

## **ИССЛЕДОВАНИЕ МОРФОЛОГИИ И ТОПОЛОГИИ ПЛАСТИНЧАТОГО И ЗЕРНИСТОГО ПЕРЛИТА СТАЛИ У8 НА СУБМИКРОННОМ УРОВНЕ**

Л.П. Арефьева, В.В. Дука, Е.Г. Дроган

*ФГБОУ ВО «Донской государственный технический университет»*

*344011, Россия, Ростов-на-Дону, пл. Гагарина, 1*

*Ludmilochka529@mail.ru*

DOI: 10.26456/pcascnn/2023.15.239

**Аннотация:** В работе приведены результаты исследования субмикронной структуры углеродистой эвтектоидной стали методом атомно-силовой микроскопии, проведенного в соответствии с действующими международными стандартами. Исследование проводилось на образцах, полученных двумя способами: полным отжигом и отжигом на зернистый перлит. Первый образец имел структуру пластинчатого перлита, второй – зернистого перлита. Наличие данных структур контролировалось оптической микроскопией и измерениями твердости по методу Роквелла. Препарирование образцов включало операции вырезки, шлифования, полирования и травления. Количественная оценка структурных составляющих перлита проводилась с использованием прикладного пакета ImageJ. Объемная доля феррита составляла порядка 88%. Исследованы топология и морфология поверхностей методом атомно-силовой микроскопии в прерывисто-контактном режиме. Определены амплитудные характеристики поверхностей, форма и размеры структурных составляющих перлита. Показано, что проведенный анализ субмикроструктуры позволяет однозначно идентифицировать фазовые составляющие стали.

*Ключевые слова:* эвтектоидная сталь, зернистый перлит, пластинчатый перлит, субмикроструктура, атомно-силовая микроскопия

### **1. Введение**

Одной из главных задач современного материаловедения является разработка методик анализа и диагностики наноматериалов разной мерности, в том числе субмикронной структуры металлов и сплавов. Для получения заданных свойств стали и сплавы подвергаются различным видам обработки, в процессе которой происходит изменение фазового состава, микроструктуры и химического состава. Изменение структуры исследуется с помощью оптической микроскопии с разрешением до 0,1 мкм. Актуальным направлением развития методов анализа и диагностики является увеличение разрешающей способности оборудования. Атомно-силовая микроскопия (АСМ) дает информацию о топологии, морфологии и фрактальных свойствах не только наноматериалов, но и о микро- и наноструктуре сталей [1-11]. В частности, с помощью АСМ проведена идентификация фазового состава сталей после термообработки [3-5], исследованы поверхности излома [6], упругие характеристики фаз [7], влияние деформации [8, 9], локальной и питтинговой коррозии [10], трения и износа [11] на структуру и свойства сталей разных классов. Преимуществом АСМ является регистрация

данных в трех измерениях и исследование амплитудных характеристик поверхности [12].

Целью данной работы является анализ субмикроструктуры углеродистой эвтектоидной стали с разной морфологией фазовых составляющих методом АСМ.

## **2. Методика исследования**

В качестве объекта исследования выбрана сталь У8 после полного отжига (образец 1) и отжига на зернистый перлит (образец 2). В структуре отсутствует вторая фаза, что упрощает идентификацию составляющих перлита. Отжиг на зернистый перлит – длительная выдержка в течение 3 часов при температуре 780°C и последующее медленное охлаждение. Микроанализ проводился с помощью микроскопа Neophot-21 на микрошлифах после полирования и травления реактивом Ржешотарского. Для исследования рельефа поверхностей применялись прерывисто-контактный режим и режим фазового контраста АСМ (PHYWE, Германия). Для оценки морфологии и топологии поверхностей образцов использовались амплитудные параметры, включенные в международные стандарты [12]: размах высот  $S_y$ , средняя арифметическая  $S_a$  и средняя квадратическая  $S_q$  шероховатости, асимметрия  $S_{sk}$ , эксцесс  $S_{ku}$ . Их расчеты проводились по встроенным алгоритмам пакета Gwyddion [13].

## **3. Обсуждение результатов**

На рис. 1 показаны микроструктуры образцов стали У8. С помощью пакета ImageJ [14] установлено, что объемная доля цементита (светлая фаза) значительно меньше ( $f \sim 12\%$ ) объемной доли феррита у обоих образцов, что характерно для данного класса стали. Эвтектоид образца 1 состоит из пластинок цементита различной толщины в феррите. Структура образца 2 состоит из мелких зерен цементита различной величины в феррите. Контроль структуры образцов также проводился с помощью измерения твердости по Роквеллу: образец 1 –  $26,3 \pm 0,9$  HRC, образец 2 –  $20 \pm 1$  HRC, что соответствует техническим характеристикам структур.

