



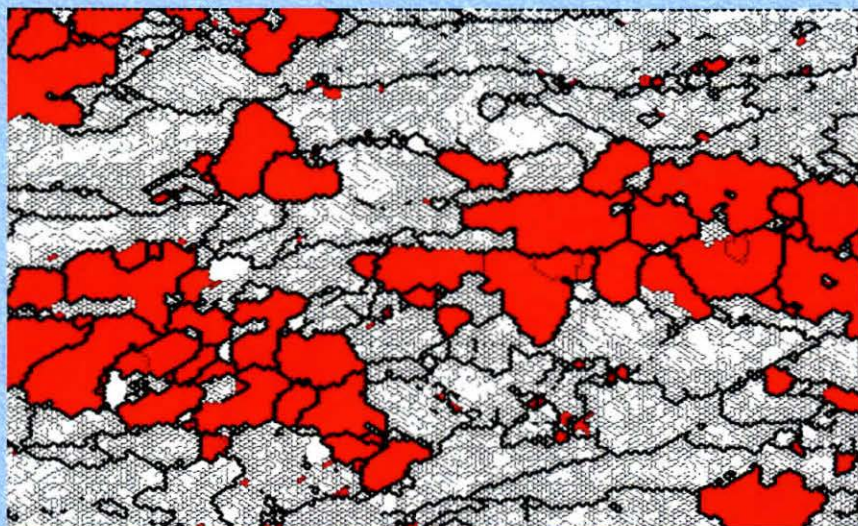
PRACE INSTYTUTU METALURGII ŻELAZA

TRANSACTIONS OF THE INSTYTUT METALURGII ŻELAZA

MONOGRAFIE

Krzysztof Radwański

**ZASTOSOWANIE MIKROSKOPII
SKANINGOWEJ I DYFRAKCJI ELEKTRONÓW
WSTECZNIE ROZPROSZONYCH
W BADANIACH STRUKTURY BLACH
ZE STALI WIELOFAZOWYCH NA RÓŻNYCH
ETAPACH PROCESU CIĄGŁEGO WYŻARZANIA**



Monografie

Krzysztof Radwański

**ZASTOSOWANIE MIKROSKOPII SKANINGOWEJ
I DYFRAKCJI ELEKTRONÓW WSTECZNIE ROZPROSZONYCH
W BADANIACH STRUKTURY BLACH
ZE STALI WIELOFAZOWYCH NA RÓŻNYCH ETAPACH
PROCESU CIĄGŁEGO WYŻARZANIA**

Gliwice 2016

RECENZENCI

Prof. dr hab. inż. Janusz SZALA

Prof. dr hab. inż. Małgorzata LEWANDOWSKA

RADA NAUKOWA SERII MONOGRAFIE

Prof. dr hab. inż. Leszek BLACHA

Prof. dr hab. inż. Włodzimierz DERDA

Prof. dr hab. inż. Henryk DYJA, M. dr h.c.

Prof. dr hab. inż. Mirosław KARBOWNICZEK

Prof. dr hab. Roman KUZIAK

Prof. dr hab. inż. Andrzej ŁĘDZKI

Prof. dr hab. inż. Kazimierz MAMRO

Prof. dr hab. Józef PADUCH

ISSN: 0137-9941

ISBN: 978-83-938130-8-7

Wydawca: Instytut Metalurgii Żelaza im. Stanisława Staszica,
ul. K. Miarki 12-14, 44-100 Gliwice

ZESPÓŁ REDAKCYJNY

redaktor naczelny – prof. dr Tadeusz BOŁD

zastępca redaktora naczelnego – prof. dr hab. Józef PADUCH

redaktorzy tematyczni – prof. dr hab. Roman KUZIAK, dr Grażyna STANKIEWICZ,
dr hab. inż. Marian NIESLER, prof. nzw., dr hab. Jerzy WIEDERMANN, prof. nzw.

redaktor językowy – mgr Maja KAMIŃSKA

redaktor techniczny – dr inż. Joanna FURMANEK

Ark. wyd. 16

Korektę tekstu monografii wykonał autor.

