждении с температур выше  $A_{e3}$ ) наблюдается следующая картина. Совместное действие градиентов напряжений и концентраций С приводит к нарушениям условий кооперативного роста феррита и цементита [167-171]. Нарушения кооперации проявляются в образовании различных дефектов роста пластин цементита в перлите: искривлений, разрывов, нарушений расстановки, изменений морфологии [106,157]. Монокристалл феррита пластинчатого перлита приспособляется к отмеченным несовершенствам роста монокристалла цементита посредством образования геометрически необходимых дислокаций [102-104]. Компенсация геометрических несоответствий между, образовавшимися мозаичными фрагментами достигается образованием дислокационных границ разворотов [154]. Фактически, наблюдается формирование пространственной двухуровневой фрагментации, что подтверждается результатами изучения феррита пластинчатого перлита методами ПКД и 3-х мерной ФИП/ДОЭ реконструкции. Следствием этих процессов является наблюдение характерных для феррита пластинчатого перлита накопительных ориентационных градиентов на двумерных ДОЭ картах [106,150,151].

Фрагментированная субструктура феррита пластинчатого перлита вполне аналогична субструктуре, образующейся при малых степенях пластической деформации в кристаллических материалах в результате приложения внешней нагрузки [154]. В этом случае процесс разбиения кристаллитов на более мелкие фрагменты обуславливает начальную стадию упрочнения.

В работе [146] отмечалось, что в аустените, деформированном при высоких температурах, при изотермическом превращении сокращался инкубационный период, а также увеличивалась скорость протекания перлитного превращения. При

этом наблюдалось некоторое измельчение колоний перлитного феррита. Наличие фрагментации в перлитном феррите связывали с неоднородностью распределения дислокационных дефектов в бывшем аустените перед перлитным превращением.

По-видимому, наличие дислокационных дефектов в бывшем аустените может способствовать нарушению кооперации и формированию преимущественно несовершенной структуры пластинчатого перлита. Однако несовершенства бывшего аустенита, вызванные горячей деформацией аустенита, не могут рассматриваться в качестве основной причины образования ориентационных градиентов в феррите пластинчатого перлита. В работе [106]  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращение с образованием ориентационных градиентов в пластинчатом перлите происходило в гораздо более совершенном аустените. Эксперимент проводили на образцах низколегированной стали с выдержкой в 10 минут при 950°C и непрерывным охлаждением со скоростью 0,09°C/с.

В свою очередь само наличие фрагментации монокристаллической матрицы феррита пластинчатого перлита обуславливает его повышенную прочность по сравнению с доэвтектоидным ферритом. Можно вполне обоснованно предполагать существенное влияние плотности геометрически необходимых дислокаций на прочность перлита. Поэтому превращение, проходящее в условиях частично наклепанного аустенита, должно сопровождаться образованием более прочного перлита. Экспериментально установленное неравномерное распределение разноразмерных разориентированных фрагментов в монокристаллической матрице перлитного феррита может быть причиной отсутствия корреляции в ферритно-перлитных сталях между межпластинчатым расстоянием в перлите и его микротвердостью, о котором сообщалось ранее [47].

Участки «совершенного» пластинчатого перлита с регулярно расположенными прямыми пластинами цементита в микроструктуре низкоуглеродистых низколегированных сталей после непрерывного охлаждения встречаются редко и только в локальных областях. Перлитное превращение реализуется с максимально возможной степенью кооперации. Образования

фрагментации не наблюдается по причине практически полного отсутствия деформаций феррита «совершенного» пластинчатого перлита.

При недостатке C, повышенной концентрации Mn [171-174], и/или слишком высокой скорости миграции  $\gamma/\alpha$  границы на подложке из доэвтектоидного феррита вместо пластинчатого перлита происходит образование вырожденного перлита [33,159]. Согласно классическим представлениям Хиллерта [33], вырожденный перлит представляет собой микроструктуру с более низкой степенью кооперации между ферритом и цементитом. Такое превращение может сопровождаться зарождением частиц цементита как пластинчатой, так и непластинчатой морфологии на мигрирующей межфазной  $\alpha/\gamma$  границе. Как и в случае образования сростков доэвтектоидного и пластинчатого перлита, в случае вырожденного перлитного превращения может наблюдаться непрерывность доэвтектоидного феррита и феррита вырожденного перлита, а ориентация ферритной матрицы вырожденного перлита в свою очередь наследуется от ориентации смежного зерна доэвтектоидного феррита.

Отсутствие фрагментации ферритной матрицы вырожденного перлита с частицами непластинчатой морфологии указывает на наименьшую степень кооперации феррита и цементита. Однако, как и в случае «совершенного» пластинчатого перлита, вопрос о том присутствовала ли фрагментация в данной области зерна бывшего аустенита или же  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращение сопровождалось устранением исходной фрагментации остается открытым.

Вырожденный перлит с частицами пластинчатой морфологии проявляет более высокую степень кооперации. Образование фрагментации в феррите такого перлита, как и в случае пластинчатого перлита, связано с дефектами роста пластин цементита. Ориентационные соотношения между ферритом и цементитом в таких микроструктурах такие же, как и в пластинчатом перлите [159,161]. Поэтому можно сделать вывод о том, что образование вырожденного перлита с частицами пластинчатой морфологии является более ранней стадией превращения, сопровождающегося образованием пластинчатого перлита.

### 4.3. Выводы по Главе 4

Методами ДОЭ изучены тонкие особенности  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения в современной низкоуглеродистой низколегированной стали 09Г2С с ферритно-перлитной микроструктурой, сформированной в процессе непрерывного охлаждения.

Установлено, что характерной особенностью  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения, сопровождающегося образованием пластинчатого перлита, а также  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения, сопровождающегося образованием вырожденного перлита с частицами цементита пластинчатой морфологии, является образование двухуровневой фрагментации перлитного феррита.

Выявлена корреляционная связь между дефектами строения перлита (искривлениями, разрывами, нарушениями расстановки, изменениями морфологии пластин цементита) и возникновением фрагментации в перлитном феррите.

Методами ДОЭ и ПКД показано, что участки «совершенного» пластинчатого перлита с однородно расположенными прямыми параллельными пластинами цементита не проявляют наличия фрагментации.

Совместным применением МОК и ДОЭ установлено, что в случае вырожденного перлита с частицами непластинчатой морфологии фрагментация отсутствует, в то время как в вырожденном перлите с частицами пластинчатой морфологии наблюдается фрагментация, аналогичная случаю пластинчатого перлита.

Посредством сопоставления особенностей внутреннего строения и характера изменения ориентации, установлено, что фрагментация ферритной матрицы перлитного феррита происходит на стадии роста пластин цементита при нарушении условий кооперации.

Посредством применения методов ДОЭ, ПКД и 3-х мерной ФИП-ДОЭ реконструкции экспериментально доказано существование в микроструктуре низколегированных ферритно-перлитных сталей непрерывных сростков доэвтектоидного и перлитного феррита. В зависимости от локальной концентрации С к моменту начала  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения возможна реализация двух вариантов

превращения. Превращение из двухфазной области сопровождается образованием сростков доэвтектоидного и перлитного феррита, в то время как из однофазной области превращение происходит с образованием индивидуальных зерен перлита.

На примере изучения методом ДОЭ сечений, разрушенных ударным изгибом при  $-196^{\circ}\text{C}$  образцов, показана различная чувствительность индивидуальных зерен перлита и сростков доэвтектоидного и перлитного ферритов по отношению к хрупкому разрушению. В отличие от сростков, разрушение индивидуальных зерен перлита сопровождается изменением траектории магистральной макротрещины.

Показана перспективность применения методов ДОЭ для углубленной оценки характеристик микроструктуры низколегированных ферритно-перлитных сталей. Разделение перлитных составляющих по критерию фрагментации перлитного феррита, а также учет образования сростков доэвтектоидного и перлитного ферритов позволяет более точно оценить соотношения микроструктура – вязкость в низколегированных ферритно-перлитных сталях.



## **ГЛАВА 5. ИЗУЧЕНИЕ КОЛИЧЕСТВЕННЫХ СООТНОШЕНИЙ МИКРОСТРУКТУРА - МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НИЗКОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ**

Низколегированная низкоуглеродистая сталь 09Г2С в состоянии поставки после термического улучшения (закалка с высоким отпуском) рекомендована к применению в качестве материала стенок, крыш и днищ стальных сварных резервуаров нефтетранспортной системы Заполярье - Пурпэ [175]. В отличие от металла в горячекатаном состоянии, термоулучшенный металл проявляет более высокий уровень ударной вязкости при отрицательных температурах [139]. Достижению высоких значений вязкости при повышенном уровне прочности способствует измельчение размера зерен, формирование игольчатого феррита и дисперсионное твердение [2].

Количественная оценка соотношений микроструктура – ударная вязкость сталкивается с проблемой точной оценки содержания, а соответственно и роли составляющих в микроструктуре низколегированных сталей.

Существующие подходы к изучению микроструктуры низкоуглеродистых низколегированных сталей после непрерывного охлаждения основаны на оценке морфологии и субструктуры составляющих посредством ОМ, РЭМ и ПЭМ [59-61]. Характеристика сложной микроструктуры низкоуглеродистых низколегированных сталей после термического улучшения затруднена в связи с недостаточным разрешением ОМ, РЭМ по отношению к выявлению границ зерен, а также высокой локальностью ПЭМ.

В настоящей главе рассматривается новый подход к разделению составляющих микроструктуры, базирующийся на характеристике микроструктуры низкоуглеродистых низколегированных сталей методом ДОЭ. Руководствуясь этим подходом, проведено экспериментальное изучение соотношений микроструктура - механические свойства с целью выявления особенностей изменения вязкости в двух плавках низкоуглеродистой низколегированной стали 09Г2С в различных структурных состояниях,

Таблица 5.1. Более подробная информация о материале приведена в Таблице 2.1 и Таблице 2.2. (Глава 2).

Таблица 5.1.

Способы обработки, структура и толщина проката изученного материала.

Сталь	Плавка	Способ обработки	Структура	Толщина проката, мм
09Г2С в арктическом исполнении	I	Горячая прокатка (ГК)	Ферритно-перлитная (Ф-П)	12
		Термическое улучшение (закалка + высокий отпуск ТУ1)	Ферритно-бейнитная (Ф-Б)	
	II	Термическое улучшение ТУ2	Ф-Б	14

### 5.1. Новый подход к количественному определению характеристик микроструктуры низкоуглеродистых низколегированных сталей методом дифракции отраженных электронов

Микроструктура низкоуглеродистых низколегированных сталей преимущественно содержит составляющие на основе ОЦК кристаллической решетки. Из этого следует, что при изучении методом ДОЭ разделить составляющие микроструктуры на основе критерия различий типа кристаллической решетки не представляется возможным. Поэтому для характеристики микроструктуры таких сталей методом ДОЭ необходимо применение других подходов.

$\gamma \rightarrow \alpha$  превращение в низкоуглеродистых низколегированных сталях сопровождается образованием составляющих микроструктуры, проявляющих в зависимости от механизма образования, различную степень совершенства. При построении ДОЭ карт это выражается в пониженном или повышенном параметре качества ДОЭ картин (Band Slope, характеризующем уширение полос Кикучи), а также в концентрации и величине локальных разориентаций. Совместный анализ

основных подходов к постоперационной обработке ДОЭ данных (представлены в **Главе 1**) и результатов изучения перлитных превращений в низкоуглеродистой низколегированной стали с ферритно-перлитной структурой методами ДОЭ (описаны в **Главе 4**) показал, что наиболее перспективным для количественного определения характеристик микроструктуры низколегированных сталей является подход кернеловских средних разориентаций (КСР).

Подход КСР, рис. 5.1, основан на усреднении локальных разориентаций в каждой точке растра по кернелам.

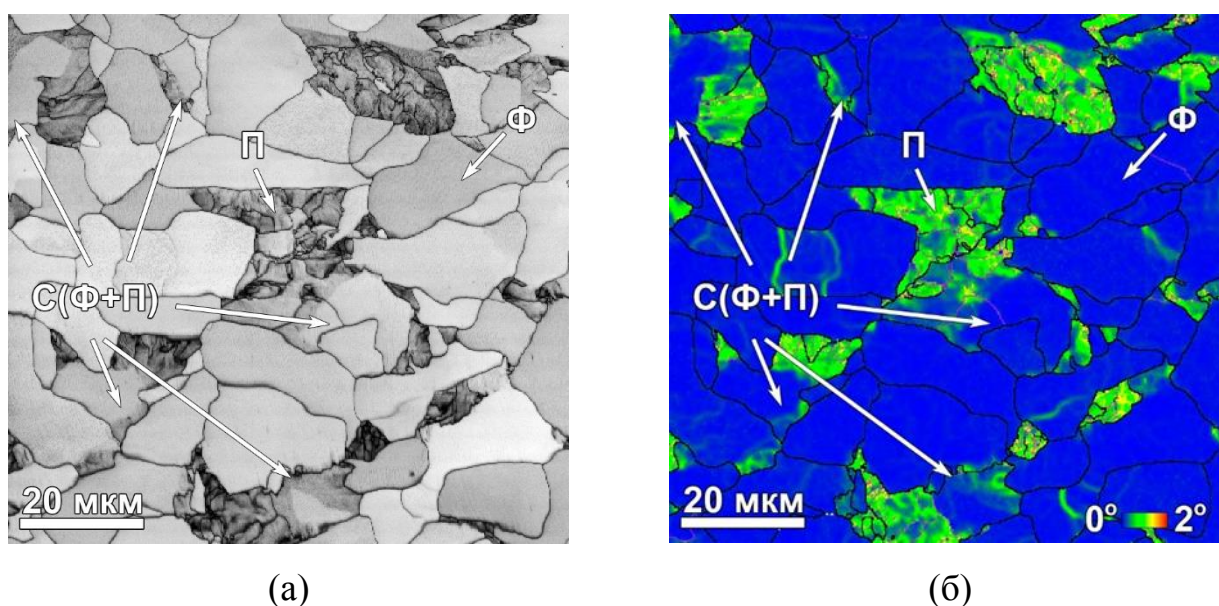


Рисунок 5.1 – Микроструктура. Сталь 09Г2С плавка I ГК. шаг 200 нм. ДОЭ.: (а) карта качества ДОЭ картин BS; (б) карта КСР, кернел 7x7.

Кернелом 1-го порядка (3x3) называют область на ориентационной карте (для сканирования по квадратному растру – квадрат), состоящую из ближайших соседних пикселей – 8 шт. Контраст карт КСР зависит от многих характеристик: величины кернела, шага при построении ориентационных карт, критерия разделения границ на малоугловые и высокоугловые. Чем меньше шаг построения ориентационных карт, тем больше требуется кернел для усиления контраста, связанного с образованием несовершенств составляющих микроструктуры на картах КСР. Поэтому в случае построения ориентационных карт с шагом 200 нм

целесообразно применять kernel 7x7 [150]. Основным преимуществом подхода КСР, рис. 5.1 (б), по сравнению с подходами, основанными на качестве ДОЭ картин, рис. 5.1 (а), является независимость оцениваемой величины от ориентации зерен в микроструктуре. Карты КСР предполагают анализ только локальных разориентаций в каждой точке микроструктуры. При построении таких карт обычно за критерий малоугловых границ принимают разориентации в 2-3°, а области высокоугловых границ 10-15° исключаются из рассмотрения. Цветовое кодирование осуществляется по локальным разориентациям от 0° (синий) до минимальной разориентации малоугловой границы (красный).

Количественная информация о величинах КСР может быть также представлена в виде частотного распределения, рис. 5.2.

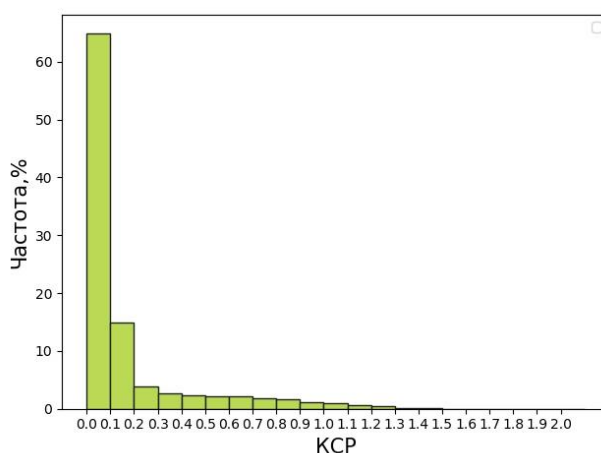


Рисунок 5.2 - Частотное распределение КСР для карты с рис. 5.3. Сталь 09Г2С плавка I ГК. Kernel 7x7. шаг 200 нм. ДОЭ.

Выбор пороговых значений частотного распределения КСР может позволить провести разделение составляющих микроструктуры на основе их совершенства. Однако применение подхода КСР в случае низкоуглеродистых низколегированных сталей, полученных различными методами термомеханической обработки, имеет свои особенности, связанные с протеканием  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения.

### **5.1.1. Количественное определение характеристик микроструктуры ферритно-перлитных сталей методом дифракции отраженных электронов**

В состоянии после горячей прокатки (ГК) в результате  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения образуется микроструктура, состоящая из узлов перлита (феррит – ОЦК решетка, цементит – орторомбическая решетка), зерен феррита и их сростков (**Глава 4**). Цементитная составляющая перлита не идентифицируется на ДОЭ картах из-за малой толщины пластин и слабых рефлексов на ДОЭ картинах.

Однако визуализация перлитной составляющей микроструктуры может быть осуществлена посредством карт качества BS и КСР, рис. 5.1. На картах качества, получаемых еще до индирования ДОЭ картин, рис. 5.1 (а), перлитные области проявляют меньшие значения BS по сравнению со смежными областями доэвтектоидного феррита. Эта особенность обусловлена размытием ДОЭ картин в связи с тем, что в таких областях наблюдаются тонкие цементитные пластины. Более совершенные области доэвтектоидного феррита, образовавшиеся при более высоких температурах, визуализируются светлыми. Из-за того, что на картах BS проявляется контраст, связанный с различной ориентацией зерен, количественная оценка характеристик микроструктуры затруднена. Однако такие карты могут быть использованы в качестве реперных при определении положения перлитной составляющей с применением подхода КСР.

На картах КСР в перлитных областях наблюдается повышенная концентрация локальных разориентаций, рис. 5.1 (б). Отделить перлитные области позволяет определение минимального порогового значения КСР, рис. 5.3. Наиболее точно перлитным областям на картах BS соответствовали точки с КСР  $>0.2^\circ$ . Показанный подход к количественному разделению микроструктуры в целом соответствует результатам определения доли перлитной составляющей посредством оптической микроскопии и растровой электронной микроскопии после химического травления поверхности металлографических шлифов. Однако, выявленный в **Главе 4** факт непрерывности доэвтектоидного и перлитного ферритов, а также различная чувствительность к хрупкому разрушению при ударном нагружении индивидуальных зерен перлита и Ф-П сростков, делают

целесообразным их рассмотрение в качестве отдельной составляющей при количественном анализе характеристик микроструктуры.

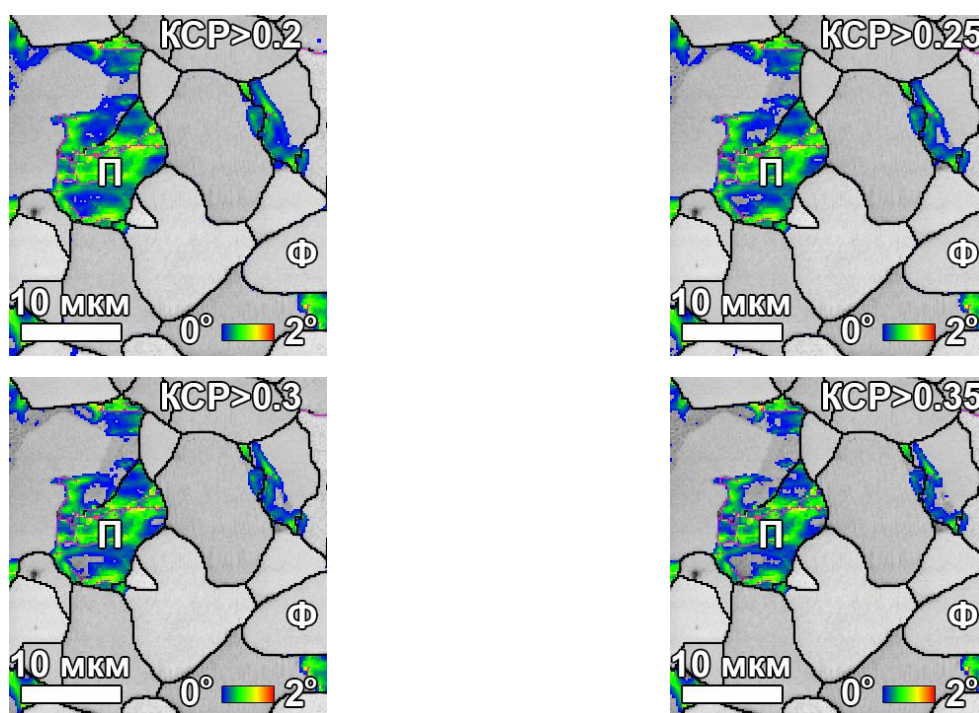


Рисунок 5.3 - Подбор порогового значения КСР. Сталь 09Г2С плавка I ГК. Карта КСР+BS. ДООЭ.

Для разделения вышеописанных составляющих микроструктуры обычного подхода КСР недостаточно, так как области сростков будут приписываться к доэвтектоидному ферриту (Ф1) и перлитному ферриту (П1).

Одним из подходов для разделения микроструктуры на индивидуальные зерна доэвтектоидного феррита (Ф1), отдельные зерна перлитного феррита (П1) и сростки доэвтектоидного и перлитного феррита (С(Ф2+П2)) может послужить усреднение параметра КСР внутри зерен, рис. 5.4 (а). Однако диапазон значений частотного распределения среднего КСР в микроструктуре может быть слишком узким и не выявлять пики для надежного разделения составляющих, рис. 5.4 (б). Наиболее точно разделить составляющие микроструктуры позволяет определение доли точек  $КСР > 0,2^\circ$  (что соответствует перлитным участкам) внутри зерен, рис. 5.5 (а). На частотном распределении вышеописанной характеристики, рис. 5.5 (б),

отчетливо видны пики доэвтектоидного феррита  $\Phi 1$  (0-6%) и отдельных зерен перлита П1 (70-100%).