На рис. 2 а, б показано трехмерное АСМ изображение поверхности образцов 1 и 2. Для детального анализа морфологии получены профили поверхности и изображения в режиме фазового контраста обоих образцов. У образца со структурой пластинчатого перлита четко видны отдельные пластины, перепад высот между которыми составляет не менее 30-50 нм. Следовательно, в область сканирования попали пластины и феррита, и цементита, и границы между ними и соседними пластинами.

На рис. 3 а, б показаны профили, проведенные вдоль оси  $X$

изображения (поперек пластин), и вдоль оси  $Y$  (вдоль пластин). Видно, профили по  $X$  имеют периодичность и повторение формы – выступы и глубокие впадины. В направлении оси  $Y$  профили более гладкие и практически не имеют глубоких впадин, разделяющих частицы. Используя встроенные алгоритмы измерения длин на изображении, установлены усредненные размеры пластин перлита, феррита и цементита.

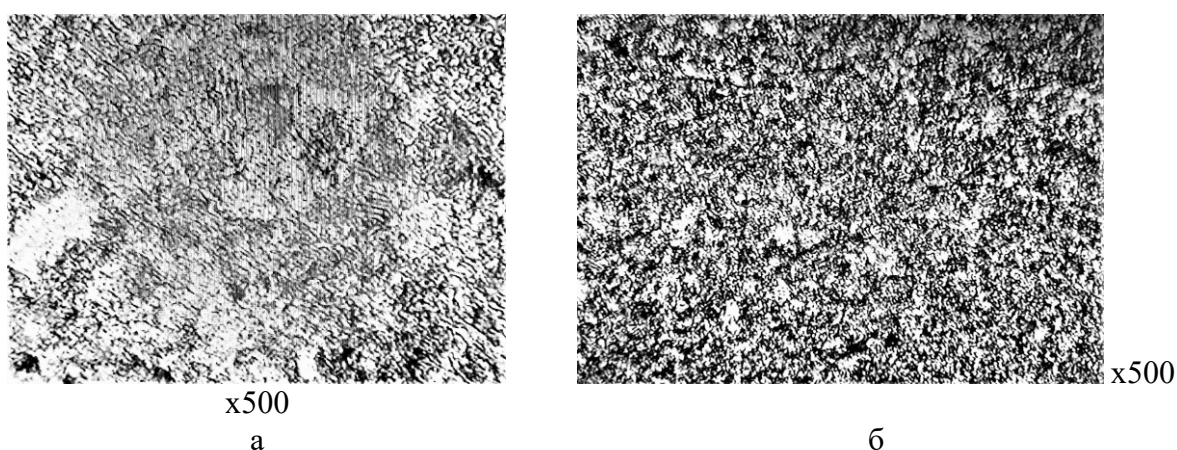


Рис. 1. Микроструктура стали У8 после отжига: а – полного; б – на зернистый перлит.

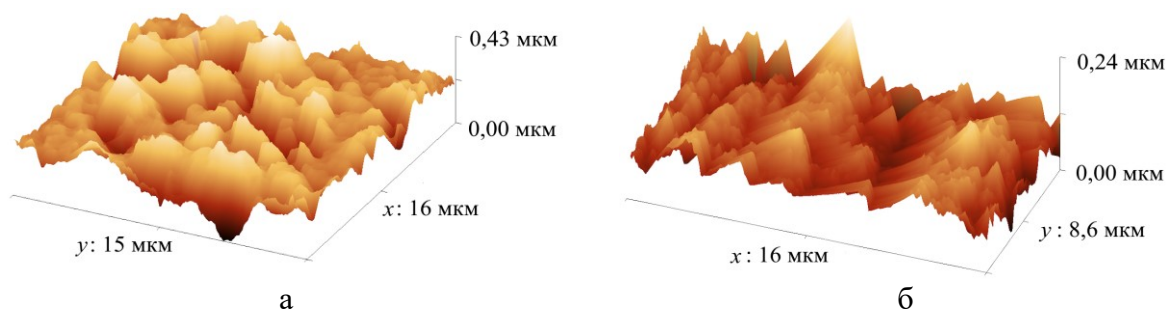


Рис. 2. 3D-изображение поверхности стали У8: а – пластинчатый перлит; б – зернистый перлит.

