

Received: 18.12.2023**Revised:** 08.02.2024**Accepted:** 16.02.2024**DOI:** 10.17804/2410-9908.2024.1.028-044**DETERMINATION OF AUSTENITE GRAIN SIZE IN FERRITIC-MARTENSITIC STAINLESS STEEL BY ORIENTATION MICROSCOPY METHODS**D. D. Satskii^{1, a), *}, S. V. Soloveva^{1, 2, b)}, A. E. Ustinov^{1, 2, c)}, V. Yu. Yarkov^{1, 2, d)},
and M. L. Lobanov^{1, 3, f)}¹Ural Federal University, 19 Mira St., Ekaterinburg, 620002, Russia²Institute of Nuclear Materials, 3 Nevskogo St., Zarechny, Sverdlovsk Reg., 624250, Russia³M. N. Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620108, Russia

- a)  <https://orcid.org/0009-0002-2867-1220>  daniil.sackii@mail.ru;
b)  <https://orcid.org/0009-0000-4362-2158>  ssoloveva00@gmail.com;
c)  <https://orcid.org/0009-0001-0971-0100>  sanya.ustinov@yandex.ru;
d)  <https://orcid.org/0009-0009-9497-1054>  valick99@gmail.com;
f)  <https://orcid.org/0000-0003-4804-7193>  m.l.lobanov@urfu.ru

*Corresponding author. E-mail: daniil.sackii@mail.ru

Address for correspondence: ul. Mira, 19, Ekaterinburg, 620002, Russia

Tel.: +7 (922) 126-7058

The development of chromium stainless steels is caused by the need for creating materials showing an optimal combination of physical, mechanical, and chemical properties when used in aggressive environments. Currently, for the production of industrial tubular articles functioning under load at high temperatures, it is promising to use stainless steels of the ferritic-martensitic and martensitic classes, strengthened by additional alloying. The achievement of a given set of properties in steels and alloys is determined by the homogeneity of the chemical and phase compositions, microstructure and crystallographic texture. The formation of these parameters for heat-treated materials is mainly determined by the characteristics of the grains of austenite formed during heat treatment before quenching. The size and shape of austenite grains determine the morphology and dispersion of the products of $\gamma \rightarrow \alpha'(\alpha)$ phase transformation. Orientation microscopy methods based on backscattered electron diffraction are used to study the restorability of high-temperature austenite grains for samples of a low-carbon high-alloy stainless steel of the ferritic-martensitic class, with ~12 wt% Cr, additionally alloyed with Ni, Mo, W, Nb, and V. After heat treatment, the samples have a ferrite-martensite and ferrite-bainite structure. When restoring austenite grains, we used the orientation relationships (ORs) of Kurdjumov–Sachs (K–S), Nishiyama–Wasserman (N–W), Greninger–Troyan (G–T), and new ORs proposed by V. S. Kraposhin (ORK). The fundamental possibility of restoring pre-existing austenite grains is shown. The restoration is based on the crystallographic features of both ferrite-martensite and ferrite-bainite structures. The most valid results in austenite grain recovery were obtained when OR K–S and ORK were used.

Keywords: chromium stainless steel, heat treatment, $\gamma \rightarrow \alpha$ -transformation, martensite, bainite, orientation microscopy, orientation relationships

Acknowledgment

The research was supported by the Russian Science Foundation, grant No. 23-29-00615, <https://rscf.ru/project/23-29-00615/>.

References

1. Beskorovayniy, N.M., Kalin, B.A., Platonov, P.A., and Chernov, I.I. *Konstruktivnyye materialy yadernykh reaktorov* [Constructional Materials of Nuclear Reactors]. Energoatomizdat. Publ., Moscow, 1995, 704 p. (In Russian).
2. Arzamasov, B.N., Makarova, V.I., Mukhin, G.G., Ryzhov, N.M., and Silaeva, V.I. *Materialovedenie* [Material Science]. Moscow, MGTU im. Bauman Publ., 2005, 648 p. (In Russian).
3. Samoylov, A.G. *Teplovydelyayushchie elementy yadernykh reaktorov* [Fuel Elements of Nuclear Reactors]. Energoatomizdat Publ., Moscow, 1985, 222 p. (In Russian).
4. Golosov, O.A., Kuzina, T.L., and Panchenko, V.L. The effect of high-dose neutron irradiation on the structure, corrosive and electrochemical behavior of the EP-450 ferritic-martensitic steel. In: *Trudy XXIX konferentsii "Radiatsionnaya fizika tverdogo tela"* [Proceedings of the 29th International Conference on Solid-State Radiation Physics]. FGBNU NII PMT Publ., Sevastopol, 2019, 219–233. (In Russian).
5. Molyarov, A.V. *Termicheskaya obrabotka, struktura i zharoprochnost ferritno-martensitnykh staley s 12% khroma* [Heat Treatment, Structure, and High-Temperature Strength of 12% Ferritic-Martensitic Chromium Steels: Cand. Thesis]. Moscow, 2017, 183 p. (In Russian).
6. Serebryakov, A.V., Ladygin, S.A., Maltsev, V.V., Serebryakov, A.V., Parshakov, S.I., and Burkin, S.P. Precision stainless pipes for nuclear power engineering. In: *Trudy VI mezhdunarodnoy molodezhnoy nauchno-prakticheskoy konferentsii "Innovatsionnye tekhnologii v metallurgii i mashinostroenii"* [Proceedings of the 6th International Youth Scientific and Practical Conference on Innovation Technologies in Metallurgy and Mechanical Engineering]. Ural Federal University Publ., Ekaterinburg, 2012, pp. 529–536. (In Russian).
7. Lanskaya, K.A. *Vysokokhromistye zharoprochnye stali* [High-Chromium Heat-Resistant Steels]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1976, 216 p. (In Russian).
8. Berezovskaya, V.V. and Berezovsky, A.V. *Korroziionno-stoykie stali i splavy* [Corrosion-Resistant Steels and Alloys: textbook]. Izd-vo Uralskogo Universiteta Publ., Ekaterinburg, 2019, 244 p. (In Russian).
9. Polekhina, N.A., Litovchenko, I.Yu., Almaeva, K.V., Tyumentsev, A.N., Pinzhin, Yu.P., Chernov, V.M., and Leontyeva–Smirnova, M.V. Comparative investigation of microstructure, mechanical properties and fracture features of heat-resistant ferritic-martensitic steels EK-181, ChS-139 and EP-823 in the temperature range from –196 to 720°C. *VANT, Ser. Termoyadernyi Sintez*, 2018, 41 (4), 2018, pp. 38–47. (In Russian). DOI: 10.21517/0202-3822-2018-41-4-38-47.
10. Liu, M., Zhang, Y., Wang, X., Beausir, B., Zhao, X., Zuo, L., and Esling, C. Crystal defect associated selection of phase transformation orientation relationships (ORs). *Acta Materialia*, 2018, 152, 315–326. DOI: 10.1016/j.actamat.2018.04.031.
11. Maitland, T. and Sitzman, S. Electron backscatter diffraction (EBSD) technique and materials characterization examples. In: W. Zhou and Z.L. Wang, eds. *Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications*, Springer Science, 2007, p. 41–75.
12. Nolze, G., Winkelmann, A., Cios, G., and Tokarski, T. Tetragonality mapping of martensite in a high-carbon steel by EBSD. *Materials Characterization*, 2021, 175, 111040. DOI: 10.1016/j.matchar.2021.111040.
13. Adachi, Y., Ojima, M., Morooka, S., and Tomota, Y. Hierarchical 3D/4D characterization on deformation behavior of austenitic and pearlitic steels. *Materials Science Forum*, 2010, 638–642, 2505–2510. DOI: 10.4028/www.scientific.net/msf.638-642.2505.
14. Gundyrev, V.M., Zeldovich, V.I., and Schastlivtsev, V.M. Crystallographic analysis of the martensitic transformation in medium-carbon steel with packet martensite. *The Physics of Metals and Metallography*, 2016, 117, 1017–1027. DOI: 10.1134/S0031918X16100100.
15. Gundyrev, V.M., Zeldovich, V.I., and Schastlivtsev, V.M. Orientation relationship and the mechanism of martensite transformation in medium-carbon steel with batch martensite. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 2017, 81 (11), 1289–1294. DOI: 10.3103/S1062873817110119.