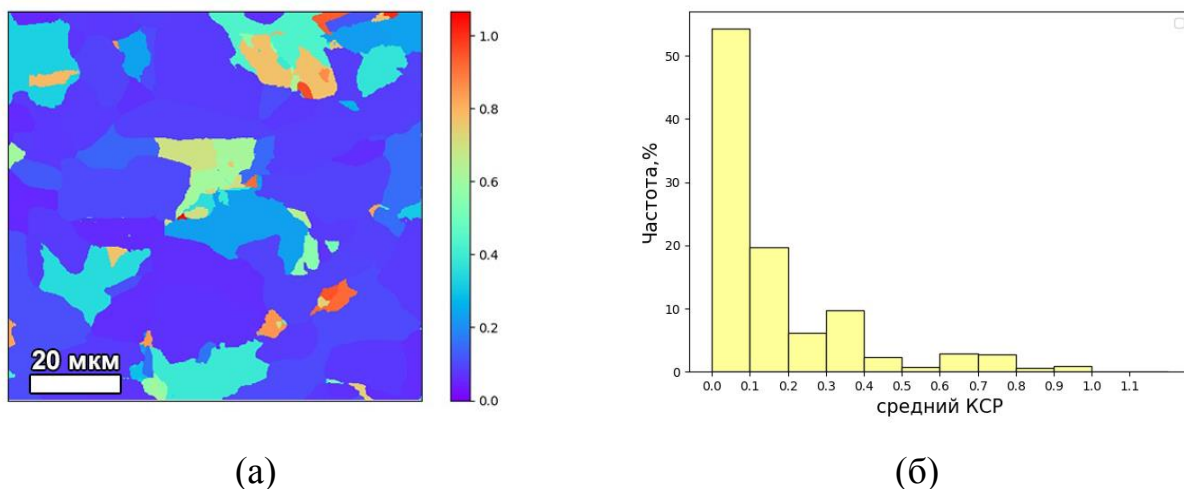


Рисунок 5.4 - Анализ средних значений КСР внутри зерен. Сталь 09Г2С плавка I ГК. ДОЭ.: (а) карта; (б) частотное распределение.

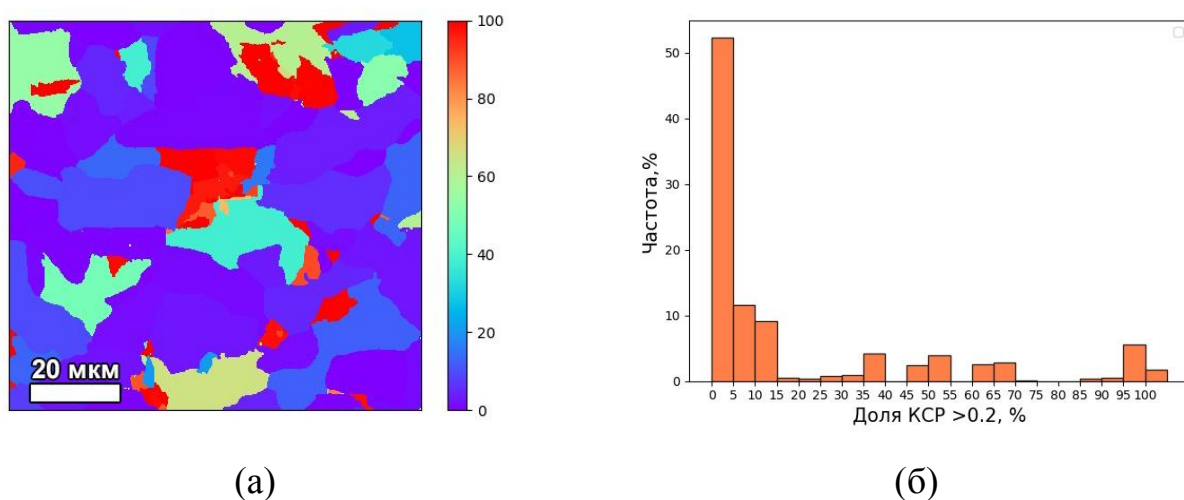


Рисунок 5.5 - Анализ доли точек внутри зерен с  $\text{КСР} > 0,2^\circ$  внутри зерен. Сталь 09Г2С плавка I ГК. ДОЭ.: (а) карта; (б) частотное распределение.

Промежуточные же значения относятся к сросткам, в которых наблюдается различная пропорция доэвтектоидного феррита ( $\Phi 2$ ) и перлитного феррита ( $\Pi 2$ ). Результат разделения микроструктуры представлен на рис. 5.6.

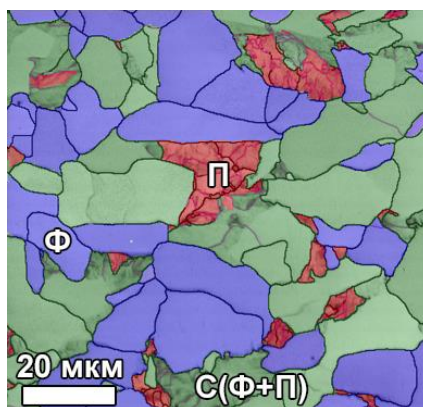


Рисунок 5.6 - Результат разделения микроструктуры. Сталь 09Г2С плавка I ГК. Карта BS + перлитный феррит (красный), сrostки (зеленый), доэвтектоидный феррит (фиолетовый). ДООЭ.

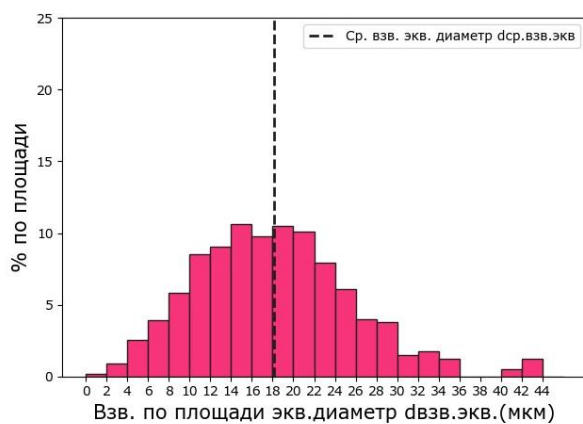
Результаты количественного определения характеристик микроструктуры стали 09Г2С плавки I ГК методом ДООЭ представлены в таблице 5.2 и на рис. 5.7.

Таблица 5.2.

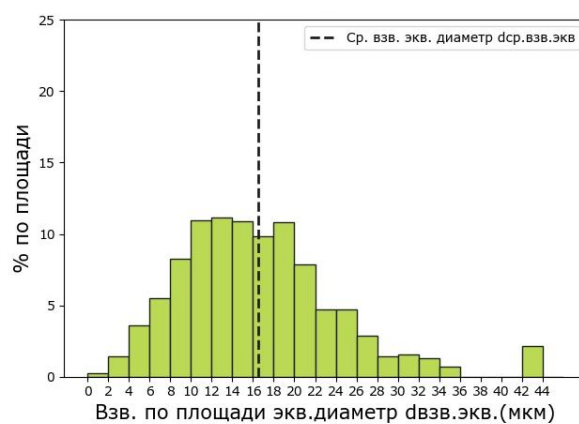
Результаты количественного определения микроструктуры в стали 09Г2С плавки I ГК. ДООЭ.

Характеристики/выборка	Разделение на Ф и П (традиционный подход)		Разделение на Ф1, П1 и С(Ф2+П2) (новый подход)			
	Ф	П	Ф1	С (Ф2+П2)	П1	П2 (в сrostках)
Количество зерен, шт.	2491	3144	1787	873	2335	809
Объемная доля, %	85,65	14,35	48,45	44,88	6,67	7,68
Средний эквивалентный диаметр, $d_{\text{ср.экв}}$ , мкм	8,64	2,93	7,71	10,25	2,34	4,65
Стандартное отклонение	7,00	2,79	6,17	8,94	2,19	3,54
Коэффициент вариации	0,81	0,32	0,80	0,87	0,93	0,76
Дисперсия	48,96	7,80	38,02	79,85	4,79	12,55
Нормированный по площади ср.экв.диаметр, $d_{\text{ср.взв.экв.}}$ , мкм	18,16	8,09	16,52	21,36	6,79	9,23

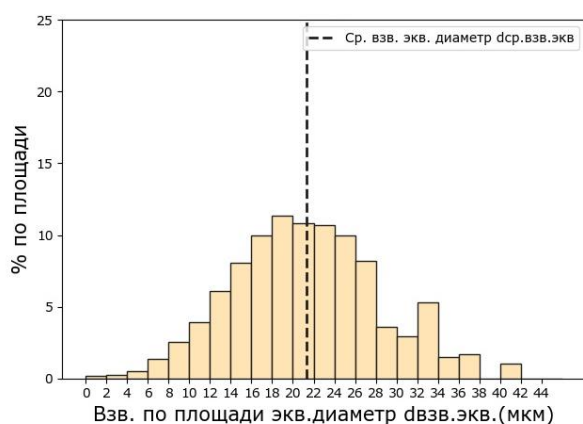




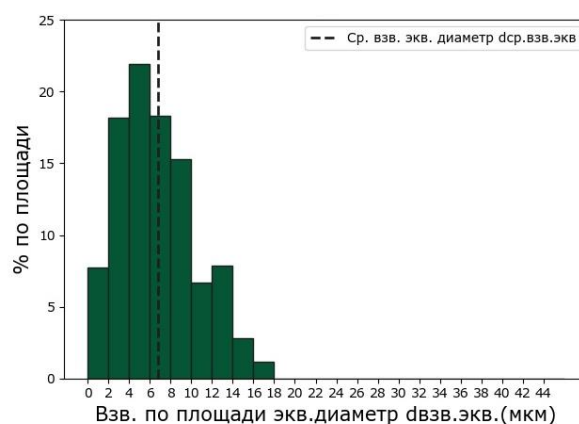
(а)



(б)



(в)



(г)

Рисунок 5.7 - Распределения  $d_{\text{взв.эquiv}}$ . Сталь 09Г2С плавка I ГК: (а) Ф (традиционный подход); (б) Ф1; (в) С(Ф2+П2); (г) П1.

Оценка стандартного отклонения, дисперсии и коэффициента вариации показывает, что в микроструктуре присутствует большое количество зерен с мелким средним эквивалентным диаметром  $d_{\text{ср.эquiv}}$ . Размер зерен, определенный таким образом, оказывается недостоверным, о чем свидетельствуют его различия с нормированным по площади эквивалентным диаметром  $d_{\text{ср.взв.эquiv}}$ . Средний эквивалентный диаметр оказывается в 2-3 раза меньше, чем нормированного по площади эквивалентный диаметр. Сравнение количественного определения характеристик микроструктуры посредством традиционной методики (рассмотрение всех областей феррита) и нового подхода (с учетом сростков) показало, что  $d_{\text{ср.взв.эquiv}}$  сростков С(Ф2+П2) превышает соответствующую характеристику как индивидуальных зерен феррита Ф1 на 5 мкм, так и размера Ф,

определенного по традиционной методике на 3 мкм. При этом объемные доли индивидуальных зерен доэвтектоидного феррита  $\Phi_1$  и сростков  $C(\Phi_2+\Pi_2)$  отличаются всего на 3%. Объемная доля перлитной составляющей микроструктуры, определенная по традиционной методике, составляет 14%. Разделение на индивидуальные зерна перлита  $\Pi_1$  и зерна перлита  $\Pi_2$  в сростках показывает, что их содержание в микроструктуре стали 09Г2С ГК отличается всего на 1%.

### 5.1.2. Количественное определение характеристик микроструктуры ферритно-бейнитных сталей после термического улучшения методом дифракции отраженных электронов

В соответствии с классификациями по морфологии и субструктуре [59-61], микроструктура стали 09Г2С после термического улучшения содержит доэвтектоидный феррит  $\Phi$ , квази-полигональный феррит КФ, а также речный бейнит Б и мелкодисперсные карбидные выделения, рис. 5.8.

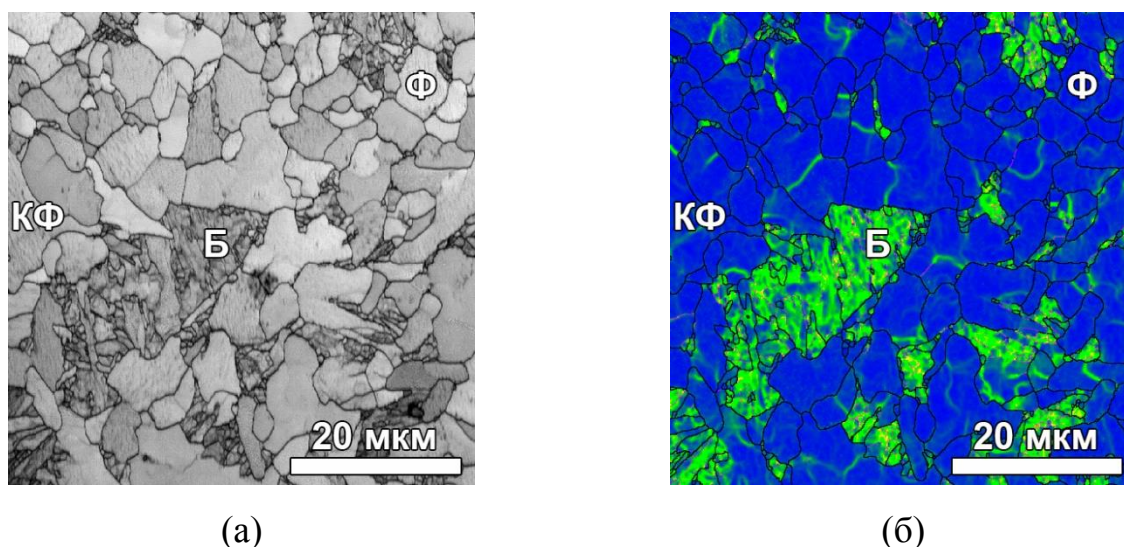


Рисунок 5.8 - Ферритно-бейнитная микроструктура после термического улучшения. Сталь 09Г2С плавка I ТУ1. ДОЭ.: (а) карта BS; (б) карта КСР.

Из-за мелких размеров и слабых рефлексов на ДОЭ картинах, как и в случае цементита в  $\Phi$ - $\Pi$  микроструктуре, карбидную составляющую методом построения

автоматизированных ДОЭ карт выявить не удастся. Различная степень совершенства составляющих, вызванная особенностями  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения в стали 09Г2С после термического улучшения, может послужить признаком для количественной характеристики микроструктуры.

Наиболее совершенным строением обладает доэвтектоидный феррит, образовавшийся при самых высоких температурах по диффузионному механизму. Такие зерна на картах BS, будут наиболее светлыми, рис. 5.8 (а), а на картах КСР будут проявлять практически полное отсутствие локальных разориентаций, рис. 5.8 (б).

Квази-полигональный феррит образуется в результате быстрого перераспределения атомов ближнего порядка на аустенит/ферритных межфазных границах и поэтому проявляет меньшую степень совершенства по сравнению с доэвтектоидным ферритом. Границы таких зерен могут иметь сложную искаженную неполигональную морфологию. На картах КСР зерна КФ будут проявлять повышенную концентрацию локальных разориентаций  $0 - 0,3^\circ$ . Однако, в отличие от зерен доэвтектоидного феррита, в таких зернах могут наблюдаться ориентационные градиенты и повышенная концентрация разориентаций  $> 1^\circ$ .

Наименее совершенным строением обладают зерна бейнитного феррита, образованные при самых низких температурах в результате сдвигово-диффузионного превращения. Эта особенность проявляется в виде пониженных значений BS в бейнитных областях, а также в повышенной концентрации локальных разориентаций  $0,3 - 1,5^\circ$ .

Как и в случае ферритно-перлитной микроструктуры карты BS проявляют ориентационный контраст, который налагается на различное совершенство составляющих. Поэтому зерна различных составляющих могут проявлять одни и те же значения BS.

Количественное разделение составляющих также наталкивается на отсутствие выраженных пиков на частотном распределении КСР, рис. 5.9.

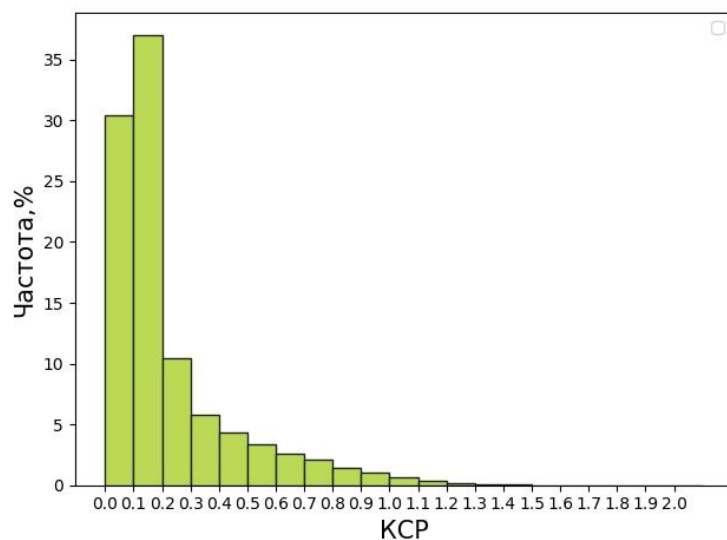


Рисунок 5.9 - Распределение КСР. Сталь 09Г2С плавка I ТУ1. ДОЭ.

Однако определение минимального порогового значения КСР и наложение полученных данных на карты BS позволяет выявить бейнитные области, рис. 5.10.

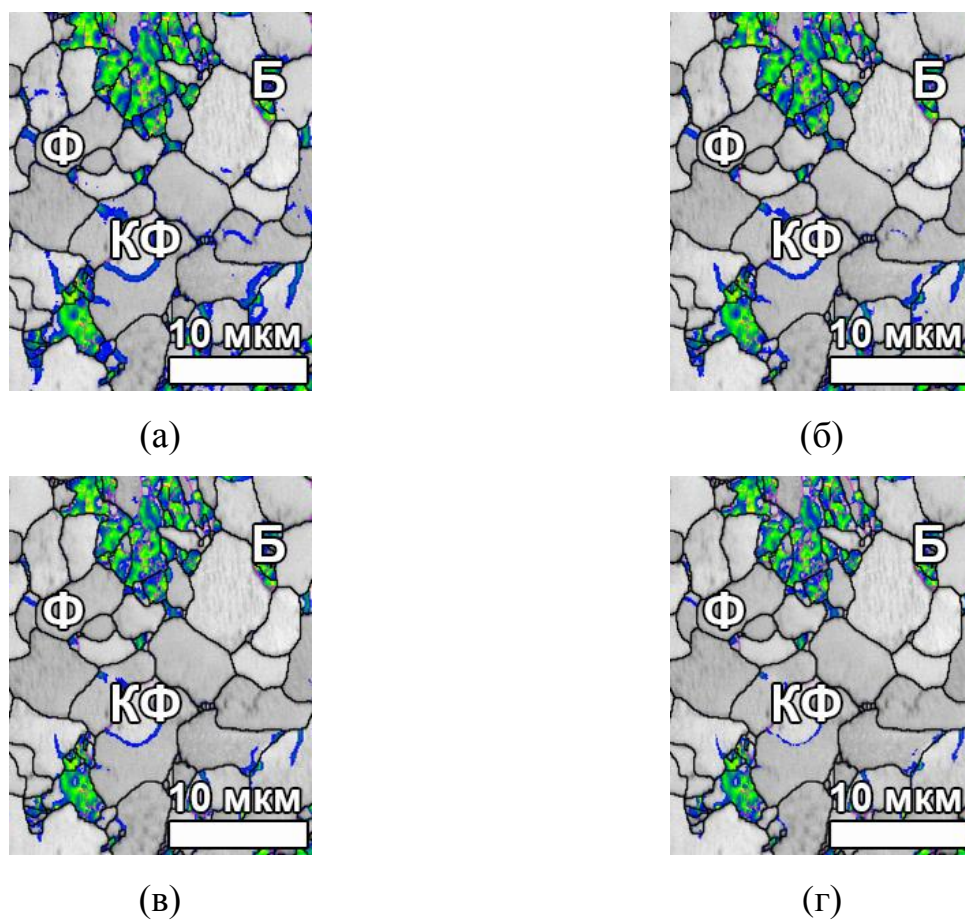


Рисунок 5.10 - Подбор порогового значения КСР. Сталь 09Г2С плавка I ТУ1. ДОЭ.: (а) 0,2°; (б) 0,25°; (в) 0,3°; (г) 0,35°.

Экспериментально определено, что наиболее точно соответствуют бейнитным областям на картах BS области  $KSP > 0,3^\circ$ .

Аналогично случаю Ф-П сталей для разделения составляющих был применен модифицированный подход КСР, рис. 5.11.

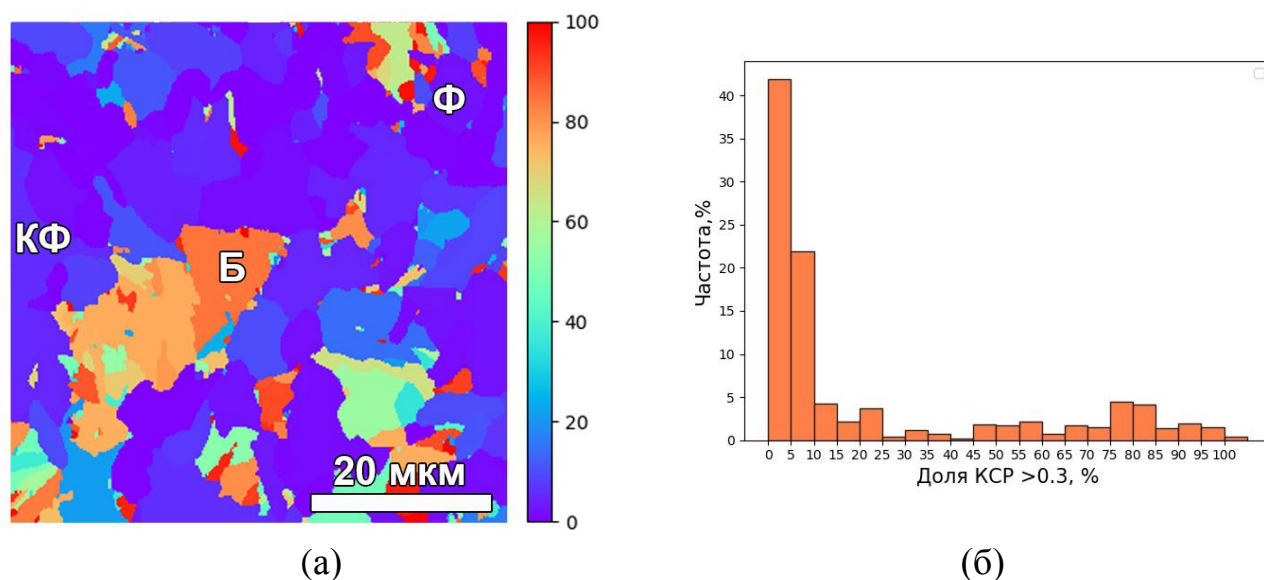


Рисунок 5.11 - Анализ доли точек внутри зерен с  $KSP > 0,3^\circ$  внутри зерен. Сталь 09Г2С плавка I ТУ1. ДОЭ.: (а) карта; (б) частотное распределение.

В качестве критерия для сепарации составляющих была выбрана доля точек  $KSP > 0,3^\circ$  внутри зерен, рис. 5.11 (б). Однако такой метод показал себя надежным только при отделении бейнитной составляющей, 5.11 (б). Отсечение значений показало, что бейниту соответствуют зерна с содержанием  $KSP > 0,3^\circ$  внутри зерен больше 45%. Разделение квази-полигонального и доэвтектоидного феррита на основе содержания  $KSP 0-0,3^\circ$  осуществить не удастся.