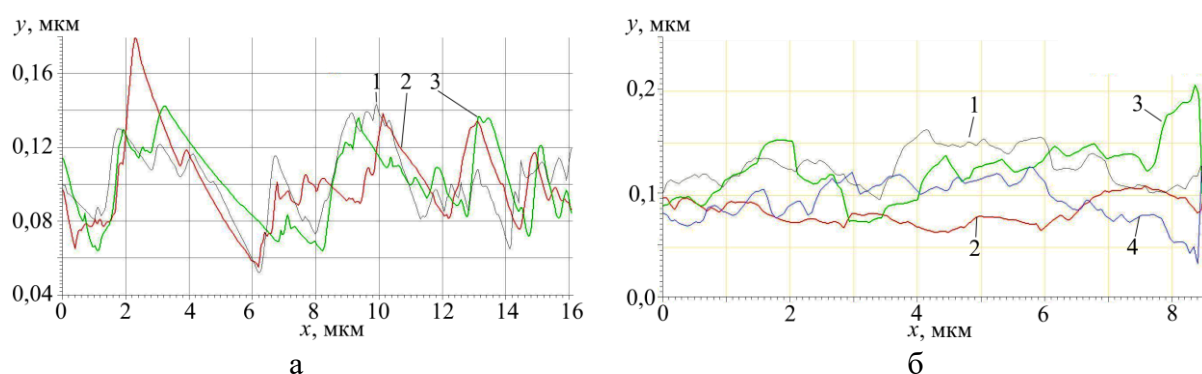


Рис. 3. Профили поверхности образца со структурой пластинчатого перлита: а – в направлении оси  $X$  АСМ-изображения, б – в направлении оси  $Y$  АСМ-изображения.

Геометрические размеры и форма особенностей поверхности указанных частей позволяют считать их разными структурными

составляющими. Так как данный образец имеет пластинчатую структуру, то необходимо установить амплитудные параметры фаз цементита и феррита и оценить толщину пластин. Для этого необходимо провести сравнение экспериментальных характеристик поверхности с расчетными. Толщину пластин цементита рассчитывают по известной формуле

$$t_c = \frac{1,03f}{1-f} h, \quad (1)$$

где  $h$  – толщина пластин перлита, мкм. Из усредненных геометрических параметров поверхности с учетом данных фазового контраста и текстуры получено значение средней толщины пластин перлита  $h = 7,0 \pm 0,3$  мкм. Отсюда  $t_c = 0,983 \pm 0,042$  мкм. Толщина пластин феррита  $6,017 \pm 0,258$  мкм.

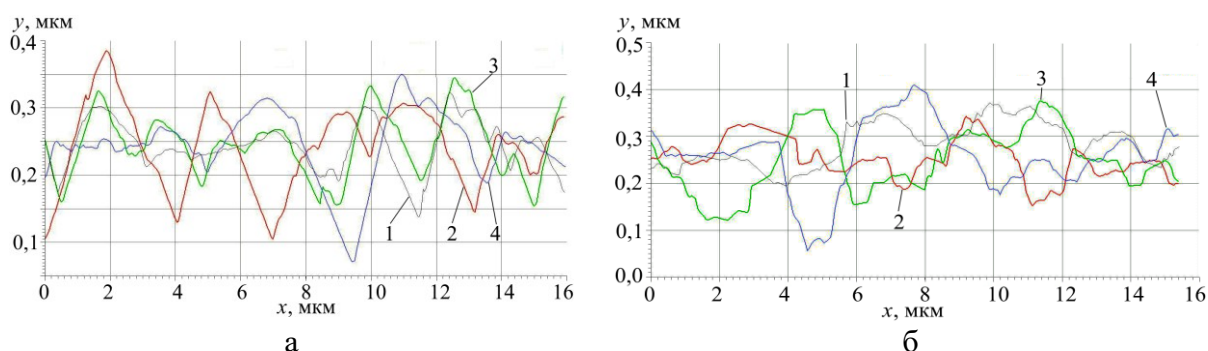


Рис. 4. Профили поверхности образца со структурой зернистого перлита: а – в направлении оси  $X$  АСМ-изображения, б – в направлении оси  $Y$  АСМ-изображения.

