

Krzysztof RADWAŃSKI, Roman KUZIĄK, Władysław ZALECKI,  
Andrzej WROŻYNA, Ryszard MOLENDĄ, Jarosław OPARA

Instytut Metalurgii Żelaza

## ZASTOSOWANIE METOD FEG SEM I EBSD DO BADAŃ STRUKTURY STALI AHSS NA RÓŻNYCH ETAPACH PROCESU CIĄGŁEGO WYŻARZANIA

Celem pracy było wykorzystanie metod FEG SEM i EBSD w celu określenia wpływu parametrów procesu ciągłego wyżarzania na zmiany struktury taśm w stanie po walcowaniu na zimno. Obróbkę cieplną wykonano w zakresie temperatur 600÷820°C. W tym celu przeprowadzono również symulacje fizyczne cykli cieplnych ciągłego wyżarzania na próbkach taśm, które poddano następnie badaniom właściwości mechanicznych w statycznej próbie rozciągania. Badania struktury wykonano za pomocą elektronowego mikroskopu skaningowego FEG SEM z szerokim zastosowaniem metody EBSD. Scharakteryzowano możliwości badawcze metody EBSD oraz zastosowano je w badaniach procesów zdrowienia i rekrytalizacji statycznej oraz struktur powstałych po przemianach fazowych w oparciu o analizę parametrów takich jak: Kernel Average Misorientation (KAM), Grain Average Misorientation (GAM), Image Quality (IQ) i kąty dezorientacji.

W wyniku przeprowadzonych badań stwierdzono, że w zakresie temperatur 600÷720°C zachodzą procesy zdrowienia i rekrytalizacji statycznej taśm, które ulegają przyspieszeniu ze wzrostem temperatury. Procesy te zachodzą odmiennie w obszarach, w których po walcowaniu na zimno występował ferryt i perlit. W przypadku perlitu procesowi powstawania nowych ziarn towarzyszy dyfuzja węgla i koagulacja cząstek cementytu na granicach ziarn. Począwszy od temperatury 730°C w strukturze obserwuje się martenzyt oraz bainit, których udział powierzchniowy rośnie wraz ze zwiększaniem temperatury wyżarzania. Po przeprowadzonych cyklach obróbki cieplnej taśmy charakteryzują się następującymi właściwościami mechanicznymi:  $R_{p0.2} = 300\div450$  MPa,  $R_m = 630\div720$  MPa,  $A_{50} = 11\div17\%$ .

*Słowa kluczowe:* stal DP, obróbka cieplna, wyżarzanie, FEG SEM, EBSD

## APPLICATION OF FEG-SEM AND EBSD METHODS IN EXAMINATIONS OF AHSS STEEL STRUCTURE AT VARIOUS STAGES OF CONTINUOUS ANNEALING PROCESS

The study was aimed at use of FEG SEM and EBSD methods in order to determine the impact of continuous annealing process parameters on changes in strips structure following cold rolling. Heat treatment was conducted in the temperature range 600÷820°C. Moreover, for this purpose, physical simulations were conducted of continuous annealing thermal cycles on samples of strips which, subsequently were subject to static tensile test. Examinations of the structure were conducted by means of scanning electron microscope FEG SEM with broad application of EBSD method. Research capacities of EBSD method were characterized and applied in examinations of recovery and static recrystallization as well as structures formed as a result of phase transitions based on analysis of parameters such as: Kernel Average Misorientation (KAM), Grain Average Misorientation (GAM), Image Quality (IQ) and misorientation angles.

As a result of the conducted examinations, it was found that in the temperature range 600÷720°C recovery and static recrystallization of strips occur, which are accelerated along with increase in temperature. These processes differ in the areas with presence of ferrite and pearlite following cold rolling. In case of pearlite, the process of new grain formation is accompanied by carbon diffusion and coagulation of cementite particles on grain boundaries. Starting from the temperature of 730°C, martensite and bainite are observed in the structure, the surface share of which increases along with increase in the temperature of annealing. Following the conducted cycles of heat treatment, the strips are characterized with the following mechanical properties:  $R_{p0.2} = 300\div450$  MPa,  $R_m = 630\div720$  MPa,  $A_{50} = 11\div17\%$ .

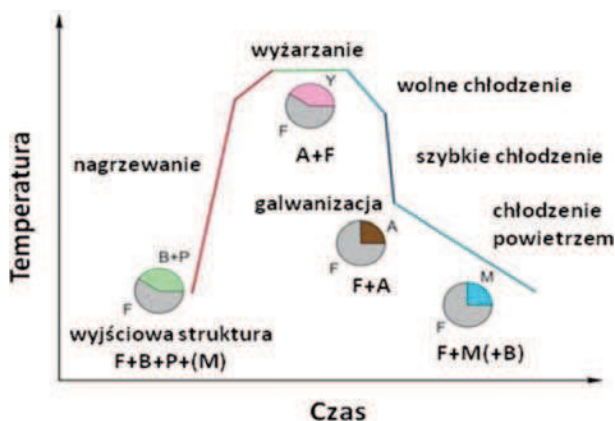
*Key words:* DP steel, heat treatment, annealing, FEG-SEM, EBSD

### 1. WPROWADZENIE

Stale typu Dual-Phase (DP) należą do grupy stali AHSS stosowanych głównie w przemyśle motoryzacyjnym. Blachy ze stali DP charakteryzują się wytrzymałością na rozciąganie w zakresie 400÷1200 MPa, przy dobrej plastyczności technologicznej. Właściwości

te wynikają ze struktury, która złożona jest z ferrytu (70÷90%) i wysp martenzytu (10÷30%) [1]. Na właściwości mechaniczne silnie wpływa również: skład chemiczny, rozkład martenzytu czy wielkość ziarna składników struktury [2-4]. Nowoczesne metody wytwarzania tych blach dla przemysłu samochodowego są związane głównie z technologią ciągłego wyżarza-

nia. Blachy w stanie zimnowalcowanym najczęściej o strukturze ferrytyczno-perlitycznej są nagrzewane jedno- lub dwustopniowo do temperatury w zakresie dwufazowym ( $\alpha+\gamma$ ) i wytrzymane w tej temperaturze, co nazywane jest wyżarzaniem międzykrytycznym, po czym następuje regulowane chłodzenie umożliwiające przemianę austenitu w martenzyt [5, 6]. Na ogół, blachy poddane są również procesowi galwanizacji. Przykładowy cykl cieplny w procesie ciągłego wyżarzania blach oraz zmiany zachodzące w ich strukturze przedstawiono na rysunku 1.



Rys. 1. Schemat przemian fazowych podczas procesu ciągłego wyżarzania blach ze stali DP

Fig. 1 Diagram of phase transitions during continuous annealing of DP steel sheets

Alternatywnie, końcowe właściwości mechaniczne taśm DP mogą być również uzyskiwane w wyniku wyżarzania ich w zakresie jednofazowym ( $\gamma$ ), po którym następuje regulowane chłodzenie.

W ramach pracy, na próbkach ze stali DP, przeprowadzono symulacje cykli cieplnych za pomocą dylatometru oraz z wykorzystaniem symulatora Gleeble 3800, odwzorowujące poszczególne etapy wytwarzania blach technologią ciągłego wyżarzania. Po każdym etapie wytwarzania blach pobrano próbki do badań struktury z wykorzystaniem głównie elektronowej mikroskopii skaningowej FEG SEM (Field Emission Gun Scanning Electron Microscope) i EBSD (Electron Backscatter Diffraction). Scharakteryzowano zmiany struktury taśm w zależności od zastosowanych parametrów cieplnych procesu ciągłego wyżarzania. Taśmy po cyklach cieplnych poddano statycznej próbie rozciągania w celu określenia ich właściwości mechanicznych.

## 2. MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Materiał do badań stanowiły taśmy po walcowaniu na zimno z całkowitym gniotem względnym  $\epsilon_{hc} = 0,63$  (z grubości 2,55 mm na grubość 0,95 mm) ze stali DP o składzie chemicznym podanym w tabeli 1.

Tabela 1. Skład chemiczny materiału do badań (wt.%)

Table 1. Chemical composition of the examined material (wt%)

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Ti	Al
0,08	1,7	0,10	0,01	0,01	0,55	< 0,02	< 0,03	<0,003	0,03

Pobrane próbki o wymiarach  $1 \times 1 \times 7$  mm z taśmy zimnowalcowanej były nagrzewane za pomocą dylatometru DIL 805A/D z szybkością  $3^\circ\text{C/s}$  do temperatury  $600 \div 820^\circ\text{C}$  i następnie chłodzone helem w celu zamrożenia uzyskanej struktury. Szybkość chłodzenia wynosiła  $70^\circ\text{C/s}$ . Obserwacje struktury wykonano za pomocą wysokorozdzielczego mikroskopu skaningowego INSPECT F firmy FEI<sup>®</sup> wyposażonego w detektor EBSD firmy EDAX<sup>®</sup>. Badania wykonano na powierzchniach prostopadłych do powierzchni blachy wzdłuż kierunku walcowania. Próbki do badań EBSD po szlifowaniu poddano polerowaniu elektrolitycznemu z wykorzystaniem urządzenia TenuPol-5 i elektrolitu A8 firmy Struers<sup>®</sup> o temperaturze  $8,5 \div 10^\circ\text{C}$ , napięciu 58 V i czasie polerowania 40 s. W celu wykonania obserwacji mikrostruktury FEG SEM próbki poddano następnie trawieniu 1% nitaliem w czasie 5 s.

