

Министерство науки и высшего образования  
Российской Федерации  
Федеральное государственное автономное образовательное  
учреждение высшего образования  
«Национальный исследовательский технологический  
университет «МИСИС»

На правах рукописи

Соколовская Элина Александровна

РАЗВИТИЕ МЕТОДОВ ЦИФРОВИЗАЦИИ В МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ И  
МЕТАЛЛУРГИИ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ КАЧЕСТВА  
МЕТАЛЛОПРОДУКЦИИ

Специальность 2.6.1 – Металловедение и термическая обработка металлов и  
сплавов

Автореферат диссертации  
на соискание ученой степени доктора технических наук

Научный консультант  
д.т.н., профессор, А.В. Кудря

Москва – 2025

## СОДЕРЖАНИЕ

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ .....	4
Глава 1. Масштаб неоднородности качества металлопродукции и факторы, его определяющие.....	18
Выводы по главе 1.....	30
Список использованных источников в главе 1.....	32
Глава 2 Цифровые процедуры измерения структур и разрушения.....	35
2.1 Необходимость цифровизации .....	35
2.2 Тактика цифровизации измерений структур и разрушения.....	38
2.3 Факторы, определяющие воспроизводимость результатов измерений.....	66
2.4 Исследование статистической природы изображений эталонных шкал.....	93
Выводы по главе 2.....	102
Список использованных источников в главе 2.....	104
Глава 3 Возможности оценки сопротивления разрушению (склонности к хрупкому разрушению и трещиностойкости) материалов, как среды с неоднородной структурой .....	110
3.1 Определение склонности к хрупкому разрушению.....	110
3.2 Определение трещиностойкости.....	118
Выводы по главе 3.....	144
Список использованных источников в главе 3.....	146
Глава 4. Наблюдение и измерение разрушения сталей и сплавов с неоднородной структурой.....	150
4.1 Прогноз риска преждевременного разрушения твердых сплавов по структуре.....	150
4.1.1 Состояние вопроса.....	150
4.1.2 Факторы качества твердых сплавов для рабочих органов почвообрабатывающих машин (ПОМ).....	154
4.1.3 Неоднородность структур и свойств серийных твердых сплавов.....	163

4.1.4 Роль вязких перемычек в разрушении твердых сплавов.....	177
4.1.5 Возможности повышения износостойкости и сопротивления преждевременному разрушению твердых сплавов.....	180
4.1.6 Оценка неоднородности структур предложенных композиций твердых сплавов и механизмов их разрушения (по строению изломов) .....	188
4.2 Масштабы неоднородности структур, трещиностойкости и хладостойкости в структурно-неоднородных сталях.....	219
Выводы по главе 4.....	249
Список использованных источников в главе 4.....	253
<b>Глава 5. Перспективы извлечения полезной информации при ретроспективном анализе баз данных производственного контроля (Big Data) для прогноза и управления качеством металлопродукции.....</b>	<b>261</b>
5.1 Статистическая природа объектов исследования. Ограничения классической статистики.....	261
5.2 О полноте оценки качества металлопродукции при уменьшении количества образцов, испытуемых на единицу продукции.....	275
5.3 Определение хладноломкости на основе анализа баз данных производственного контроля с использованием сложных эвристических приемов когнитивных графики.....	292
5.4 Развитие приемов когнитивной графики для выявления областей с доминирующим типом зависимостей.....	301
Выводы по главе 5.....	311
Список использованных источников в главе 5.....	313
<b>ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....</b>	<b>319</b>
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А.....</b>	<b>323</b>
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....</b>	<b>324</b>
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ В.....</b>	<b>326</b>
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ Г.....</b>	<b>328</b>
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ Д.....</b>	<b>330</b>
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ Е.....</b>	<b>332</b>
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ Ж.....</b>	<b>335</b>

## **ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ**

### **Актуальность работы**

Широкий спектр вариантов траекторий технологии прохождения металла по производственной цепочке в пределах поля допуска штатной технологии, наблюдаемый на практике, приводит к разнообразию геометрии строения номинально однотипных структур в готовой металлопродукции и неоднородности её качества соответственно. Для определения причин провалов пластичности и вязкости, объективного прогноза работоспособности материалов необходимо понимание механизмов разрушения разнородных структур. С этим связана потребность в определении масштабов структурной неоднородности. Существующие нормы в основном предусматривают сравнение изображений с эталоном (картинкой). Многие из них составлены еще в начале XX века и «долгие годы верой и правдой служили (и служат) отечеству». Однако степень их информативности не всегда очевидна, в частности, визуальные шкалы “балла” ГОСТ 1778 подобраны эмпирически, и это некий трудно формализуемый комплексный показатель: оставляющий «за кадром» некоторые важные характеристики неметаллических включений (НВ), например, меру их «кучности» в размещении на шлифе. Отсутствие документированной представительной статистики результатов измерения структур в сопоставлении с эталонами затрудняют оценки их состоятельности.

Необходимость развития количественных подходов к оценке структур становилась все более очевидной, по мере роста требований к материалам, когда с повышением их уровня прочности стали все сильнее обостряться проблемы с вязкостью металла, которая в значительной мере определяется неоднородностью строения разномасштабных структур, морфологией неметаллических включений. Возможности цифровизации позволяют реализовать быстрые документированные измерения геометрических параметров структур. Однако формализация процедуры измерений структур, предполагающая определенную степень автоматизации измерений далеко не простая задача. Для её успешного решения необходимо понимание вклада ряда факторов, в частности, условий подготовки шлифа для металлографического анализа, масштабов измеряемого объекта, единых подходов к

проведению бинаризации. Первичное понимание механизмов разрушения среды с неоднородной структурой определяет выбор критериев фильтрации шумов (или выделения групп однотипных объектов на изображении). Для классификации конфигурации элементов структуры («дизайна» в соответствии с новомодным сленгом) необходимы соответствующие математические приемы, например, при выделении скоплений однотипных объектов точечной природы.

Объективная оценка совместного влияния разномасштабных структур на деформацию и разрушение металла невозможна без углубленного представления о механизмах разрушения среды со структурой. Для этого необходимы прямые совместные измерения не только структур, но и изломов, на всех масштабных уровнях наблюдения, сводящих воедино все стадии процесса разрушения - от образования элементарных актов разрушения, их слияния, до образования магистральной трещины. Это существенно для понимания роли отдельных структурных составляющих и разновидностей их конфигурации («дизайна» в соответствии с новомодным сленгом) в процессах разрушения и последующего выделения на этой основе критических элементов структуры (их комбинаций, формы, размеров), лимитирующих разброс качества металлопродукции. Это важно для управления качеством материалов, обоснованного прогноза ресурса эксплуатации.

Работы по созданию необходимых для наблюдения и измерения изображений структур и изломов программных продуктов ведется во многих научных центрах, инновационных бизнес-структурах. На рынке есть достаточное количество фирм, создающих соответствующие программные продукты, в т.ч ориентированные на применение в условиях массового производства (контроль структур на соответствие нормативным документам). При наличии уже даже нескольких производителей такого рода высокотехнологической продукции становится актуальным метрологическое обеспечение цифровых измерений.

Решение задачи, связанной с оценкой закономерностей разрушения среды с неоднородной структурой, определяет также необходимость развития средств и методов измерения вязкости (сопротивления разрушению), это относится к определению характеристик хладостойкости, трещиностойкости. Фактически, отечественные и зарубежные стандарты по определению вязкости разрушения

остаются неизменными с 70-80-х годов прошлого столетия, когда дальнейшее развитие критериев нелинейной механики разрушения оказалось ограничено из-за отсутствия средств мониторинга разрушения при испытании, быстрых и массовых измерений топографии изломов. Очевидно, что возможности цифровизации измерений, обработки их результатов, должны способствовать решению этой задачи.

Третий источник информации о качестве металлопродукции (и технологии её получения) – это базы данных производственного контроля процесса и продукта, где отражены колебания значений параметров технологии (в пределах её поля допуска) и соответствующий этому, как правило, существенный разброс свойств. Представительность таких баз данных, обусловленная массовым характером выпуска однотипных видов металлопродукции, определяет практический интерес к поиску взаимосвязей между вариацией значений входных и выходных параметров. Их раскопки средствами статистики пока не дали ожидаемого результата, особенно применимо к разработке сквозных систем управления качеством (от выплавки до конечной продукции). В связи с этим есть необходимость в выявлении причин отсутствия значимых результатов при проведении ретроспективного анализа баз данных производственного контроля в металлургии, разработке эффективных подходов к его проведения, включая обоснование выбора оптимальных статистических процедур, как важной составляющей при работе с большими данными (BIG DATA применимо к металлургии).

Решение такого комплекса задач - основа для повышения объективности оценки качества металлопродукции, обоснованного управления им в рамках действующих, отлаженных технологий, обеспечения возможности конструирования оптимальных структур под заданные свойства. Это в целом должно способствовать повышению конкурентоспособности отечественной металлопродукции.

Актуальность выполнения работы подтверждается выполнением её в рамках следующих проектов:

- Анализ повреждаемости ШВМ и разработка методов повышения сопротивления коррозионному разрушению (ОАО «ИЛ») (2004-2005 г.);

- Договор № 4-29/ИРМТ по теме «Исследование температурной зависимости отпускной хрупкости низколегированных сталей» (2007 г.);
- Исследование физико-химических свойств рабочих дисков производства ОАО «Белагромаш-Сервис» и зарубежных аналогов (ОАО «Белагромаш – Сервис») (2007 г.)
- Исследование температурной зависимости отпускной хрупкости низколегированных сталей (РНЦ «Курчатовский институт») (по Госконтракту в рамках ФЦП) (2007-2009 г.);
- Госконтракт № 8/3-510н-07 от 03 декабря 2007 г. «Создание нано- и субмикрокристаллических низкоуглеродистых сталей для ответственных элементов строительных конструкций и крепежа» (НИОКР по программе Департамента науки и промышленной политики г. Москвы) (2008 г.);
- Договор № 996НП от 26.01.2011 г. с ОАО «Северсталь» «Разработка технологии производства ТБД Х90-Х100 с повышенной стойкостью к распространению продольной трещины при пневматических полигонных испытаниях за счет анализа механизма разрушения металла при ИПГ» (2011 г.);
- РФФИ № 09-03-00995 «Закономерности эволюции разрушения от микро к мезомасштабам, определяющие формирование пилообразного излома в средах с микроструктурой» (2009-2011 г.);
- Исследование кооперативного взаимодействия разномасштабных структур при разрушении конструкционных материалов (Федеральное агентство по образованию) (2009-2011 г.);
- «Разработка импортозамещающих твердых сплавов с повышенными износными и технологическими характеристиками для упрочнения быстроизнашиваемых деталей сельхозмашин, эксплуатирующихся в абразивной среде» в рамках соглашения о предоставлении субсидии от «27» октября 2015 года (В рамках ФЦП Соглашение №14.578.21.0129. Уникальный идентификатор ПНИЭР RFMEFI57815X0129) (2015-2017 гг.)
- Договор 190770.002.23.3т от 26.11.2019 с АО НПО «ЦНИИТМАШ» «Исследование морфологии, изломов и количественный анализ геометрических характеристик строения разнородных структур сварных соединений,

определяющих уровень хрупкой прочности металла шва корпуса реактора» (2019 - 2021гг.).

- Договор на выполнение научно-исследовательских работ № 39-2023 г. от 01.11.2023 г. с АО «Выксунский металлургический завод» «Разработка научно-технических основ повышения вязкости проката и труб высокопрочных сталей класса прочности К65 – К80 по результатам исследования структурных и металлургических факторов, определяющих сопротивление разрушению», договор подряда на выполнение научно-исследовательских работ № 39-2023 г. (2023 -2025 гг).

В этой связи, целью работы явилось дальнейшее развитие методов цифровизации в металлургии и материаловедении для повышения полноты оценки качества металлопродукции, расширения возможностей управления им в рамках действующих технологий, выявления структурных и металлургических факторов, лимитирующих качество материалов и разработки оптимальных структур под заданные свойства.

Для достижения целей работы решались следующие **основные задачи**:

- разработка научно-технических основ метрологического обеспечения цифровых процедур измерения морфологии разномасштабных структур и изломов для сталей и сплавов различного сортамента и состава, оценка возможных рисков, возникающих при использовании эталонных шкал для ранжировки металлопродукции по виду структуры (с учетом их статистической природы);

- дальнейшее развитие методов определения хладостойкости и вязкости разрушения структурно-неоднородных сталей и сплавов (на основе применения цифровых средств и методов наблюдения и измерения разрушения);

- на основе «раскопок» данных производственного контроля технологий получения широкого сортамента металлопродукции (поковки, лист, сорт) из различных сталей, оценка статистической природы рассматриваемых объектов (баз данных), определение эффективных инструментов для их обработки, в т.ч для извлечения дополнительной информации (по содержанию) из существующих баз данных для более полной аттестации качества металлопродукции и возможности выявления на этой основе критических параметров технологии, определения

масштабов рисков, связанных с полнотой аттестации качества металлопродукции при вариации объема испытаний единицы продукции;

- на основе предложенных цифровых средств и методов измерения неоднородности разномасштабных структур и изломов накопление представительной статистики данных о закономерностях их строения, из прямого их сопоставления оценка влияния неоднородных структур на разрушение, возможности получения на этой основе материалов с улучшенным комплексом свойств.

### **Научная новизна:**

- впервые установлено, что на изображении разномасштабных структур (микро- и макро-) в их представлении в виде поля яркости  $z(x, y)$  – однозначной функции координат на плоскости кадра (в 256 оттенках серого), где светлые и темные участки отвечают той или иной структурной составляющей, на сводной зависимости «суммарные площадь объектов – и их периметр», построенной по 255 бинарным изображениям, полученным пошаговым изменением порога бинаризации, наблюдаются плавные перегибы на прямых скейлинга, отвечающие смене закономерностей формирования изображений отдельных структурных составляющих. Экстремумы перегибов, точки кроссовера – критерии для выбора уровня бинаризации при выделении отдельных структурных составляющих на изображении структуры;

- впервые выявлены и оценены масштабы неоднородности вида распределения значений геометрических параметров объектов на изображениях эталонных структур (ГОСТ 3443, ГОСТ 1778, ГОСТ 5639 и ГОСТ 5640) в пределах отдельных размерных рядов – диапазон размахов величин коэффициентов асимметрии  $As \in [0,10;1,32]; [-0,65;1,21]; [0,18;1,75]; [0,31;3,21]$  (шаг полос перлита); и эксцесса  $Ex \in [-1,60;1,35], [-0,22;3,80]; [-0,81;2,98]; [-0,1;3,64]$  (шаг полос перлита) соответственно. Это необходимо учитывать при применении эталонных изображений на практике для всесторонней и объективной ранжировки структур;

- показано, что при наблюдаемых отклонениях видов распределения значений геометрических параметров структурных составляющих структур и элементарных площадок изломов (включая размещение однотипных элементов на 2D-изображении), параметров производственного контроля процесса и продукта от

гауссовского, их предложено оценивать по значениям коэффициентов асимметрии и эксцесса, а при сопоставлении различных выборок результатов измерений не ограничиваться результатами определения их средних значений и применением критерия Стьюдента, а дополнить их сравнением выборок в целом с использованием непараметрического критерия Смирнова;

- для измерения различий в размещении случайных множеств точек на плоскости - центров частиц, малых в сравнении с расстоянием  $r$  между ними: неметаллические включения на металлографическом шлифе, темные пятна на сером отпечатке и т. п. (включая центры ямок в вязких изломах) показана эффективность применения процедуры разбиения плоскости изображения (кадра, панорамы) на полиэдры Вороного все точки внутри которого лежат ближе к его центру (центрам объектов наблюдения), чем к центрам всех других полиэдров. Размещение точечных элементов структуры при этом описывается коэффициентами асимметрии и эксцесса, распределений площадей полигонов, расстояний между ними и количества их соседей. При оценке морфологии размещения темных пятен на серном отпечатке по Бауману полезной оказалась также процедура дилатации: равномерное расширение объекта во все стороны для выделения возможных кластеров пятен; расширение в заданном направлении – для оценки их преимущественной ориентации на плоскости (по уменьшению их числа или периметра);

- прямыми массовыми цифровыми измерениями вязких изломов средствами различной размерности: на основе синтеза 3D-картины из нескольких 2D-кадров (стереофотограмметрия) и экспресс-оценки 3D-рельефа по «плоским» снимкам (2D-кадрам) показано, что для всех исследуемых сталей 38ХН3МФА (и её ЭШП), 09Г2С, 40Х2Н2МА и 15Х2НМФА различного сортамента (лист, сорт и крупные поковки), технологий получения, типа и схемы вырезки образцов: ударные и на растяжение, продольные и тангенциальные у ямок вязкого излома единая природа: в простейшем приближении - параболоид вращения  $y = c(x^2 + z^2)$ , обрезанный «сверху» плоскостью мезоступени излома, или фасеткой зернограничного излома (вязкого или хрупкого), наклонённой под некоторым углом к макроплоскости излома. С увеличением масштабов ямок наблюдается их вырождение (становятся более плоскими);

- выявлены особенности механизма вязкого разрушения, определяющие различия вязкости, единые для сталей различного сортамента и способа получения и пластичности в третьем направлении  $\psi_z$ . С увеличением ударной вязкости с 0,54 до 2,8 МДж/м<sup>2</sup> и относительного сужения  $\psi_z$  с 37 до 75 % для сталей различного сортамента и способа получения (сорт, поковки, лист и ориентировки образцов – продольные и тангенциальные) возрастает величина коэффициента асимметрии в эмпирических распределениях числа соседей ямок  $n$  с 0,43 до 0,97. Большим значениям  $n$  отвечают ямки большего масштаба. Различиям также способствуют неизвестные ранее механизмы разрушения перемычек между порами-соседями: отрывом (в мезомасштабе) с вторичными микроямками и без них срезом, и изменение соотношения глубин и диаметров ямок с  $0,87 \pm 0,02$  до  $1,34 \pm 0,08$ ;

- для листовой стали 16Г2АФ обнаружен неизвестный ранее механизм разрушения – шиферообразный излом, представляющий собой в мезомасштабе наблюдения, последовательно чередующиеся выступы и впадины, ориентированные вдоль направления прокатки, на их поверхности - вытянутые первичные ямки поперечником порядка 1 мкм и длиной до 500 - 1000 мкм, на дне которых наблюдаются нитки сульфидов марганца. Причина образования шиферообразного излома - в протяженном отслое по границе раздела ниток сульфидов марганца и примыкающим к ним полоскам перлита (образовавшихся при охлаждении после нагрева под прокатку, вследствие предшествующей сегрегации углерода в области металла, прилегающие к сульфидам марганца) и последующего разрушения перемычек между вытянутыми ямками срезом, что привело, в итоге, к снижению ударной вязкости;

- для оценки трещиностойкости материалов с неоднородной структурой развит метод определения деформационного критерия механики разрушения - критического раскрытия трещины (CTOD)  $\delta_c$  (на основе модели, предполагающей, что раскрытие, происходит при вращении берегов трещины относительно некоторого центра): предложена цифровая процедура экспериментального определения центра вращения её берегов, выделения критических стадий в развитии трещины (по измерениям акустической эмиссии) с их привязкой к результатам реконструкции траектории трещины отрыва (по измерениям цифровых 3D-изображений изломов в микро- и мезомасштабах наблюдения) и измерения

последовательности пластической деформации и разрушения (боковых перемычек). Полученные результаты также были использованы для определения значений J-интеграла при подросте трещины.

- на примере улучшаемых сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА с различной степенью неоднородности разномасштабных структур показано, что применение предложенной методики определения критического раскрытия трещины позволяет перейти от интегральных оценок трещиностойкости (для образца в целом) к ее дискретным значениям, характеризующим изменение трещиностойкости вдоль контура переднего фронта трещины в пределах зоны разрушения макроотрывом (для каждого из её скачков). Выявлен масштаб неоднородности значений  $\delta_c$  в пределах отдельного образца - до 30 и 15 % для сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА соответственно. Показано, что определение J-интеграла (для каждого из скачков трещины) связано с риском появления ошибок, обусловленных сложно учитываемым вкладом макропластической деформации боковых перемычек и их поэтапного разрушения срезом в общую работу разрушения.

- систематический анализ представительных массивов данных производственного контроля процессов получения широкого спектра металлопродукции (крупных поковок из улучшаемой стали 38ХН3МФА-Ш, сорта из улучшаемой стали 40ХМФА, листовых сталей 13Г1С-У, 16Г2АФ, 09Г2С, 15ХСНД, трубных - категории прочности К60 и К65), в рамках действующих в различные периоды времени технологий, выявил существенный масштаб неоднородности распределения значений параметров процесса и продукта. Вместе с ограничением полем допуска технологии свободного формирования хвостов распределения и отсутствием единого пространства параметров технологии, это может осложнить применение многих алгоритмов Big Data, основанных на допущении о нормальном (симметричном) виде распределения величин, а также процедур и критериев классической статистики. В этой связи необходимы оценки с использованием критериев непараметрической статистики, в частности критерия Смирнова, определение областей с доминирующим типом зависимости (средствами когнитивной графики);

- прямо показана малая эффективность принципа управления «по возмущению» в металлургии: при последовательном уменьшении объема массивов

значений ударной вязкости - результатов производственного контроля листа и поковок из сталей 09Г2С, 10ХСНД, 38ХН3МФА-Ш – путем исключения из выборки значений вязкости, соответствующих высокому содержанию S и P (последовательно с шагом 0,001 % масс для каждой примеси отдельно) вплоть до 0,004 и 0,004 – 0,006 % масс. соответственно, вид распределения и диапазон изменения ударной вязкости остались при этом практически неизменными. Это признак отсутствия единого пространства параметров технологии, низкой эффективности регрессии;

- на основе анализа результатов штатных испытаний на ударную вязкость при комнатной (20 °C)  $\{X_{pi}\}$  и пониженной (-50 °C)  $\{X_{nj}\}$  температурах испытания, имеющихся в базе данных производственного контроля технологии получения крупных поковок из стали 38ХН3МФА-Ш, с использованием приемов когнитивной графики была показана возможность в качестве меры хладостойкости оценивать « крутизну» снижения ударной вязкости  $\Delta_{ij} = (X_{pi} - X_{nj})$  с учетом ее среднего значения  $\bar{X}_{ij} = (KCU_{\max i}^{+20} + KCU_{\min j}^{-50})/2$  – двухпараметрический критерий хладостойкости. Его применение позволило разбить поковки на четыре группы по хладостойкости (по убыванию), и по сравнению с обычной оценкой по « крутизне» снижения вязкости  $\Delta_{ij} = (X_{pi} - X_{nj})$  показать, что верхним и нижним пределам содержания углерода и кремния (в поле допуска технологии): 0,38 - 0,42 и 0,24 - 0,37 % масс. соответственно, соответствует максимальный риск получения неудовлетворительной хладостойкости  $\approx 0,95$ .

- для твердых сплавов (наплавки на рабочие органы почвообрабатывающих машин) установлено, что их сопротивляемость разрушению, можно оценить по величине предельной степени деформации  $\epsilon$  квазивязких прослоек, расположенных обволакивающих упрочняющие частицы. Максимальную толщину прослойки  $h$ , соответствующую доле предельно деформированных прослоек  $p = 0,16 - 0,34$ , при которой они образуют сплошной каркас в наплавке и начинается разрушение, определяется на основе результатов измерения толщин прослоек в структуре и исходя из значений коэффициента асимметрии их распределения и доли деформированных прослоек  $p$ .

**Практическая значимость:** Разработанные цифровые процедуры измерения структур и изломов, уточненная методика определения критического

раскрытия трещины были использованы в производственных условиях АО «ВМЗ» Объединенная металлургическая компания (г. Выкса), АО «АВТОВАЗ» (г. Тольятти), ГНЦ РФ АО «НПО «ЦНИИТМАШ» (Москва), ООО ИТ-Сервис (г. Самара) (акты о внедрении и практическом использовании результатов работы в приложениях к диссертации А, В, Г, Д). С АО «РТП «Петровское» г. Светлоград, в соответствии с Лицензионным договором между НИТУ МИСиС и АО «РТП «Петровское» (№ ЛД 03.031-2019 от 25.04.2019), на производственных площадях АО «РТП «Петровское», за период его действия (по 2024 г. включительно) произведено продукции по лицензии – рабочие органы сельскохозяйственных машин (сортамента «АО РТП «Петровское») на общую сумму 68704215,74 руб. (Акт о внедрении – Приложение Б).

**Основные положения, выносимые на защиту:**

- научно-техническое обоснование метрологического обеспечения измерений цифровых изображений структур и изломов;
- подходы к определению критериев хладостойкости и нелинейной механики разрушения в материалах, с неоднородной структурой, направленные на повышение полноты их оценки с возможностью привязки к неоднородности морфологии структуры;
- закономерности статистической природы строения структур, разрушения, баз данных производственного контроля процесса и продукта как мера их неоднородности и фактор, определяющий неустойчивость качества металлопродукции для действующих технологий её получения;
- методологические принципы разработки интеллектуальной системы сквозного управления качеством металлопродукции в рамках действующих технологий;
- подходы к конструированию оптимальной морфологии структур материалов под заданные свойства.

**Достоверность результатов** обеспечивается использованием современной исследовательской техники, массовых цифровых измерений структур и разрушения, программного обеспечения и корректных статистических методов обработки результатов, приемов когнитивной графики, учитывающих физику явлений и процессов, согласием с результатами, имеющимися в научно-

технической литературе по данной проблеме. Надежность основных результатов достаточно подтверждена статистическим анализом результатов обработки больших массивов изображений структур, изломов и данных производственного контроля.

### **Личный вклад**

Диссертационная работа обобщает результаты исследований, выполненных автором самостоятельно и в сотрудничестве с коллегами в период 2002–2025 гг. Личное участие автора в получении результатов, изложенных в диссертации, выражается в том, что он формулировал цели и задачи работы, выдвигал идеи и рабочие гипотезы, выбирал методы достижения поставленных задач и разрабатывал новые. Автор руководил разработкой алгоритмов цифровой обработки изображений и изломов исследуемых сталей, твердых сплавов, планированием экспериментов по совершенствованию методов определения трещиностойкости, анализом и выбором оптимальных статистических инструментов, учитывающих природу исследуемых объектов (изображения структур и изломов, базы данных производственного контроля). Автор принимал участие в исследовании и моделировании процессов разрушения, установлении закономерностей разрушения исследуемых материалов, как среды со структурой, разработке методов прогноза разрушения, разработке новых составов твердых сплавов. Участвовал в обсуждении всех результатов, сформулировал промежуточные и основные выводы. Принимал активное участие в подготовке статей, заявок на патенты.

В 2018 г. в составе творческого коллектива автор удостоен Диплома лауреата, а в 2020 г. - серебряной медали лауреата Международной промышленной выставки «Металл-Экспо» за разработку «Импортозамещающих твердых сплавов с повышенной износостойкостью и сопротивляемостью преждевременному разрушению для упрочнения рабочих органов почвообрабатывающих сельхозмашин, эксплуатирующихся в абразивной среде».

### **Вклад соавторов**

Участие научного консультанта Кудри А.В. в обсуждении задач исследования, результатов, совместной формулировке положений научной новизны и выводов. Кузько Е.И – помощь в получении макроизображений и 3D-

моделей изломов, Мельниченко А.С. – помошь в разработке моделей разрушения твердых сплавов, Котищевский Г.В – в обработке массивов производственного контроля, Сухова В.Г., Ле Хай Нинь, Сергеев М.И. – участие в обработке изображений структур и изломов, Кодиров Д.Ф. – в отработке метрологического обеспечения цифровых измерений структур и изломов, Ахмедова Т.Ш. - участие в обработке изображений микроструктур и изломов твердых сплавов, Нго Нгок Ха и Танг Вьет Фыонг – в проведении испытаний на трещиностойкость и обработке их результатов, Пережогин В.Ю. – в экспериментальной поддержке при развитии метода С-образных кривых для структур с большим количеством структурных составляющих, обработке изображений разнообразных структур, Босов Е.В. и Тимошенко В.В. – помошь в обработке больших массивов данных производственного контроля, Скородумов С.В., Салихов Т.Ш. – в получении изображений изломов на сканирующем электронном микроскопе, Пастух Е.Н – в разработке метрологических основ для подготовки к обработке изображений макроизломов; Траченко В.А. – в подготовке некоторых программных решений, реализующих разработанные алгоритмы обработки изображений структур и изломов.

### **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, 2021, 2023), VII, VIII, IX, X, XI Евразийских научно-практических конференциях «Прочность неоднородных структур» - ПРОСТ (Москва, 2014, 2016, 2018, 2021, 2023); 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 45 печатных работы, из них 45 в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК РФ и 34 в изданиях,

входящих в систему цитирования WoS, Scopus; 1 монография, 2 учебных пособия и 47 тезисов докладов на международных конференциях. Оформлено 2 патента.

#### **Благодарности:**

Автор с глубокой благодарностью и признательностью отдает дань уважения и памяти д.ф.-м.н., проф. Штремелю М.А. – как образцу служения науке, примеру для подражания во всем. Особая благодарность научному консультанту д.т.н., проф. Кудре А.В. – за многолетнюю помощь в научной работе, выработке направления для исследования, совместное обсуждение полученных результатов, поддержку на всех этапах выполнения работы. Отдельная благодарность д.т.н., проф., Никулину С.А. за помощь в решении организационных и научных вопросов; искренняя благодарность соавторам совместных работ и публикаций (персонально к.ф.-м.н. Кузько Е.И., к.ф.-м.н. Мельниченко А.С., к.т.н. Ле Хай Ниню, к.т.н. Пережогину В.Ю., к.т.н. Нго Нгок Ха, к.т.н. Танг Вьет Фыонгу, к.т.н. Кодирову Д.Ф., к.т.н. Босову Е.В. аспирантам Траченко В.А., Ахмедовой Т.Ш., Сергееву М.И.).

#### **Структура и объем диссертации:**

Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения, списка использованной литературы и 7 приложений. Диссертация изложена на 337 страницах машинописного текста, содержит 104 рисунка, 35 таблиц и список использованной литературы из 220 наименований.

## **Глава 1. Масштаб неоднородности качества металлопродукции и факторы, его определяющие**

Качество металлопродукции из конструкционных сталей обычно описывает набор характеристик прочности, пластичности и вязкости. Их перечень определяется назначением металла, диапазон изменений их значений в рамках конкретной технологии характеризует также качество её выполнения. С учетом массового характера выпускаемой продукции в металлургии за относительно небольшой срок формируются базы достаточно большого объема – применимо к металлургии уровня «Big Data». Именно из анализа таких данных, возможно, извлечь наиболее полные оценки масштабов неоднородности свойств металлопродукции в рамках штатной технологии. В работе для этого были использованы базы данных производственного контроля действующих (в различные периоды времени) технологий получения широкого спектра металлопродукции (крупных поковок из улучшаемой стали 38ХН3МФА-Ш, сортов из улучшаемой стали 40ХМФА, листовых сталей 13Г1С-У, 09Г2С, 16Г2АФ, 15ХСНД), трубных сталей широкой категории прочности К 60, К 65 [1.1, 1.2].

Базы данных производственного контроля представляли собой матрицу  $A_{m \times n}$ , где строкам  $m$  соответствовало количество, плавок или партий, столбцам  $n$  – значения технологических параметров ( $n_t$ ) и характеристик качества металлопродукции ( $n_q$ ). Для исследуемых баз данных (технология получения металлопродукции из сталей 38ХН3МФА-Ш, 16Г2АФ, 40ХМФА, 09Г2С, 13Г1С-У и 15ХСНД) количество строк  $m$  в матрицах (с привязкой к химическому составу) составило 342, 166, 530 и 1460 (выплавка в конверторе и электродуговой печи соответственно), 1088 и 516 соответственно. Это отвечало объему однородной продукции, произведенной в течение одного-двух лет. Количество строк в матрице с привязкой к свойствам металлопродукции могло быть и больше, в т.ч. с учетом возможности испытания нескольких образцов на точку, различных температур испытаний. Количество столбцов  $n$  в матрицах составило ( $n_t/n_q$ ) 91/20, 18/17, 84/15, 33/16 и 83/15 соответственно [1.2].

Для всех исследуемых видов металлопродукции, полученных в рамках исследуемых технологий, был характерен разброс свойств, в первую очередь

вязкости (табл. 1.1), в значительной мере, определяющей уровень неоднородности качества металла [1.1].

Таблица 1.1. Масштаб неоднородности качества металлопродукции

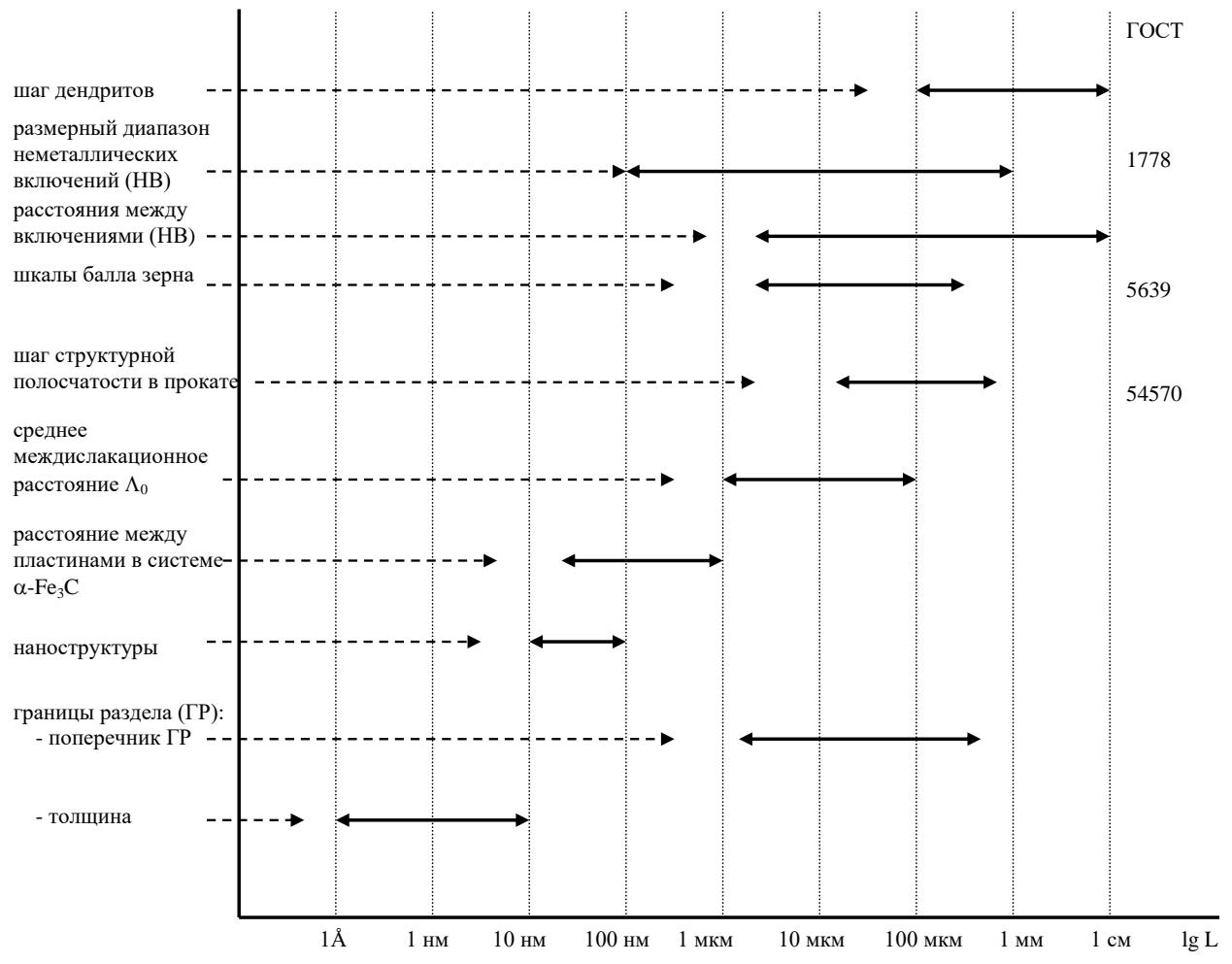
Сталь	Тип изделия	Размах значений $\Delta$ , ( $y_i^{\max} - y_i^{\min}$ ) и среднее по выборке						$\sigma_b$ , Мпа	$\delta$ , %
		KCU <sup>+20</sup>	KCV <sup>0</sup>	KCU <sup>-40</sup>	KCU <sup>-50</sup>	KCU <sup>-60</sup>			
		Дж / см <sup>2</sup>							
38ХН3МФА-Ш	поковка	<u>35</u> 47,4 $\pm 4,4^*$	-	-	<u>38</u> 40,1 $\pm 4,4$	-	<u>230</u> 1478 $\pm 24,7$	<u>8,7</u> 14 $\pm 0,9$	
40ХМФА	сорт	<u>115</u> 100,3 $\pm 19,2$	-	-	-	-	<u>370</u> 1173,5 $\pm 69,8$	<u>20–13</u> 14,1 $\pm 1,1$	
09Г2С	лист	<u>362</u> 241,4 $\pm 59,1$	-	-	-	<u>352</u> 215,5 $\pm 66,2$	<u>125</u> 503,9 $\pm 11,2$	<u>10</u> 30,5 $\pm 1,5$	
16Г2АФ	лист	<u>94</u> 456,3 $\pm 20,1$	-	<u>48</u> 65,2 $\pm 13,1$	-	-	<u>65</u> 609,0 $\pm 15$	<u>10</u> 24,1 $\pm 3,8$	
13Г1С-У	лист	-	<u>347</u> 150,5 $\pm 41,5$	<u>363</u> 137,1 $\pm 44,9$	-	-	<u>251</u> 557,2 $\pm 26,7$	<u>20,5</u> 27,8 $\pm 2,4$	
15ХСНД	лист	<u>262</u> 168,8 $\pm 27,9$	-	-	<u>297</u> 160,1 $\pm 27,1$	<u>115</u> 565,1 $\pm 13,4$	<u>23</u> 27,1 $\pm 1,4$		
K60	лист	-	-	<u>120</u> <u>110</u> $\pm 38,4$	-	-	<u>100</u> 605 $\pm 23,9$	<u>17</u> 25,2 $\pm 3,3$	
K65	лист толщиной 27,7. мм	-	-	<u>151</u> 306,3 $\pm$ 37,1	-	-	<u>109</u> 616 $\pm 31$	-	
	лист толщиной 23,3 мм	-	-	<u>137</u> 314,2 $\pm 30,9$	-	-	<u>97</u> 597,1 $\pm 20,0$	-	

\* В числителе размах значений  $\Delta$ ,  
в знаменателе – среднее по выборке с ошибкой

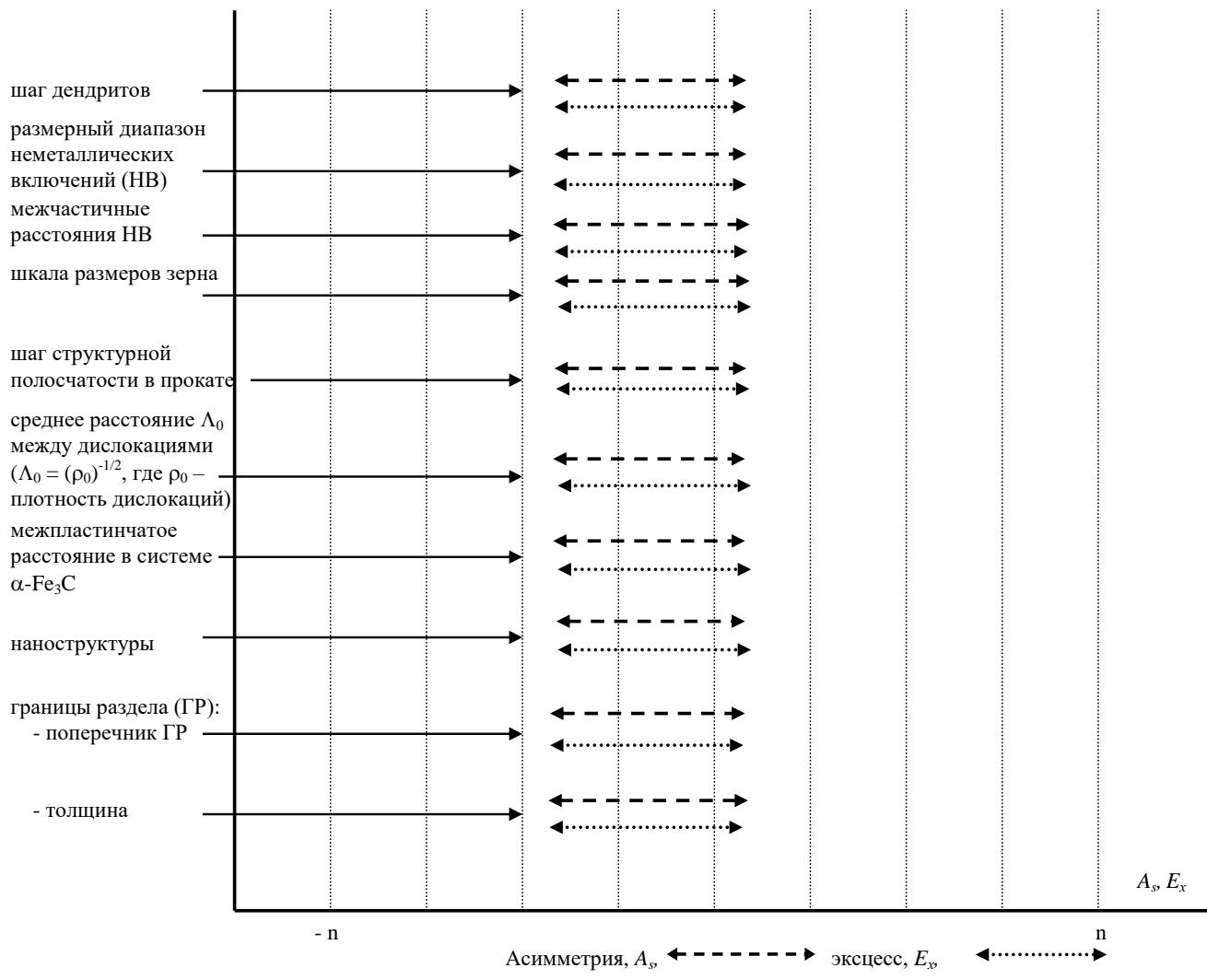
Такое различие в свойствах – следствие многообразия траекторий технологии в пределах достаточного широкого (штатного) поля допусков технологического процесса производства металлопродукции. Это причина проявления разнообразных механизмов эволюции структур и её дефектов от выплавки до конечной термической обработки, что обычно приводит к различиям в строении номинально однотипных структур.