Skład i łamanie: AKAPIT – Gliwice, tel. 32 230 77 19

Druk: D&D Sp. z o.o. – Gliwice, tel. 32 230 84 24

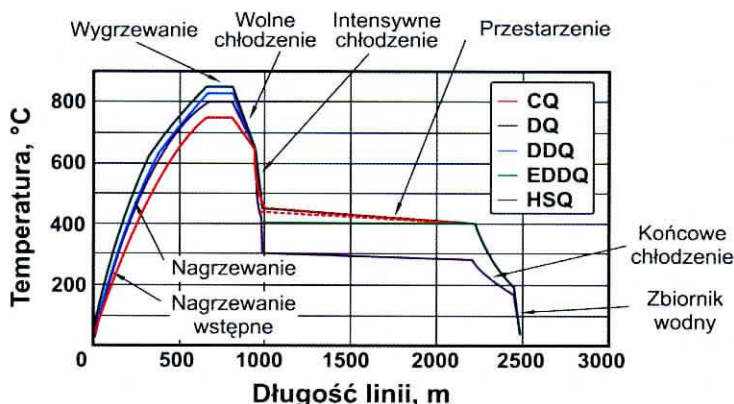
Spis treści

WYKAZ WAŻNIEJSZYCH SKRÓTÓW I OZNACZEŃ	6
1. WPROWADZENIE	7
2. PRZEGLĄD LITERATURY	12
2.1. CHARAKTERYSTYKA STALI STOSOWANYCH W PRZEMYŚLE MOTORYZACYJNYM	12
2.2. PRZEMYSŁOWY PROCES CIĄGŁEGO WYŻARZANIA BLACH	29
3. CELE, MATERIAŁ I ZAKRES BADAŃ	31
4. METODYKA BADAŃ	35
4.1. ZASTOSOWANE TECHNIKI BADAŃ STRUKTURY	35
4.2. PREPARATYKA PRÓBEK	37
5. METODA DYFRAKCJI ELEKTRONÓW WSTECZNIE ROZPROSZONYCH	39
5.1. POWSTAWANIE I PRZETWARZANIE OBRAZU DYFRAKCYJNEGO	39
5.2. DETEKcja I INDEKSOWANIE PASM KIKUCHIEGO	44
5.3. ZDOLNOŚĆ ROZDZIELCZA	50
5.4. CZYNNIKI WPŁYWAJĄCE NA JAKOŚĆ OBRAZU DYFRAKCYJNEGO	55
5.5. PARAMETR JAKOŚCI OBRAZU DYFRAKCYJNEGO – DEFINICJA ORAZ ZMIENNE WPŁYWAJĄCE NA JEGO WARTOŚĆ WRAZ Z PRZYKŁADAMI	61
5.6. OBRÓBKA WYNIKÓW EBSD	67
5.6.1. Rodzaje map	67
5.6.2. Metody korekcji punktów analizy	67
5.6.3. Kryteria przynależności pikseli na obrazach EBSD do ziarna	72
6. PRZEGLĄD PARAMETRÓW DOSTĘPNYCH W METODZIE EBSD DO OCENY STRUKTURY STALI WIELOFAZOWEJ PO CZĘŚCIOWEJ REKRYS TALIZACJI	75

7. ANALIZA MOŻLIWOŚCI ZASTOSOWANIA METOD FEG SEM I EBSD DO SCHARAKTERYZOWANIA STRUKTURY BLACH ZE STALI TRIP 400/700 ORAZ DP 350/600 WYTWORZONYCH W WARUNKACH PRZEMYSŁOWYCH	87
8. ANALIZA STRUKTURY BLACH ZE STALI DP PO ZABIEGACH SYMULUJĄCYCH KOLEJNE ETAPY PROCESU ICH WYTWARZANIA	98
8.1. CHARAKTERYSTYKA SKŁADNIKÓW STRUKTURY BLACH ZE STALI DP	98
8.2. ANALIZA ZMIAN STRUKTURY STALI DP W WYNIKU WALCOWANIA NA ZIMNO	103
8.3. BADANIA ZMIAN STRUKTURY PRÓBEK WALCOWANYCH NA ZIMNO PODDANYCH NAGRZEWANIU W ZAKRESIE TEMPERATURY 600÷700°C	110
8.3.1. Wpływ całkowitego gniotu względnego	110
8.3.2. Wpływ temperatury nagrzewania	122
8.3.3. Wpływ szybkości nagrzewania	135
8.4. PRZEMIANY FAZOWE W STALI DP W TRAKCIE NAGRZEWANIA DO ZAKRESU MIĘDZYKRYTYCZNEGO ...	143
8.4.1. Wpływ wartości wstępnego odkształcenia na zimno na strukturę próbek po nagrzewaniu z szybkością 3°C/s do temperatury 750 i 800°C	144
8.4.2. Wpływ szybkości nagrzewania do temperatury 750°C i 800°C na strukturę próbek wstępnie walcowanych na zimno z gniosem $\varepsilon_{hc} = 0,63$	166
9. ANALIZA WYNIKÓW	177
10. WNIOSKI	193
LITERATURA	196
STRESZCZENIE	211
ABSTRACT	213

1. WPROWADZENIE

Pomimo że ogólna wiedza dotycząca wpływu parametrów struktury na właściwości mechaniczne stali wielofazowych jest powszechnie znana, wiele funkcjonalnych cech tych stali zależy od wieloskalowych, niezdefiniowanych ilościowo parametrów struktury. Najbardziej zaawansowane technologicznie metody wytwarzania blach ze stali wielofazowych typu AHSS (ang. Advanced High Strength Steel) przeznaczonych dla przemysłu motoryzacyjnego obejmują między innymi proces ciągłego wyżarzania blach po walcowaniu na zimno, najczęściej połączony z cynkowaniem ogniowym. Przykładowy schemat profili temperaturowych w linii ciągłego wyżarzania blach ze stali wysokowytrzymałych przedstawiono na rysunku 1.1 [1].



Rys. 1.1. Schemat profili temperaturowych w linii ciągłego wyżarzania blach w zależności od gatunków stali: CQ – stale zwykłej jakości; DQ – stale do tłoczenia; DDQ – stale głębokotłoczone; EDDQ – stale ultra głębokotłoczone, HSQ – stale wysokowytrzymałe [1]