Критерием для разделения оставшихся составляющих может послужить наличие малых разориентаций  $< 1^\circ$  внутри зерен, рис. 5.12. Зерна доэвтектоидного феррита более совершенны и практически не содержат разориентаций превышающих  $1^\circ$ , в то время как зерна квази-полигонального феррита проявляют повышенную концентрацию таких разориентаций. Применение компонента доли рекристаллизованных зерен, разделяющего микроструктуру на рекристаллизованные (синий цвет), субструктурированные (желтый цвет) и

деформированные области (красный цвет), позволяет разделить два типа феррита. Для этого при построении ориентационной карты в таком компоненте необходимо задаться разориентацией малоугловых границ в  $1^\circ$ .

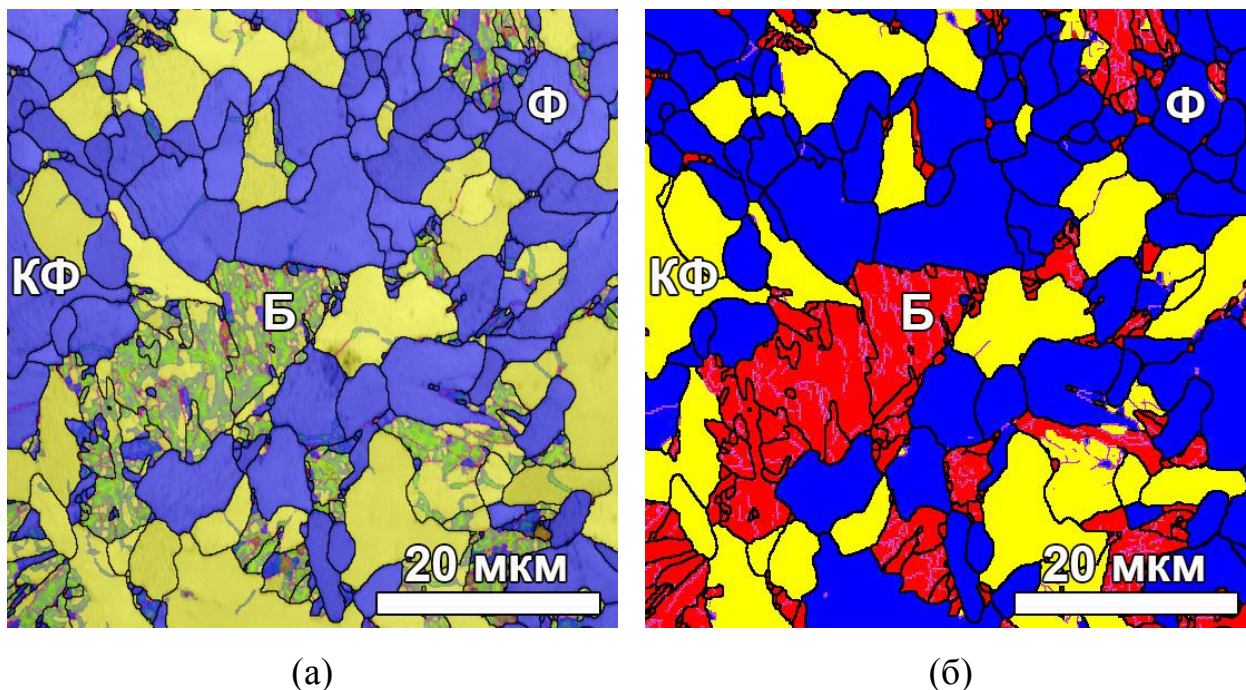


Рисунок 5.12 - Разделение составляющих в Ф-Б микроструктуре. Сталь 09Г2С плавка I ТУ1. ДООЭ.: (а) наложение карт КСР  $> 0,3^\circ$  на карты в рекр. компоненте. (б) результат разделения.

В таком случае зерна Ф будут рассматриваться как рекристаллизованные, а зерна КФ, как субструктурированные, рис 5.12 (а). Результат разделения составляющих в ферритно-бейнитной микроструктуре стали 09Г2С после термического улучшения (ТУ1) представлен на рис. 5.12 (б).

Результаты количественного определения микроструктуры методом ДООЭ для двух плавок стали 09Г2С после термического улучшения представлены в Таблице 5.3, Таблице 5.4 и на рис. 5.13, рис. 5.14. По сравнению с горячей прокаткой термическое улучшение приводит к существенному измельчению размеров зерен. Сравнение распределений характеристик размера зерен в микроструктуре показывает, что из-за большого вклада мелких зерен описание микроструктуры посредством  $d_{\text{ср.экв}}$  оказывается недостоверным.

Таблица 5.3.

Результаты количественного определения характеристик микроструктуры в стали 09Г2С плавки I ТУ1. ДОЭ.

Характеристики/выборка	ТУ1			
	Общая выборка	Ф	КФ	Б
Количество зерен, шт.	16878	8114	1183	7581
Объемная доля, %	100,00	24,54	31,77	43,70
Средний эквивалентный диаметр, $d_{\text{ср.экв.}}$ , мкм	2,31	1,62	6,09	2,46
Стандартное отклонение	2,31	1,68	3,37	2,08
Коэффициент вариации	1,00	1,03	0,55	0,84
Дисперсия	5,33	2,81	11,34	4,33
Нормированный по площади ср.экв. диаметр, $d_{\text{ср.взв.экв.}}$ , мкм	7,84	7,15	10,00	6,65

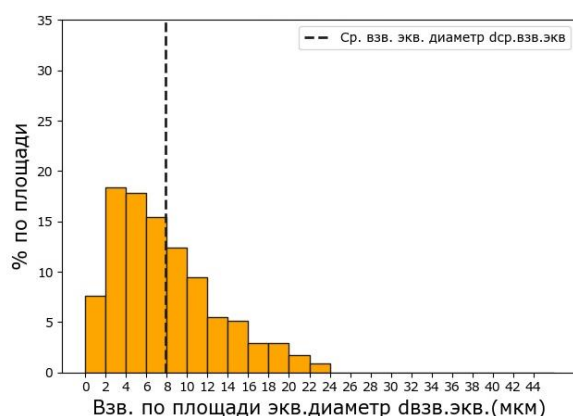
Таблица 5.4.

Результаты количественного определения характеристик микроструктуры в стали 09Г2С плавки II ТУ2. ДОЭ.

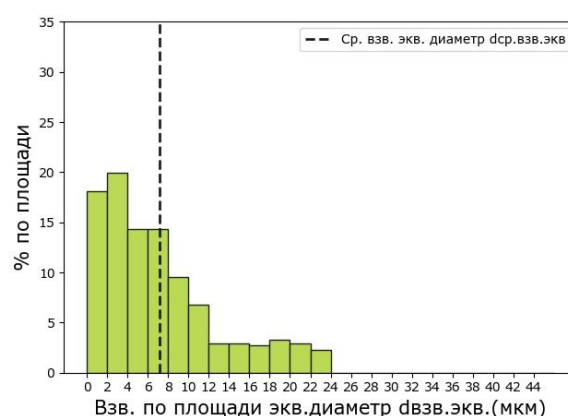
Характеристики/выборка	ТУ2			
	Общая выборка	Ф	КФ	Б
Количество зерен, шт.	14446	3834	1346	9266
Объемная доля, %	100,00	25,66	46,01	28,33
Средний эквивалентный диаметр, $d_{\text{ср.экв.}}$ , мкм	2,42	2,76	7,21	1,59
Стандартное отклонение	2,71	2,27	3,64	1,82
Коэффициент вариации	1,12	0,82	0,50	1,15
Дисперсия	7,34	5,16	13,22	3,32
Нормированный по площади ср.экв. диаметр, $d_{\text{ср.взв.экв.}}$ , мкм	8,64	6,04	10,99	7,20

Определенный таким образом размер зерен в 3-5 раз меньше, чем при описании микроструктуры посредством нормированного по площади эквивалентного диаметра  $d_{\text{ср.взв.экв.}}$ . В обеих плавках стали 09Г2С после термического улучшения

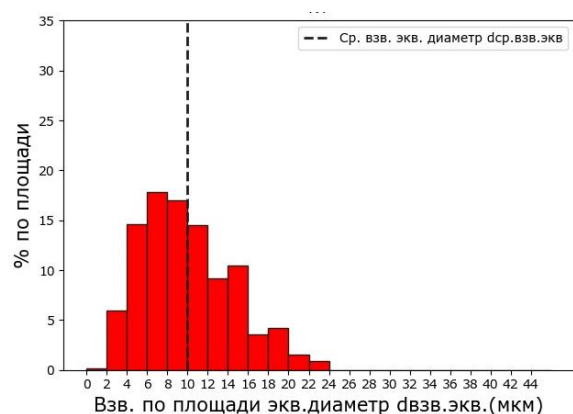
наибольшее влияние на размеры зерен доэвтектоидного феррита  $\Phi$  и бейнитного феррита Б оказывает выборка мелких зерен.



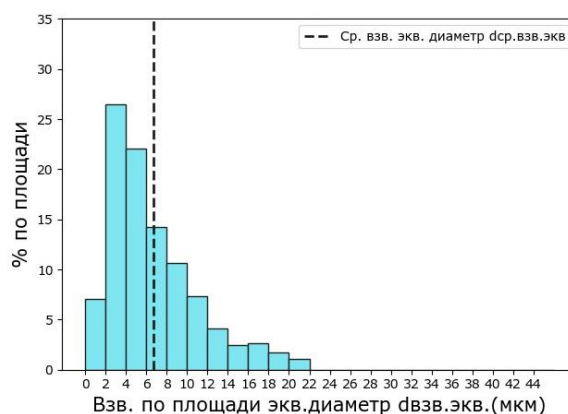
(а)



(б)



(в)

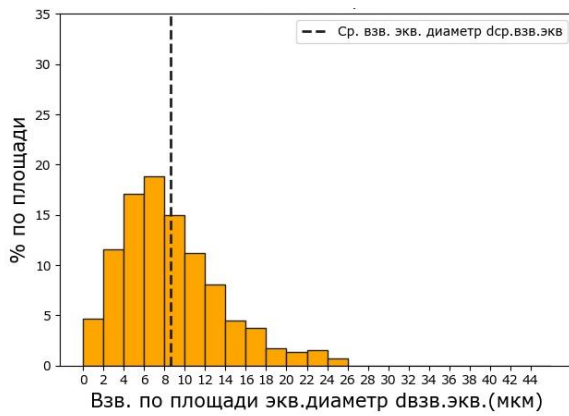


(г)

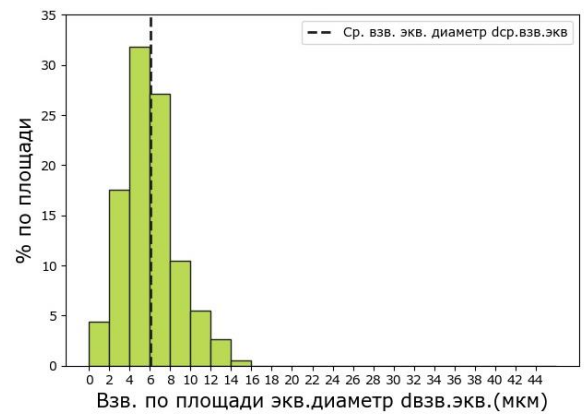
Рисунок 5.13 - Распределения нормированных по площади эквивалентных диаметров зерен составляющих микроструктуры. Сталь 09Г2С плавка I ТУ1. ДОЭ.: (а) Общая выборка; (б)  $\Phi$ ; (в) КФ; (г) Б.

Зерна квази-полигонального феррита проявляют наибольший размер. При этом различия в размерах структурных составляющих между двумя плавками стали лежат в пределах 1 мкм. В свою очередь объемные доли составляющих микроструктуры после термического улучшения для двух плавков стали различаются. Содержание доэвтектоидного феррита в обеих плавках стали практически одинаково (лежит в пределах 1%), однако соотношение КФ и Б различно.

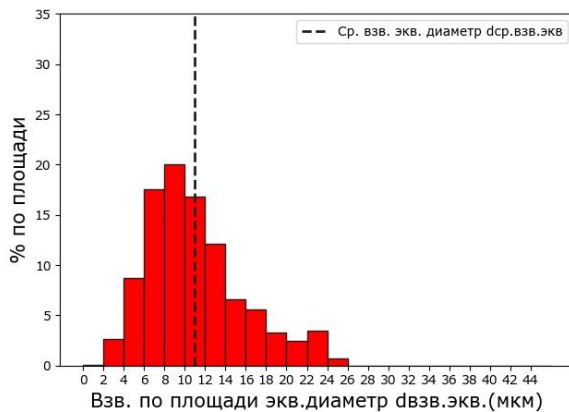




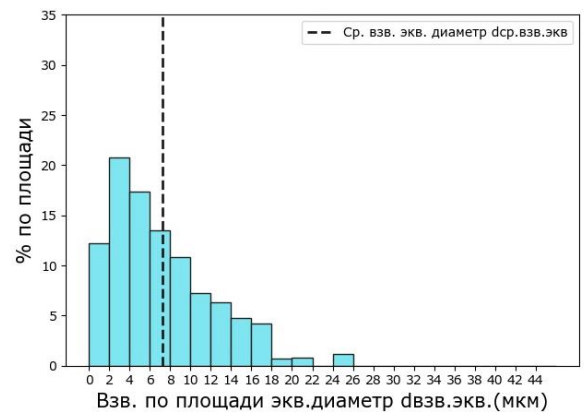
(а)



(б)



(в)



(г)

Рисунок 5.14 - Распределения нормированных по площади эквивалентных диаметров зерен составляющих микроструктуры. Сталь 09Г2С плавка II ТУ2. ДООЭ.: (а) Общая выборка; (б) Ф; (в) КФ; (г) Б.

В микроструктуре первой плавки преобладают зерна Б (44%), в то время как в микроструктуре второй плавки преобладают зерна КФ (46%).

## 5.2. Изучение микротвердости составляющих микроструктуры в стали 09Г2С после термического улучшения

Измерение микротвердости позволяет определить вклад каждой составляющей микроструктуры в механические свойства материала. В свою очередь на итоговые значения микротвердости влияют следующие факторы: вариации размера зерен, локальная концентрация дефектов, локальная концентрация легирующих элементов, а также содержание карбидных частиц.

Результаты определения микротвердости по методу Виккерса для различных составляющих микроструктуры стали 09Г2С после термического улучшения представлены в Таблице 5.5 и на рис. 5.15.

Таблица 5.5.

Результаты измерения микротвердости по методу Виккерса.

Параметр/выборка	ТУ1			ТУ2		
	Б	КФ	Ф	Б	КФ	Ф
Средняя микротвердость, HV	212,2	194,1	174,3	232,9	192,1	158,3
Размах вариации	63,0	57,0	74,0	106,0	78,0	57,0
Стандартное отклонение	17,6	14,1	15,3	20,9	16,1	14,5
Абсолютная погрешность, HV	5,3	4,4	4,9	5,4	3,9	5,1
Погрешность измерения, %	2,5	2,3	2,8	2,3	2,1	3,2

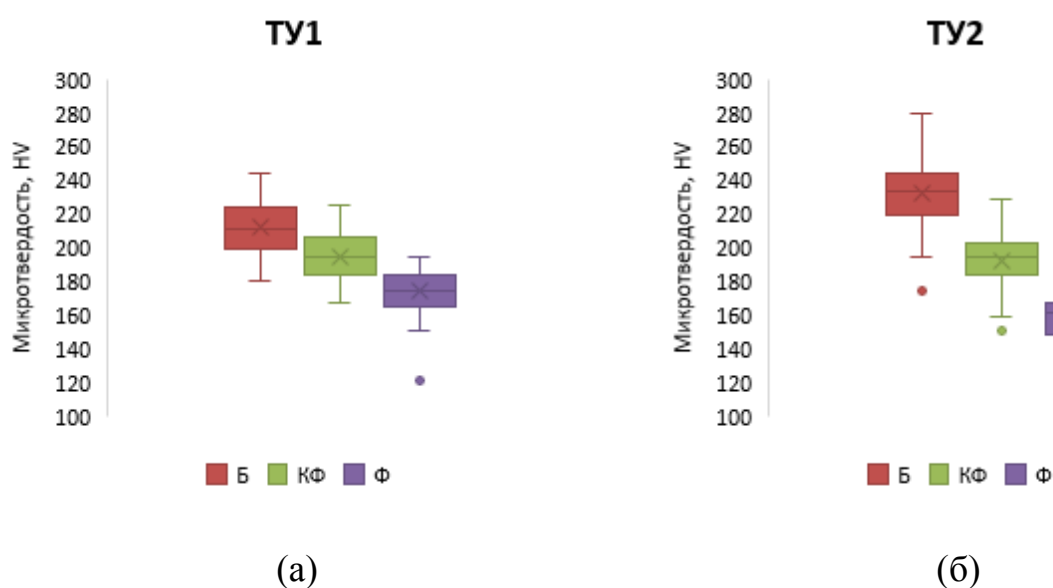


Рисунок 5.15 - Оценка микротвердости HV в стали 09Г2С после термического улучшения.: (а) ТУ1; (б) ТУ2.

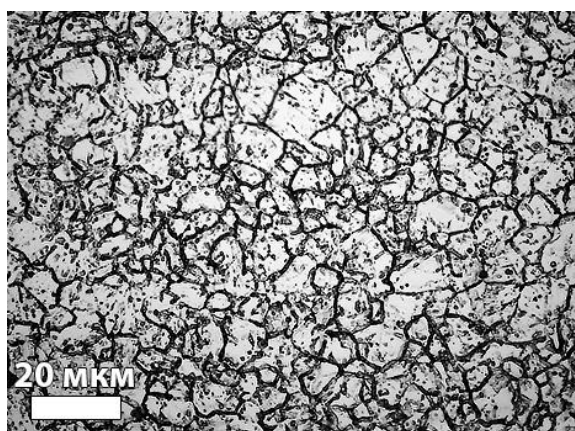
В обеих партиях стали бейнитная составляющая микроструктуры показывает наибольшие значения микротвердости, доэвтектоидный феррит наименьшие, а квази-полигональный феррит занимает промежуточные значения. Средняя микротвердость Б больше во второй плавке (на 20 HV), средняя микротвердость Ф больше в первой плавке (на 16 HV), в то время как квази-полигональный феррит показывает одинаковый уровень твердости. Определенной зависимости в изменении размаха вариации HV между первой и второй плавкой не наблюдается. Объяснением этому может служить влияние различной локальной концентрации С и Mn, обусловленное механизмом превращения. В ходе  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения при высоких температурах сначала выделяется доэвтектоидный феррит, оттесняя оставшийся углерод в область непревращенного аустенита. Оставшийся углерод распределяется между квази-полигональным ферритом и бейнитом. Так как в плавке I содержание Б больше, то можно предположить, что углерод в нем распределяется более равномерно. В плавке II большая твердость может быть обусловлена повышенной концентрацией углерода и Mn, из-за меньшего содержания Б.

### **5.3. Изучение микроструктуры бывшего аустенита в стали 09Г2С после термического улучшения**

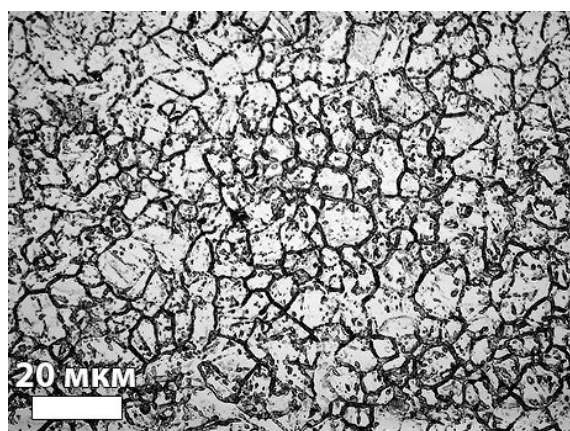
Микроструктура бывшего аустенита (высокотемпературной фазы, существовавшей перед  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращением), определяет ход формирования действительной микроструктуры. Сравнение количественных характеристик микроструктуры бывшего аустенита может указать на причину различного поведения двух плавок стали 09Г2С подвергнутых номинально идентичному термическому улучшению.

Выявление микроструктуры бывшего аустенита осуществлялось посредством многократного селективного травления поверхности металлографических шлифов в подогретом водном растворе пикриновой кислоты с последующей переполировкой. Микрофотографии структуры бывшего аустенита стали 09Г2С после термического улучшения приведены на рис. 5.16. Нагрев под

закалку во время проведения термического улучшения приводит к формированию однородной рекристаллизованной микроструктуры бывшего аустенита.



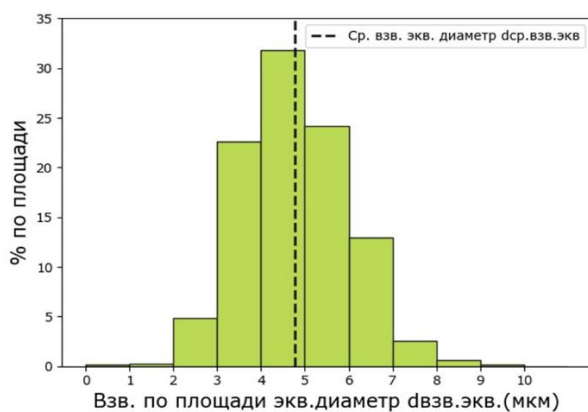
(а)



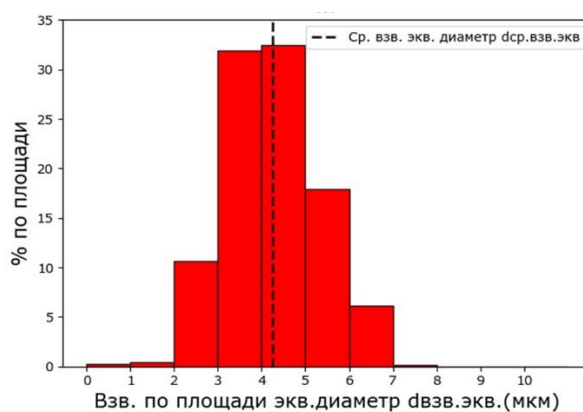
(б)

Рисунок 5.16 - Микроструктура бывшего аустенита. Травление подогретым водным раствором пикриновой кислоты. ОМ.: (а) ТУ1; (б) ТУ2.

На рис. 5.17 и в таблице 5.6 представлены результаты оценки количественных характеристик микроструктуры бывшего аустенита в стали 09Г2С после термического улучшения.



(а)



(б)

Рисунок 5.17 - Распределения нормированного по площади эквивалентного диаметра  $d_{\text{ср.взв.экр.}}$  бывшего аустенита. ОМ.: (а) ТУ1; (б) ТУ2.

В металле обеих плавов стали 09Г2С размер зерен  $d_{\text{ср.взв.экв.}}$  практически одинаковый, а различия распределений зерен бывшего аустенита можно считать несущественными. Этот факт позволяет сделать вывод о том, что нагрев под закалку для обеих плавов стали осуществлялся в одних и тех же условиях, а различия поведения механических свойств могут быть обусловлены различными условиями охлаждения.