16. Kraposhin, V., Jakovleva, I., Karkina, L., Nuzhny, G., Zubkova, T., and Talis, A. Microtwinning as a common mechanism for the martensitic and pearlitic transformations. *Journal of Alloys and Compounds*, 2013, 577, S30–S36. DOI: 10.1016/j.jallcom.2011.10.102.
17. Lobanov, M.L., Krasnov, M.L., Urtsev, V.N., Danilov, S.V., and Pastukhov, V.I. Effect of cooling rate on the structure of low-carbon low-alloy steel after thermomechanical controlled processing. *Metal Science and Heat Treatment*, 2019, 61, 32–38. DOI: 10.1007/s11041-019-00373-7.
18. Lobanov, M.L., Khotinov, V.A., Danilov, S.V., Stepanov, S.I., Urtsev, V.N., Urtsev, N.V., and Platov, S.I. Tensile Deformation and fracture behavior of API-5L x70 line pipe steel. *Materials*, 2022, 15 (2), 501. DOI: 10.3390/ma15020501.
19. Lobanov, M.L., Rusakov, G.M., Redikultsev, A.A., Belikov, S. V., Karabanalov, M. S., Struina, E. R., and Gervasyev, A.M. Investigation of special misorientations in lath martensite of low-carbon steel using the method of orientation microscopy. *The Physics of Metals and Metallography*, 2016, 117, 254–259. DOI: 10.1134/S0031918X1603008X.
20. Rusakov, G.M., Lobanov, M.L., Redikultsev, A.A., and Belyaevskikh, A.S. Special misorientations and textural heredity in the commercial alloy Fe–3%Si. *The Physics of Metals and Metallography*, 2014, 115 (8), 775–785. DOI: 10.1134/S0031918X14080134.
21. Hölscher, M., Raabe, D., and Lücke, K. Relationship between rolling textures and shear textures in f.c.c. and b.c.c. metals. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1994, 42 (3), 879–886. DOI: 10.1016/0956-7151(94)90283-6.
22. Gong, W., Tomota, Y., Adachi, Y., Paradowska, A.M., Kelleher, J.F., and Zhang, S.Y. Effects of ausforming temperature on bainite transformation, microstructure and variant selection in nanobainite steel. *Acta Materialia*, 2013, 61 (11), 4142–4154. DOI: 10.1016/j.actamat.2013.03.041.
23. De Diego-Calderón, I., Sabirov, I., Molina–Aldareguia, J.M., Föjer, C., Thiessen, R., and Petrov, R.H. Microstructural design in quenched and partitioned (Q&P) steels to improve their fracture properties. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, 657, 136–146. DOI: 10.1016/j.msea.2016.01.011.
24. Huang, Ch.-Y., Ni, H.-C., and Yen, H.-W. New protocol for orientation reconstruction from martensite to austenite in steels. *Materialia*, 2020, 9, 100554 (1–12). DOI: 10.1016/j.mtla.2019.100554.

Подана в журнал: 18.12.2023

УДК 669-1;548-1

DOI: 10.17804/2410-9908.2024.1.028-044

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗМЕРА ЗЕРНА АУСТЕНИТА ФЕРРИТО-МАРТЕНСИТНОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ МЕТОДАМИ ОРИЕНТАЦИОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Д. Д. Сацкий^{1, а),*}, С. В. Соловьева^{1, 2, б)}, А. Е. Устинов^{1, 2, в)}, В. Ю. Ярков^{1, 2, г)},
М. Л. Лобанов^{1, 3, д)}

¹Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
«Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»,

ул. Мира, 19, г. Екатеринбург, 620002, Россия

²АО «Институт реакторных материалов»,

ул. Невского, 3, г. Заречный, Свердловская обл., 624250, Россия

³Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Институт физики металлов имени М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. Софьи Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, 620108, Россия

^{а)}  <https://orcid.org/0009-0002-2867-1220>  daniil.sackii@mail.ru;

^{б)}  <https://orcid.org/0009-0000-4362-2158>  ssoloveva00@gmail.com;

^{в)}  <https://orcid.org/0009-0001-0971-0100>  sanya.ustinow@yandex.ru;

^{г)}  <https://orcid.org/0009-0009-9497-1054>  valick99@gmail.com;

^{д)}  <https://orcid.org/0000-0003-4804-7193>  m.l.lobanov@urfu.ru

*Ответственный автор. Эл. почта: daniil.sackii@mail.ru

Адрес для переписки: ул. Мира, 19, Екатеринбург, 620002, Россия
Тел.: +7 (922) 126–70–58

Развитие интереса к хромистым нержавеющей сталям вызвано необходимостью создания материалов, демонстрирующих оптимальное сочетание физико-механических и химических свойств при эксплуатации в агрессивных средах. В настоящее время для производства промышленных трубных изделий, эксплуатирующихся под нагрузкой при повышенных температурах, перспективными представляются нержавеющие стали феррито-мартенситного и мартенситного классов, упрочненные за счет дополнительного легирования. Достижение заданного комплекса свойств в сталях и сплавах определяется однородностью химического и фазового составов, микроструктурой и кристаллографической текстурой. Формирование указанных параметров для материалов, прошедших термическую обработку, главным образом определяется характеристиками зерна аустенита, формирующегося при нагреве материала перед закалкой. Размер и форма зерен аустенита определяют морфологию и дисперсность продуктов фазового $\gamma \rightarrow \alpha'$ (α)-превращения. С использованием методов ориентационной микроскопии, основанных на дифракции обратно рассеянных электронов, рассмотрена возможность восстановления высокотемпературного аустенитного зерна для образцов низкоуглеродистой высоколегированной нержавеющей стали феррито-мартенситного класса с ~12 масс. % Cr, дополнительно легированной Ni, Mo, W, Nb, V, характеризующихся после термической обработки феррито-мартенситной и феррито-бейнитной структурой. При восстановлении аустенитного зерна были использованы ориентационные соотношения (ОС) Курдюмова – Закса (К–З), Нишиямы – Вассермана (Н–В), Гренингера – Трояна (Г–Т) и новые ОС, предложенные Крапошиным В. С. (ОСК). Показана принципиальная возможность восстановления ранее существовавшего аустенитного зерна по кристаллографическим особенностям как феррито-мартенситной, так и феррито-бейнитной структуры. Наиболее достоверные результаты при восстановлении зерна аустенита были получены при использовании ОС К–З и ОСК.

Ключевые слова: хромистая нержавеющая сталь, термическая обработка, $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращение, мартенсит, бейнит, ориентационная микроскопия, ориентационные соотношения

1. Введение

Нержавеющие стали являются одним из основных конструкционных материалов, используемых в промышленности, благодаря оптимальному сочетанию физико-механических и химических свойств. Особый интерес вызывает группа хромистых нержавеющих сталей вследствие высокой коррозионной стойкости. Хромистые нержавеющие стали по структуре подразделяются на ферритные, феррито-мартенситные и мартенситные [1, 2].

Нержавеющие стали ферритного класса с 9–12 масс. % Cr обладают оптимальными свойствами по жаропрочности и пластичности в том случае, когда количество феррита, формирующегося в высокотемпературной области (δ -феррит), в структуре не превышает 10–15 %. Феррито-мартенситные стали обладают высоким сопротивлением коррозии как в атмосферных условиях, так и в агрессивных средах за счет определенного количества сравнительно однородных по своему строению зерен феррита. Подобная структура обладает высоким сопротивлением электрохимической коррозии [1, 3–5]. Мартенситные стали используют для деталей и инструментов, подвергающихся воздействию слабоагрессивных сред.

Феррито-мартенситные стали, как правило, содержат менее 0,2 масс. % углерода. С увеличением содержания углерода в материале повышаются прочностные свойства, но уменьшается сопротивление коррозии [4, 6]. Также коррозионная стойкость феррито-мартенситной стали зависит от содержания в ней хрома. Стали с большим содержанием хрома расширяют область их применения в различных средах [7].

Основными структурными составляющими высокохромистых нержавеющих сталей феррито-мартенситного класса являются мартенсит, структурно свободный феррит и упрочняющие карбиды типа $M_{23}C_6$, M_7C_3 , MC, а также интерметаллиды и фазы Лавеса. Структура комплексно-легированных сталей, содержащих около 12 масс. % хрома, должна быть преимущественно мартенситной. Количество феррита, как правило, не должно превышать 10–15 масс. % [6, 8].

В зависимости от содержания в микроструктуре доли δ -феррита и его распределения заметно меняются свойства стали. С увеличением в стали количества δ -феррита ухудшается ее жаропрочность, сопротивление ползучести, уменьшается предел длительной прочности, усиливается склонность материала к разрушению при деформации в области высоких температур. Повышенное содержание δ -феррита в структуре сталей с 9–13 масс. % Cr приводит к снижению сопротивления ползучести, уменьшению предела длительной прочности, при высокой температуре снижаются ее пластические свойства. В то же время стали, в структуре которых наблюдается феррит, обладают хорошей пластичностью, устойчивостью к коррозии и коррозионному растрескиванию под напряжением в области более низких температур. Количество феррита зависит от скорости затвердевания металла и последующей скорости охлаждения в твердом состоянии. Для сохранения жаропрочности в феррито-мартенситных сталях с 12–13 масс. % Cr нежелательно выделение δ -феррита [1].