Profile temperaturowe dla różnych grup stali AHSS charakteryzują się różnym przebiegiem. Metody wytwarzania blach z poszczególnych grup scharakteryzowano w rozdziale 2. Procesy ciągłego wyżarzania blach są „zamknięte”, co powoduje, że zmiany struktury wyrobów stalowych nie mogą być badane podczas obróbki cieplnej w liniach przemysłowych. Projektowanie procesu ciągłego wyżarzania może się odbywać w oparciu o symulację fizyczną z zastosowaniem eksperymentów, a także symulację numeryczną. Symulacja numeryczna obejmuje zastosowanie matematycznego modelowania i metod numerycznych, które mogą być użyte do analizy zmian struktury wyrobu, mających na celu projektowanie lub poprawę procesu. Najczęściej modele te są tworzone w oparciu o równanie kinetyki JMAK (Johnson-Mehl [2], Avrami [3], Kolmogorov [4]) bądź z wykorzystaniem metody automatów

komórkowych (ang. Cellular Automata, CA) [5–7]. W modelu JMAK można przewidzieć średnie wartości parametrów struktury oraz dobrać parametry cykli temperaturowych zapewniające uzyskanie zakładanego udziału objętościowego składników struktury, takich jak: ferryt, bainit i martenzyt. Model automatów komórkowych dodatkowo umożliwia dokładne przewidywanie rozkładu pierwiastków stopowych oraz końcowej struktury w mezoskali, w przestrzeni 2D i 3D w formie cyfrowej reprezentacji materiału [8, 9] (ang. Digital Material Representation, DMR), co pozwala na generowanie obrazu struktury na każdym etapie procesu technologicznego.

Opracowanie takich modeli wymaga znajomości postępu zmian struktury określonych w badaniach laboratoryjnych odwzorowujących proces. W tym celu wymagane jest dostarczenie informacji w zakresie wpływu poszczególnych parametrów cyklu temperaturowego na zmiany struktury zarówno w ujęciu jakościowym, jak i ilościowym. Jak wspomniano wcześniej, modele są tworzone w oparciu o wyniki badań struktury próbek poddanych symulacjom poszczególnych etapów ciągłego wyżarzania blach. Symulacje powinny być wykonywane dla materiału o zbliżonym stopniu przerobu, jak w procesie technologicznym i obejmować zróżnicowanie parametrów nagrzewania, wygrzewania oraz chłodzenia. Analiza struktury charakteryzującej stan materiału podczas procesu przemysłowego na danym jego etapie, wymaga jej „zamrożenia” podczas symulacji. Podczas procesu ciągłego wyżarzania struktura blachy po walcowaniu na zimno ulega procesom odbudowy związanym ze zdrowieniem i rekrytalizacją, a następnie przemianom fazowym podczas nagrzewania i chłodzenia.

Dokładność modelu umożliwiającego przeprowadzenie symulacji numerycznej procesu ciągłego wyżarzania zależy m.in. od wielkości utworzonej bazy danych. Im baza danych jest szersza, tym model będzie dokładniej odzwierciedlał analizowany proces. Poprawność przewidywania odwzorowania procesu z wykorzystaniem modelu zależy jednak przede wszystkim od prawidłowej identyfikacji mechanizmów zmian struktury i dokładności scharakteryzowania ich kinetyki na poszczególnych etapach cyklu cieplnego. Mechanizmy procesów odbudowy struktury i przemian fazowych najczęściej są analizowane na podstawie badań za pomocą mikroskopii transmisyjnej, podczas gdy zmiany struktury związane z kinetyką ich przebiegu badane są za pomocą mikroskopii świetlnej. Obie metody posiadają pewne ograniczenia. Ograniczeniem mikroskopii transmisyjnej jest niewielki obszar analizy i wysoka pracochłonność. Głównym ograniczeniem metody mikroskopii świetlnej jest natomiast jej rozdzielczość. Analiza za pomocą mikroskopii świetlnej udziału powierzchni zrekrystalizowanej jest trudna do przeprowadzenia dla próbek zawierających poniżej 10% i powyżej 90% udziału powierzchni zrekrystalizowanej. Procedura wyznaczania udziału ziarn zrekrystalizowanych w oparciu o badania metalograficzne została opisana przez Orsetti-Rossi [10]. Technika ta nie dostarcza informacji o wartościach

kątów dezorientacji pomiędzy ziarnami, co może wpływać na złą interpretację wyników, związaną np. z brakiem możliwości odróżnienia ziarn od podziarn. Zachodzi wówczas duże prawdopodobieństwo niepoprawnej klasyfikacji, prowadzące do uzyskania błędnych wyników badań. Ograniczona rozdzielczość mikroskopów świetlnych praktycznie uniemożliwia rozróżnienie ziarn od podziarn. Konieczność wykonania ilościowej analizy struktury na zdjęciach za pomocą specjalistycznych programów wymaga znacznego nakładu pracy [10, 11]. Udział powierzchni zrekrystalizowanej można również wyznaczać za pomocą pomiarów twardości. Jest to metoda wymagająca mniej zaangażowania i prostsza w analizie. Wyniki pomiarów twardości mogą jednak prowadzić do wyciągnięcia nieprawidłowych wniosków w przypadku równoległego występowania w materiale procesów wydzieleniowych lub zdrowienia, które odpowiednio podwyższają [12, 13] lub obniżają [14] właściwości mechaniczne [14, 15].