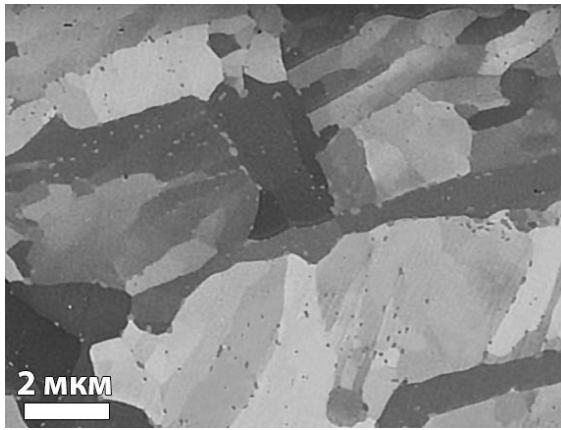
Таблица 5.6.

Результаты количественного определения характеристик микроструктуры бывшего аустенита в стали 09Г2С после термического улучшения. ОМ.

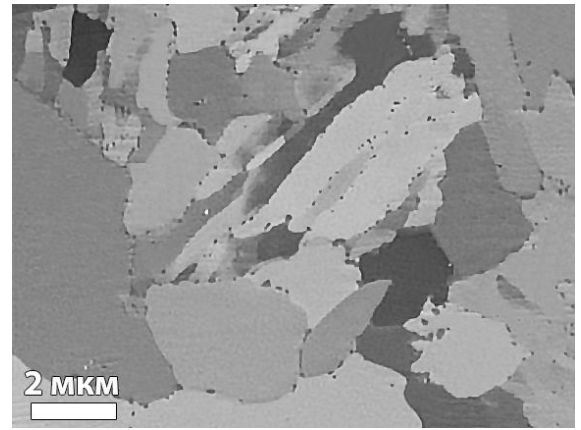
Характеристика/выборка	ТУ1	ТУ2
Количество зерен, шт.	2858	3015
Средний эквивалентный диаметр, $d_{\text{ср.экв}}$	3,90	3,39
Стандартное отклонение	1,44	1,34
Коэффициент вариации	0,37	0,40
Дисперсия	2,07	1,81
Нормированный по площади ср.экв.диаметр, $d_{\text{ср.взв.экв.}}$ , мкм	4,78	4,25

#### 5.4. Изучение карбидной составляющей в стали 09Г2С после термического улучшения

Получение изображений во вторичных электронах, возбужденных ионами Ga, позволяет посредством усиления ориентационной составляющей контраста выявить мелкодисперсную карбидную составляющую, цементитные частицы, в микроструктуре стали 09Г2С после термического улучшения, рис. 5.18. Частицы цементита в микроструктуре обеих плавов стали располагаются по границам зерен доэвтектоидного и квази-полигонального феррита, а также по границам и между рейками зерен бейнита. Результаты количественного определения характеристик микроструктуры цементитной составляющей микроструктуры представлены в Таблице 5.7 и на рис. 5.19.



(а)



(б)

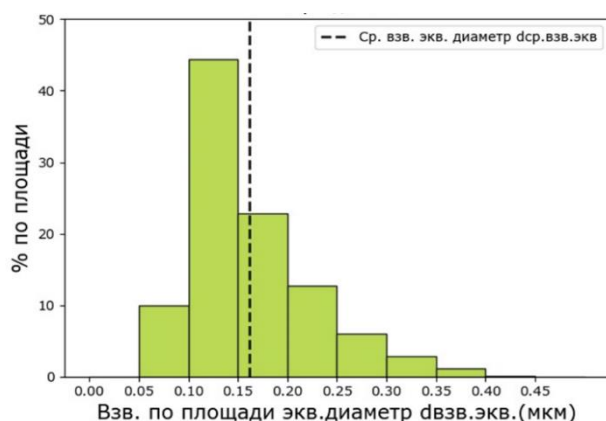
Рисунок 5.18 - Цементитные выделения. Сталь 09Г2С. ФИП.: (а) ТУ1; (б) ТУ2.

Таблица 5.7.

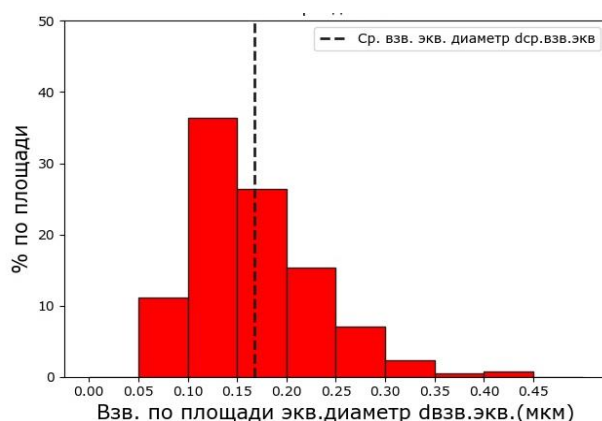
Результаты количественного определения характеристик цементитных частиц.

Характеристика/выборка	ТУ1	ТУ2
Количество зерен, шт.	5 020	3 634
Объемная доля, %	3,11	2,35
Средний эквивалентный диаметр, $d_{\text{ср.экв}}$	0,13	0,13
Стандартное отклонение	0,04	0,05
Коэффициент вариации	0,33	0,35
Дисперсия	0,002	0,002
Нормированный по площади ср.экв.диаметр, $d_{\text{ср.взв.экв.}}$ , мкм	0,16	0,17

Анализ количественных характеристик размеров зерен цементита выявил одинаковый характер распределений частиц цементита в обеих плавках стали. Обе плавки стали показывают идентичные размеры  $d_{\text{ср.взв.экв.}}$  0,16 мкм и 0,17 мкм соответственно. Объемная доля цементита больше в первой плавке стали на 0.8%.



(a)



(б)

Рисунок 5.19 - Распределения нормированного по площади эквивалентного диаметра  $d_{\text{ср.взв.экв.}}$  цементитных частиц. ФИП.: (а) ТУ1; (б) ТУ2.

### 5.5. Соотношения микроструктура – вязкость / механические свойства

С целью установления соотношений микроструктура – механические свойства в настоящей работе было проведено экспериментальное определение механических характеристик стали 09Г2С плавки II ТУ2. Результаты оценки механических свойств после испытаний на статическое растяжение при комнатной температуре приведены в таблице 5.8.

Таблица 5.8.

Результаты испытаний на статическое растяжение.

Плавка стали 09Г2С	Структурное состояние	Предел текучести $\sigma_{0,2}$ , МПа	Временное сопротивление $\sigma_B$ , МПа	Отн. удлинение $\delta$ , %	Отн. сужение $\psi$ , %
I*	ТУ1	524	635	26	72
	ГК	361	556	28	68
II	ТУ2	477	574	22	79

\*Результаты испытаний на статическое растяжение металла плавки I опубликованы ранее в работах [139, 175].

Термическое улучшение стали 09Г2С приводит к повышению как условного предела текучести, так и временного сопротивления, в то время как пластичность незначительно снижается. При этом металл плавки II в ТУ2 состоянии проявляет снижение прочностных характеристик и повышение пластичности ( $\sigma_{0,2}$  снижается на 47 МПа, а  $\psi$  повышается на 7 %).

На рис. 5.20 представлены результаты экспериментального определения температурных зависимостей значений ударной вязкости в стали 09Г2С плавки II после термического улучшения.

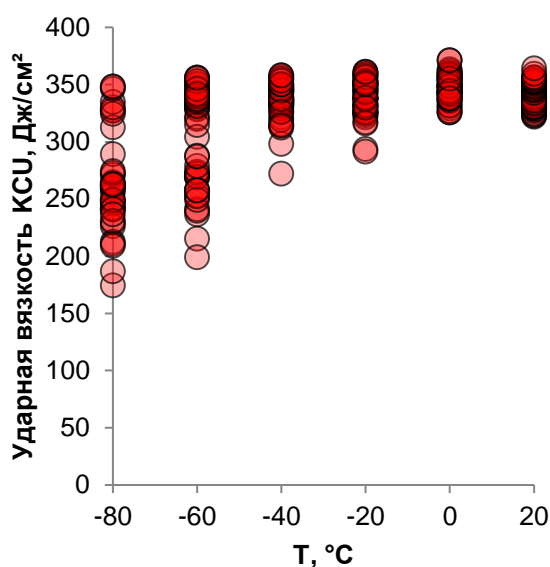


Рисунок 5.20 - Результаты экспериментального определения температурной зависимости ударной вязкости КСУ. Сталь 09Г2С плавка II ТУ2.

Сериальная кривая построена по результатам испытаний 50 номинально идентичных стандартных образцов с U-образным надрезом на точку в интервале температур от  $-80^{\circ}\text{C}$  до  $+20^{\circ}\text{C}$  с шагом в  $20^{\circ}\text{C}$ . Более подробно результаты множественных испытаний на ударный изгиб металла плавки II стали 09Г2С ТУ2 рассмотрены в **Главе 3**.

Сравнение с ранее полученными в работах [139,175] температурными зависимостями ударной вязкости для стали 09Г2С плавки I, рис. 5.21, выявило, что металл плавки II обладает наибольшим уровнем вязкости.



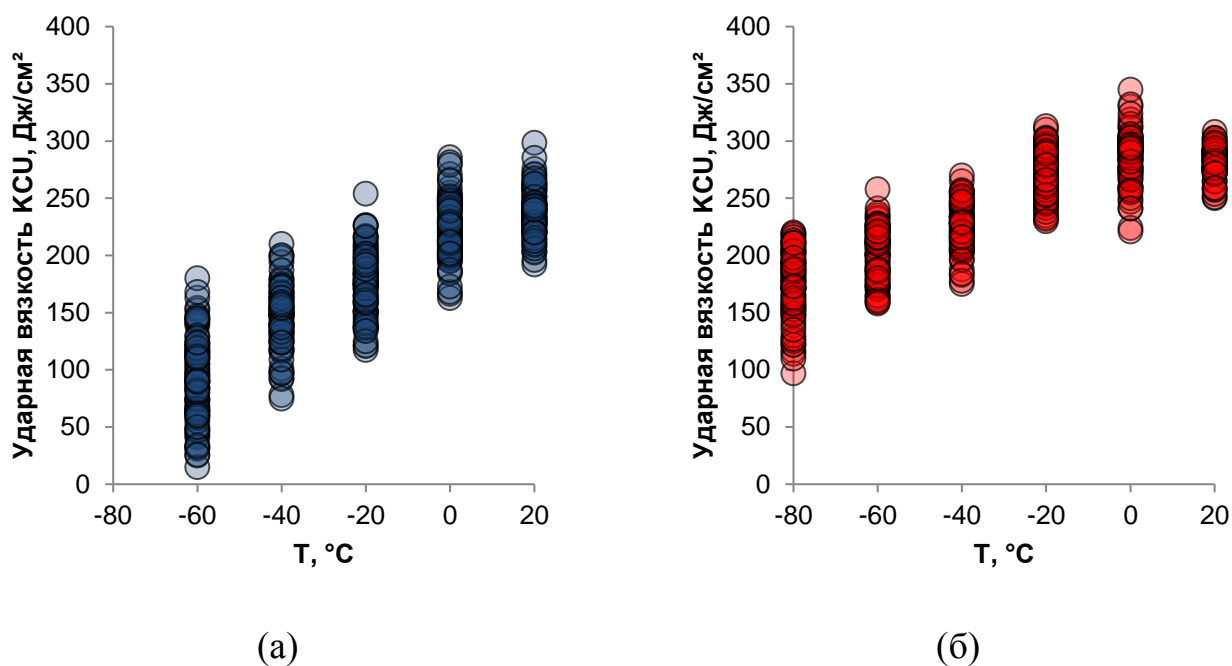


Рисунок 5.21 - Результаты экспериментального определения температурной зависимости ударной вязкости КСУ. Сталь 09Г2С плавка I [139,175]: (а) ГК; (б) ТУ1.

Как наименьшие, так и наибольшие значения ударной вязкости оказались больше, чем у металла плавки I в обоих структурных состояниях. Плавка I стали 09Г2С ГК показывает наименьший уровень ударной вязкости. Термическое улучшение приводит к сдвигу порога хладноломкости в сторону отрицательных температур для обеих плавок стали. Однако разброс значений ударной вязкости во всех структурных состояниях сохраняется при всех температурах испытаний в интервале вязко-хрупкого перехода.

Причина наблюдаемых различий механических свойств может быть обусловлена особенностями микроструктуры стали 09Г2С.

Посредством количественного определения характеристик микроструктуры методом ДОЭ в ферритно-перлитной стали 09Г2С плавки I ГК установлено, что наиболее крупными зёрнами в микроструктуре являются сростки доэвтектоидного и перлитного феррита (21,4 мкм), а их содержание в микроструктуре незначительно отличается от содержания индивидуальных зёрен доэвтектоидного феррита (45%), Таблица 5.2. Размер зёрен составляющих микроструктуры плавки I стали 09Г2С ГК

в 2-3 раза превышает размеры любой из составляющих микроструктуры обеих плавков стали 09Г2С после термического улучшения, Таблица 5.3, Таблица 5.4. При этом сталь 09Г2С плавки I ГК показывает как наименьшие прочностные характеристики, так и наименьшую вязкость, Таблица 5.8, рис. 5.21, рис. 5.22.

Сопоставление полученных результатов с отсутствием чувствительности хрупкой магистральной трещины по отношению к сrostкам при ударном разрушении (**Глава 4**) позволяет сделать вывод о том, что вязкость ферритно-перлитных сталей контролируется не только зернами феррита и перлита, но и сrostками доэвтектоидного и перлитного феррита.

Термическое улучшение стали 09Г2С приводит к одновременному повышению прочности и уровня вязкости посредством измельчения размера зерен микроструктуры. Однако различиями размеров зерен в микроструктуре невозможно объяснить вариацию вязкости в двух термоулучшенных плавках стали 09Г2С. Практически одинаковые размеры бывшего аустенита, Таблица 5.6, указывают на то, что условия нагрева под закалку были идентичными. В свою очередь наблюдались различия в содержании составляющих микроструктуры, Таблица 5.3 и Таблица 5.4. Размеры и содержание зерен Ф в обеих плавках стали практически одинаковые. Содержание Б и КФ между плавками существенно различалось (ТУ1: 44% Б и 32% КФ, ТУ2: 28% Б и 46% КФ). Бейнитные зерна обладают наибольшей твердостью в обеих плавках стали, зерна доэвтектоидного наименьшей, а квази-полигонального феррита обнаруживают промежуточные значения. Карбидные частицы в микроструктуре обеих плавков расположены преимущественно по границам зерен и субзерен, рис. 5.18. Содержание частиц цементита во второй плавке меньше на 0,8%, Таблица 5.7, что коррелирует с меньшим содержанием Б. При одинаковых размерах частиц цементита отношение объемной доли частиц цементита к объемной доле Б для первой плавки стали равно 0,07, а для второй – 0,08. Данный факт может подтверждать то, что условия нагрева при отпуске для обеих плавков стали также были идентичными. Преобладание в микроструктуре первой плавки бейнита Б как наиболее твердой и наиболее хрупкой составляющей микроструктуры (обусловлено наибольшей концентрацией

цементитных частиц в бейните), приводит к одновременному повышению прочности и снижению вязкости, Таблица 5.8, рис. 5.20, рис. 5.21. В то же время преобладание в микроструктуре более пластичного квази-полигонального феррита КФ приводит к снижению прочности и одновременному увеличению уровня вязкости.

Учитывая номинально идентичный режим термической обработки и практически одинаковый химический состав (выявлены незначительные различия: в плавке II снижено содержание С на 0,01%, Si на 0,1% и Mn на 0,14%, Таблица 2.1, Глава 2) металла плавки I и металла плавки II стали 09Г2С после термического улучшения можно сделать вывод о том, что наблюдаемые различия в микроструктуре вызваны различными условиями охлаждения. Учет фрагментации и наличия сростков при оценке вклада конкретных составляющих микроструктуры в общую вязкость низколегированных ферритно-перлитных и ферритно-бейнитных сталей позволяет более точно оценивать и прогнозировать соотношения микроструктура – ударная вязкость в интервале В-Х перехода.

## **5.6. Выводы по Главе 5**

Предложен новый подход к определению количественных характеристик микроструктуры низкоуглеродистых низколегированных сталей с ферритно-перлитной микроструктурой и ферритно-бейнитной микроструктурой после термического улучшения, базирующийся на оценке совершенства ее составляющих методами ДОЭ. Руководствуясь этим подходом, проведено экспериментальное изучение соотношений микроструктура – вязкость / механические свойства.

Экспериментально показано, что особенности  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения в современных низкоуглеродистых низколегированных сталях могут рассматриваться в качестве источника рассеяния величин ударной вязкости в интервале В-Х перехода.

Установлено, что наименьший уровень вязкости и прочности показывает сталь 09Г2С плавки I ГК, содержащая наиболее крупные зерна сростков доэвтектоидного и перлитного феррита. Сопоставление полученных результатов с отсутствием чувствительности хрупкой магистральной трещины по отношению к сросткам при ударном разрушении (Глава 4) позволяет сделать вывод о том, что вязкость ферритно-перлитных сталей контролируется не только зернами феррита и перлита, но и сростками доэвтектоидного и перлитного феррита.

Обеспечение более высокого уровня вязкости при заданном уровне прочности реализуется не только за счет измельчения размеров зерен и выделения карбидов, но и за счет варьирования соотношений более вязкого (пластичного) квази-полигонального феррита и более хрупкого (прочного) бейнита.

Посредством изучения микроструктуры бывшего аустенита и карбидной составляющей (цементита), установлена определяющая роль различных условий охлаждения при закалке на формирование действительной микроструктуры двух плавок стали после термического улучшения.

Учет фрагментации и наличия сростков при оценке вклада конкретных составляющих микроструктуры в общую вязкость низколегированных ферритно-перлитных и ферритно-бейнитных сталей позволяет более точно оценивать и прогнозировать соотношения микроструктура – ударная вязкость в интервале В-Х перехода.

## ГЛАВА 6. ПРИМЕНЕНИЕ НОВОГО ПОДХОДА К ИЗУЧЕНИЮ ВЯЗКОСТИ ВЫСОКОВЯЗКИХ НИЗКОУГЛЕРОДИСТЫХ МИКРОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ В ИНТЕРВАЛЕ ВЯЗКО ХРУПКОГО ПЕРЕХОДА

Прокат из современных высоковязких низкоуглеродистых микролегированных сталей производят посредством термомеханического контролируемого процесса (ТМКП), включающего стадии контролируемой прокатки и ускоренного охлаждения [52-55].

При разработке технологии промышленного производства высоковязких низкоуглеродистых микролегированных сталей для достижения требуемого уровня механических свойств делается акцент скорее на модификации термомеханической обработки, чем на поиске систем легирования [52,176]. Отличительной чертой такой технологии является измельчение размера зерен при превращении деформированного аустенита за счет формирования неполигональных продуктов  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения и требуемой текстуры [177]. Обеспечение пониженных температур прокатки достигается торможением процессов рекристаллизации посредством введения микролегирующих добавок сильных карбидообразующих элементов Nb, V, Ti, Mo. Снижение содержания C позволяет обеспечить повышенный уровень вязкости и свариваемости.

На основе этих соображений в последнее время были разработаны стали с пределом прочности  $\sigma_b$  625-825 мПа, условным пределом текучести  $\sigma_{0,5}$  555-705 мПа и относительным удлинением  $\delta$  10-13% (класса прочности X80 [3,177]). Промышленное производство таких сталей ведется в США, Германии, Японии и России. Однако на настоящий момент сведения о микроструктуре и механизме разрушения низкоуглеродистых микролегированных сталей класса прочности X80 остаются предметом поисковых исследований. Особую актуальность изучение таких сталей приобретает в связи с активным освоением Арктики.

Одной из особенностей высокопрочных высоковязких низкоуглеродистых микролегированных сталей является то, что при испытаниях на ударный изгиб в интервале температур вязко-хрупкого (В-Х) перехода, как и в случае менее прочных низкоуглеродистых низколегированных сталей, рассмотренных в

предыдущих главах настоящей работы, наблюдается повышенное рассеяние величин ударной вязкости. В связи с этим представляется целесообразным применение предложенного в настоящей работе подхода для объяснения рассеяния вязкости с точки зрения особенностей микроструктуры. В Главе 6 предпринята попытка связать особенности разрушения ударным изгибом в интервале температур В-Х перехода с особенностями микроструктуры высокопрочной высоковязкой низкоуглеродистой микролегированной стали промышленной плавки III ТМКП. Состояние поставки, химический состав и результаты стандартных испытаний на статическое растяжение и ударный изгиб представлены в Таблице 2.1 и Таблице 2.2 (Глава 2) и Таблице 6.1. Сталь X80 плавка III ТМКП соответствовала всем требованиям класса прочности X80 [3].

Таблица 6.1.

Соответствие сертификата требованиям класса прочности X80 [3].

Документ	Предел текучести, $\sigma_{0,5}$ , МПа	Предел прочности, $\sigma_b$ , МПа	Отношение $\sigma_{0,5}/\sigma_b$ , не более	Отн. удлинение, $\delta$ , %, не менее	Работа удара при 0°C образца с V-образным надрезом (CVN) $K_v$ , Дж, не менее
Стандарт	555-705	625-825	0,93	10-13*	54
Сертификат	632	692	0,91	21	358

\*при испытаниях на статическое растяжение стандартных образцов с рабочим сечением 8,9 мм.

### 6.1. Экспериментальное изучение разрушения ударным изгибом в интервале вязко-хрупкого перехода

Изучение ударной вязкости проводилось по результатам испытаний на ударный изгиб стандартных образцов с U-образным надрезом для усиления чувствительности к различиям микроструктуры [132]. Ударному разрушению были подвергнуты по 40 образцов при температурах 0°C, -20°C и -40°C, а также по 20 образцов при температурах 20°C, -60°C, -80°C и -100°C.

Температурная зависимость ударной вязкости представлена на рис. 6.1. В интервале температур от 0°C до -100°C наблюдалось практически монотонное снижение максимальных значений ударной вязкости КСУ, в то время как интервал рассеяния определялся поведением нижней огибающей. Повышенное рассеяние величин ударной вязкости может указывать на наличие В-Х перехода.

Фрактографический анализ поверхностей разрушения показавших минимальные значения ударной вязкости образцов подтвердил факт существования в описанном температурном интервале В-Х перехода, рис. 6.2.

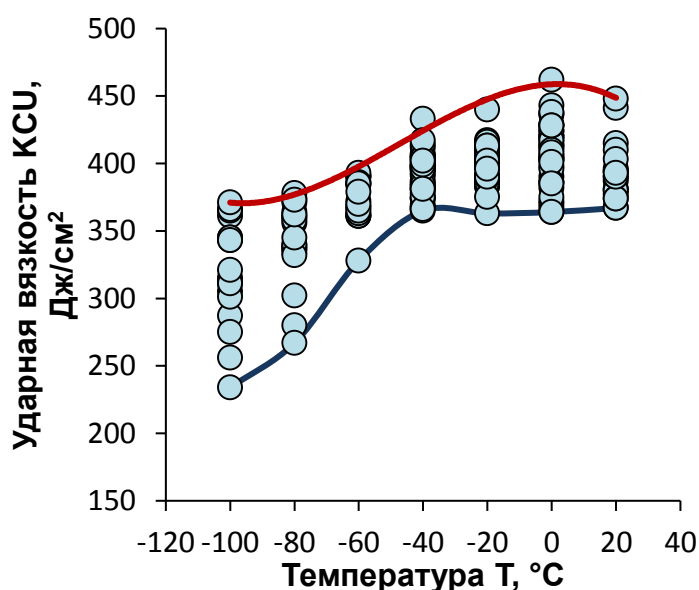


Рисунок 6.1 - Температурная зависимость ударной вязкости КСУ. Сталь X80 плавка III ТМКП.