Анализ топологии, профилей (см. рис. 4) и текстуры образца с зернистым перлитом позволяет заключить, что поверхность состоит из частиц двух фракций с разными поперечными размерами, морфология частиц сферообразная, что подтверждается данными фазового контраста. У большей фракции ширина и длина частиц лежат в интервале от 2,1 до 4,2 мкм, у меньшей – от 0,8 до 1,6 мкм. Частицы большей фракции занимают больше двух третей площади поверхности, следовательно, являются ферритом. Частицы феррита находятся ниже цементита на 50-70 нм. Проведено сравнение амплитудных характеристик субструктур пластинчатого и зернистого перлита (см. Таблицу 1).

Таблица 1. Амплитудные параметры поверхности образцов 1 и 2.

Параметр	Образец 1	Образец 2
$S_y$ , нм	238,8	434,8
$S_q$ , нм	$23,74 \pm 1,0$	$56,2 \pm 1,1$
$S_a$ , нм	$18,7 \pm 0,9$	$42,4 \pm 1,0$
$S_{sk}$	$0,224 \pm 0,003$	$-0,377 \pm 0,004$
$S_{ku}$	$0,81 \pm 0,004$	$0,57 \pm 0,003$

#### 4. Заключение

На примере стали У8 со структурами пластинчатого и зернистого перлита показано, что АСМ в прерывито-контактном режиме с учетом фазового контраста позволяет анализировать топологию и морфологию субструктуры стали, оценивать поперечные размеры и высоту фазовых составляющих относительно друг друга. Показано, что поверхность зернистого перлита стали У8 более шероховата и развита, чем поверхность пластинчатого перлита. Пластинчатый перлит имеет выраженную текстуру, соответствующую чередованию разных по толщине пластин цементита и феррита (пластины феррита толще). Структурные составляющие перлита имеют разные размеры, амплитудные характеристики и профили. Цементит при травлении слабее взаимодействует с реактивом, поэтому оказывается на несколько десятков нанометров выше феррита.

Полученные характеристики и морфологический анализ позволяют однозначно идентифицировать структурные составляющие фаз стали.

#### Библиографический список:

1. **Зуев, Л.Б.** О возможностях атомно-силовой микроскопии в металлографии углеродистых сталей / Л.Б. Зуев, Г.В. Шляхова // *Материаловедение*. – 2014. – №7. – С. 7-12.
2. **Тарасова, Н.В.** Возможности методов атомно-силовой микроскопии в наноматериаловедении углеродистых сталей / Н.В. Тарасова, А.Р. Лория // *Современные тенденции развития науки и образования*. – 2016. – № 6-1. – С. 94-96.
3. **Shlyakhova, G.V.** Studying carbon steel by atomic force microscopy / G.V. Shlyakhova, L.B. Zuev, E.A. Popova // *AIP Conference Proceedings*. – 2018. – V. 2053. – I. 1. – P. 030063-1-030063-4. DOI: 10.1063/1.5084424.
4. **Duka, V.V.** The use of the atomic force microscopy to investigate the structure of steel 14G2 / V.V. Duka, V.N. Pustovoit, D.A. Ostapenko, L.P. Aref'eva, Y.M. Dombrovskij // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. – 2019. – V. 680. – Art. № 012023. – 5 p. DOI: 10.1088/1757-899X/680/1/012023.
5. **Шляхова, Г.В.** Исследование структуры стали 40X13 после закалки методами атомно-силовой микроскопии / Г.В. Шляхова, С.А. Баранникова, Л.Б. Зуев // *Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки*. – 2016. – Т.21. – Вып. 3. – С.1447-1449. DOI: 10.20310/1810-0198-2016-21-3-1447-1449.
6. **Арефьева, Л.П.** Взаимосвязь структурно-фазового состава с механизмом разрушения высокопрочной строительной стали / Л.П. Арефьева, В.В. Дука, И.Ю. Забияка // *Письма в Журнал технической физики*. – 2022. – Т. 48. – Вып. 8. – С. 39-42. DOI: 10.21883/PJTF.2022.08.52366.19093.
7. **Корх, М.К.** Использование метода зонда Кельвина для контроля фазового состава аустенитно-ферритной хромоникелевой стали / М.К. Корх, Ю.В. Корх, М.Б. Ригмант, Н.В. Казанцева, Н.И. Виноградова // *Дефектоскопия* – 2016. – № 11. – С. 59-69.
8. **Панкратов, И.А.** Определение упругих характеристик структурных составляющих сталей X12 и P6M5 методом атомно-силовой микроскопии / И.А. Панкратов, И.Н. Степанкин // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. – 2017. – Т. 83. – № 7. – С. 40-44.
9. **Ригмант, М.Б.** Методы выявления мартенсита деформации в аустенитно-ферритных сталях / М.Б. Ригмант, М.К. Корх, Д.И. Давыдов и др. // *Дефектоскопия*. – 2015. – № 11. – С. 28-42.
10. **Карбань, О.В.** Применение сканирующей зондовой микроскопии при коррозионных исследованиях стали 12X18H10T в различных средах / О.В. Карбань, В.И. Ладьянов, С.М. Решетников, Е.М. Борисова, В.Г. Маклецов // *Вестник Удмуртского университета. Серия физика и химия*. – 2014. – № 2. – С. 5-12.
11. **Сыромятникова, А.С.** Применение атомно-силовой микроскопии для исследования микроструктуры феррито-перлитных сталей / А.С. Сыромятникова, Е.М. Гуляева В.И. Попов // *Вопросы материаловедения*. – 2014. – № 1 (77). – С. 29-34.
12. **Толстихина, А.Л.** Атомно-силовая микроскопия кристаллов и пленок со сложной морфологией