Największy wpływ na strukturę i właściwości mechaniczne blach mają przemiany fazowe podczas nagrzewania i chłodzenia. W efekcie końcowym blachy posiadają strukturę wielofazową, która może być złożona np. z ferrytu, bainitu, martenzytu, austenitu szczątkowego czy cementytu. Podobnie jak w przypadku badań procesu rekrytalizacji metoda mikroskopii świetlnej charakteryzuje się ograniczonymi możliwościami w analizie struktur stali wielofazowych, związanymi głównie z rozdzielczością. Metoda ta nie pozwala na ujawnienie morfologii niektórych składników struktury, a tym samym rozróżnienie np. występujących w stali typów bainitu. W celu lepszej identyfikacji składników struktury stali wielofazowych z wykorzystaniem mikroskopii świetlnej stosowanych jest kilka odczynników chemicznych. Najpopularniejszym z nich jest nital, który ujawnia granice ziarn i w sposób ograniczony umożliwia odróżnienie ferrytu od pozostałych składników struktury, bez ich jednoznacznej identyfikacji. Składnikami tymi najczęściej są bainit i martenzyt, nazywane również w pracy twardymi składnikami struktury. Stosowane są również odczynniki Klemma i Le Pera, pozwalające na rozróżnianie składników struktury poprzez różnice w ich zabarwieniu po wytrawieniu. Odczynnik Klemma pozwala ujawnić obecność austenitu szczątkowego, podczas gdy odczynnik Le Pera ujawnia obszary złożone z martenzytu i austenitu. Procedurę wyznaczania udziału powierzchniowego poszczególnych składników struktury stali wielofazowej obejmującą analizę wyników uzyskanych po trawieniu tej samej próbki dwoma ww. odczynnikami przedstawiono w pracy [16]. Udział powierzchniowy martenzytu i bainitu (wymaga wytrawienia próbki dwoma odczynnikami) wyznaczono z zależności (1.1, 1.2):

$$A_A^M = A_A^{M+RA(LePera)} - A_A^{RA(Klemm)} \quad (1.1)$$

$$A_A^B = (1 - A_A^{F(Klemm)}) - A_A^{M+RA(LePera)} \quad (1.2)$$

gdzie: $A_A^{X(Klemm)}$ i $A_A^{X(LePera)}$ oznaczają udziały powierzchniowe wyznaczone po trawieniu danym odczynnikiem, X – badany składnik struktury: M – martenzyt, B – bainit, RA – austenit szczytkowy, F – ferryt.

Opisane wyżej ograniczenia mikroskopii świetlnej i elektronowej transmisyjnej w badaniach struktur stali są przesłanką do rozwoju i adaptacji metod opartych o wysokorozdzielczą elektronową mikroskopię skaningową FEG SEM (ang. Field Emission Gun Electron Scanning Microscope) z szerokim wykorzystaniem metody dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych – EBSD (ang. Electron Backscatter Diffraction). W metodach FEG SEM i EBSD udało się połączyć szereg zalet badań struktury prowadzonych metodami mikroskopii świetlnej i elektronowej transmisyjnej. Początki elektronowej mikroskopii skaningowej przypadają na przełom lat 30. i 40. ubiegłego wieku. Zasada działania SEM została opatentowana w roku 1938 przez Manfreda von Ardenne, a następnie opisana w publikacji jego autorstwa [17]. W roku 1942, V. Zvorykin – amerykański radiotechnik i elektronik rosyjskiego pochodzenia, zbudował pierwszy elektronowy mikroskop skaningowy [18]. Po raz pierwszy działło z emisją polową, jako emiter elektronów w skaningowym mikroskopie elektronowym, zastosował A. Crewe w 1968 roku [19, 20]. Pozwoliło to na uzyskanie zdolności rozdzielczej mikroskopu wynoszącej ok. 7 nm [19]. Obecne komercyjne, wysokorozdzielcze mikroskopy skaningowe charakteryzują się zdolnością rozdzielczą ok. 1 nm [21–23]. Coraz częściej mikroskopy FEG SEM są łączone z detektorami do badań EBSD. Za początek rozwoju metody EBSD uważa się rok 1928, kiedy to wspólnie Nishikawa i Kikuchi przedstawili pierwsze dyfrakcje elektronów ugiętych na kalcycie [24], a drugi z autorów samodzielnie opublikował wyniki dyfrakcji elektronów uzyskane z kryształu miki [25]. Stąd też metodę dyfrakcyjną wiąże się z japońskim fizykiem Kikuchim, używając powszechnie dla opisu linii dyfrakcyjnych sformułowania linii Kikuchiego. Badania orientacji materiałów za pomocą dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych rozpoczęli na początku lat 70. XX wieku Venables, Harland i Bin-Jaya [26, 27]. Wtedy również wprowadzono do powszechnego użytku nazwę EBSP (ang. Electron Back-Scatter Pattern) obecnie zamiennie stosowaną z nazwą EBSD. Prowadzono również badania nad rozwojem metody indeksowania obrazu dyfrakcyjnego i wyznaczania orientacji. Jako pierwszy technikę automatycznego indeksowania obrazu dyfrakcyjnego z wykorzystaniem techniki komputerowej w badaniach struktury krystalograficznej zastosował Dingley [28, 29]. Dalszy rozwój metod automatycznego indeksowania obrazów dyfrakcyjnych pozwolił na wyznaczanie map orientacji OIM (ang. Orientation Imaging Microscopy) [30]. Dzięki tym możliwościom metoda EBSD znajduje obecnie szerokie zastosowania aplikacyjne nie tylko w analizie rozkładu orientacji, ale również w dużym stopniu w ilościowej analizie obrazu. Metoda EBSD połączona z FEG SEM dodatkowo pozwala na kompleksowe, tj. jakościowe i ilościowe

badania stopów metali i innych materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze, często o nanometrycznych rozmiarach ziarn [31–37]. Stanowi to istotny rozwój metodyki badań materiałów, które jeszcze niedawno badano jedynie za pomocą transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM) [38–40].

W pracy przedstawiono wyniki zastosowania metody FEG SEM i EBSD w badaniach struktury blach po walcowaniu na zimno i po poszczególnych etapach procesu ciągłego wyżarzania.