Масштаб структур в материалах чрезвычайно широк [1.1]: мезоструктура слитка, где скелет дендритов обычно имеет размеры от 0,1 - 1 мм до 10 см, с шагом осей первого порядка 0,1 - 3 мм, второго – от 100 мкм и менее; неметаллические

включения поперечником от  $10^{-4}$  до 1 - 10 мм и микроструктура, являющаяся продуктом превращения высокотемпературной фазы при охлаждении (рис. 1.1 а). Например, в сталях это смесь феррита и цементита с шагом  $\lambda \sim 0,1$  - 1 мкм – в эвтектоидах, или зерно (феррита либо аустенита) с диапазоном размеров  $d \sim 1$  - 100 мкм. Однако при этом в литературе весьма мало данных по статистике распределения значений параметров, также характеризующих морфологию структур, что важно при оценке строения неоднородных структур, их влиянии на свойства материалов (это обстоятельство отражено на рис. 1.1б в виде отсутствующих количественных значений на шкале абсцисс: значений коэффициентов асимметрии  $A_s$  и эксцесса  $E_x$ , характеризующих вид распределения любых величин). Безусловно, известно наличие различий в видах распределения [1.1], но неизвестны масштабы их неоднородности. Очевидно, что причиной этого явилось отсутствие быстродействующих средств их измерения, обеспечивающих возможность документированных измерений в пределах образца или изделия.



а



б

а – размерный диапазон; б – диапазон изменения характеристик вида распределения (данные в литературе отсутствуют)

Рис.1.1. Масштабы неоднородности структур в конструкционных сталях

В разрушении участвует весь масштаб структур. Так, наносегрегация фосфора по границам зерна аустенита в улучшаемой стали приводит к зернограничной хрупкости (гладкие фасетки  $d \sim 10 - 30$  мкм с зеренной огранкой) [1.1]. Дендритная ликвация – к межсосевым скоплениям сульфидов и ферритным полям (поперечником 60 - 120 мкм и выше) в микроструктуре, и изменению условий зарождения вязкого излома [1.3]. Грубые игольчатые карбиды мезомасштаба в твёрдых сплавах на железной основе – к отдельным вытянутым фрагментам в однородной квазикристаллической основе изломов [1.4], одному из

признаков повышенной восприимчивости наплавок из твёрдых сплавов к преждевременному разрушению.

Неметаллические включения (НВ), определяемые типом технологии, составная часть структуры стали, как правило, отличаются широким диапазоном размеров (от  $10^{-6}$  до 1 см) при объемной доле (для всех способов выплавки)  $c = 10^{-4}$  -  $10^{-3}$  ( $\sim 0,01$  -  $0,1\%$  - по объему) [1.1]. Из них 88 % объёма занимают НВ с  $d > 1$  мкм и только 2 % - размером менее 1 - 0,2 мкм. Их наличие (во всем диапазоне размеров) контролирует стадию распространения вязкой трещины, определяет появление аномалий разрушения в сталях различного назначения.

Так, например, в листовых сталях 09Г2ФБ и 10Г2ФБЮ в изломах образцов после испытания падающим грузом, и растяжения, присутствовал осевой расслой, в трубной стали 12Г2СБ в изломах ударных образцов наблюдались расслоения (шиферность в изломе), такой дефект был характерен и для исследуемых трубных сталей более высокой категории прочности К65 и К70 [1.5, 1.6]. Причинами шиферности могут быть [1.7]: неметаллические включения (ленты пластичных сульфидов и силикатов, строчки и кластеры корунда); четвертичные включения: AlN, CaS, MnS и карбиды микролегирующих элементов Ti, V, Nb, Mo выпадающие в виде наночастиц в твердом состоянии; гранично-активные примеси: P, Sb, Sn, As; строчечность структурных составляющих: феррита, перлита, бейнита, мартенсита и наличие в структуре после прокатки кристаллографической мезотекстуры ( дальних последствий ликвации). В стали 09Г2С после испытания на растяжение в Z-направлении в плоскости излома был другой дефект, классифицируемый в соответствии с заводскими нормативными документами как «белые пятна».

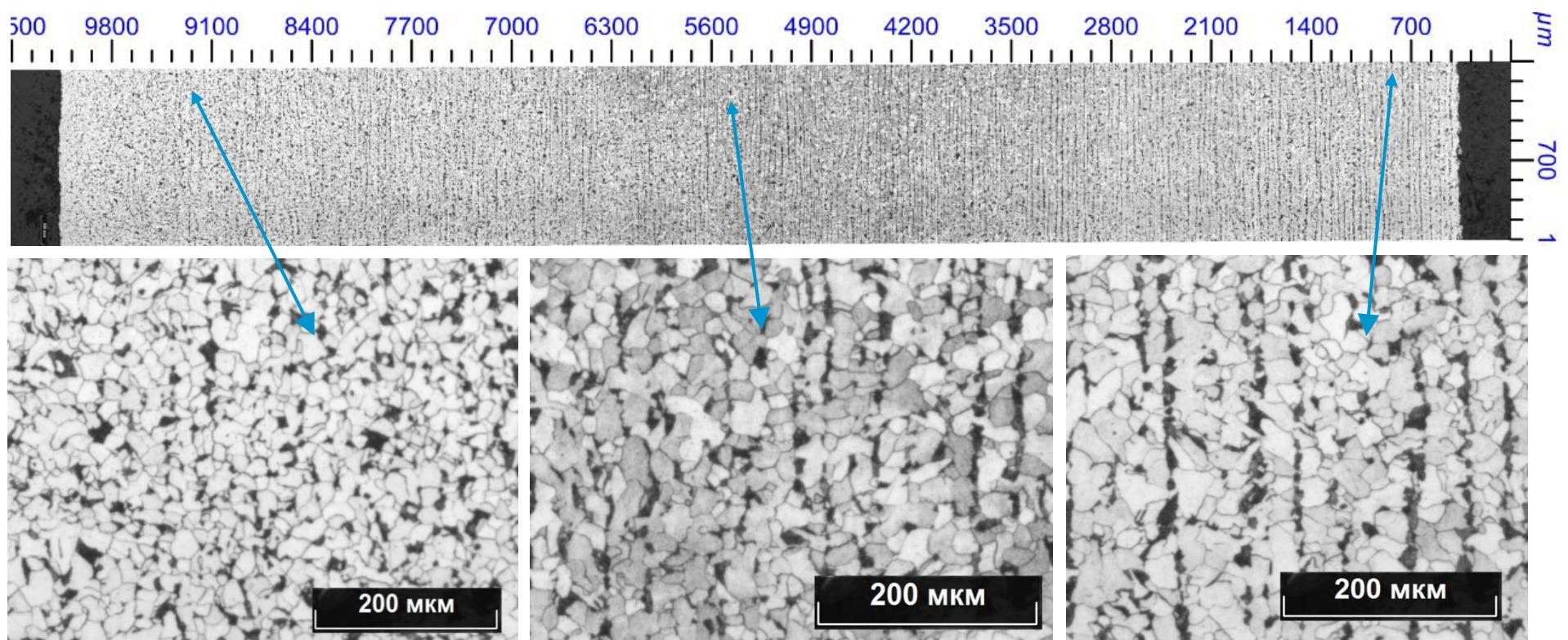
Для разрушения обычно характерно кооперативное влияние разнородных структур на зарождение и развитие трещины. Так, например [1.8], дальние последствия ликвации в улучшаемой стали 38ХН3МФА-Ш – причина транскристаллитного излома по поверхности грубых пластин цементита ( $\sim 100$  -  $500$  мкм) в верхнем бейните, ослабленных сегрегацией серы ( $\sim 10$  нм), вытесняемой при их росте.

Оттеснение серы в межосья при кристаллизации слитка из стали 16Г2АФ после прокатки даёт нитки сульфидов [1.1]. Прилегающий к ним слой металла обогащен марганцем и туда втягивается углерод, что способствует образованию в

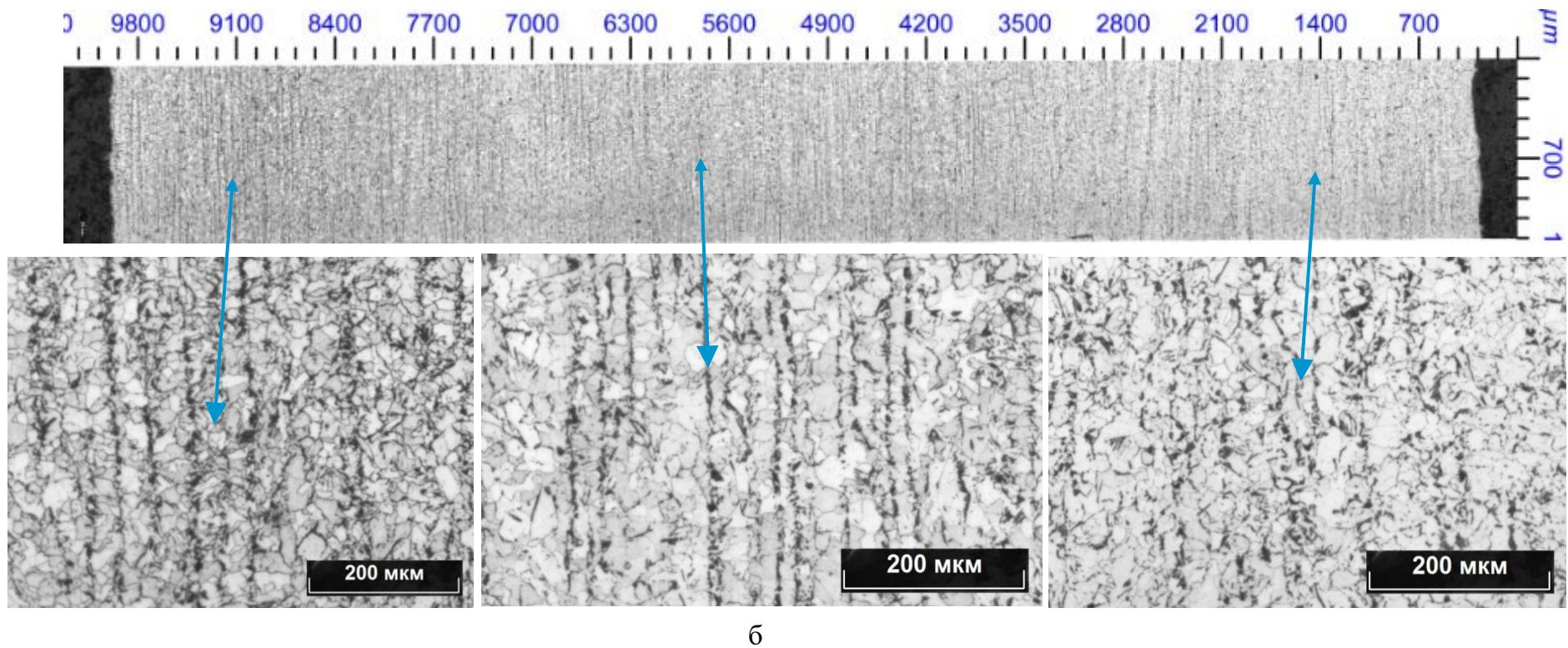
данных областях при охлаждении после горячей прокатки полос перлита. Под напряжением на границе ниток сульфидов с перлитом последовательно образуются цилиндрические поры, (в различных плоскостях), они, сливаясь, приводят к шиферообразному строению излома (и снижению вязкости стали до 1,5 раз) [1.9].

Представление о неоднородности структур в сталях и сплавах обычно связано не столько с образованием их аномалий, сколько с различием в геометрии разнородных однотипных структур, например, зерно, отличающееся своим размером в пределах одного образца или изделия, полосчастость различного балла в микроструктуре, неравномерность размещения НВ (густота и разреженность), различие в строении дендритного рисунка в мезо и макромасштабах.

Например [1.10], для исследованных сталей Ст3сп и 09Г2С в микроструктуре могла наблюдаться либо однородная феррито-перлитная смесь со случайным размещением отдельных структурных составляющих, либо полосчатость идентичной природы. При этом появление полосчатости по толщине листа не носило закономерного характера: ни по месту появления, ни по геометрии её строения (шагу полос и их толщине) (рис. 1.2). Наблюдаемое визуально отличие в строении феррито-перлитной полосчатости структуры нашло отражение в результатах измерения её геометрии (рис. 1.3) в различных местах по высоте поперечного сечения ударного образца (фактически по толщине листа). Различие проявляется в изменении средних значений ширин полос феррита при переходе из одной зоны образца в другую и их максимальных значений с 54 до 112,5 мкм (когда их доля составляет до 10 % от общего числа промеров). Типичным является и распределение зерен феррита по размерам: асимметричное, с левосторонним пиком и хвостом гистограммы, достигающим значений 40 – 80 мкм.

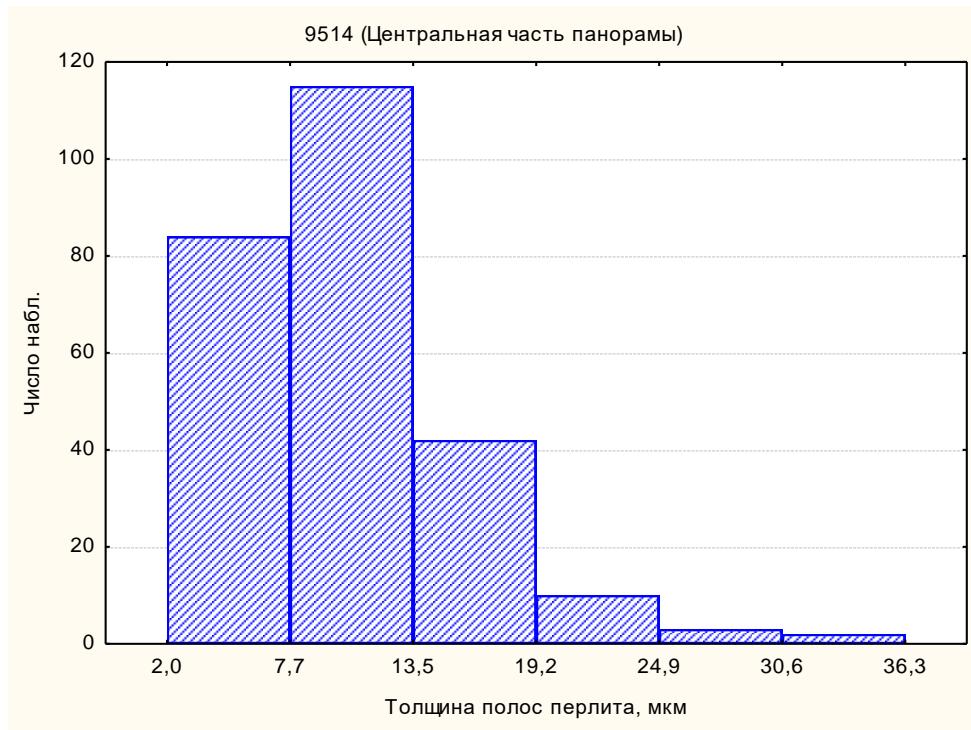


a

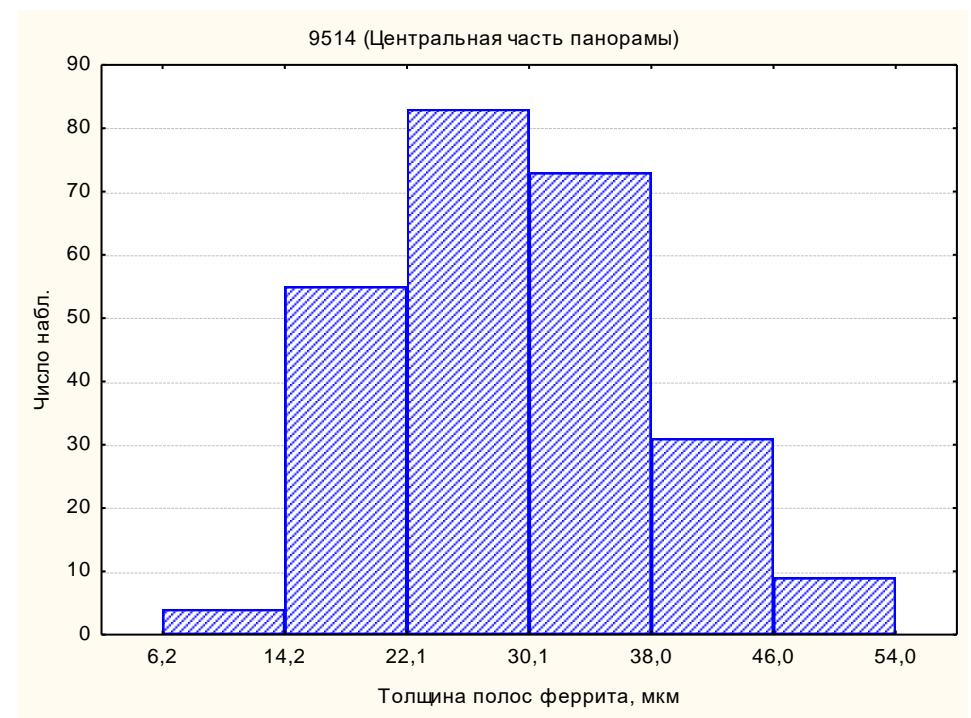


б

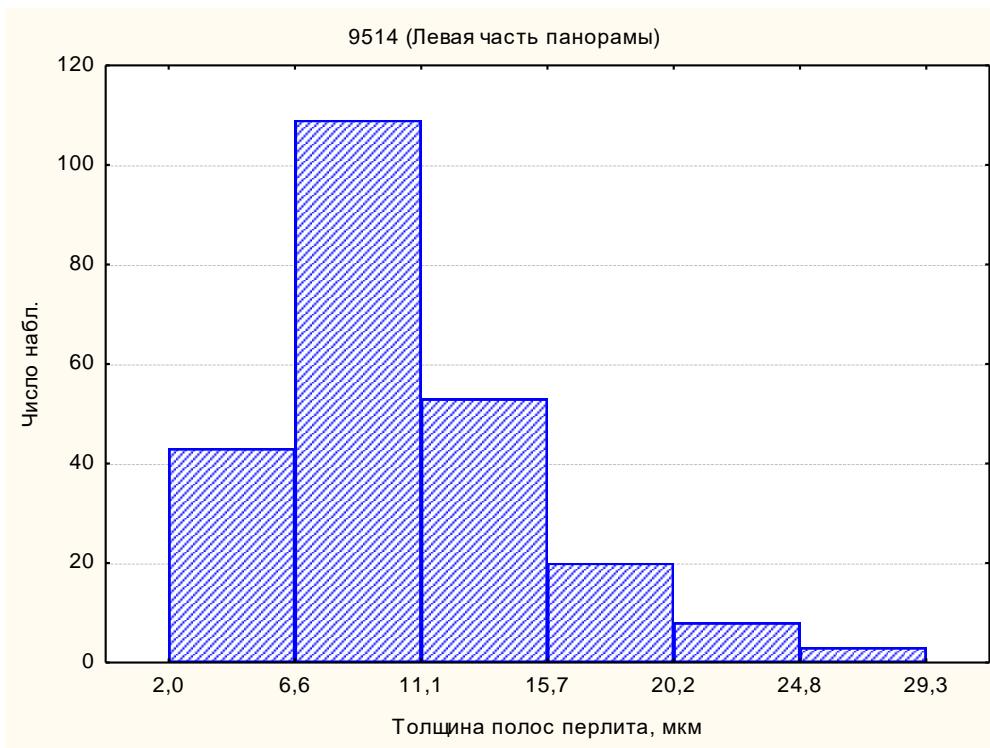
Рис. 1.2. Изменение морфологии феррито-перлитной полосчатости в микроструктуре листовых сталей СтЗсп (а) и 09Г2С (б)  
по толщине листа: панорамное изображение и его фрагменты при большем увеличении [1.10]



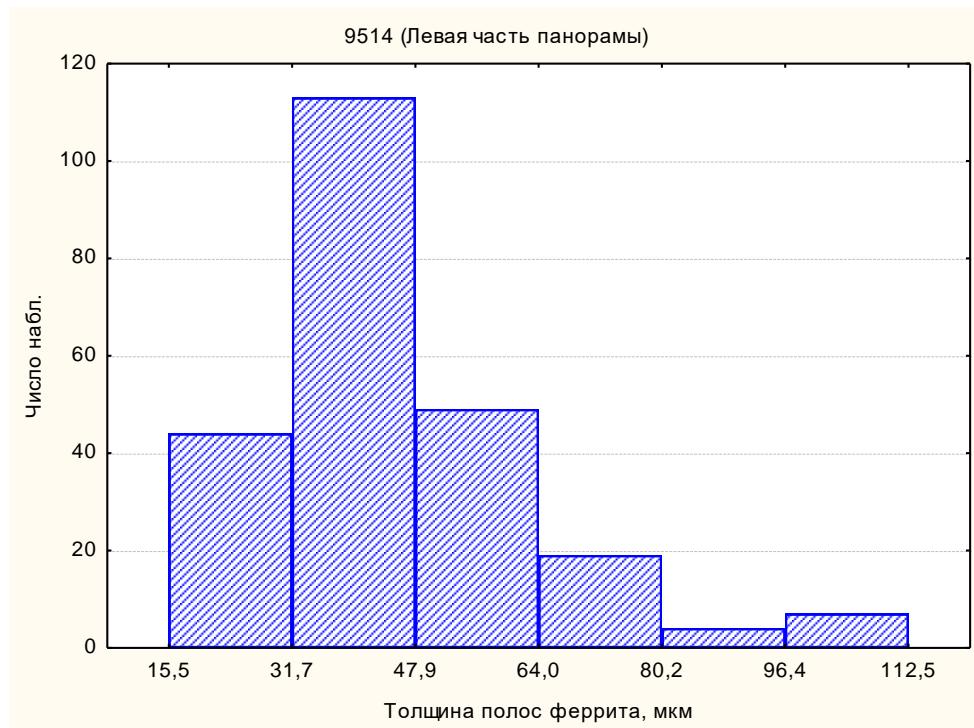
a



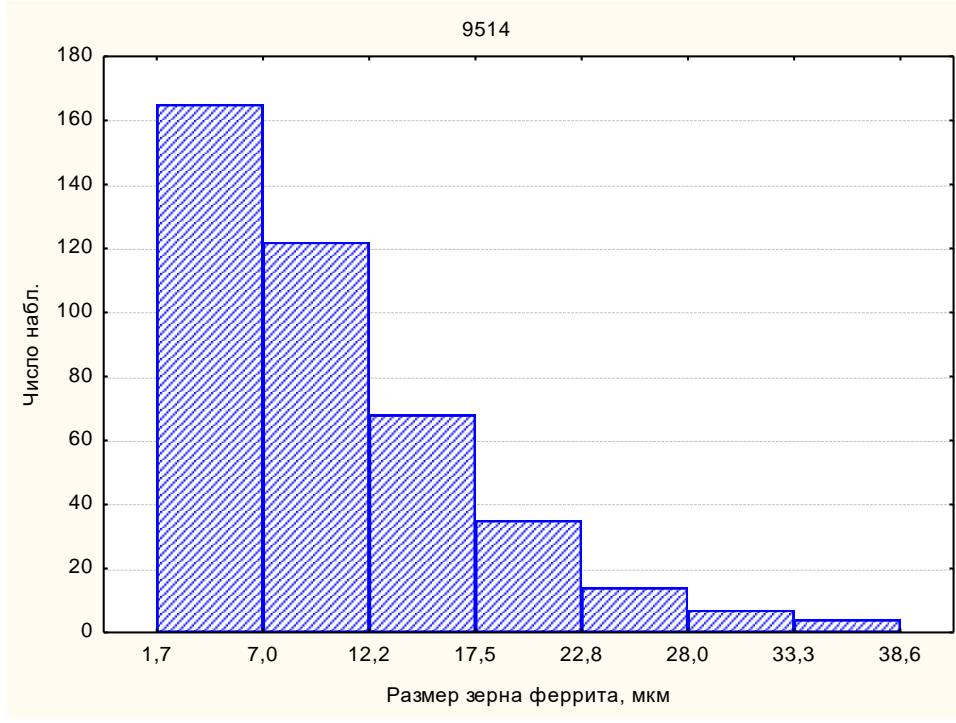
б



В



Г



д

Рис. 1.3. Статистика геометрии феррито-перлитной полосчатости в поперечном сечении листовой стали 09Г2С (см рис. 1.2б): толщина полос перлита (а) и феррита (а) в центральной и периферийной (левой) (б, в) фрагментах панорамы и распределение зерна феррита по размерам (д) [1.10]

Такая неоднородность строения и размеров структурных составляющих неизбежно приводит к разбросу вязкости [1.3], в частности, неоднородности хладноломкости. Свой вклад в её формирование могут внести и другие факторы, например, вариация содержания охрупчивающих примесей фосфора, олова и мышьяка, не только от плавки к плавке, но и от образца к образцу в пределах одной партии, вследствие дальних последствий ликвации [1.1, 1.11]. Это отражают результаты косвенной оценки хладноломкости по результатам приемо-сдаточных испытаний – существенный разброс значений ударной вязкости (рис. 1.4) в интервале температур вязко-хрупкого перехода.

Такая морфология структур не может быть в полной мере описана в соответствии с действующими эталонными шкалами, что требует разработки соответствующих быстродействующих цифровых процедур для массовых объективных измерений в масштабах образцов или изделий. При таких измерениях важно оценить статистическую природу измеряемых объектов.

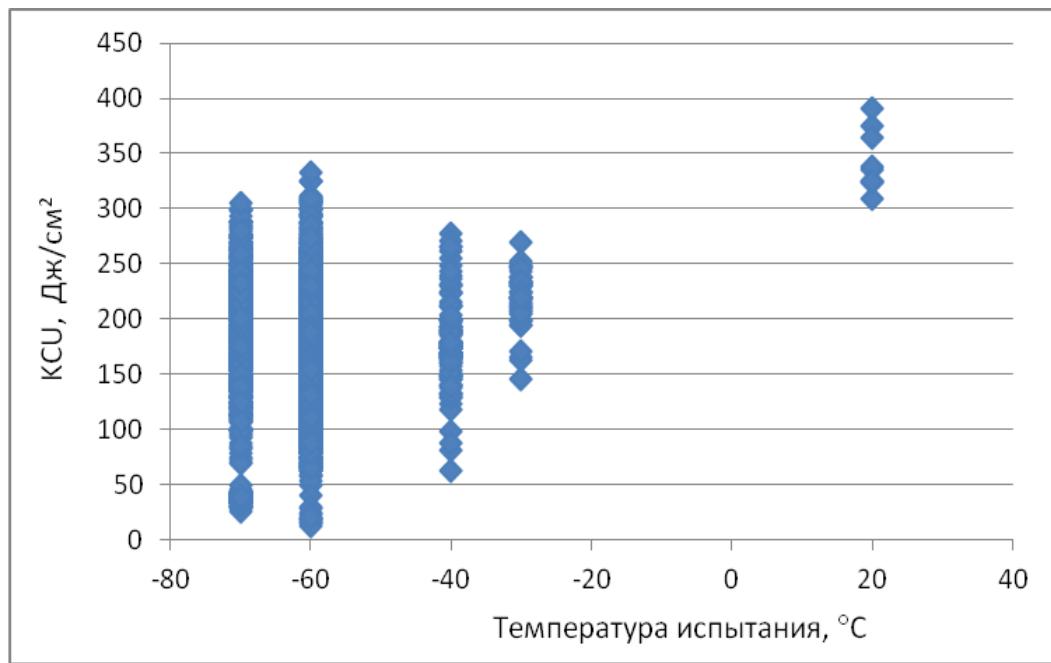


Рис. 1.4. Неоднородность хладноломкости стали 09Г2С  
(по результатам сдаточного контроля)

Разномасштабность структур определяет механизм разрушения – от элементарных актов, к их взаимодействию в мезобасштабе, переходящем в формирование макротрешины. Из разномасштабности разрушения вытекает необходимость его наблюдения на разных масштабных уровнях измерения [1.3 - 1.8, 1.9, 1.12 - 1.14] в изломе (*post mortem*): макро-, микро- (измеряются элементарные акты разрушения – ямка, фасетка) и мезоуровне, когда измеряемые элементы излома на порядок больше микроплощадок и на один-два порядка меньше характеристик макрогоеометрии излома. Дополнительную информацию могут дать наблюдения процессов разрушения в реальном времени - *in situ* (по измерениям акустической эмиссии). Это – актуальность развития процедур цифровизации в материаловедении.

При оценке неоднородности вязкости большое значение имеет наличие выбросов результатов испытаний [1.15, 1.16]. Если из трех образцов один дал результат ниже норматива, то повторно испытывают удвоенное число образцов; если все они удовлетворяют норме, партию принимают. Риск в этом случае не в понижении среднего, а в попадании в область неопределенности, что не пригодно для конструкции. При любой схеме испытаний задавать и обеспечивать нормы вязкости имеет смысл только на полках сериальной кривой. Для конструктора

прежде всего важно, чтобы материал был одинаково вязкий при всех температурах эксплуатации (исключая риск проявления хладноломкости). Из этого исходят, выбирая образец и метод испытания. В этой связи важна необходимость корректной оценки хладостойкости и вязкости разрушения [1.15, 1.16]. Отсюда также актуальность в обосновании выбора количества образцов на единицу испытываемой продукции, а при оценке хладостойкости еще и диапазона температур испытаний и сопоставлении результатов со структурой металла.

Следует отметить, что перечисленные выше проблемы не являются чем-то особым и характерным только для сталей и сортамента, представляющих собой объект исследования в настоящей работе. Эти проблемы характерны в большей или меньшей мере, для всей металлургии, в первую очередь крупнотоннажной, широкого сортамента и назначения металлопродукции: трубных [1.17-1.20], строительных [1.21], автомобильных [1.22,1.23], машиностроительных [1.24-1.25] сталей.

## **Выводы по главе 1**

1. Масштаб неоднородности размеров структур в промышленном металле велик, он определяет значительный разброс качества металлопродукции. Однако полнота представлений о степени влияния неоднородности структур (их статистической природы) на свойства сталей и сплавов, в частности, сопротивление разрушению, недостаточная. Одна из причин – отсутствие цифровых, быстродействующих и документированных процедур измерения структур и разрушения.

2. Отсутствие в исследуемых базах (и не только) данных, характеризующих количественное различие структур, изломов, как параметров качества металлопродукции, или их неполнота (балльные оценки), фактор, осложняющий анализ причин разброса качества металла.

3. Существенный разброс свойств характерен для широкого сортамента металлопродукции и марок сталей. Однако, как минимум, половина продукции имеет высокий уровень свойств, это означает, что в рамках конкретной технологии, в принципе, возможно, получать продукцию преимущественно высокого качества.

В этой связи усилия по достижению высокого качества имеют под собой объективные основания.

## **Список использованных источников в главе 1**

- 1.1 Сталь на рубеже столетий / Под ред. Ю.С. Карабасова. – М.: МИСиС, 2001. С. 445-543.
- 1.2 Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Kodirov D., Bosov E.V., & Kotishevskiy G.V. On necessity of taking into account statistical nature of the objects using Big Data in metallurgy // CIS Iron and Steel Review. 2022. №1. P.105–112.
- 1.3 Кудря А.В., Соколовская Э.А. Неоднородность разномасштабных структур и вязкость конструкционных сталей // Известия РАН. Серия Физическая.– 2004.–Т. 68.–№ 10.–С. 1495 - 1502.
- 1.4 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Пережогин В.Ю., Ахмедова Т.Ш., Васильев С.Г. Использование компьютеризированных процедур для оценки неоднородности структур твердых сплавов // Металлург. –2016. –№ 12. –С. 82-85.3.
- 1.5 Разрушение. В 2 кн. Кн. 1. Разрушение материала : моногр. / М.А. Штремель.–М.: Изд. Дом МИСиС. 2014.–670 с.
- 1.6 Солоницын А.Р., Добротин Г.С., Валюгин М.А., Червонный А.В., Алексеев В.И., Пастух Е.С., Тимошенко В.В., Соколовская Э.А. Формирование структуры высокопрочных трубных сталей при термомеханической обработке в условиях стана 5000 ОМК // Проблемы черной металлургии и материаловедения. – 2025. – № 2. – С. 64-80.
- 1.7 Арабей А. Б, Пышминцев И. Ю., Штремель М. А., Глебов А.Г., Струин А.О., Гервасьев А.М., О структурных причинах шиферности вязких изломов толстолистовой стали // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2009. № 9. 9-15.
- 1.8 Разрушение. В 2 кн. Кн. 2. Разрушение структур: моногр. / М.А. Штремель.–М.: Изд. Дом МИСиС, 2015. 976 с.
- 1.9 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Салихов Т.Ш., Пономарёва М.В., Скородумов С.В., Глухов М.Г. Оценка неоднородности качества листовых сталей. Известия ВУЗов. Чёрная металлургия. - 2008. - № 11. - С. 30 – 37.
- 1.10 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Траченко В.А., Скородумов С.В., Папина К.Б., Мишнев П.А., Палигин Р.Б., Балашов С.А., Огольцов А.А. Факторы неоднородности качества листовой стали // Электрометаллургия. - 2013. - № 9. - С. 23-32.

1.11 Голиков И.Н., Масленков С.Б. Дендритная ликвация в сталях и сплавах.

М.: Металлургия, 1977. 223 с.:

1.12 Кудря А.В., Соколовская Э.А. Информационные технологии в обеспечении качества металлопродукции // Электрометаллургия. –2010. –№ 12. – С. 29-31.

1.13. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Арсенкин А.М. Эффективность применения средств наблюдения различной размерности для анализа морфологии вязкого излома улучшаемых сталей // Деформация и разрушение материалов. – 2010. –№ 1. –С. 38-45.

1.14 Штремель М.А., Кудря А.В., Бочарова М.А., Пантелеев Г.В. К происхождению пилообразного мезорельефа вязких изломов // Физика металлов и металловедение. –2000. –Т.90. –№ 3. –С. 102-112

1.15 Штремель М.А., Арабей А.Б., Глебов А.Г., Пышминцев И.Ю., Есиев Т.С., Абакумов А.И. О нормировании хладноломкости толстолистовой стали. Часть I. Множество температурных порогов // Деформация и разрушение материалов. 2017. №6. С.39-48.

1.16 Kudrya A.V., Shtremel M.A. On the reliability of data analysis in quality control // Metal Science and Heat Treatment. 2010. T. 52. № 7-8. P. 341-346.

1.17 Стали для труб и строительных конструкций с повышенными эксплуатационными свойствами. Науч. изд. И.П. Шабалов, Ю.Д. Морозов, Л.И. Эфрон М.: Металлургиздат. 2003. 519 с.

1.18 Шабалов И.П., Шафигин З.К., Муратов А.Н. Ресурсосберегающие технологии производства толстолистового проката с повышенными потребительскими свойствами. М.: Металлургиздат. 2007. 351с.

1.19 Эфрон Л.И. Металловедение в большой металлургии. Трубные стали. М.: Металлургиздат. 2012. 696 с.

1.20 Рожков И.М., Власов С.А., Мулько Г.Н. Математические модели для выбора рациональной технологии и управления качеством стали. М.: Металлургия. 1990. 184 с.

1.21 Одесский П.Д., Ведяков И.И. Сталь в строительных конструкциях М.: Металлургиздат. 2018. 905 с.

- 1.22 Пилющенко В.Л., Яценко А.И., Белянский А.Д., Регаша Н.Л., Кругликова Г.В. Структура и свойства автолистовой стали. М.: Металлургия. 1996. 175 с.
- 1.23 Беняковский М.А., Масленников В.А. Автомобильная сталь и тонкий лист. Череповец, Изд. Дом Череповец. 2007. 636 с.
- 1.24 Спектор А.Г., Зельбет Б.М., Киселева С.А. Структура и свойства подшипниковых сталей. М.: Металлургия, 1980. 264 с.
- 1.25 Рахштадт А.Г. Пружинные стали и сплавы. М.: Металлургия, 1982. 400 с.
- 1.26 Новые материалы / под ред. Ю.С. Карабасова. М.: МИСиС. 2002. 736 с.

## **Глава 2 Цифровые процедуры измерения структур и разрушения**

### **2.1 Необходимость цифровизации**

Цифровизация в материаловедении и металлургии сегодня набирает обороты. Однако четко согласованных подходов относительно того, что и как измерять до сих пор не существует.

Геометрические параметры строения структур сегодня описывают качественными, полуколичественными (балльная оценка) и количественными методами в соответствии с актуальными ГОСТ (зарубежными аналогами) прошлого века. Качественный и полуколичественные способы - субъективны, зависят от индивидуальных особенностей наблюдателей и поэтому, как правило, результаты отличаются в несколько раз [2.1 - 2.5]. Количественный подход должен основываться на измерении геометрии структурных составляющих материалов поскольку именно их размеры, форма, взаимное расположение определяют процессы деформации и разрушения, поведение материала при эксплуатации в целом. Отсюда становится понятным, что цифровые методы количественной металлографии должны базироваться на понимании физики процессов деформации и разрушения структур - измерения должны быть направлены на конкретные элементы структуры.