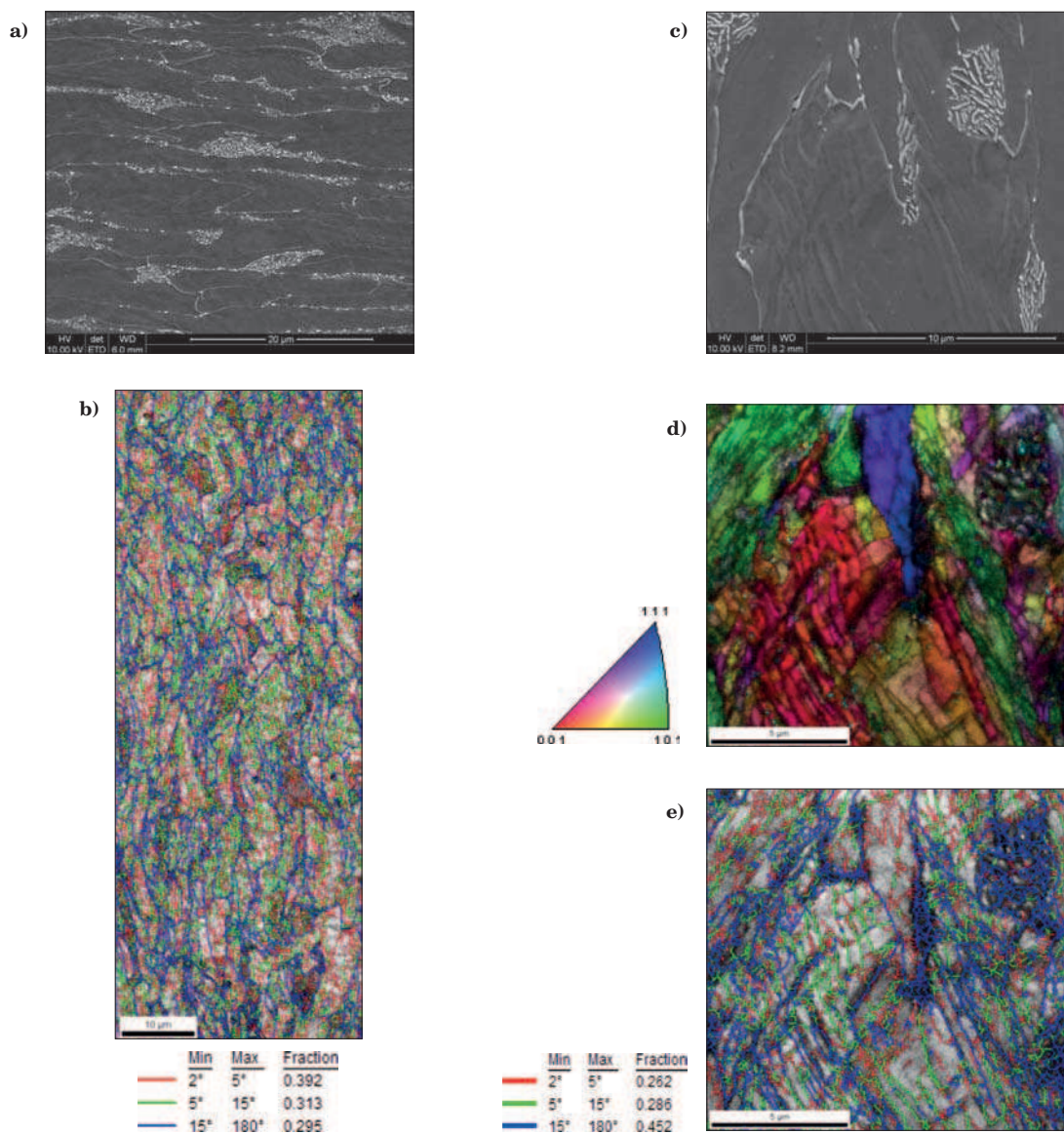
Badania EBSD wykonano przy napięciu przyspieszającym wiązki elektronów 20 kV i kącie nachylenia próbki  $70,5^\circ$  w stosunku do osi elektronoptycznej próbki. Analizy mające na celu identyfikację zmian zachodzących w strukturze przeprowadzono na powierzchni  $6,9 \times 6,9 \mu\text{m}$  z krokiem analizy 27 nm oraz w obszarze  $13,8 \times 13,8 \mu\text{m}$  z krokiem 38 nm. Analizę kinetyki zmian struktury ze wzrostem temperatury nagrzewania przeprowadzono każdorazowo na powierzchni  $180 \times 70 \mu\text{m}$  z krokiem analizy 0,5  $\mu\text{m}$ . Dane uzyskane w wyniku analizy EBSD zostały przetworzone przy użyciu programu TSL<sup>®</sup>.

Cykle cieplne odwzorowujące proces ciągłego wyżarzania stali zostały przeprowadzone za pomocą symulatora Gleeble 3800 na próbkach płaskich  $250 \times 25 \times 0,9$  mm o długości pomiarowej 50 mm. Przebieg cykli scharakteryzowano przy opisie wyników badań w punkcie 3.2. Po wykonanych cyklach cieplnych próbki poddano statycznym próbom rozciągania wykonanym za pomocą maszyny wytrzymałościowej Zwick/Roell Z250.

## 3. WYNIKI BADAŃ I ICH DYSKUSJA

### 3.1. BADANIA PROCESÓW ODBUDOWY STRUKTURY I PRZEMIAN FAZOWYCH ZACHODZĄCYCH PODCZAS OBRÓBKI CIEPLNEJ TAŚM ZE STALI DP

Wyniki badań struktury taśmy po walcowaniu na zimno przedstawiono na rysunku 2. Struktura złożona jest z wydłużonych ziarn ferrytu oraz agregatów składających się z perlitu, zdegenerowanego perlitu lub cząstek cementytu (Rys. 2a-c). W strukturze dominują granice nisko- i średniokątowe w przedziale  $2 \div 15^\circ$ . Badania EBSD ujawniły występowanie pasm odkształcenia o zróżnicowanych orientacjach (Rys. 2d). Pomiedzy pasmami dominują granice o kątach głównie średnio- i wysokokątowych. Dla dużych odkształceń pasma często przecinają się pod różnymi kątami. Wysoki udział granic wysokokątowych  $>15^\circ$  obserwuje się w obszarach perlitu i cząstek cementytu.



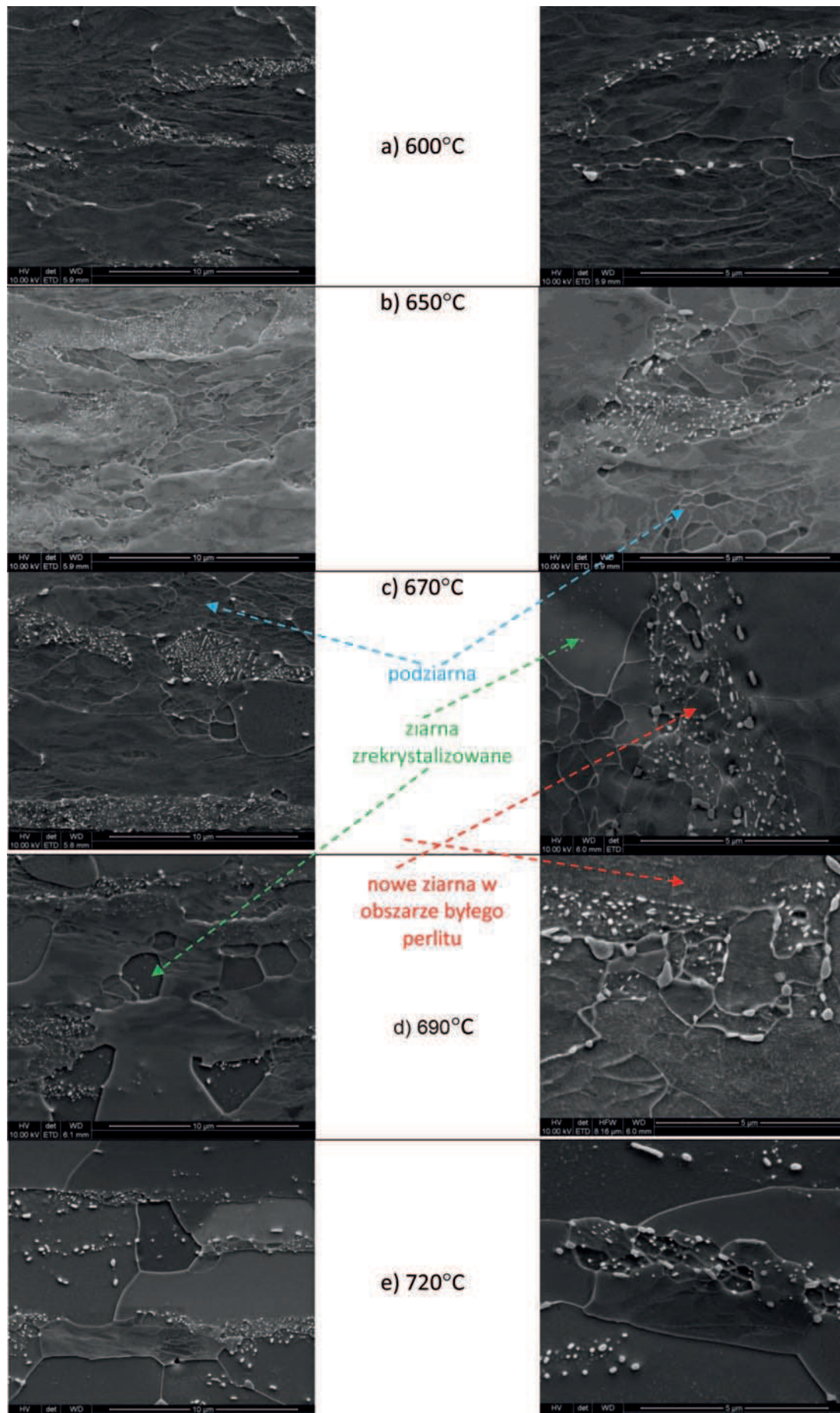
Rys. 2. Struktura taśmy po walcowaniu na zimno z całkowitym gnietem względnym  $\epsilon_{hc} = 0,63$ : a) struktura ogólna, FEG SEM, b) mapa ogólna z naniesionymi kątami dezorientacji, EBSD, c) struktura w mikroobszarze, FEG SEM, d) mapa w odniesieniu do odwrotnej figury biegunowej, e) mapa IQ z naniesionymi kątami dezorientacji