Таблица 6.2.

Результаты измерения ударной вязкости. Сталь X80 плавка III ТМКП.

Параметр	Температура, °С					
	-100	-80	-60	-40	-20	0
Количество образцов	20	20	20	40	40	40
КСУ <sub>мин</sub> , Дж/см <sup>2</sup>	234	267	328	365	364	363
КСУ <sub>макс</sub> , Дж/см <sup>2</sup>	380	378	393	433	440	462
Размах вариации, Дж/см <sup>2</sup>	146	111	65	68	65	98

Характерной особенностью образцов стали X80 плавки III ТМКП, разрушенных в интервале 0°C - -100°C являлось образование расщеплений - ориентированного перпендикулярно надрезу протяженного дефекта вдоль направления прокатки. При температуре 20°C расщеплений не обнаружено. Зависимость минимальных значений ударной вязкости от объемных долей расщеплений на проекциях макрофотографий изломов представлена на рис. 6.3. Снижение температуры испытаний приводило как к увеличению площади проекций расщеплений в изломах, так и к увеличению их количества. Коэффициент корреляции  $r$  составил 0,93, что свидетельствует о существовании корреляции с вероятностью  $P = 0,99$  для степени свободы  $f = 5$ .

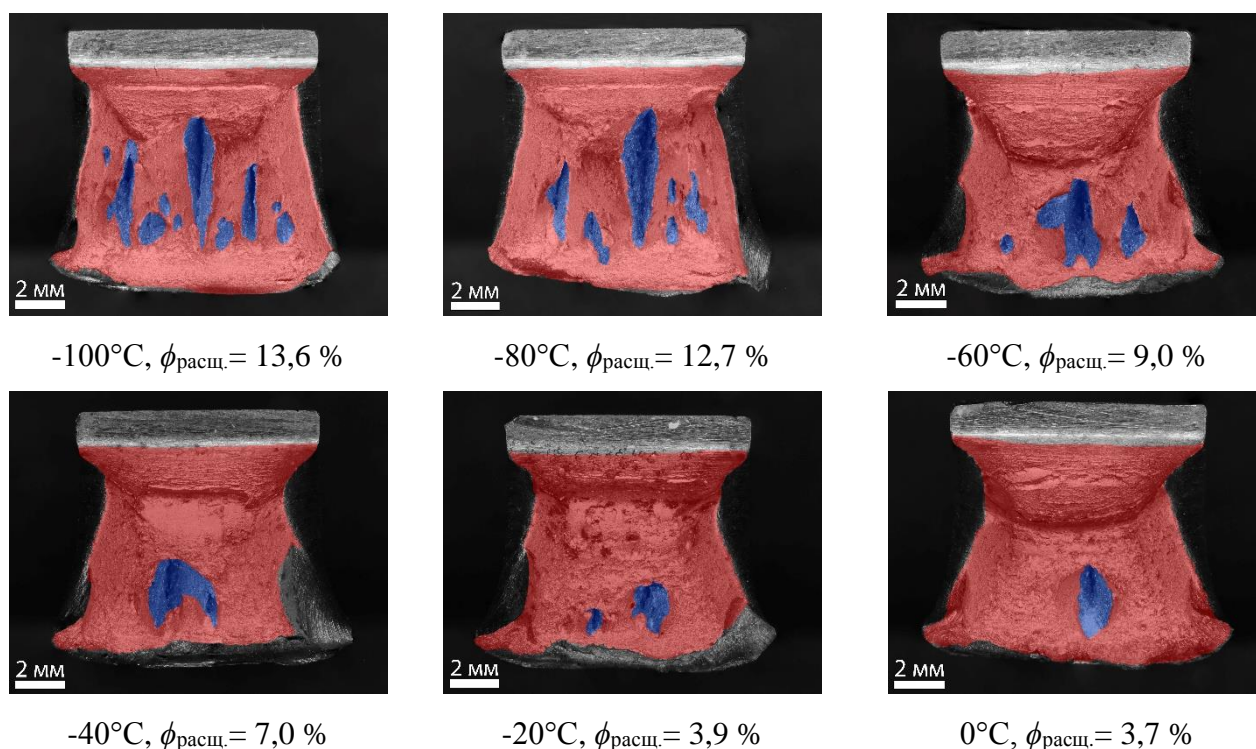


Рисунок 6.2 - Поверхности разрушения образцов образцов, показавших минимальные значения ударной вязкости КСУ. Сталь X80 плавка III ТМКП. ОМ.



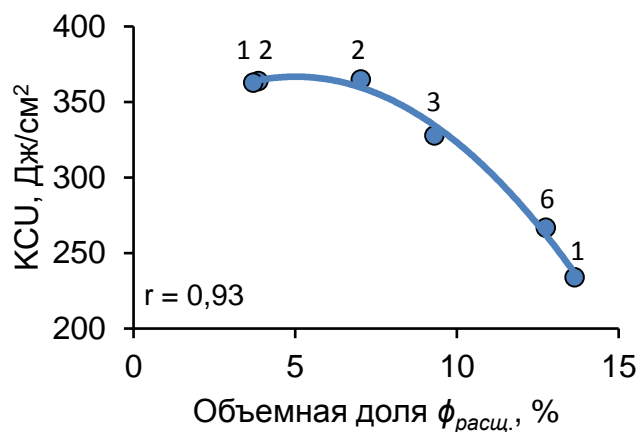


Рисунок 6.3 – Зависимость минимальной величины КСУ от объемной доли площади расщеплений  $\phi_{расщ.}$ . Сталь X80 плавка III ТМКП.

Микрофрактографический анализ поверхностей расщеплений представлен на рис. 6.4.

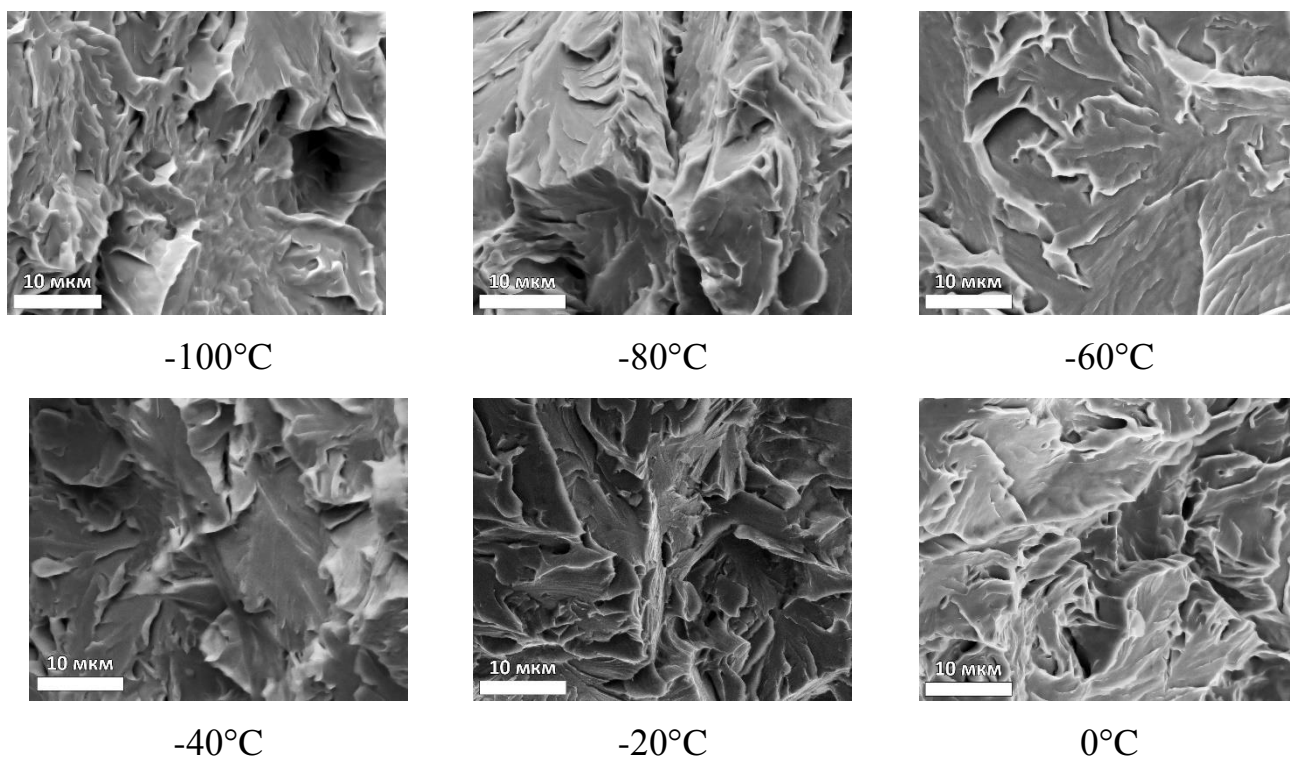


Рисунок 6.4 - Поверхности разрушения образцов после испытаний на ударный изгиб КСУ. Сталь X80 плавка III ТМКП. РЭМ.

Установлено, что во всех случаях образование расщеплений сопровождалось формированием фасеток хрупкого скола, однако в изломах также присутствовали

и ямки, рис. 6.4. Такие поверхности изломов могут рассматриваться как квази-хрупкие [178, 179]. Образование хрупкой составляющей на поверхностях разрушения (в образцах, разрушенных по квази-хрупкому механизму) однозначно подтверждает существование В-Х перехода в интервале от 0°С до -100°С.

Анализ размаха вариации, рис. 6.5, Таблица 6.2, показывает, что интервал В-Х перехода можно разделить на два участка: высокотемпературный ВТ I от 0°С до -60°С и низкотемпературный НТ II от -80°С до -100°С. Участок ВТI характеризуется некоторым снижением размаха вариации от 98 Дж/см<sup>2</sup> до 65 Дж/см<sup>2</sup>, что может быть обусловлено монотонным снижением максимальных значений и слабо меняющимися минимальными значениями. При переходе к участку НТ2 наблюдается скачкообразное изменение как величины (с 65 Дж/см<sup>2</sup> до 111 Дж/см<sup>2</sup>), так и характера изменения размаха вариации величин ударной вязкости. Размах вариации возрастает практически в два раза. Дальнейшее снижение температуры от -80°С до -100°С приводит к тому, что размах вариации увеличивается практически в 1,5 раза с 111 Дж/см<sup>2</sup> до 146 Дж/см<sup>2</sup>.

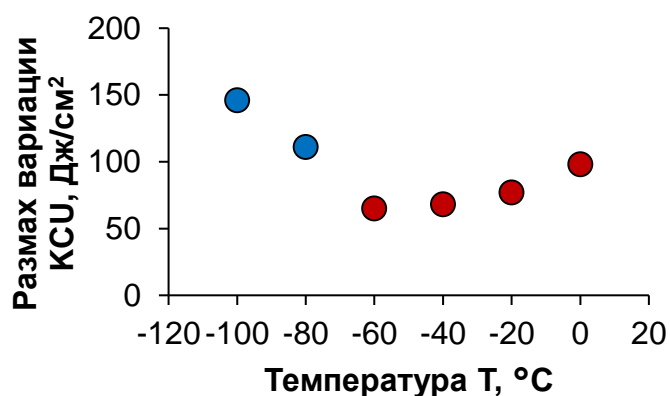


Рисунок 6.5 - Температурная зависимость размаха вариации ударной вязкости КСУ в интервале В-Х перехода. Сталь X80 плавка III ТМКП: красный – высокотемпературный интервал ВТI, синий – низкотемпературный интервал НТII.

Еще одной особенностью нахождения стали в интервале В-Х перехода в дополнение к образованию смешанных изломов и повышенному рассеянию величин ударной вязкости является возникновение микротрещин [140]. Изучение

микроструктуры в области микротрещин, проводили на сечениях металлографических шлифов изломов стандартных образцов с U-образным надрезом, подвергнутых разрушению при температуре, точно находившейся в интервале В-Х перехода (при  $-60^{\circ}\text{C}$ ). Схема приготовления металлографических шлифов представлена в **Главе 2** на рис. 2.4. Плоскость сечения металлографических шлифов захватывала как области, относящиеся к расщеплениям, так и области, относящиеся к вязкой составляющей изломов.

В сечениях изломов стали плавки III ТМКП образование микротрещин наблюдалось как под поверхностью расщеплений, так и под поверхностью вязкой составляющей изломов. Для определения природы микротрещин, как и в случае низкоуглеродистых низколегированных сталей (**Глава 3**), применялся метод ДОЭ, рис. 6.6, рис. 6.7.

На рис. 6.6 представлена микроструктура в области формирования микротрещин под поверхностью расщепления. Наблюдаемые микротрещины могли являться как ответвлениями от магистральной макротрещины, так и могли образовываться под поверхностью изломов вблизи фасеток квази-хрупкого скола, рис. 6.6 (а). Вершины таких микротрещин являлись острыми. Микроструктура вокруг микротрещин искажена незначительно, о чем свидетельствует слабое снижение параметра качества BS. Микротрещины распространяются по прямой траектории и имеют транскристаллитный характер, рис. 6.6 (б). Между отдельными остаточными микротрещинами наблюдаются перемычки, на разрушение которых была затрачена большая работа, чем на распространение отрезков с прямой траекторией. Это проявляется в повышенной концентрации локальных разориентаций  $1,3-1,6^{\circ}$  (желтый цвет) на картах КСР и более развитой субструктурой в областях перемычек, рис. 6.6 (в).

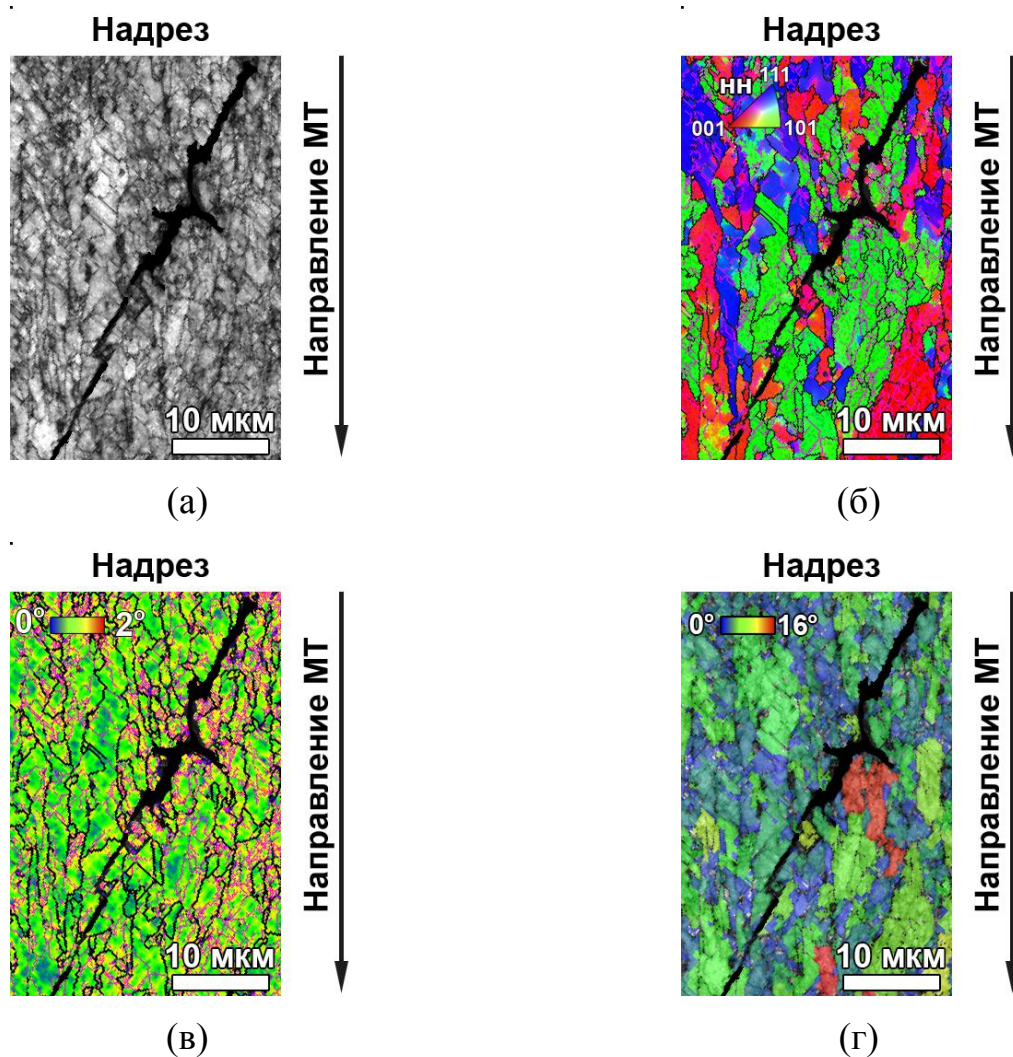


Рисунок 6.6 - Микроструктура под хрупкой составляющей излома стандартного образца с U-образным надрезом. Температура испытаний  $-60^{\circ}\text{C}$ . Сталь X80 плавка III ТМКП. ДОЭ.: (а) BS; (б) ОПФ; (в) КСР; (г) РОЗ.

На рис. 6.7 представлена микроструктура под поверхностью вязкой составляющей излома того же сечения образца стали плавки III ТМКП в области формирования микротрещин. Микротрещины под вязкой составляющей излома располагаются в областях смежных с траекторией распространения магистральной макротрещины (являются ее ответвлениями), рис. 6.7 (а). Траектория распространения микротрещин может являться как зигзагообразной, так и быть близкой к прямой. Вершины таких микротрещин часто затуплены, что характерно для разрушения по механизму вязкого отрыва [140].

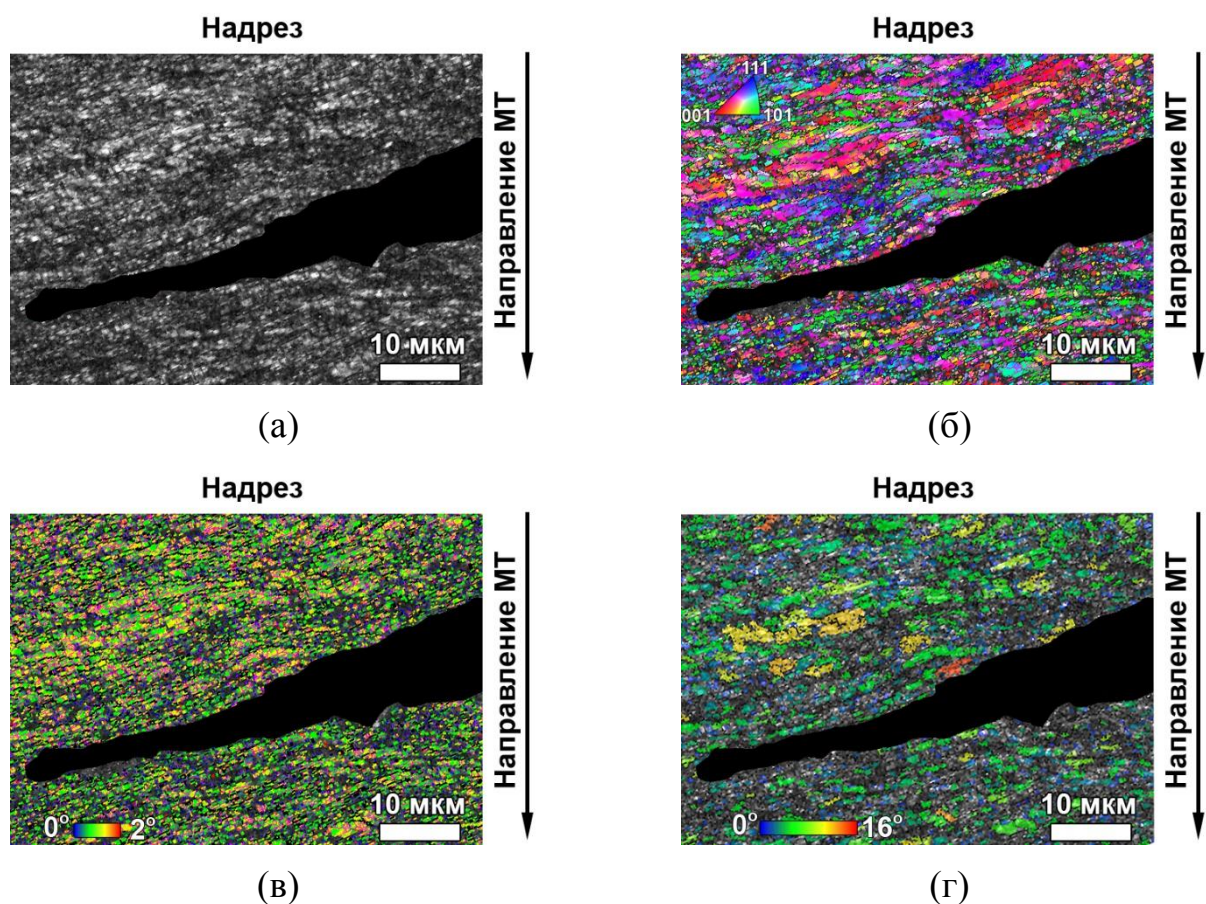


Рисунок 6.7 - Микроструктура под вязкой составляющей излома стандартного образца с U-образным надрезом. Температура испытаний  $-60^{\circ}\text{C}$ . Сталь X80 плавка III ТМКП. ДООЭ.: (а) BS; (б) ОПФ; (в) КСР; (г) РОЗ.

Микроструктура по берегам и в вершине микротрещин сильно деформирована, о чем свидетельствует резкое снижение параметра качества BS и низкая доля индцированных точек (около 50%). Зерна измельчены и проявляют развитую субструктуру, рис. 6.7 (б). Высокая концентрация локальных разориентаций на картах КСР  $1,3-1,6^{\circ}$  (желтый цвет) может указывать на то, что перед разрушением была затрачена большая работа пластической деформации, рис. 6.7 (в).

Подтвердить различия в степени предварительной пластической деформации позволяет сравнительная оценка параметра рассеяния ориентаций зерен РОЗ в пластических зонах около микротрещин и в исходной (недеформированной) микроструктуре, рис. 6.6 (г), рис. 6.7 (г). Предваряющая разрушению пластическая деформация в пластической зоне под областью расщепления характеризуется

увеличением параметра РОЗ практически в два раза по сравнению с исходным состоянием ( $5,3^\circ$  вместо  $2,2^\circ$ ). В то же время степень деформации под вязкой составляющей была выше, РОЗ –  $6,5^\circ$ .

