## МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

Нго Нгок Ха

# ОЦЕНКА НЕОДНОРОДНОСТИ РАЗНОМАСШТАБНЫХ СТРУКТУР В КРУПНЫХ ПОКОВКАХ ИЗ УЛУЧШАЕМОЙ СТАЛИ 38ХН3МФА И ЕЁ ВЛИЯНИЯ НА РАЗРУШЕНИЕ

Специальность 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Автореферат диссертации

на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: профессор, д.т.н. А.В. Кудря

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность работы.

Для определения причин провалов пластичности и вязкости, объективного прогноза работоспособности материалов необходимо понимание механизмов разрушения разномасштабных структур. С этим связана потребность в количественном описании масштабов структурной неоднородности. Существующие нормы В основном предусматривают качественные оценки – сравнение с эталоном (картинкой). Однако современные средства цифровой регистрации изображений и вычислительные мощности позволяют реализовать быстрые документированные измерения геометрических параметров структур. Для объективной оценки совместного влияния разномасштабных структур на деформацию и разрушение металла необходимо развитие методов и средств измерения пластичности и вязкости, в частности с привязкой к структуре, для понимания роли отдельных ее элементов и их конфигурации в целом в формировании неоднородности качества металлопродукции. Это, например, относится к определению характеристик вязкости разрушения. Однако, несмотря на важность характеристик трещиностойкости для инженерной практики в настоящее время недостаточно разработаны эффективные методы их определения, в частности, для материалов средней прочности. Фактически, отечественные и зарубежные стандарты по определению характеристик трещиностойкости (вязкость разрушения) остаются неизменными с 70-80-х годов прошлого столетия.

Понимание особенностей взаимосвязи разнородных структур важно также не только для оценки механизмов их разрушения, но и для более объективного представления о закономерностях протекания эволюции структур и дефектов в ходе технологического процесса (технологическая наследственность). Это основа для обоснованного управления качеством металлопродукции.

В этой связи, целью работы явилось дальнейшее развитие методов прямого наблюдения и измерения разномасштабных структур и разрушения, оценка на этой основе взаимосвязи их строения с целью выявления закономерностей влияния неоднородных структур на разрушение крупных поковок из стали 38ХНЗМФА.

Для достижения целей работы решались следующие основные задачи:

- разработка компьютеризированных процедур измерения геометрии разномасштабных структур и разрушения;

 на основе развитых средств и методов наблюдения неоднородности разномасштабных структур и разрушения накопление представительной статистики данных геометрии структур и изломов, выявление закономерностей их строения и из прямого их сопоставления определение закономерностей влияния неоднородности структур на разрушение.

- на основе изучения геометрии раскрытия и кинетики распространения трещины, с использованием методов акустической эмиссии (АЭ) и фрактографии, при испытании образцов из стали типа 38ХНЗМФА на трехточечный изгиб уточнить методику определения критического

2

раскрытия трещины (КРТ)  $\delta_c$  и с ее помощью оценить масштаб неоднородности трещиностойкости металла.

#### Научная новизна:

- Разработан алгоритм прямого совмещения изображений разнородных структур в единой системе координат (в масштабе образцов на растяжение диаметром 20мм), позволяющий оценить взаимосвязь их строения, совместное влияние на разрушение стали и эволюцию структур и дефектов по технологической цепочке.

- Из статистики полиэдров Вороного (коэффициенты асимметрии распределения полиэдров Вороного – по числу соседей и расстоянию между ними) выявлено соответствие геометрии расположения пятен серного отпечатка и размещения ямок в вязких изломах образцов, испытанных на растяжение, что указывает на вклад сульфидов в развитии вязкого разрушения.

- На основе цифровых измерений геометрии раскрытия трещины, кинетики её развития (по измерениям АЭ и 3D-изображений изломов) уточнена процедура определения параметра  $\delta_c$ . Полученные с её использованием величины КРТ согласуются с результатами прямого измерения раскрытия трещины (по пластической невязке) на основе сопоставления ответных половинок излома в единой системе координат.

- По измерениям величины δ<sub>c</sub> оценен масштаб неоднородности трещиностойкости металла крупных поковок из стали 38ХНЗМФА – разброс в пределах до 30 %, что определяется развитой неоднородностью разномасштабных структур по сечению поковок.

**Практическая ценность** состоит в использовании предложенных методик измерения 2D- и 3D-геометрии изображений структур и изломов, уточненной методики определения КРТ δ<sub>c</sub> для выявления причин неоднородности вязкости в листе и поковках.

#### Основные положения, выносимые на защиту:

- закономерности строения разнородных структур в поковках из стали 38XH3MФА;

- взаимосвязь морфологии разномасштабных структур;

- установленные закономерности раскрытия и распространения трещины в процессе испытания образцов на КРТ ( $\delta_c$ ) и уточненная на этой основе процедура её определения;

- оценки масштаба неоднородности трещиностойкости металла крупных поковок.

Достоверность полученных в работе результатов обеспечивается использованием современной исследовательской техники, массовых цифровых измерений структур и разрушения в сочетании с разнообразным программным обеспечением и статистическими методами обработки результатов, согласием с результатами, имеющимися в научно-технической литературе по данной проблеме.

#### Личный вклад

Личное участие соискателя в получении результатов, изложенных в диссертации, выражается в том, что он планировал, непосредственно участвовал в лабораторных

3

экспериментах, построении трехмерных цифровых моделей изображений изломов, предлагал методику их обработки, в т.ч. статистической, проводил анализ разномасштабных структур и анализ геометрии их строения, исследовал геометрию раскрытия трещины и её распространения (с использованием метода АЭ и фрактографии) для уточнения модели раскрытия трещины и процедуры определения параметра  $\delta_c$  и оценки неоднородности трещиностойкости металла крупных поковок. Основные положения диссертационной работы сформулированы автором.