Fig. 2. Structure of strip following cold rolling with total relative draft of  $\epsilon_{hc} = 0.63$ : a) general structure, FEG SEM, b) general map depicting misorientation angles, EBSD, c) structure in microarea, FEG SEM, d) map in reference to the inverse pole figure, e) IQ map with highlighted misorientation angles

Taśma w tym stanie stanowiła materiał wyjściowy do badania procesów zdrowienia, rekrytalizacji statycznej i przemian fazowych podczas symulacji poszczególnych operacji odzwierciedlających proces ciągłego wyżarzania.

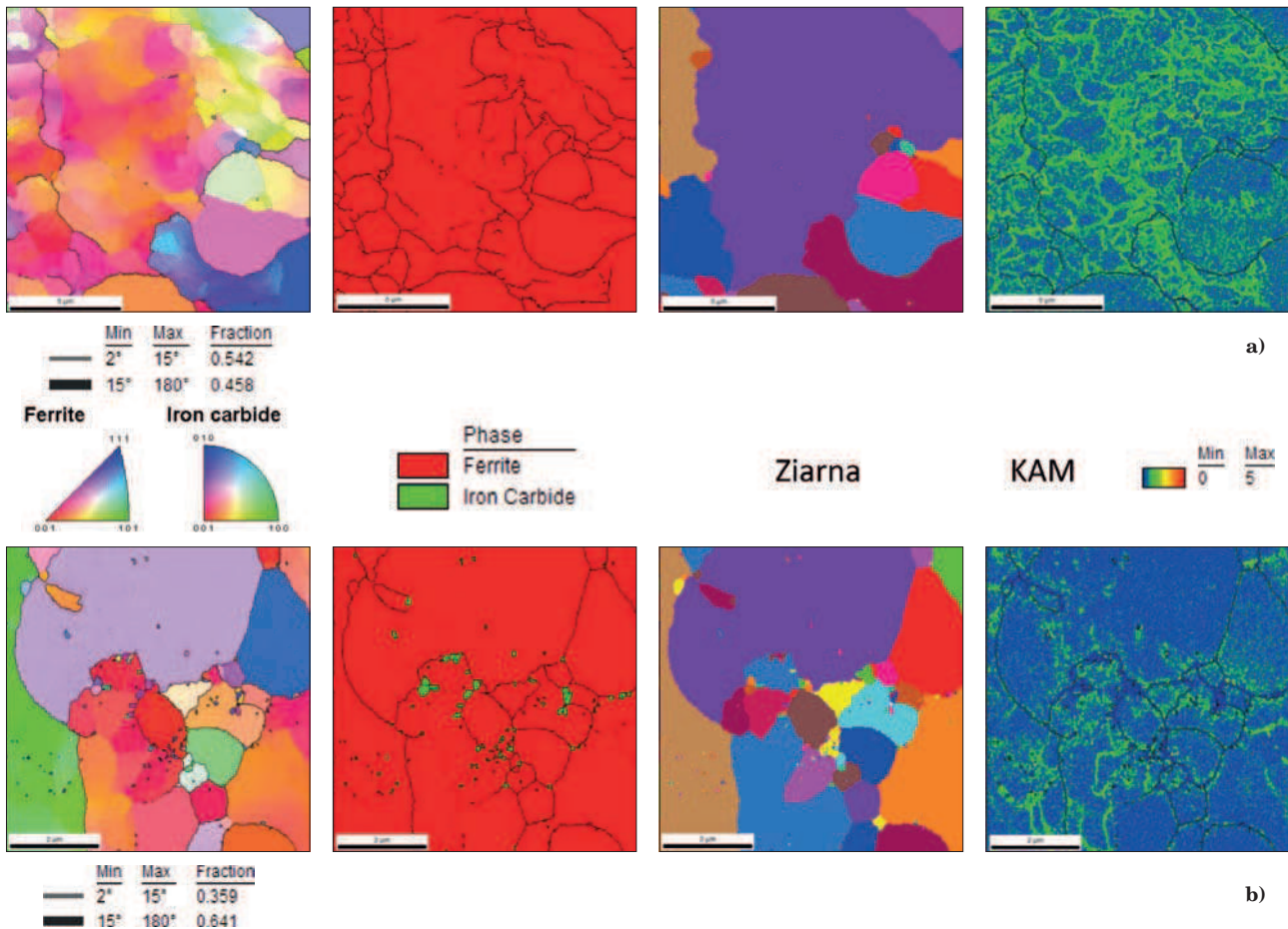
Pierwszą operacją w tym procesie jest nagrzewanie do zadanej temperatury wyżarzania, podczas której w strukturze zachodzą procesy związane ze zdrowieniem i rekrytalizacją statyczną oraz przemianami fazowymi zachodzącymi począwszy od temperatury 730°C. Wpływ temperatury nagrzewania w zakresie 600÷720°C na zmianę struktury przedstawiono na rysunku 3. Próbki po nagrzewaniu do temperatury 600°C zachowują wydłużoną strukturę ziarn ferrytu i perlitu. Wewnątrz zdeformowanych ziarn ferrytu obserwuje się procesy przebudowy struktury, w wyniku których powstają podziarna o w przybliżeniu regularnych kształtach. Począwszy od temperatury 650°C w obszarach byłego perlitu lub agregatów złożonych z cementytu

obserwuje się zmiany obejmujące fragmentację płytek cementytu, a następnie postępujący proces koagulacji cząstek. Dużą rolę w zachodzących zmianach spełniają granice ziarn/podziarn. Są one drogami łatwej dyfuzji węgla i dlatego większość dużych cząstek cementytu koncentruje się po granicach ziarn. Jednak część cząstek „zamykana” jest wewnątrz ziarn ferrytu. Zachodzące zmiany na przykładzie próbki nagrzewanej do 670°C analizowano z wykorzystaniem metody EBSD. Wyniki tych badań przedstawiono na rysunku 4. Na rysunku 4a analizowano obszar obejmujący wyłącznie ferryt, zaś na rysunku 4b obszar, w którym początkowo występował perlit. Po nagrzaniu do temperatury 670°C w obszarach struktury charakteryzujących się dużym zlokalizowanym odkształceniem, widoczne są drobne zrekrystalizowane ziarna ferrytu. Duże zmiany zachodzą również w substrukturze ukształtowanej wewnątrz mniej zdeformowanych ziarn, jednak początkowo ograniczają się one do przegrupowania



Rys. 3. Struktura taśm po symulacjach ciągłego wyżarzania w zakresie temperatury 600÷720°C

Fig. 3. Structure of strips following simulations of continuous annealing in temperature range 600÷720°C



Rys. 4. Wyniki badań EBSD próbki po nagrzewaniu do temperatury 670°C w obszarze występowania w stanie po walcowaniu na zimno: a) ferrytu, b) perlitu

Fig. 4. Results of EBSD examinations of sample following heating to temperature of 670°C in the area of presence of: a) ferrite and b) pearlite, following cold rolling

dyslokacji i utworzenia podziarn o niewielkim zróżnicowaniu orientacji krystalograficznej, charakteryzujących się granicami niskokątowymi i ich dalszemu przekształcaniu się w ziarna o granicach wysokokątowych (Rys. 4a). Wewnątrz tych ziarn stopień odkształcenia mierzony parametrem Kernela (szczegółowe znaczenie parametru opisano w dalszej części artykułu) jest wyższy w porównaniu do ziarna po rekrystalizacji. Procesy odbudowy struktury w obszarach, w których po odkształceniu występował perlit zachodzą również intensywnie i są związane z dyfuzją węgla, która powoduje koagulację cementytu na granicach nowych podziarn i ziarn (Rys. 3, 4b). Podobny charakter zmian zachodzących w strukturze wyżarzanych próbek zaobserwowano po nagrzewaniu do temperatury 690°C (Rys. 3). Taśmy po nagrzaniu do temperatury 720°C charakteryzują się strukturą złożoną głównie ze zrekrystalizowanych ziarn ferrytu z pasmowo ułożonymi cząstkami cementytu. Obserwuje się również pojedyncze obszary o strukturze podziarnowej (Rys. 3).