поверхности: дис. ... д-ра физ.-мат. наук: 01.04.18 / Толстикова Алла Леонидовна. – М.: ФГБУН Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, 2013. – 333 с.

13. Gwyddion – Free SPM (AFM, SNOM/NSOM, STM, MFM, ...) data analysis software. – Режим доступа: [www.url: http://gwyddion.net](http://gwyddion.net). – 15.05.2023.

14. ImageJ – Image Processing and Analysis in Java. – Режим доступа: [www.url: https://imagej.net/ij/index.html](https://imagej.net/ij/index.html). – 20.05.2023.

#### References:

1. Zuev L.B., Shlyakhova G.V. O vozmozhnostyakh atomno-silovoy mikroskopii v metallografii uglerodistykh staley [On the possibilities of atomic force microscopy in the metallography of carbon steels], *Materialovedeniye [Materials Science]*, 2014, no. 7. pp. 7-12. (In Russian).
2. Tarasova N.V., Loriya A.R. Vozmozhnosti metodov atomno-silovoy mikroskopii v nanomaterialovedenii uglerodistykh staley [Possibilities of methods of atomic force microscopy in nanomaterials science of carbon steels] / N.V. Tarasova, A.R. Loriya // *Sovremennyye tendetsii razvitiya nauki i obrazovaniya. [Modern trends in the development of science and education]*, 2016, no. 6-1, pp. 94-96. (In Russian).
3. Shlyakhova G.V., Zuev L.B., Popova E.A. Studying carbon steel by atomic force microscopy, *AIP Conference Proceedings*, 2018, vol. 2053, issue 1, pp. 030063-1-030063-4. DOI: 10.1063/1.5084424.
4. Duka V.V. Pustovoi V.N., Ostapenko D.A., Aref'eva L.P., Dombrovskij Y.M. The use of the atomic force microscopy to investigate the structure of steel 14G2, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2019, vol. 680, art. no. 012023, 5 p. DOI: 10.1088/1757-899X/680/1/012023.
5. Shlyakhova G.V. Barannikova S.A., Zuev L.B. Issledovanie struktury stali 40KH13 posle zakalki metodami atomno-silovoy mikroskopii [Study of the structure of high-chromium steel AISI 420 upon quenching by atomic force microscopy methods], *Vestnik Tambovskogo universiteta. Seriya: Estestvennye i tekhnicheskie nauki [Bulletin of the Tambov University. Series Natural and Technical Sciences]*, 2016, vol. 21, issue 3, pp. 1447-1449. DOI: 10.20310/1810-0198-2016-21-3-1447-1449. (In Russian).
6. Aref'eva L.P., Duka V.V., Zabayaka I.Y. Relationship between the structural-phase composition and the fracture mechanism of high-strength construction steel, *Technical Physics Letters*, 2022, vol. 86, issue 4, pp. 72-74. DOI: 10.21883/TPL.2022.04.53490.19093.
7. Korkh M.K., Korkh Y.V., Rigmant M.B., Kazantseva N.V., Vinogradova N.I. Using Kelvin probe force microscopy for controlling the phase composition of austenite–martensite chromium–nickel steel, *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2016, vol. 52, issue 11, pp. 664-672. DOI: 10.1134/S1061830916110036.
8. Pankratov I.A., Stepankin I.N. Opredelenie uprugikh kharakteristik strukturnykh sostavlyayushchikh staley KH12 i R6M5 metodom atomno-silovoy mikroskopii [Determination of the elastic characteristics of structural components of steels X210Cr12 and HSS6-5-2 by atomic force microscopy], *Industrial laboratory. Diagnostics of materials*, 2017, vol. 83, no. 7, pp. 40-43. (In Russian).
9. Rigmant M.B., Korkh M.K., Davydov D.I. et al. Methods for revealing deformation martensite in austenitic–ferritic steels, *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2015, vol. 51, issue 11, pp. 680-691. DOI: 10.1134/S1061830915110030.
10. Karban O.V. Ladjanov V.I., Reshetnikov S.M., Borisova E.M., Makletsov V.G. Primenenie skaniruyushchej zondovoy mikroskopii pri korrozionnykh issledovaniyakh stali 12KH18N10T v razlichnykh sredakh [Using scanning probe microscopy for corrosion inspection of steel AISI 321 in different media], *Vestnik Udmurtskogo universiteta. Seriya fizika i khimiya [Bulletin of the Udmurt University. Series Physics and Chemistry]*, 2014, no 2, pp. 5-12. (In Russian).
11. Syromyatnikova A.S., Gulyaeva E.M., Popov V.I. Primeneniye atomno-silovoy mikroskopii dlya issledovaniya mikrostruktury ferrito-perlitnykh staley [Atomic force microscopy for research of ferritic-perlitic steels microstructure], *Voprosy materialovedeniya [Matters of Materials Science]*, 2014, no 1 (77), pp. 29-34. (In Russian).
12. Tolstikhina A.L. *Atomno-silovaya mikroskopiya kristallov i plenok so slozhnoj morfologiej poverkhnosti [Atomic force microscopy of crystals and films with complex surface morphology]: Dr. phys.-math. sci. diss.:* 04.01.18. Moscow, IC RAN Publ., 2013, 333 p. (In Russian).
13. Gwyddion – Free SPM (AFM, SNOM/NSOM, STM, MFM, ...) data analysis software. Available at: [www.url: http://gwyddion.net](http://gwyddion.net) (accessed 15.05.2023).
14. ImageJ – Image Processing and Analysis in Java. – Available at: [www.url: https://imagej.net/ij/index.html](https://imagej.net/ij/index.html) (accessed 20.05.2023).