#### Вклад соавторов

Участие научного руководителя Кудри А.В. в постановке задач исследования, обсуждении результатов и формулировке выводов. Соколовская Э.А. – участие в разработке алгоритмов обработки изображений. Кузько Е.И – помощь в получении макроизображений и 3Dмоделей изломов, Котишевский Г.В – помощь в обработке 3D-изображений изломов. Кайкибаева А.С, Ле Хай Нинь – участие в обработке изображений структур и изломов. Нгуен. Х.Т., Кодиров У.Ш., Гришина Д.Д. – получение изображений ряда структур исследуемой стали. Отдельные благодарности Ожерелкову Д.Ю. за помощь в проведении испытаний на трещиностойкость, Вяткиной А.К – в получении изображений изломов на сканирующем электронном микроскопе.

### Апробация работы:

Основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на международных и всероссийских конференциях: VII, VIII международных школах «Физическое материаловедение» (Тольятти, 2016, 2017); XXIII, LIX Международных конференциях «Актуальные проблемы прочности» (Тольятти, 2016, 2017); VII, VIII, IX Евразийских научно-практических конференциях «Прочность неоднородных структур» - ПРОСТ (Москва, 2014, 2016, 2018); Всероссийской конференции с международным участием «Актуальные проблемы метода акустической эмиссии» (АПМАЭ-2018) (Тольятти, 2018); 60-й международной научной конференции «Актуальные проблемы прочности» (Витебск, Беларусь, 2018); международном симпозиуме «Перспективные материалы и технологии» (Брест, Беларусь, 2019).

## Публикации:

Основные результаты диссертации опубликованы в 18 печатных работах, из них 6 в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК РФ и 3 в изданиях, входящих в систему цитирования WoS, Scopus; 12 тезисов докладов на международных конференциях.

#### Структура и объем диссертации:

Диссертация состоит из введения, 4 глав, выводов и списка использованной литературы. Диссертация изложена на 129 страницах машинописного текста, содержит 86 рисунок, 11 таблиц и список использованной литературы из 156 наименований.

#### ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность диссертационной работы, сформулирована цель, и поставлены задачи исследования, изложена научная новизна полученных результатов, а также представлены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлен аналитический обзор литературы. Рассмотрены структурные и металлургические факторы, определяющие разрушение конструкционных сталей, такие как

неметаллические включения (HB), зерно, разнородные структуры. Показано, что неоднородность разномасштабных структур в сталях (при номинально однотипных структурах) играет важную роль в формировании разброса свойств. Углубление представлений о механизмах разрушения разнообразных структур позволит выработать на этой основе критерии допустимой неоднородности структур, обеспечивающие получение заданного уровня вязкости. Это возможно при использовании компьютеризированных процедур измерения, программных продуктов.

Показано, что при развитой неоднородности структур важно оценить различие вязкости с привязкой к структуре (отдельным её элементам). Рассмотрены методы оценки сопротивления разрушению материалов, в частности хладноломкости, вязкости разрушения - критический коэффициент интенсивности напряжений  $K_{IC.}$ , возможности которого ограничены масштабами пластической деформации. Однако показано, что и получившие в этой связи развитие критерии нелинейной механики разрушения, в частности, КРТ ( $\delta_c$ ) требуют дальнейшего развития, которое должно основываться на изучении геометрии раскрытия трещины и кинетики ее распространения с использованием методов АЭ и количественной фрактографии.

Во **второй главе** описаны материалы и методы их исследования. В качестве объекта исследования были выбраны три поковки кубической формы и цилиндрической формы из стали 38ХНЗМФА (таблица 1). Плавки из 70 - тонной мартеновской печи были разлиты на 4,8 - тонные слитки, часть слитков была подвергнута электрошлаковому переплаву (ЭШП). Содержание элементов было в пределах нормативных документов.

Выплавка	Массовая доля элементов, %									
	С	Mn	Si	Р	S	Cr	Ni	Мо	V	Cu
Мартен	0,41	0,22	0,22	0,020	0,02	0,87	3,32	0,58	0,14	0,03
ЭШП	0,41	0,29	0,33	0,010	0,006	0,98	3,12	0,60	0,12	0,11

Таблица 1 – Химический состав стали типа 38ХН3МФА

После ковки на конечный размер квадратного поперечного сечения 500 мм (уков 2,24 - 2,7), проводили противофлокенный отжиг (900 - 920°C с изотермической выдержкой 6 - 17 час.) и двух- или однократную нормализацию при 865 - 880 °C (6 час.). Далее – закалка (850 - 870 °C, 3,5 - 4,5 часа, охлаждение через воду в масло) и одно- или двукратный отпуск (550 - 615 °C, 4 часа и 565-585°C, 6 час., охлаждение на воздухе) (таблица 2).

тс	2	т	~ ~		00
гаолица	2 -	Гермическая	оораоотка	поковок.	ĽС

Вид поковки	Нормализация	Закалка	Отпуск 1	Отпуск 2
кубическая	875-880°С, 5,0 ч.	855 - 870°С, 4,3 ч.	605-615°C	
цилиндрическая	915–925°С, 5,3 ч.	850–870°С; 3,5–4,5 ч.	520 °С; 3,5 ч	540 °C; 6 ч

Для оценки степени разброса механических свойств по сечению поковок во взаимно перпендикулярных направлениях (вдоль их диаметров) были вырезаны образцы на растяжение, удар. Испытания на растяжение восьмикратных тангенциальных образцов типа III, Ø 10 мм (ГОСТ 1497) проводили на испытательной машине 1231-У10 со скоростью нагружения не более 0,2 мм/мин при комнатной температуре. Ударные испытания проведены на тангенциальных образцах с U-образным надрезом (ГОСТ 9454) в интервале температур +20...-196 °C на копре МК-30. Всего испытано 22 разрывных и 70 ударных образцов от четырех поковок.

Для оценки взаимосвязи разномасштабных структур были получены изображения дендритной структуры, неметаллических включений (НВ), серного отпечатка (СО) и микроструктуры (в одной плоскости шлифа ø20мм) в масштабах головки образцов на растяжение в плоскости, параллельной плоскости изломов. Подготовку шлифов проводили на автоматическом шлифовально-полировальном станке Buehler AutoMet 250.