Metoda EBSD oprócz analizy jakościowej ma również zastosowanie w ilościowych analizach procesów odbudowy struktury. W badaniach tych zastosowanie mają kąty dezorientacji oraz wyznaczone w oparciu o nie parametry: Kernel Average Misorientation (*KAM*) czy Grain Average Misorientation (*GAM*) [7]. Procesy odbudowy struktury ze wzrostem temperatury nagrzewania dobrze mogą być scharakteryzowane w oparciu o analizę kątów dezorientacji, co przedstawiono na ry-

sunku 5. Ze wzrostem temperatury nagrzewania w zakresie 600÷720°C rośnie udział powierzchniowy ziarn wolnych od granic niskokątowych 2÷15°. Są to ziarna zrekrystalizowane. Udział powierzchniowy struktury po procesie zdrowienia i rekrystalizacji statycznej jest wyznaczany za pomocą parametru *KAM*, podczas gdy udział ziarn zrekrystalizowanych za pomocą parametru *GAM*. Poniżej scharakteryzowano znaczenie tych parametrów w analizach ilościowych zmian struktury zachodzących podczas procesu ich odbudowy.

Parametr *KAM* reprezentuje średnią arytmetyczną dezorientację danego piksela w odniesieniu do jego sąsiednich pikseli [8]. Dla danego piksela parametr ten przyjmuje zależność (1) [9]:

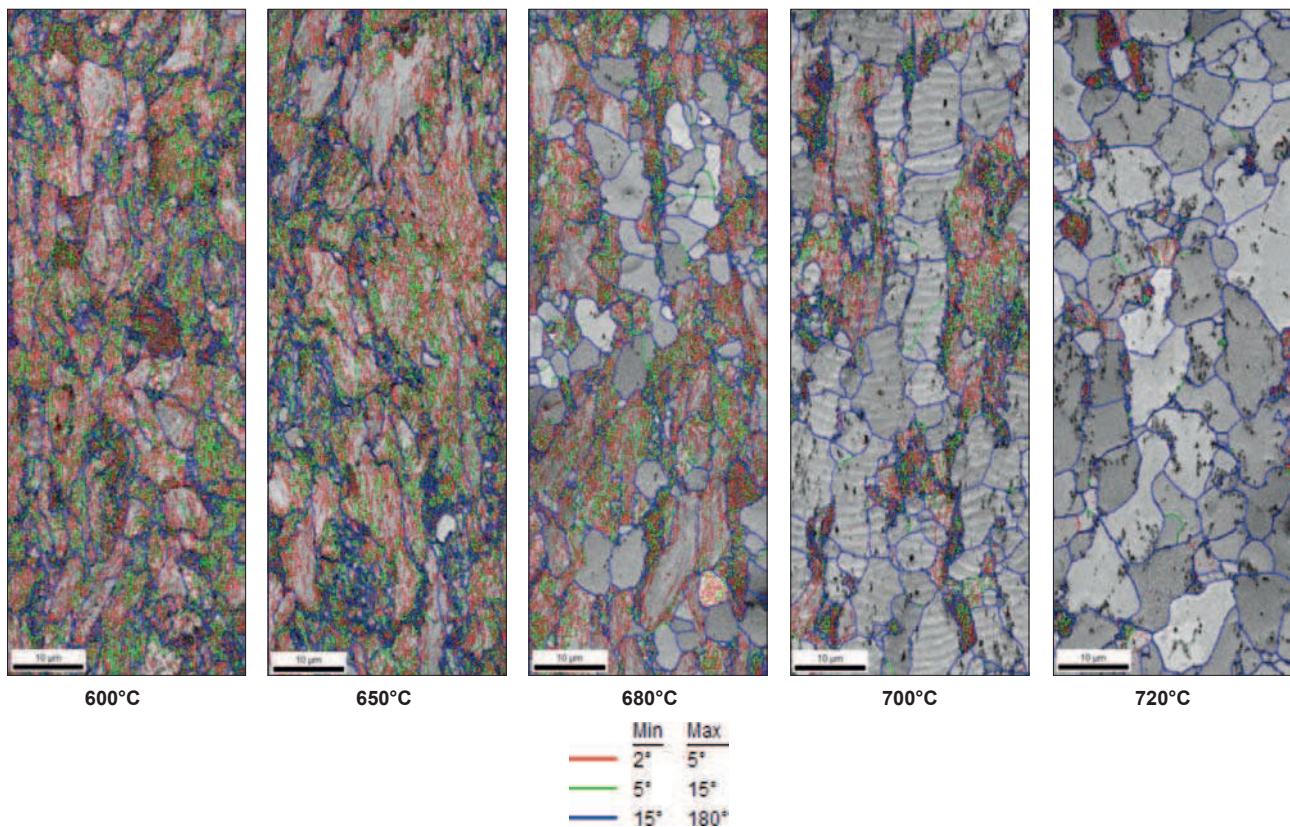
$$KAM(j) = \left[ \frac{1}{K} \right] \sum_k \omega_{jk} \quad (1)$$

gdzie:

*K* – ilość pikseli wokół piksela *j*,

$\omega_{jk}$  – kąt dezorientacji pomiędzy pikselem *j* i *k*

Parametr ten jest dobrym narzędziem w analizie rozkładu odkształcenia w ferrytycie [10]. Przyjmuje się, że dla ziarn zrekrystalizowanych wartość parametru *KAM* jest mniejsza od 0,5° [11]. Generalnie im wyższe wartości parametru *KAM* tym wyższa wartość lokalnego odkształcenia. Zastosowanie tego parametru do wyznaczenia udziału ziarn zrekrystalizowanych przedstawiono na przykładzie próbki po nagrzewaniu do temperatury 700°C i zilustrowano na rysunku 6a,b. Obszary



Rys. 5. Mapy IQ z naniesionymi kątami dezorientacji w zależności od temperatury wyżarzania

Fig. 5. IQ maps depicting misorientation angles depending on temperature of annealing

o wartościach parametru mniejszych od  $0,5^\circ$  odpowiadają kolorowi niebieskiemu na mapie z naniesionymi kątami dezorientacji i rozkładzie tego parametru. W oparciu o tę wartość możliwe jest ilościowe wyznaczenie udziału powierzchniowego zrekrystalizowanego ferrytu oraz lokalnego rozkładu odkształcenia w obszarach, w których wartości  $KAM$  są wyższe od  $0,5^\circ$ . Parametr  $KAM$  przyjmuje niskie wartości wewnątrz ziarn w których występują granice niskokątowe. Na rysunku 6b można zauważyć, że wewnątrz ziarn odkształconych występują obszary o niebieskim kolorze, dla których wartość parametru  $KAM$  również jest mniejsza od  $0,5^\circ$ . Są to obszary o niższym udziale niskokątych granic ziarn wewnątrz ziarn odkształconych. Obecność tych obszarów związana jest z przebudową podstruktury i tworzeniem się podziarn. W związku z tym, wyznaczając udział ziarn zrekrystalizowanych w oparciu o wartość parametru  $KAM$ , w analizie brane są również pod uwagę obszary wewnątrz ziarn odkształconych, dla których wartość tego parametru wynosi  $\leq 0,5^\circ$ . Stąd też parametr  $KAM$  wyznacza sumaryczny udział frakcji po zdrowieniu i rekrytalizacji statycznej. Dla analizowanego obszaru z rysunku 6a wynosi on 69%. Resztę stanowią perlit wraz z odkształconymi ziarnami ferrytu.