Современные цифровые средства измерений, рост компьютерных мощностей, возможности современных программных продуктов расширяют масштабы объема получаемых данных, традиционно используемых при решении задач материаловедения, создают новые источники полезной информации о причинах неоднородности свойств материалов, закономерностях деформации и разрушения разнородных структур, что необходимо при конструировании морфологии структур под заданные свойства. В этой связи постоянно повышается роль информационных технологий (ИТ) при решении разнообразных материаловедческих задач [2.6 - 2.9].

Источниками информации в материаловедении и металлургии обычно являются изображения структур и изломов, результаты испытаний, базы данных производственного контроля процесса и продукта. Фактически до последнего

времени работа с теми же изображениями структур и изломов предусматривала в основном сравнение с эталонами (картинками) и наличие опытного наблюдателя, способного выделить на реальном изображении (со шлифа) его информативные признаки, отсеяв при этом визуально искажения различной природы, артефакты и т.п. Цифровые изображения – это возможность получения не только принципиально иной информации об их строении: в диапазоне размеров отдельного пикселя до масштабов образца, но и всего остального, что отсекалось опытным глазом раньше, причем в том же масштабе, начинающемся с одного пикселя и далее. В этой связи особое значение приобретает метрологическое обеспечение цифровых процедур измерения структур и изломов, учитывающих и природу объекта (что неизбежно «на автомате» делал опытный наблюдатель визуально) и возможные издержки в качестве изготовления шлифа, при его съёмке в световом и сканирующем микроскопе, травлении, выборе масштаба наблюдения, необходимости однозначного выделения информативных объектов на изображении, удаления шумов и т.п. На этой основе вполне реально прогнозировать свойства неоднородной структуры (и изломов) из описания ее микроскопических составляющих и элементов строения изломов. Последовательное создание необходимого статистического банка результатов, установление взаимосвязи строения структур и изломов, открывает перспективу внесения в оценку структур и изломов количественных мер, основанных на понимании механизмов влияния структур на процессы деформации и разрушения, выделении критических элементов структур и изломов, и разработки с учетом этого принципиально новой линейки их стандартов.

Расширение масштабов цифровизации привносит новые риски, вытекающие из стереотипа традиционного применения компьютера – обработки экспериментальных данных [2.10]. Появление разнообразных пакетов программ создают иллюзию возможности получения практически неограниченного количества данных любой точности из любых измерений. Но результат при этом далеко не всегда соответствует реальности. Эксперимент, как правило, дает значение некоторой величины в конечном числе точек и с неизбежной случайной ошибкой в каждой точке. «Наследование» этих ошибок заключается в ошибках конечных величин и устанавливает предел: обработка имеет смысл, лишь пока

найденные параметры превышают собственную ошибку – принцип максимума правдоподобия, гарантирующего минимальные случайные ошибки результата [2.11].

Цифровые средства измерения не просто обеспечили получение и быстроту измерений существовавших раньше методов (например, измерения размеров зерна), но и сделали возможным разработку измерительных процедур, необходимых для понимания природы явления, но недоступных в связи с трудоемкостью измерений «вручную» и подготовкой их для ввода в компьютер (например, при помощи перфокарт). Прямой ввод информации в цифровой форме и обработка в «реальном времени» в частности, перспективны при массовых измерениях морфологии изломов, структур (строение которых неоднородно в масштабах образа или изделия).

Объем регистрируемой информации в процессе производства материалов существенно расширился. Отсутствие цифровых средств регистрации явлений и процессов ограничивало анализ данных статистическим обоснованием выборочного приемочного контроля. Появление представительных баз данных производственного контроля и наличие физических моделей обеспечили возможность пооперационного мониторинга. В настоящее время есть все возможности для реализации – сквозного, если не от исходных материалов, то, как минимум, от выплавки до конечной металлопродукции (её свойств, включая контроль структур), анализа протяженной цепочки технологических операций по всему производственному циклу. Цель его - непрерывное управление качеством, выявление слабых мест производства, оптимизация технологии и продукта. Инструментом выступают разнообразные процедуры Big Data, а также машинного обучения. Главная сложность при этом – выдвижение многочисленных вариантов разумных и, в принципе, проверяемых гипотез о цепочке причин событий. Программы для проверки гипотез заложены во многих готовых программных пакетах. В пакетах отсутствует главное – сами гипотезы, скрытые параметры, взаимосвязи, которые привязаны к конкретному объекту анализа и при переходе даже на подобные объекты не допускают автоматического переноса и требуют адаптации. Такой подход был апробирован в работах с участием соискателя на ряде различных технологий и показал свою эффективность для выявления критических

параметров технологии и повышения однородности качества металла, при условии учета закономерностей протекания технологической наследственности, статистической природы исследуемых объектов [например, 2.6.]. Однако, очевидно, что его результаты могли быть более значимыми, если бы контроль структур и изломов (там, где эта процедура была предусмотрена регламентом испытаний) конечной металлопродукции не ограничивался стандартным их сопоставлением с эталонными картинками.

Накопленный опыт показывает, что цифровые решения, основанные на учете природы явлений и процессов, представляют собой перспективное направление развития материаловедения и металлургии. Успех его развития определяется рядом факторов, в частности, выбором оптимальной схемы испытаний материала, адекватно воспроизводящей его поведение в конструкции. Сложность оценки заключается в том, что в действительности материал является средой со структурой, масштабы неоднородности которой могут быть достаточно велики [2.2]. Это определяет не только разброс прочности, пластичности и вязкости от изделия к изделию, но и возможность различий в механизмах протекания разрушения в пределах одного изделия. Объективное выявление закономерностей разрушения среды с неоднородной структурой невозможно без метрологически обеспеченных цифровых процедур измерения неоднородности строения структур и разрушения [2.2 – 2.9]). Отсюда широкий интерес к работам в данном направлении и необходимость обсуждения сопутствующих проблем.

## **2.2 Тактика цифровизации измерений структур и разрушения**

В соответствии с существующими ГОСТ, а также национальными стандартами зарубежных стран, вплоть до последнего времени, оценка структур и топографии изломов по их изображениям включала в себя в основном сравнение с эталонными шкалами (или словесным описанием эталонов). Современные вычислительные мощности, цифровые средства и программные продукты в состоянии обеспечить получение более полной информации об их строении. При этом объективность получаемых результатов будет зависеть от уровня метрологического обеспечения процедур получения и измерения цифровых

изображений (включая корректность применения статистических процедур и критериев, как при обработке изображений, так и при научно-техническом обосновании метрологических вопросов) и учитывать практические запросы науки и промышленности, связанные, с разработкой новых материалов (например, различные композиционные материалы), совершенствованием технологии получения сложных структур (наплавки) и даже с «с расшивкой» узких мест, тормозящих развитие методов испытаний. например, критериев нелинейной механики разрушения [2.15 - 2.25].

Цифровые изображения структур и изломов обычно представляют собой поле яркости  $z(x,y)$  – однозначной функции координат на плоскости кадра в 256 оттенках серого, где светлые и темные участки отвечают той или иной составляющей структуры или излома. У отдельных точек изображения — пикселов (при классической фотосъемке это зерно фотоэмulsionии негатива) свой уровень яркости (оттенка серого), они отличаются для отдельных однотипных составляющих изображений. Чаще всего их совокупность объединена (для удобства работы с ними) в прямоугольную матрицу размера  $m \times n$ .

При прочих равных условиях, к которым могут относиться оптические параметры, характеристики светочувствительной матрицы и т.п., качество цифрового изображения лимитируется величиной отношения разности яркостей  $B_o$  различных элементов изображения и фона  $B_f$  – контрастом  $K$  одной из этих яркостей  $K = (B_o - B_f)/B_f$ . Четкое определение величины  $K$  позволяет преобразовать первичное цифровое изображение из имеющегося в 256 уровнях серого в бинарное (матрица вида «1 - 0», где за элемент структуры принимается «1», а фона – «0»). Однако эта процедура может привести к трансформации размеров, площадей и формы отдельных составляющих структуры, а также изменению их количества вследствие слияния нескольких элементов или их фрагментации [2.12]. Последствия такой трансформации далеко не всегда очевидны, как минимум, она может исказить статистику результатов измерений геометрических параметров объектов, при неудачном выборе порога бинаризации – существенно. Так отличие алгоритмов и, параметров настройки для идентификации границ более темных частиц различных модификаций автоматического анализатора изображений «Квантимет», привело к тому, что на одних и тех же шлифах (и полях зрения) была

получена 2 - 3-кратная разница в объемной доле мелких частиц и 4 - 5-кратная – вытянутых включений [2.2, 2.26].

Данный пример иллюстрирует еще раз то обстоятельство, что с ростом вычислительных мощностей, появлением цифровых средств регистрации изображений, появлением специальных программных продуктов для их обработки и сопутствующим увеличением интереса к обработке изображений в целом, в том числе в металлографии и фрактографии, возрастет количество работ в этом направлении [2.2, 2.27 - 2.29]. Однако разнообразие существующих подходов к обработке изображений затрудняет в ряде случаев интерпретацию полученных результатов, в частности, в связи с отсутствием необходимой метрологической обработки самих цифровых процедур. Сложность состоит также еще и в том, что при отработке цифровых процедур не всегда учитывается морфология исследуемой структуры. А не учитывать это нельзя, т.к. строение структур очень многообразно, очень существенными могут быть различия в строении номинально однотипных структур, и это должно в той или иной мере, учитываться при разработке и применении цифровых процедур, например, при выработке критериев к выбору порога для шумов при фильтрации изображений [2.2 - 2.5, 2.12].

В данной работе были сопоставлены возможности ряда существующих подходов к цифровой обработке изображений, в металлографии и разработаны научные основы для создания цифровых процедур, основанных на анализе закономерностей формирования поля яркости наблюдаемых изображений типичных структур разнообразных материалов [2.5, 2.12, 2.30]. В рамках работы, в частности, оценивались возможности многих имеющихся на сегодняшний день, методов бинаризации. Это было необходимо в целях сравнения и выявления возможностей существующих процедур (применимо к изображениям структур), с учетом роли алгоритмов бинаризации в распознавании (и выделении) информативных объектов на изображении [2.30 - 2.35].

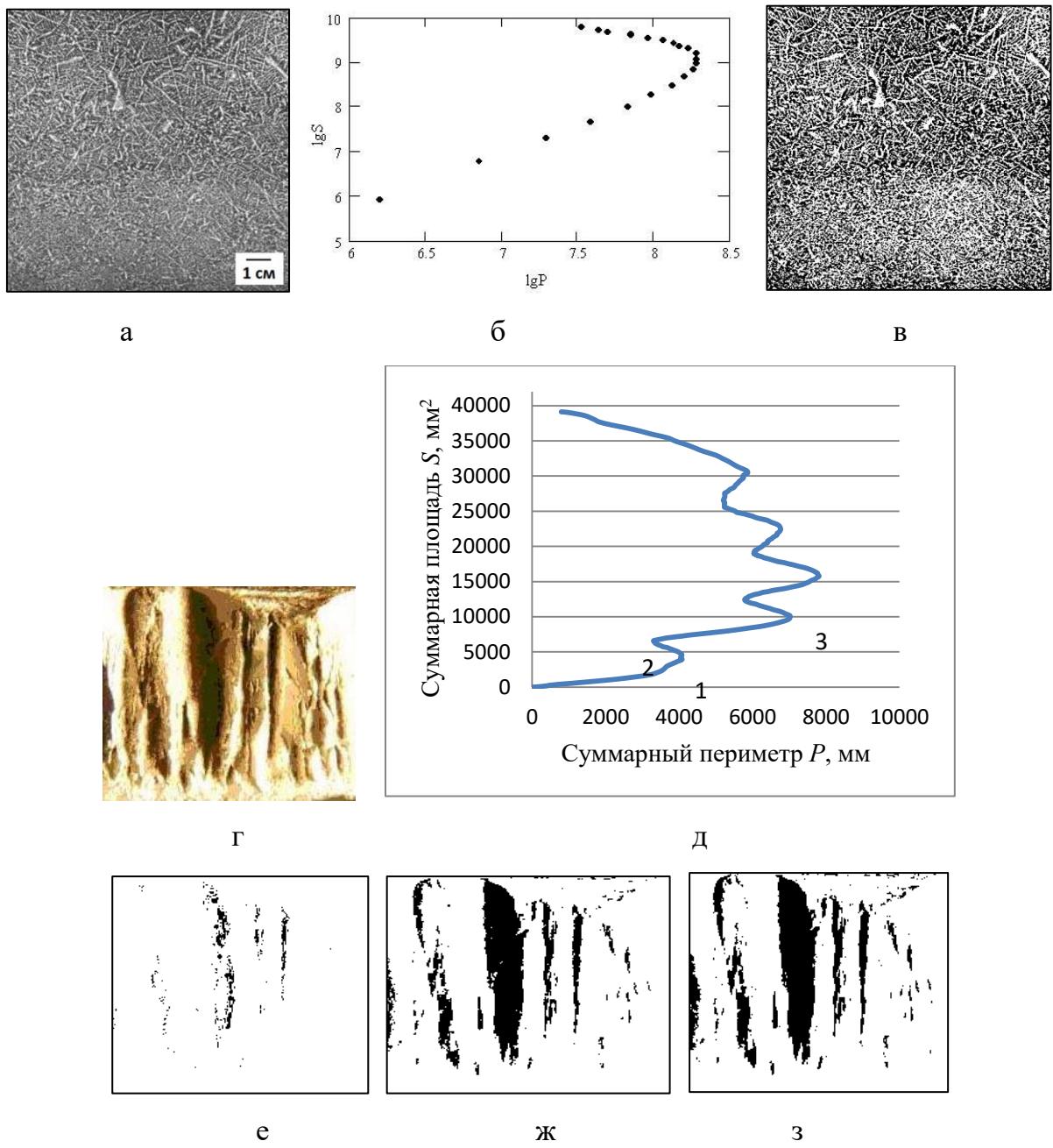
Методы, которые были проанализированы, можно было разбить на две группы по характеру их функционирования: глобальные (одновременное применение ко всему изображению) и локальные (фрагментарная бинаризация) [2.25]. Необходимо отметить, что достаточно широкое распространение получил и третий метод – визуальная бинаризация «на глаз», универсальная в той же мере,

что и субъективная. Применение первых двух методов предполагает по умолчанию учет природы объекта – морфологии изображения, например, изображения с развитой дендритной структурой или с темными объектами точечной природы, доля которых невелика (порядка нескольких процентов) – неметаллические включения на металлографическом шлифе, глобулярный цементит и др.) [2.36, 2.37].

Наиболее простой способ бинаризации - метод «среднего», где значение интенсивности яркости каждой точки (пикселя)  $B_i$  изображения сопоставляется со средним значением интенсивности точек  $\langle B_i \rangle$  всего изображения [2.34]. Считается, что этот метод в наибольшей степени применим к изображениям наиболее простой морфологии, т.к. любое усложнение, в частности, применимо к объектам металлографической и фрактографической природы делает результат менее очевидным.

Одним из глобальных методов, используемым для задач металлографии, является метод С-образной кривой, впервые наиболее детально описанный в работе [2.12]. Заключается он в построении зависимости «площади объектов ( $S$ ) от их периметра ( $P$ )» в логарифмических координатах, полученной при последовательном варьировании порога бинаризации с конкретным шагом  $k$  через весь диапазон серого первичного изображения (рис. 2.1). Линейный характер двух составляющих С – образной кривой (рис. 2.1 б) отражает самоподобность изображений дендритной структуры крупных покровок из стали 38ХН3МФА [2.5], полученных при ступенчатом изменении уровня контраста – последовательного изменения размеров и формы бинарных объектов на изображении. «Нос» кривой обычно соответствует максимальному совпадению контурной карты изображения с исходным и принимается за критический уровень бинаризации (рис. 2.1 в). Данный метод позволяет графически описать закономерности трансформации изображения при последовательном изменении шага контраста и предоставляет возможность строгого выбора искомого порога бинаризации. Для ряда изображений, например, макроизломов трубной стали категории прочности К65 (с расслоениями) при их последовательной бинаризации по методу С-образной кривой возможно получение нескольких перегибов на кривой (№ 1, 2, 3), каждый из которых отвечает определенной трансформации наблюдаемой картины расслоения (рис. 2.1 е, ж, з): 1

—завершение оконтуривания расслоений; 2 - завершение их закрашивания; 3 - выделение дополнительных элементов на изображений (в данном примере шум, с точки зрения выделения расслоений, как информативных объектов).



а, г – кадры первичных изображений дендритной структуры и излома ударного образца (без надреза); б, д – их С-образные кривые соответственно; в, е, ж, з - бинарные изображения дендритной структуры и излома для перегибов на С-образной кривой (д): 1, 2, 3 соответственно

Рис. 2.1. Получение бинарного изображения дендритной структуры (крупные поковки из улучшаемой стали 38ХН3МФА) и излома (с расслоениями) трубной стали категории прочности К65 с применением метода С-образной кривой

К глобальным методам также относится весьма популярный метод Оцу [2.38] (его применение целесообразно после выравнивания неравномерности освещения поля(-ей) зрения). В рамках данного метода массив пикселей разделяется на две группы, в которых при минимуме дисперсии интенсивностей пикселей внутри каждой группы наблюдается её максимум между группами. Данный метод отчасти схож с методом С-образной кривой и косвенно основывается на различиях объекта и фона в уровне интенсивности яркости, тем самым придавая физический смысл процедуре бинаризации.

Для визуального (наглядного) сопоставления различных методов бинаризации на изображении структуры, в его представлении в виде прямоугольной матрицы размера  $m \times n$ , где в качестве элементов матрицы выступали отдельные точки (пиксели) цифрового изображения со своим уровнем серого (яркости) в диапазоне от 0 до 255 оттенков серого, выделяли одни и те же профили интенсивности яркости – строка  $m_i$ . Нанесение на этих профилях (строках) уровней пороговых значений, устанавливаемых в соответствии с методами среднего, Оцу и С-образной кривой позволяет наглядно оценить масштаб возможных различий (рис. 2.2), в т.ч. следующего этапа обработки бинарных изображений – измерения геометрии строения информативных объектов. Очевидно, что это подтверждает необходимость выработки научно обоснованных подходов к выработке критериев бинаризации объектов наблюдения в материаловедении.

Ко второй группе методов бинаризации относятся локальные методы. Принципиальный момент их работы – обоснованный выбор величины радиуса в окружности которого будет происходить реализация метода [2.25]. Его рекомендуемая величина, например, в открытой программе ImageJ, равна 15. Однако есть все основания считать, что его выбор требует отдельного обоснования, в связи с необходимостью его привязки к отдельным группам однотипных объектов на изображении. Для этого на поле параметров «суммарный периметр – суммарная площадь» (объектов) были построены соответствующие кривые для 50 значений площадей областей (круга) в пределах которого происходила реализация метода. Значения радиусов кругов изменялись в диапазоне [1,50] от меньших большим значени, с шагом 1 пкс (начиная от верхней ветви кривой)

Величина радиуса определялась по «точке перегиба» на получаемых кривых (рис. 2.3).

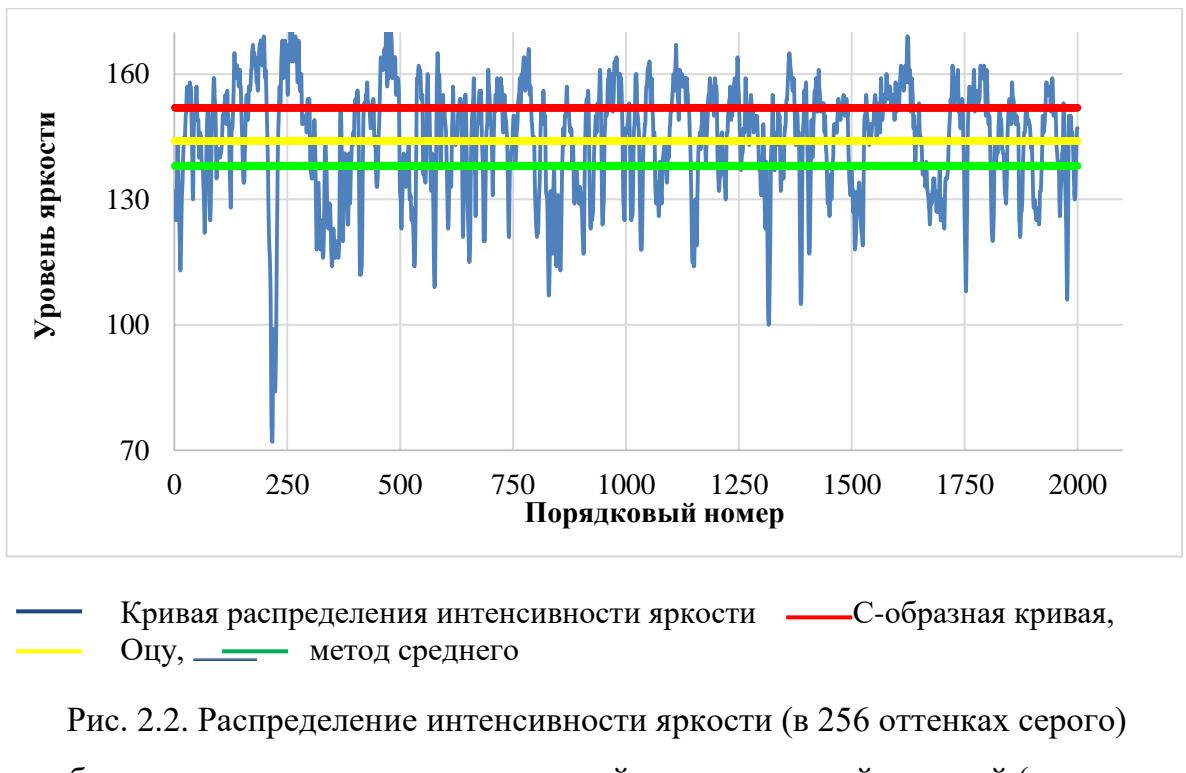
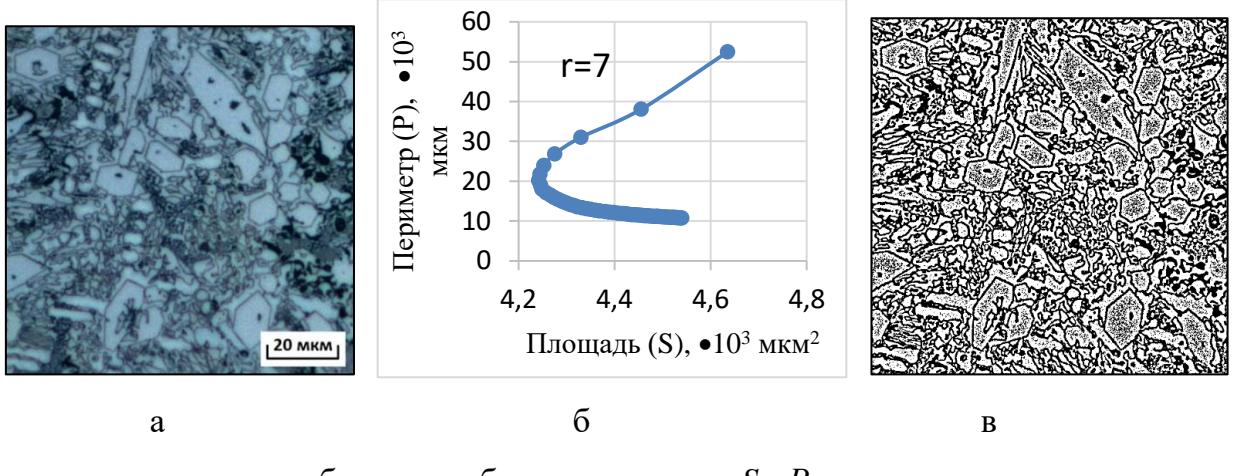


Рис. 2.2. Распределение интенсивности яркости (в 256 оттенках серого) изображения структуры вдоль некоторой горизонтальной секущей (строка  $m_i$ , матрицы размера  $m \times n$  – цифрового представления изображения) с уровнями бинаризации, определенными в соответствии с методами среднего, Оцу и С-образной кривой и выделенными цветами.

Как следует из полученных результатов, величина суммарной площади объектов в процессе последовательной бинаризации сначала уменьшается, а после прохождения точки перегиба на С-образной кривой (где прорисовывается скелет изображения структуры), уменьшается, при этом изменение суммарного периметра выделенных объектов происходит в обратном порядке. Это признак иной трансформации бинарных изображений при последовательном изменении порога бинаризации, по сравнению с методом С-кривой, но при этом соблюдается условие самоподобности получаемых изображений до и после прохождения «носа». С увеличением радиуса метод переходит в разряд глобальных.



а – исходное изображение; б – зависимость « $S - P$ » с изменением радиуса локальной бинаризации; в – локальный метод среднего для  $r=7$

Рис. 2.3. Определение радиуса  $r$  локальной бинаризации изображения структуры твердого сплава [2.34]

По «носу» С-образной кривой определяется уровень бинаризации – критическая точка, позволяющая выделить «скелет» структуры.

Существуют более сложные локальные методы бинаризации (методы Niblack, Bernsen, Sauvola и др.) [2.25]. В частности, алгоритм *Niblack* является одним из самых известных локальных методов бинаризации. Идея данного метода состоит в варьировании порога яркости от точки к точке на основании локального значения стандартного отклонения. Порог яркости в точке  $(x, y)$  рассчитывается как:

$$B(x,y) = \mu(x,y) + k \cdot s(x,y), \quad (2.1)$$

где  $\mu(x,y)$  – среднее, а  $s(x,y)$  – среднеквадратичное отклонение выборки для некоторой окрестности точки.

Апертура выбирается исходя из обеспечения сохранения локальных деталей изображения с одновременным снижением влияния шума [2.35]. Уровень  $k$  определяет наиболее информативную часть границы объекта, наиболее точно описывающую сам объект. При  $k = -0,2$  обеспечивается удовлетворительное разделение объектов при их «темном» варианте (преобладание темных оттенков на изображении), а при  $k = +0,2$  – при белом [2.25, 2.35].

Метод *Бернсена* часто применяют для схематических и картографических изображений.

Для каждого пикселя  $(x;y)$  выбирается порог яркости:

$$T = (T_{\max} + T_{\min})/2, \quad (2.2)$$

где  $T_{\min}$ ,  $T_{\max}$  – соответственно, самый низкий и самый высокий уровень яркости пикселей из квадратной окрестности пикселя  $(x;y)$ .

Считается, что метод является наиболее быстрым, по сравнению с остальными [2.25], однако с учетом быстродействия современной компьютерной техники данное преимущество становится достаточно условным.

Эти методы также были также применены к структурам для оценки возможности их применения в металлографии. Их сравнение для различных объектов проводилось на основе сопоставления результатов их обработки и обработки изображений (определение геометрических характеристик объектов) с использованием для сравнения получаемых выборок результатов измерения структур статистических критериев Стьюдента и Смирнова. Показано, что применение данных методов применимо к задачам металлографии связано с получением ложных объектов. Для элементов структуры, возможно, получение искаженных значений характеристик их геометрии, например, величин их площадей, превышающих истинные, вследствие обрывов, окаймляющих их контуров и «присоединения» к ним фрагментов фона (или смежной структурной составляющей).

При выборе вариантов бинаризации необходимо учитывать природу элементов структур на их изображениях: форму, размеры, уровень интенсивности яркости, особенности их размещения в поле зрения. Анализ поля яркости изображения полезен также и при обосновании выбора оптимальной размерной планки при фильтрации шумов. В ряде случаев необходимо отделение части ключевых объектов, когда есть понимание того, что их вклад в процессы разрушения будет пренебрежимо мал, но достаточен для того, чтобы исказить статистику распределения других объектов. В частности, это может быть полезно при анализе влияния неметаллических включений на разрушение сталей. Например

[2.2], железнодорожный рельс под колесом подвержен контактной усталости также, как кольцо в подшипнике. Однако размеры радиуса колеса и шарика в подшипнике отличаются на порядки, соответственно будут разниться масштабы пятен касания и глубины зон максимальных напряжений. Отсюда вероятность попадания более крупных включений, лимитирующих наступление выкрашивания в приповерхностном слое будет выше в рельсе, чем в подшипнике. В изломе рельса чаще встречаются включения размером 100 – 300 мкм, а в очагах контактной усталости после испытания подшипников находили НВ размером 6 – 10 мкм. Естественно, при анализе их изображений будет отличаться и планка «отсечения» некритичных включений (и увеличение светового микроскопа соответственно).

Сказанное выше, в полной мере, относится и к анализу 2D-изображений изломов. Использование конкретных методов определяется уровнем решаемых задач. Выбор всегда основывается на проведении эксперимента – анализе поля яркости изображения, учете механизма разрушения, выделяемых информативных признаков, решаемой задачи в целом [2.39-2.41]. Например, при бинаризации феррит-перлитной полосчатости в микроструктуре листовых сталей СтЗсп и 09Г2С с использованием локальных и глобальных методов (для последующего измерения шага полосчатости) при визуальном сопоставлении бинарных изображений оказалось, что метод С-образной кривой дал картинку с большей долей темной составляющей в структуре (рис. 2.4). Причиной этому могли быть особенности освещения шлифа при съемке в световом микроскопе и различия в интенсивности яркости зерен феррита, например, вследствие особенностей травления.

Аналогичное применение процедур бинаризации применимо к изображению хрупких изломов (с преобладающим механизмом транскристаллитного разрушения) выявило влияние различий в ориентировке фасеток и сопутствующей этому вариации их оттенков серого на результаты применения цифровой процедуры (рис. 2.5). Очевидно, что для минимизации ошибок бинаризации (как в случае одновременного подхода к обработке всего изображения, так и при фрагментарной процедуре) необходимо учитывать не только распределение фасеток по интенсивности их яркости, важно также предусмотреть оптимальную процедуру фильтрации. Например, при решении задачи, связанной с оценкой распределения фасеток по размерам (в широком смысле этого слова) необходимо

будет, в частности, исключить из рассмотрения детали речного узора. Это означает, что бинаризация и фильтрация изображений это не оторванные друг от друга процедуры, а взаимосвязанные решения, преследующие общую цель – максимально объективно подготовить изображение к последующим измерениям геометрических параметров его составляющих. Естественно, что подготовка к измерениям 2D-изображений вязких изломов (ямочный механизм разрушения) предполагает наличие отличий, по сравнению с теми решениями, которые могут быть предложены при анализе изображений хрупких изломов.

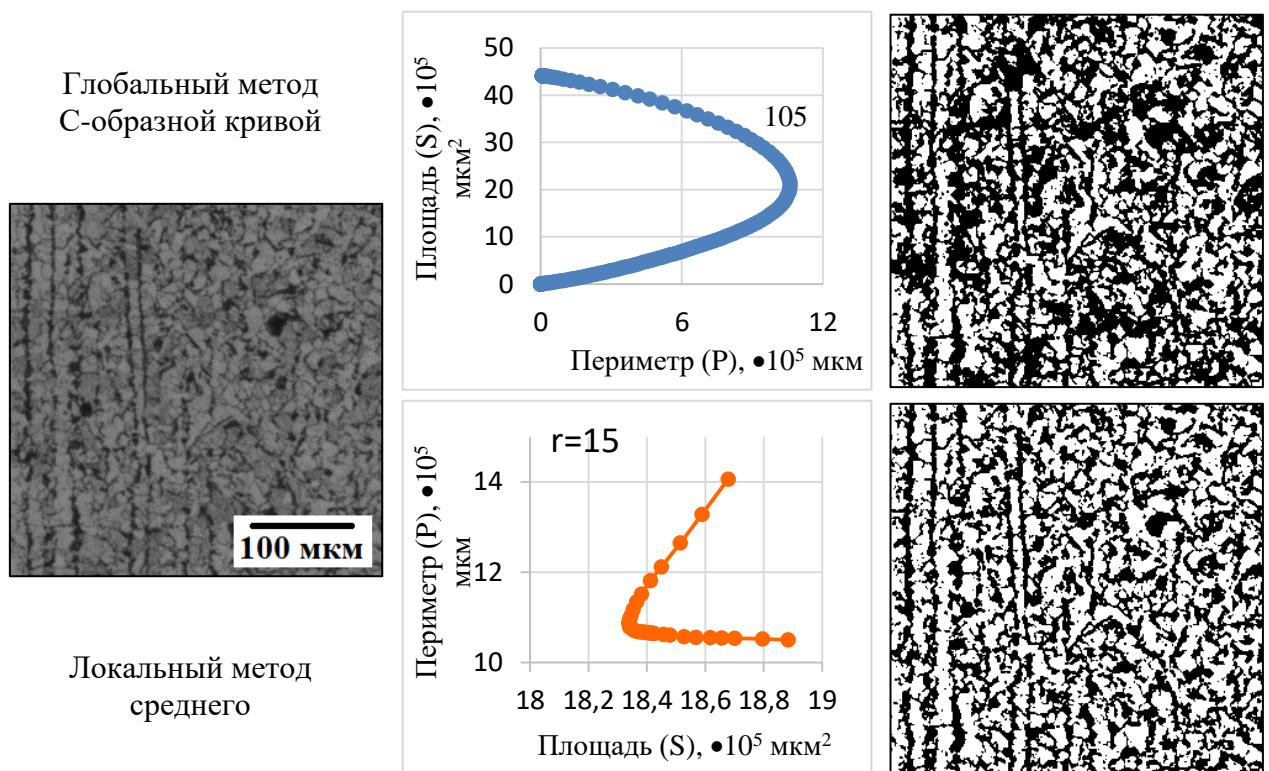


Рис. 2.4 Сопоставление результатов применения глобальных и локальных методов бинаризации применимо к изображению феррит-перлитной полосчатости в микроструктуре (листовая сталь 09Г2С) [2.34]

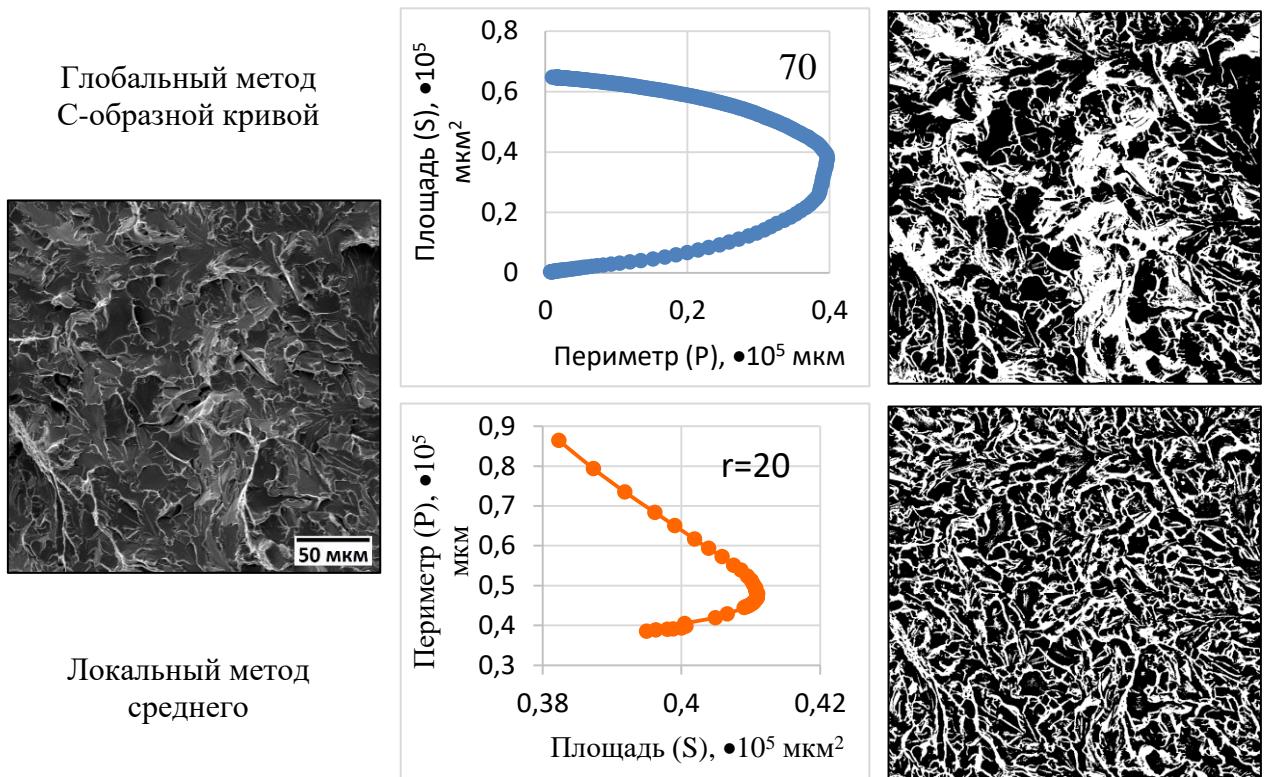
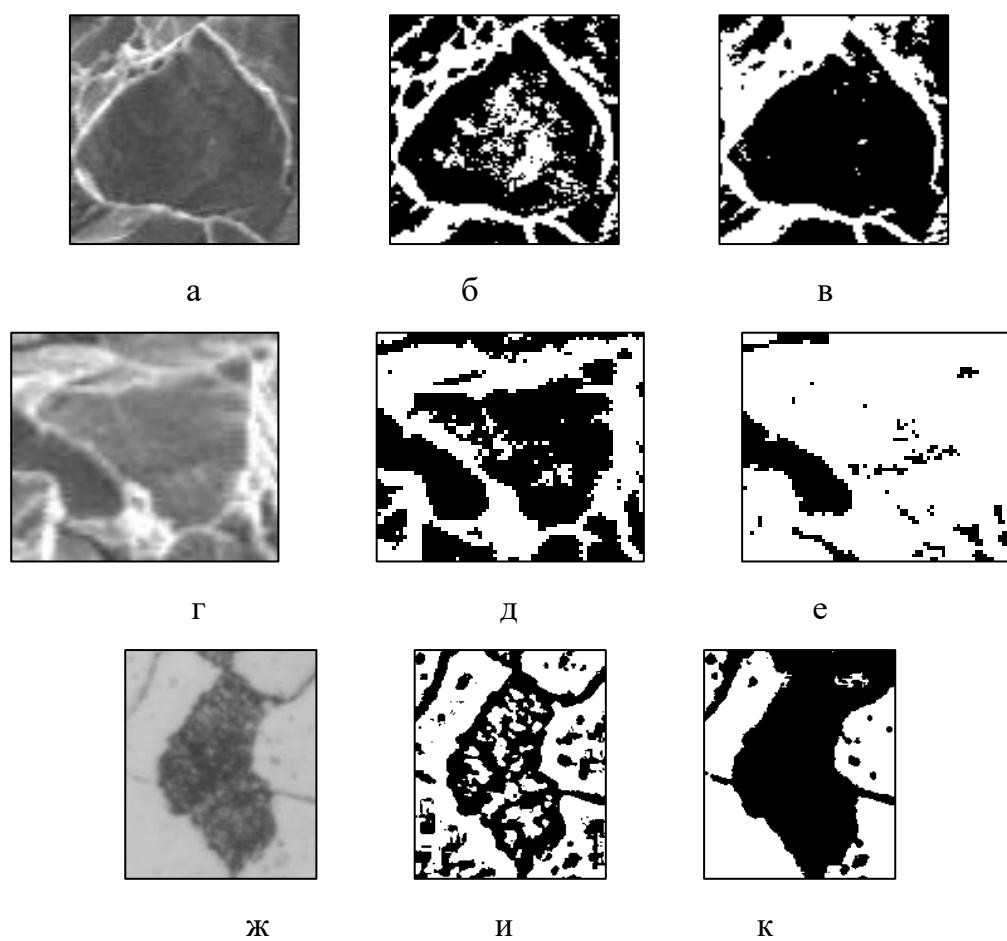


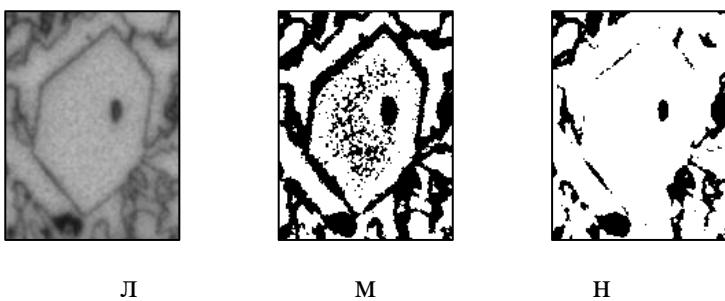
Рис. 2.5. Сопоставление результатов применения глобального и локального методов бинаризации применимо к изображению хрупкого излома листовой стали 09Г2С [2.34]

Очевидно, что неоднородность строения структур, сопутствующая этому неоднородность морфологии изломов приведёт к необходимости накопления большей статистики наблюдений (в идеале в масштабах образца или изделия), что необходимо учитывать при выборе режимов бинаризации (и фильтрации). Не исключено, что при анализе изломов в сложных случаях интерпретации (не носящих единичного характера) их 2D-изображений целесообразно будет уточнять строение отдельных фрагментов на основе анализа 3D-изображений, полученных с использованием сканирующей (методы стереофотограмметрии) и конфокальной микроскопии, где есть возможность получить значения топографии в Z-направлении.