Изображения дендритного рисунка и микроструктуры получали после глубокого травления в 50% -ном водном растворе HCl (~ 30 мин) и 3 %-ном растворе HNO<sub>3</sub> (3-5 с) соответственно, серного отпечатка (CO) – по методу Баумана; зерна аустенита – после травления в пересыщенном растворе пикриновой кислоты с добавкой поверхностно-активных веществ. Цифровые изображения структур получены на микроскопе класса AxioLab Observer D1m Carl Zeiss в диапазоне увеличений 50 – 1000 крат. Для перевода изображений в цифровую форму (в 256 оттенках серого) использовали также цифровую камеру AGFA 1280 с ПЗС-матрицей и сканер DUOSCAN T1200 при разрешении 500 точек/дюйм (негативы-пленки при увеличении ×0,5, серный отпечаток в масштабе образца). Бинаризация изображений структур (и изломов) и их фильтрация осуществлялась с учетом природы объекта и решаемой задачи с использованием компьютеризированных образцов, обеспечивающих воспроизводимость результатов [1].

Для обеспечения возможности прямых измерений разнородных структур на одном шлифе с целью оценки их степени взаимосвязи на каждом нетравленом шлифе предварительно нанесены отпечатки (твердомер BUEHLER OMNIMET MHT) при минимальном уровне нагрузки, обеспечивающем их сохранность в процессе последующей работы со шлифами.

С целью оценки загрязненности НВ и сопоставления с изображениями микроструктур, дендритной структуры и СО составлялись панорамы поверхности шлифов всех образцов при увеличении ×100–×500, для этого были получены по 300÷900 снимков, для каждого образца. Сшивку отдельных кадров в панорамы, покрывающие всю площадь шлифа, проводили с использованием системы автоматического анализа изображений Thixomet.

Оценку трещиностойкости проводили при испытании на трехточечный изгиб в соответствии с ГОСТ 25.506 образцов тип 4 (10x20x120 и 15x20x120 мм) на универсальной испытательной машине Instron 150LX с записью диаграммы «нагрузка Р – смещение V» (берегов трещины) с помощью датчика смещения консольного типа (рис 1). Расстояние между опорами - 80 мм, скорость нагружения 0,5 мм/мин. Испытания проводились при комнатной температуре.

Величину КРТ – определяли в соответствии с ГОСТ 25.506 и выражением [2]:

$$\delta_{\rm c} = \frac{\rm Vc}{1+n\frac{l+z}{B-l}} \tag{1}$$

где *Vc* – смещение в критический момент, n – коэффициент вращения, *B* – высота образца, z – расстояние между образцом и датчиком, *l* – длина усталостной трещины Оценку кинетики распространения трещины, в т.ч. определение момента её старта проводили с использованием метода АЭ. Сигналы АЭ были записаны и обработаны с использованием преобразователя акустической эмиссии (широкополосным датчиком UT-1000) на базе платформы РХІ, оборудования компании National Instruments и виртуальных приборов, созданных в среде графического программирования LabVIEW. В качестве усилителя использован усилитель 2/4/6 производства Physical Acoustics. Записи сигналов АЭ и диаграммы «Р - V» синхронизировали по меткам времени. Для идентификации импульсов АЭ, отвечающих скачкам трещины и декорирования переднего фронта растущей трещины, у части образцов после регистрации некоторых і- мощных импульсов (N<sub>i</sub> = 1÷3) нагружение останавливали на ниспадающем участке диаграммы «нагрузка - смещение» (0,9 – 0,5 от значения максимальной нагрузки), затем разгружали образец и вновь доламывали его при более высокой скорости нагружения. Пьезодатчик АЭ устанавливался на полированной боковой поверхности образца и прижимался к поверхности метала через слой масла или глицерина.



Рисунок 1 – Схема испытания для оценки КРТ

Морфологию изломов исследовали на основе результатов их измерения рельефа методами профилометрии и макросъемки (также и для изломов образцов на растяжение) (рисунок 2). На дне "макрохрупкого квадрата" изломов образцов тип 4 измерено от 15 до 200 профилей длиной 6-8,5 мм с шагом 5-10 мкм, начиная от усталостной трещины в направлении распространения трещины. Шаг между смежными профилями – 10-500 мкм.



Рисунок 2 – Излом образца на вязкость разрушения (а) и схема измерения профилей излома (б) при исследовании эволюции развития трещины

Цифровые трехмерные изображения макрорельефа изломов были получены с использованием комплектующего модуля к оптическому микроскопу «Оптофракт – 5М» с использованием оптических узлов микроскопа МБС-9 и цифровой системной фотокамеры Nikon J1, разрешение составило 10,1 Мпикс. План съемки представлял собой серию снимков, полученных при постоянном наклоне оптической оси камеры к нормали рельефа, равном 45 град. В каждой серии было по 40 кадров и 1 контрольный, угол поворота относительно нормали рельефа между кадрами равен 9 град. Для получения достаточной глубины резкости апертура оптической системы установлена в значение 1/16, для избранной чувствительности ISO 100 экспозиция составляла 0,1-0,5 секунды. Освещение обеспечивалось полусферным рассеянным источником белого цвета (светодиодные панели через молочные светофильтры). Разрешающая способность метода составила 5 - 10 мкм по каждой из трех координат, общий анализируемый объем соответствует площади излома в плане 10×10 мм и 5 мм по третьей координате.

Создание цифровой трехмерной триангуляционной модели на основе полученных серий фотографий производилось с использованием программных пакетов OpenMVG, OpenMVS и специально разработанных служебных модулей на языках программирования C++ и Python. В результате программной реконструкции поверхности получали нетекстурированные триангуляционные модели в форматах Stanford PLY и Wavefront OBJ. Визуализация, редактирование (поверхности и облака точек) производился с использованием ПО MeshLab и CloudCompare, расчет основных характеристик 3D-рельефа в ПО Gwyddion.

Также проводились фрактографические исследования на сканирующих электронных микроскопах TES'CAN VEGA3 и HITACHI S80 при увеличении ×50...5000.

В третьей главе представлены результаты исследования масштабов неоднородности разнородных структур и разрушения в кубических поковках. Для них была характерна сохранившаяся литая структура. Светлые участки – дендриты, темные – межосевое пространство. В макроструктуре могло быть до трех видов зон: периферийной, где оси дендритов были примерно перпендикулярны поверхности поковки; промежуточной – мелкодисперсная смесь дендритов; центральной – грубые, хаотично расположенные дендриты, (рисунок 3). Размеры зон отличались от поковки к поковке.