Monografia zawiera 10 rozdziałów. W rozdziale 2 stanowiącym przegląd literatury, scharakteryzowano poszczególne grupy stali AHSS wraz z opisem obróbki cieplnej stosowanej w procesach przemysłowych. Przedstawiono przykładowy przemysłowy proces ciągłego wyżarzania blach. Cele, materiał i zakres pracy zamieszczono w rozdziale 3, natomiast metodykę badań w rozdziale 4. Metodzie EBSD, ze względu na szerokie jej wykorzystanie w niniejszej pracy, poświęcono rozdział 5, w którym zawarto podstawy teoretyczne metody oraz scharakteryzowano wpływ różnych zmiennych na jakość obrazu dyfrakcyjnego, a tym samym na uzyskiwany wynik analizy. Przy opisie tego wpływu korzystano głównie z własnych wyników, uzyskanych w trakcie wieloletnich badań z wykorzystaniem metody EBSD na różnych rodzajach materiałów. W rozdziale 5 opisano również sposoby przetwarzania wyników analizy EBSD. Kolejne dwa rozdziały poświęcono możliwości zastosowania metody FEG SEM i EBSD do badania struktury próbek stalowych odpowiednio po częściowej rekrytalizacji oraz po przemianach podczas nagrzewania i chłodzenia. Wyniki badań struktury blach ze stali DP po zabiegach symulujących kolejne etapy procesu ich wytwarzania przedstawiono w rozdziale 8. Uzyskane wyniki wykazały, że w rzeczywistości stale DP są stalami wielofazowymi i stąd też w pracy stosowano zamiennie oba nazewnictwa. Analizę wyników przeprowadzono w rozdziale 9, natomiast wnioski z badań wyszczególniono w rozdziale 10.

10. WNIOSKI

W monografii szczegółowo opisano zagadnienia teoretyczne oraz praktyczne wykorzystania metody EBSD sprzężonej z wysokorozdzielczym elektronowym mikroskopem skaningowym FEG SEM w badaniach struktur stali wielofazowych. Przedstawiono wpływ różnych zmiennych na jakość uzyskiwanych wyników EBSD w oparciu o własne, kilkuletnie doświadczenia. Na przykładach scharakteryzowano możliwości wykorzystania i interpretacji różnych parametrów wyznaczanych w analizie EBSD w badaniach struktur stali wielofazowych oraz po częściowej rekrytalizacji statycznej. Korzystając z metody EBSD przeprowadzono szczegółowe badania struktury blach na poszczególnych etapach procesu ciągłego wyżarzania. Scharakteryzowano wpływ wartości odkształcenia, szybkości i temperatury nagrzewania oraz szybkości chłodzenia na zmiany zachodzące w strukturze stali o składzie chemicznym odpowiadającym stali DP. Usystematyzowano i opisano różne składniki struktur stali wielofazowych.

Najważniejsze wnioski o charakterze metodycznym:

1. Wyznaczanie wartości kątów dezorientacji w metodzie EBSD pozwala na rozróżnianie ziarn od podziarn.
2. Udowodniono, że równoczesna analiza wartości parametrów $KAM \leq 0,5^\circ$ i $GAM \leq 1,0^\circ$, wyznaczających odpowiednio sumaryczny udział struktury po zdrowieniu i rekrytalizacji oraz po samej rekrytalizacji, pozwala na ilościowy opis procesów odbudowy struktury. Metoda FEG SEM+EBSD pozwala zatem opisywać procesy odbudowy struktury zarówno w sposób jakościowy, jak i ilościowy.
3. Metodą Met-Ilo zweryfikowano wyznaczanie udziału powierzchniowego składników struktury stali wielofazowych za pomocą dekonwolucji rozkładu IQ . Wykazano zgodność uzyskanych wyników obiema metodami.
4. Metoda EBSD pozwala na rozróżnianie twardych składników struktury na podstawie dominujących, charakterystycznych dla nich kątów dezorientacji. Wyjątkiem jest rozróżnienie bainitu dolnego od martenzytu ze względu na pokrywające się wartości charakterystycznych dla tych składników kątów w zakresie $55\div 60^\circ$. W tym przypadku niezbędna jest analiza morfologii składników struktury.
5. Występowanie w strukturze martenzytu z bainitem charakteryzujących się dużym udziałem kątów dezorientacji w przedziale $50\div 60^\circ$, uniemożliwia wyznaczenie średniej średnicy równoważnej ziarna za pomocą metody EBSD, gdyż system analityczny identyfikuje granice wewnątrz martenzytu z bainitem jako granice ziarn, co wpływa na zaniżanie wyznaczanych wartości. Stąd też analizę ilościową przeprowadzono z wykorzystaniem specjalistycznego oprogramowania do ilościowej analizy obrazu.

Do najważniejszych wniosków o charakterze poznawczym zaliczyć można:

6. W stalach wielofazowych można wyróżnić pięć typów bainitu nazwanych umownie: bainit ziarnisty, bainit górny, zdegenerowany bainit górny, bainit dolny oraz zdegenerowany bainit dolny. Typy te różnią się rodzajem, morfologią i zależnościami krystalograficznymi występującego w nich składnika towarzyszącego ferrytowi bainitycznemu. Opracowane schematy morfologii oraz warunki tworzenia poszczególnych typów bainitu stanowią ważną wartość poznawczą w interpretacji struktur stali wielofazowych.
7. Zwiększenie wartości odkształcenia w procesie walcowania na zimno prowadzi do tworzenia się pasm odkształcenia, oddzielonych od siebie początkowo granicami wąskokątowymi, które stopniowo wraz ze stopniem odkształcenia zastępowane są granicami szerokokątowymi. Po największych odkształceniach struktura złożona jest z przecinających się pasm odkształcenia o zróżnicowanych orientacjach i dużym nasyceniu granicami szerokokątowymi, co nie pozwala na przeprowadzenie ilościowej oceny ziarn pierwotnych.
8. Podczas nagrzewania próbek uprzednio odkształconych na zimno, w obszarach ferrytu następuje przebudowa struktury związana z tworzeniem się podziarn o granicach wąskokątowych, które następnie przekształcają się w szerokokątowe granice ziarn. W obszarach występowania perlitu zachodzi proces dyfuzji węgla do granic podziarn/ziarn i koagulacja węglików na tych granicach. Pomiedzy skoagulowanymi cząstkami powstają nowe, drobne, zrekrytalizowane ziarna o granicach szerokokątowych. Wyznaczono wpływ wartości odkształcenia po walcowaniu na zimno, szybkości oraz temperatury nagrzewania na kinetykę procesów odbudowy struktury.
9. Podczas nagrzewania próbek powyżej temperatury A_{C1} następuje zarodkowanie austenitu głównie na skoagulowanych cząstkach cementytu i jego wzrost w granicach ziarn ferrytu. Wyniki badań pozwoliły na schematyczne opisanie przebiegu procesu zarodkowania i wzrostu austenitu.
10. Utworzony w wyniku nagrzewania austenit ulega podczas chłodzenia przemianie w martenzyt i bainit. Wykazano tworzenie się wysp martenzytu z bainitem, będących efektem zróżnicowania zawartości węgla w austenicie. Po chłodzeniu z temperatury 750°C w strukturze oprócz ferrytu stwierdzono niewielkie ilości martenzytu z bainitem, występujące w obszarach perlitu i/lub byłego perlitu. Po chłodzeniu z temperatury 800°C powstała struktura złożona jest z ferrytu i wysp martenzytu z bainitem.
11. Wzrost wstępnego odkształcenia na zimno próbek w zakresie $\epsilon_{\text{hc}} = 0,25 \div 0,50$ prowadzi po ich nagrzewaniu do temperatury 750°C i następnym chłodzeniu w helu do wzrostu udziału martenzytu z bainitem

z 2,6 do 8,0%, co związane jest z zwiększeniem siły napędowej przemiany austenicznej wywołanej rosnącym odkształceniem. Dalsze zwiększanie gniotu powoduje początkowo spadek udziału tych składników a następnie całkowity ich brak w strukturze. Można to powiązać z pochłanianiem prawie całej skumulowanej w strukturze energii pochodzącej z odkształcenia przez proces rekrytalizacji oraz fragmentacją płytek cementytu i zmniejszaniem się odległości między nimi w obszarach perlitu w wyniku wzrostu wartości odkształcenia. Oba zjawiska hamują proces austenizacji.

12. Podobny jest charakter zmian zachodzących w strukturze próbek wstępnie odkształconych z gniotem w zakresie $\epsilon_{hc} = 0,25 \div 0,50$, a następnie nagranych do temperatury 800°C i chłodzonych w helu. Sumaryczny udział martenzytu i bainitu jest jednak większy niż w próbkach nagrzewanych do temperatury 750°C. Stwierdzono, że w tym zakresie odkształceń rośnie udział bainitu a maleje martenzytu, na co wskazują również wyznaczone w oparciu o wyniki badań dylatometrycznych temperatury M_s dla próbek o różnych wartościach odkształceń. Zwiększenie wartości gniotu powyżej $\epsilon_{hc} = 0,50$ powoduje zmniejszenie udziału powierzchniowego wysp martenzytu z bainitem. Wyspy te występują głównie na granicach zrekrystalizowanych ziarn ferrytu, co wskazuje na dyfuzję węgla i koagulację węglików na granicach tych ziarn. Przypuszczalnie utworzony austenit charakteryzował się większą jednorodnością węgla, co spowodowało utworzenie się po chłodzeniu głównie martenzytu.
13. Wykazano, że zwiększenie szybkości nagrzewania z 1 do 10°C/s do temperatury 800°C powoduje zwiększenie udziału martenzytu z bainitem w próbkach po ich chłodzeniu helem z 14,4 do 21,9%. W oparciu o badania dylatometryczne wykazano również, że zwiększenie szybkości nagrzewania do 800°C powoduje zwiększenie udziału austenitu. Przy większym udziale austenitu zmniejsza się w nim średnia zawartość węgla, co wpływa na wzrost temperatury M_s i zwiększenie udziału martenzytu po chłodzeniu. Stwierdzono, że w przypadku większych szybkości nagrzewania powstały austenit tworzy się głównie w obszarach byłego perlitu, ograniczając czas dla zachodzenia procesów dyfuzyjnych. Dla wolnych szybkości nagrzewania proces rekrytalizacji, dyfuzji węgla i koagulacji na granicach nowych ziarn został zakończony przed przemianą austeniczną.

Wyniki badań, na podstawie których sformułowano wnioski 2, 11, 12 i 13, stanowią oryginalny wkład autora w dziedzinie inżynierii materiałowej.

ZASTOSOWANIE MIKROSKOPII SKANINGOWEJ I DYFRAKCJI ELEKTRONÓW WSTECZNIE ROZPROSZONYCH W BADANIACH STRUKTURY BLACH ZE STALI WIELOFAZOWYCH NA RÓŻNYCH ETAPACH PROCESU CIĄGŁEGO WYŻARZANIA

STRESZCZENIE

Celem pracy było doskonalenie narzędzi do analizy struktury w oparciu o parametry wyznaczane za pomocą metody EBSD oraz szcharakteryzowanie wpływu wartości odkształcenia po walcowaniu na zimno, szybkości i temperatury nagrzewania na strukturę i kinetykę zmian w blachach o składzie chemicznym odpowiadającym stali DP.