Основной целью термической обработки высокохромистых феррито-мартенситных сталей является получение структуры, обеспечивающей максимально достижимую для данной стали жаропрочность с сохранением характеристик пластичности на приемлемом уровне. Упрочнение материала происходит в результате последовательных операций термической обработки: закалки из высокотемпературной области для получения мартенситной структуры с последующим высокотемпературным отпуском, приводящим к дисперсионному упрочнению [6, 8].

Важным параметром микроструктуры сталей является размер зерен аустенита, возникающего при нагреве перед закалкой. Максимальный размер мартенситных пластин в микроструктуре стали ограничен размером аустенитных зерен. Величина зерна аустенита слабо

влияет на прочностные и пластические свойства, получаемые при испытании на статическое растяжение и на твердость. При этом рост зерна резко снижает ударную вязкость и повышает порог хладноломкости. Крупнозернистая сталь более склонна к трещинам в результате проведения закалки, к деформации и короблению. Разнозернистость стали снижает конструкционную прочность и вызывает охрупчивание.

Очевидно, что при анализе структуры материала после термической обработки зерен аустенита не наблюдается. Однако они могут быть восстановлены по продуктам распада аустенита при помощи ориентационной микроскопии, основанной на дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD). Анализ, основанный на EBSD, является методом изучения кристаллографической структуры материала с использованием сканирующей электронной микроскопии, который позволяет проводить качественный и количественный анализ микроструктур через получение информации о ее кристаллографических характеристиках. Метод EBSD дает достаточно точные данные о размерах, границах и кристаллографической ориентации зерен, а также о текстуре и фазовом составе материала [10–12].

В работах [12–14] представлены методы восстановления аустенита по кристаллографическим характеристикам мартенситной структуры при помощи EBSD анализа. Возможность восстановления обусловлена кооперативной перестройкой конфигураций атомов при сдвиговых превращениях, где связь между исходной структурой и продуктами превращения прослеживается через ОС. Выполнение ОС приводит к появлению в новой структуре специальных строго определенных разориентаций, по наличию и количеству которых может быть проведено восстановление ориентации зерен родительской фазы [12].

Сдвиговое $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращение в сталях реализуется с выполнением ориентационных соотношений K–3, H–B, G–T или других [15–17]. С точки зрения кристаллографии фазовых превращений важно отметить, что все перечисленные ОС являются близкими, дающими при сдвиговом превращении практически одни и те же кристаллографические ориентации, отличающиеся на несколько градусов по плоскостям и направлениям [17]. Также интересно отметить, что выполнение этих же ОС наблюдается и при реализации диффузионных фазовых превращений [16, 17].

Способом получения аустенитного зерна является оценка разориентации соседних рек мартенсита. Созданы методики, рассчитывающие возможные ориентации аустенитных зерен по зафиксированным границам в мартенситной структуре. Большинство методов получения исходного зерна аустенита основываются на постепенном «восстановлении» аустенитных зерен через оценку угла разориентации между прилегающими структурными составляющими. Точность методов ограничивается количеством анализируемых элементов (пикселей) и временем вычислений [17].

Цель настоящей работы – апробация методики восстановления аустенитного зерна хромистой нержавеющей стали с использованием ориентационной микроскопии по кристаллографическим особенностям феррито-мартенситной и феррито-бейнитной микроструктуры.

2. Материал и методика

В качестве материалов для исследований использовались образцы низкоуглеродистой высоколегированной нержавеющей стали феррито-мартенситного класса с ~12 масс. % Cr, дополнительно легированной Ni, Mo, W, Nb, V. Образцы для исследования изготавливались из промышленного трубного изделия.

Образцы исследовались после двух различных термических обработок. Их нагревали до температуры 1000 °С, выдерживали около 5 минут и охлаждали со скоростью ~500 °С/с (закалка в воду) и 0,005 °С/с (охлаждение в печи). При охлаждении в печи произошло существенное обезуглероживание стали.

Электронно-микроскопическое исследование структуры проводилось на растровом микроскопе Tescan Mira3 с автоэмиссионным катодом при ускоряющем напряжении 20 кВ.

Состояние поверхности исследовалось с использованием детектора отраженных электронов (BSE). Контраст на изображениях, полученных в режиме отраженных электронов, несет информацию об элементном составе, поскольку является чувствительным к среднему атомному номеру: более светлые области соответствуют более высокому среднему атомному номеру. Дополнительно на изображениях проявляется кристаллографический контраст, возникающий вследствие существования зависимости отражающей способности от ориентации кристаллической решетки.

Для определения ориентации отдельных зерен (кристаллитов) и анализа локальной текстуры использовалась приставка EBSD HKL Inca с системой анализа Oxford Instruments. Исследуемые области имели размеры около 1000×1000 мкм. Шаг сканирования – 0,1 мкм. Погрешность определения ориентации кристаллической решетки – не более $\pm 1^\circ$ (в среднем $\pm 0,6^\circ$).

Для восстановления исходного аустенитного зерна использовалось программное обеспечение AztecCrystals. С учетом выполнения ОС с двумя соседними зернами (правило отбора) восстановление проводилось с использованием ОС К–З: $(111)\gamma \parallel (011)\alpha$, $[1-10]\gamma \parallel [1-11]\alpha$; ОС Н–В: $(111)\gamma \parallel (011)\alpha$, $[2,-1,-1]\gamma \parallel [0,-1,1]\alpha$; ОС Г–Т: $(111)\gamma \parallel (011)\alpha$, $[-12,-5,17]\gamma \parallel [-7,-17,17]\alpha$; ОС из работы [17]: $(112)\gamma \parallel (113)\alpha$; $[11-1]\gamma \parallel [1-10]\alpha$. Для того чтобы двойное ОС могло выполняться на большинстве обычных границ, соотношение на одной стороне границы зерна могло отклоняться на величину до 10° от точного соотношения.

Методом ориентационной микроскопии определялись средний размер кристаллита (D_{cp}) – диаметр окружности, эквивалентной средней площади кристаллитов, максимальный размер кристаллита (D_{max}). В качестве кристаллита принимался объект, ограниченный со всех сторон границами с углами разориентации не менее 8° ; анализ проводился по всем кристаллитам, за исключением кристаллитов с размером менее 1 мкм.

Для анализа локальных текстурных состояний использовались ориентационные карты, расшифровка которых производилась в соответствии со стандартным стереографическим треугольником с цветовой дифференциацией кристаллографических направлений. Исследование текстуры в пределах, анализируемых при одной съемке области, проводилось с использованием построения прямых полюсных фигур (ППФ).

3. Результаты и обсуждение

Микроструктура образцов, выявленная металлографически с использованием сканирующей электронной микроскопии, представляла собой в исходном состоянии мартенсит с небольшим количеством δ -феррита и крупных карбидов Nb (рис. 1 а, б). После охлаждения в воде структура представляла собой совокупность полей δ -феррита и мартенсита (рис. 1 в). При охлаждении в печи за счет развития процессов обезуглероживания микроструктура состояла из разноразмерных сравнительно равноосных ферритных (бейнитных) зерен (рис. 1 г). Следует отметить, что термическая обработка практически не затронула карбидную фазу.

Ориентационная микроскопия (EBSD) (рис. 2, 3) выявила достаточно выраженную кристаллографическую текстуру стали после термической обработки, состоящую из нескольких рассеянных, но при этом выраженных компонентов. В случае закалки в воду основным компонентом текстуры являлся $\{110\}\langle 111 \rangle$ (рис. 2 е), в случае охлаждения в печи – $\{110\}\langle 110 \rangle$ (рис. 3 е). Это совпадает с текстурой термической обработки трубных сталей, приведенной в работах [18, 19].

В образце, закаленном в воду (скорость охлаждения ~ 500 °C/c), наблюдалась характерная для мартенсита пакетная структура, состоящая из чередующихся пластин толщиной от 0,5 до 2 мкм, длиной до 20 мкм (рис. 3 а–в). В пределах одного мартенситного пакета наблюдались 2–3 кристаллографические ориентации кристаллитов.