Рисунок 3 - Области столбчатых (1), мелкодисперсных (2) и грубых (3) дендритов в макроструктуре поковки из улучшаемой стали 38ХНЗМФА Для оценки неоднородности строения дендритных структур на их изображениях (в границах каждой из макрозон исследуемых поковок) были нарезаны кадры с последовательно увеличивающейся (с шагом 1 мм<sup>2</sup>, в масштабе поковки) площадью, начиная с площади 1 мм<sup>2</sup>. При этом оценивали объемную долю «белых» объектов (дендриты), V (%) на единицу площади, а по соотношению числа «белых» точек в двух взаимно перпендикулярных направлениях – анизотропию А макроструктуры. В качестве минимального кадра была выбрана площадь S, начиная с которой объемная доля дендритов V и их анизотропия А значимо не изменялась. Для каждой из зон такая площадь кадра оказалась в 1,7-10,6 раз больше рабочих сечений ударного образца и образца на растяжение. Аналогичная процедура обработки изображений СО (на основе сопоставления изменений плотности, объемной доли, средних диаметров темных пятен) дала схожие результаты – сопоставимые масштабы неоднородности.

Для прогноза неоднородности свойств крупных поковок необходимо также количественное описание распределения пятен СО по размерам и неравномерности их размещения в структуре (с учетом роли сульфидов в разрушении и содержания серы в поковках).

Оценка неоднородности размеров пятен (на серии кадров, соизмеримых с сечением ударного образца 100 мм<sup>2</sup>, вырезанных по сечению поковок) в горизонтальном, вертикальном и диагональном направлениях показала (рисунок 4), что их поперечник уменьшается от центра поковки к ее периферии (рисунок 5, а), при этом изменяется объемная доля (см. рис. 5, б) и плотность (см. рис. 5. в) темных пятен. В целом в периферийной зоне количество мелких (менее <0,1 мм) пятен было в 1,4–1,6 раз больше, чем в остальных зонах, при асимметричном распределении пятен серного отпечатка по размерам для всех зон (рисунок 5, г).



### Рисунок 4 – Схема вырезки кадров

Дендритная ликвация и существенное различие скоростей охлаждения по сечению поковки определяют возможность образования как разнородных, так и отличающихся своей геометрией однотипных микроструктур (технологическая наследственность). В микроструктуре исследуемых поковок на фоне достаточно однородной феррито-цементитной смеси (соотношение средних значений поперечников ферритной составляющей для периферийной,

промежуточной и центральной зон поковок составило 1:1,1:1,5), наблюдались ферритные поля, -«белые пятна», поперечником от 98–140 мкм, которые располагались преимущественно в промежуточной зоне поковки (рисунок 6).



Рисунок 5 – Изменение среднего значения диаметра пятен CO (а), их объемной доли (б) и плотности (в) вдоль одного из радиусов поковок и типичное распределение их по размерам (г)





№5 Промежуточная зона

Периферийная зона

Рисунок 6 – Микроструктура II поковки

Показано что, зависимость ударной вязкости от средней площади светлой составляющей *S* в микроструктуре имеет линейный характер (коэффициент корреляции = 0,95) (рисунок 7). Отсюда очевидно, что дальние последствия ликвации в поковках из стали 38XH3MФA (наличие ферритных полей в микроструктуре и неравномерное размещение сульфидов) – в значительной мере определяет неоднородность свойств металла. На разбросе вязкости также может сказаться совместное влияние разномасштабных структуре.



Рисунок 7 – Влияние неоднородности микроструктуры (средней площади светлых составляющих в микроструктуре *S*) на разброс ударной вязкости по сечению поковок

Прямое совмещение изображений дендритной структуры, НВ, СО и микроструктуры в единой системе координат в масштабах образцов позволило оценить взаимосвязь их строения (с учетом протекания технологической наследственности) (рисунок 8). Для исследуемых четырех образцов (две поковки от одной плавки) плотность НВ была в интервале от 8,08 до 15,81 шт/мм<sup>2</sup>, объемная доля - 0,055 ÷ 0,080%. Плотность пятен СО варьировалась от 0,46 до 1,4 шт/мм<sup>2</sup>, объемная доля - от 0,49 до 1,29%. В микроструктуре наблюдали феррит, бейнит и крупные области феррита поперечником от 95,82 до 386,5 мкм.

Из прямого сопоставления изображений, в частности, следует, что места преимущественного расположения тёмных пятен серного отпечатка – междуветвия дендритов (таблица 3), это согласуется с полученными ранее (косвенным способом) результатами [3]. Поля феррита в микроструктуре преимущественно совпадают с осями дендритов в макроструктуре.

№ образца	Межосья дендритов в макроструктуре	Оси дендритов в макроструктуре			
	Пятна серного отпечатка	Ферритные поля в микроструктуре			
1	0,71	0,67			
2	0,68	0,63			
3	0,71	0,72			
4	0,67	0,64			

Таблица 3 - Доля совпадений разнородных объектов структуры по измерениям на одном шлифе (диаметром 20 мм<sup>2</sup>)

Строение структур, в частности, объемной доли НВ и ферритных участков в микроструктуре (светлой составляющей на бинарном изображении), была прямо связана со строением изломов образцов на растяжение (размахом высот на дне чашки излома) (рисунок 9).



Рисунок 8 – Прямое совмещение изображений разнородных структур на одном шлифе





Статистика полиэдров Вороного выявила взаимосвязь в размещении пятен серного отпечатка, НВ и ямок в изломах образцов после растяжения, например, в частности между коэффициентами асимметрии распределения полиэдров Вороного (по числу соседей и по расстояниям) для изображения СО и изломов имеет линейную зависимость (рисунок 10).





Рисунок 10 – Связь статистики полиэдров Вороного изображений СО и изломов Таким образом, различие в размерах и размещении элементов разномасштабных структур определяет неоднородность разрушения (строения изломов) и значений ударной вязкости. В этой связи важна оценка сопротивляемости разрушению с привязкой к структуре. Однако стандартные испытания не позволяют в полной мере оценить это, в частности, при оценке вязкости разрушения крупных поковок с сохранившейся литой структурой, в т.ч. вследствие

В четвертой главе изложены результаты по развитию метода оценки КРТ (δ<sub>c</sub>) Его определяли в соответствии с ГОСТ 25.506 и, исходя из модели, предполагающей, что образец при нагружении деформируется путем вращения берегов трещины вокруг центра *C* (рис. 11).