W analizie udziału samej frakcji zrekrystalizowanej bardziej dokładny jest parametr  $GAM$  wyrażający średnią dezorientację pomiędzy punktami wewnątrz jednego ziarna [12, 13]. Dla ziarna  $i$ , parametr przyjmuje funkcję (2) [9]:

$$GAM(i) = \left[ \frac{1}{J(i)} \right] \sum_j KAM(j) \quad (2)$$

gdzie  $J(i)$  ilość pikseli w ziarnie  $i$ . Dla rozkładu  $I$  ziarn, wartość parametru  $GAM$  można wyrazić funkcją (3):

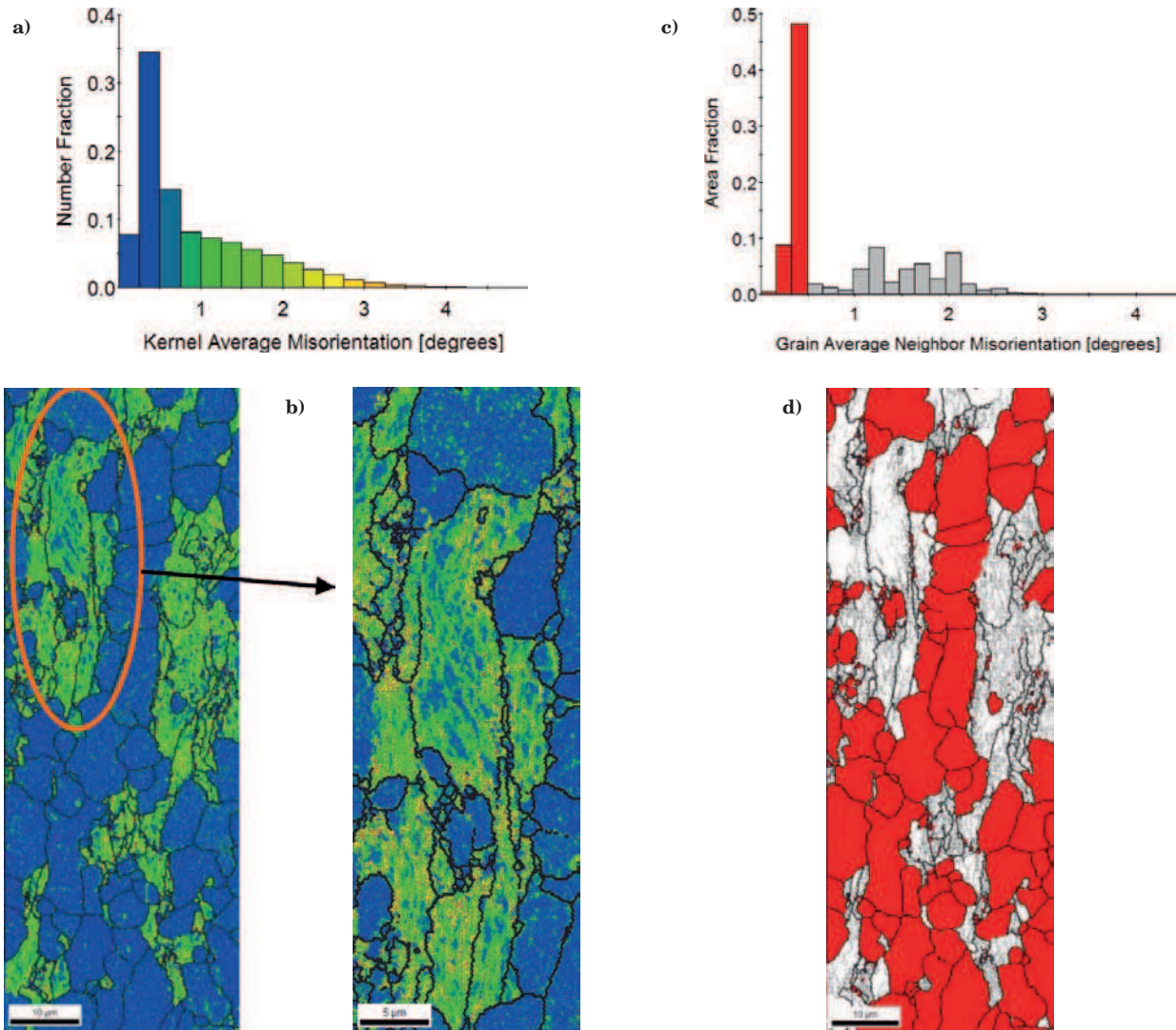
$$GAM(i) = \left[ \frac{1}{I} \right] \sum_i KAM(i) \quad (3)$$

Widoczne obszary o wartości  $KAM \leq 0,5^\circ$  w zakreślonym owalu na rys. 6b nie są analizowane w przypadku parametru  $GAM$  jako obszary należące do ziarn zrekrystalizowanych (Rys. 6c,d). W zaznaczonym obszarze owalem na rysunku 6b, parametr  $GAM$  przyjmuje wartości powyżej granicznej wartości  $0,5^\circ$  rozdzielającej ziarna zrekrystalizowane od niezrekrystalizowanych (Rys. 6c,d). Udział powierzchniowy fazy zrekrystalizowanej w oparciu o wartość parametru  $GAM \leq 0,5^\circ$  wynosi dla analizowanego obszaru 59%.

W oparciu o te parametry wyznaczono udziały powierzchniowe struktury po procesie rekrytalizacji i zdrowieniu statycznym w zakresie temperatur nagrzewania  $600 \div 720^\circ\text{C}$ , zaś wyniki przedstawiono na rysunku 7.

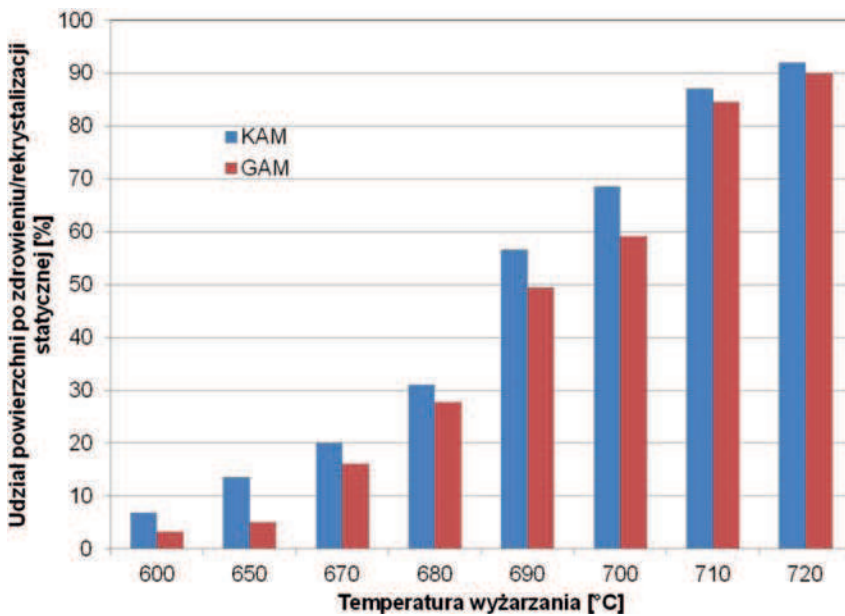
Zastosowanie w analizie frakcji zrekrystalizowanej znajduje również parametr Grain Orientation Spread, którego znaczenie opisano w pracy [7].

Nagrzewanie taśm do temperatury  $730^\circ\text{C}$  i powyżej związane jest z przemianami fazowymi. Strukturę taśm po nagrzewaniu w zakresie temperatury  $730 \div 820^\circ\text{C}$  przedstawiono na rysunku 8. W strukturze taśmy po nagrzaniu do temperatury  $730^\circ\text{C}$  obserwuje się zrekrystalizowane ziarna ferrytu, cząstki cementytu oraz pojedyncze ziarna austenitu, martenzytu i bainitu. Szczegółową analizę prezentującą zastosowanie metody EBSD na tym etapie badań przedstawiono na przykładzie próbki nagrzanej do  $750^\circ\text{C}$  i zilustrowano na rysunku 9. Struktura taśmy po nagrzaniu do  $750^\circ\text{C}$  zawiera ok. 31% składników twardych, powstałych w wyniku przemiany z austenitu. Na granicach ziarn martenzytu obserwuje się pozostałości austenitu,



Rys. 6. Wyniki EBSD próbki po wyżarzaniu w temperaturze 700°C: a) i b) rozkład parametru KAM w odniesieniu mapy, c) i d) rozkład parametru GAM z zaznaczonymi na mapie wartościami GAM < 0,5°, e) i f) rozkład parametru z zaznaczonymi na mapie wartościami GAM < 0,5°

Fig. 6. EBSD results for sample following annealing at temperature 700°C: a) and b) distribution of KAM parameter in map reference, c) and d) distribution of GAM parameter with highlighted values of GAM < 0.5°, e) and f) distribution of parameter with highlighted values of GAM < 0.5°