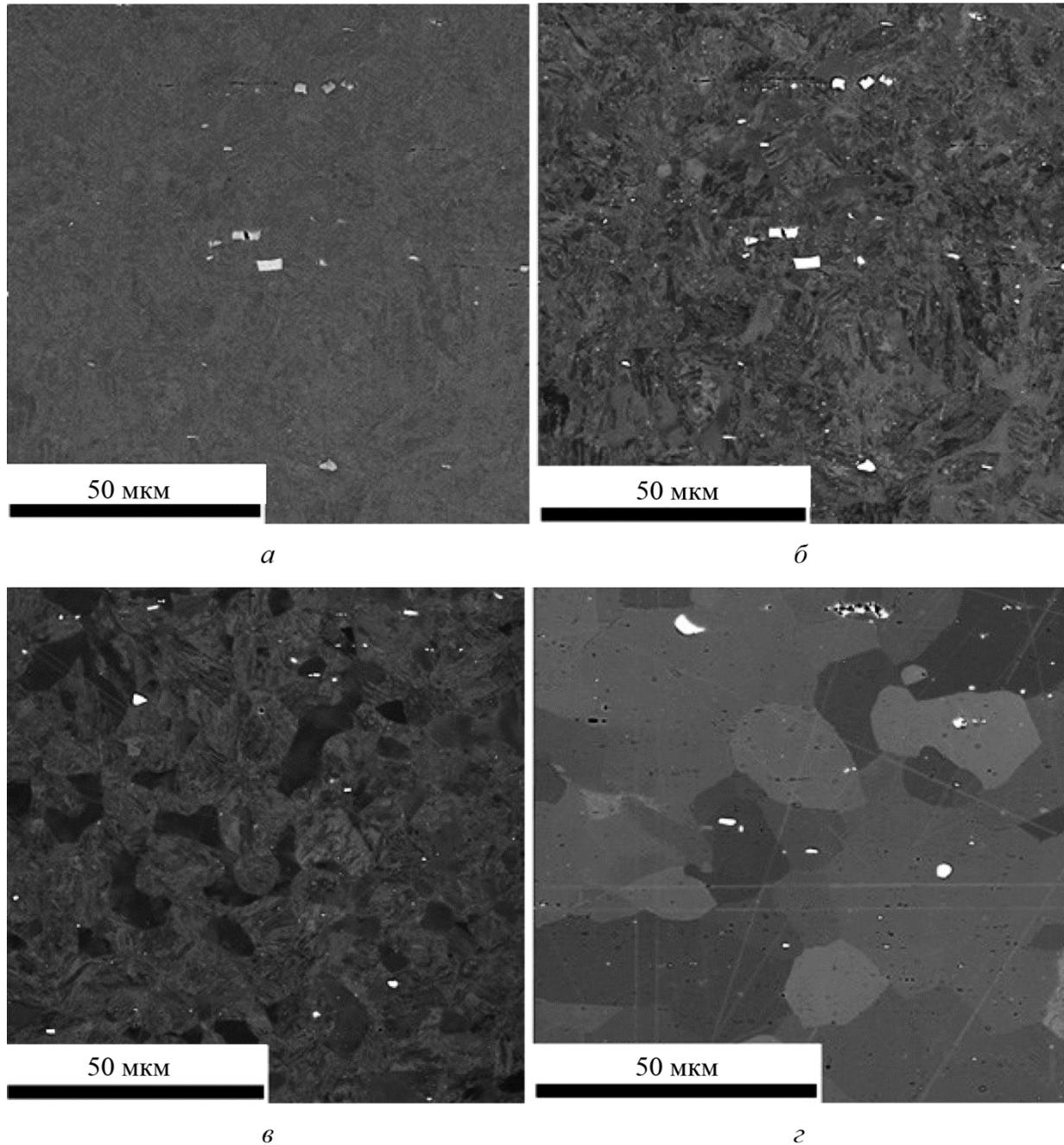


Рис. 1 Микроструктура ферритно-мартенситной стали после различных скоростей охлаждения: во вторичных электронах (а); в обратно-рассеянных электронах (б, в, з); исходное состояние (а, б); 500 °С/с (в); 0,005 °С/с (з)

В случае охлаждения образцов со скоростью 500 °С/с спектры межкристаллитных границ в точности соответствовали мартенситной структуре (рис. 2 з, д) [18, 20]. Все высокоугловые границы сосредоточены в углах разориентации от 49 до 60° (рис. 2 з). В спектре специальных границ фиксировались исключительно РСУ-границы: $\Sigma 3$, $\Sigma 11$, $\Sigma 25b$, $\Sigma 33c$, $\Sigma 41c$. В работе [20] показано, что появление данного спектра является результатом сдвигового фазового превращения.

При скорости охлаждения 0,05 °С/с, приведшей к формированию существенно более равновесной структуры, наблюдалось появление сравнительно небольшого количества высокоугловых границ с углами разориентации от 15 до 45° (рис. 3 з). В спектре РСУ-границ дополнительно к выше перечисленным (наиболее выраженным) наблюдается появление сла-

рых пиков специальных границ $\Sigma 7$, $\Sigma 9$, $\Sigma 13b$, $\Sigma 19a$, $\Sigma 31b$, $\Sigma 33a$, $\Sigma 41a$, $\Sigma 45c$ и др. (рис. 3 δ). Согласно анализу, проведенному в работе [22], возникновение большей части из них связано с реализацией релаксационных процессов (полигонизации и первичной рекристаллизации) в ОЦК-решетке.

Кристаллографические текстуры образцов, охлажденных с существенно различными скоростями и имеющих, соответственно, различные микроструктуры, оказались близкими (рис. 2 e и 3 e). Важно подчеркнуть, что данная текстура после двойной фазовой перекристаллизации ($\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha'(\alpha)$) достаточно хорошо сохраняется.

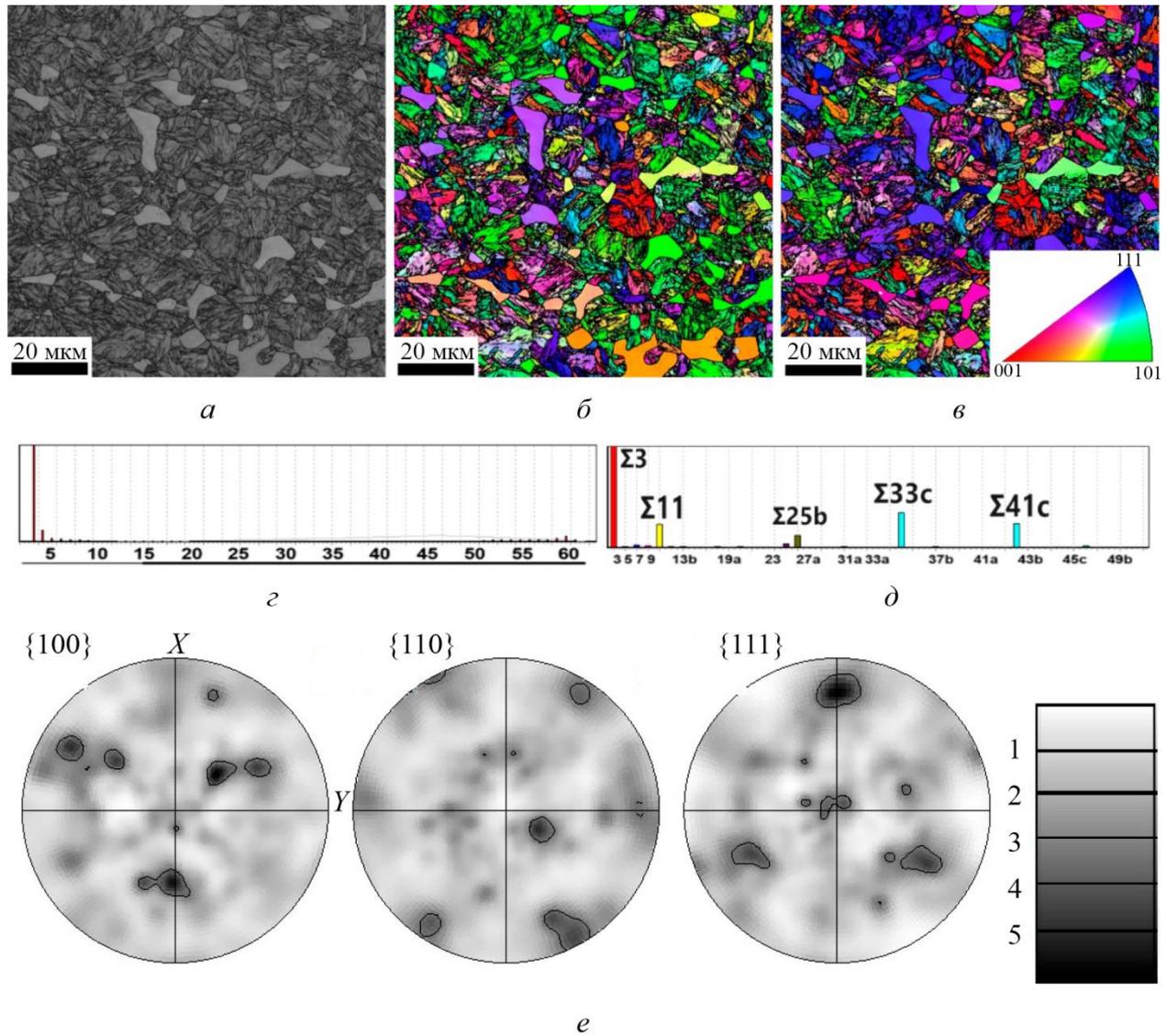


Рис. 2. Микроструктура и текстура, полученные с использованием EBSD после охлаждения из аустенитной области со скоростью 500 °C/c (a , b , c); ориентационный контраст с X (b); c – ориентационный контраст с Y (c); d – распределение границ по углам разориентации (d); спектр PCY-границ (d); ППФ (e)