**INVESTIGATION OF THE MORPHOLOGY AND TOPOLOGY OF LAMELLAR AND  
GRAINED PEARLITE FROM 1.1625 STEEL AT THE SUBMICRON LEVEL**

L.P. Aref'eva, V.V. Duka, E.G. Drogan

*Don State Technical University, Rostov-on-Don, Russia*

DOI: 10.26456/pcascnn/2023.15.239

**Abstract:** The paper presents the results of a study of the submicron structure of carbon eutectoid steel by the atomic force microscopy, carried out in accordance with current international standards. The study was carried out on samples obtained in two ways: complete annealing and annealing for granular perlite. The first sample had the structure of lamellar perlite, the second – granular pearlite. The presence of these structures was controlled by optical microscopy and hardness measurements by the Rockwell method. Sample preparation included cutting, grinding, polishing, and etching. The quantitative assessment of the structural components of perlite was carried out using the ImageJ application package. The volume fraction of ferrite was about 88%. The topology and morphology of the surfaces are studied by atomic force microscopy in the discontinuous-contact mode. The amplitude characteristics of the surfaces, the shape and size of the structural components of perlite are determined. It is shown that the performed analysis of the submicron structure makes it possible to uniquely identify the phase components of the steel.

*Keywords: eutectoid steel, granular perlite, lamellar perlite, submicrostructure, atomic force microscopy.*

*Арефьева Людмила Павловна – д.ф.-м.н., доцент, доцент кафедры «Материаловедение и технологии металлов» ФБГОУ ВО «Донской государственный технический университет»*

*Дука Валентина Владимировна – старший преподаватель кафедры «Материаловедение и технологии металлов» ФБГОУ ВО «Донской государственный технический университет»*

*Дроган Екатерина Геннадьевна – к.т.н., доцент кафедры «Химия» ФБГОУ ВО «Донской государственный технический университет»*

*Ludmila P. Aref'eva – Dr. Sc., Docent, Department of Material Science and technology of metals, Don State Technical University*

*Valentina V. Duka – Senior Lecturer, Department of Material Science and technology of metals, Don State Technical University*

*Ekaterina G. Drogan – Dr. Ph., Docent, Department of Chemistry, Don State Technical University*

Поступила в редакцию/received: 26.07.2023; после рецензирования/revision: 18.08.2023; принята/accepted: 21.08.2023.