W ramach pracy szcharakteryzowano możliwości badawcze struktury blach ze stali wielofazowych na poszczególnych etapach procesu ciągłego wyżarzania za pomocą elektronowej mikroskopii skaningowej FEG SEM z wykorzystaniem metody EBSD. Opisano poszczególne grupy stali wielofazowych stosowane w przemyśle motoryzacyjnym oraz przykładowy proces ciągłego wyżarzania blach. Scharakteryzowano teoretyczne podstawy metody EBSD wraz z wpływem różnych parametrów opisujących ustawienia systemu pomiarowego oraz stanu badanego materiału na uzyskiwane wyniki badań. Na przykładach przedstawiono możliwości wykorzystania oraz interpretacji różnych parametrów wyznaczanych tą metodą w badaniach struktur stali podlegających procesom odbudowy struktury w procesie wyżarzania. Wykazano bardzo dużą użyteczność metody EBSD w badaniach różnych składników struktury stali wielofazowych.

W oparciu o dane literaturowe stwierdzono, że brak jest metody pozwalającej na ilościowe wyznaczenie udziału powierzchniowego struktury po zdrowieniu i rekrytalizacji. Brak jest również szczegółowych danych dotyczących wpływu wartości odkształcenia po walcowaniu na zimno na zmiany struktury wywołane nagrzewaniem do temperatury wyżarzania międzykrytycznego oraz następnym chłodzeniem. W wymienionych obszarach badań monografia stanowi oryginalny wkład autora w rozwój inżynierii materiałowej.

W ramach pracy wykonano badania struktury blach po walcowaniu na zimno próbek o zróżnicowanych wartościach całkowitego gniotu względnego w zakresie $\varepsilon_{hc} = 0,11 \div 0,75$. Próbkę poddano cyklowi nagrzewania z szybkościami od 1 do 10°C/s do temperatur w zakresie 600÷800°C z następnym chłodzeniem helem. Następnie przeprowadzono badania struktury próbek, które pozwoliły na określenie wpływu odkształcenia na zimno, szybkości i temperatury nagrzewania na przebieg procesów odbudowy struktury, przemiany podczas nagrzewania i chłodzenia.

Wykazano, że metoda EBSD dzięki możliwościom wyznaczania kątów dezorientacji pozwala na odróżnianie ziarn od podziarn. Udowodniono,

że równoczesna analiza wartości parametrów $KAM \leq 0,5^\circ$ i $GAM \leq 1,0^\circ$, wyznaczających odpowiednio sumaryczny udział struktury po zdrowieniu i rekrytalizacji oraz po samej rekrytalizacji, pozwala na ilościowy opis procesów odbudowy struktury. Opisano morfologię i zależności krystalograficzne składników struktury stali wielofazowych. Opracowano modele budowy pięciu typów bainitu: ziarnistego, górnego, zdegenerowanego górnego, dolnego i zdegenerowanego dolnego.

Wykazano, że zwiększenie odkształcenia na zimno powoduje tworzenie się pasm odkształcenia, oddzielonych granicami wąskokątowymi, w obrębie których ze wzrostem odkształcenia tworzą się granice szerokokątowe. Stwierdzono, że podczas nagrzewania próbek do temperatury poniżej 700°C , w ferrycie następuje tworzenie się podziarn o granicach wąskokątowych, które ze wzrostem temperatury przekształcają się w szerokokątowe granice ziarn. W obszarach perlitu obserwuje się efekty procesu dyfuzji węgla do granic podziarn/ziarn oraz skoagulowane na tych granicach węgliki. Pomiędzy węglkami powstają drobne, zrekrystalizowane ziarna o granicach szerokokątowych. Wykazano, że zwiększenie wartości odkształcenia na zimno, temperatury nagrzewania do 700°C oraz zmniejszenie szybkości nagrzewania powoduje wzrost zaawansowania procesów odbudowy struktury. Nagrzewanie próbek powyżej temperatury A_{C1} powoduje zarodkowanie austenitu głównie na skoagulowanych cząstkach cementytu i jego wzrost wzdłuż granic ziarn ferrytu. W wyniku chłodzenia austenit podlega przemianie w martenzyt z bainitem. Struktura próbek chłodzonych z temperatury 750°C złożona jest z ferrytu, niewielkich ilości pozostałego perlitu oraz martenzytu z bainitem, podczas gdy po chłodzeniu z temperatury 800°C nie stwierdzono obecności perlitu. Wykazano, że ze wzrostem odkształcenia na zimno w zakresie $\epsilon_{hc} = 0,25 \div 0,50$ zwiększa się udział powierzchniowy martenzytu z bainitem po nagrzewaniu i chłodzeniu z temperatury 750°C , co powiązane jest ze wzrostem siły napędowej przemiany austenitycznej wywołanej rosnącym odkształceniem. Dalsze zwiększenie wartości odkształcenia powoduje zmniejszanie się udziału tych składników, będące efektem fragmentacji płytek cementytu i zmniejszania się odległości między nimi w obszarach perlitu, a także pochłonięcia skumulowanej energii odkształcenia przez proces rekrytalizacji. Podobną zależność pomiędzy wartością odkształcenia na zimno a udziałem martenzytu z bainitem stwierdzono dla próbek po chłodzeniu z temperatury 800°C . Wykazano, że ze wzrostem odkształcenia w zakresie $\epsilon_{hc} = 0,25 \div 0,50$ zwiększa się udział bainitu i zmniejsza martenzytu. Dalsze zwiększenie odkształcenia powoduje zmniejszenie sumarycznego udziału tych składników, przy czym zwiększa się udział martenzytu kosztem bainitu. Zwiększanie szybkości nagrzewania próbek z 1 do 10°C/s do temperatury 800°C i chłodzonych helem prowadzi do wzrostu udziału pakietów martenzytu z bainitem. Wykazano, że udział austenitu rośnie ze wzrostem szybkości nagrzewania do 800°C . Zwiększenie udziału austenitu powoduje zwiększenie temperatury M_s i wzrost udziału martenzytu z bainitem.