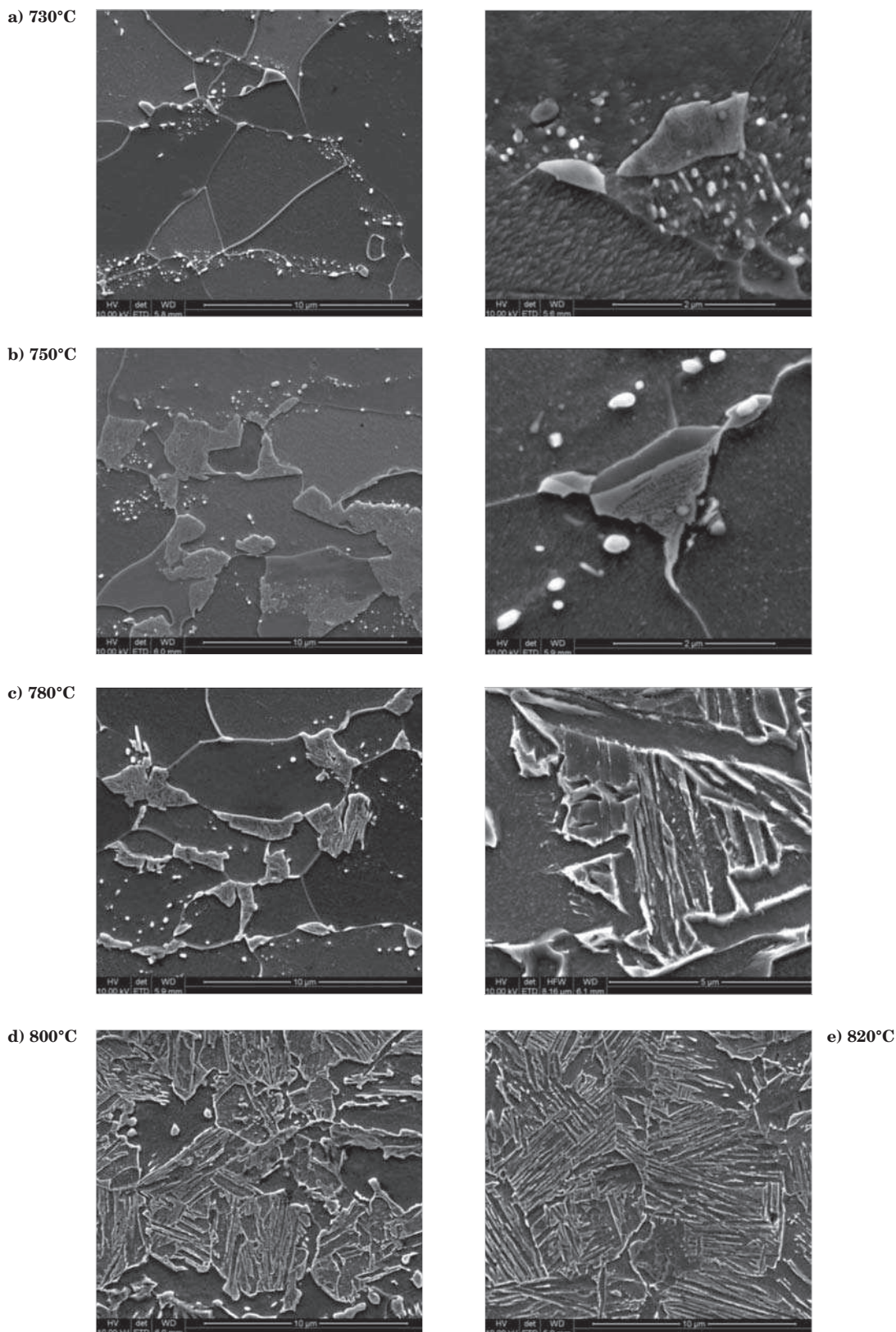
Rys. 7. Wyniki badań udziału powierzchniowego struktury po zdrowieniu i rekryształizacji statycznej w zależności od temperatury wyżarzania

Fig. 7. Results of examinations of surface share of structure following recovery and static recrystallization depending on annealing temperature

który nie uległ przemianie w martenzyt. Dalsze zwiększanie temperatury nagrzewania prowadzi do wzrostu udziału struktur twardych, tj. martenzytu i bainitu, co jest efektem przemiany cementytu i ferrytu w austenit. Przykład bainitu dolnego w próbce po nagrzaniu do temperatury 780°C przedstawiono na rysunku 8.

Po nagrzaniu próbki do 820°C i schłodzeniu struktura złożona jest jedynie z martenzytu i bainitu.

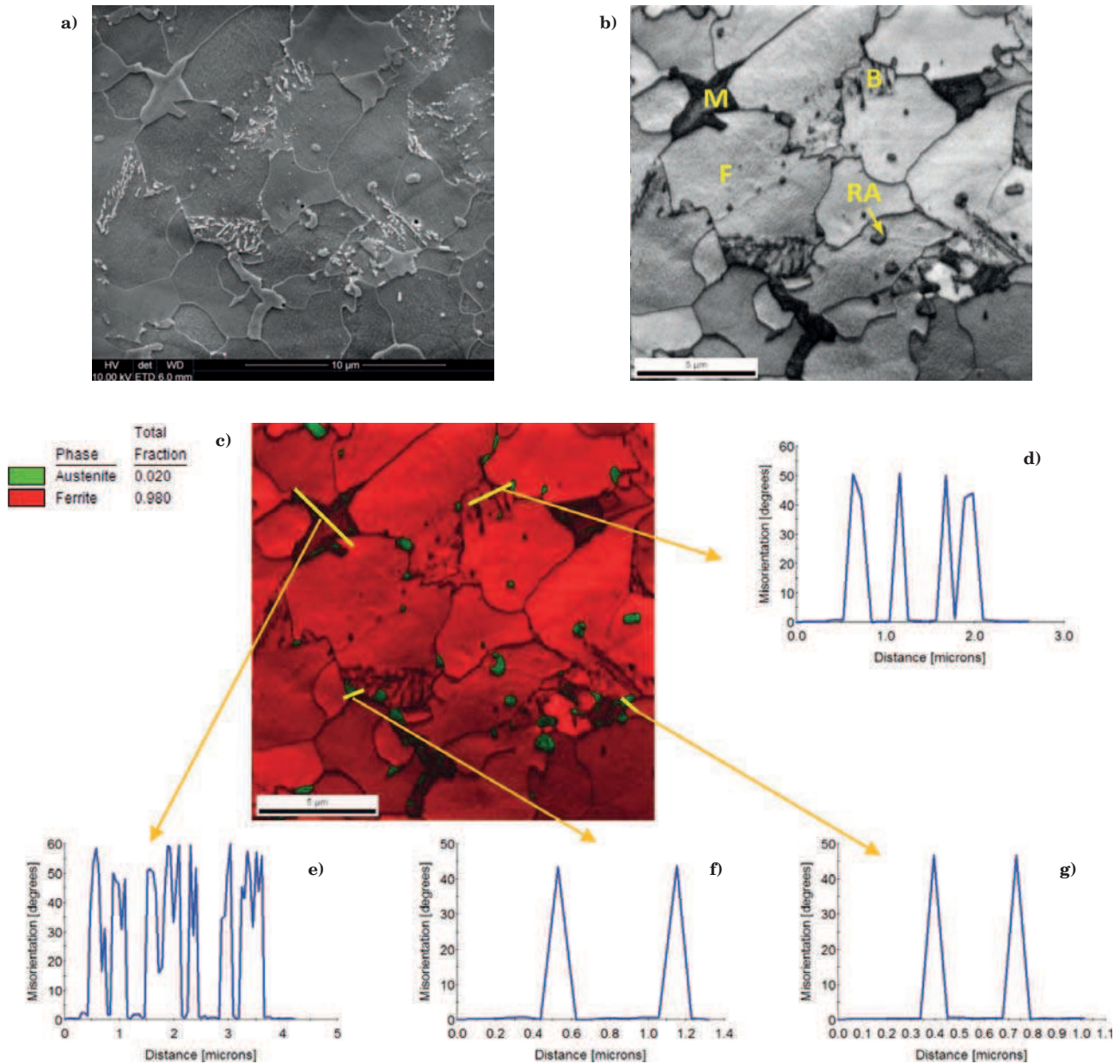
Szczegółową analizę prezentującą połączenie zastosowania metody FEG SEM z EBSD w badaniach tego samego obszaru próbki po przemianach fazowych przedstawiono na przykładzie próbki pobranej z taśmy po



Rys. 8. Struktura taśm po symulacjach ciągłego wyżarzania w zależności od temperatury

Fig. 8. Structure of strips following simulations of continuous annealing depending on the temperature





Rys. 9. Wyniki FEG SEM i EBSD próbki po wyżarzaniu w temperaturze 740°C: a) struktura FEG SEM badanego obszaru, b) mapa IQ wraz z zaznaczonymi składnikami struktury, c) mapa IQ z naniesionym austenitem i ferrytem oraz liniami pomiarów kątów dezorientacji, d) rozkład kąta dezorientacji wzdłuż linii w obszarze bainitu, e) rozkład kąta dezorientacji wzdłuż linii w obszarze martenzytu, f) rozkład kąta dezorientacji wzdłuż linii w obszarze austenitu, spełniający zależność K-S, g) rozkład kąta dezorientacji wzdłuż linii w obszarze austenitu, spełniający zależność N-W