Общая картина различий в результатах применения глобальных и локальных подходов к бинаризации была дополнена анализом различий в микромасштабах, сопоставимых с размерами характерных элементов структуры (её составляющими) и элементарными площадками разрушения (рис. 2.6). В этих масштабах в меньшей мере должны сказаться на результатах бинаризации наличие неоднородности

освещенности, возможные дефекты при изготовлении шлифа, различие в травимости, применимо к изломам – наличие вариаций углов наклона фасеток (по отношению к макроплоскости излома). Полученные результаты показывают, что вероятность получения «издержек» процедуры вероятна как при применении обоих подходов к бинаризации, как для изображений структурных составляющих, так и для элементов морфологии изломов. Очевидно, что процедуры первичной подготовки изображений к бинаризации, применение обоснованных режимов фильтрации – важная составная часть работы с изображением и в таких масштабах наблюдения. Не исключено, что для получения более качественных первичных изображений будет необходимо применение более «изысканных» подходов к обработке изображений, что обычно достигается применением соответствующих программных решений, а для структур не будет излишней прецизионная подготовка шлифа к травлению и сама процедура травления.





а, г, ж, л – участки исходного изображения; б, д, и, м – локальная бинаризация; в, е, к, н – глобальная бинаризация

Рис. 2.6. Различные варианты исходных изображений структур и результаты применения локального и глобального методов бинаризации [2.34]

Повышение уровня проработки процедуры подготовки изображения к бинаризации (на её всех этапах, включая доцифровую стадию для структур), безусловно, не изменит различий в результатах конечной операции – бинаризации, использующей различные алгоритмы. Сопоставление результатов применения трех методов бинаризации для изображения феррит-перлитной полосчатости в микроструктуре – совмещение различных вариантов бинарных изображений в единой системе координат (с выделением цветом наблюдаемых областей расхождения между ними) позволило оценить возможный масштаб расхождений (рис. 2.7). Нет сомнений, что наблюдаемые отличия проявят себя и на заключительной стадии – при измерении структурных составляющих и описании всей структуры в целом.

Более полное представление о возможных различиях при оценке трех типичных структур в металловедении (изображения дендритной структуры, феррит-перлитной полосчатости в микроструктуре и неметаллических включений на металлографическом шлифе) после применения трех методов бинаризации: Оцу, среднего и локального среднего характеризуют результаты измерения геометрии структурных составляющих (табл. 2.1). В ряде случаев различие было весьма существенным, а при оценке геометрии неметаллических включений после бинаризации по методу локального среднего были получены значения, не соответствующие здравому смыслу – объемная доля 44,9 %.

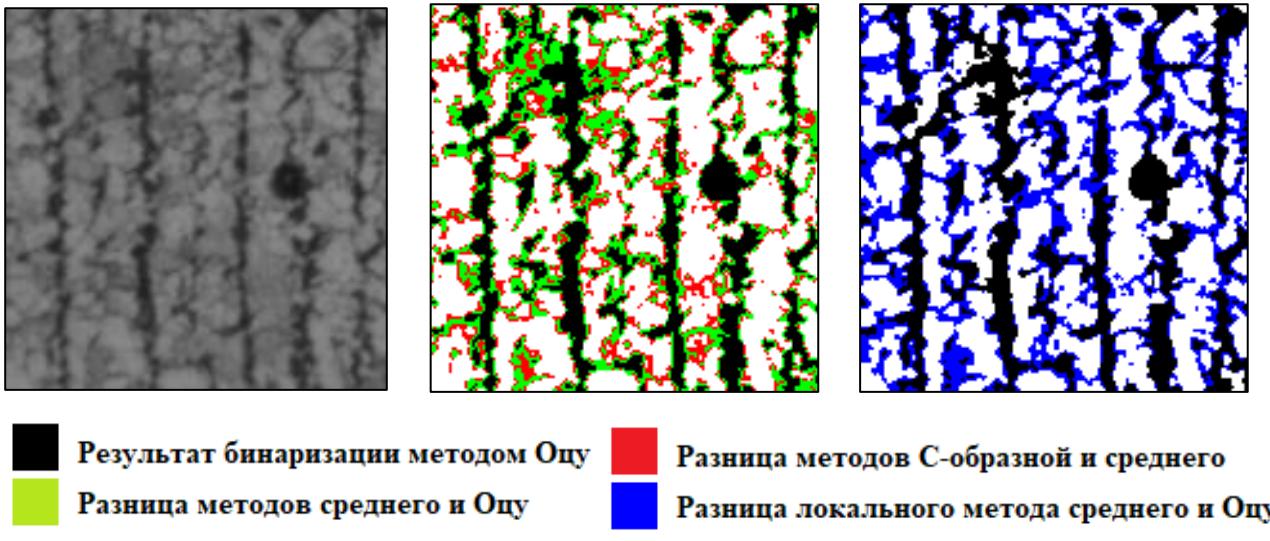


Рис. 2.7. Сопоставление результатов применения различных процедур бинаризации (Оцу, среднего и С-образной кривой) для изображения феррит-перлитной полосчатости в микроструктуре [2.34]

Отсутствие в наблюдаемых различиях значений параметров геометрии одних и тех же структур, определенных с использованием нескольких процедур бинаризации каких-либо закономерностей, отражает то обстоятельство, что выбор алгоритма перевода изображений в 256 оттенках серого в бинарного в значительной мере определяется морфологией структуры (при прочих равных, имея в виду подготовку к получению первичных цифровых изображений). И такие алгоритмы, скорее всего, должны распространять свое действие на определенный тип структур.

В этой связи есть практический интерес и необходимость к выработке подходов к бинаризации изображений структур и изломов различной морфологии на основе анализа их полей яркости, включающего в себя, в частности, сопоставление уровней интенсивности яркости отдельных структурных элементов, возможных шумов, анализа особенностей строения переходной зоны в парах «элемент-фон», «элемент-шум», при различных сочетаниях пар элементов.

Из полученных результатов следует, что применение бинаризации не является ординарной процедурой, её выбор должен учитывать природу анализируемых изображений, и не только ее строения, но и механизмы влияния отдельных структурных составляющих (и вариантов их композиций) на процессы деформации и разрушения.

Табл. 2.1. Разброс значений геометрических параметров объектов изображений разнородных структур в сталях в зависимости от выбора метода бинаризации [2.41]

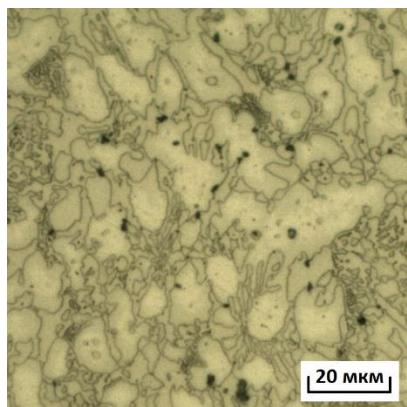
Тип структуры	Метод измерения параметра	Параметры объектов	Метод бинаризации		
			Оцу	Среднего	Локально го среднего
Дендритная	Метод секущих	Поперечник дендритов $d_{cp}$ , мкм	$6,1 \pm 0,8$	$7,6 \pm 1,0$	$1,5 \pm 0,1$
		Объемная доля, %	66,6	59,6	63,9
	Метод площадей	Средняя площадь $\langle S \rangle$ , мкм <sup>2</sup>	$31,8 \pm 6,4$	$30,5 \pm 3,8$	$11,9 \pm 2,1$
		Количество объектов, шт	920	859	2355
		Средний периметр $\langle P \rangle$ , мкм	14,3	11,7	9,7
		Ориентировка относительно заданного направления, град	4,0	6,2	7,0
Феррит-перлитная полосчатость в микроструктуре	Метод секущих	Толщина полос перлита $\langle t \rangle$ , мкм	$3,1 \pm 0,5$	$3,0 \pm 0,5$	$1,2 \pm 0,1$
		Шаг полос перлита $\Lambda$ , мкм	$12,3 \pm 1,7$	$7,6 \pm 0,8$	$1,7 \pm 0,1$
НВ	Метод площадей	Объемная доля $\nu$ , %	1,5	57,1	44,9
		Средняя площадь $\langle S_i \rangle$ , мкм <sup>2</sup>	$0,025 \pm 0,002$	$0,006 \pm 0,001$	$0,019 \pm 0,002$
		Количество объектов, шт	260	11180	10242
		Средний периметр $\langle P_i \rangle$ , мкм	$0,48 \pm 0,02$	$0,21 \pm 0,01$	$0,65 \pm 0,05$
		Плотность, $\rho$ шт/мм <sup>2</sup>	0,6	103,1	23,6

Рассматриваемые ранее в работе в связи с применением процедуры бинаризации изображения структур можно было свести к следующим вариантам: «структурная составляющая - фон», например, неметаллические включения на металлографическом шлифе, или «элемент структуры 1 – элемент структуры 2», например, оси дендритов и межосевое пространство в дендритной структуре. Однако нередко на изображении структур может наблюдаться несколько структурных составляющих, отличающихся своим уровнем интенсивности яркости и геометрией строения. Это осложняет выбор критерия бинаризации.

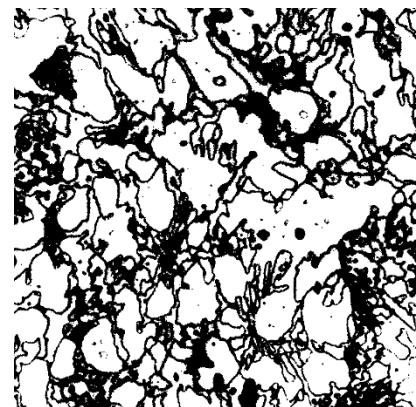
Было показано, что и в таких случаях может быть также эффективно построение С-образной кривой, когда на кривой наблюдается несколько плавных перегибов на прямых скейлинга, отвечающие смене закономерностей формирования изображений отдельных структурных составляющих [2.45]. Экстремумы перегибов, точки кроссовера – критерии для выбора уровня бинаризации при выделении отдельных структурных составляющих на изображении структуры (оптимуму контраста мог соответствовать, как пик, так и впадина между смежными пиками на кривой). Это облегчает разделение отдельных составляющих структуры для их последующего измерения.

При нескольких плавных перегибах на С-образной кривой [2.43] не всегда наличие максимального перегиба было основанием для выбора порогового уровня контраста (рис. 2.8). Скорее всего, он отражал интегральный его уровень, отражающий макросмену закономерностей формирования всего изображения в целом. Наличие нескольких пиков, отражающих формирование изображений отдельных структурных составляющих, позволило выделять различные группы однотипных элементов структуры и индивидуализировать их измерения с получением необходимых характеристик их геометрии.

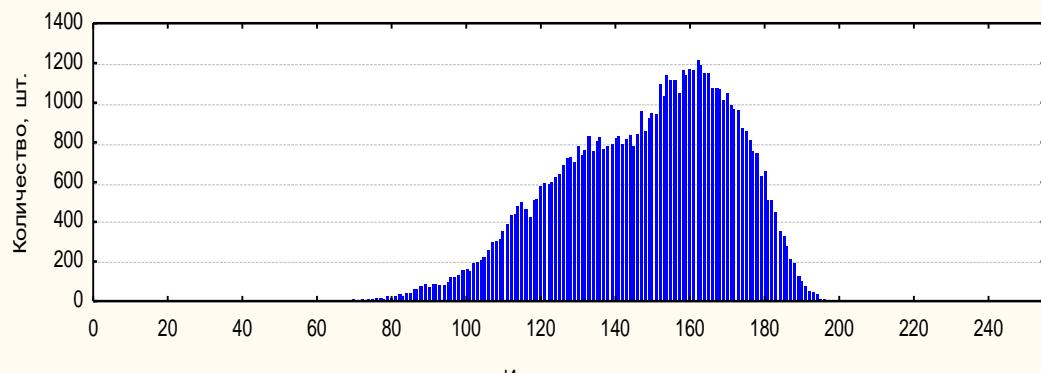
Характер распределения интенсивности яркости изображения можно также описать диаграммой распределения значений яркости отдельных пикселов  $B_i$  (или гистограммой, в зависимости от величины массива данных и выбранного диапазона изменений значений яркости  $\Delta B_i$ ) (рис. 2.8 в). В нашем случае на диаграмме распределения были также видны провалы (при градациях серого 120 и 150) – участки пересечения исходных гистограмм распределения значений  $B_i$  для групп однотипных составляющих структур. Их экстремальные значения практически соответствовали значениям уровней контраста, полученных из построения С-образной кривой. В этой связи были близки по строению и их бинарные изображения (рис. 2.8 д, б). Близок по своему строению оказался и бинарный вариант изображения полученный методом мульти Оцу (рис. 2.8 е). Однако бинарное изображение, полученное на основе построения и анализа С-образной кривой, имеет более четкую прорисовку контуров первичного изображения, а выбор точек кроссовера - более строгое физическое основание.



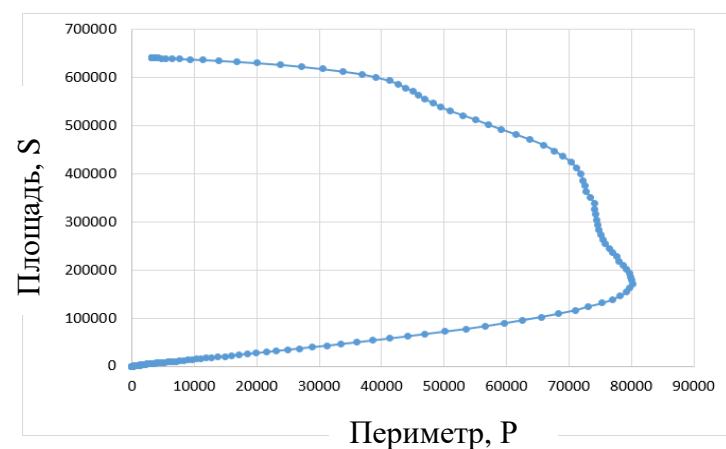
а



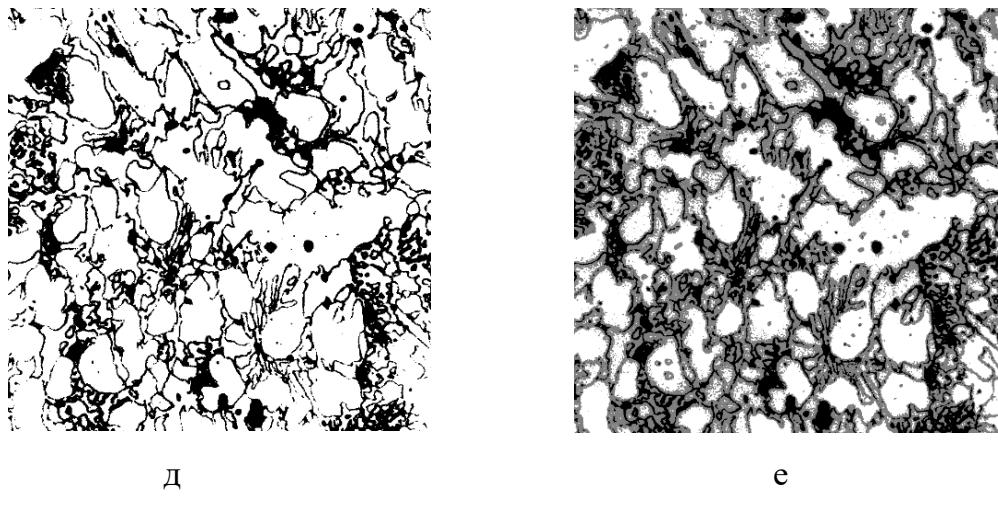
б



в



г



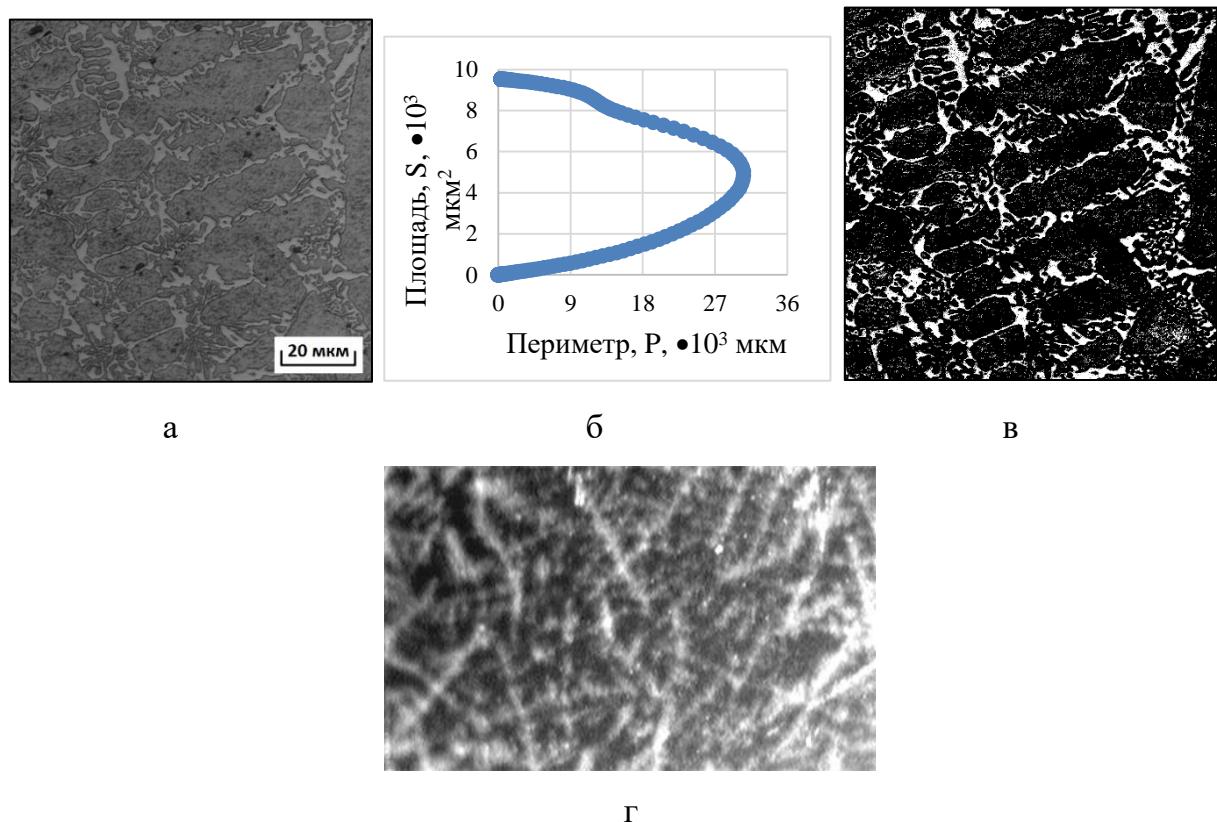
а – исходное изображение; б – бинарное изображение (на основе диаграммы распределения интенсивности яркости); в – исходная диаграмма распределения интенсивности-яркости изображения (отдельных пикселов); г – С-образная кривая; д – бинаризация по методу С-образной кривой; е – бинаризация по методу мульти-Оцу.

Рис. 2.8. Построение бинарных изображений структуры твердого сплава с использованием различных алгоритмов бинаризации [2.34, 2.37, 2.43]

Эффективность построения С-кривой для получения бинарного изображения дендритного рисунка была показана ранее применимо к крупным поковкам из улучшаемой стали 38ХН3МФА [2.12], она оказалась также полезной и при иной его морфологии – в твердом сплаве (наплавки рабочих органов сельскохозяйственных машин) (рис. 2.9). Отличие двух рисунков не ограничивалось только их строением, отличался также размах яркости в паре «дендрит - фон», который был мал для изображения структуры твердого сплава (непреднамеренный *low key*). Несмотря на это, бинарное изображение достаточно четко воспроизвело контуры исходного дендритного рисунка, в какой-то мере сделав его даже лучше, чем в оригинале.

Применение предложенного метода может быть полезно при бинаризации изображений различных микроструктур, например, при оценке неоднородности строения феррит-перлитной полосчатости в микроструктуре листовых сталей типа 09Г2С при достаточно больших оптических увеличениях, до 500 крат.

Эффективность применения обеспечивается при надлежащем уровне подготовки шлифа, в частности, когда выявлены контуры границ зерен феррита. Границы областей перлита и зерен феррита будут в таком случае соответствовать различным группам однотипных элементов структуры, что позволяет разделить их. Если же, в первую очередь, требуется оценка строения полос перлита, то можно «пожертвовать» степенью и полнотой выявления границ зерен феррита.



а – первичное изображение (твердый сплав); б – С-образная кривая; в – бинарное изображение; г - первичное изображение дендритной структуры (сталь 38ХН3МФА)

Рис. 2.9. Возможности применения метода С-образной кривой для реконструкции дендритного рисунка на затемненном (по сравнению с изображением дендритной структуры стали 38ХН3МФА) изображении структуры твердого сплава [2.34, 2.37, 2.43]

При анализе поля яркости изображений структур, где есть достаточно большое различие в уровнях интенсивности яркости структурных составляющих,

частности, в сталях с феррит-перлитной микроструктурой был также апробирован иной подход к выявлению пороговых значений бинаризации. С этой целью проводились секущие в областях, соответствующих каждому элементу структуры (однотипной природы), выбранным случайным образом (рис. 2.10 а). Таким образом была накоплена статистика распределения значений интенсивности яркости  $B_{ji}$  по каждому элементу структуры (рис. 2.10 б), достаточная для построения соответствующих гистограмм (диаграмм) распределения значений  $B_{ji}$ . Их совмещение в единой системе координат (рис. 2.10 в) давало пороговый уровень серого (бинаризации) - точка, где происходило пересечение диаграмм их интенсивностей и бинарное изображение в итоге (рис. 2.10 г)

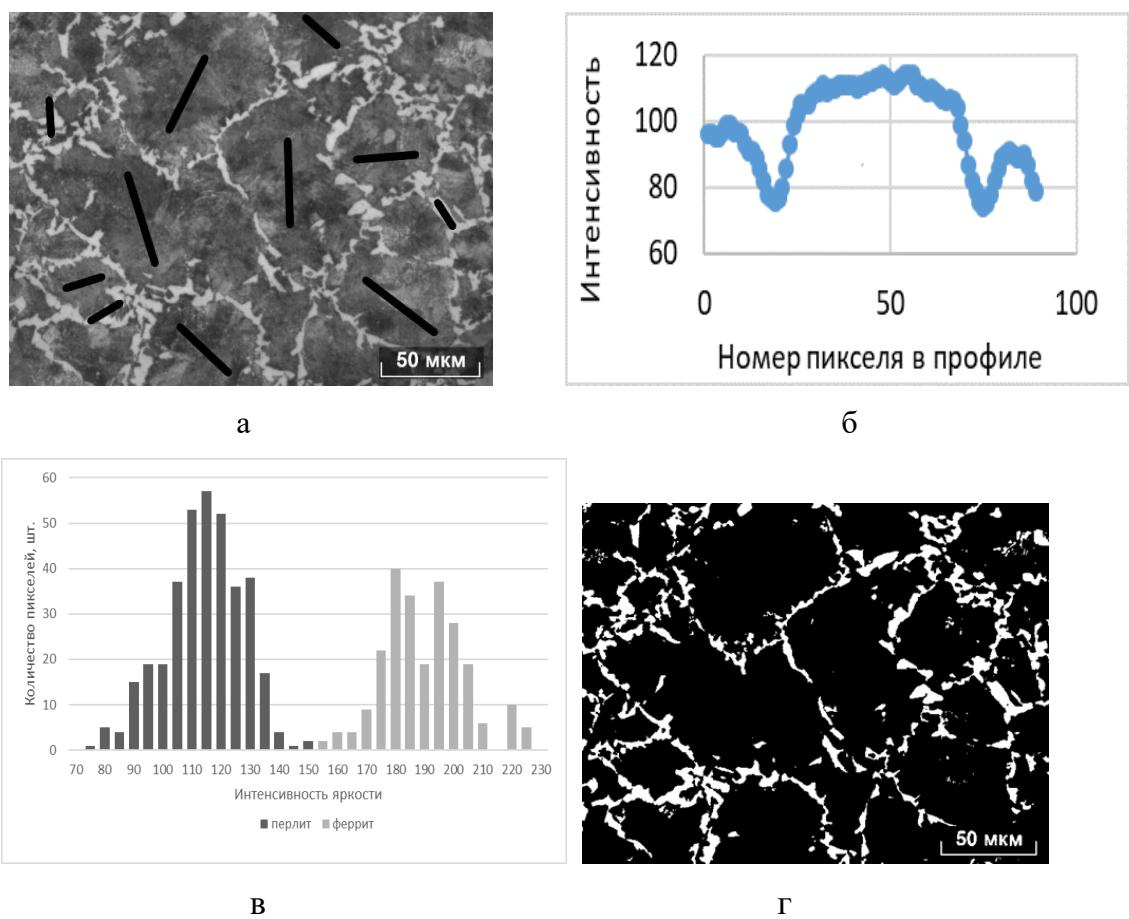


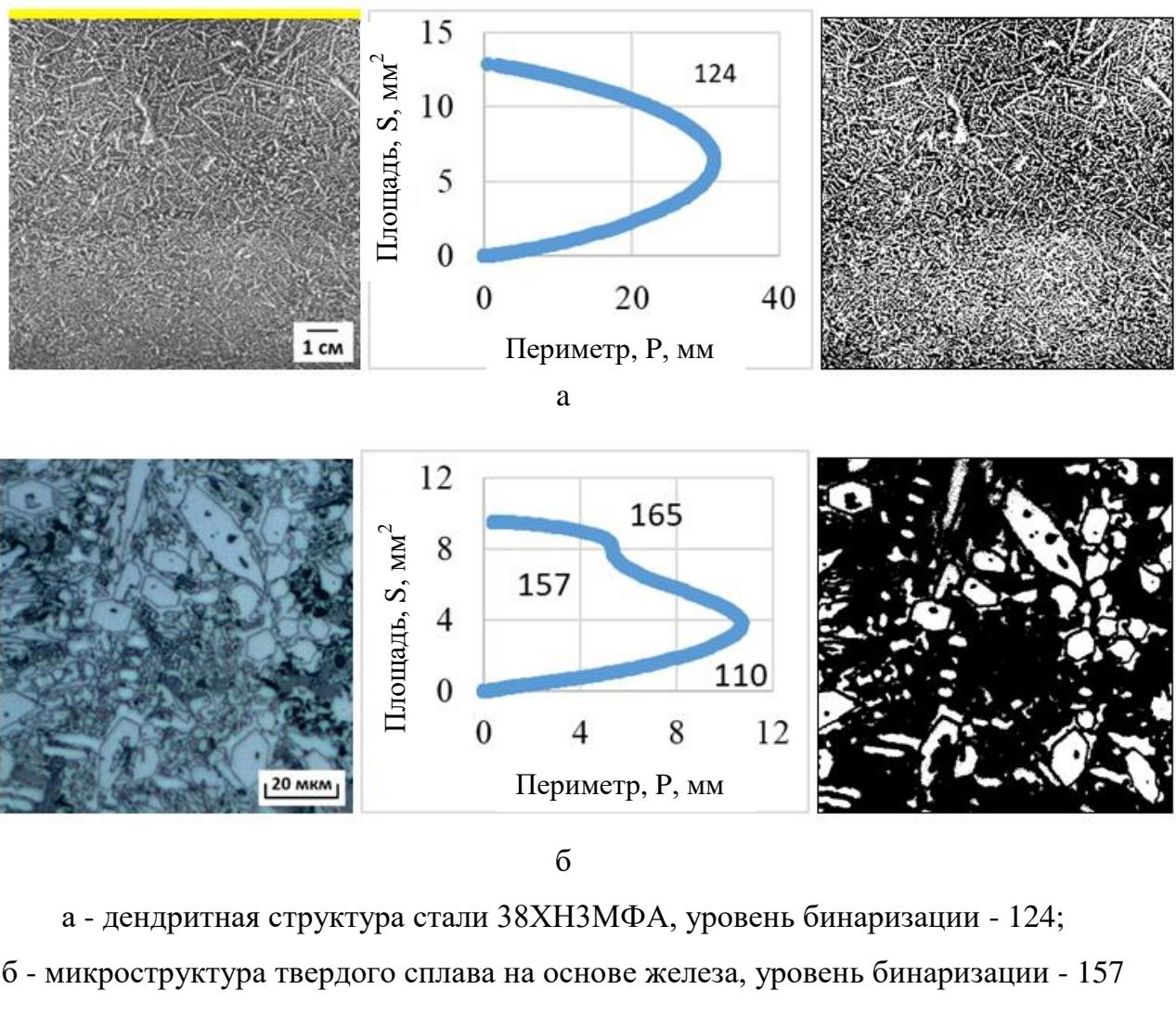
Рис. 2.10. Бинаризация изображения феррит-перлитной микроструктуры в низколегированной стали (а) на основе поэлементного накопления данных об распределении интенсивности яркости на светлых и темных (б) объектах (по случайнym секущим, см поз. «а») и последующего сопоставления их диаграмм распределения (в) для нахождения точки их пересечения - порогового значения для построения бинарного изображения (в) [2.44]

Многообразие существующих алгоритмов бинаризации, например [2.25], указывает на различные подходы к выбору порогового значения, очевидно, что это следствие необходимости решения различных задач, которые изначально не всегда относились к материаловедческой области. Эти различия определили свою логику действия каждого алгоритма, что естественным образом сказывается на конечных результатах – характеристиках геометрии структуры (в сопоставимых условиях, при обработке одних и тех же изображений). Например, для одних и тех же изображений (полей зрения) типичных структур: дендритной, феррито-перлитной полосчатости в микроструктуре и НВ в сталях 38ХН3МФА и 09Г2С соответственно, использование таких распространенных алгоритмов бинаризации, как метод среднего, локального среднего и Оцу [2.25] привело к значительному различию результатов. Для трех бинарных изображений, полученных таким способом, было показано, что максимальное и минимальное средние значения толщин дендритов  $\langle d \rangle_{\max} / \langle d \rangle_{\min}$  различались в 5 раз; их количество – в 2,7 раз; средний шаг полос перлита в микроструктуре - более чем в 7 раз; а объемная доля неметаллических включений  $V$  – почти в 30 раз, этому соответствовало и изменение количества частиц – в 43 раза. Из полученных результатов можно сделать предположение о том, что изображениям различной морфологии может соответствовать свой подход к выбору порога бинаризации

Отсюда понятна необходимость обоснованного выбора порогового значения бинаризации для получения воспроизводимых и сопоставимых результатов измерения элементов изображения. Для изображений со сложным иерархическим строением, например, таких, как дендритная структура, в этой связи полезным оказалось построение зависимости суммарных площадей дендритов  $F$  от их суммарного периметра  $P$ , при последовательном варьировании порога бинаризации с шагом, соответствующим одному уровню серого от 0 до 255 (рис. 2.11 а) [2.6, 2.29]. Полученная в результате С - образная кривая отражает характер изменения морфологии бинарного изображения при используемом алгоритме изменения порога бинаризации. Смена знака в изменении кривой после достижения точки её перегиба («нос» кривой) соответствует началу перехода к постепенному «вымыванию» темной составляющей на изображении, которое завершается формированием абсолютно белого изображения. Характер двух составляющих

кривой, близкий к линейному, отражает самоподобность изображений структуры [2.45, 2.46], полученных при пошаговом изменении уровня бинаризации, до и после перехода через «нос» С-образной кривой.

В структурах, где наблюдается несколько типов составляющих, отличающихся уровнем интенсивности яркости (возможно формой и размерами), на С - образной кривой может появиться несколько, соответствующих им перегибов (рис. 2.11 б). Применение такого подхода может обеспечить поэтапное выделение групп объектов однотипной природы для последующего их измерения.



а - дендритная структура стали 38ХН3МФА, уровень бинаризации - 124;  
б - микроструктура твердого сплава на основе железа, уровень бинаризации - 157  
Рис. 2.11. Процедура перевода изображений в бинарные на основе построения С-образных кривых

«Нос» С - образной кривой обычно соответствовал смене макромеханизма формирования бинарного изображения в целом, которое при этом, при визуальном

сравнении, в наибольшей мере отвечало исходному изображению. Для подобных типов изображений уровень контраста, соответствующий перегибу на С - образной кривой может быть использован в качестве критерия для выбора порога бинаризации [2.29].

Таким образом, на изображении разномасштабных структур (микро- и макро-) в их представлении в виде поля яркости  $z(x, y)$  – однозначной функции координат на плоскости кадра (в 256 оттенках серого), где светлые и темные участки отвечают той или иной структурной составляющей, при последовательном изменении уровня бинаризации - от 0 до 255, на зависимости «суммарные площадь объектов – и их периметр» наблюдаемые одиночные или чередующиеся перегибы на прямых скейлинга, экстремумы которых – точки кроссовера, отвечающие смене закономерностей формирования изображений отдельных структурных составляющих. Это (точки кроссовера) – основа для объективного выбора уровня бинаризации отдельных структурных составляющих на изображении структуры.

Для изображений точечных объектов как, например, НВ, объемная доля  $v$  которых (при измерениях на металлографическом шлифе) обычно крайне мала ( $v < 1,0\%$ ), полезнее может оказаться принятие решения о выборе порога бинаризации, основанное на предварительном анализе полей яркости частиц  $B_j$  (часто различной природы, отличающихся уровнем  $B_{ji}$ ), фона и переходной зоны «включение – фон». Отсюда очевидно, что при выборе процедуры бинаризации необходимо учитывать тип исследуемой структуры, и сама процедура должна быть, так или иначе, основана на анализе закономерностей строения поля яркости изображения (это также справедливо и при выборе уровня бинаризации изображений изломов). При этом предполагается, что бинаризации должно предшествовать, при необходимости, выравнивание поля яркости изображения, например, при неоднородности освещения шлифа.

При количественном анализе изображений структур и изломов большое значение играет удаление шумов, сопоставимых по интенсивности яркости со структурными составляющими, но отличающимися от них размерами и, реже, формой. С этой целью представляется полезным применение последовательно проводимых процедур:

- эрозия – равномерное со всех сторон уменьшение размеров элементов изображения;

- дилатация (последующая за эрозией) – обратное пошаговое (шаг соответствует одному пикселу) восстановление размеров элементов.

В этом случае количество шагов, подобранных с учетом природы наблюдаемых шумов, в процессе эрозии должно привести к исчезновению объектов шумовой природы, а последующая дилатация должна, в свою очередь, восстановить в прежних размерах информативные составляющие структуры или излома на изображении. Например [2.6], для изображений сохранившейся дендритной структуры в крупных поковках из улучшаемой стали 38ХН3МФА в зонах ликвации с грубыми равноосными дендритами, метод «случайной хорды» на длине 250 мм дал среднее расстояние между осями первого порядка  $1,6 \pm 0,1$  мм. На них наблюдались «наросты», отдаленно напоминающие зародыши осей первого, возможно второго порядка. Локальные измерения содержания хорошо ликвидирующих элементов в этих областях не выявили какой-либо закономерности в их размещении. Очевидно, что при массовых автоматических измерениях геометрии дендритного рисунка, такие элементы на изображении могут внести ошибку в результаты определения средних значений толщин дендритов или расстояния между ними. Это делает неизбежной их удаление на изображении. Этот пример подтверждает, что принятие решения о критериях фильтрации должно быть основано с учетом природы возможных шумов на изображении.

Это весьма актуально, при измерении загрязненности стали НВ, ГОСТ 1778 предусматривает просмотр их полей зрения при увеличении  $\times 100$ , когда 1 мм на изображении соответствует 10 мкм в масштабе образца. При этом разрешение такого цифрового изображения, обычно порядка 1 пкс ( $\sim 0,40 - 0,60$ ) мкм, определяет нижнюю границу размеров, фиксируемых темных объектов, к которым относятся и НВ. Единичные объекты могут быть различимы глазом человека, если их минимальный размер составляет 0,1 – 0,3 мм. Однако в металлографии важно не только различить объект, но и определить его природу. В этой связи возможная неопределенность при оценке загрязненности стали НВ может быть исключена при ограничении минимальных размеров поперечника частиц величиной  $d \geq 10$  мкм (или при подтверждении их природы, в случае рассмотрения этих же полей зрения

при больших увеличениях). Отсюда вытекает и возможное решение по установке фильтрационного барьера.

В ряде случаев задача фильтрации состоит в разделении или выделении объектов различной (однотипной) природы, например, при оценке строения серного отпечатка по Бауману, как вариант оценки размещения сульфидов по телу темплета (образца), косвенно отражающей неоднородность дендритной ликвации (непосредственно влияющую на работу разрушения) в масштабах, как образца, так на мезоуровне. При переходе от визуальной балльной оценки к количественным характеристикам серного отпечатка, необходимо из измеренных координат центров пятен получить характеристики степени порядка в их размещении – в среднем – или некоторые локальные. Расстояния до ближайших пятен  $r_s$  (центров тяжести) можно оценить, например, разбиением плоскости (изображения) на полиэдры Вороного.

При неоднородности распределения плотность точек (центров тяжести частиц)  $q$  значимо изменяется в пределах поля зрения:  $(q_{\max} / q_{\min}) \neq 1$ , этому будет соответствовать и изменение средних значений  $r_s$  [2.6]. Ближний порядок в их размещении можно описать через средний квадрат  $\langle r_s^2 \rangle$  расстояний  $r_s$ . В пуассоновом распределении с плотностью  $Q$  средняя площадь на  $s$  частиц [2.18]

$$\pi \langle r_s^2 \rangle = s/Q, \quad (2.2)$$

то есть  $Q \langle r_s^2 \rangle = \text{const}$ . При перераспределении плотности между площадками, много большими  $\pi \langle r_s^2 \rangle$ , средняя по полю величина  $\langle r_s^2 \rangle$  не изменится. Измеренное  $\langle r_s^2 \rangle$  и ожидаемое при той же плотности  $Q$  для пуассонова распределения  $\langle r_s^2 \rangle = s/\pi Q$  можно сопоставить

$$\zeta_s = \langle r_s^2 \rangle / \langle r_s^2 \rangle_0; \quad (2.3)$$

Если распределение кластерное параметр порядка  $\zeta_s < 1$ , если распределение кластерное и  $\zeta_s > 1$  – если упорядоченное.