APPLICATION OF SCANNING MICROSCOPY AND BACKSCATTERED ELECTRON DIFFRACTION IN RESEARCH ON THE STRUCTURE OF MULTI-PHASE STEEL AT VARIOUS STAGES OF CONTINUOUS ANNEALING

ABSTRACT

The study was aimed at improvement of the analytical tools for structure analysis based on parameters provided by means of EBSD method and description of the influence of deformation during cold rolling as well as rate and temperature of heating on the structure and kinetics of changes in strips with chemical composition corresponding to DP steel.

The study included characterization of research possibilities of the structure of multi-phase steel strips at particular stages of continuous annealing by means of FEG SEM scanning electron microscopy, using EBSD method. Particular groups of multi-phase steels used in automotive industry as well as continuous annealing process of strips were also described. Additionally, theoretical foundations of EBSD method along with impact of various parameters describing the settings of measurement system as well as the condition of the examined material on the obtained results of research were characterized. Examples of possibilities for application and interpretation of various parameters set by the said method in the research on the structure of steels subject to reconstruction during annealing were presented. High usefulness of EBSD method in research on various components of structure of multi-phase steels was proven.

Based on reference sources, it was ascertained that no method exists that would facilitate quantitative determination of area fraction of the structure subject to recovery and recrystallization. Moreover, no detailed data is available on the impact of deformation value after cold rolling on changes in the structure resulting from heating to the temperature of inter-critical annealing and subsequent cooling. In the said areas of research, the monograph constitutes an original contribution of the author to development of materials engineering.

Structural examinations of strips were performed after cold rolling with various values of total relative draft in the range of $\varepsilon_{hc} = 0.11 \div 0.75$. Samples were subject to heating cycles at rates from 1 to 10°C/s to temperatures ranging from 600 to 800°C, followed by helium cooling. Subsequently, examinations of the structure of samples were performed that facilitated determination of the impact of cold deformation, rate and temperature of heating on the course of structure recovery and transitions during heating and cooling.

It was shown that EBSD method, owing to the possibility of determining misorientation angles, allows distinguishing grains from subgrains. It was proven that simultaneous analysis of the values of $KAM \leq 0.5^\circ$ and $GAM \leq 1.0^\circ$ parameters, allows determination of the total area fraction of structure following recovery and recrystallization as well as following recrystallization alone, respectively and facilitates quantitative description of the processes of structure reconstruction. Morphology and crystallographic relations of the components of multi-phase steels' structure were also described. Structural classification was developed for five types of bainite: granular bainite, upper bainite, degenerated upper bainite, lower bainite and degenerated lower bainite.

It was demonstrated that increase in cold deformation results in formation of deformation bands, separated with low-angle boundaries where along with increase of deformation high-angle boundaries are formed. It was ascertained that during heating of samples to the temperature below 700°C subgrains of low-angle boundaries are formed in ferrite which along with temperature increase, evolve into high-angle boundaries. In the areas of pearlite, effects of carbon diffusion to boundaries of subgrains/grains are observed as well as carbides coagulation at the said boundaries. Small, recrystallized grains of high-angle boundaries are formed among carbides. It was proven that increase in cold deformation value, temperature of heating to 700°C as well as reduction in the rate of heating results in improvement in progress of structure recovery. Heating of samples above A_{C1} temperature results in nucleation of austenite mainly on coagulated particles of cementite, and its growth along ferrite grains' boundaries. As a result of cooling, austenite is subject to transformation into martensite with bainite. Structure of the samples cooled from the temperature of 750°C is composed of ferrite, minor volumes of martensite with bainite and pearlite, whereas following cooling from the temperature of 800°C , no pearlite was found. It was shown that along with increase in cold deformation in the range $\epsilon_{hc} = 0.25 \div 0.50$, area fraction of martensite with bainite following heating and cooling from the temperature of 750°C increases, which is related to the increase in driving force of austenitic transformation resulting from increasing deformation. Further increase in deformation value leads to decrease of the area fraction of the said components, resulting from cementite plates fragmentation and decrease in the distance between them in pearlite areas, as well as absorption of cumulated energy of deformation by recrystallization. Similar relation between the value of cold deformation and area fraction of martensite with bainite was found for samples following cooling from the temperature of 800°C . It was proven that area fraction of bainite increases, while fraction of martensite decreases along with an increase in deformation in the range of $\epsilon_{hc} = 0.25 \div 0.50$. Further increase in deformation results in decrease in total area fraction of the said components, whereas fraction of martensite grows

at the cost of bainite. Increase in the rate of heating of samples from 1 to 10°C/s to the temperature of 800°C and cooling with helium, leads to increase of the area fraction of martensite and bainite. It was shown that fraction of austenite grows along with increase in the rate of heating to 800°C. Increase in the fraction of austenite results in an increase of the temperature M_s and increase of the area fraction of martensite with bainite.