ограниченности их применения для таких материалов, как это было показано в главе 1.

Объективность оценки  $\delta_c$  в соответствии с [2] определяется рядом факторов: отсутствием универсальных критериев выбора величины критического значения смещения  $V_c$ , единого мнения о величине коэффициента вращения *n* и о необходимости учета кривизны переднего фронта статической трещины при её подросте ( $\Delta l_{rp}$ ) в ходе испытания.



Рисунок 11 – Определение критического раскрытия трещины

1- образец; 2-надрез; 3-усталостная трещина; 4-отпечатки твердости; 5-накладки для крепления

датчика смещения; 6-датчик смещения

Исходя из геометрии раскрытия расстояние между центром вращения берегов трещины и вершиной трещины соответствует выражению (B-l)/n. В таком случае коэффициент вращения nможно определить экспериментально, зная положение центра вращения (L) по высоте образца. Его положение было основано на измерении расстояний между тремя парами отпечатков твердости (HRC) по Роквеллу, расположенных симметрично по обе стороны от надреза и усталостной трещины по высоте образца. Испытание на трехточечный изгиб записывали на камеру (фирмы Sony с разрешением 1920 х 1080 пикс) с раскадровкой видеофайла и расчетом раскрытия трещины по кадрам в программе Image Expert Pro 3, что дало четыре диаграммы смещений берегов (синхронизированные по времени). Аппроксимация значений смещений на нескольких уровнях по высоте трещины (для фиксированных моментов времени) методом наименьших квадратов (МНК) дала уравнение прямой, пересечение которой с осью симметрии надреза и трещины соответствовало положению центра вращения берегов трещины L (по высоте образца). Показано что, зависимость положения центра вращения по высоте образцов не изменяется в ходе испытания (рисунок 12).



Рисунок 12 – Изменение положения центра вращения в ходе испытания

Отсюда нашли постоянную $n_{3\kappa cn} = (B-l)/[L-(l+z)]$ (для усталостной трещины) (табл. 4)
Таблица 4 – Значения высот центра вращения (L) и коэффициента вращения <i>n</i>

Номер поковки	Номер образца	L, мм	п
1	1	$13,35 \pm 0,63$	$4,15 \pm 0,18$
2	2	$14,57 \pm 0,81$	$3,39\pm0,26$
1	3	$14,13 \pm 0,54$	$3,80 \pm 0,15$
3	4	$13,96 \pm 0,46$	$4,\!10\pm0,\!16$
3	5	$14,\!45 \pm 0,\!59$	$3,\!47\pm0,\!20$
4	6	$13,56 \pm 0,43$	4,51 ± 0,13
4 *	7	$14,\!42 \pm 0,\!52$	$3,\!30 \pm 0,\!15$
5*	8	$14{,}64\pm0{,}50$	$3,32 \pm 0,12$
5*	9	14,53 ±0,83	$3,\!19\pm0,\!18$

\* Образец 15х20х120 мм

Сопоставление полученных значений коэффициента n подтверждает необходимость его экспериментального нахождения. Для вязких материалов нестабильному развитию трещины может предшествовать докритический подрост трещины. Это обстоятельство следует учитывать при определении n по предложенной в работе методике. Исследование кинетики распространения трещины также важно с целью обоснования критериев выбора значений  $V_c$ .

Для этого измеряли АЭ при испытании. Показано, что активная АЭ начинала регистрироваться на нелинейном участке диаграммы «P - V», этому соответствовал момент резкого роста амплитуд сигналов и количества сигналов АЭ (рисунок 13. а), равномерное чередование наиболее мощных ( $\geq$ 3,8В) импульсов эмиссии отражало стабильный характер распространения статической трещины в ходе испытания. Для сопоставимости распределения амплитуд АЭ N(A) построили в системе координат lg N(A/Amin) - lg(A/Amin) зависимость с нормировками для каждого образца на наименьшую амплитуд  $A_{min}$  (рисунок 13. б).



Рисунок 13 – Импульсы акустической эмиссии при разрушении образца (а) и

нормированное кумулятивное распределение её амплитуд А (б)

В координатах lg N(A/Amin) - lg(A/Amin) наблюдается линейный участок при lg(A/Amin) больше 1,54 В. Это признак самоподобия при коллективных взаимодействиях: в диапазоне наблюдений нет "внутреннего масштаба" процесса. Точка, где начинается прямолинейный участок в координатах lg N(A/Amin) - lg(A/Amin) и является основой для разбиения сигналов АЭ на два интервала. В интервале амплитуд A/Amin  $\leq$  34 попадает основной поток слабых шумоподобных импульсов. Количество сильных импульсов A/Amin = 34 ... 500 варьируется в интервале 219 ÷ 362 импульсов для каждого образца.

Очевидно, что для объективной идентификации сигналов АЭ необходим анализ морфологии статического излома образов на вязкость разрушения, в первую очередь в центральной части образца – на дне макрохрупкого квадрата, где реализуется наиболее жесткая схема напряженного состояния. Фрактография выявила преимущественно вязкое разрушение. Наблюдались фасетки транскристаллитного разрушения, крупные (≥ 20 мкм) в изломах поковок подвергнутых ЭШП -элементы вязкого межзеренного разрушения (камневидный излом).

Для подтверждения предположения о скачкообразном характере процесса распространения трещины в работе был предложен метод реконструкции положения переднего фронта растущей трещины, на основе 3D-моделей изломов. Для этого из каждой 3D-модели было выделено по 15-20 профилей изломов вдоль траектории распространения трещины, из них были вычтены полиномы оптимальной степени (критерий - достижение минимума остаточной дисперсии) для устранения низкочастотной составляющей. Последующая обработка профилей методом наилучшей ломаной позволила получить пилообразный мезорельеф излома. Последовательное соединение максимумов и минимумов смежных профилей (в единой системе координат) дало положение передних фронтов растущей статической трещины (рисунок 14).

Число таких скачков трещины и мощных импульсов АЭ с амплитудой А≥ 3,8В совпало.