Fig. 9. Results of FEG SEM and EBSD of the sample following annealing at temperature of 740°C: a) FEG SEM structure of the examined area, b) IQ map with highlighted components of the structure, c) IQ map with highlighted austenite and ferrite as well as lines of misorientation angle measurements, d) distribution of misorientation angle along the line in bainite area, e) distribution of misorientation angle along the line in martensite area, f) distribution of misorientation angle along the line in austenite area, fulfilling the interrelation K-S, g) distribution of misorientation angle along the line in austenite area, fulfilling the interrelation N-W

ciągłym wyżarzaniu w warunkach przemysłowych. Wyniki badań zilustrowano na rysunku 9. Badana próbka posiada strukturę złożoną z ferrytu, bainitu i martenzytu (Rys. 9a,b). W badanym obszarze wykazano również obecność austenitu szczątkowego, którego udział powierzchniowy wynosi 2% (Rys. 9b,c). Wymienione składniki struktury na obrazie IQ są zróżnicowane pod względem odcieni szarości, co związane jest z różną jakością linii Kikuchiego (Rys. 9b). Parametr IQ pozwala rozróżnić stopień zniekształcenia sieci [14]. Sieć krystaliczna zawierająca defekty takie jak dyslokacje, granice ziarn i podziarn posiada zniekształcony układ

linii Kikuchiego, prowadzący do uzyskiwania niższych wartości parametru IQ [15]. Największe zniekształcenia sieci posiada zatem martenzyt, stąd też przyjmuje on najniższe wartości parametru IQ, co związane jest z najciemniejszym odcieniem szarości tego składnika struktury na rysunku 9b. Najwyższe wartości parametru IQ przyjmuje dla ferrytu, w efekcie czego przyjmuje on najjaśniejszy odcień szarości. Rozróżnienie składników struktury o tej samej grupie przestrzennej można przeprowadzić w oparciu o kąt dezorientacji. Analizując szczegółowo profile liniowe zmian kątów dezorientacji w obszarze bainitu (Rys. 9d) i martenzytu (Rys. 9e)

Tabela 2. Zależności krystalograficzne pomiędzy austenitem szczątkowym a ferrytem [17]

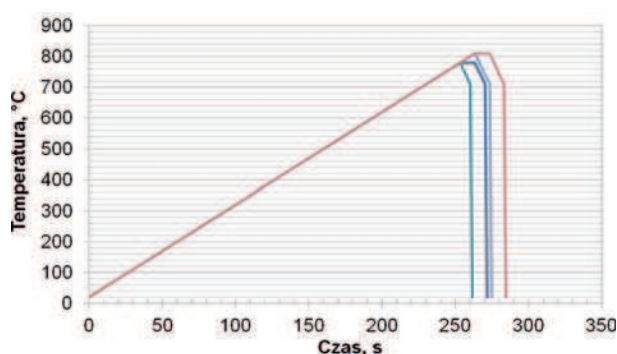
Table 2. Crystallographic relations between retained austenite and ferrite [17]

Zależność	Płaszczyzny równoległe	Kierunki równoległe	Kąt dezorientacji, °	Oś krystalograficzne
Kurdjumov-Sachs	(111) $\gamma$ II (011) $\alpha$	[110] $\gamma$ II [111] $\alpha$	42,85	<17,8 17,8 96,8>
Nishiyama-Wasserman	(111) $\gamma$ II (011) $\alpha$	[112] $\gamma$ II [011] $\alpha$	45,99	<8,3 20,1 97,6>

w zaznaczonych miejscach na rys. 9c, można stwierdzić, że te składniki struktury charakteryzują się pewnymi zakresami powtarzających się kątów dezorientacji. W pakietach bainitycznych dominują kąty w zakresie  $50\div 60^\circ$  (Rys. 9d), natomiast w obszarach martenzytycznych  $55\div 60^\circ$  (Rys. 9e). Autorzy pracy [16] wykazali, że zwiększony udział kątów dezorientacji  $50\div 55^\circ$  jest charakterystyczny dla bainitu górnego oraz, że bainit dolny przyjmuje zwiększony udział kątów dezorientacji podobnie jak dla martenzytu w przedziale  $55\div 60^\circ$ . Profile liniowe wykonane pomiędzy austenitem szczątkowym a bainitem wykazały występowanie pomiędzy nimi granic spełniających określone przez Kurdjumova-Sachsa (K-S) i Nishiyamę-Wassermana (N-W) [17] zależności krystalograficzne (Rys. 9f,g). Zależności te przedstawiono w tabeli 2.

### 3.2. WPŁYW CYKLI CIEPLNYCH NA WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNE TAŚM ZE STALI DP

Zrealizowane cykle cieplne taśm ze stali DP odwzorowujące proces ciągłego wyżarzania stali przedstawiono na rysunku 10. Temperatury nagrzewania  $780^\circ\text{C}$  i  $810^\circ\text{C}$  zostały tak dobrane, aby chłodzenie odbywało się odpowiednio z zakresu dwufazowego ( $\alpha+\gamma$ ) i jednofazowego ( $\gamma$ ). Wyniki badań właściwości mechanicznych przedstawiono na rysunku 11. Po przeprowadzonych cyklach obróbki cieplnej taśmy charakteryzują się następującymi właściwościami mechanicznymi:  $R_{p0.2} = 300\div 450\text{ MPa}$ ,  $R_m = 630\div 720\text{ MPa}$ ,  $A_{50} = 11\div 17\%$ . Właściwości te odpowiadają wymaganiom stawianym taśmom ze stali typu DP przeznaczonym dla przemysłu motoryzacyjnego. Po cyklu cieplnym polegającym na nagrzewaniu do temperatury  $780^\circ\text{C}$  uzyskane war-

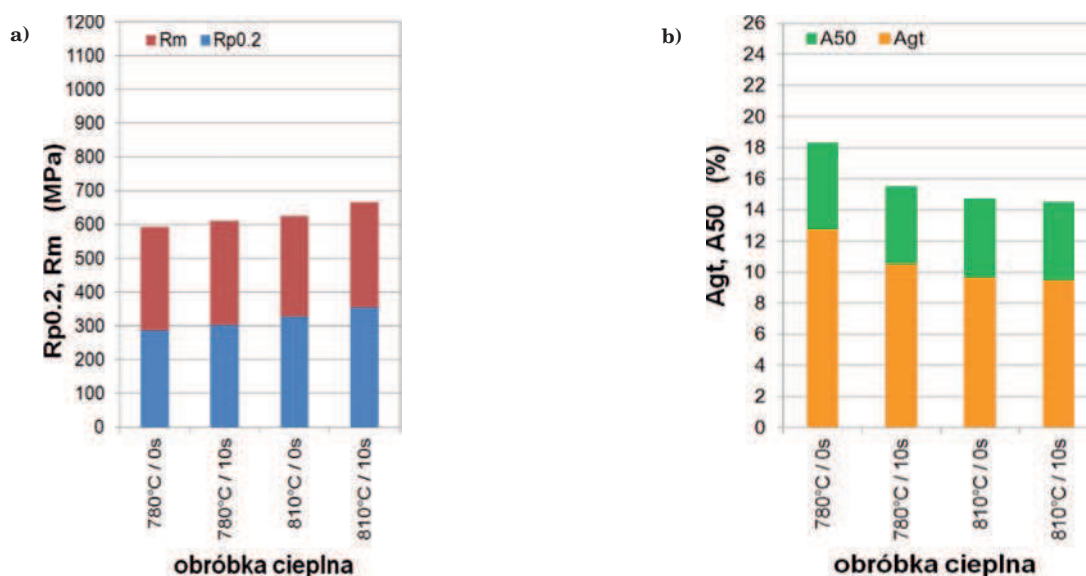


Rys. 10. Profile cieplne odwzorowujące proces ciągłego wyżarzania taśm z zastosowaniem nagrzewania ich z szybkością  $3^\circ\text{C/s}$  do temperatury  $780^\circ\text{C}$  i  $810^\circ\text{C}$ , wytrzymaniem w temperaturze przez 0 s, 10 s i 60 s oraz następnym chłodzeniem do temperatury  $700^\circ\text{C}$  z szybkością  $10^\circ\text{C/s}$  i dalszym wodą

Fig. 10. Thermal profiles reflecting the continuous annealing of strips with application of heating at the rate of  $3^\circ\text{C/s}$  to the temperature of  $780^\circ\text{C}$  and  $810^\circ\text{C}$ , retaining at the temperature for 0 s, 10 s and 60 s and subsequent cooling to the temperature of  $700^\circ\text{C}$  at the rate of  $10^\circ\text{C/s}$  and further water cooling

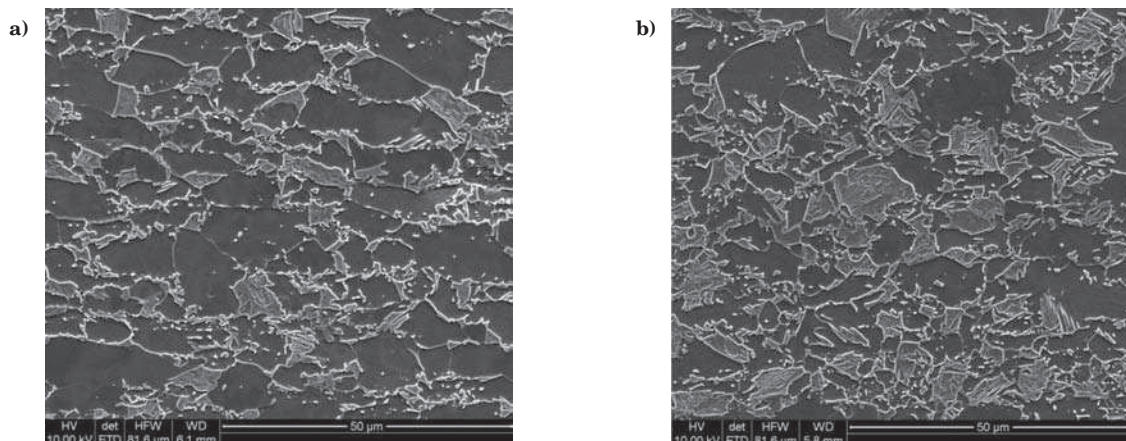
tości granicy plastyczności i wytrzymałości na rozciąganie są niższe w porównaniu do wartości uzyskanych po chłodzeniu z temperatury  $810^\circ\text{C}$  (Rys. 11a). Wyższe są natomiast wartości wydłużenia  $A_{gt}$  i  $A_{50}$  (Rys. 11b). Wydłużenie czasu wygrzewania w temperaturze  $780^\circ\text{C}$  i  $810^\circ\text{C}$  z 0 s do 10 s powoduje zwiększenie  $R_{p0.2}$  i  $R_m$  oraz zmniejszenie  $A_{gt}$  i  $A_{50}$  (Rys. 11a, b).