Таким образом, из вышеописанных результатов следует, что микротрещины под расщеплениями являются результатом хрупкого транскристаллитного скола, а микротрещины под поверхностью вязкой составляющей излома являются результатом вязкого отрыва. В пластической зоне как под расщеплениями, так и под вязкой составляющей излома наблюдалась высокая степень пластической деформации. Однако, есть основания полагать, что совершенная работа разрушения в пластической зоне под вязкой составляющей излома была больше. Источником образования пластических зон с различной вязкостью может послужить неоднородность микроструктуры высокопрочных высоковязких низкоуглеродистых микролегированных сталей.

## **6.2. Изучение микроструктуры**

### **6.2.1. Микроструктура бывшего аустенита**

Реализация ТМКП направлена на получение мелкозернистой микроструктуры. Достижение этой цели невозможно осуществить без измельчения зерен бывшего аустенита [180-182]. В зависимости от степени обжатия и температуры прокатки, а также химического состава (микролегирующих добавок, приводящих к понижению температуры рекристаллизации аустенита) происходит образование более или менее однородной блинообразной микроструктуры бывшего аустенита. На рис. 6.8 представлена микрофотография характерной микроструктуры бывшего аустенита, выявленной посредством селективного травления поверхности металлографических шлифов стали ТМКП подогретым насыщенным водным раствором пикриновой кислоты с последующей многократной переполировкой [183].

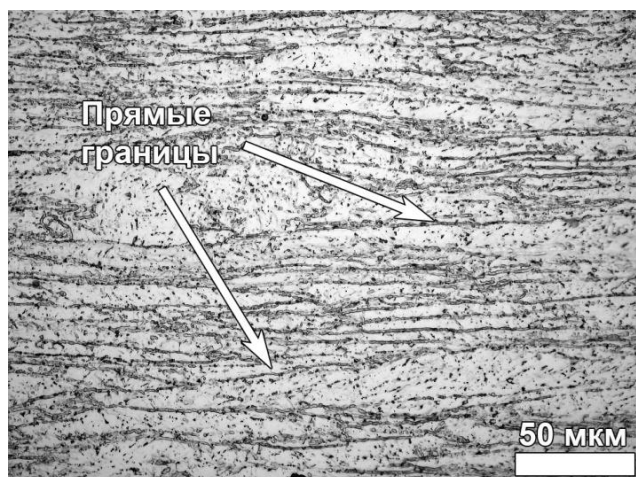


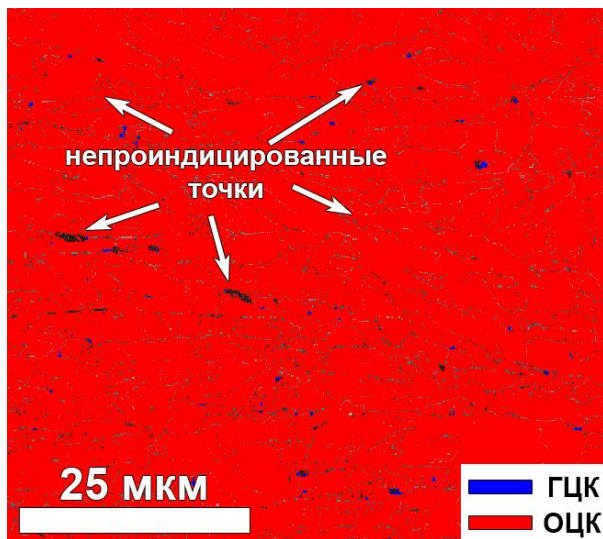
Рисунок 6.8 - Микроструктура бывшего аустенита. Травление насыщенным водным раствором пикриновой кислоты с последующей многократной переполровкой. Сталь X80 плавка III ТМКП. ОМ.

Микроструктура бывшего аустенита стали ТМКП представляет из себя неоднородную смесь блинообразных вытянутых в направлении прокатки зерен бывшего аустенита с гладкими границами. В микроструктуре наблюдались как тонкие блинообразные зерна толщиной 2-4 мкм, так и толстые 14-30 мкм. Длина зерен бывшего аустенита могла достигать 700 мкм.

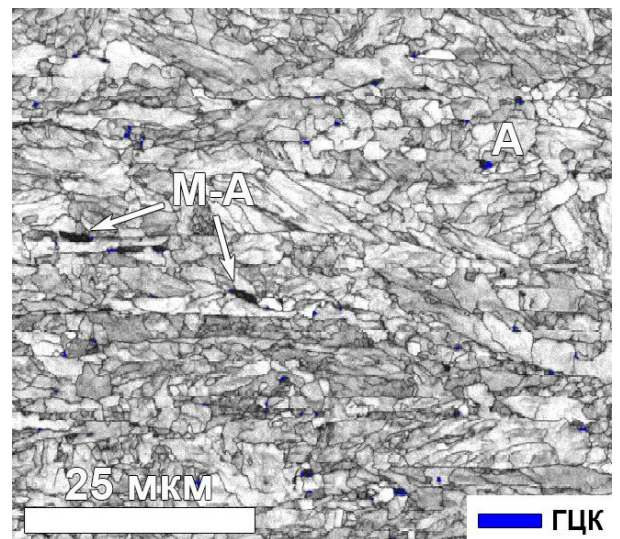
### **6.2.2. Изучение действительной микроструктуры методом дифракции отраженных электронов**

В результате ТМКП в сталях класса прочности X80 формируется мелкозернистая микроструктура, которая может содержать ряд составляющих: доэвтектоидный феррит, квази-полигональный феррит, игольчатый феррит, гранулярный бейнит, речный бейнит, остаточный аустенит, мартенсит-аустенитную составляющую (М-А) и мелкодисперсные карбидные (карбонитридные) выделения [59-61].

Применение автоматизированного построения ДОЭ карт на основе критерия различий кристаллического строения позволило разделить и локализовать в микроструктуре ферритные составляющие (ОЦК кристаллическая решетка) и остаточный аустенит (ГЦК кристаллическая решетка), рис. 6.9.



(а)



(б)

Рисунок 6.9 - Микроструктура. Сталь X80 плавка III ТМКП. ДОЭ: (а) карта фаз + границы зерен; (б) карта BS + аустенит.

Результаты количественной оценки зерен остаточного аустенита в микроструктуре стали плавки III ТМКП приведены в Таблице 6.3, а само распределение на рис. 6.10.

Таблица 6.3.

Определение количественных характеристик остаточного аустенита.

Параметр	Значение
Суммарная площадь ДОЭ карт, мм	0,17
Количество зерен, n, шт.	224
Объемная доля, %	0,012
Средний эквивалентный диаметр $d_{\text{ср.экв.}}$ , мкм	0,44
Стандартное отклонение	0,18
Коэффициент вариации ( $d_{\text{ср.экв.}}$ )	0,40
Дисперсия	0,03
Средневзвешенный по площади диаметр, $d_{\text{взв.экв.}}$ , мкм	0,59



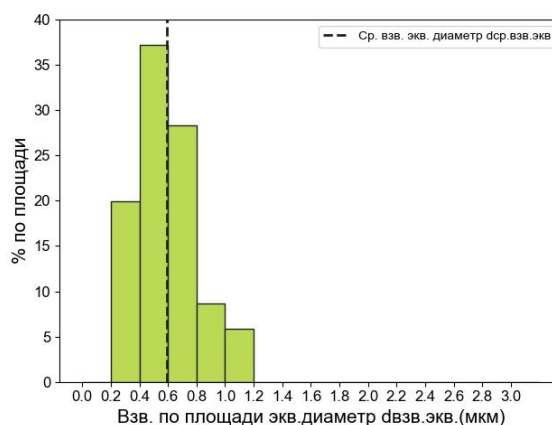


Рисунок 6.10 – Распределение размеров зерен остаточного аустенита А. ДООЭ. Сталь Х80 плавка III ТМКП. ДООЭ.

Распределение  $d_{\text{взв. экв.}}$  мономодальное, неоднородное – коэффициент вариации  $>0,33$ , наблюдается умеренная правосторонняя асимметрия. Нормированный по площади средний размер зерен аустенита составил  $d_{\text{ср. взв. экв.}} 0,6$  мкм.

Помимо областей остаточного аустенита микроструктура содержала М-А составляющую. На ДООЭ картах выявление М-А составляющей представляется отдельной задачей. О наличии М-А составляющей на ориентационных картах можно судить только косвенным образом по крупным областям непроиндицированных точек, рис. 6.9 (а). Также составляющая выявляется на картах качества BS как наиболее дефектные области микроструктуры, рис. 6.9 (б) (минимальные значения BS). Областям М-А составляющей соответствует ряд значений параметра качества BS из левого края распределения, рис. 6.11. Однако, показанный в работах [92-94] метод оценки характеристик составляющих микроструктуры по частотному распределению значений параметра качества реализовать не удастся. Частотное распределение достаточно гладкое и даже в левой части не выявляет пика, отвечающего за М-А составляющую.

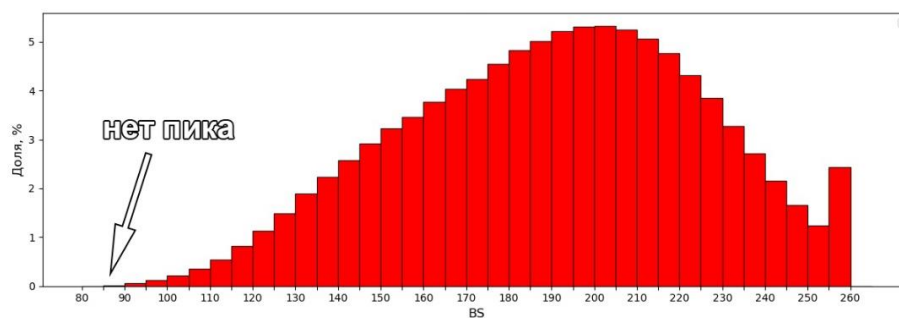


Рисунок 6.11 - Частотное распределение параметра качества ДОЭ картин BS. Сталь X80 плавка III ТМКП. ДОЭ.

В связи с тем, что при отсечении по пороговому значению BS на картах качества ДОЭ картин наблюдаются не только участки М-А составляющей, но и области границ зерен и дефектной микроструктуры, рис. 6.12 (а), в настоящей работе предложен новый метод пост-обработки ДОЭ данных.

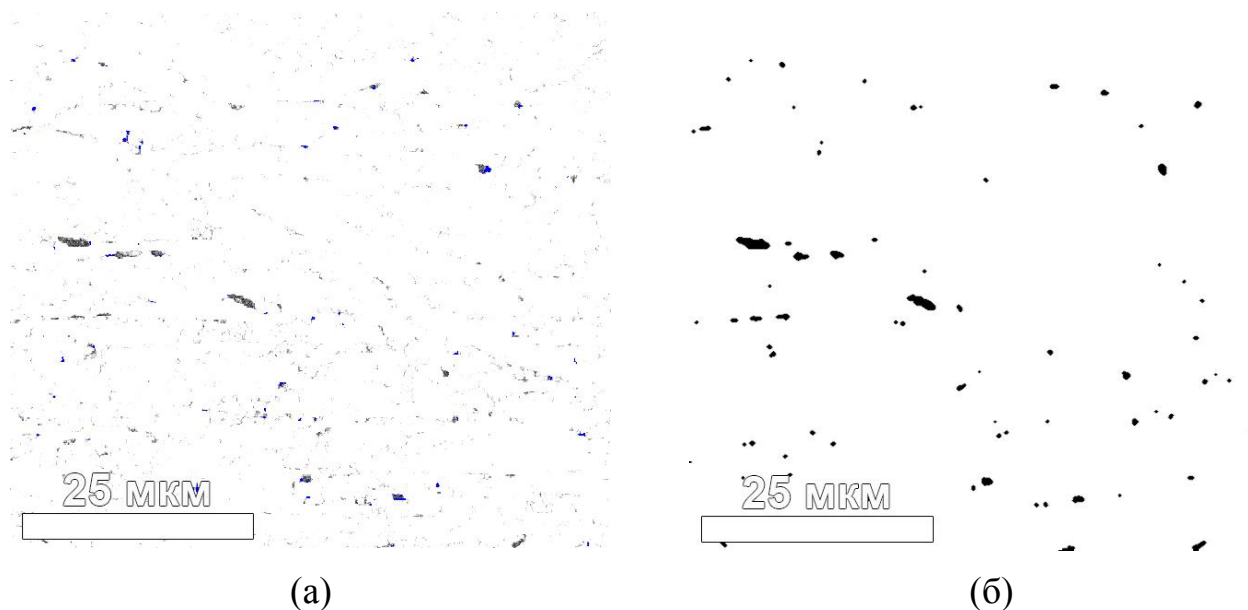


Рисунок 6.12 - Карта качества BS. Сталь X80 плавка III ТМКП. ДОЭ.: (а) после отсечения по оптимальному пороговому значению; (б) после морфологических преобразований.

Предлагается путем морфологических преобразований [184] реализовать выделение только областей, соответствующих М-А составляющей. Пост-обработка

осуществлялась в несколько стадий. На изображениях BS отсекались области М-А составляющей по пороговому значению (составляло 90). Для устранения оставшихся участков границ зерен применялась отсу бинаризация совмещенная с гауссовской фильтрацией по ядру 3x3. Для заполнения несплошностей в областях М-А производилась операция открытия. Результат морфологических преобразований представлен на рис. 6.12 (б). На следующем этапе была произведена сегментация всех черных областей на изображениях, что позволило определить количественные характеристики М-А составляющей, Таблица 6.4, рис. 6.13.

Таблица 6.4.

Определение количественных характеристик М-А составляющей.

Параметр	Значение
Суммарная площадь ДОЭ карт, мм	0,17
Количество зерен, n, шт.	1299
Объемная доля, %	0,20
Средний эквивалентный диаметр $d_{\text{ср.экв.}}$ , мкм	0,71
Стандартное отклонение	0,32
Коэффициент вариации	0,45
Дисперсия	0,10
Средневзвешенный по площади диаметр, $d_{\text{взв.экв.}}$ , мкм	1,0

Распределение размеров зерен М-А  $d_{\text{взв.экв.}}$  мономодальное, неоднородное – коэффициент вариации  $>0,33$ , наблюдается значительная правосторонняя асимметрия. Нормированный по площади средний размер зерен М-А составляющей  $d_{\text{ср.взв.экв.}}$  равен 1 мкм.

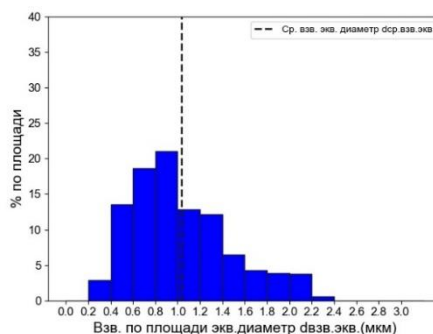


Рисунок 6.13 – Распределение размеров М-А составляющей. Сталь Х80 плавка Ш ТМКП. ДОЭ.

Совместный анализ карт качества BS, карт границ зерен и расположения областей М-А и А составляющих показал, что микроструктура стали преимущественно состояла из зерен гранулярного бейнита ГБ и речного бейнита РБ, а также небольшого количества доэвтектоидного феррита, рис. 6.9 (б), рис. 6.14 [185,186]. Зерна доэвтектоидного феррита Ф проявляли наиболее совершенное строение. При визуализации на картах BS такие зерна выглядели более светлыми, рис. 6.9 (б). Наибольшие значения параметра BS свидетельствуют о минимальном количестве искажений кристаллической решетки Ф. На картах ОПФ зерна Ф проявляли практически постоянную ориентацию, рис. 6.14 (а). На картах КСР такие зерна имели повышенную концентрацию локальных разориентаций  $< 0,2^\circ$  (синие области). Также стоит отметить слабо развитую субструктуру зерен Ф. Внутри областей доэвтектоидного Ф отсутствовали островки М-А и А составляющих.

Бейнитные составляющие микроструктуры на картах качества показывали меньшие значения параметра BS, рис. 6.10 (б). На картах ОПФ такие составляющие выявлялись по изменению ориентации между частями одного и того же зерна, что было обусловлено сдвигово-диффузионным механизмом образования, рис. 6.14 (а). На картах КСР как ГБ, так и РБ проявляли повышенную концентрацию локальных разориентаций  $1-1,6^\circ$ , рис. 6.14 (б). Отличием между ГБ и РБ может послужить различная форма как зерен, так и субзерен. Зерна ГБ имеют развитую морфологию границ, а субструктура может состоять как из пластин, так и из полигональных субзерен. В свою очередь пакеты РБ отчетливо проявляют речное строение.

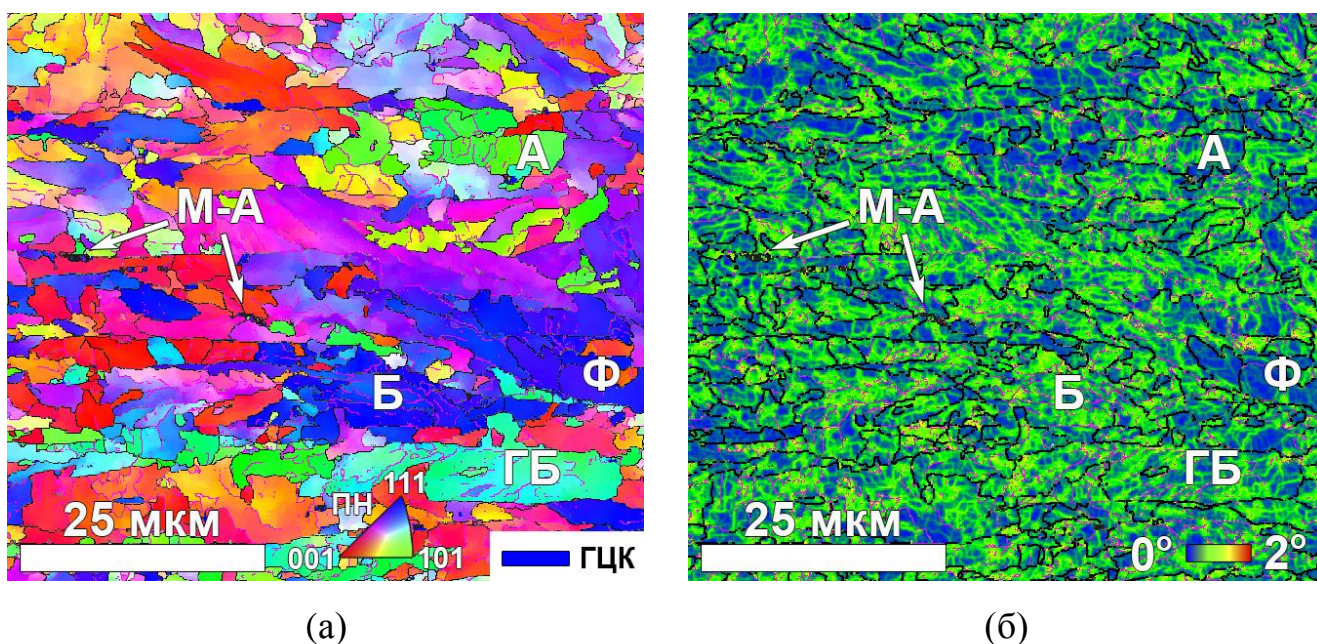


Рисунок 6.14 – Микроструктура. Сталь X80 плавка III ТМКП. ДОЭ.: (а) ОПФ; (б) КСР.

Внутри пакетов РБ разориентация между отдельными рейками лежит в интервале 1-5°. Как формирование ГБ, так и формирование РБ могло сопровождаться образованием островков остаточного аустенита и М-А составляющей. Различия между ГБ и РБ в некоторой степени можно провести по морфологии выделений.

В РБ прослойки М-А и остаточного аустенита часто вытянуты и располагаются между рейками и по границам пакетов, в ГБ островки могут проявлять более выраженную полигональную форму, а располагаться как между субзернами, так и по границам зерен. В соответствии с классификацией, представленной в работе [187], зерна РБ можно отнести к верхнему вырожденному бейниту.

Непрерывное охлаждения вызывает трудности при количественном определении характеристик ферритных составляющих на ДОЭ картах в связи с протеканием ряда промежуточных превращений. Перспективным подходом для решения этой задачи представляется применение совместного анализа морфологических и кристаллографических особенностей с учетом дефектности составляющих микроструктуры сталей подвергнутых ТМКП средствами машинного обучения [188,189]. В настоящей работе для оценки количественных

характеристик все ферритные составляющие микроструктуры стали ТМКП рассматривались совместно.

При анализе ферритно-бейнитной микроструктуры с позиции разрушения, количественной характеристикой, отвечающей за сопротивление распространению трещин, является размер структурного элемента, ограниченный высокоугловыми границами. В настоящей работе за высокоугловые границы принимали границы с разориентациями  $>15^\circ$  [187].

Результаты количественной оценки размера зерен ферритных составляющих микроструктуры приведены в Таблице 6.5, а распределение взвешенных по площади эквивалентных диаметров на рис. 6.15.

Таблица 6.5.

Определение количественных характеристик ферритных составляющих в стали  
X80 плавки III ТМКП

Параметр	Значение
Суммарная площадь ДОЭ карт, мм	0,17
Количество зерен, n, шт.	14512
Средний эквивалентный диаметр $d_{\text{ср.экв.}}$ , мкм	2,76
Стандартное отклонение	2,80
Коэффициент вариации ( $d_{\text{ср.экв.}}$ )	1,01
Дисперсия	7,86
Средневзвешенный по площади диаметр, $d_{\text{взв.экв.}}$ , мкм	10,05

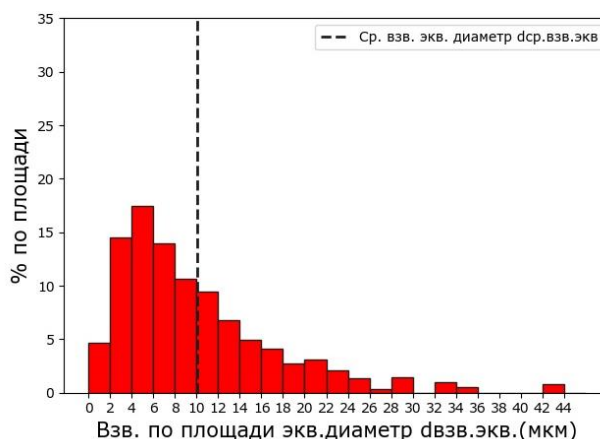


Рисунок 6.15 - Распределение взвешенных по площади эквивалентных диаметров. Сталь X80 плавка III ТМКП. ДОЭ.

Нормированный по площади средний размер зерен ферритных составляющих  $d_{\text{ср.взв.экв.}}$  равен 10 мкм. Однако, наибольший пик размеров зерен приходился на 2-4 мкм. В микроструктуре также присутствовали наиболее крупные зерна сечения размерами вплоть до 44 мкм. Анализ характеристик распределения  $d_{\text{взв.экв.}}$  выявил его неоднородность, коэффициент вариации существенно превышал 0,33. Наблюдалась значительная правосторонняя асимметрия. Многомодальность распределения указывает на выраженную разнотернистость ферритных составляющих в микроструктуре.