Рисунок 14 – Формы переднего фронта последовательно растущей трещины

На сканирующем электронном микроскопе было получено ~180 ÷ 250 кадров при увеличении x150, охватывающих всю поверхность макрохрупкого квадрата изломов каждого образца. На полученные панорамы изломов нанесли положения передних фронтов трещины, реконструированные описанных выше способом (из 3D-модели рельефа) и в пределах каждого скачка трещины, находили потенциальные элементы излома (крупные фасетки, HB и т п.), которые могли бы спровоцировать появление сильного сигнала АЭ и поэтапно выделяли соответствующие импульсы эмиссии. Соответствие импульсов акустической эмиссии предстартовым трещинам (d=80...150 мкм - от отслоя крупных сульфидов в стали, водородного охрупчивания) ранее было установлено по согласию их триангуляции и фрактографии [4,5]. При неизменном напряжении о вскрытие хрупкой трещины площадью  $F \sim d^2$  дает сигнал амплитудой  $A \sim F$ . Если за время испытания напряжение о и настройка тракта неизменные можно оценивать накопление площади разрушения как  $\sum F_i \sim \sum A_i$  - по сумме амплитуд импульсов  $\sum A_i$ . В нашем случае также было установлено соответствие таких элементов в изломе поперечником от 50 до 700 мкм появлению сигналов АЭ от 1 до 5В (рисунок 15).

Наблюдаемая пропорциональная зависимость накопления сигналов АЭ и прироста площади трещины за каждый её скачок (рисунок 16) - признак стационарности роста трещины.



Рисунок 15 – Соотношение амплитуд АЭ и площадей её источников (по измерениям в изломе образца, поковка 2)



Рисунок 16 – Прирост трещины и накопление сигналов АЭ по времени, поковка 1

Распространение статической трещины начинается в центральной части образца, по её краям остаются боковые перемычки, которые после пластической деформации разрушаются срезом с образованием боковых откосов (губ среза). В этой связи исследовали процессы поперечной деформации образца (утяжки) и последующего разрушения боковых перемычек. Очевидно, что началу формирования боковой перемычки должно сопутствовать резкое увеличение интенсивности утяжки. На видеокадрах этому соответствовало появление светлого «пятна» на боковой поверхности образца в вершине усталостной трещины (при специально подобранном боковом освещении). По ходу испытания наблюдалось его продвижение по высоте образца, перемещение его координат отражает формирование боковой перемычки из-за продвижения языка трещины в центре образца (рисунок 17).



Рисунок 17 – Боковая поверхность образца со светлым «пятном» утяжки (а) и распределение интенсивности яркости (вдоль черной линии на рис. а) (б)

Передвижение белого «пятна» и трещины макроотрыва взаимно согласованы (с учетом регистрации скачков по измерениям АЭ) (рис.18): сначала наблюдается некоторый подрост центральной трещины и через некоторое время начинается интенсивное развитие утяжки, после чего соотношение величин подроста трещины и утяжки имеет линейный характер. Когда подрост центральной трещины достигал  $3,5 \div 4$  мм, начиналось интенсивное развитие утяжки (рис.18). После того как белое «пятно» проходило путь, соответствующий расстоянию  $h = 1,5 \div 2$  мм (начиная от вершины усталостной трещины) наблюдалось появление трещины на боковой поверхности образца, сопутствующей разрушению боковой перемычки. Это происходило на ниспадающей части диаграммы «нагрузка – время испытания» на всех образцах.



Рисунок 18 – Сводные зависимости взаимосвязи боковой утяжки и подроста центральной трещины (а) и – разрушения боковых перемычек (б) (по пяти образцам 10x20x120 мм)

В целом, измерение геометрии раскрытия трещины, АЭ при разрушении, эволюции утяжки и разрушения боковых перемычек, реконструкция формы передних фронтов трещины (при её росте), позволили получить более полное представление о механизме раскрытия трещины с учетом макропластической деформации перемычек. Это существенно для уточнения процедуры определения КРТ (возможности определения значений  $\delta_c$  для каждого скачка трещины, с учетом её подроста, величины  $n_i$ ,  $V_{Ci}$ ).

Для более глубокого понимания механизма эволюции трещины в среде с развитой структурной неоднородностью были построены и сопоставлены профили двух ответных

половинок, полученных с помощью реконструированной 3D-модели рельефа. Полученные профили ответных половинок совмещались в одной системе координат (рис. 19).



Рисунок 19 – Совмещение ответных профилей излома в единой системе координат Из сопоставления профилей ответных половинок и значений критического раскрытия трещины, определенных по уточненной в работе методике следует, что полученные результаты удовлетворительно согласуются (рис. 20). Это подтверждает, что развитая (на основе измерения геометрии раскрытия и кинетики распространения трешины) методика критического раскрытия трещины позволяет адекватно оценить масштаб неоднородности трещиностойкости.





Полученные результаты (таблица 5) позволили оценить масштаб различий значений трещиностойкости  $\Delta \delta_c$ , как в пределах отдельной поковки (в центральной зоне отдельного образца), так и между поковками (при идентичной схеме вырезки образцов) – размах  $\Delta \delta_c$ . Размах значений трещиностойкости в пределах одного образца до 30 % отражает неоднородность строения разномасштабных структур. Наблюдаемое различие между значениями критического раскрытия трещины подтверждают результаты фрактографического анализа (более грубое строение излома образца с худшей трещиностойкостью) (рисунок 21). Очевидно, что стандартный подход к определению КРТ нивелирует эти различия.