Два типа мезонеоднородности описываются отношениями квадратов расстояний

$$\xi_s = \langle r_s^2 \rangle / \langle r_1^2 \rangle; \quad (2.4)$$

Из (2.2) для пуассонова распределения  $\xi_2 = 2$ . Цепочки сульфидов существуют, если  $\xi_2 < 2$ . Из (2) и (3) следует  $\zeta_s/\xi_s = \zeta_1/s$ , так что  $\zeta_2$  определяется через  $\zeta_1$  и  $\zeta_s$ , а далее в каждой паре  $(\zeta_s, \xi_s)$  только одно число независимое.

В крупносортовом прокате стали 38ХН3МФА семи разных способов выплавки (при 0,003 – 0,014 %S) так были найдены значения  $\langle r_1^2 \rangle - \langle r_4^2 \rangle$  (перебором соседей каждой из  $N = 500 - 2600$  точек каждого отпечатка) [2.18]. Для всех плавок найдено  $\zeta_1 > 1$  – отталкивание, что могло быть результатом истощения окружающего объема при кристаллизации: для двух слишком близких сульфидов не хватит серы. Но при этом также наблюдались и цепочки сульфидов  $\xi_2 < 2$ .

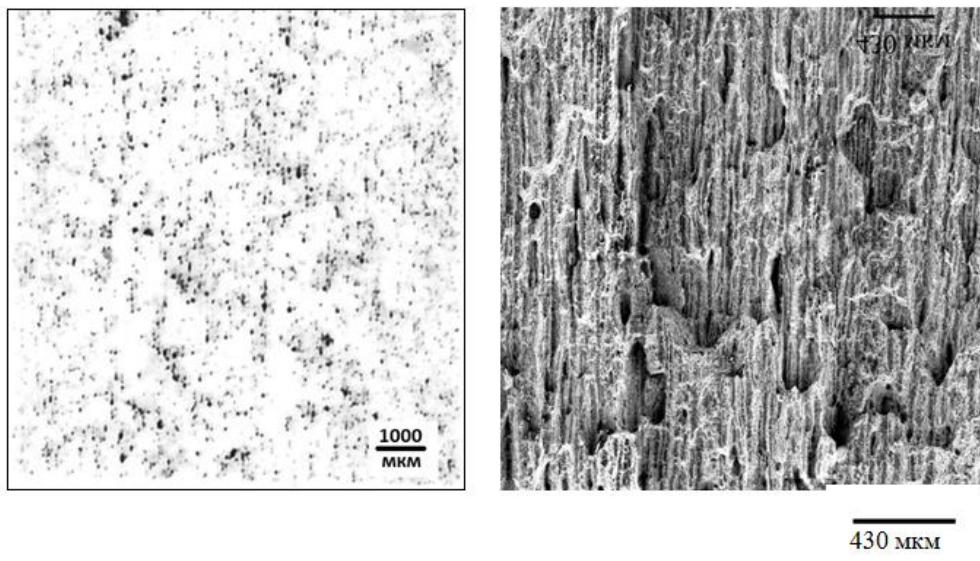
«Кучность» пятен серного отпечатка, можно быстро оценить по уменьшению их периметра при слиянии вследствие дилатации, именно так было выявлено преимущественное местонахождение сульфидов в крупных поковках из улучшаемой стали 38ХН3МФА – междуветвия дендритов [2.5] Однако, только в графическом редакторе Adobe Photoshop™ существует более десятка фильтров, реализующих процедуру различных схем дилатации, но лишь 3 – 4 из них позволяют реализовать процедуру с учётом преимущественного размещения пятен серного отпечатка (в междендритных областях).

Однако их применение не привело к положительному результату при описании морфологии серного отпечатка в листе из стали 16Г2АФ (рис. 2.12 а), где в его структуре угадывалась слабо выраженная ориентация темных пятен вдоль направления прокатки. О её наличии свидетельствовали нитки сульфидов суммарной длиной от 100 - 300 до 1000 мкм и более (поперечником приблизительно 2 мкм), наблюдаемые в изломе, который представлял собой последовательное чередование мезо выступов и впадин, вытянутых вдоль направления прокатки (шифирообразный излом). Это был отслой по границе раздела ниток сульфидов марганца и примыкающих к ним полосок перлита с образованием вытянутых пор и последующим их слиянием (рис. 2.12 б), чему сопутствовало снижение ударной вязкости. Однако только комбинация последовательной дилатации и фильтрации (с шагом 1 пкс) темных пятен на

бинарном изображении серного отпечатка, сначала в направлении прокатки, а затем – в перпендикулярном ему, позволила оценить степень вытянутости темных объектов и их преимущественную ориентацию в направлении прокатки. Таким образом, в ряде случаев, по морфологии серного отпечатка возможен прогноз возможного вида излома.

При измерении изображений структур и изломов неизбежно возникает вопрос о необходимых объемах измерений, обеспечивающих получение воспроизводимых результатов, что нашло свое отражение в требованиях нормативных документов к минимальным площадям объектов наблюдения, например, шлифов. Они актуальны и при работе с цифровыми изображениями структур и изломов, где выбор минимально необходимого объема измерений, обеспечивающего воспроизводимость результатов, может быть строго обоснован.

Очевидно, что критерием, при определении необходимого объема измерений, может явиться достижение постоянного уровня значений геометрического параметра какого-либо элемента структуры или обобщенной характеристики морфологии всего изображения в целом, при последовательном увеличении масштабов измерения (площади шлифа или излома). Справедливость такого подхода была продемонстрирована для крупных поковок из улучшаемой стали 38ХН3МФА с сохранившимся литой структурой, где была установлена такая минимальная площадь изображения для каждой из зон ликвации. Её можно оценить, например, по объемной доле «светлых» объектов (дendritы)  $V_d$  (%) на единицу площади, и по соотношению числа «белых» точек в двух взаимно перпендикулярных направлениях – анизотропию  $A$  изображения макроструктуры.



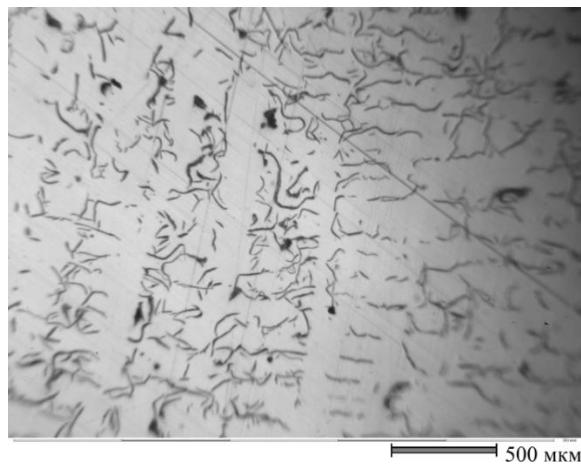
а - серный отпечаток по Бауману; б) сопутствующий шиферообразный излом  
Рис. 2.12. Морфология серного отпечатка и излома листовой стали 16Г2АФ при идентичной ориентации изображений относительно направления прокатки

Минимальная площадь изображения  $S$ , начиная с которой объемная доля дендритов  $V_d$  и их анизотропия  $A$  значимо не отличалась оказалась в 1,7 – 10 раз больше рабочих сечений стандартных ударных образцов и восьмикратных тангенциальных образцов типа III ( $\varnothing 10$  мм) на растяжение (в масштабе образца) [2.8]. Отсюда очевидно, насколько может быть велик риск разброса значений прочности, пластичности и вязкости металла из-за различий в строении структуры от образца к образцу.

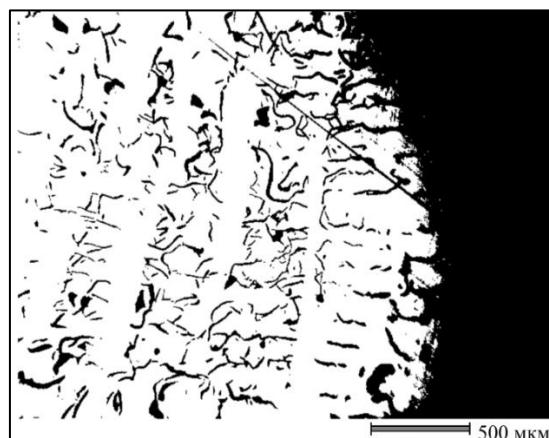
### 2.3 Факторы, определяющие воспроизводимость результатов измерений

*Подготовка шлифов.* При всех существующих программных решениях, направленных на очистку шлифа от дефектов, например, рисок, царапин, качество подготовки шлифа важно для последующей работы с его изображениями. Дополнительные трудности при обработке изображений может внести неравномерность освещения поля зрения, вследствие неудовлетворительной пробоподготовки (рис. 2.13) (или настроек освещенности микроскопов и фотокамер), что, в свою очередь, оказывает весомое влияние на результаты

измерений и с потерей (или приобретением ложной) информации при переводе изображения в бинарный вид. При этом возможно появление затемнённых и/или засветлённых полей, что делает невозможным измерение объектов на этих частях изображения. Разработано большое количество методов для устранения данного типа «дефекта» изображений: Фурье - преобразование, гамма-коррекция, медианный фильтр, SSR и другие [2.48 – 2.51]. Их выбор определяется спецификой конкретного вида отклонения освещенности от равномерного, морфологией структуры.



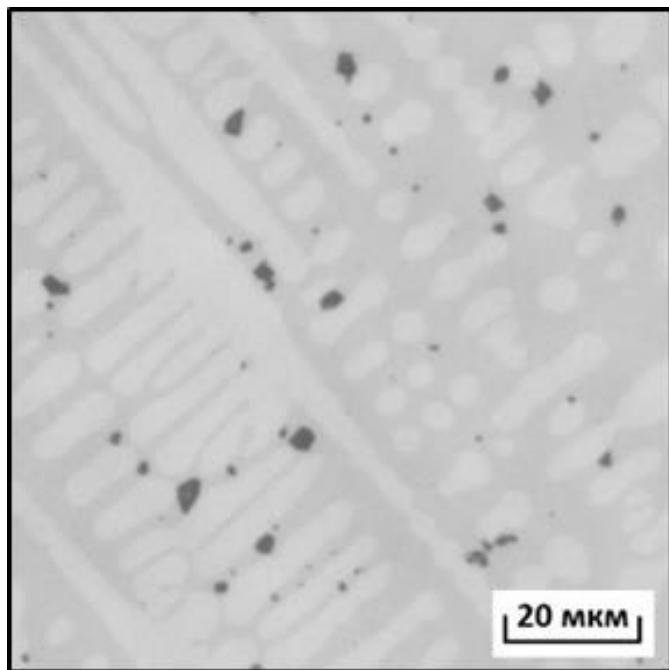
а



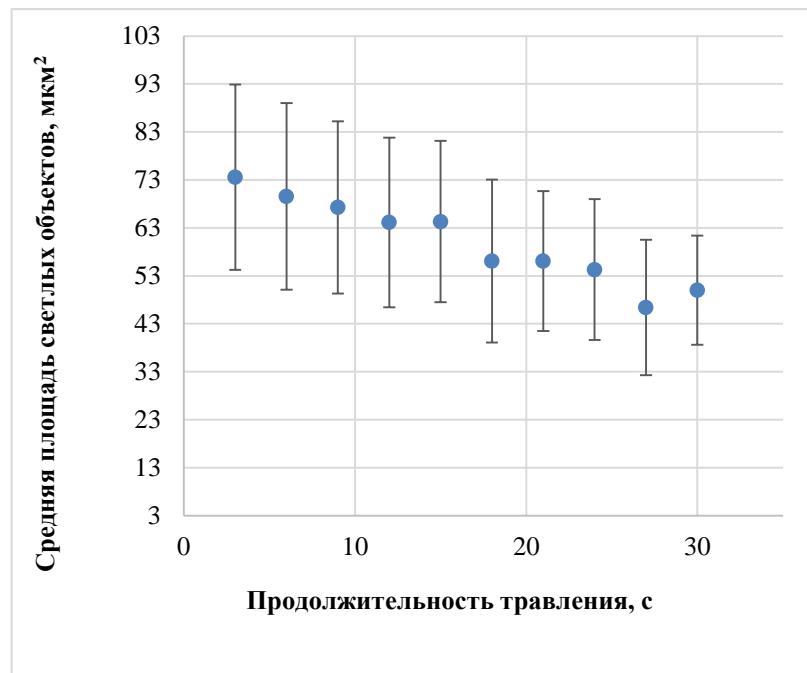
б

Рис. 2.13. Артефакты при цифровой обработке изображений структуры чугуна 40М, вследствие неравномерности освещенности в поле зрения из-за неудовлетворительной пробоподготовки (заваленная плоскость шлифа) на первичном (а) – образование затемненной области после бинаризации (б) [2.44]

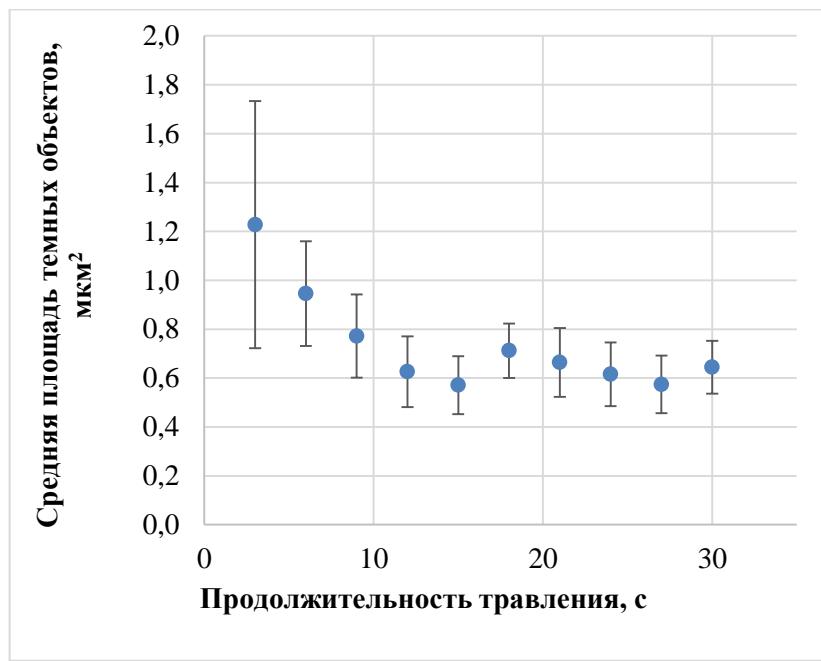
*Влияние вариации режимов травления.* Одним из факторов, определяющим сопоставимость результатов измерения геометрии структур, является травление [2.51,2.52]. В работе было оценено влияние времени травления на геометрию структуры на примере модельного объекта - твердого сплава на основе железа и вольфрама, где наблюдались светлые объекты (дендриты или карбиды) и россыпь темной составляющей точечной формы (рис. 2.4 а [2.34]). Тёмные объекты наблюдались еще на нетравленых шлифах, что обычно характерно для неметаллических включений (НВ) или углублений, оставшихся на их месте (либо крупных карбидов), в том случае, когда частицы были «вырваны» из образца при его шлифовке. В интервале времени травления от 3 до 30 сек (шаг 2–3 сек) были получены на одних и тех же участках шлифа - одни и те же полях зрения площадью  $0,01 \text{ мм}^2$  (в масштабе образца), последовательные изображения структур. На них были измерены площади светлых и темных объектов, рассчитаны их средние значения (рис. 2.14 б, в). Установлено, что средние значения площадей светлых и темных объектов по мере увеличения продолжительности выдержки при травлении изменяются и, начиная с некоторого времени их изменения, становятся незначимыми (поля их ошибок перекрываются).



а



б

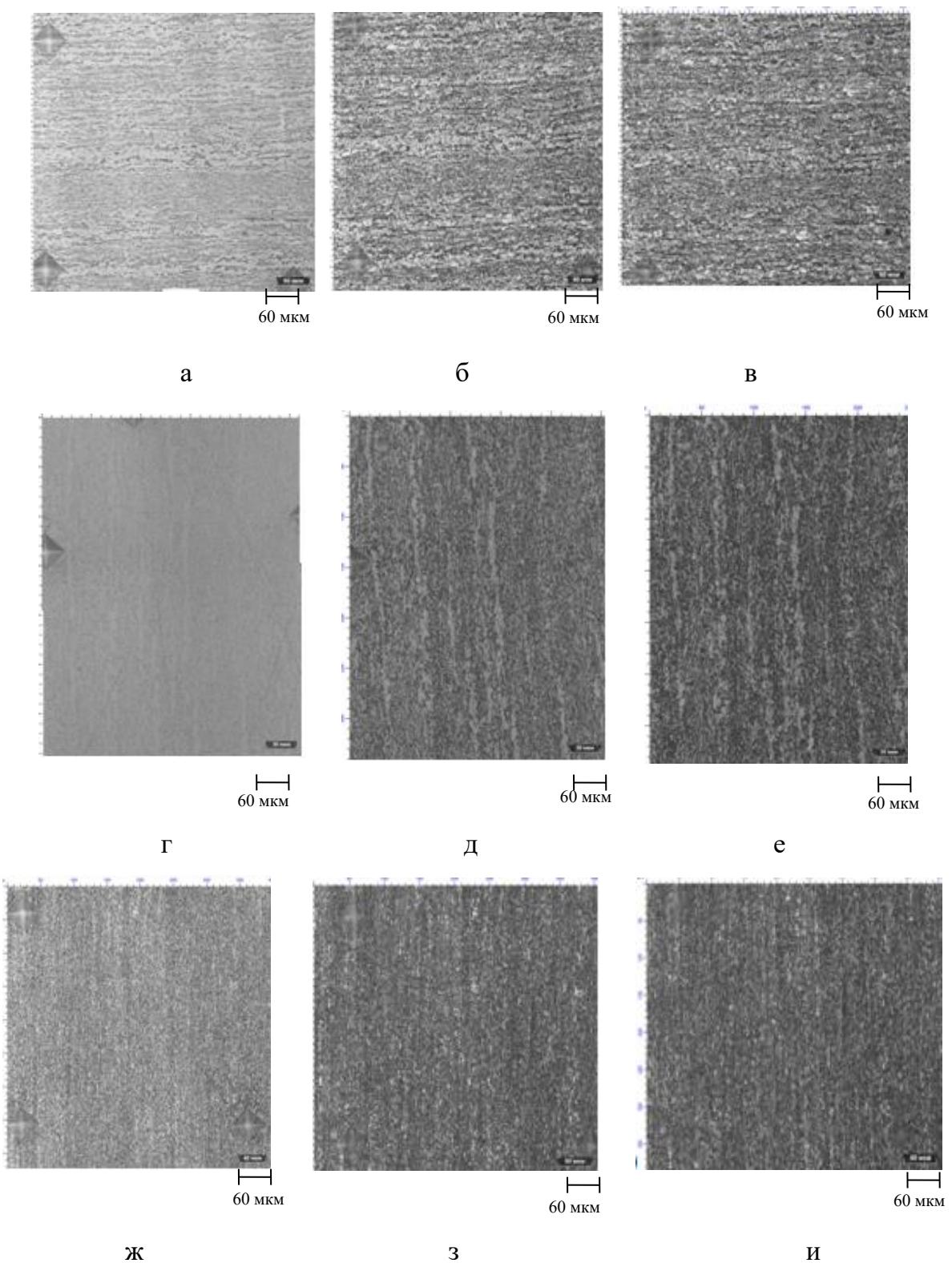


в

Рис. 2.14. Изменение на изображении структуры твердого сплава на железо-вольфрамовой основе (а) средних значений площадей светлых (б) и темных объектов (в) при увеличении продолжительности травления от 3 до 30 сек [2.34]

Однако измерение площадей, составляющих структуры может не оценить достоверно различия в строении светлых объектов вследствие их возможного слияния, например, при описания различий в геометрии дендритного рисунка, вследствие трудностей в разделении объединенных в один, смежных дендритов. В таких случаях предпочтительнее получение их линейных характеристик. Для сопоставления двух массивов результатов измерений  $n_1$  и  $n_2$  некоторого параметра  $\xi$  обычно по его средним значениям  $\langle \xi \rangle_1$  и  $\langle \xi \rangle_2$  и среднеквадратичным отклонениям, оценивают значимость различия  $\langle \xi \rangle_1$  и  $\langle \xi \rangle_2$  с использованием критерия Стьюдента. Однако его использование, применимо к параметрам геометрии микроструктуры, может быть не всегда корректно, поскольку вид распределения их значений, как правило, отличается от нормального распределения, проявляя часто асимметричный характер [2.29, 2.55 - 2.57]. В частности, в нашем случае, коэффициенты асимметрии и эксцесса распределения значений поперечников белых объектов на изображении (см рис. 2.14 а) были равны 1,4 и 4,8 соответственно. В этой связи в работе выборки результатов измерения средних размеров светлых объектов (методом секущих в двух взаимно перпендикулярных направлениях) были сопоставлены с использованием критерия непараметрической статистики Смирнова [2.56]: попарно, для смежных значений времен травления и для предельных значений (с продолжительностью травления 3 и 30 с). Экспериментальные значения критерия Колмогорова – Смирнова  $|D^*(x^*)|$  изменялись в диапазоне от 0,45 до 1,36 (табличные значения составили 1,358; 1,224 и 1,070 для риска 0,05; 0,1 и 0,2 соответственно [2.14]). При этом значимое различие структур после травления (по сравнению с исходной структурой, наблюдаемой после трехсекундного травления), появилось при выдержке, от 18 сек и выше (с риском 0,2).

Влияние степени протравленности на результаты анализа геометрии смешанных структур (по их изображениям) проводили на трубных стальях категорий прочности К60, К65 и К70 (рис. 2.15), полученных по принятой технологии [2.58], с последующей статистической оценкой распределения интенсивности яркости ферритной и бейнитной составляющих. Время травления варьировалось от 3 до 30 с, шаг - 3 с.



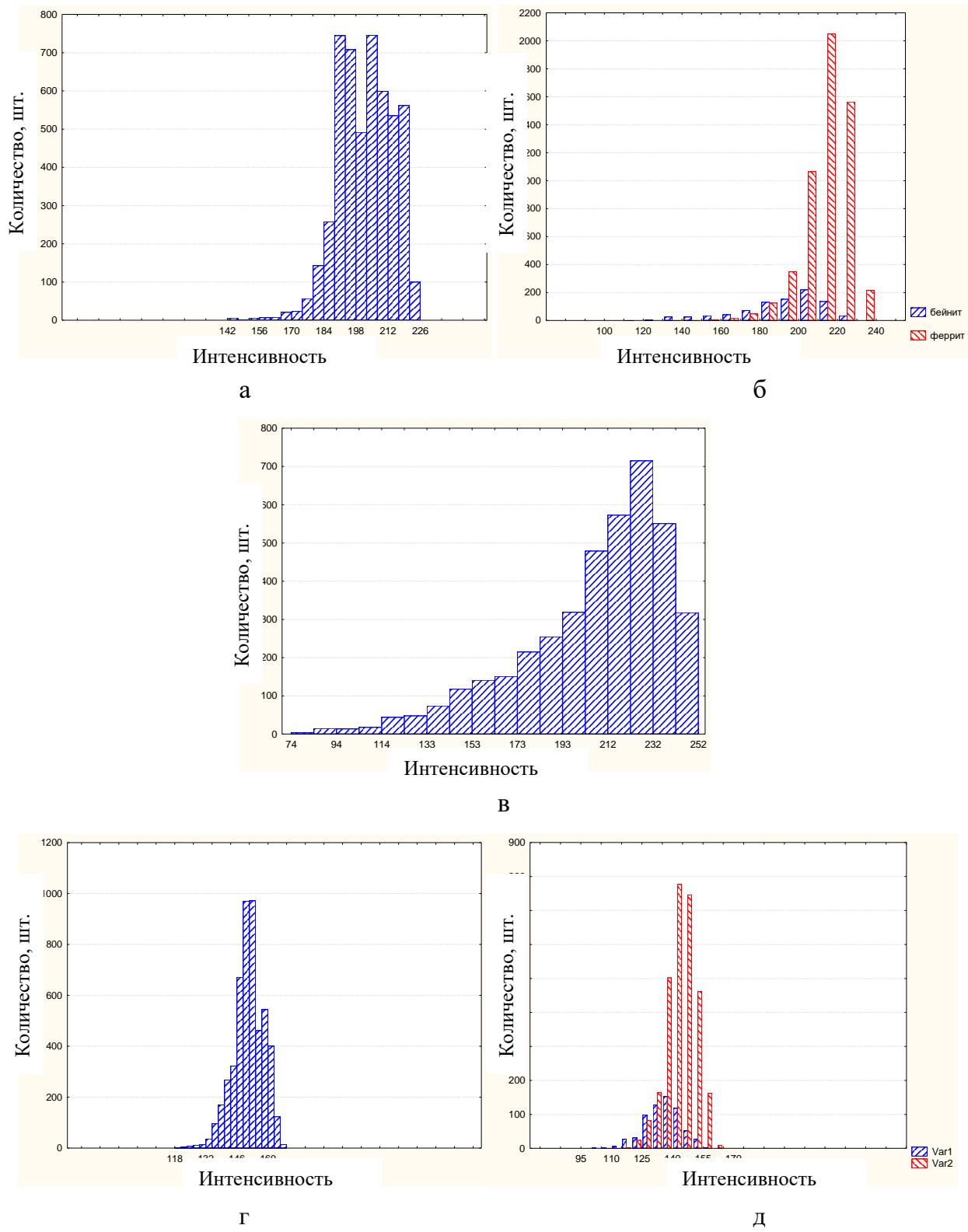
Сталь K60: а – 6 с; б – 18 с; в – 27 с;

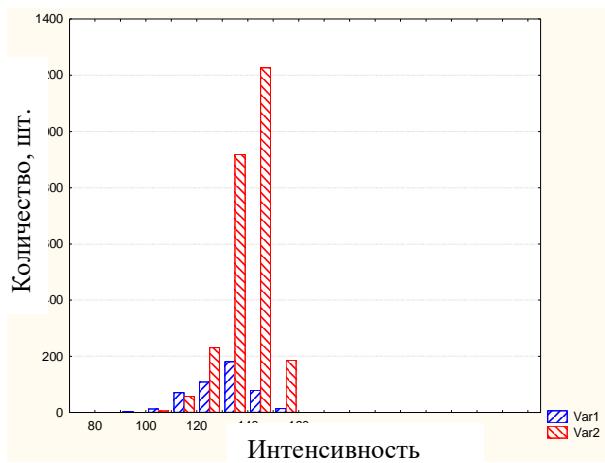
Сталь K65: г – 3 с; д – 18 с; е – 24 с;

Сталь K70: ж – 3 с; з – 18 с; и – 30 с.

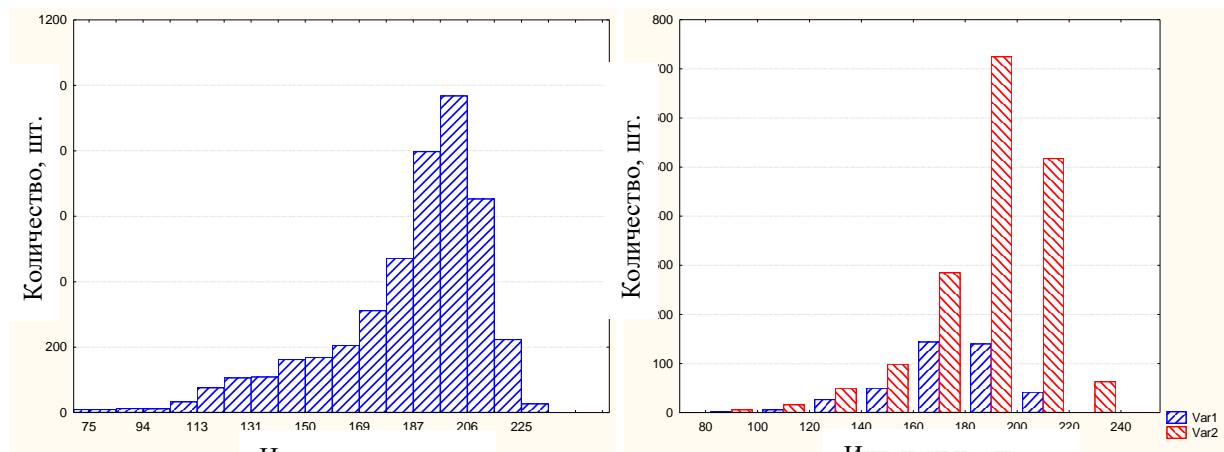
Рис. 2.15. Изображения феррит-бейнитных структур трубных сталей различной категории прочности, при разном времени травления

Из распределения интенсивностей бейнитной и ферритной составляющих (для изображений структур указанных выше режимов травления) (рис. 2.16) видно, что при малом времени границы составляющих еще не протравлены, при времени травления 24 - 30 секунд наблюдается «перетрав». И в том и в другом случае оценка распределения интенсивностей затруднена.



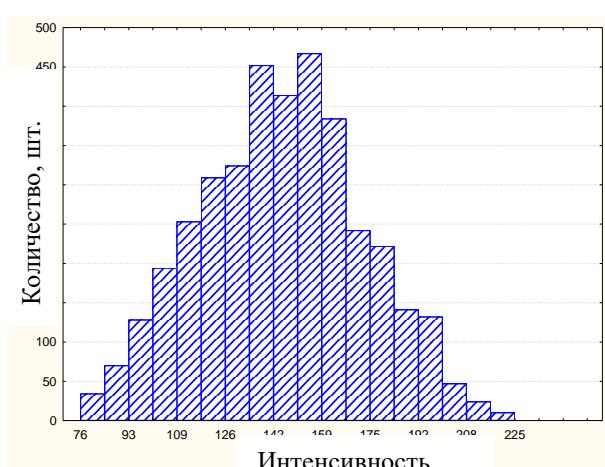


е



ж

з



и

- бейнит      - феррит

Сталь K60: а – 3 с; б – 18 с; в – 30 с. Сталь K65: г – 3 с; д – 18 с; е – 24 с;

Сталь K70: ж – 3 с; з – 18 с; и – 30 с;

Рис. 2.16. Влияние времени травления на распределение интенсивности яркости бейнитной и ферритной составляющих в трубных сталях различной категории прочности

При оценке влияния травления на получаемую статистику результатов анализа поля яркости изображения структур и последующее выделение информативных параметров структуры, важно понимание механизмов травления.

С этой целью были проанализированы результаты травления по штатным процедурам образцов [2.58] из листа (сталь 08Ю в состоянии поставки); проката, из стали 40Х2Н2МА после различных вариантов закалки ( $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) и последующего часового отпуска при  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; трубные стали категории прочности К56 и К65 (типа 09Г2С и 06Г2НДБ, 06Г2МФБ, в соответствии с ГОСТ 19282-73, ГОСТ Р ИСО 3183 и API 5L), полученные в рамках существующих технологий, обеспечивающих, в частности и контролируемую прокатку с последующим ускоренным охлаждением [2.58].

Наблюдение и измерение структур проводили с использованием световой (СМ) Axio Imager, растровой (РЭМ) JSM7600F с программным обеспечением TexSEM Lab (TSL) для анализа картин дифракции обратно-рассеянных электронов (EBSD) и атомно-силовой NTEGRA микроскопии (ACM).

Травление сталей 08Ю, 09Г2С и категории прочности К65 на микроструктуру проводили в 3 % спиртовом растворе азотной кислоты. Границы бывшего зерна аустенита в стали 40Х2Н2МА выявляли травлением в горячем ( $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) свежеприготовленном, насыщенным при  $70\text{ }^{\circ}\text{C}$  растворе пикриновой кислоты (массовая доля пикриновой кислоты 4 - 4,5 %) с добавлением поверхностно-активного вещества. Степень выявления структур контролировалась просмотром протравленного шлифа в оптическом микроскопе.

Электрополировка образцов для проведения EBSD-анализа проводилась с помощью установки для электролитического травления LectroPol-5 с использованием электролита AC-2: температура полировки составила  $-10 \dots -12\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; рабочее напряжение  $U = 28 - 32\text{ В}$ ; время полировки  $t = 40 - 60\text{ с}$  (для стали 40Х2Н2МА - 10 с).

По завершении всех режимов полировки образцы немедленно промывали водой, затем погружали в спирт, во избежание окисления поверхностного слоя, и высушивали.

Для уточнения морфологии микроструктур, наблюдаемых в оптическом микроскопе, была апробирована методика её совместной оценки на одном и том же

поле зрения (на одном шлифе) различными средствами наблюдения (СМ, ACM, РЭМ и EBSD анализа). Поле зрения (прямоугольной формы) на шлифе ограничивали нанесением в его углах отпечатков на твердомере BUEHLER OMNIMET МНТ при уровне нагрузки, обеспечивающем их сохранение в процессе последующей работы со шлифами, и исключающем влияние на микроструктуру. «Щадящая» последовательность наблюдения структур: СМ → РЭМ → ACM → электрополировка → EBSD-анализ сохранила их морфологию практически неизменной.

Результат травления определяется как воспроизводимостью его режима, так и влиянием химической неоднородности стали, неизбежной, в той или иной мере, вследствие дальних последствий ликвации [2.2]. Это обстоятельство существенно не только при выработке алгоритмов обработки изображений структур, но и при выборе их информативных параметров, например, при описании дендритного рисунка, когда вследствие различной травимости дендритов целесообразно оценивать не их толщину, а шаг между ними.

В частности, для стали 08Ю первичное изображение структуры фиксирует неравномерность яркости зерен феррита (рис. 2.17 а). Уже сканирующая электронная микроскопия указывает (рис. 2.17 б), что это может быть связано с различием в высотах элементарных площадок, соответствующих сечению зерна различной кристаллографической ориентировки (рис. 2.17 в) плоскостью шлифа.

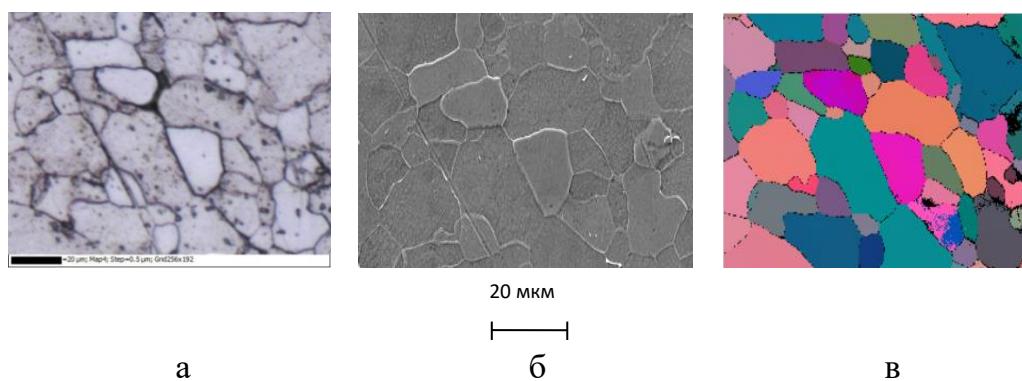


Рис. 2.17. Изображения микроструктуры стали 08Ю, полученные средствами световой (а), сканирующей (б) микроскопии и EBSD анализа - карта ориентировок отдельных кристаллитов (в) на одном поле зрения шлифа [2.59]

Из 3D-изображений рельефа поверхности, полученных по измерениям в АСМ, можно оценить распределение высот его профиля (после вычитания трендов, связанных с наклоном макроплоскости шлифа) вдоль заданных секущих в том же поле зрения (рис. 2.18 б,в).

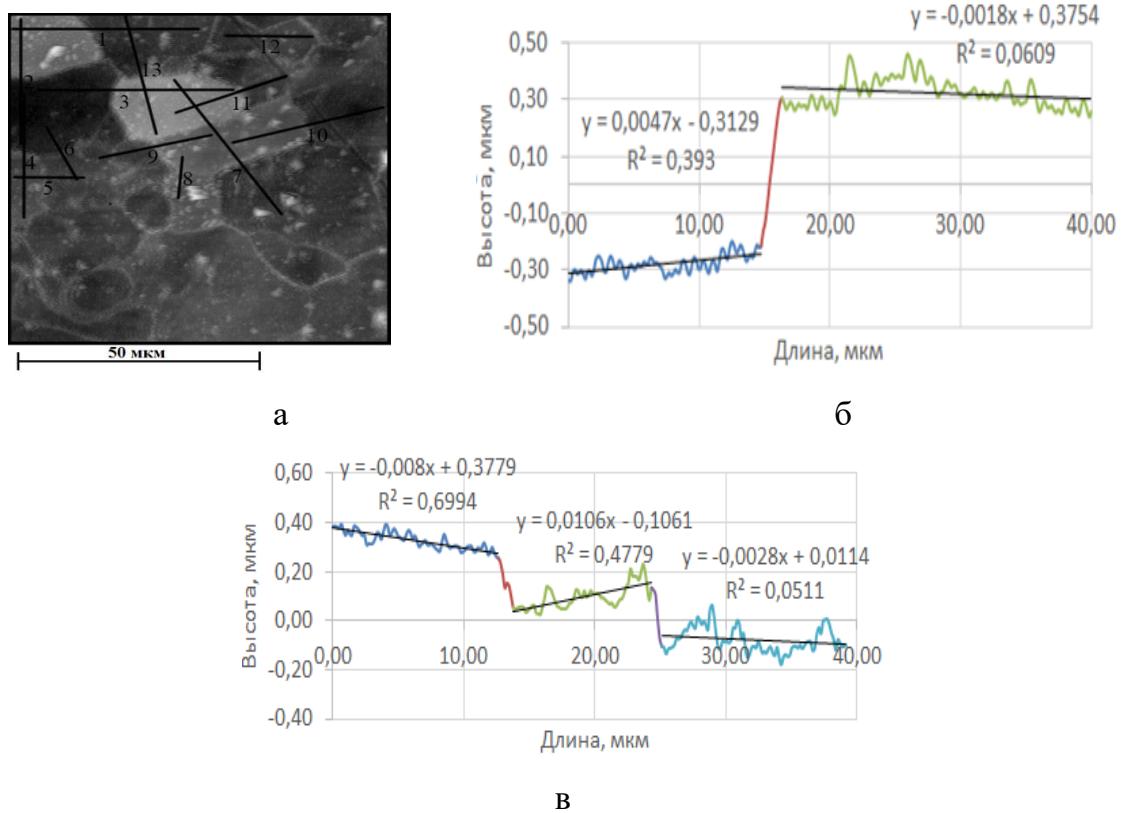


Рис. 2.18. Профили высот вдоль секущих, выделенных на 2D-изображении микроструктуры из стали 08Ю (а), полученные по измерениям в атомно-силовом микроскопе: секущие 3 (б) и 7 (в)

Статистика результатов измерения высот профилей с использованием АСМ, в частности, показала, что граница между наблюдаемыми на шлифе в световом микроскопе смежными зернами феррита, как правило, представляет собой ступеньку (перепад высот), т.е. грани соседних зерен лежат в разных плоскостях. Сопоставление средних значений высот площадок рельефа (в пределах отдельного зерна), в единой системе координат, и соответствующих средних значений интенсивности яркости (того же зерна) на изображении в световом микроскопе выявило их взаимосвязь (рис. 2.19). Очевидно, что масштаб перепада их высот связан с различием в сопротивлении отдельных зерен воздействию травителя,

которая, как это следует из карт EBSD (см. рис. 2.17 в), определяется ориентировкой зерен относительно плоскости шлифа.