### **6.3. Неоднородность микроструктуры низкоуглеродистой микролегированных сталей, как источник повышенного рассеяния величин ударной вязкости в интервале вязко-хрупкого перехода**

Формирование мелкозернистой ферритно-бейнитной микроструктуры посредством ТМКП обуславливает повышенный уровень вязкости низкоуглеродистых микролегированных сталей, в том числе и при пониженных температурах испытаний на ударный изгиб. Однако, образование по квази-хрупкому механизму разрушения расщеплений вдоль направления прокатки, а также микротрещин транскристаллитного скола под поверхностью расщеплений, является свидетельством нахождения стали в интервале В-Х перехода. Как и в случае низкоуглеродистых низколегированных сталей в интервале В-Х перехода наблюдалось повышенное рассеяние величин ударной вязкости, обусловленное конкуренцией процессов зарождения и распространения хрупких и вязких микротрещин. Величина рассеяния определяется взаимным расположением локальных областей микроструктуры с повышенной и пониженной вязкостью, и траектории распространения разрушающей макротрещины.

Реализация ТМКП приводит к анизотропии микроструктуры низкоуглеродистых микролегированных сталей. Микроструктура высоковязких низкоуглеродистых микролегированных сталей содержит несколько ферритных составляющих с различной вязкостью. В свою очередь дополнительный вклад в

неоднородность вносит образование блинообразной разнотернистой микроструктуры бывшего аустенита. Практически прямые гладкие границы бывшего аустенита являются одним из наиболее слабых элементов микроструктуры, так как являются местом сегрегации примесей и легирующих элементов [190,191]. Дополнительным охрупчивающим фактором служит повышенное содержание наиболее твердых частиц М-А составляющей, которые могут служить триггерами хрупкого скола [69,192-194].

#### **6.4. Выводы по Главе 6**

Показана применимость предложенного подхода к изучению вязкости высоковязких низкоуглеродистых микролегированных сталей уровня прочности 625-825 мПа в интервале В-Х перехода.

Посредством множественных испытаний на ударный изгиб установлено, что в интервале температур от 0°С до -100°С наблюдается переход от вязкого разрушения к хрупкому. Выявлено, что одним из индикаторов повышенного рассеяние значений ударной вязкости в интервале В-Х перехода является образование расщеплений.

Установлено, что расщепления образуются по квази-хрупкому механизму разрушения.

Методом ДОЭ на основе критерия совершенной работы пластической деформации показано, что разрушение стандартных образцов ударным изгибом в интервале В-Х перехода, как и в случае низкоуглеродистых низколегированных сталей (Глава 3), сопровождалось образованием как вязких, так и хрупких микротрещин. Микротрещины скола возникали в локальных областях пластической зоны с пониженной и повышенной вязкостью.

Источниками повышенного рассеяния величин ударной вязкости в интервале В-Х перехода являются следующие особенности микроструктуры: аномально крупные блинообразные зерна бывшего аустенита, неоднородная разнотернистая



ферритно-бейнитная микроструктура, а также содержание и размер мартенсит-аустенитной составляющей.

На основе анализа совершенства составляющих микроструктуры предложен метод количественной оценки размера и содержания М-А составляющей.

## ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. Разработан новый экспериментальный подход к изучению вязкости низколегированных сталей, основанный на изучении рассеяния величин ударной вязкости посредством множественных испытаний на ударный изгиб в интервале вязко-хрупкого перехода и возможностях методов дифракции отраженных электронов отличить предшествующую и сопутствующую процессу разрушения деформацию в локальных областях пластических зон.
2. Экспериментально показано, что источником рассеяния величин ударной вязкости образцов низколегированной стали 09Г2С после закалки и отпуска при разрушении в интервале вязко-хрупкого перехода является образование локальных областей микроструктуры пластической зоны с повышенной и пониженной вязкостью. Индикаторами локальной неоднородности пластической зоны является образование хрупких и вязких микротрещин, свидетельствующих о различной степени предшествовавшей разрушению пластической деформации.
3. Посредством анализа природы микротрещин, сопровождающих разрушение ударным изгибом образцов низколегированной стали 09Г2С после закалки и отпуска в интервале вязко-хрупкого перехода выявлена линейная корреляция суммарной длины вязких/хрупких микротрещин и величины ударной вязкости конкретных образцов.
4. Методами дифракции отраженных электронов изучены особенности  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения в современной ферритно-перлитной низкоуглеродистой низколегированной стали 09Г2С после горячей прокатки/нормализации. Показано, что образование двухуровневой фрагментации перлитного феррита происходит на стадии роста пластин цементита при нарушении условий кооперации. В зависимости от локальной концентрации С к моменту начала  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения возможна реализация двух вариантов превращения. Превращение из двухфазной области сопровождается образованием сростков доэвтектоидного и перлитного феррита, в то время

как из однофазной области превращение происходит с образованием индивидуальных зерен перлита.

5. Предложен новый подход к определению количественных характеристик микроструктуры низкоуглеродистых низколегированных сталей с ферритно-перлитной микроструктурой после горячей прокатки/нормализации и ферритно-бейнитной микроструктурой после закалки и отпуска, базирующийся на оценке совершенства ее составляющих методами дифракции отраженных электронов.
6. Показана применимость предложенного подхода к изучению вязкости высоковязких низкоуглеродистых микролегированных сталей уровня прочности 625-825 мПа в интервале вязко-хрупкого перехода. Установлено, что повышенное рассеяние значений ударной вязкости обусловлено локальной неоднородностью микроструктуры, индикаторами которой являются образование микротрещин вязкого отрыва под вязкой составляющей изломов и микротрещин транскристаллитного скола в области расщеплений.

## Список литературы

1. Лейкин И.М., Литвиненко Л.А., Рудченко А.В. Производство и свойства низколегированных сталей – М.: Металлургия, 1972, 256 с.
2. Пикеринг Ф.Б. Физическое металловедение и разработка сталей / пер. с англ. – М.: Металлургия, 1982, 182 с.
3. ГОСТ ISO 3183—2015 Трубы стальные для трубопроводов нефтяной и газовой промышленности. Общие технические условия. – М.: Стандартиформ, 2016. – 150 с.
4. Фридман Я.Б. Ударная вязкость и другие ударные испытания. – М.: Машгиз, 1949. – 26 с.
5. Dearden J., O'Neill H. A guide to the selection and welding of low alloy structural steels // Institute of Welding Transactions. – 1940. – Vol. 3. P. 203-214.
6. Kasuya T., Yurioka N. Carbon Equivalent and Multiplying Factor for Hardenability of Steel // Welding research supplement. - 1993. - P. 263-268.
7. Gladman T. The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels. - London, United Kingdom: The Institute of Materials, 1997. - 363 p.
8. Bannenberg N. Recent developments in steelmaking and casting // Stahl. - 2000. - P. 379-404.
9. Graville B.A., Tyson W.R. Toughness requirements for welded structures in the Arctic environment // Welding research supplement. – 1992. - Vol. 71, № 11. - P. 437–442.
10. Кудря А.В., Кузько Е.И., Соколовская Э.А. Об оценке хладноломкости конструкционных сталей по результатам сериальных ударных испытаний // Деформация и разрушение материалов. – 2013. – № 12. – С. 36-45.
11. Давиденков Н.Н. Проблема удара в металловедении. – М., Л.: Изд-во АН СССР, 1938. – 116 с.
12. Иоффе А.Ф., Кирпичев М.В., Левицкая М.А. Деформация и прочность кристаллов // Журнал Русского физико-химического общества. – 1924. – Т. 56, №5/6. - С. 499-503.
13. Stepanov A.V. // Journal of Physics de Soviet Union. – 1934. - №5. – P. 306.

14. Goerens P., Mailander R. Cold and hot brittleness of steel and some other metals (zinc, nickel) // Forschungsarbeiten auf dem Geb. Des Ingenieurwesens. - 1928. – № 295. - P. 18-24.
15. Rosenfield A.R, Shetty D.K., Skidmore A.J. Cleavage fracture of steel in the upper ductile-brittle transition region // Engineering Fracture Mechanics. – 1983. – Vol. 17, № 5. – P. 461-470.
16. Oldfield W. Fitting Curves to Toughness Data // Journal of Testing and Evaluation. – 1979. – Vol. 7, № 6. – P. 326-333.
17. Windle P.L., Crowder M., Moskovic R. A statistical model for analysis and prediction of the effect and neutron irradiation on Charpy impact energy curves // Nuclear Engineering and Design. - 1996. - №165. - P. 43-56.
18. Moskovic R., Flewitt P.E.J. An overview of the Principles of Modelling Charpy Impact Energy Data Using Statistical Analyses // Metallurgical and materials transactions A. - 1997. – Vol. 28A. - P. 2609-2623.
19. Moskovic R., Windle P.L., Smith A.F. Modeling Charpy Impact Energy Property Changes Using a Bayesian Method // Metallurgical and materials transactions A. - 1997. – Vol. 28A. - P. 1181-1193.
20. Coussard C., Borione R., Plateau J., Morillon Y, Maratray F.A. Study of impact test and the mechanism of brittle fracture // Journal of Iron Steel Institute. – 1956. - № 183. – P. 146-173.
21. Watanabe J., Iwadate T., Tanaka Y., Yokobori T., Ando K. Fracture toughness in the transition region // Engineering Fracture Mechanics. – 1987. – Vol. 28, №5-6. – P. 589–600.
22. Hahn G.T., Averbach B.L., Owen W.S., Cohen M. Fracture. – NY, USA: Wiley & Sons, 1959. - 91 p.
23. McMahon Jr. C.J., Cohen M. Initiation of cleavage in polycrystalline iron // Acta Metallurgica. – 1965. - № 13. – P. 591-604.
24. Okumura N. Cleavage fracture of low carbon ferritic steels with fine grain size // Metal Science. -1983. - № 17. – P. 581-589.

25. Chen J.H., Wang G.Z., Yan C., Ma H., Zhu L. Advances in the mechanism of cleavage fracture of low alloy steel at low temperature. Part I: Critical event // International Journal of Fracture. – 1997. - № 83. – P. 105-120.
26. Ritchie R.O., Knott J.F., Rice J.R. On the relationship between critical tensile stress and fracture toughness in mild steel // Journal of Mechanics & Physics of Solids. – 1973. - №21. – P. 395-410.
27. Curry D.A., Knott J.F. The relationship between fracture toughness and microstructure in the cleavage fracture of mild steel // Metal Science. – 1976. - №10. – P. 1-6.
28. Curry D.A., Knott J.F. Effects of microstructure on cleavage fracture stress in steel // Metal Science. – 1978. - № 12. – P. 511-514.
29. Curry D.A., Knott J.F. Effect of microstructure on cleavage fracture toughness of quenched and tempered steels // Metal Science. – 1979. - № 13. – P. 341-345.
30. ASTM E1921-19b Standard Test Method for Determination of Reference Temperature,  $T_0$ , for Ferritic Steels in the Transition Range. - West Conshohocken, PA: ASTM International, 2019.
31. Iwadate T., Yokobori T. Evaluation of elastic-plastic fracture toughness testing in the transition region through Japanese interlaboratory tests // Fracture mechanics. STP 1207. ASTM International. - 1994. – Vol. 24. – P. 233-263.
32. Porter D.A., Easterling K.E. Phase Transformations in Metals and Alloys, 2nd ed. - London: Chapman & Hall, 1992. – 514p.
33. Hillert M. The formation of pearlite / Decomposition of Austenite by Diffusional Processes / ed. Zackay V. F., Aaronson H. J. - NY: Interscience, 1962. – P. 197-237.
34. Chipman J. Thermodynamics and Phase Diagram of Fe-C System // Metallurgical Transactions. – 1972. - №3. – P. 55-64.
35. Hultgren A. Isothermal transformation of austenite // Transactions of the American Society for Metals. – 1947. – Vol. 39. – P. 915-1005.
36. Karlsson B., Linden G. Plastic Deformation of ferrite-perlite structures in steel // Materials Science and Engineering. - 1975. – Vol. 17. - P. 209-219.

37. Rosenfield A.R., Hahn G.T., Embury J. Fracture of steels containing pearlite // Metallurgical Transactions. - 1972. – Vol. 3, № 11. - P. 2797-2804.
38. Cracknell A., Petch N.J. Frictional forces on dislocation arrays at the lower yield point in iron // Acta metallurgica. – 1955. - Vol. 3. - P.186 – 189.
39. Metallurgical developments in carbon steels: special report №81 / Pickering F. B., Gladman T. - London: Iron and steel institute, 1963. – P.10.
40. Irvine K.J., Pickering F. B., Gladman T. Grain-Refined C-Mn Steels // Journal of the Iron and Steel Institute. – 1967. - Vol. 205, №2. - P. 161-182.
41. Бьючер Дж. Х., Грозиер Дж. Д., Энриэтто Дж. Ф. Прочность и вязкость горячекатаных феррито-перлитных сталей // Разрушение. - М.: Metallurgiya, 1976. - Т. 6. - С. 246-295.
42. Gladman T., Mcivor I.D., Pickering F.B. Some aspects of the structure-property relationships in high-carbon ferrite-pearlite steels // Journal of The Iron and Steel Institute. - 1972. - V.210, №12. - P. 916-930.
43. Hyzak J.M., Bernstein I.M. The Role of microstructure on the strength and toughness of fully pearlitic steels // Metallurgical Transactions A. - 1976. - V.7A, № 8. - P. 1217-1224.
44. Park Y.J., Bernstein I.M. The process of crack initiation and effective grain size for cleavage fracture in pearlitic eutectoid steel // Metallurgical Transactions A. – 1979. - V.10A, № 11. - P. 1653-1664.
45. Garbarz B., Pickering F.B. Effect of pearlite morphology on impact toughness of eutectoid steel containing vanadium // Materials Science and Technology. - 1988. - V.4, №.4. - P. 328-334.
46. Kavishe F.P.L., Baker T.J. Effect of prior austenite grain size and pearlite interlamellar spacing on strength and fracture toughness of a eutectoid rail steel // Materials Science and Technology. - 1986. - V.2, № 8. - P. 816-822.
47. Ray K.K., Mondal D. The effect of interlamellar spacing on strength of pearlite in annealed eutectoid and hypoeutectoid steels // Acta metallurgica materialia. – 1991. - V. 39, № 10. - P. 2201-2208.

48. Eckert J.A., Howell P.R., Thompson S.W. Banding and the nature of large, irregular pearlite nodules in a hot-rolled low-alloy plate steel: a second report // *Journal of material science*. - 1993. - V. 28. - P. 4412-4420.
49. Doi S.N., Kestenbach H.-J. Determination of the pearlite size in eutectoid steels // *Metallography*. - 1989. - V. 23. - P. 135-146.
50. Thompson S.W., Krauss G. Ferritic microstructures in continuously cooled low- and ultralow-carbon steels // *ISIJ International*. - 1995. - V. 35. - P. 937-945.
51. Блантер М.Е. *Металловедение и термическая обработка*. - М.: Машгиз, 1963. – 416 с.
52. Ouchi C. Development of Steel Plates by Intensive Use of TMCP and Direct Quenching Processes // *ISIJ international*. – 2001. - Vol.41, №6. - P. 542-553.
53. Preston R.R. HSLA Metallurgy in Europe // *JOM*. - 1977. – Vol.29, №1. – P. 9-16.
54. Эфрон Л.И. *Металловедение в «большой» металлургии. Трубные стали*. - М.: Металлургиздат, 2012. – 696 с.
55. Militzer M. Thermomechanical Processed Steels // *Comprehensive Materials Processing*. – 2014. - P.191–216.
56. Tanaka T., Tabata N., Watamura T., Shiga C. Three Stages of the Controlled-Rolling Process / *Proceedings. Microalloying '75* // ed. Korchynsky M. – NY.: Union Carbide, 1977. – P. 107-119.
57. Bramfitt B.L., Marder A.R. A study of the delamination behavior of a very low-carbon steel // *Metallurgical transactions A*. – 1977. – Vol. 8.8. – P. 1263-1273.
58. Pickering F.B. *Transformation and hardenability in steels*. - Ann. Arbor: Climax Molybdenum Co, 1967. – 109 p.
59. Araki T., Shibata K., Enomoto M., Reviewed concept on the microstructural identification and terminology of low carbon ferrous bainites // *Material science forum*. – 1990. - Vol. 56-58. - P. 225-280.
60. Araki T., Enomoto M., Shibata K., Microstructural Aspects of Bainitic and Bainitic-like Ferritic Structures of Continuously Cooled Low Carbon (<0,3%) HSLA // *Materials Transactions JIM*. - 1991. – Vol. 32. - P. 729-736.



61. Thompson S.W., Krauss G. Ferritic microstructures in continuously cooled low- and ultralow-carbon steels // ISIJ International. - 1995. – Vol. 35. - P. 937–945.
62. Wilson E.A. The  $\gamma$  to  $\alpha$  Transformation in Low Carbon Irons // ISIJ International. – 1994. – Vol. 34, № 8. – P. 615–630.
63. Purdy J.R. The dynamics of transformation interfaces in steels I. The ferrite-austenite interface in Fe-C-Mo steel alloys // Acta Metallurgica. -1978. - Vol. 26. - P. 477-486.
64. Zwell L., Gorman L.A., Weissman R. Dislocation substructure in iron induced by alpha-gamma-alpha transformation cycling // Transaction of the ASM. - 1966. - Vol. 59. - P. 491-503.
65. Enomoto M. Microstructures and mechanisms of  $\gamma$  to  $\alpha$  transformation in low and ultralow carbon iron and its alloys: Proceedings of the IF steels. Tokyo, 12-14 May 2003 / ed. H. Takechi. – Tokyo: The Iron and Steel Institute of Japan, 2003 - P. 316-324.
66. Bhadeshia H.K.D. Bainite in steels. Transformations, microstructure and properties: Book. - Second edition. – London: IOM communications Ltd., 2001. – 478 p.
67. Habraken L.J., Economopoulos M. Bainitic Microstructure in Low-Carbon Alloy Steels and Their Mechanical Properties / Transformation and Hardenability in Steels. - Ann Arbor: Climax Molybdenum Co., 1967. - P. 69–108.
68. Davis C.L., King J.E. Effect of cooling rate on intercritically reheated microstructure and toughness in high strength low alloy steel // Materials science and technology. – 1993. – Vol. 9. - P. 8-15.
69. Matsuda F., Ikeuchi K., Fukada Y., Horii Y., Okada H., Shiwaku T., Shiga C., Suzuki S. Review of mechanical and metallurgical investigations of M-A constituent in welded joint in Japan // Trans. JWRI. - 1995. - Vol. 24, №1. - P. 1-24.
70. Adams B.L., Wright S.I., Kunze K. Orientation imaging the emergence of a new microscopy // Metallurgical Transactions A. -1993. – Vol. 24, №4. - P. 819-831.

71. Humphreys F.J. Quantitative metallography by electron backscattered diffraction // *Journal of Microscopy*. - 1999. – Vol.195 – P.170-185.
72. Dingley D. Progressive steps in the development of electron microscopy and orientation imaging microscopy // *Journal of Microscopy*. – 2004. - Vol. 213 – P.214– 224.
73. Schwarzer R.A., Field D.P., Adams B.L., Kumar M., Schwartz A.J. Present State of Electron Backscatter Diffraction and Prospective Developments / *Electron Backscatter Diffraction in Material Science* // ed. Schwartz A.J., Kumar M., Adams B.L., Field D.P. - Second Edition. – NY: Springer Science + Business Media, 2009. - P. 1-20.
74. ASTM E 1382-97(15) Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis. - West Conshohocken: ASTM International, 2015.
75. Ryde L. Application of EBSD to analysis of microstructures in commercial steels // *Materials Science and Technology*. – 2006. – Vol. 22, № 11. - P.1297-1306.
76. Mingard K.P., Roebuck B., Bennett E.G., Thomas M., Wynne B.P., Palmiere E.J. Grain size measurement by EBSD in complex hot deformed metal alloy microstructures // *Journal of Microscopy*. - 2007. – Vol.227 – P.298-308.
77. Trimby P.W., Prior D.J., Wheeler J. Grain boundary hierarchy development in a quartz mylonite // *Journal of Structural Geology*. - 1998. – Vol.20 - P. 917-935.
78. Valcke S.L.A., Pennock G.M., Drury M.R., De Besser J.H.P., Electron backscattered diffraction as a tool to quantify subgrains in deformed calcite // *Journal of Microscopy*. – 2006. – Vol.224 - P. 264-276.
79. Mingard K.P., Roebuck B., Quested P., Bennett E.G. Challenges in microstructural metrology for advanced engineered materials // *Metrologia*. – 2010. – Vol.47, №2 – P.S67-S82.
80. Wright S.I. A Parametric Study of Electron Backscatter Diffraction based Grain Size Measurements // *Practische Metallographie*. - 2010. – Vol. 47 - P. 16-33.

- 81.ГОСТ Р ИСО 13067-2016 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Микроанализ электронно-зондовый. Дифракция обратнорассеянных электронов. Измерение среднего размера зерна. - М.: Стандартиформ, 2019.
- 82.ASTM E2627-13 Practice for Determining Average Grain Size Using Electron Backscatter Diffraction (EBSD) in Fully Recrystallized Polycrystalline Materials. - West Conshohocken: ASTM International, 2013.
- 83.ASTM E0112-10 Test Methods for Determining Average Grain Size. - West Conshohocken: ASTM International, 2010.
- 84.De Hoff R.T., Rhines F.N. Quantitative Microscopy: Book. – USA: McGraw-Hill, 1968. - P. 239-241.
- 85.Coutinho Y.A., Rooney S.C.K., Payton E.J. Analysis of EBSD Grain Size Measurements Using Microstructure Simulations and a Customizable Pattern Matching Library for Grain Perimeter Estimation // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2017. – Vol. 48, №5 – P. 2375–2395.
- 86.Van der Voort G.F., Friel J.J. Image analysis measurements of duplex grain structures // Materials Characterization. – 1992. – Vol. 29 – P. 293–312.
- 87.Wright S.I., Nowell M.M., Field D.P. A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction // Microscopy and Microanalysis. – 2011. - Vol. 17 - P. 316-329.
- 88.Wright S.I., Nowell M.M. EBSD Image Quality Mapping // Microscopy and Microanalysis. - 2006. – Vol. 12 – P.72–84.
- 89.Krieger Lassen N.C., Conradsen K., Juul Jensen D. Image processing procedures for analysis of electron back scattering patterns // Scanning Microscopy. - 1992. – Vol. 6 – P. 115–121.
- 90.Method and means for recognizing complex patterns: 069 654 US Patent / Hough P.V.C. 1962.
- 91.Krieger Lassen N.C. Automatic high-precision measurements of the location and width of kikuchi bands in electron backscatter diffraction patterns // Journal of Microscopy. – 1998. – Vol. 190 – P.375–391.