Номер	δ <sub>с</sub> по	δ	δ <sub>с</sub> рассчитанный по классической формуле (по скачкам								
поковки	ГОСТу		трещины), мм								
	25.506	δ <sub>c1</sub>	δ <sub>c2</sub>	δ <sub>c3</sub>	$\delta_{c4}$	$\delta_{c5}$	δ <sub>c6</sub>	$\delta_{c7}$	$\delta_c\pm$	Δδ <sub>c</sub> , %	
1	0,067	0,065	0,062	0,063	0,056	0,052	0,045	-	0,057±0,008	31	
2	0,081	0,095	0,086	0,081	0,076	0,078	-	-	0,083±0,007	20	
1	0,075	0,109	0,095	0,089	0,096	0,091	-	-	0,096±0,008	18	
3	0,086	0,093	0,085	0,073	0,071	0,068	-	-	0,078±0,011	24	
3	0,078	0,081	0,076	0,074	0,069	0,066	-	-	0,073±0,006	19	
4	0,046	0,059	0,055	0,052	0,048	0,050	0,048	-	0,052±0,0045	21	
4	0,079	0,098	0,107	0,104	0,102	0,108	0,112	0,111	0,106 ±0,005	13	
5	0,090	0,135	0,126	0,116	0,108	0,127	0,131	0,123	0,124 ± 0,009	22	
5	0,084	0,124	0,139	0,143	0,155	0,169	0,159	0,152	$0,149 \pm 0,015$	30	

Таблица 5 - Значения трещиностойкости поковок из улучшаемой стали З8ХНЗМФА-Ш

\* Образец 15x20x120 мм



б)

Рисунок 21 - Строение изломов образцов 1(а) и 3(б), отличающихся уровнем трещиностойкости (см. табл. 6)

Строение изломов отражает неоднородность структуры материала. В частности, это относится к форме переднего фронта трещины, практически во всех случаях (образцах,

последовательных её скачках) не имеет гладкого характера. Отсюда разброс значений δ<sub>c</sub> может наблюдаться в разных местах по ширине образца даже в пределах центральной части образца с однородным напряженным состоянием. На рисунке 22 показан фрагмент излома с нанесенным контуром переднего фронта трещины (в момент одного из её скачков) и точки, в которых определялись значения критического раскрытия трещины (таблица 6). Даже для фиксированного положения переднего фронта трещины разброс значения δ<sub>c</sub> (Δδ<sub>c</sub> до 12-15%).



Рисунок 22 – фрагмент излома (x150) образца на трещиностойкость с указанием места, где был проведен расчет бс.

Таблица 6 – Значения бс, определённые в различных точках переднего фронта трещины

Номер	1	2	3	4	5	6	7	8	9
δ <sub>c</sub> , мм	0,105	0,105	0,102	0,099	0,094	0,100	0,098	0,099	0,103

Очевидно, что использование предложенного подхода позволит оценить трещиностойкость ( $\delta_c$ ) металла локально, с привязкой к конкретному участку поковки или её структуре. Это важно при выявлении причин разброса вязкости, выявлении её структурных и металлургических факторов, повышения объективности прогноза разрушения в целом.

Полученные результаты по определению критического раскрытия трещины по предложенной в работе методике можно использоваться для оценки трещиностойкости материалов, широко применяемых в промышленности. Данные о КРТ может включать в нормативные требования при проектировании конструкции, что позволит повысить надежность работы конструкций и более точно оценить ресурс их эксплуатации. Это важно для задачи аттестации и управления качеством металлопродукции.

### выводы

1. Для оценки взаимосвязи разномасштабных структур в крупных поковках из улучшаемой стали 38ХНЗМФА, их роли в разрушении апробированы компьютеризированные процедуры, в т. ч. для прямого сопоставления изображений в единой системе координат (в одной плоскости шлифа).

2. Прямое совмещение изображений микроструктур, серного отпечатка; дендритной структуры показало, что место расположения тёмных пятен серного отпечатка – междуветвия дендритов, крупные области феррита в микроструктуре преимущественно соответствуют

21

координатам осей дендритов в макроструктуре. При наличии корреляции между объемными долями неметаллических включений на шлифе и темными пятнами на серном отпечатке, в целом, это признак определяющей роли дендритной структуры и технологической наследственности в формировании взаимосвязанных, разнородных структур в крупных поковках из улучшаемой стали 38XH3MФА.

3. Показана эффективность статистики полиэдров Вороного (коэффициенты асимметрии распределений числа соседей и расстояний между пятнами серного отпечатка и ямками вязких изломов образцов на растяжение) для выявления взаимосвязей в их размещении, определяющих различия в механизме вязкого разрушения.

4. Для структурно-неоднородных материалов апробирована методика определения коэффициента вращения берегов трещины при испытании на вязкость разрушения, основанная на экспериментальном нахождении положения центра их вращения.

5. Предложена методика реконструкции переднего фронта растущей вязкой трещины (на дне макрохрупкого квадрата) на основе построения её 3D-модели.

6. По прямым измерениям акустической эмиссии при разрушении показано, что распространению вязкой трещины соответствуют амплитуды АЭ (≥ 3,8В), число которых соответствует числу скачков трещины (её передних фронтов), определенным по измерениям топографии изломов.

7. Уточнена методика определения критического раскрытия трещины δс, включающая в себя экспериментальное определение коэффициента вращения n, учет кинетики роста вязкой трещины (по измерениям акустической эмиссии и морфологии статического излома). С использованием уточненной методики установлена величина возможного размаха значений □ с в пределах одного фронта трещины – 11%, образца – до 26%, поковки – до 39% и между различными поковками, полученными по одной технологии – до 28% и 22% (кубической и цилиндрической формы соответственно).

### Список цитируемой литературы

1 Соколовская Э.А. // Вопросы материаловедения. 2013. № 4 (76). С. 143-153.

2 Новые методы оценки сопротивления металлов хрупкому разрушению // Под. ред. Ю.Н. Работнова. Пер. с англ. – М.: Мир. –1972. – 439с.

3 Кудря А.В., Соколовская Э.А. Изв. РАН. Сер. "Физическая". 2004. Т. 68. №10. - С.1495.

4 Ohira T., Pao Y.S. Met. Trans. A, 1989, v.20A, N6, p.1105.

5 Ханжин В.Г., Штремель М.А. // МиТОМ – 2009. –№5. – С.53-59

## СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЫ

1 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Нго Нгок Ха, Кайкибаева А.С. Связь неоднородности свойств крупных поковок со структурой // Электрометаллургия. 2018. №5. С. 30-35. DOI: <u>10.1134/S0036029518060125</u>

2 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Нинь Хай Ле, Ха Нгок Нго. Связь морфологии вязких изломов различной природы и свойств конструкционных сталей // Металловедение и термическая обработка металлов. 2018. №4 (754). С.36-41. DOI: <u>10.1007/s11041-018-0267-5</u>

3 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Нго Нгок Ха, Кузько Е.И., Котишевский Г.В. Прогноз разрушения крупных поковок с неоднородной структурой // Электрометаллургия. 2019. №6. С. 33-39.