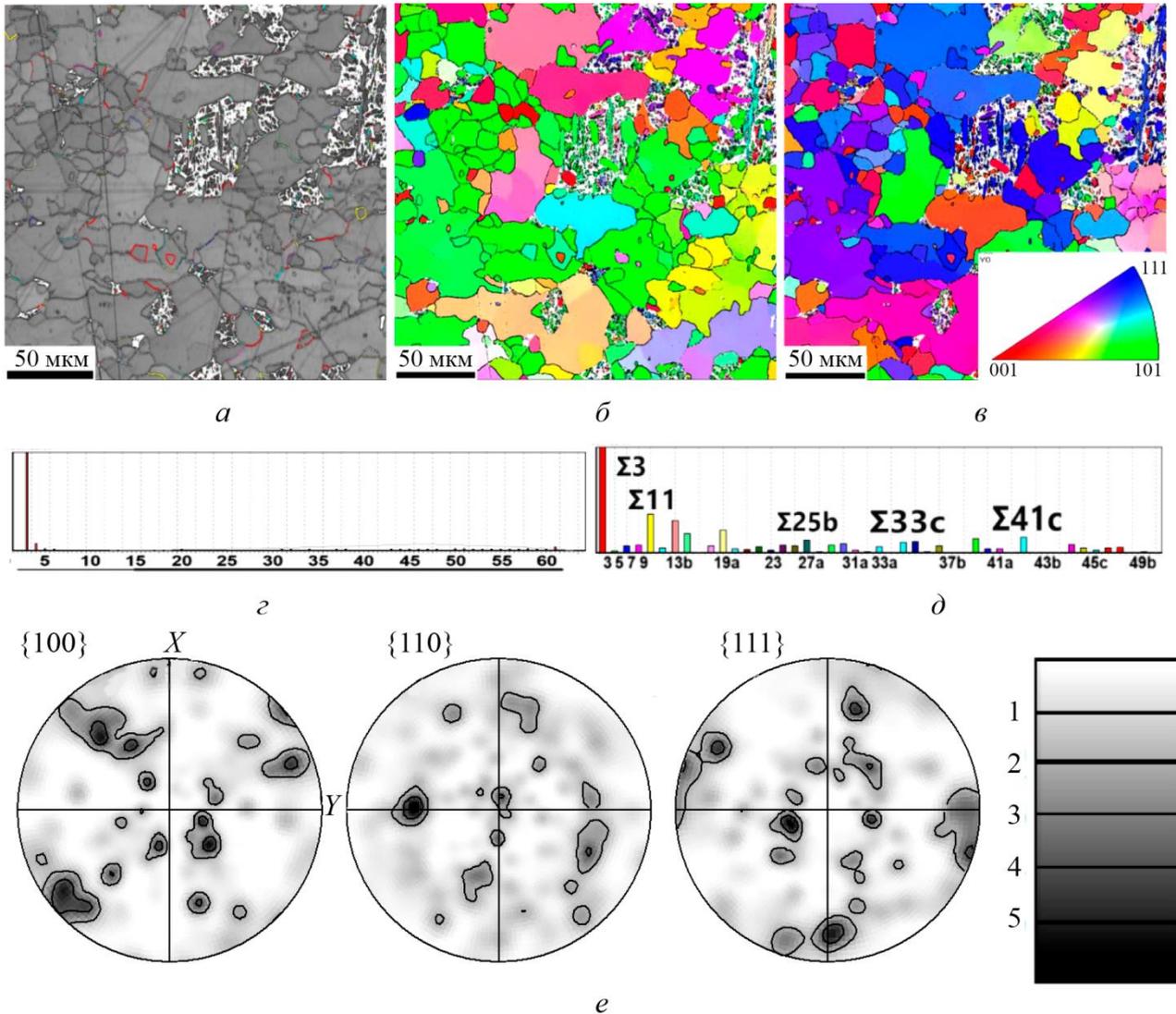


Рис. 3. Микроструктура и текстура, полученные с использованием EBSD после охлаждения из аустенитной области со скоростью 0,005 °C/c (а, б, в); ориентационный контраст с X (б); ориентационный контраст с Y (в); распределение границ по углам разориентации (г); спектр PCY-границ (д); ППФ (е)

Существенная схожесть спектров межкристаллитных границ в мартенсите и бейните (рис. 2 г, д и 3 г, д), в которых преобладают границы, формирующиеся при сдвиговом фазовом превращении, предполагает возможность восстановления методами ориентационной микроскопии исходного аустенитного зерна на основе кристаллографических особенностей микроструктуры бейнита. Результаты восстановления зерен аустенита по мартенситным и бейнитным структурам с использованием ОС К–3, Н–В, Г–Т и ОСК приведены на рис. 4 и 5 соответственно. Также на рис. 6 и 7 в виде ППФ приведены кристаллографические текстуры восстановленного аустенита и оставшегося после восстановления мартенсита (бейнита). Данные по размерам восстановленных аустенитных зерен обобщены в таблице.

Восстановление аустенитной структуры на основе кристаллографических особенностей разориентации кристаллитов мартенсита (рис. 4, таблица) с учетом различных ОС показало достаточно близкие результаты как по морфологии, так и по размерам зерен. Следует отметить, что наилучший результат восстановления достигнут при использовании ОС К–3 и ОСК ($V_{\alpha_H} = 0,2\%$).