Przykładowe struktury po cyklach cieplnych w temperaturach  $780^\circ\text{C}$  i  $810^\circ\text{C}$  z wytrzymaniem przez 10s i chłodzeniem przedstawiono na rysunku 12. Wyższe wartości granicy plastyczności i wytrzymałości na roz-



Rys. 11. Właściwości mechaniczne taśm po cyklach cieplnych zgodnych z rys. 10: a)  $R_{p0.2}$  i  $R_m$ , b)  $A_{gt}$  i  $A_{50}$

Fig. 11. Mechanical properties of strips following thermal cycles according to Fig. 10: a)  $R_{p0.2}$  and  $R_m$ , b)  $A_{gt}$  and  $A_{50}$



Rys. 12. Struktura taśm po cyklu cieplnym polegającym na nagraniu ich do: a) 780°C, wytrzymaniu przez 10 s i chłodzeniu, b) 810°C wytrzymaniu przez 10 s i chłodzeniu

Fig. 12. Structure of strips following thermal cycle consisting in strips heating to: a) 780°C, retaining for 10 s and cooling, b) 810°C, retaining for 10 s and cooling

ciąganie po nagrzewaniu do 810°C są związane z wyższym udziałem składników twardych (B+M) w strukturze oraz mniejszym rozmiarem ziarna w porównaniu do uzyskanych po nagrzewaniu do 780°C.

#### 4. WNIOSKI

W ramach pracy przeprowadzono badania wpływu parametrów obróbki cieplnej taśm ze stali typu DP po walcowaniu na zimno na zmiany struktury podczas kolejnych operacji w procesie ciągłego wyżarzania taśm. W badaniach zastosowano metodę FEG SEM i EBSD w analizie struktury próbek po poszczególnych symulacjach procesu ich wytwarzania. Wykonano również symulacje cykli cieplnych odwzorowujące proces ciągłego wyżarzania taśm. Po cyklach wyznaczono właściwości mechaniczne i wykonano badania struktury. Na podstawie przeprowadzonych badań można stwierdzić, że:

- Obserwuje się silnie odkształconą strukturę ferrytyczno-perlityczną taśm po walcowaniu na zimno o wydłużonych w kierunku walcowania ziarnach. W strukturze występują pasma odkształcenia o zróżnicowanych orientacjach, często przecinające się pod różnymi kątami;
- Badane taśmy podlegają procesom odbudowy struktury zarówno w obszarach odkształconych ziarn ferrytycznych jak i perlitycznych. Począwszy od temperatury 600°C w obszarach ferrytu wykazującego mniejsze odkształcenie ziarn po walcowaniu, obserwuje się tworzenie struktury podziarnowej, podczas gdy w ziarnach o większym skumulowanym odkształceniu zapoczątkowywane są procesy rekryształizacji statycznej. W obszarach byłego perlitu w temperaturze 650÷720°C obserwuje się efekty dyfuzji węgla

i koagulacji węglików na granicach nowo powstałych ziarn o wysokokątowych granicach. Analiza parametrów *KAM* i *GAM* wyznaczanych w metodzie EBSD pozwoliła na scharakteryzowanie kinetyki procesów odbudowy struktury w tym zakresie temperaturowym;

- W strukturze taśmy po nagraniu do temperatury 730°C obserwuje się zrekrystalizowane ziarna ferrytu, cząstki cementytu oraz pojedyncze ziarna austenitu, martenzytu i bainitu. Udział martenzytu i bainitu rośnie ze wzrostem temperatury. Jednocześnie zmniejsza się udział powierzchniowy ferrytu. Po wyżarzaniu w temperaturze 820°C próbki posiadają strukturę bainityczno-martenzytyczną. Badania próbki po przemianie pozwoliły ujawnić charakterystyczne zależności krystalograficzne występujące w strukturach stali wielofazowych. Wykazano, że w obszarze bainitu górnego dominują kąty dezorientacji w przedziale 50÷55°, natomiast w martenzytyce przyjmują głównie wartości w przedziale 55÷60°;
- Wykonane cykle cieplne polegające na nagraniu taśm do temperatur 780°C i 810°C z wytrzymaniem 0 s i 10 s oraz chłodzeniem doprowadziły do uzyskania następujących ich właściwości mechanicznych:  $R_{p0.2} = 300\div450$  MPa,  $R_m = 630\div720$  MPa,  $A_{50} = 11\div17\%$ . Wyższe wartości  $R_{p0.2}$  i  $R_m$  uzyskano dla taśm chłodzonych z temperatury 810°C, co związane jest z wyższym udziałem składników twardych (B+M) w strukturze oraz mniejszym rozmiarem ziarna w porównaniu do uzyskanych po chłodzeniu z 780°C.

*Praca została wykonana w ramach projektu nr RFSR-CT-2011-00014 finansowanego przez Fundusz Badawczy Węgla i Stali.*

## LITERATURA

1. Madej L., Sieradzki L., Sitko M., Perzynski K., Radwanski K., Kuziak R.: Multi scale cellular automata and finite element based model for cold deformation and annealing of a ferritic-pearlitic microstructure, *Computational Materials Science*, 2013, 77, s. 172-181
2. Bayram A., Uguz A., Ula M.: Effects of Microstructure and Notches on the Mechanical Properties of Dual-Phase Steels, *Materials Characterization*, 1999, 43, s. 259-269
3. Fereiduni E., Ghasemi Banadkouki S.S.: Ferrite hardening response in a low alloy ferrite-martensite dual phase steel, *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, 589, s. 288-294
4. Bag A., Ray K.K., Dwarakadasa E.S.: Influence of Martensite Content and Morphology on Tensile and Impact Properties of High-Martensite Dual-Phase Steels, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1999, 30, s. 1193-1202
5. Qu J., Dabboussi W., Hassani F., Nemes J.A., Yue S.: Effect of microstructure and chemical composition on dynamic factor of high strength steels, *Materials Science and Technology*, 2008, 24, s. 957-963
6. Pushkareva I.: Evolution microstructurale d'un acier Dual Phase. Optimisation de la résistance à l'endommagement, Institut National Polytechnique de Lorraine, 2009, 1
7. Radwański K.: Application of FEG-SEM and EBSD Methods for the Analysis of the Restoration Processes Occurring During Continuous Annealing of Dual-Phase Steel Strips, *Steel Research International*, 30.01.2015, DOI: 10.1002/srin.201400361
8. Fujiyama K., Mori K., Kaneko D., Kimachi H., Saito T., Ishii R., Hino T.: Creep damage assessment of 10Cr-1Mo-1W-VNbN steel forging through EBSD observation, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 2009, 86, s. 570-577
9. Zaefferer S., Romano P., Friedel F.: EBSD as a tool to identify and quantify bainite and ferrite in low alloyed Al-TRIP steel, *Journal of Microscopy*, 2008, 230, s. 499-508
10. 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, 447, s. 285-297
11. Kapoor R., Paul B., Raveendra S., Samajdar I., Chakravarty J.K.: Aspects of dynamic recrystallization in cobalt at high temperatures, *Metallurgical and Materials Transactions A* 40A, 2009, s. 818-827
12. McCabe R.J., Teter D.F.: Analysis of recrystallized volume fractions in uranium using electron backscatter diffraction, *Journal of Microscopy*, 2006, 223, s.33-39
13. Tarasiuk J., Gerber Ph., Bacroix B.: Estimation of recrystallized volume fraction from EBSD data, *Acta Materialia*, 2002, 50, s. 1467-1477
14. Grajcar A., Radwański K., Krzton H.: Microstructural analysis of a thermomechanically processed Si-Al TRIP steel characterized by EBSD and X-Ray techniques, *Solid State Phenomena*, 2013, s. 203-204, 34-37
15. Zajac S., Schwinn V., Tacke K.H.: Characterisation and Quantification of Complex Bainitic Microstructure in High and Ultra-High Strength Linepipe Steels, *Materials Science Forum*, 2005, s. 500-501, 387-394
16. Zaefferer S., Ohlert J., Bleck W.: A study of microstructure, transformation mechanisms and correlation between microstructure and mechanical properties of a low alloyed TRIP steel, *Acta Materialia*, 2004, 52, s. 2765-2778