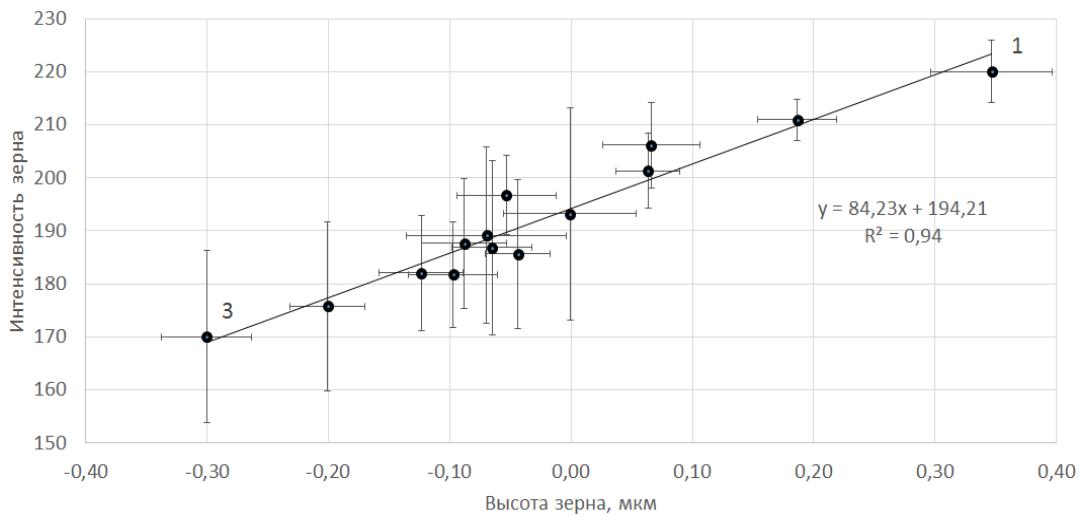
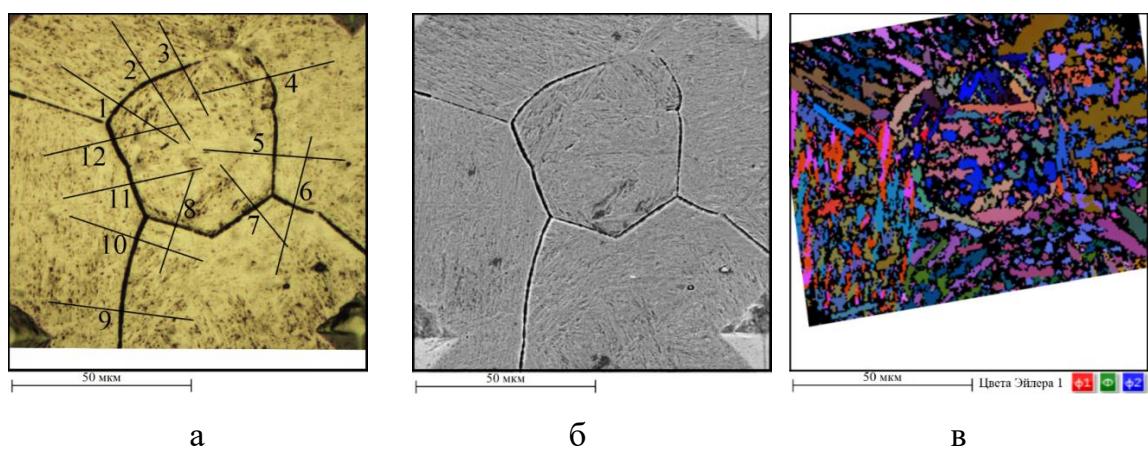
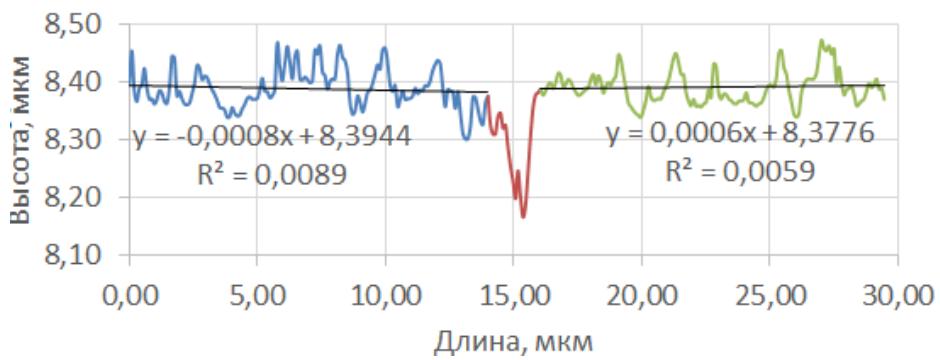


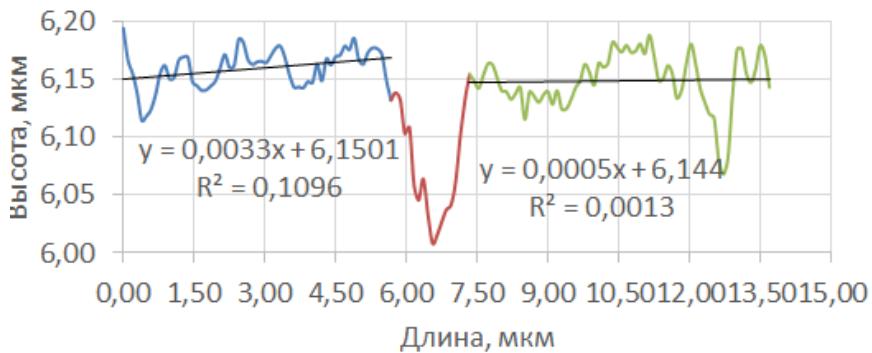
Рис. 2.19. Взаимосвязь интенсивности яркости отдельных зерен феррита в стали 08Ю и перепада их высот в плоскости шлифа

Иной механизм травления наблюдался при выявлении границ бывшего зерна аустенита в стали 40Х2НМА. Оптическая и сканирующая микроскопия выявили достаточно однородный характер строения поверхности шлифа, карты EBSD – структуру мартенсита отпуска (рис. 2.20 а-в).

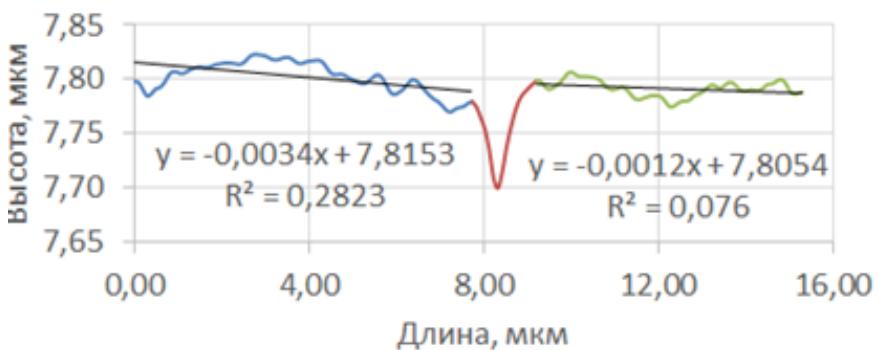




г)



д



е

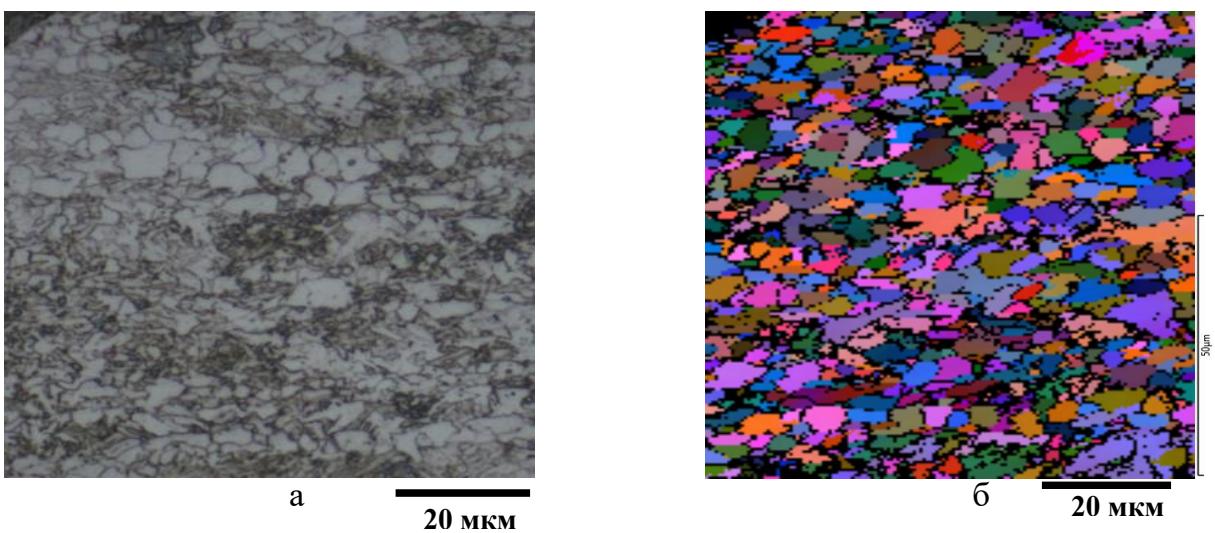
Рис. 2.20. Изображение бывшего зерна аустенита стали 40Х2Н2МА (закалка с 1200 °C, отпуск 200 °C, 1 час.), полученных средствами световой (а), сканирующей (б) микроскопии, карты ориентировок отдельных кристаллитов - EBSD анализа (в) на одном поле зрения шлифа и профиля стыка двух смежных зерен (г) – средствами ACM, а также профили - после закалки с 1100 (д) и 850 °C (е) при том же отпуске [2.59]

Реконструкция 3D-изображения рельефа поверхности на основе его измерений средствами атомно-силовой микроскопии показала, что граница бывших зерен аустенита представляет собой типичную канавку травления, глубина

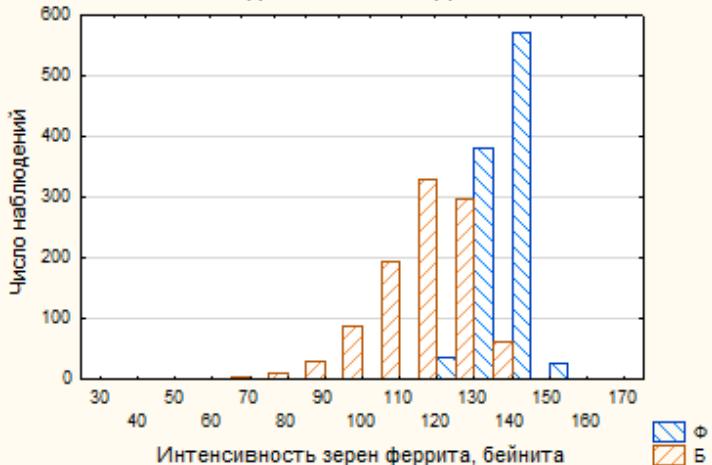
которой в 1,5-4 раза превышает масштаб шероховатости тела зерна (см. рис. 2.20 г-е). Подобные закономерности строения межзеренных стыков были типичны для всех размеров зерна аустенита исследованных в работе (после закалки с температур 1200, 1100 и 850  $^{\circ}\text{C}$  соответственно).

Более сложная идентификация структурных составляющих в трубных сталях категории прочности X80 и выше [например, 2.58, 2.60]. Для одной и той же структуры часто используются разные термины и, наоборот, один и тот же термин может быть применен к различным структурам. В отдельных случаях эти трудности могут быть преодолены за счет использования средств наблюдения с более высоким разрешением, например, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии. Однако получаемые при этом результаты, как правило, имеют локальный характер, есть, в частности, риски, связанные с их распространением на массовую продукцию. Очевидно, что при имеющей место неоднородности строения структур по толщине листа [2.58] объективный прогноз качества может быть основан на измерении структур в масштабах листа (образца). Это могут обеспечить только цифровые измерения структур.

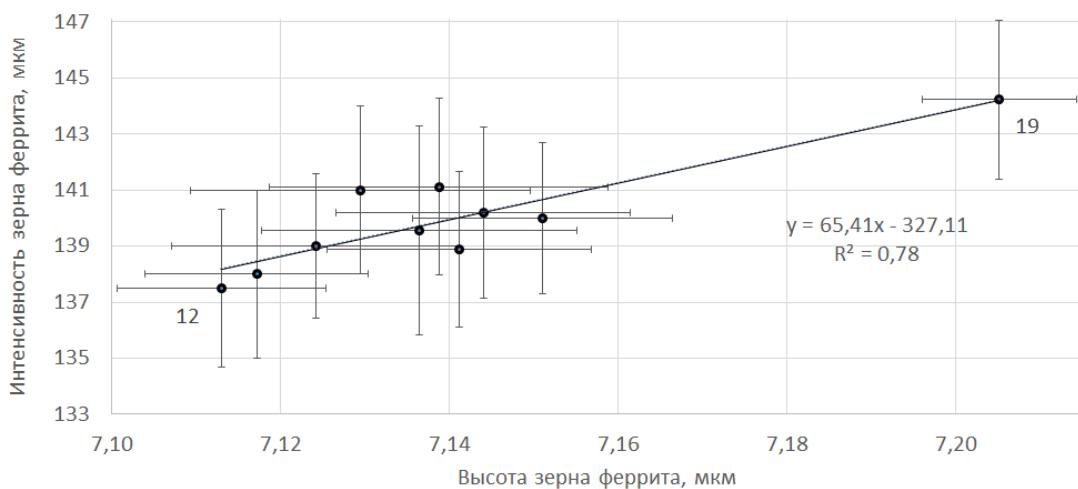
Из оценки структур трубных сталей (рис.2.21 а) следует, что одним из факторов, обеспечивающих возможность объективного разделения структурных составляющих, является их ранжировка по интенсивности яркости. Карта EBSD, полученная с этого же поля зрения, показала, что световая микроскопия (рис. 2.21б) практически полностью воспроизводит поликристаллическое строение металла. При этом перепад рельефа (по измерениям в ACM) также связан с интенсивностью яркости изображения ОМ (рис. 2.21 в).



Распределение интенсивностей зерен феррита, бейнита  
для стали 06Г2НДБ



В



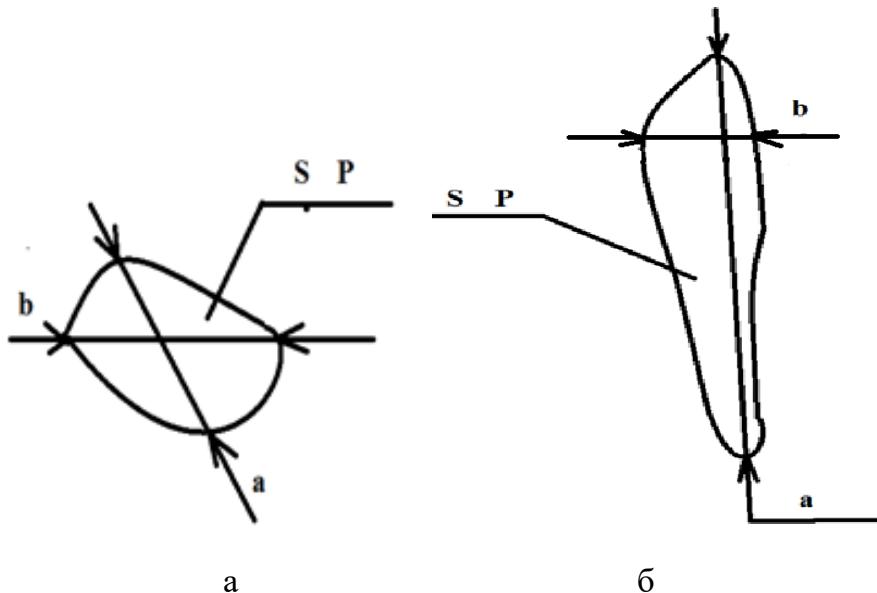
Г

Рис. 2.21. Изображение структуры трубной стали категории прочности К65 в световом микроскопе (а) и его карта EBSD (б), пример распределения значений интенсивности яркости светлой (феррит) и темной составляющей (бейнит) в структуре сталей и взаимосвязь высот рельефа шлифа на том же поле зрения с соответствующим изменением интенсивности их яркости (по прямым измерениям в АСМ)

Однако в отдельных случаях гистограммы распределения интенсивностей яркости феррита и бейнита в трубной стали К65 (построенные по результатам порознь проведенных их измерений на однозначно интерпретируемых их фрагментах) могли частично перекрываться. В частности, из-за различий времен травления, поскольку например, при его увеличении с 6 до 24 с в стали К65 (на

одних тех же полях зрения) отмечено снижение средних значений интенсивности яркости феррита и бейнита на 20 и 15 единиц в градациях серого (и соответственно некоторое их сближение), что может внести ошибки при их идентификации. Перекрытие гистограмм может быть также объяснено расширением спектра разновидностей структурных составляющих, например, с образованием квазиполигонального (массивного) феррита который в отличие от полигонального феррита характеризуется повышенной плотностью дислокаций [2.60], что придаст ему более темные оттенки на оптическом изображении. Это значит, что при соответствующей «калибровке» измерений в СМ (применимо к конкретной задаче) можно, отделив (либо исключив), эффекты на изображении, связанные с различием в режиме травления, выделить и описать более тонкие различия в структуре, в данном случае трубного металла.

Очевидно, что дополнительная информация о составляющих структуры заложена в геометрии их строения, в частности, в степени их отклонения от равносности. Здесь можно выделить, по-видимому, две макрогруппы фрагментов структур: равноосные, например, полигональный феррит и вытянутые – бейнит. Отсюда и вариант их разделения на равноосные и вытянутые (рис. 2.22 а,б).



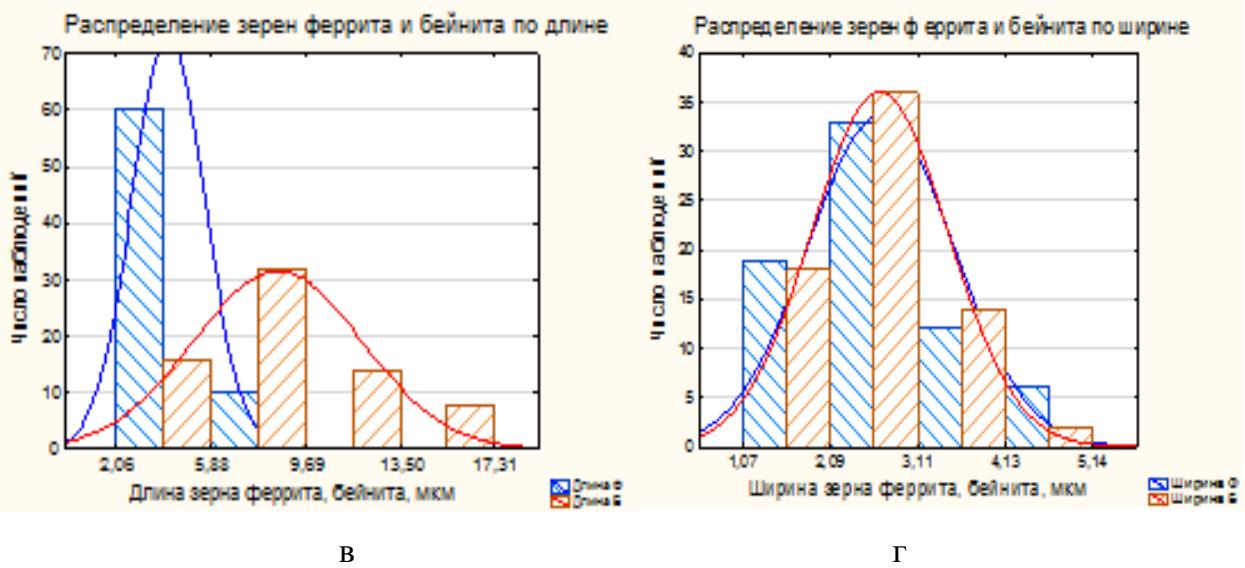


Рис. 2.22. Разделение элементов микроструктуры на равноосные (а) и вытянутые (б) по измерению длин (в) и ширин (г) фрагментов феррита и бейнита, сталь 06Г2МФБ

Полезна оценка не только вытянутости структурных составляющих, но и описание их формы, в частности, в связи с необходимостью разделения в структуре полигонального и квазиполигонального феррита, зерна которого имеют неправильную форму и «рваные» границы [2.60]. Это, например, может быть реализовано с использованием параметра формы, процедура определения которого включена во многие программные продукты, в т.ч. в программе Image Expert Pro 3.

Для обоснованного разделения структурных составляющих, в частности феррита и бейнита средствами СМ, с использованием АСМ была накоплена статистика наблюдений геометрии строения границ раздела основных структурных составляющих трубных сталей: «феррит – феррит» и «феррит - бейнит» (рис. 2.23 а,б). Выделение из 3D-изображения поверхности шлифа профилей стыков смежных составляющих (рис. 2.23в,г), в частности, показало, что зерна феррита, вне зависимости от их морфологии (полигональный феррит сталь 06Г2НДБ или квазиполигональный феррит сталь 06Г2МФБ), как и в стали 08Ю лежат в различных плоскостях граница раздела «феррит – феррит». Граница между зерном квазиполигонального феррита и гранулярного бейнита также может представлять собой ступеньку между двумя структурными составляющими. Это означает, что

измерения средствами СМ, основанные на значимых различиях в интенсивности яркости могут достаточно объективную информацию о геометрии строения микроструктуры в трубных сталях.

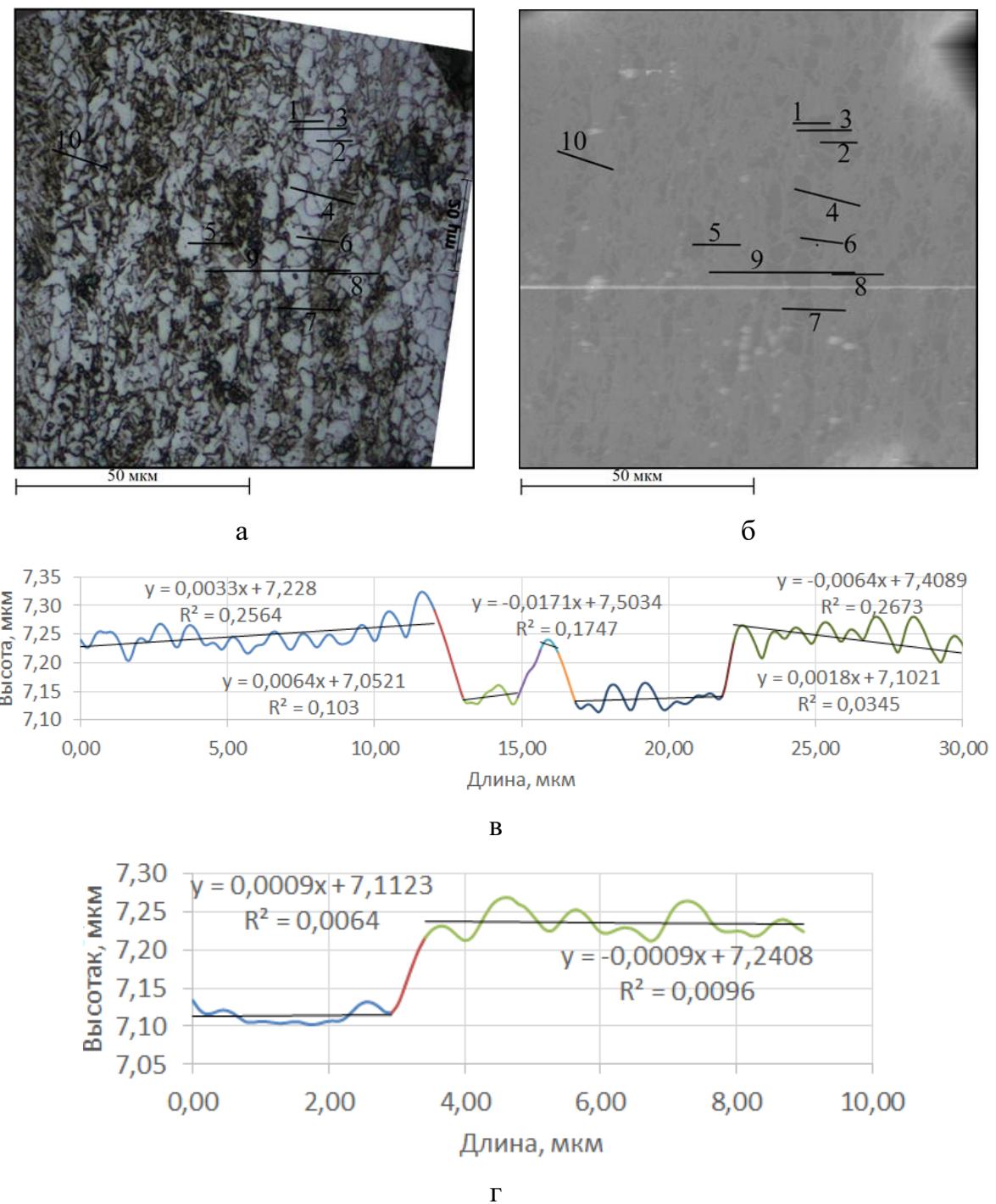
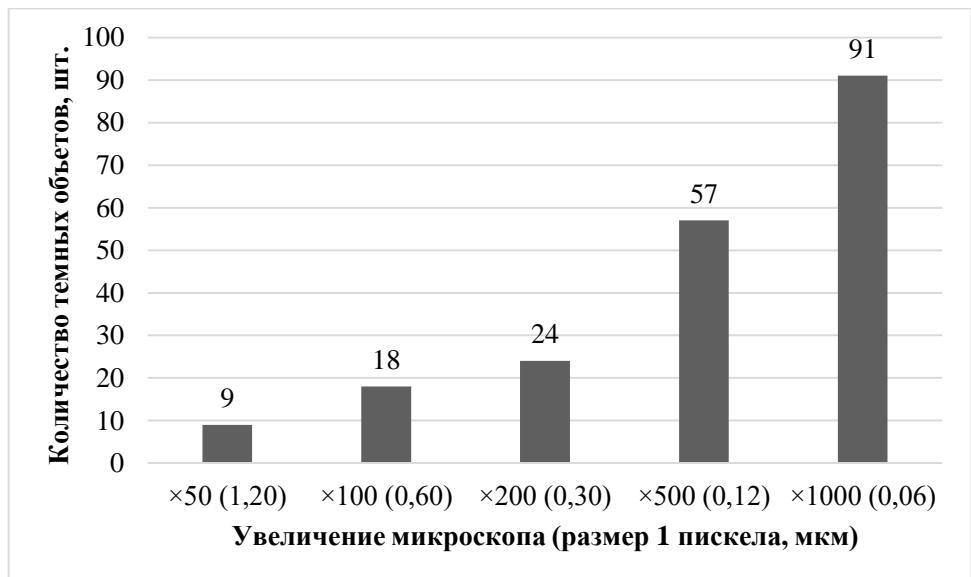


Рис. 2.23 Микроструктура стали 06Г2НДБ по наблюдениям в световом (а) и атомно-силовом (б) микроскопах и пример строения границ раздела между смежными составляющими: профили поверхности шлифа вдоль секущих 9 (в) и 6 (г)

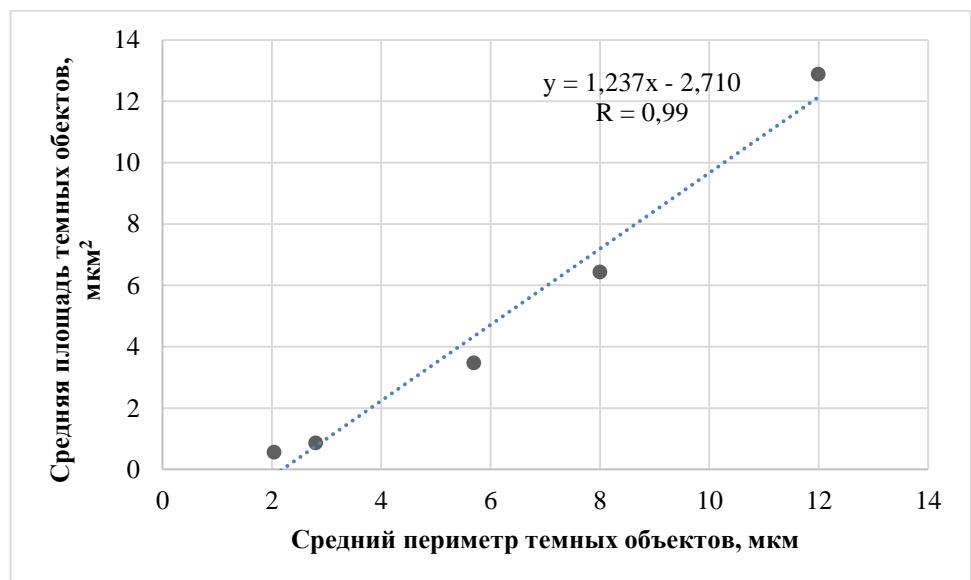
Следует отметить, что наряду с важностью учета режимов травления, объективность и значимость конечных результатов измерений в значительной мере будет зависеть от корректности последующей их обработки, включающей бинаризацию, фильтрацию шумов, накопления представительной статистики результатов измерений и выбора для описания соответствующих статистических инструментов. А массовые цифровые измерения микроструктур, основанные на оценке интенсивности яркости отдельных составляющих и их геометрии могут быть весьма эффективны для объективной классификации (аттестации) структур в условиях массового производства металлопродукции.

*Роль оптического увеличения.* Оптимальное увеличение необходимо для выделения ключевых элементов структур, определения их конфигурации. Его увеличение позволяет повысить разрешение и добиться требуемой его детальности. Есть определенные сложности, возникающие при сопоставлении строения однотипных структур, полученных при различных увеличениях. Их достаточно квалифицированно может разрешить опытный металлограф (не проводя никаких манипуляций с изображениями). Однако при машинной обработке будут фиксироваться все различия, имеющиеся между 2D-изображениями, в т.ч. обусловленными большей детальностью плоской картинки, полученной при больших увеличениях (появление мелких объектов, изменение формы границы объектов). Это внесет различия в результаты и затруднит сопоставление изображений. Масштаб возможных рисков был оценен на примере сопоставления геометрических параметров изображений темных объектов (НВ) на металлографических шлифах из стали 38ХН3МФА-Ш), полученных при увеличении 50, 100, 200, 500 и 1000 крат на одних и тех же, равных по площади, полях зрения (без удаления шумов) (рис. 2.24) [2.44].

Повышение кратности увеличения микроскопа, не только изменяет размеры всех включений, в т.ч. видимых при меньших увеличениях, но и изменяет значения их геометрических характеристик (при большей детальности контура объектов наблюдения) (рис. 2.25).



а



б

Рис. 2.24. Изменение количества темных объектов - НВ (а), их средней площади и периметра (б) на изображениях нетравленого металлографического шлифа из стали 38ХН3МФА-Ш в зависимости от оптического увеличения микроскопа [2.44]

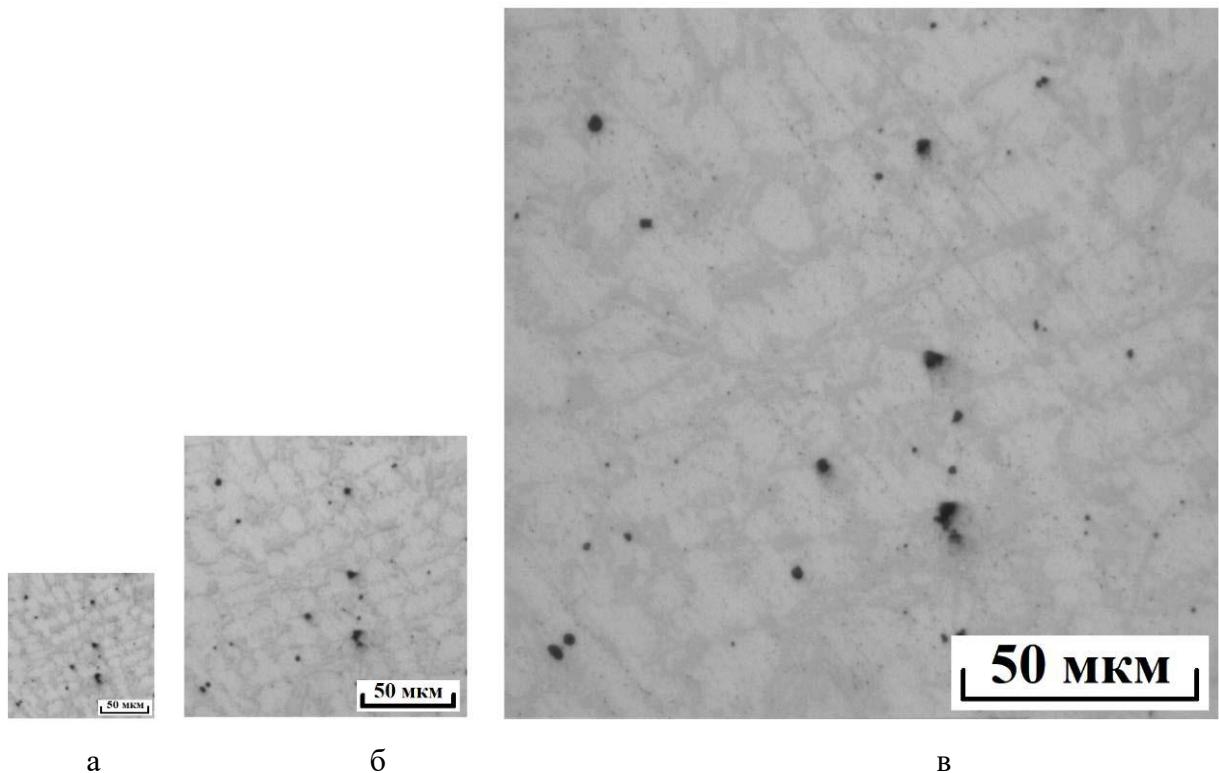


Рис. 2.25. Изображение микроструктуры твердого сплава на никелевой основе, при увеличениях 100 (а), 200 (б), 500 (в) крат [2.44]

Повышение оптического увеличения привело к появлению более мелких элементов (объектов) изображения и снижению их среднего размера, в частности светлых объектов (табл. 2.2). Большинство из них различимы человеческим глазом, но надежно могут быть распознаны на изображении элементы структуры размером от 1 мм и выше [2.2; 2.3]. При оптическом увеличении 100, 200 и 500 крат поперечник такого минимально идентифицируемого объекта в масштабе образца составит 10, 5 и 2 мкм соответственно. Из этого исходили, определяя уровень фильтрации шумов на изображении: менее 100, 25 и 4  $\text{мкм}^2$  соответственно. Для получения же сопоставимых результатов была выполнена процедура фильтрации, ограничившая на всех изображениях минимальный размер их элементов уровнем  $<100 \text{ мкм}^2$ . Такое сопоставление показало, что с каждым шагом оптического увеличения средние размеры светлых и темных объектов (поперечники и площади соответственно) уменьшаются. Это связано, в частности, с различием в уровне разрешения изображений: 40; 80 и 200 пк/дюйм, что обеспечивает более детальную «прорисовку» контура элементов на изображении [2.18], и может привести при формальном использовании метода секущих к появлению «новых» объектов (рис.

2.26). Это обстоятельство необходимо учитывать, при проведении количественных измерений.

Табл. 2.2. Изменение среднего размера светлых объектов на изображении в зависимости от кратности увеличения и уровня фильтрации [2.34]

Уровень фильтрации шумов, $\text{мкм}^2$	Средний размер объектов ( $\text{мкм}/\text{мкм}^2$ ) при фиксированном увеличении		
	100 крат	200 крат	500 крат
0	$8,21 \pm 0,74$	$4,29 \pm 0,40$	$1,82 \pm 0,15$
$\times 100$ (< 100)			
$\times 200$ (< 25)	$12,30 \pm 1,59$	$7,61 \pm 0,75$	$4,04 \pm 0,41$
$\times 500$ (< 4)			
< 100	$12,30 \pm 1,59$	$9,29 \pm 1,13$	$4,73 \pm 0,56$

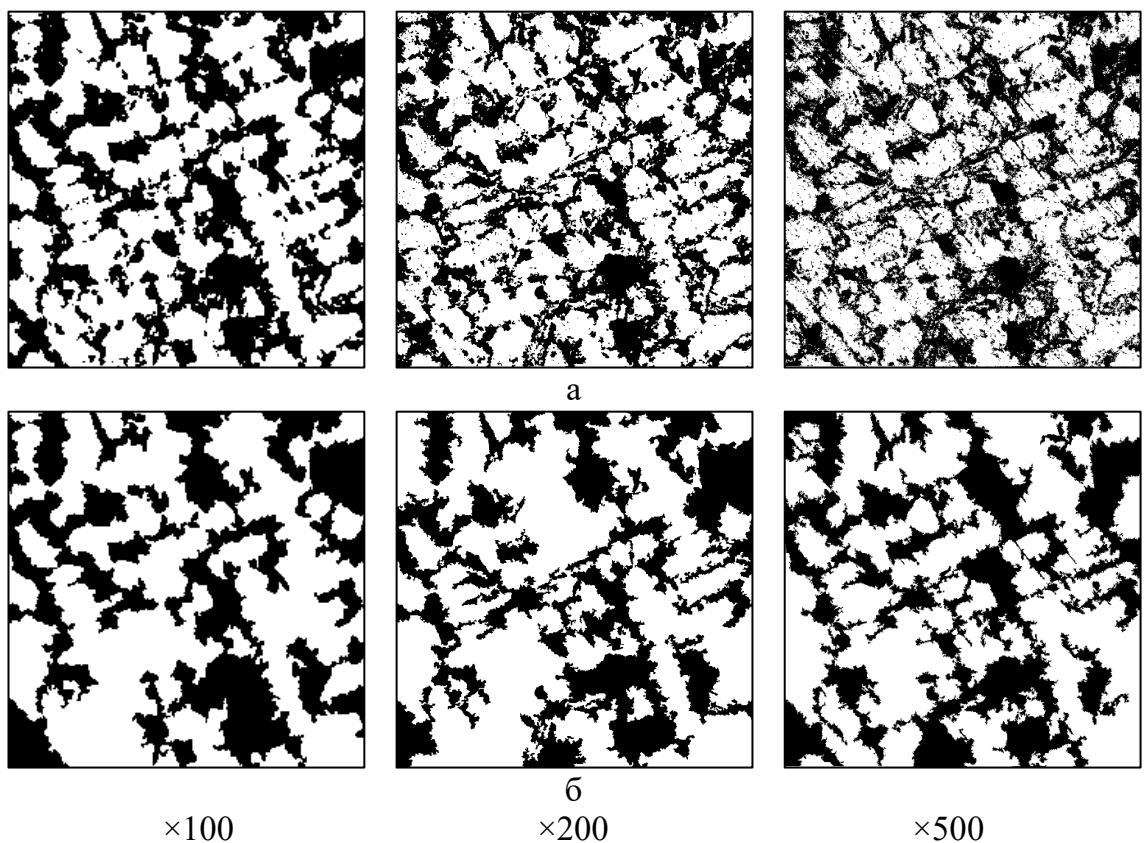


Рис. 2.26 Изображение фрагмента структуры никелевого твердого сплава после бинаризации (а) и фильтрации, ограничившей на всех изображениях минимальный размер их элементов уровнем менее  $100 \text{ мкм}^2$  (б) [2.44]

Таким образом, очевидно, что различие в процедурах получения цифрового изображения, не слишком критичное для последующего их качественного (визуального) анализа, может сказаться на конечных результатах измерения геометрии структур.