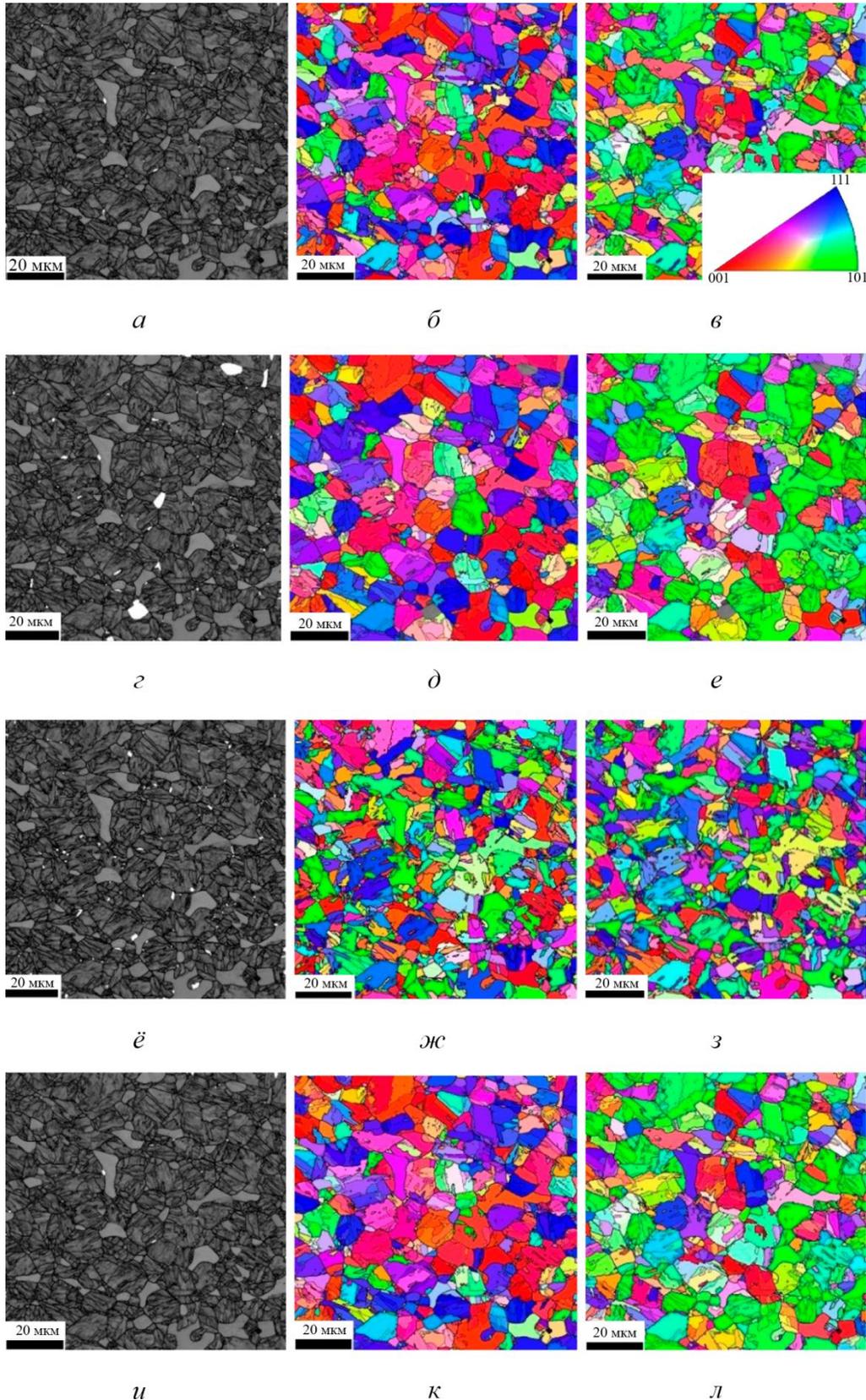


Рис. 4. Исходная и восстановленная микроструктура после охлаждения из аустенитной области со скоростью 500 °C/с в виде ориентационных карт (EBSD): в обратно рассеянных электронах (*a, z, e, u*); ориентационный контраст с *X* (*b, d, ж, к*); ориентационный контраст с *Y* (*v, e, з, л*); по ОС *K–3* (*a, б, в*); по ОС *H–B* (*z, д, e*); по ОС *Г–Т* (*ё, ж, з*); по ОСК (*и, к, л*)

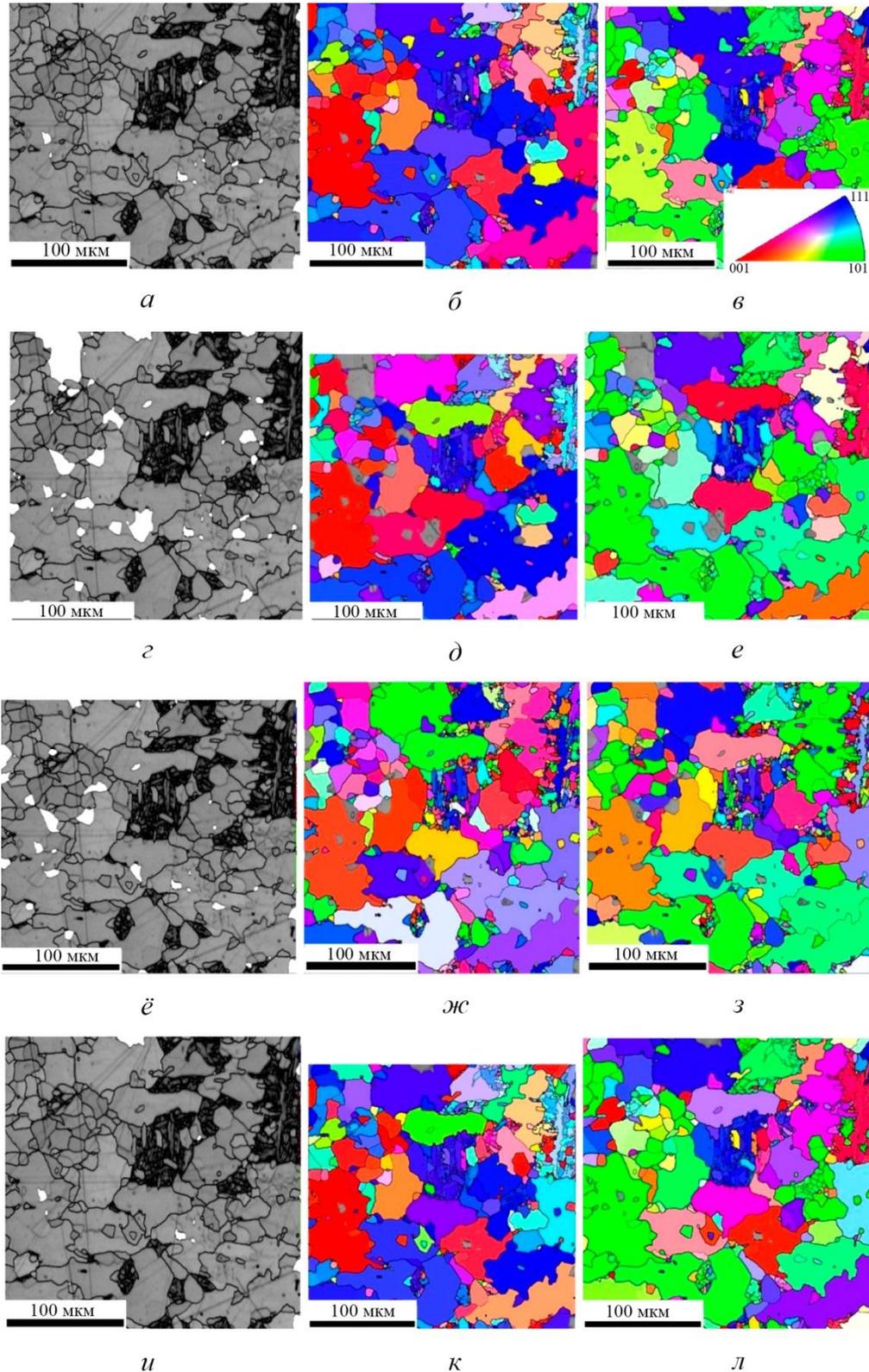


Рис. 5. Исходная и восстановленная микроструктура после охлаждения из аустенитной области со скоростью 0,005 °/с в виде ориентационных карт (EBSD): в обратно рассеянных электронах (*a, z, e, u*); ориентационный контраст с *X* (*b, d, zh, k*); ориентационный контраст с *Y* (*v, e, z, l*); по ОС *K-3* (*a, b, v*); по ОС *H-B* (*z, d, e*); по ОС *Г-T* (*e, zh, z*); по ОСК (*u, k, l*)