4 Нго Нгок Ха, Нгуен Хоанг Тхань, Соколовская Э.А., Кудря А.В. Взаимосвязь разномасштабных структур в крупных поковках стали 38ХНЗМФА и их разрушение // Перспективные материалы и технологии: материалы международного симпозиума, Брест, 27-31 мая 2019 г. / под. ред. Чл. – корр. В.В. Рубаника. – Витебск: УО "ВГТУ", 2019. – С. 497-498

5 Нго Нгок Ха, Котишевский Г.В., Соколовская Э.А., Кудря А.В. О возможности оценки вязкости разрушения на малогабаритных образцах из улучшаемой стали // Перспективные материалы и технологии: материалы международного симпозиума, Брест, 27-31 мая 2019 г. / под. ред. Чл. – корр. В.В. Рубаника. – Витебск: УО "ВГТУ", 2019. – С. 499-500

6 Нго Нгок Ха, Кайкибаева А.С., Соколовская Э.А., Кудря А.В. Масштабы неоднородности разнородных структур в крупных поковках из улучшаемой среднелегированной стали // 60 Международная научная конференция «Актуальные проблемы прочности», 14–18 мая 2018 года, Витебск, Беларусь: материалы конференции / Витебск: УО «ВГТУ», 2018. –С.474-476

7 A.V. Kudrya, E.A. Sokolovskaya, Ngo Ngok Kha. Definition of the propensity for brittle destruction of structural steels // IV International Scientific and Practical Seminar «Improvement of reliability of main gas pipelines subject to stress corrosion cracking», June 6-8, 2018, Gazprom VNIIGAZ, Moscow: Conference program. Abstracts.: OOO «Gazprom VNIIGAZ», 2018. –C. 32

8 Нго Нгок Ха, Нгуен Хоанг Тхань, У. Ш. Кодиров, Д.Д. Гришина, Э.А. Соколовская, А.В. Кудря. Оценка взаимосвязи разнородных структур и свойств в крупных поковках из улучшаемой среднелегированной стали // Сб. трудов IX-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» - ПРОСТ 2018. 24-26 апреля 2018 года. – Москва, НИТУ «МИСиС». – М.: ООО «Студио-Принт», 2018. –С. 146

9 Нго Нгок Ха, Д.Д. Гришина, У. Ш. Кодиров, Г.В. Котишевский, А.Е. Семин, Е.И. Кузько, Э.А. Соколовская, А.В. Кудря. Уточнение методики оценки вязкости разрушения на малогабаритных образцах из улучшаемой стали // Сб. трудов IX-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» - ПРОСТ 2018. 24-26 апреля 2018 года. – Москва, НИТУ «МИСиС». – М.: ООО «Студио-Принт», 2018. –С. 148

10 Кудря А.В., Нго Нгок Ха, Соколовская Э.А., Котишевский Г.В., Кодиров У.Ш. Возможности акустической эмиссии при количественных оценках масштабов и природы разрушения // «Актуальные проблемы метода акустической эмиссии» (АПМАЭ-2018): Всероссийская конференция с международным участием (Тольятти, 28 мая – 1 июня 2018 года): сборник материалов / отв. ред. Д.Л. Мерсон, А.Ю. Виноградов. – Тольятти: Изд-во ТГУ, 2018. – С. 93-94

11 Нго Нгок Ха, Кайкибаева А.С., Нгуен Хоанг Тхань, Соколовская Э.А., Кудря А.В. Соответствие разномасштабных структур в крупных поковках из стали 38ХНЗМФА // Физическое материаловедение: VIII Международная школа с элементами научной школы для молодежи (Тольятти, 3-12 сентября 2017 года); «Актуальные проблемы прочности»: LIX Международная конференция (Тольятти, 5-8 сентября 2017 года): сборник материалов и

конкурсных докладов / отв. ред. А.Ю. Виноградов, Д.Л. Мерсон. – Тольятти: Изд-во ТГУ, 2017. – С. 92-93

12 Пережогин В.Ю., Ахмедова Т.Ш., Нго Нгок Ха, Соколовская Э.А., Кудря А.В. Об учете природы объекта при выборе алгоритмов обработки изображений в материаловедении // Перспективные материалы и технологии: материалы международного симпозиума (22-26 мая 2017 года, Витебск, Беларусь). В 2-х ч. Ч. 2 / под ред. В.В. Рубаника. – Витебск: УО "ВГТУ", 2017. – С. 84-86

13 А.С. Кайкибаева, Ха Нгок Нго, Н.Х. Ле, Э.А. Соколовская, А.В. Кудря. Измерение геометрии разномасштабных структур и изломов стали 38ХН3МФА-Ш для оценки причин неоднородности её вязкости // Сб. трудов VIII-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» - ПРОСТ 2016. 19-21 апреля 2016 года. – Москва, НИТУ «МИСиС». –С. 177

14 Ле Хай Нинь, Соколовская Э.А., Кудря А.В., Траченко В.А., Нго Нгок Ха, Ахмедова Т.Ш. Сопоставление геометрии строения вязких изломов сталей в различном состоянии поставки // «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов» : ХХІІІ Уральская школа металловедов-термистов посвященная 100-летию со дня рождения профессора А.А. Попова (Тольятти, 2-6 февраля 2016 года); «Физическое материаловедение» : VII Международная школа с элементами научной школы для молодежи (Тольятти, 31 января - 5 февраля 2016 года) : сборник материалов / отв. ред. А.А. Викарчук, Д.Л. Мерсон. – Тольятти: Изд-во ТГУ, 2016. – С. 271-272

15 Э.А. Соколовская, Ле Хай Нинь, А.В. Кудря, В.А. Траченко, Н.И. Сидорова, Е.С. Бокарева, Нго Нгок Ха. Изучение закономерностей строения рельефа вязких изломов конструкционных сталей средствами стереофотограмметрии // Сб. трудов VII-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» - ПРОСТ 2014. 22-24 апреля 2014 года, Москва, НИТУ «МИСиС». – М.: ПОЧЕРК МАСТЕРА, 2014. – С. 141