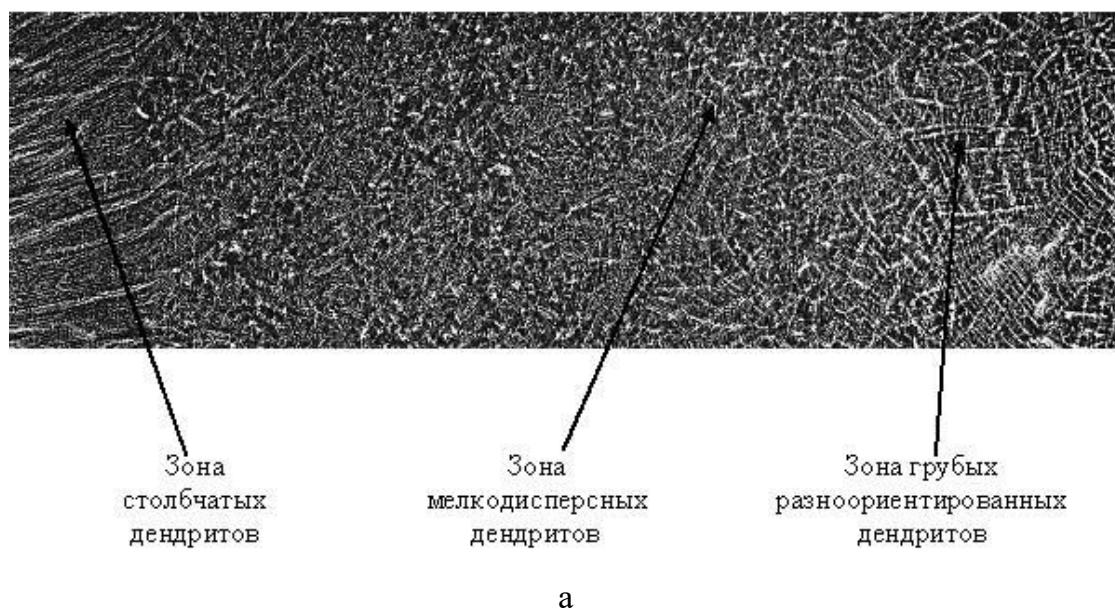
*Масштаб измерений.* Очевидно, что масштаб измерений определяет воспроизводимость и сопоставимость получаемых результатов. С увеличением площади наблюдения структур и изломов происходит накопление результатов измерения их информативных элементов, что позволяет оценить динамику изменения их статистических показателей. На этой основе возможно определить достаточный объем измерений. Это особенно важно при измерении структур, отличающихся неоднородностью своего строения. Необходимость получения представительных оценок при классификации структур и изломов уже достаточно давно получила свое отражение в требованиях нормативных документов к площадям объектов наблюдения. Например, еще в ГОСТ 5639-51 «Метод определения величины зерна» были рекомендованы диаметры круглых образцов  $\varnothing$  15-30 мм, плоских -  $15 \times 30$  мм, а в ГОСТ 5639-82 «Методы выявления и определения величины зерна» рекомендована площадь шлифа - не менее  $1 \text{ см}^2$  на одном образце (при отсутствии иных указаний в нормативно-технической документации).

Безусловно, данное обстоятельство остается актуальным и при работе с цифровыми изображениями структур. Очевидно, что при фиксированном малом размере кадра (наблюдения), вырезаемые им фрагменты структуры, например, дендритной будут характеризоваться различными значениями геометрических параметров дендритов: их числом, средним шагом дендритов, углом ориентировки относительно заданного направления. Высока вероятность того, что с увеличением площади просмотра статистика значений геометрических параметров будет стабилизироваться (что характерно для статистики в принципе). Можно предположить, что должна существовать некоторая минимальная (по площади) часть изображения, достаточная для получения воспроизводимых характеристик ее геометрии [2.29]. Для ее определения, в частности, можно вырезать в некоторой области кадра квадратное окно размером  $k \times k$  пиксел и вычислить некоторую функцию от распределения яркости внутри окна, например, соотношение

«светлых» (после бинаризации) точек в двух взаимно перпендикулярных направлениях (анизотропия структуры) [2.12].

С этой целью анализировали макроструктуру трех однотипных крупных кубических (стороной 500 мм) поковок (уков 2,5) из улучшаемой стали типа 38ХН3МФА. В макроструктуре поковок на макротемплете после глубокого травления в 50 % растворе HCl можно было выделить три различные по своему строению зоны: периферийная, промежуточная и центральная (рис. 2.27 а).

Периферийная зона - на глубину до 15 - 35 мм от поверхности представляла собой либо область, где оси столбчатых дендритов перпендикулярны поверхности поковки, либо - область с мелкодисперсным дендритным строением. Промежуточная зона (шириной 45 - 85 мм) - однородные мелкодисперсные дендриты, центральная (на расстоянии 100 - 125 мм от центра поковки) - с грубой, равноосной дендритной структурой, с хаотично расположенными дендритами. Поковки различались размерам зон.



а

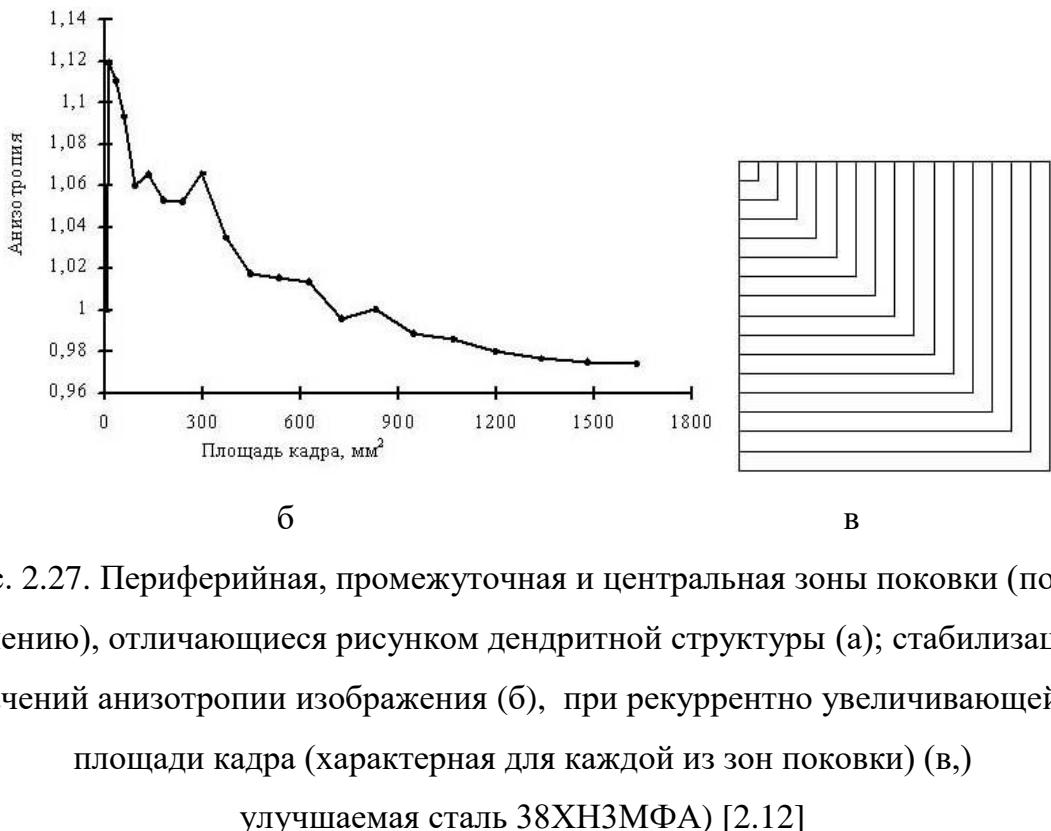


Рис. 2.27. Периферийная, промежуточная и центральная зоны поковки (по её сечению), отличающиеся рисунком дендритной структуры (а); стабилизация значений анизотропии изображения (б), при рекуррентно увеличивающейся площади кадра (характерная для каждой из зон поковки) (в.) улучшаемая сталь 38ХН3МФА) [2.12]

Минимальная площадь кадра, адекватно характеризующая дендритный рисунок каждой из зон, определена получением от 1 до 20 кадров размером до 1600 – 2300 мм<sup>2</sup> в каждой зоне каждой из трех поковок (см рис. 2.27 а). Как минимальный кадр выбрана площадь, начиная с которой объемная доля дендритов и их анизотропия значимо не изменялась (см рис. 2.27 б). Для каждой из зон такая площадь кадра в 2 - 10 раз превышала рабочее сечение ударного и цилиндрического ( $\varnothing$  10 мм) образцов на растяжение (используемых в соответствии с регламентом для оценки единицы металлопродукции). Полученные величины минимальных площадей позволили описать масштаб неоднородности дендритной структуры, играющей ключевую роль в характере разброса пластичности и вязкости металла. В таком случае очевидно, что применение малых образцов для механических испытаний, в сравнении с масштабом структурной неоднородности, может привести к разбросу приемо-сдаточных характеристик металлопродукции [2.12].

Получение необходимого объема измерений важно и при анализе структур меньших масштабов неоднородности, например, феррит-перлитной полосчатости в микроструктуре листовой стали 09Г2С [2.57]. Было показано (табл. 2.3), что в для получения устойчивых значений статистических характеристик (величины коэффициентов асимметрии и эксцесса) распределений значений шага полос перлита и размера зерна феррита необходимо накопление представительных результатов измерений, чему соответствует определенное значение площади поля наблюдения (при фиксированном оптическом увеличении).

Табл. 2.3. Сводная таблица значений коэффициентов асимметрии и эксцесса изображений структур с различными масштабами феррит-перлитной полосчатости в микроструктуре,  $\times 200$  [2.57]

Тип полосчатости	Коэффициент эксцесса				Коэффициент асимметрии			
	Область неустойчивых значений		Область устойчивых значений		Область неустойчивых значений		Область устойчивых значений	
	Размер зерна феррита	Шаг полос перлита	Размер зерна феррита (минимальный размер стороны поля зрения, мкм)	Шаг полос перлита (минимальный размер стороны поля зрения, мкм)	Размер зерна феррита	Шаг полос перлита	Размер зерна феррита (минимальный размер стороны поля зрения, мкм)	Шаг полос перлита (минимальный размер стороны поля зрения, мкм)
Слабо выраженный	-1,8 – 8,6	-2,0 – 8,0	2,5 – 4,0 (320 - 480)	2,0 – 2,5 (420 - 480)	-0,4 – 2,2	-0,3 – 2,5	1,0 – 1,3 (450 - 480)	0,8 – 1,6 (420 - 480)
Сильно выраженный	0,2 – 4,5	-1,6 – 3,6	1,5 – 1,7 (430 - 470)	2,8 – 3,2 (430 - 460)	0,75 – 1,6	-1 – 1,5	1,1 – 1,2 (450 - 480)	1,3 – 1,6 (380 - 460)

Причиной этому является развитая неоднородность геометрии строения микроструктур, представляющих собой номинально одинаковую (в пределах марки) смесь феррита и перлита. Такое различие в строении микроструктур наблюдается не только в масштабах одного листа, но между листами отдельных партий, вследствие различий в сценариях протекания технологической наследственности в ходе производственного процесса в рамках достаточно широкого поля допуска технологии [2.2, 2.55, 2.58 - 2.60].

Схожая картина наблюдается и при измерении разрушения во всем иерархическом диапазоне трещинообразования в конструкционных сплавах: от масштаба ( $d$ ), обусловленного микроструктурой  $d \sim 10^{-1} - (1-5) \cdot 10^2$  мкм, до поперечника образца  $B$  ( $\sim 1 - 10^2$  мм), с определенным минимальным объемом исходных данных, обеспечивающий воспроизводимые значения параметров процесса, в частности, при измерении изломов.

Так, например, достаточно длительное время предпринимались попытки применить понятие фрактальной размерности  $D$  для объективной ранжировки изломов различной морфологии [например, 2.61]. Однако получаемые результаты были весьма противоречивы: на изломах идентичной природы её значения могли отличаться, и практически совпадать, например для хрупких и вязких изломов. Такие результаты определил недостаточный объем измерений в микро- и мезо- масштабах наблюдения, из-за их высокой трудоемкости. Цифровизация измерений обеспечила быстрое документированное накопление необходимого массива воспроизводимых результатов, обработка которых не выявила различий в значениях фрактальной размерности изломов различной природы: вязкого, хрупкого, смешанного и камневидного [2.62]. Так экспериментально было показано, что при регистрации поверхности разрушения в фактическом диапазоне вариации шагов её измерения  $\delta_k$ , как правило, менее двух порядков, очевидно, невозможно получить объективную информацию о самоподобии рельефа, как одном из условий достоверного определения фрактальной размерности. Также из геометрического определения фрактальной кривой на плоскости следует, что ее проекция на любую прямую покрывает некоторый отрезок многократно [2.3, 2.4], а каждая траектория излома есть функция однозначная, следовательно, объективные основания для утверждения, что излом является фракталом, а величина  $D$  его размерностью, отсутствуют [2.28]. Получаемые же на практике значения тангенса угла наклона зависимости длины профиля трещины  $L_k$ , измеренной с шагом  $\delta_k$ , похоже, не имеют практического смысла, поскольку даже если они совпадают (при условии достоверного их определения), то из этого не вытекает идентичность механизмов разрушения. В целом, это еще раз подтверждает необходимость обоснования объема цифровых измерений, обеспечивающих достоверность и воспроизводимость результатов [2.62].

## **2.4 Исследование статистической природы изображений эталонных шкал**

При анализе структур исходили из статистической природы их строения, что получает соответствующее отражение в процессах деформации и разрушении, где ключевую роль играют размеры, форма и особенности размещения элементов структуры. Неоднородность же их строения характерна даже для хорошо отлаженных технологий в связи с разнообразием сценариев проявления технологической наследственности в рамках широкого поля допуска технологии. Отсюда существующее разнообразие видов распределения значений параметров геометрии (сорбит отпуска, феррито-перлитная полосчатость, остатки дендритной структуры): симметричное, асимметричное, бимодальное (с широкими диапазонами вариации величин коэффициентов асимметрии и эксцесса), наблюдаемых на практике для разнообразного сортамента металлопродукции [2.2 – 2.4, 2.43]. Однако все это многообразие структур нормируется существующими эталонными шкалами. В этой связи было важно оценить масштаб их однородности, что существенно при последующем их использовании, применимо к аттестации реальных структур, в том числе в связи с существующими и разрабатываемыми программными решениями, направленными на автоматизацию измерений структур в рамках требований соответствующих стандартов.

*Статистическая природа эталонных шкал [2.63].* Сравнение с эталонными шкалами (картинками) отражает традиционные подходы к ранжировке разнообразных структур. У эталонных шкал «баллов» ГОСТ эмпирическая природа. Как правило, это трудно формализуемый комплексный показатель. Например, для неметаллических включений помимо характеристик их площадей важны особенности их размещения на шлифе («куচность», вытянутость и строчечность), для зерна – наличие анизотропии и география разнозернистости. Не всегда принимается во внимание статистическая природа изображений «балльных» структур. Отсюда, в частности, известные трудности в определении однозначного соответствия между «баллами» ГОСТ и количественными характеристиками элементов геометрии их изображений [2.2 – 2.4]. Цифровизация делает возможным быстрые документированные измерения структур, что позволяет оценить

статистику измерений, в том числе изображений эталонов шкал ГОСТ и сформулировать на этой основе адекватные алгоритмы обработки изображений реальных структур. Это обстоятельство и легло в основу настоящей работы.

В качестве объектов исследования были использованы изображения эталонов структур, соответствующих ГОСТ 5639 – Стали и сплавы. Методы выявления и определения величины зерна, ГОСТ 3443 – Отливки из чугуна с различной формой графита (Шкала 3. Г. Количество включений графита), ГОСТ 5640 – Металлографический метод оценки микроструктуры листов и ленты (Шкала 3. Полосчатость феррито-перлитной структуры), ГОСТ 1778 – Металлографические методы определения неметаллических включений (Раздел 1. Балльная оценка) [2.64 – 2.67]. В качестве базового увеличения в соответствии с вышеперечисленными нормативными документами было выбрано увеличение  $\times 100$ , при котором эталоны приведены в виде круга диаметром 79,8 мм, что соответствует натуральной площади на шлифе  $0,5 \text{ мм}^2$ . Из эталонных полей зрения были вырезаны для последующей количественной обработки поля зрения в форме квадрата, вписанного в исходный круг. Их площадь для базового увеличения составила  $0,318 \text{ мм}^2$  (в масштабе образца).

Количественный анализ изображений структур и изломов проводился при помощи программного обеспечения ImageJ [2.67], Mathcad, Statistica, Image Expert Pro 3, а также Microsoft Excel.

Так же, как и изображения реальных структур, изображения эталонов представляют собой, как правило, поле яркости в оттенках серого (256 единиц), где однотипные элементы характеризуются определенными диапазонами яркости и геометрией. В этой связи для выделения однотипных элементов проводили процедуры бинаризации или мультиризации (если в структуре наблюдаются несколько типов однотипных элементов) [2.29, 2.34]. При объединении смежных пикселов в отдельный элемент изображения применялся принцип четырехсвязности – рассматривалась возможность существования только четырех соседей (по горизонтали и вертикали). Процедуры, связанные с выравниванием яркости изображения в поле зрения и фильтрацией, не проводили, что было обусловлено их качеством (в соответствии с эталонным статусом).

Для изображений зерен и графитовых включений измеряли их площади, полосчатости в микроструктуре – ширину полос перлита, шаг полос, площадь перлитных фрагментов, размер зерна феррита. Их измеряли методом параллельных секущих, проведенных с равным (для каждого изображения) шагом в зависимости от количества структурных элементов (не допуская дублирования измерений одних и тех же элементов). Особенности размещения однотипных элементов оценивали на основе статистики полиэдротов Вороного, определяли их площади и расстояния между центрами смежных полиэдротов (центры тяжести элементов) [2.69].

ГОСТ 5639, 3443, 5640, 1778 предусматривают необходимость просмотра минимальной площади шлифов: 1, 20 (для мелких деталей, например, индивидуальных поршневых колец, допускается и меньше), 1200 и 400  $\text{мм}^2$  соответственно (для подтверждения состоятельности заключения о принадлежности структуры к тому или иному баллу). В исследуемых вариантах воспроизводимость измерений зависела от их количества, которое в пределах поля измерений (базового при  $\times 100$ ) определялось, в частности, дисперсностью элементов структуры (рис. 2.28).

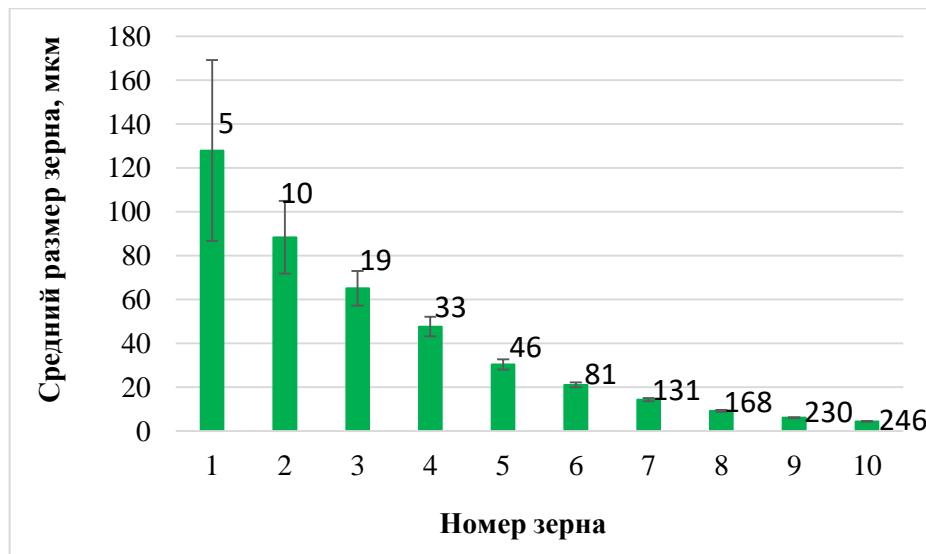


Рис. 2.28. Зависимость ошибки среднего от номера зерна (количества измерений) [2.63]

Показано, что при эмпирическом подборе структур, соответствующем тому или иному номеру шкалы, скорее всего, соблюдался единый подход. Во всяком случае, в координатах «суммарная площадь-периметр» однотипной структурной

составляющей, соответствующей различным баллам какой-то из шкал, например, шкале неметаллических включений – нитриды точечные (от 1 до 5 балла по ГОСТ 1778), соответствовала линейная зависимость (рис. 2.29). Ее наличие – признак подобия геометрии включений на изображениях, соответствующих различным номерам шкалы, что может свидетельствовать о едином подходе при формировании эталонных шкал, что по умолчанию предполагает наличие единых закономерностей формирования изображений неметаллических включений при разных уровнях загрязненности ими, в т.ч. в реальной практике.

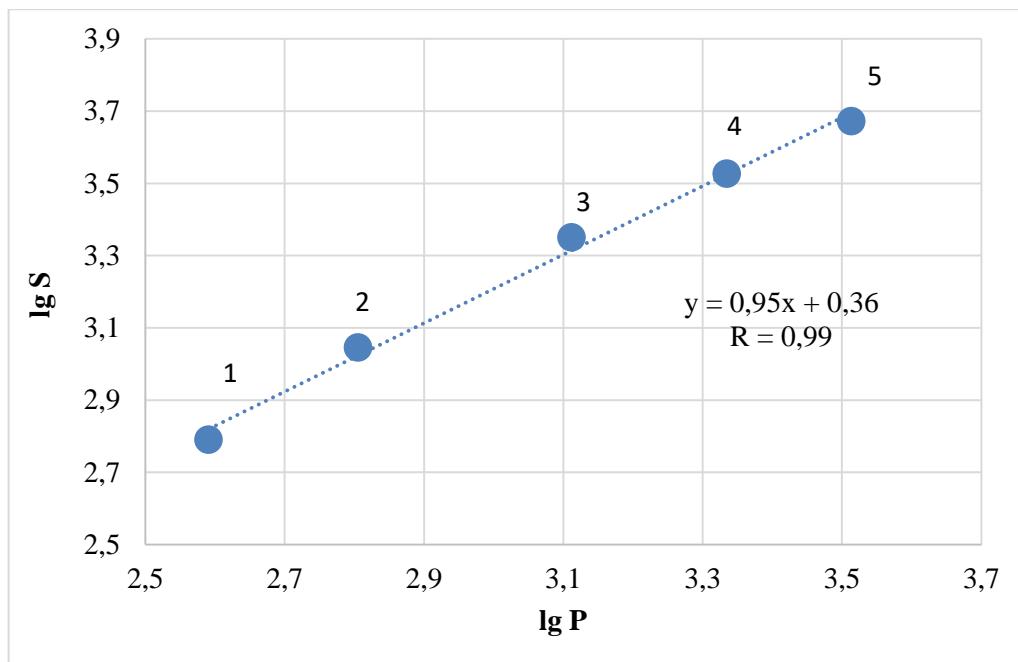
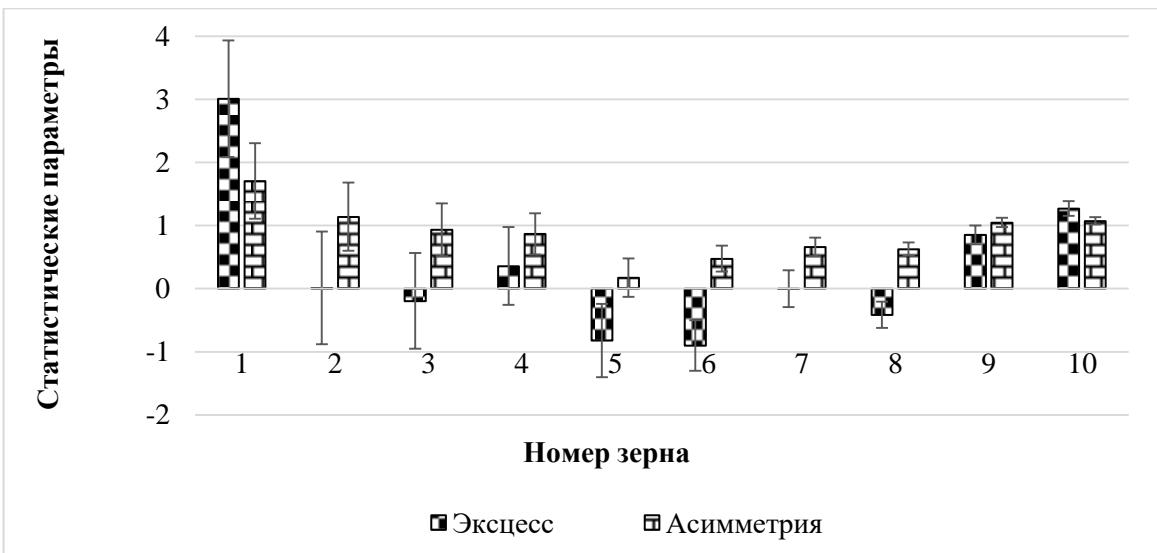
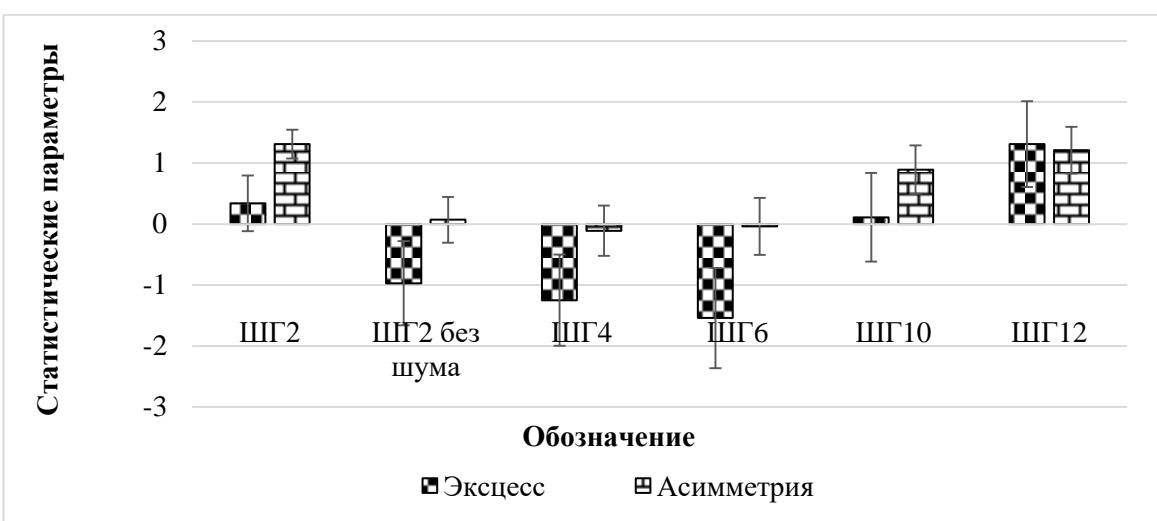


Рис. 2.29. Соотношение суммарной площади  $S$  неметаллических включений и их периметра  $P$ . Шкала – нитриды точечные, ГОСТ 1778 [2.63]

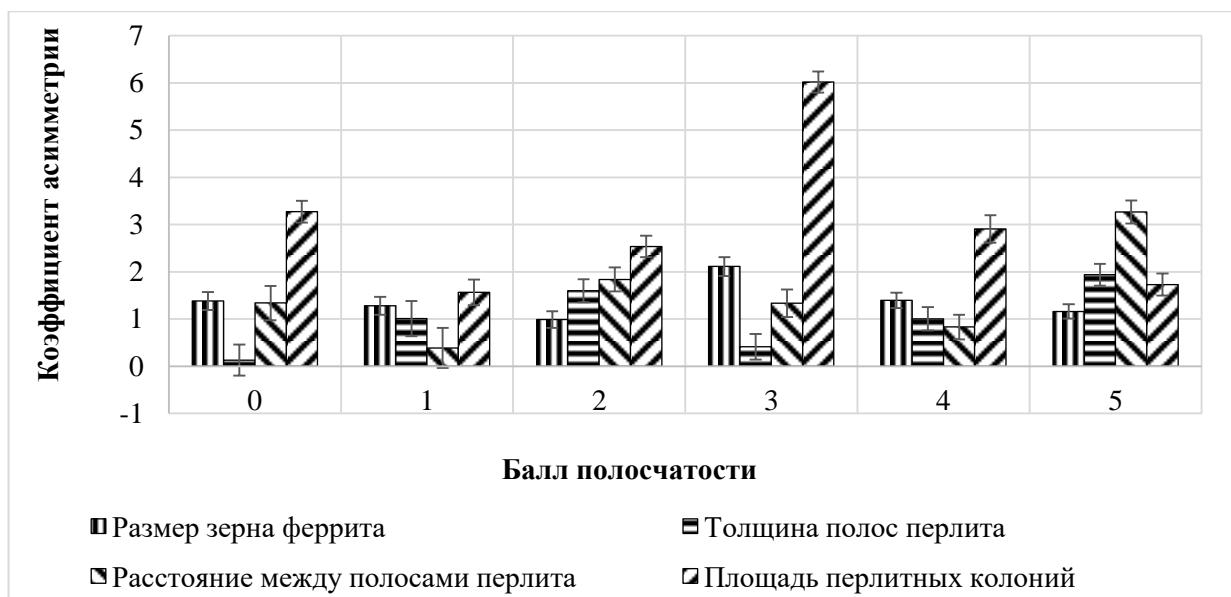
Для оценки статистики распределения значений параметров структуры изображений шкал оценивали величины коэффициентов асимметрии  $A_s$  и эксцесса  $E_x$  [2.13] (рис. 2.30).



a



б



в



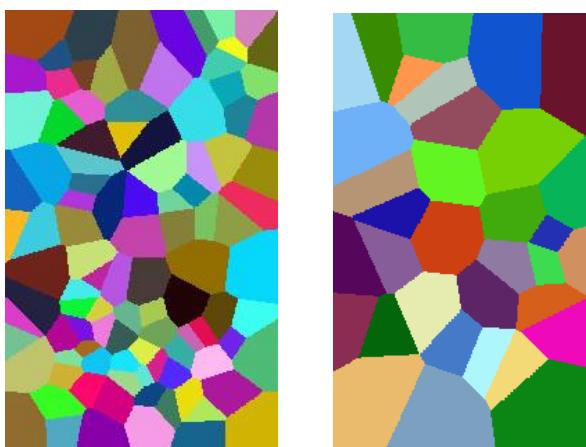
а – размер зерна (ГОСТ 5639); б – размер графитовых включений (ГОСТ 3443, шкала 3Г); в, г – параметры полосчатости (ГОСТ 5640, ряд Б)

Рис. 2.30. Статистические характеристики распределения параметров геометрии изображений структур, соответствующих шкалам ГОСТ [2.63]

Масштаб диапазона изменений коэффициентов был достаточно велик, например, величина коэффициента асимметрии во многих случаях превышала единичные значения, а коэффициент эксцесса мог быть как отрицательным, так и положительным. Это с одной стороны указывает на различие статистической природы изображений, отвечающих отдельным номерам шкал, а с другой – на их отличие от нормального распределения. Такие особенности распределения значений параметров изображений были характерны для всех типов проанализированных эталонных шкал.

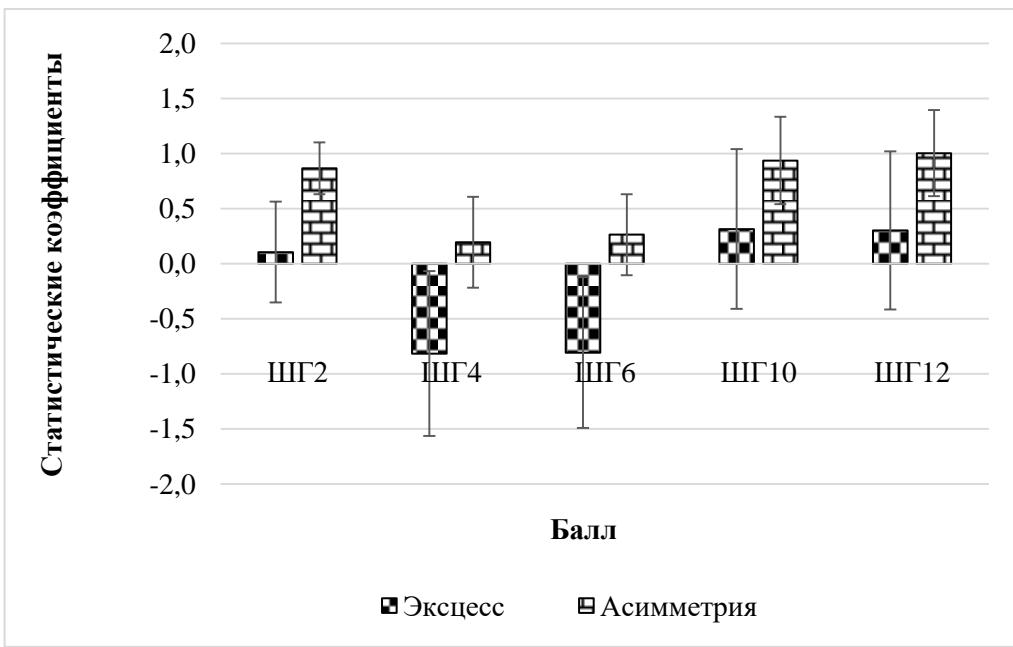
Их размещение в поле зрения эталонов было также неоднородно. Это характеризует статистика полиэдров Вороного. Наблюдается достаточно широкий разброс значений коэффициентов асимметрии их площадей и расстояний между центрами соседних полиэдров (рис. 2.31).

Поскольку для ряда параметров геометрии эталонных структур распределение их значений отличалось от нормального (в предположении номинально однородных структур в пределах каждого номера шкалы), это могло ограничить применение критериев классической статистики при сравнении результатов их измерений для разных номеров шкал. В этой связи полезным может оказаться применение критериев непараметрической статистики, например, Смирнова [2.13,2.55].

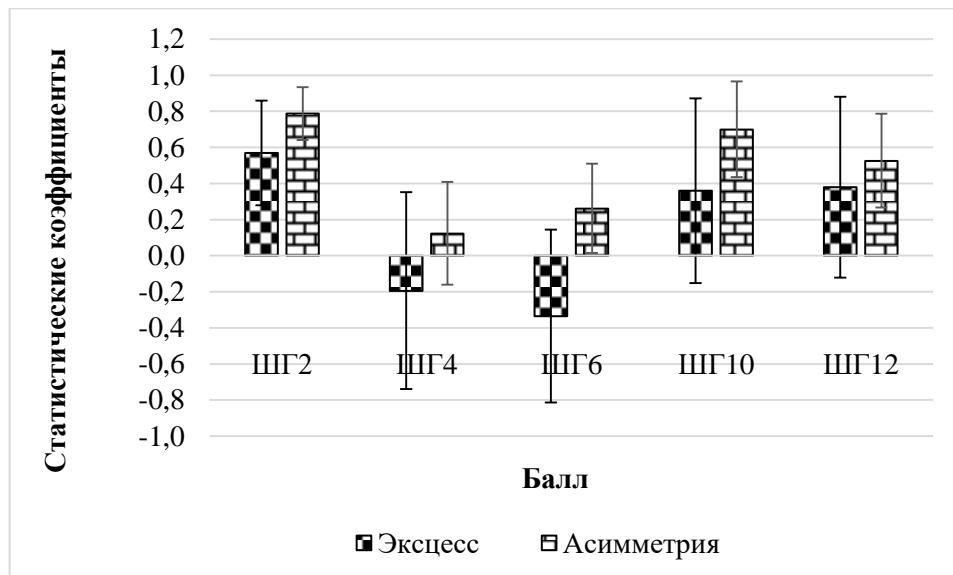


ШГ2                    ШГ12

а



б



в

а – полиэдры Вороного; б, в – коэффициенты распределений площадей полиэдров, расстояний между центрами тяжести графитовых включений

Рис. 2.31. Статистика морфологии изображений эталонов шкалы ЗГ, ГОСТ 3443, на основе полиэдров Вороного [2.63]

Действительно, в ряде случаев, например, при сравнении ширины полос перлита на изображении 2 и 3 балла полосчатых структур по эталонам (ряд Б, ГОСТ 5640) различие в рисках  $R$  при оценках по критериям Стьюдента и Смирнова было существенно ( $R = 0,15$  и  $R > 0,5$  соответственно). Аналогичные результаты были получены при сравнении значений площадей графитовых включений, в частности шкал ШГ10-ШГ12 (риск  $R = 0,3$  и  $R > 0,5$  при использовании критериев Стьюдента и Смирнова соответственно). Отсюда понятно, что неучет вида распределения при использовании количественных измерений может привести к получению значимо различающихся результатов при сопоставлении изображений, соответствующих различным номерам шкал стандартов, ранжирующих изображения структур. В этой связи также очевидно, что для выявления объективных связей реальных структур со свойствами необходимы массовые документированные измерения геометрии структур.

Таким образом, в работе показано, что изображениям эталонных структур в рамках анализируемых стандартов отвечает достаточно развитая неоднородность

их строения, что требует учета при их использовании в практическом металловедении.

Практика разработки цифровых процедур измерений структур и изломов также показывает, что учет физических закономерностей формирования поля яркости их изображений при установлении критериев бинаризации и фильтрации, обоснованный выбор представительных объемов объекта измерений, с учетом их статистической природы, может обеспечить фактически единственную траекторию подготовки изображений для последующего их измерения, вследствие чего от полученных в различных лабораториях на одних и тех же шлифах (что осуществляется обычно при круговых сличениях) результатах измерений геометрии элементов структуры можно не ждать существенных различий.

Следует также отметить, что при весьма широком диапазоне изменения величин коэффициентов эксцесса  $E_x$  и асимметрии  $A_k$ , включая смену их знаков, что в целом указывает на отклонение распределения значений параметров геометрии ряда структур и изломов от нормального можно ожидать значимых различий при сопоставлении значений параметров геометрии структур методами классической (критерий Стьюдента) и непараметрической (критерий Смирнова) статистики [2.5, 2.23]. Отсюда необходимость оценки вида таких распределений (и достаточных объемов измерений).

В целом, накопленный опыт разработок цифровых процедур, связанных с обработкой изображений структур и изломов показывает, что учет физических закономерностей формирования поля яркости изображений при установлении критериев бинаризации и фильтрации, обоснованный выбор представительных объемов объектов измерений (фактически «Big Data»), с учетом их статистической природы, может обеспечить получение воспроизводимых характеристик структур и разрушения, объективно отражающих природу рассматриваемых объектов.

На основе вышеизложенного возможно прогнозирование развития технологий получения материалов с целью улучшения их качества, конструирование структур существующих и новых материалов под заданные свойства, обоснованный прогноз остаточного ресурса материалов в конструкциях и механизмах [2.2 – 2.4, 2.6, 2.8, 2.15, 2.46].

## **Выходы по главе 2**

1. На изображении разномасштабных структур (микро- и макро-) в их представлении в виде поля яркости  $z(x, y)$  – однозначной функции координат на плоскости кадра (в 256 оттенках серого), где светлые и темные участки отвечают той или иной структурной составляющей, при последовательном изменении уровня бинаризации - от 0 до 255, на зависимости «суммарные площадь объектов – и их периметр» наблюдаются плавные перегибы на прямых скейлинга, экстремумы которых – точки кроссовера, отвечающие смене закономерностей формирования изображений отдельных структурных составляющих. Точки кроссовера – основа для объективного выбора уровня бинаризации отдельных структурных составляющих на бинарном изображении структуры.

2. Оценена статистическая природа изображений эталонных шкал ГОСТ 5639 – Стали и сплавы. Методы выявления и определения величины зерна, ГОСТ 3443 – Отливки из чугуна с различной формой графита и изломов (Шкала 3, Г. Количество включений графита), ГОСТ 5640 – Металлографический метод оценки микроструктуры листов и ленты (Шкала 3. Полосчатость феррито-перлитной структуры), ГОСТ 1778 – Металлографические методы определения неметаллических включений (Шкала – нитриды точечные).

3. Показано, что величина коэффициента асимметрии  $A_s$  для исследуемых изображений ГОСТ 5639, 3443, 5640 и 1778 варьировалась в пределах:  $0,2 \leq A_s \leq 1,8$ ;  $-0,15 \leq A_s \leq 1,3$ ;  $0,1 \leq A_s \leq 6$ ,  $-0,7 \leq A_s \leq 1,2$  (для всех параметров структуры) соответственно. Значителен был и диапазон изменений величин эксцесса  $E_x$ , включая смену его знака: от -1,5 до 1,3. Это признак отклонения распределений от нормального. Из статистики полиздротов Вороного также следует, что для разных номеров одних и тех же шкал возможны различия в размещении однотипных элементов структуры в поле зрения эталона.