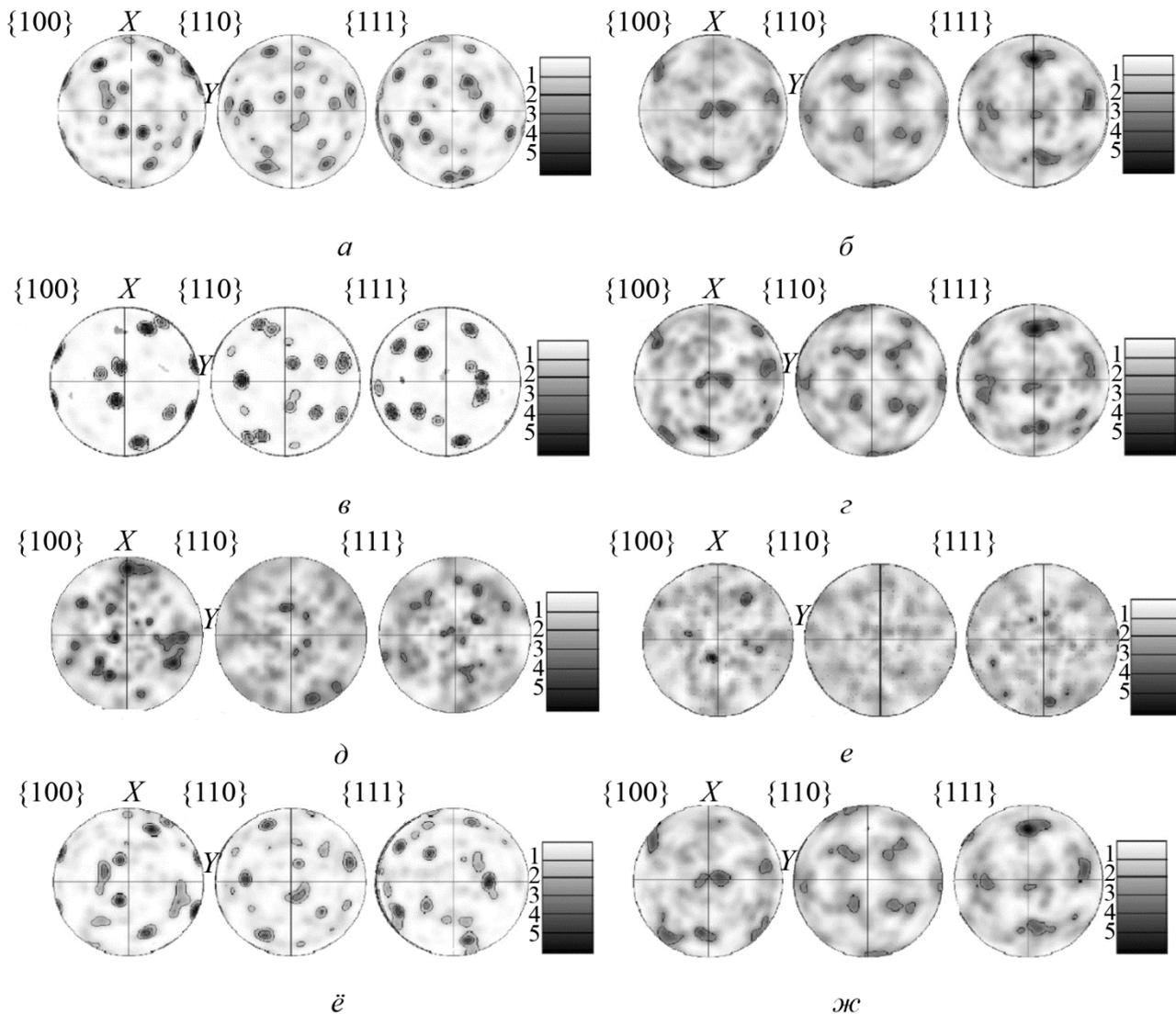


Рис. 6. Текстура образцов в виде ППФ после охлаждения со скоростью 500 °C/с: невосстановленный мартенсит (*а, в, д, ё*); восстановленный аустенит (*б, з, е, ж*); по ОС К–3 (*а, б*); по ОС Н–В (*в, з*); по ОС Г–Т (*д, е*); по ОСК (*ё, ж*)

Результаты восстановления аустенитной структуры на основе кристаллографических особенностей разориентации кристаллитов феррита (бейнита) (рис. 5, таблица) с учетом различных ОС практически совпадает с результатами обработки мартенситной структуры. При этом средние характеристики зеренной структуры аустенита для различных ОС показывают лучшую сходимость и в пределах ошибок соответствуют характеристикам γ -фазы, восстановленной по α' -фазе. Наихудший результат восстановления аустенитного зерна, как и в предыдущем случае, зафиксирован при использовании ОС Н–В: ~7 % феррита (бейнита) оказывается невосстановленным.

Текстура восстановленного аустенита с использованием различных ОС при анализе как мартенситной, так и ферритной (бейнитной) структуры практически является одной и той же (рис. 6, 7), состоящей из ориентировок прокатанного металла с ГЦК-решеткой: $\{112\}\langle 111\rangle$, $\{110\}\langle 111\rangle$, $\{110\}\langle 112\rangle$, $\{110\}\langle 001\rangle$ [22]. Очевидно, что данная текстура формируется при горячей деформации в процессе изготовления бесшовных труб и затем преобразуется при $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращении в текстуру феррита (бейнита) или мартенсита [23, 24].

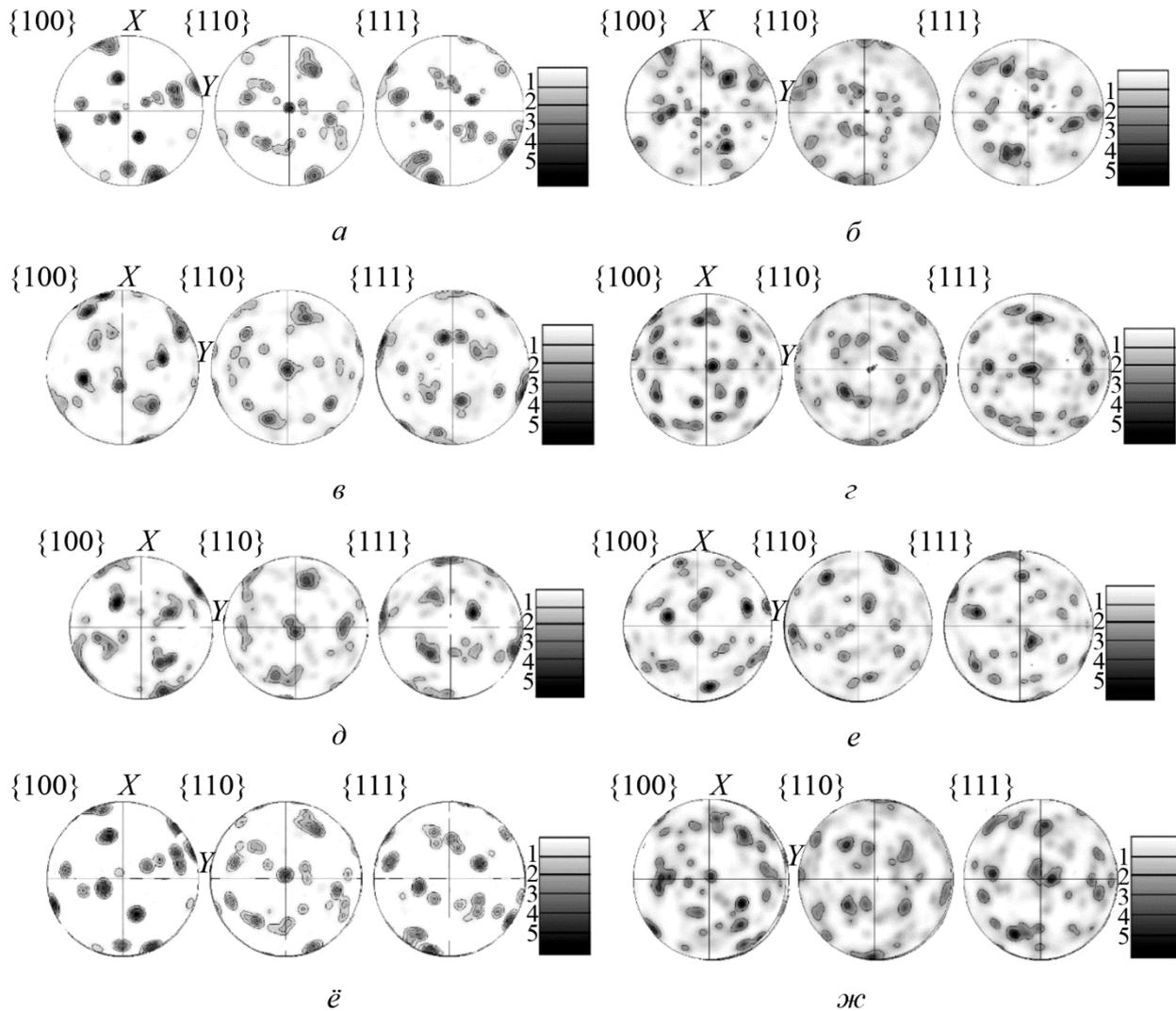


Рис. 7. Текстура образцов в виде ППФ после охлаждения со скоростью 0,005 °C/с: невосстановленный мартенсит (а, в, д, ё); восстановленный аустенит (б, г, е, ж); по ОС К–З (а, б); по ОС Н–В (в, г); по ОС Г–Т (д, е); по ОСК (ё, ж)

Важно отметить, что практическое соответствие всех восстановленных текстур аустенита (рис. 6, 7) зачастую наблюдается при существенном несовпадении кристаллографических ориентаций отдельных восстановленных зерен γ -фазы с использованием различных ОС (рис. 4 б, г, е, ж; 5 б, г, е, ж). По-видимому, это объясняется заложенной в процедуре восстановления неточностью [25], связанной с обязательным присутствием в $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращении процесса двойникования [14–16], предполагающего два равноправных варианта перестройки кристаллической решетки и, соответственно, два равноправных варианта восстановления.

Таким образом, возможно применять методики ориентационной микроскопии для восстановления зерен аустенита в низкоуглеродистой стали на основе кристаллографических особенностей бейнитной (феррито-бейнитной) структуры с использованием любых ОС (К–З, Н–В, Г–Т, ОСК). При этом максимальной достоверностью будет обладать структура, восстановленная с использованием ОС К–З. Последнее, по-видимому, связано с тем, что сдвиговое $\gamma \rightarrow \alpha'$ (α)-превращение реализуется в анализируемой стали с выполнением ОС, наиболее близких к ОС К–З и ОСК.