92. Wilson A.W., Madison J.D., Spanos G. Determining phase volume fraction in steels by electron backscattered diffraction // *Scripta materialia*. – 2001. – Vol.45 - P. 1335-1340.
93. Petrov R., Kestens L., Wasilkowska A., Houbaert Y. Microstructure and texture of a lightly deformed TRIP-assisted steel characterized by means of the EBSD technique // *Materials Science and Engineering A*. - 2007. – Vol. 447 – P.285–297.
94. Grajcar A., Kilarski A., Kozłowska A., Radwanski K. Microstructure Evolution and Mechanical Stability of Retained Austenite in Thermomechanically Processed Medium-Mn Steel // *Materials*. – 2019. – Vol. 12 – P. 501-518.
95. Wu J., Wray P. J., Garcia C.I., Hua M., Deardo A.J. Image quality analysis: A new method of characterizing microstructures // *ISIJ International*. - 2005. - Vol. 45, №2 - P. 254-262.
96. Su B., Lin H.-P., Kuo J.-C., Pan Y.-T. EBSD investigation on microstructure transformation in low carbon steel during continuous cooling // *Canadian metallurgical quarterly*. – 2014. - Vol. 53, №3 - P.352-361.
97. Kang J.-Y., Kim D.H., Baik S., Ahn T.-H., Kim Y.-W., Han H. N., Oh K. H., Lee H.-C., Han S.H. Phase analysis of steels by grain-averaged EBSD functions // *ISIJ International*. – 2011. - Vol. 51, №1 - P. 130-136.
98. Kang J.-Y., Park S.-J., Moon M.-B. Phase Analysis on Dual-Phase Steel Using Band Slope of Electron Backscatter Diffraction Pattern // *Microscopy and Microanalysis*. – 2013. – Vol. 19 - P. 13-16.
99. Goldstein J.I., Newbery D.E., Echlin P., Joy D.C., Lymon C.E., Rifshy E., Sawyer L., Michael J.R. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis: Book*. - Third Edition. – NY: Springer Science + Business Media, LLC, 2003. - P. 182-192.
100. Zaeferrer S., Romano P., Friedel F. EBSD as a tool to identify and quantify bainite and ferrite in low-alloyed Al-TRIP steels // *Journal of Microscopy*. - 2008. -Vol. 230 - P. 499–508.

101. Humphreys F.J., Bate P.S, Hurlle P.J. Orientation averaging of electron backscattered diffraction data // *Journal of Microscopy*. - 2001. - Vol. 201 - P. 50-58.
102. Nye J.F. Some geometrical relations in dislocated crystals // *Acta metallurgica*. – 1953. - Vol.1 - P.153-162.
103. Ashby M.F. The deformation of plastically non-homogeneous materials // *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*. -1970. – Vol 21, №170 – P. 399-424.
104. 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 // *Materials Science and Engineering A*. – 2010. – Vol. 527 - P.2738–2746.
105. Reip C.P., Frommert M., Reifferscheid M. EBSD-analysis of non-polygonal ferrite microstructures of HSLA steel: Proceedings of the Baosteel BAC 2013. Shanghai, Jun 4-6 2013. - P. J47-J54.
106. Takahashi T., Ponge D., Raabe D. Investigation of orientation gradients in Pearlite in Hypoeutectoid steel by use of orientation imaging microscopy // *Steel Research*. - 2007. - Vol. 78, № 1 - P. 38-44.
107. Maitland T., Sitzman S. Electron backscatter diffraction EBSD technique and materials characterization examples / *Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications* // eds., Zhou, W., Wang Z.L. – NY: Springer, 2007. - P. 41–75.
108. Brewer L.N., Field D.P., Merriman C.S. Mapping and assessing of plastic deformation using EBSD / *Electron Backscatter Diffraction in Material Science* // ed. Schwartz A.J., Kumar M., Adams B.L., Field D.P. - Second Edition. – NY: Springer Science + Business Media, 2009. - P. 251-262.
109. Kunze K., Wright S.I., Adams B.L., Dingley D.J. Advances in automatic EBSP single orientation measurements // *Texture and Microstructure*. - 1993. – Vol. 20 - P. 41–54.

110. Wright S.I. Quantification of recrystallized fraction from orientation imaging scans: Proceedings of the Twelfth International Conference on Textures of Materials. Montreal, Canada, 9 - 13 August 1999 / ed. Szpunar J.A. - Ottawa, Ontario, Canada: NRC Research Press., 1999. - P. 104–109.
111. Tomaz R.F., Santos D.B., Camey K., Barbosa R., Andrade M.S., Escobar D.P. Complex phase quantification methodology using electron backscatter diffraction (EBSD) on low manganese high temperature processed steel (HTP) microalloyed steel // Journal of Materials Research and Technology. – 2019. – Vol.8, №2 – P. 2423-2431.
112. Zhu K., Barbier D., Iung T. Characterization and quantification methods of complex BCC matrix microstructures in advanced high strength steels // Journal of Materials Science. – 2012. – Vol. 48, № 1 – P. 413–423.
113. Zhao H., Wynne B.P., Palmeiere E.J. A phase quantification method based on EBSD data for a continuously cooled microalloyed steel // Materials characterization. – 2017. – Vol. 123 - P.339-348.
114. Shrestha S.L., Breen A.J., Trimby P., Proust G., Ringer S.P., Cairney J.M. An automated method of quantifying ferrite microstructures using electron backscatter diffraction (EBSD) data // Ultramicroscopy. – 2014. – Vol. 137 - P. 40-47.
115. Humphreys F.J. Grain and subgrain characterization by electron backscatter diffraction // Journal of Materials Science. – 2001. - Vol. 36 - P.3833-3854.
116. Jazaeri H., Humphreys F.J. Quantifying recrystallization by electron backscatter diffraction // Journal microscopy. - 2004. -Vol. 213, P. 241-246.
117. Zaefferer S. On the formation mechanisms, spatial resolution and intensity of backscatter Kikuchi patterns // Ultramicroscopy. - 2007. - № 107 - P. 254-266.
118. Zaefferer S. A critical review of orientation microscopy in SEM and TEM // Crystal Research and Technology. – 2011. – Vol. 46, № 6 – P. 607 – 628.
119. Keller R.R., Geiss R.H. Transmission EBSD from 10 nm domains in a scanning electron microscope // Journal of Microscopy. - 2011. – Vol. 245 – P.245–251.

120. Trimby P.W. Orientation mapping of nanostructured materials using transmission Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope // *Ultramicroscopy*. - 2012. – № 120 – P. 16-24.
121. Suzuki S. Features of Transmission EBSD and its Application // *JOM*. - 2013. - Vol. 65, №9 – P.1254–1263.
122. Sneddon G.C., Trimby P.W., Cairney J.M. Transmission Kikuchi diffraction in a scanning electron microscope: A review // *Materials Science and Engineering R*. – 2016. – Vol. 110 – P.1–12.
123. Li C.W., Han L.Z., Luo X.M., Liu Q.D., Gu J.F. Fine structure characterization of martensite/austenite constituent in low-carbon low-alloy steel by transmission electron forward scatter diffraction // *Journal of Microscopy*. - 2016. - Vol. 264, № 2 – P. 252–258.
124. Hofera C., Bliznuk V., Verdiere A., Petrov R., Winkelhofer F., Clemens H., Primig S. Correlative microscopy of a carbide-free bainitic steel // *Micron*. – 2016. – Vol. 81 – P.1–7.
125. Pereloma E.V., Saleh A.A., Spanke H.Th., Al-Harbi F., Gazder A.A. Understanding phase transformations in steels using modern electron microscopy techniques: Proceedings of Asia Steel International Conference (Asia Steel 2015) Yokohama, 5-8 October 2015. - Japan: Iron and Steel Institute of Japan, 2015. - P. 68-71.
126. Rowenhorst D.J., Gupta A., Feng C.R., Spanos G. 3D Crystallographic and morphological analysis of coarse martensite: Combining EBSD and serial sectioning // *Scripta Materialia*. - 2006. – Vol. 55, №1 – P.11–16.
127. 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 // *Metallurgical and Materials Transactions A*. - 2008. – Vol. 39A – P. 374-389.
128. O’Keeffe S.C., Tang S., Kopacz A.M., Smith J., Rowenhorst D.J., Spanos G., Liu W.K., Olson G.B. Multiscale ductile fracture integrating tomographic

- characterization and 3-D simulation // *Acta Materialia*. – 2015. – Vol. 82 – P.503–510.
129. ГОСТ 19281-2014 Прокат повышенной прочности. Общие технические условия. - М.: Стандартинформ, 2016.
  130. Дьяков В.Г., Медведев Ю.С., Абрамова З.А. Легированные стали для нефтехимического оборудования. - М.: Машиностроение, 1971. - С.15.
  131. ГОСТ Р ИСО 148-1-2013 Материалы металлические. Испытание на ударный изгиб на маятниковом копре по Шарпи. Часть 1. Метод испытания. - М.: Стандартинформ, 2014.
  132. Штремель М.А. Информативность измерений ударной вязкости // *МиТОМ*. – 2008. – № 11. – С. 37-50.
  133. ГОСТ 1497-84. Металлы. Методы испытаний на растяжение (с Изменениями N 1, 2, 3). - М.: Стандартинформ, 2008.
  134. ГОСТ Р 8.636-2007 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Микроскопы электронные растровые. Методика калибровки. - М.: Стандартинформ, 2008.
  135. Prior D.J., Trimby P.W., Weber U.D., Dingley D.J. Orientation contrast imaging of microstructures in rocks using forescatter detectors in the scanning electron microscope // *Mineralogical magazine*. - 1996. - Vol. 60, № 403 - P. 859-869.
  136. ISO 24173:2013 Microbeam analysis - Guidelines for orientation measurement using electron backscatter diffraction.
  137. Croussard C., Borione R., Plateau J., Morillon Y., Maratray F.A. Study of impact test and the mechanism of brittle fracture // *Journal of Iron and Steel Institute*. – 1956. – Vol. 183 – P.146-173.
  138. Штремель М.А. Разрушение: монография / М. А. Штремель. – М.: МИСиС, 2014-2015. Кн. 1: Разрушение материала. - 2014. - 669 с.
  139. Кантор М.М., Боженов В.А. Рассеяние значений ударной вязкости низколегированной стали в критическом интервале хладноломкости // *Материаловедение*. – 2013. - №11 - С. 3-14.



140. Kantor M.M., Vorkachev K.G., Solntsev K.A. Nature of Microcracks in Ferritic Steels Occurred during Fracture under Conditions of Ductile-Brittle Transition Temperature Region // *Inorganic Materials*. – 2018. – Vol. 54 – P. 1071–1077.
141. Graville B.A., Tyson W.R. Toughness requirements for welded structures in the arctic // *Welding Journal*. – 1992. – Vol. 71 – P. 437-442.
142. Шевандин Е.М., Разов И.А. Хладноломкость и предельная пластичность металлов в судостроении. - Ленинград: Судостроение, 1965. - 336 с.
143. Nohava J., Haušild P., Karlík M., Bompard P. Electron backscattering diffraction analysis of secondary cleavage cracks in a reactor pressure vessel steel // *Materials Characterization*. – 2002. – Vol. 49 – P. 211-217.
144. Knott J.F. Micromechanisms of fibrous crack extension in engineering steels // *Metal Science*. – 1980 – Vol.14. - P. 327-336.
145. Evans A.G. Statistical aspects of cleavage fracture in steel // *Metallurgical Transactions A*. – 1983. Vol. 14 – P. 1349-1355.
146. Бернштейн М.Л., Займовский В.А., Капуткина Л.М. Термомеханическая обработка стали - М.: Металлургия, 1983. - 480с.
147. Thompson S.W., Colvin D.J., Krauss G. Continuous cooling transformations and microstructures in a low-carbon, high-strength low alloy plate steel // *metallurgical transactions A*. – 1990. - Vol. 21A - P. 1493-1507.
148. Thompson S.W., Colvin D.J., Krauss G. Austenite decomposition during continuous cooling of an HSLA-80 plate steel // *Metallurgical and materials transactions A*. – 1996. – Vol. 27A - P. 1557-1571.
149. Смирнов М.А., Счастливец В.М., Журавлев Л.Г. Основы термической обработки стали – М.: Наука и технологии, 2002. - 519с.
150. Kantor M.M., Vorkachev K.G. Microstructure and Substructure of Pearlite in Hypoeutectoid Ferritic-Pearlitic Steels // *Metal Science and Heat Treatment*. – 2017. - №5 – P. 265–271.
151. Walentek A. Quantitative characterization of microstructure of two-phase materials. The case of pearlite: Phd Thesis. - Katholike univeraiteit Leuven, 2007. – 191 p.

152. Smith G.V., Mehl R.F. Lattice relationships in decomposition of austenite to pearlite, bainite and martensite // Transactions of AIME. – 1942. – P. 211-226.
153. Howell R. The pearlite reaction in steels: Mechanism and crystallography. Part I. From H.C. Sorby to R.F. Mehl // Materials Characterization. – 1998. – Vol. 40 – P. 227-260.
154. Kuhlmann-Wilsdorf D. Fundamentals of cell and subgrain structures in historical perspective // Scripta metallurgica et materialia. – 1992. – Vol. 27 - P. 951-956.
155. Weiland H. The determination of long-range misorientations in the microstructure of materials // Acta metallurgica et materialia. – 1992. – Vol. 40, №5 - P. 1083-1089.
156. Humphreys F.J., Huang Y., Brough I., Harris C. Electron backscatter diffraction of grain and subgrain structures – resolution considerations // Journal of Microscopy. - 1999. - Vol. 195, Pt.3 - P. 212-216.
157. Bramfitt B.L., Marder A.R. A Transmission-electron-microscopy study of the substructure of high purity pearlite // Metallography. - 1973. - Vol. 6. - P. 483-495.
158. Zaefferer S. On the formation mechanisms, spatial resolution and intensity of backscatter Kikuchi patterns // Ultramicroscopy. – 2007. - №107 - P. 254-266.
159. Furuhashi T., Moritani, Sakamoto K., Maki T. Substructure and Crystallography of Degenerate Pearlite in an Fe-C Binary Alloy // Materials Science Forum. - 2007. - Vol. 539-543 - P. 4832-4837.
160. Grange R.A. Factors influencing the pearlitic micro-structure of annealed hypoeutectoid steel // Transactions of the American Society for Metals. – 1947. – Vol.38 – P.879-908.
161. Ohmori Y., Davenport A.T., Honeycombe R.W.K. Crystallography of pearlite // Transactions of ISIJ. – 1972. – Vol.12.2 – P.128-137.
162. Изотов В.И., Тишаев С.И., Добаткина М.М. Структура "вырожденного" перлита и ее влияние на механические свойства малоуглеродистой низколегированной стали // Физика металлов и металловедение. – 1991. - №10 - С. 174-181.

163. Kantor M.M., Vorkachev K.G. Investigation of orientation inhomogeneities in polycrystalline materials by means of FEG-SEM, FIB, EBSD and 3-D reconstruction // AIP Conference Proceedings 1748. – 2016. - 020012.
164. Thompson S.W., Howell P.R. Factors influencing ferrite/pearlite banding and origin of large pearlite nodules in a hypoeutectoid plate steel // Materials Science and Technology. – 1992. – Vol.8 – P. 777-784.
165. Majka T.F., Matlock D.K., Krauss G. Development of Microstructural Banding in Low-Alloy Steel with Simulated Mn Segregation // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2002. - Vol. 33A - P. 1627-1637.
166. Umemoto M., Hiramatsu A., Moriya A., Watanabe T., Nanba S., Nakajima N., Anan G., Higo Y. Computer modelling of phase transformation from work-hardened austenite // ISIJ International. – 1992. – Vol. 32 - P. 306–315.
167. Hutchinson C.R., Hackenberg R.E., Shiflet G.J. The growth of partitioned pearlite in Fe–C–Mn steels // Acta Materialia. – 2004. – Vol. 52 – P. 3565–3585.
168. Liu Z.-Q., Myamoto G., Yang Z.-G., Furuhashi T. Volume Fractions of Proeutectoid Ferrite/Pearlite and Their Dependence on Prior Austenite Grain Size in Hypoeutectoid Fe-Mn-C Alloys // Metallurgical and materials transactions A. - 2013. – Vol. 44 – P. 5456–5467.
169. Steinbach I., Apel M. The influence of lattice strain on pearlite formation in Fe–C // Acta Materialia. – 2007. – Vol. 55 – P. 4817–4822.
170. Steinbach I., Plapp M. Pearlite revisited // Continuum Mechanics and Thermodynamics. – 2012. – Vol. 24 – P. 665–673.
171. Aranda M.M., Rementeria R., Poplawsky J., Urones-Garrote E., Capdevila C. The role of C and Mn at the austenite/pearlite reaction front during non-steady-state pearlite growth in a Fe-C-Mn steel // Scripta Materialia. – 2015. – Vol. 104 – P. 67–70.
172. Ankit K., Mukherjee R., Nestler B. Deviations from cooperative growth mode during eutectoid transformation: Mechanisms of polycrystalline eutectoid evolution in Fe–C steels // Acta Materialia. – 2015. – Vol. 97 – P. 316–324.

173. Yamashita T., Enomoto M., Tanaka Y., Matsuda H., Nagoshi M. Analysis of Carbon Partitioning at an Early Stage of Proeutectoid Ferrite Transformation in a Low Carbon Mn–Si Steel by High Accuracy FE-EPMA // *ISIJ International*. – 2018. - Vol. 58, № 6 – P. 1079–1085.
174. Mushongera L.T., Kubendran Amos P.G., Nestler B., Ankit K. Phase-field simulations of pearlitic divergence in Fe-C-Mn steels // *Acta Materialia*. – 2018. – Vol. 150 – P. 78-87.
175. Ревель-Муроз П.А., Ильин Е.Г. и др. Материаловедческие условия надежности резервуаров для хранения нефти нефтетранспортной системы Заполярье – Пур-Пе // *Наука и техника ТНН*. – 2012. - №2 - С.14-21.
176. Ledermueller C., Kozeschnik E., Webster R.F., Primig S. Advanced Thermo-Mechanical Process for Homogenous Hierarchical Microstructures in HSLA Steels // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2019. – Vol. 50 – P. 5800–5815.
177. Pontremoli M., Bufalini P., Aprile A., Jannone C. Development of grade API X80 pipeline steel plates produced by controlled rolling // *Metals Technology*. – 1984. – Vol. 11, Pt.1 – P. 504-514.
178. Krishnadev M.R., Sojka L.R., Gauvin P., Hamel G. Characterization of the fracture behavior of fine-grained high-strength low-alloy (HSLA) steels and iron-base alloys under low-temperature and mechanical environments // *Fractography and Materials Science. STP 733. ASTM International*. – 1981. - P. 394-412.
179. Kumar A., Wilkinson A.J., Roberts S. Low-temperature fracture mechanisms in a spheroidised reactor pressure vessel steel // *International Journal of Fracture*. – 2007. - Vol. 144 - P. 121-129.
180. Galibois A., Krishnadev M.R., Dubé A. Control of grain size and sub-structure in plain carbon and high strength low alloy (HSLA) steels—the problem and the prospect // *Metallurgical Transactions A*. – 1979. – Vol. 10, № 8 – P. 985–995.
181. Takahashi I., Iino M. Thermomechanical Control Process as a Tool to Grain Refine the Low Manganese-containing Steel for Sour Service Line Pipe // *Iron and Steel Institute of Japan (ISIJ) International*. – 1996. – Vol. 36 – P. 235-240.

182. Reitera J., Bernhard C., Presslinger H. Austenite grain size in the continuous casting process: Metallographic methods and evaluation // *Materials characterization*. – 2008. – Vol. 59 – P. 737-746.
183. Vander Voort G.F. *Metallography: principles and practice: Book*. – NY: McGraw-Hill, 1984. – 752 p.
184. Vorkachev K.G., Kantor M.M. EBSD-based technique for quantification of M/A and retained austenite in microstructure of HSLA steels // *AIP Conference Proceedings*. 2019. – Vol. 2064 - 020006.
185. Schwinn V., Bauer J., Flüss P., Kirsch H.-J., Amoris E. Recent developments and applications of TMCP steel plates // *Revue de Métallurgie*. - 2011. – Vol. 108, №5 – P. 283–294.
186. Kim Y.M., Lee H., Kim N.J. Transformation behavior and microstructural characteristics of acicular ferrite in linepipe steels // *Materials Science and Engineering A*. – 2008. – Vol. 478, №1-2 – P. 361–370.
187. Zajac S., Schwinn V., Tacke K. H. Characterisation and Quantification of Complex Bainitic Microstructures in High and Ultra-High Strength Linepipe Steels // *Materials Science Forum*. – 2005. -Vol. 500-501 – P. 387–394.
188. Goulden J., Trimby P., Thomsen K., Mehnert K. AZtecICE: A New Dawn in EBSD Data Processing // *Microscopy and Microanalysis*. – 2019. – Vol. 25 - P. 536-537.
189. Sharma R., Chelladurai I., Orme A.D., Miles M.P., Giraud-Carrier C., Fullwood D.T. A step towards intelligent EBSD microscopy: machine-learning prediction of twin activity in MgAZ31 // *Journal of Microscopy*. – 2018. – Vol. 272, №1 – P. 67-78.
190. Li Y.J., Ponge D., Choi P., Raabe D. Segregation of boron at prior austenite grain boundaries in a quenched martensitic steel studied by atom probe tomography // *Scripta Materialia*. - 2015. – Vol. 96 – P. 13–16.
191. Wang F., Strangwood M., Davis C. Grain growth during reheating of HSLA steels with a narrow segregation separation // *Materials Science and Technology*. – 2019. – Vol. 35, №16 – P. 1963-1976.

192. Fairchild D.P., Bangaru N.V., Koo J.Y., Harrison P.L., Ozekcin A. A study concerning intercritical HAZ microstructure and toughness in HSLA steels // *Welding journal*. - 1991. – P. 321-330.
193. Mohseni P., Solberg J.K., Karlsen M., Akselsen O.M., Østby E. Cleavage Fracture Initiation at M–A Constituents in Intercritically Coarse-Grained Heat-Affected Zone of a HSLA Steel // *Metallurgical and Materials Transactions A*. - 2013. – Vol. 45, №1 – P. 384–394.
194. Haugen V.G., Rogne B.R.S., Akselsen O.M., Thaulow C., Østby E. Local mechanical properties of intercritically reheated coarse grained heat affected zone in low alloy steel // *Materials & Design*. - 2014. – Vol. 59 - P. 135–140.

## Приложения



ВЫКСУНСКИЙ  
МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЙ  
ЗАВОД

Акционерное общество  
«Выксунский  
металлургический  
завод»

УТВЕРЖДАЮ:

Директор инженерно-технологического центра  
АО «Выксунский металлургический завод»



к.т.н. П.П. Степанов

АКТ

Апробации и внедрения научных результатов диссертационной работы  
Воркачева К.Г. «Микроструктура низколегированных сталей и особенности их  
разрушения в интервале вязко-хрупкого перехода»

Настоящим подтверждаем, что результаты диссертационной работы Воркачева  
К.Г. являются актуальными и были применены на практике в ходе совместных работ  
ИТЦ АО «ВМЗ» и ИМЕТ РАН по оптимизации микроструктуры с целью повышения  
уровня вязкости толстолистового проката и зоны термического влияния  
низкоуглеродистых низколегированных сталей.

Научный руководитель  
Инженерно-технологического центра  
АО «ВМЗ», д.т.н.

Л.И. Эфрон