Таблица

Характеристики структуры α' (α)-фазы и γ -фазы (восстановленной) после термообработки с различными скоростями охлаждения

Структура	ОС	* V_{α_n} , %	Характеристики зерен		
			D_{cp} , мкм	D_{max} , мкм	** N
α' (мартенсит)	–	–	1,9±1,0	14,8	1853
	К–З	0,2	2,6±1,2	20,1	807
	Н–В	1,5	3,3±1,1	22,9	496
	Г–Т	0,9	1,6±1,3	20,4	1840
	ОСК	0,2	3,0±1,1	22,8	611
α (бейнит)	–	–	8,2±0,9	72,6	471
	К–З	0,8	8,9±1,4	102,4	322
	Н–В	6,6	9,5±1,4	74,1	276
	Г–Т	2,5	6,2±1,5	95,3	627
	ОСК	0,7	9,6±1,4	86,4	295

*объемная доля невосстановленного аустенита; **количество зерен, по которым проводился анализ

4. Заключение

Показана применимость методики восстановления аустенитного зерна низкоуглеродистой высоколегированной нержавеющей стали феррито-мартенситного класса, формирующегося в процессе нагрева перед закалкой, с использованием ориентационной микроскопии на основе кристаллографических особенностей как феррито-мартенситной, так и феррито-бейнитной структуры.

Наиболее достоверные результаты при восстановлении зерна аустенита были получены при использовании ориентационных соотношений Курдюмова – Закса и ориентационных соотношений, предложенных Крапошиным В. С.: $(112)\gamma \parallel (113)\alpha$; $[11-1]\gamma \parallel [1-10]\alpha$.

Финансирование

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 23-29-00615, <https://rscf.ru/project/23-29-00615/>.

Литература

1. Конструкционные материалы ядерных реакторов / Н. М. Бескоровайный, Б. А. Калинин, П. А. Платонов, И. И. Чернов // Москва : Энергоатомиздат, 1995. – 704 с.
2. Материаловедение / Б. Н. Арзамасов, В. И. Макарова, Г. Г. Мухин, Н. М. Рыжов, В. И. Силаева // Москва : МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2005. – 648 с.
3. Самойлов А. Г. Тепловыделяющие элементы ядерных реакторов. – Москва : Энергоатомиздат, 1985. – 400 с.
4. Голосов О. А., Кузина Т. Л., Панченко В. Л. Влияние высокодозного нейтронного облучения на структуру, коррозионные и электрохимические свойства ферритно-мартенситной стали ЭП–450 // XXIX международная конференция «Радиационная физика твёрдого тела» : труды. – Севастополь : Издательство ФГБНУ «НИИ ПМТ», 2019. – С. 219–233.
5. Моляров А. В. Термическая обработка, структура и жаропрочность ферритно-мартенситных сталей с 12 % хрома : дис. ... канд. техн. наук. : 05.16.01. – Москва, 2018. – 183 с.

6. Прецизионные нержавеющие трубы для атомной энергетики / А. В. Серебряков, С. А. Ладыгин, В. В. Мальцев, А. В. Серебряков, С. И. Паршаков, С. П. Буркин // 6-ая международная молодежная научно-практическая конференция «Инновационные технологии в металлургии и машиностроении», Екатеринбург, 29 октября–02 ноября 2012 г. : труды. – Екатеринбург : Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина, 2013. – С. 529–536.
7. Ланская К. А. Высокохромистые жаропрочные стали. – Москва : Металлургия, 1976. – 216 с.
8. Березовская В. В., Березовский А. В. Коррозионностойкие стали и сплавы : учеб. пособие. – Екатеринбург : Издательство Уральского университета, 2019. – 244 с.
9. Сравнительное исследование микроструктуры, механических свойств и особенностей разрушения жаропрочных ферритно-мартенситных сталей ЭК–181, ЧС–139 и ЭП–823 в интервале температуры от –196 до 720 °С / Н. А. Полехина, И. Ю. Литовченко, К. В. Алмаева, А. Н. Тюменцев, Ю. П. Пинжин, В. М. Чернов, М. В. Леонтьева–Смирнова // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Термоядерный синтез. – 2018. – Т. 41, № 4. – С. 38–47. – DOI: 10.21517/0202-3822-2018-41-4-38-47.
10. Crystal defect associated selection of phase transformation orientation relationships (ORs) / M. Liu, Y. Zhang, X. Wang, B. Beausir, X. Zhao, L. Zuo, C. Esling. // Acta Materialia. – 2018. – Vol. 152. – P. 315–326. – DOI: 10.1016/j.actamat.2018.04.031.
11. Maitland T., Sitzman S. Electron backscatter diffraction (EBSD) technique and materials characterization examples // Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications / ed. by W. Zhou, Z. L. Wang. – Springer Science, 2007. – P. 41–75.
12. Tetragonality mapping of martensite in a high-carbon steel by EBSD / G. Nolze, A. Winkelmann, G. Cios, T. Tokarski // Materials Characterization. – 2021. – Vol. 175. – 111040. – DOI: 10.1016/j.matchar.2021.111040.
13. Hierarchical 3D/4D characterization on deformation behavior of austenitic and pearlitic steels / Y. Adachi, M. Ojima, S. Morooka, Y. Tomota // Materials Science Forum. – 2010. – Vols. 638–642. – P. 2505–2510. – DOI: 10.4028/www.scientific.net/msf.638-642.2505.
14. Gundyrev V. M., Zeldovich V. I., Schastlivtsev V. M. Crystallographic analysis of the martensitic transformation in medium-carbon steel with packet martensite // The Physics of Metals and Metallography. – 2016. – Vol. 117. – P. 1017–1027. – DOI: 10.1134/S0031918X16100100.
15. Gundyrev V. M., Zeldovich V. I., Schastlivtsev V. M. Orientation relationship and the mechanism of martensite transformation in medium-carbon steel with batch martensite // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. – 2017. – Vol. 81 (11). – P. 1289–1294. – DOI: 10.3103/S1062873817110119.
16. Microtwinning as a common mechanism for the martensitic and pearlitic transformations / V. Kraposhin, I. Jakovleva, L. Karkina, G. Nuzhny, T. Zubkova, A. Talis // Journal of Alloys and Compounds. – 2013. – Vol. 577. – S30–S36. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2011.10.102.
17. Effect of cooling rate on the structure of low-carbon low-alloy steel after thermomechanical controlled processing / M. L. Lobanov, M. L. Krasnov, V. N. Urtsev, S. V. Danilov, V. I. Pastukhov // Metal Science and Heat Treatment. – 2019. – Vol. 61. – P. 32–38. – DOI: 10.1007/s11041-019-00373-7.
18. Tensile deformation and fracture behavior of API-5L X70 line pipe steel / M. L. Lobanov, V. A. Khotinov, S. V. Danilov, S. I., Stepanov V. N. Urtsev, N. V. Urtsev, S. I. Platov // Materials. – 2022. – Vol. 15 (2). – P. 501. – DOI: 10.3390/ma15020501.
19. Investigation of special misorientations in lath martensite of low-carbon steel using the method of orientation microscopy / M. L. Lobanov, G. M. Rusakov, A. A. Redikultsev, S. V. Belikov, M. S. Karabanalov, E. R. Struina, A. M. Gervasyev // The Physics of Metals and Metallography. – 2016. – Vol. 117. – P. 254–259. – DOI: 10.1134/S0031918X1603008X.

20. Special misorientations and textural heredity in the commercial alloy Fe–3%Si / G. M. Rusakov, M. L. Lobanov, A. A. Redikultsev, A. S. Belyaevskikh // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2014. – Vol. 115 (8). – P. 775–785. – DOI: 10.1134/S0031918X14080134.
21. Hölscher M., Raabe D., Lücke K. Relationship between rolling textures and shear textures in f.c.c. and b.c.c. metals // *Acta Metallurgica et Materialia*. – 1994. – Vol. 42 (3). – P. 879–886. – DOI: 10.1016/0956-7151(94)90283-6.
22. Effects of ausforming temperature on bainite transformation, microstructure and variant selection in nanobainite steel / W. Gong, Y. Tomota, Y. Adachi, A. M. Paradowska, J. F. Kelleher, S. Y. Zhang // *Acta Materialia*. – 2013. – Vol. 61 (11). – P. 4142–4154. – DOI: 10.1016/j.actamat.2013.03.041.
23. Microstructural design in quenched and partitioned (Q&P) steels to improve their fracture properties / I. de Diego–Calderón, I. Sabirov, J. M. Molina–Aldareguia, C. Föjler, R. Thiessen, R. H. Petrov // *Materials Science and Engineering: A*. – 2016. – Vol. 657. – P. 136–146. – DOI: 10.1016/j.msea.2016.01.011.
24. Huang Ch.-Y., Ni H.-C., Yen H.-W. New protocol for orientation reconstruction from martensite to austenite in steels // *Materialia*. – 2020. – Vol. 9. – P. 100554 (1–12). – DOI: 10.1016/j.mtla.2019.100554.