Такое различие в статистической природе изображений эталонов необходимо учитывать при их сопоставлении с изображениями реальных структур (причины возможных различий при проверке гипотез с использованием критериев Стьюдента и Смирнова) и при моделировании строения структур, в частности, при разработке программных продуктов для количественного измерения структур в материаловедении.

4 Выявлено и оценено влияние факторов, определяющих получение метрологически обеспеченных результатов цифровых измерений структур и изломов: временные условия травления; масштаб неоднородности освещенности в световом микроскопе; кратность увеличения микроскопа при получении цифровых изображений; различные алгоритмы бинаризации изображений и фильтрации шумов; различные масштабы наблюдений (и измерений) структур и изломов. Предложены и обоснованы подходы, обеспечивающие получение метрологически обоснованных цифровых процедур измерения структур и изломов.

5. Разработанные цифровые процедуры измерения структур и изломов были использованы в производственных условиях АО «ВМЗ» Объединенная металлургическая компания (г. Выкса), АО «РТП «Петровское» г. Светлоград, АО «АВТОВАЗ» (г. Тольятти), ГНЦ РФ АО «НПО «ЦНИИТМАШ» (Москва), ООО ИТ-Сервис (г. Самара) (Приложения к диссертации А, Б, В, Г, Д).

## **Список использованных источников в главе 2**

- 2.1 С.А. Салтыков. Стереометрическая металлография. М.: Металлургия, 1970. – 376 с
- 2.2 Сталь на рубеже столетий / Под ред. Ю.С. Карабасова. М.: МИСиС, 2001. 664 с.
- 2.3 Разрушение. В 2 кн. Кн. 1. Разрушение материала : моногр. / М.А. Штремель. – М.: Изд. Дом МИСиС, 2014. 670 с.
- 2.4 Разрушение. В 2 кн. Кн. 2. Разрушение структур: моногр. / М.А. Штремель. –М.: Изд. Дом МИСиС, 2015. 976 с.
- 2.5 Кудря А.В., Соколовская Э.А. Неоднородность разномасштабных структур и сопротивление разрушению конструкционных сталей // Известия РАН. Серия «Физическая». – 2004. – Т. 68. – № 10. – С. 1495-1502.
- 2.6 Кудря А.В., Соколовская Э.А. Прогноз разрушения материалов с неоднородной структурой // Физика металлов и металловедение. – 2022. – Т. 123. – № 12. – С. 1334–1346.
- 2.7 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Нго Н. Х., Кузько Е.И., Котищевский Г.В. Прогноз разрушения крупных поковок с неоднородной структурой // Электрометаллургия. – 2019. – № 6. – С. 33-39.
- 2.8 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Танг В.Ф. Возможность прогноза разрушения металлических материалов с неоднородной структурой // Деформация и разрушение материалов. – 2022. – № 6. – С. 2-19.
- 2.9 Кудря А.В., Соколовская Э. А., Танг В.Ф., Сергеев М.И. Возможности цифровизации для контроля качества стали по строению излома // Электрометаллургия. – 2021. – № 10. – С. 30-38.
- 2.10 Методы анализа данных в физическом эксперименте. / Ред. М.Реглер. М., Мир, 1993, 478с.
- 2.11 Клепиков Н.П., Соколов С.Н. Анализ и планирование экспериментов методом максимума правдоподобия. М.: Наука, 1964, 184с.
- 2.12 Соколовская Э.А. О воспроизводимости результатов измерений структур и изломов с использованием компьютеризированных процедур // Вопросы материаловедения. – 2013. – № 4 (76). – С. 143–153.

- 2.13 Мельниченко А.С. Статистический анализ в металлургии и материаловедении: Учебник. М.: Издательский дом МИСиС, 2009. 268 с.
- 2.14 Большев Л.Н., Смирнов Н.В. Таблицы математической статистики. М.: Наука, 1965. 464с.
- 2.15 Арабей А.Б., Пышминцев И.Ю., Штремель М.А., Глебов А.Г., Струин А.О., Гервасьев А.М. О структурных причинах шиферности вязких изломов толстолистовой стали // Известия Вузов. Черная металлургия. – 2009. – № 9. – С. 10-15.
- 2.16 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Ле Х.Н., Нго Н.Х. Связь морфологии вязких изломов различной природы и свойств конструкционных сталей // МиТом. – 2018. – № 4. – С. 36-41.
- 2.17 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Нго Х.Н.Х, Кайкибаева А.С. Связь неоднородности свойств крупных поковок со структурой // Электрометаллургия. – 2018. – № 5. – С. 30-35.
- 2.18 Глебов А.Г., Кузько Е.И., Пантелейев Г.В., Штремель М.А. Способы описания распределения сульфидов в толстолистовой стали // Физика металлов и металловедение. 2004. Т. 97. № 4. С. 79-87.
- 2.19 Новые методы оценки сопротивления металлов хрупкому разрушению / Пер. с англ. под ред. Ю.Н. Работнова. М.: Мир, 1972. 439 с.
- 2.20 Штремель М.А., Карабасова Л.В., Чижиков В.И., Водеников С.И. Об оптимальном легировании высокованадиевой быстрорежущей стали // МиТом. – 1999. – № 4. – С. 16-20.
- 2.21 Штремель М.Л., Беломытцев М.Ю., Медведев В.В., Мочалов Б.В., Чернуха Л.Г. Структура и свойства композиционных материалов на основе интерметаллида NiAl // Известия ВУЗов. Черная металлургия. – 2006. – № 1. – С.40-44.
- 2.22 Восстановление деталей машин напылением и наплавкой. М.: Колос, 1993. –195 с.
- 2.23 Mel'nicenko A.S., Kudrya A.V., Akhmedova T.S., Sokolovskaya E.A. Predicting the risk of destruction of hard-facing alloys based on the morphology of their structure // Metallurgist. – 2018. – V. 61. – № 11-12. – P. 1130-1134.

- 2.24 Крупин Ю.А., Сухова В.Г. Компьютерная металлография. М.: МИСиС. 2009. 87 с.
- 2.25 Metalgraphy Principles and Practice George F. Vander Voort, ASM International. 1999. 752 p.
- 2.26 Штремель М.А., Фадеев Ю.И., Максимова О.В., Чернуха Л.Г., Анисимова Н.И. // Заводская лаборатория. 1987. №7. С.23 – 28
- 2.27 Михайлович А.П., Сивкова Т.А., Кадушников Р.М., Сомина С.В. Металлографический анализ: история и перспективы развития // Мир измерений – 2014 – №2, с. 3-9.
- 2.28 Штремель М.А. Возможности фрактографии // МиТОМ. 2005, №5. С. 35-43 .
- 2.29 Кендалл М., Моран П. Геометрические вероятности. М.: Наука, 1972. – 192с.
- 2.30 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Сухова В.Г., Марков Е.А., Арсенкин А.М., Салихов Т.Ш. Наблюдение и измерение характеристик структуры, пластичности и вязкости в конструкционных сталях // Металловедение и термическая обработка металлов. 2009. № 5. С. 60-67.
- 2.31 Казаков А.А., Казакова Е.И., Киселев Д.В., Мотовилина Г.Д. Разработка методов оценки микроструктурной неоднородности трубных сталей // Черные металлы. 2009. № 12., С. 17-22.
- 2.32 Компьютерное зрение / Л. Шапиро, Дж. Стокман; пер. с англ. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013. – 752 с.
- 2.33 Цифровая обработка изображений Р. Гонсалес, Р. Вудс, С. Эддинс. М.: Техносфера, 2005. – 1072 с.
- 2.34 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Пережогин В.Ю., Нго Нгок Ха Некоторые практические соображения, связанные с компьютерными процедурами обработки изображений в материаловедении // Вектор науки ТГУ, 2019, №4 (50), с. 35-44.
- 2.35 Николаев Д.П., Сараев А.А. Критерии оценки качества в задаче автоматизированной настройки алгоритмов бинаризации. // Труды ИСА РАН. Том 63.3 – 2013 – с. 85-94.

2.36 Abhijit Malage, Priti P. Rege, Manoj J. Rathod Automatic quantitative analysis of microstructure of ductile cast iron using digital image processing, Metall. Mater. Eng. Vol 21 (3) 2015 p. 155-165.

2.37 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Пережогин В.Ю., Ахмедова Т.Ш., Васильев С.Г. Использование компьютеризированных процедур для оценки неоднородности структур твёрдых сплавов // Металлург, 2016, №12, с. 77-80.

2.38 Otsu N. A threshold selection method from gray-level histograms // IEEE Trans. Systems, Man and Cybernetics. – 1979. – Vol. 9, 1. – pp. 62-66.

2.39 Анисович А.Г. Современная металлография – основа литейного материаловедения // Литье и металлургия, 2019, № 2, с. 99-108.

2.40 Исрafilov X.C. Исследование методов бинаризации изображений // Вестник науки и образования, 2017, № 6 (30), том 2, с. 43-50.

2.41 Соколовская Э.А., Кудря А.В., Пережогин В.Ю., Танг В.Ф., Кодиров Д.Ф.У., Сергеев М.И. Возможности цифровизации измерений в металловедении для внесения в оценку структур и разрушения количественной меры //Металлург. 2022. № 7. С. 48-57.

2.42 Ping-Sung Liao and Tse-Sheng Chen and Pau-Choo Chung A Fast Algorithm for Multilevel Thresholding – 2001, J. Inf. Sci. Eng., №17, pp. 713-727.

2.43 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Ахмедова Т.Ш., Пережогин В.Ю. Неоднородность структур и разрушение твёрдых сплавов на основе железа и их измерение // Электрометаллургия, 2017, №6, с. 32-40.

2.44 Соколовская Э.А., Кудря А.В., Кодиров Д.Ф.У., Сергеев М.И., Буданова Е.С., Самошина М.Е. О достоверности результатов цифровых измерений изображений структур в металловедении // Металлург. 2024. № 1. С. 36-39.

2.45 Мандельброт Б. Фрактальная геометрия природы. Пер. с англ. – М.: ИКИ, 2002. – 656с.

2.46 У. Прэтт. Цифровая обработка изображений. В 2-х книгах. // М: Москва, 1982. 781с.

2.47 Старовойтов В.В., Голуб Ю.И. Цифровые изображения от получения до обработки. Минск: ОИПИ НАН Беларуси. 2014. 202 с.

2.48 R. Kimmel, et al. A Variational Framework for Retinex. International Journal of Computer Vision. № 52. Р. 7-23.

2.49 Гонсалес Р.С., Вудс Р.Е. Цифровая обработка изображений. Перевод с английского. М:Техносфера. 2012. 1104 с.

2.50 Malage A., Rege P.P., Rathod M.J. Automatic quantitative analysis of microstructure of ductile cast iron using digital image processing // Metallurgical and Materials Engineering. 2015. Vol. 21. № 3. P. 155–165.

2.51 Vander Voort G.F. Metallography: Principles and Practice. ASM International, 1999. 752 p.

2.52 Михайлович А.П., Сивкова Т.А., Кадушников Р.М., Сомина С.В. Металлографический анализ: история и перспективы развития // Мир измерений. 2014. № 2. С. 3–9.

2.53 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Траченко В.А., Скородумов С.В., Папина К.Б., Мишнев П.А., Палигин Р.Б., Балашов С.А., Огольцов А.А. Факторы неоднородности качества листовой стали // Электрометаллургия. 2013. № 9. С. 23–33.

2.54 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Ахмедова Т.Ш., Пережогин В.Ю. Информативность морфологии структур твердых сплавов для прогноза качества наплавок // Цветные металлы. 2017. № 12. С. 78–83.

2.55 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Сухова В.Г., Скородумов С.В. Ограничения классической статистики при аттестации и управлении качеством конструкционной стали // Известия ВУЗов. Черная металлургия. - 2010. - № 11. – С. 43-47.

2.56 Никитин Я.Ю. Асимптотическая эффективность непараметрических критериев. М.: Физматлит, 1995. 240 с.

2.57 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Пережогин В.Ю., Смагулов Д.У., Ахметова Г.Е. Измерение характеристик микроструктур с полосчатостью в листовых сталях // Металлург. 2018. № 12. С. 28-32.

2.58 Эфрон Л.И. Металловедение в «большой металлургии». Трубные стали. М.: Металлургиздат. 2012. -696 с.

2.59 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Скородумов С.В., Траченко В.А., Папина К.Б. Возможности цифровой световой микроскопии для объективной аттестации качества металлопродукции // Металловедение и термическая обработка металлов. 2018. № 4 (754). С. 15-23.

2.60 Смирнов М.А., Пышминцев И.Ю., Борякова А.Н. К вопросу о классификации микроструктур низкоуглеродистых трубных сталей // Металлург. 2010. №7. С. 45-51.

2.61 Иванова В.С., Баланкин А.С., Бунин И.Ж., Оксогоев А.А. Синергетика и фракталы в материаловедении. М.: Наука. 1994. 383 с.

2.62 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Арсенкин А.М. Морфология вязкого излома по измерениям средствами наблюдения различной размерности // Деформация и разрушение материалов. – 2010. – № 1. – С. 38-44.

2.63 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Пережогин В.Ю., Кодиров Д.Ф. Об учете статистической природы объектов при анализе структур в металловедении // Электрометаллургия. 2020. № 7. С. 22-27.

2.64 <http://docs.cntd.ru/document/gost-5639-82> Дата обращения 07.07.2019.

2.65 URL: <http://docs.cntd.ru/document/gost-3443-87> Дата обращения 15.07.2019.

2.66 URL: <http://law.rufot.ru/view/mashine/101200004803.htm> Дата обращения 03.05.2019.

2.67 URL: <http://docs.cntd.ru/document/1200005709> Дата обращения 15.07.2019.

2.68 Image J User Guide, 2012, 187 p.

2.69 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Траченко В.А., Ле Н.Х., Скородумов С.В., Папина К.Б. Измерение неоднородности разрушения в конструкционных сталях с разнородной структурой // Металловедение и термическая обработка металлов. 2015. № 4 (718). С. 12-18.

## **Глава 3 Возможности оценки сопротивления разрушению (склонности к хрупкому разрушению и трещиностойкости) материалов, как среды с неоднородной структурой**

### **3.1 Определение склонности к хрупкому разрушению**

В расчетах конструкций ударная вязкость нигде не участвует. Как качественная характеристика она лишь косвенно и при многих ограничениях дает прогноз риска хрупкого разрушения. Однако успешно ранжируя металл на «больше или меньше», имея низкую трудоемкость, испытания на ударную вязкость востребованными при приемо-сдаточных испытаниях. Границы применения ударной вязкости существенно расширились, начиная с 1936 г., когда Н.Н.Давиденков, предложив «сериальные испытания», проводимые в интервале температур, продлил их в сторону отрицательных ее значений. Так в практику испытаний вошел простейший способ прогноза хладноломкости и хрупкости сталей, сопоставления различных её вариантов, в зависимости от состава, чистоты по примесям, технологии получения [3.1-3.13].

Определение склонности к хрупкому разрушению базируется на основе сериальных ударных испытаний по Н.Н. Давиденкову и построения соответствующих кривых температурной зависимости ударной вязкости. ГОСТ 9454, регламентирующий испытания, строго не оговаривает объем экспериментального материала, число образцов на точку, интервал и шаг температур испытания, способ построения сериальной кривой. В этой связи актуальной является задача объективной оценки небольших смещений сериальных кривых в т.ч в связи с различиями в строении разномасштабных разнородных структур.

При прочих равных условиях переход от вязкого разрушения к хрупкому обычно зависит от структуры и чистоты стали по охрупчивающим примесям [3.14]. Морфология структуры (в диапазоне размеров от макро- до микромасштабов) в целом определяется вариацией химического состава и значений параметров технологии обработки (и, как следствие, многообразия сценариев технологической наследственности в пределах её штатного поля допуска). Различие в

загрязненности НВ влияет на положение верхней полки сериальной кривой, их вклад в хладноломкость уменьшается при понижении температуры испытания, вместе с уменьшением работы вязкого разрушения и повышением уровня напряжений, при котором металлическая матрица начинает пластически деформироваться.

С понижением температуры испытания и вклада неметаллических включений в развитие вязкого разрушения, одновременно возрастает роль таких примесей, как фосфор, сурьма, олово и мышьяк; они определяют склонность стали к зернограничному разрушению (фактор хладноломкости конструкционных сталей) [3.14]. Снижению ударной вязкости, при этом, как правило, сопутствует увеличение доли хрупкой составляющей в изломе. Это либо транскристаллитное (квазискол и/или скол), либо возможно появление фрагментов межзеренного (зернограничного) излома, определяющих разброс вязкости в переходном интервале температур (между верхней и нижней полками сериальной кривой). Доля зернограничного излома (ЗГР) не всегда коррелирует со снижением ударной вязкости (работы разрушения). Так, и в данной работе. при оценке хладостойкости стали 15Х2НМФА не было выявлено связи между снижением работы разрушения (при понижении температуры испытания) и долей ЗГР в изломе (рис. 3.1).

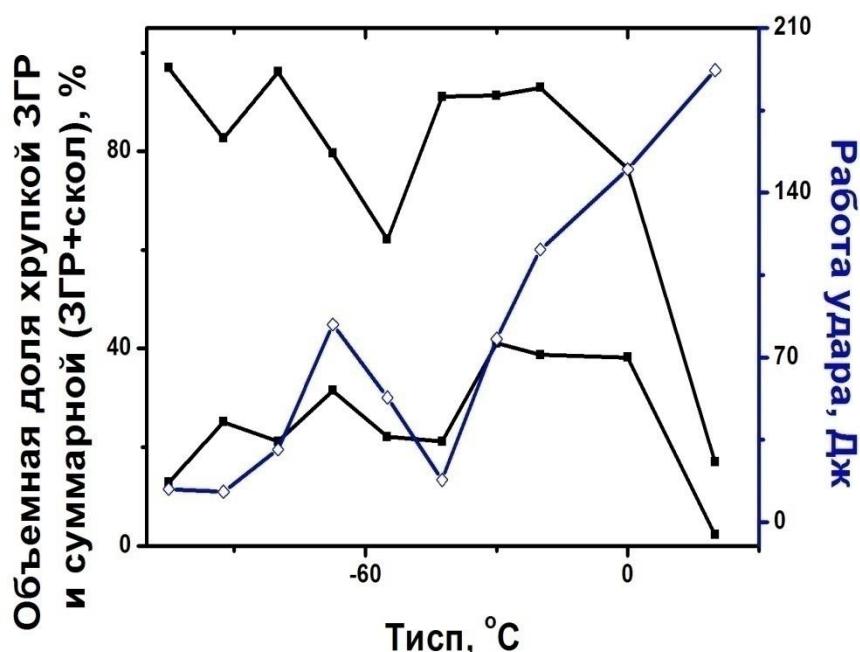


Рис. 3.1. Соотношение работы разрушения и доли зернограничного и хрупкого разрушения в целом (в изломе) [3.18]

Показано, что помимо масштаба доли хрупкого или зернограничного разрушения в изломе на снижение работы разрушения оказывает влияние его морфология (рис. 3.2). Степень охрупчивания будет выше, при прочих равных (доля ЗГР или хрупкого разрушения в изломах), если это не случайным образом распределенные по излому отдельные зернограничные фасетки, а их скопления (кластеры). Это вытекает из известного соотношения критического размера трещины  $d_c$ :  $d \geq d_c = \pi(K_{IC}/\sigma_t)^2/2$ , где  $K_{IC}$  - величина критического коэффициента интенсивности напряжений при плоской деформации. Отсюда очевидно, что чем больше поперечник зернограничного кластера  $d_i$ , тем при меньших уровнях напряжения его величина станет соответствовать критическому размеру дефекта  $d_i \geq d_c$ . Этот фактор и будет определять, в частности, немонотонный характер температурной зависимости доли зернограничной составляющей в изломах ударных образцов стали 15Х2НМФА, не связанный непосредственно с падением работы разрушения при понижении температуры испытания. Такая морфология зернограничной составляющей – следствие структурной неоднородности различной природы в конструкционных сталях, например, полоски зернограничной ликвации в изломе (см рис. 3.2), происхождение которых начинается со скопления охрупчивающих примесей (фосфора) в междудутвиях дендритов, после прокатки дендриты вытягиваются вдоль её направления, а далее фосфор выделяется в процессе конечной термической обработки по границам зерна аустенита (либо бывшего, либо реального, еще в аустенитной области). Неоднородность ликвации по сечению заготовки, неизбежно будет определять неоднородность химического состава и структуры от образца к образцу (от плавки к плавке) и повышенное рассеяние значений ударной вязкости при серийных испытаниях [3.14].

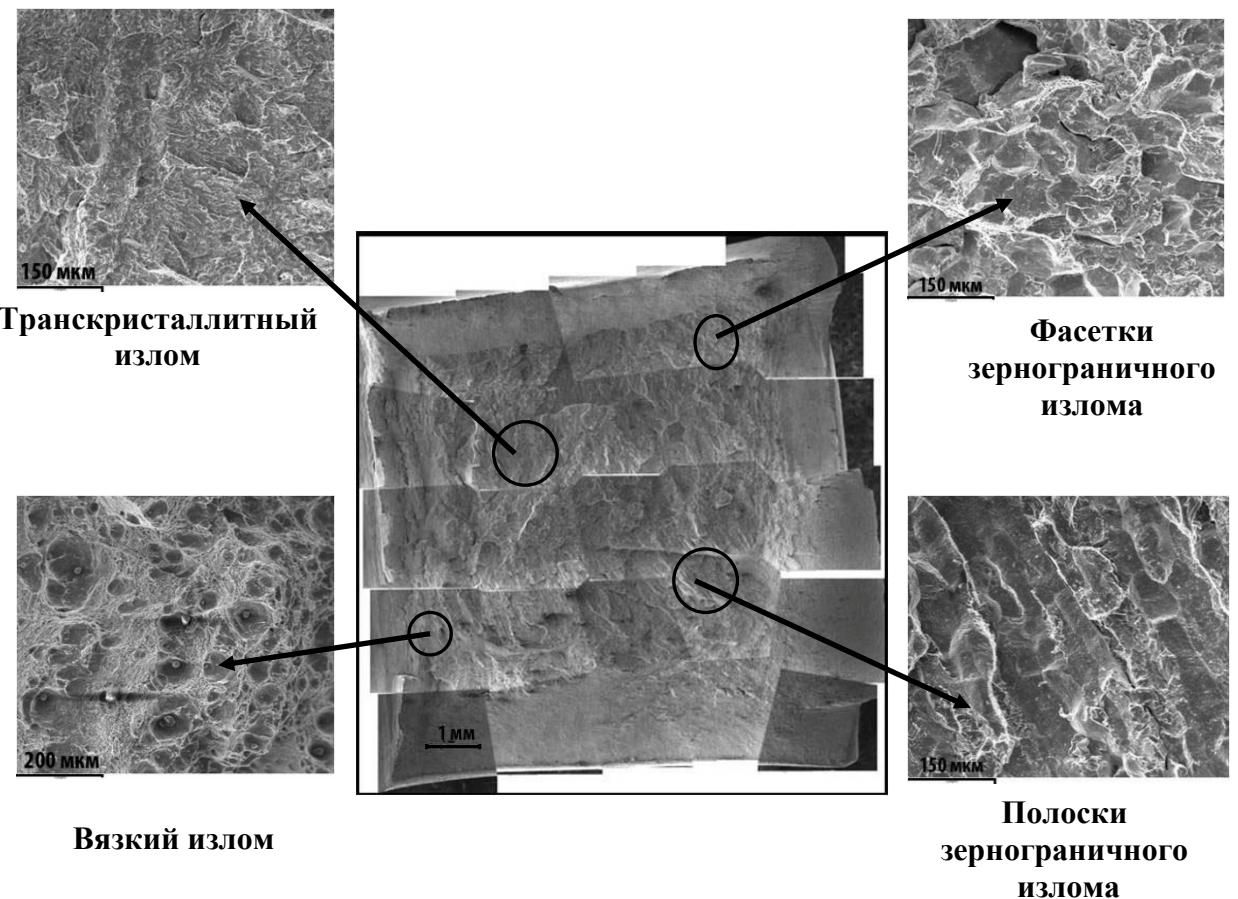


Рис. 3.2. Морфология элементов хрупкого разрушения в изломах ударных образцов из стали 15Х2НМФА [3.18]

Когда результаты испытаний свидетельствуют о существовании некоторой зависимости между исследуемыми параметрами, для выявления лимитирующих факторов ее обычно аппроксимируют некоторым выражением. При построении в общем виде зависимости  $z(t_i)$  ( $z$  – ударная вязкость для серии температур  $t_i$ ), измеренной в  $n$  точках ( $i = 1, 2, \dots, n$ ), ее представляли кривой заданного вида  $Z(\mathbf{a}, t)$  с  $m$  взаимно независимыми параметрами  $a_1, a_2, a_3, \dots, a_m$ . Определение вектора параметров  $\mathbf{a}$  из взаимно независимых и равноточных измерений  $z(t_i)$  относится к задачам нелинейной регрессии. Ее решение исходя из принципа максимума правдоподобия [3.15] обеспечивается минимумом нормированной суммы квадратов отклонений  $Z(\mathbf{a}, t_i)$  от измеренных  $z(t_i)$ :

$$M(\mathbf{a}) = (1/n) \sum_{i=1}^n [Z(\mathbf{a}, t_i) - z(t_i)]^2 \quad (3.1)$$

Степень аппроксимации в целом оценивает остаточная дисперсия:

$$\sigma_{\text{II}}^2 = M_{\min}(\mathbf{a}) / (n - m). \quad (3.2)$$

Ошибки  $\sigma_{kk}$  параметров  $a_k$  вычисляют, задавая поочередно каждому из  $a_k$  такое приращение  $\sigma_{kk}$ , чтобы сумма квадратов (3.1) достигла уровня

$$M(\mathbf{a}, \sigma_{kk}) / M_{\min}(\mathbf{a}, 0) = 1 + 1/(n - m) \quad (3.3)$$

Такие оценки эффективны, так как имеют наименьшую дисперсию из всех возможных при любых способах решения [3.15]. Для всех видов распределения различие двух функций по параметру  $a_k$  определяется сопоставлением разности  $\Delta_k = |a_k^{(1)} - a_k^{(2)}|$  и ее дисперсии  $\sigma_{\Delta}^2 = (\sigma_{kk}^{(1)})^2 + (\sigma_{kk}^{(2)})^2$ . Если  $\tau = (\Delta_k / \sigma_{\Delta}) > 1$ , то  $\Delta_k$  отлично от нуля с вероятностью (неравенство Чебышева)

$$p \geq (1 - 1/\tau^2) \quad (3.4)$$

Достоверность различия повышается с увеличением числа образцов  $n$  в (3.4):  $\tau^2 \sim n$ .

В работе использовали простейшее описание сериальных кривых ударной вязкости [3.13]:

$$Z(t) = (A + B)/2 + [(B - A)/2] \operatorname{th}[(t - T)/C] \quad (3.5)$$

которое содержит четыре независимых параметра:  $A$  – нижняя полка сериальной кривой (предел при  $t \rightarrow -\infty$ );  $B$  – верхняя полка (предел при  $t \rightarrow +\infty$ ), коэффициент  $C$ , определяющий крутизну снижения ударной вязкости;  $T$  – температура середины перехода, где вязкость  $Z(T) = (A + B)/2$ . Параметр  $T$  – наиболее чувствительный к сдвигу сериальных кривых по температуре, ошибка определения порога хладноломкости по любому иному признаку всегда будет выше.

Построение сериальных кривых, используя принцип максимума правдоподобия, позволяет внести в их описание количественные меры. Эффективность такого подхода была оценена в работе при сопоставлении хладноломкости сталей широкого сортамента: крупных поковок из улучшаемой стали 38ХН3МФА [3.16], проката из стали 40Х2Н2МА [3.17], корпусной стали 15Х2НМФА для атомных реакторов [3.18], листа из трубных сталей [3.19].

Так, наличие однородной микроструктуры (сорбит отпуска) и достаточно мелкого зерна аустенита (12 – 14 мкм) в стали 40Х2Н2МА после отпуска при 650 °C, 1 ч обеспечило исходно низкий разброс значений ударной вязкости и, как следствие, минимизировало ошибки определения параметров сериальной кривой – нижней и верхней полок вязкости, крутизны подъема и температуры середины перехода (рис. 3.3). Для надежного сопоставления вариантов было достаточно 14 – 18 образцов, испытанных в интервале температур от +20 до –196 °C [3.16].

Но уже понижение температуры отпуска с 650 до 550 и 500 °C (после выдержек при 850 °C, 1 ч и закалки в масло) увеличило погрешность построения кривых при одинаковом числе испытанных образцов: абсолютные значения ошибок определения температуры середины перехода возросли в 1,5 – 4 и 5 – 11 раз соответственно. Очевидно, что это следствие понижения (в 3 – 4 раза) уровня вязкости, соответствующей верхней полке сериальной кривой, с уменьшением температуры отпуска (при том же числе испытанных образцов на вариант).

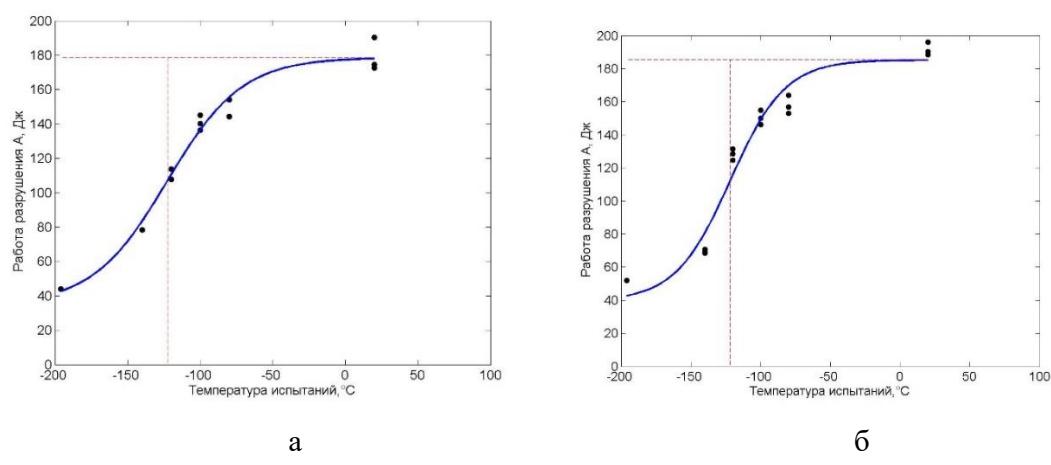


Рис. 3.3. Сериальные кривые значений работы разрушения стали 40Х2Н2МА-III (а) и той же стали, выплавленной из чистой шихты (б), отпуск при 650 °C, 1 ч. (горизонтальная и вертикальные штрих линии - положение верхней полки и температуры середины перехода соответственно) [3.20]

В крупных поковках из улучшаемой стали типа 38ХН3МФА-III с сохранившейся литой структурой, повышенный разброс вязкости наблюдался при всех температурах испытания [3.16]. При трёх образцах на точку, шаге испытания 20 °C в диапазоне температур от 20 до –140 °C и при –196 °C, температурная зависимость ударной вязкости КСУ была линейной. Ей отвечала большая погрешность определения температуры середины перехода: –80 ± 28 °C. Увеличение числа образцов в три раза сохранило линейный вид зависимости КСУ =  $f(T)$ , но изменило значение температуры середины перехода и ошибку её определения (с –80 ± 28 до –113 ± 42 °C). В той же улучшаемой стали 38ХН3МФА, но с проработанной литой структурой, верхняя полка сериальной кривой ударной вязкости «наметилась» уже после испытания 8 образцов, а полноценная кривая – при испытании 23 образцов. Видимо, влияние ликвации (при выраженной неоднородности строения литой структуры) при сериальных испытаниях неизбежно приводит к существенному разбросу значений вязкости практически при всех температурах. Не исключено, что для получения сериальной кривой, необходимо увеличение числа образцов и расширение интервала температур испытаний [3.20].

Сериальные ударные испытания, воспроизводя тот же вид излома, что и в эксплуатации, могут быть полезны при аттестации качества высокопрочных трубных сталей категории прочности K65 (X80) и выше. При относительно небольших различиях в уровне хладноломкости сталей у разных производителей и для различных их марок важно получение статистически значимых оценок различий в уровне хладноломкости позволяет не только объективно ранжировать различные варианты по хладостойкости, но и оценить степень эффективности технологических мероприятий, направленных на повышение качества трубного металла.

Обработка результатов сериальных ударных испытаний в интервале температур от –196 до 20 °C образцов Шарпи стали класса прочности X80 (K65) восьми композиций состава [3.6] с использованием принципа максимума правдоподобия позволила, в частности, оценить масштаб возможных различий хладноломкости (табл. 3.1). Показано, что в пределах одного класса прочности трубных сталей (X80) возможен разброс температур вязко-хрупкого перехода от –

29 до – 108 °С. Размах вязкости ( $\Delta KV = KV_{\max} - KV_{\min}$ ) на верхней полке при этом составил 216 Дж.

Табл.3.1. Параметры сериальных кривых трубных сталей [3.20]

Сталь [3.6]	$KV_{\text{вп}} - KV_{\text{пп}}$ , Дж	$\langle KV \rangle$ , Дж	$T_{\text{сп}}$ , °С
A	0–30	$155 \pm 22$	$-65 \pm 15$
	0–69*	$153 \pm 22^*$	$-58 \pm 16^*$
B	0–62	$196 \pm 42$	$-71 \pm 23$
C	0–24	$248 \pm 36$	$-29 \pm 14$
D	0–93	$208 \pm 66$	$-65 \pm 38$
	13–153*	$194 \pm 50^*$	$-46 \pm 18^*$
E	0–47	$185 \pm 41$	$-66 \pm 28$
F	0–24	$234 \pm 32$	$-44 \pm 15$
G	0–167	$368 \pm 82$	$-108 \pm 32$
H	0–26	$152 \pm 19$	$-83 \pm 15$
	51–103*	$147 \pm 15^*$	$-54 \pm 16^*$

Примечания: 1. Интервалы температур испытания: от 20 до –196 и от 20 до –90 °С (значения отмечены символом «\*»). 2.  $KV_{\text{пп}}$  и  $KV_{\text{вп}}$  – значения работы разрушения, соответствующие нижней и верхней полкам сериальной кривой соответственно

Показано, что при оценке значимости различий сериальных кривых трубных сталей существенное значение играет интервал температур испытаний (и число испытанных образцов). Его ограничение снизу температурой испытания – 90 °С вместо – 196 °С может существенно изменить параметры сериальной кривой, повысив, в частности, значение температуры вязко-хрупкого перехода. В частности, для составов A, D и H такие изменения составили 7, 19 и 29 °С соответственно (см. табл.3.1). При повышении минимальной температуры испытаний также могло измениться среднее значение уровня нижней полки, либо в несколько раз увеличиться ошибка его определения. Сопутствующие изменения значений температуры вязко-хрупкого перехода имели более сложный характер.

Очевидно, что вариации диапазона температур испытаний, шага температур, количества испытанных образцов приведут к различной степени адекватности сериальных кривых, построенных исходя из принципа максимума правдоподобия,

и различиям в риске прогноза хладноломкости. Для повышения объективности прогноза склонности высокопрочных трубных сталей к хрупкому разрушению, ранжировки различных вариантов (например, производителей), оценки технологических мероприятий, направленных на повышение качества трубной заготовки, необходимо понижение температур испытания до  $-196^{\circ}\text{C}$  (в сравнении с существующими нормами, ограничивающими температуру испытания наименьшим возможным ее значением при эксплуатации, т.е.  $-60^{\circ}\text{C}$ ).

При развитой неоднородности структур, их разномасштабности, ограничении объема экспериментального материала, например, при наличии аномалий структур в высокопрочных сталях и сплавах, в сварных соединениях, может оказаться полезным измерение хладноломкости на малом объеме экспериментального материала ( $2\text{ см}^3$ ) с использованием набора неразрезных микрообразцов (габариты которых сопоставимы с масштабом структурной неоднородности) и измерений пиковой амплитуды акустической эмиссии [3.16]. Оценка хладноломкости с привязкой к структуре позволит ранжировать структурные элементы по вязкости и далее смоделировать поведение материалов с различной конфигурацией структур при понижении температуры испытания (или эксплуатации), что необходимо для конструирования оптимальной структуры под заданные свойства.

### 3.2 Определение трещиностойкости

Интенсивное развитие механики разрушения в середине прошлого столетия основывалось на достижении понимания о том, что материал (в первую очередь конструкционные стали) является средой с дефектами трещиноподобного типа (включая сопутствующее этому развитие дислокационных представлений) и не представляет собой континуум. Очевидный прогресс в линейной механике разрушения и последующее применение критического коэффициента интенсивности напряжений при плоской деформации  $K_{\text{IC}}$  (константы материала и технологии его получения) на практике, позволили решить две задачи: прямую – оценка допустимого размера дефекта при заданном уровне напряжений в конструкции и обратную – для заданного размера дефекта определить критический

уровень напряжений. Однако при наличии достаточно выраженной пластической деформации необходимость выполнения условия плоской деформации приводила к увеличению габаритов образцов (материалоемкость испытания) и использованию мощного, подчас уникального испытательного оборудования. Во многих случаях габариты заготовки (проката, сечения поковки) делали невозможным изготовление образцов приемлемых размеров в принципе. В целом, это определило интерес к развитию нелинейной механики разрушения: появлению деформационного – критическое раскрытие трещины (crack tip opening displacement - *CTOD*)  $\delta_c$  и энергетического (интеграл Черепанова-Райса - *J*-интеграл) критериев [3.21-3.32].

Однако, достигнутый уровень практических решений в этой области, фактически без изменений, сохраняется уже в течение многих лет без ощутимого продвижения вперед. В частности, с ГОСТ 25.506-85 (дата введения 1986-01-01) - Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. Определение характеристик трещиностойкости (вязкости разрушения) при статическом нагружении; ограничение срока действия снято по протоколу № 5-94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12-94). Несмотря на общее требование к системам стандартизации о регулярной актуализации стандартов, последние версии аналогичных зарубежных нормативных документов, фактически «законсервировали» достигнутые подходы к методике определения трещиностойкости материалов более чем 40-45-летней давности. Однако ряд положений, отраженных в них, требует своего уточнения. Например, при вязком, скачкообразном механизме развития трещины (на образцах недостаточных размеров), не вполне понятно, в какой мере достижение максимального значения нагрузки при испытании, оправдано при определении критического раскрытия трещины  $\delta_c$ , не ясно в этой связи, есть ли основания в выборе одного из таких скачков в качестве начальной стадии критического развития трещины.

Оказались ограниченными также и возможности определения критического раскрытия трещины  $\delta_c$  в соответствии с моделью раскрытия трещины, предполагающей, что её раскрытие происходит вследствие вращения берегов трещины относительно некоторого центра (оси) вращения на основе выражения [3.22]:

$$\delta_c = \frac{Vc}{1+n\frac{l+z}{B-l}} \quad (3.6)$$

где  $Vc$  – смещение в критический момент,  $n$  – коэффициент вращения,  $B$  – высота образца,  $z$  – расстояние между образцом и датчиком смещения,  $l$  – длина усталостной трещины

Одна из причин ограничений та же самая – необходимость учета закономерностей распространения трещины. Это важно, в частности, для обоснования выбора величины  $V_c$ .

Также очевидно, что наблюдаемое на практике различие в уровне трещиностойкости от образца к образцу (для конкретного структурного состояния материала) обычно обусловлено различным строением номинально однотипных структур, однако разномасштабные структуры, включая геометрию и размещение неметаллических включений (НВ) часто бывают неоднородны по своему строению и в пределах отдельного образца [3.27,3.33]. В таких случаях может быть высок риск того, что определяемые значения критериев трещиностойкости могут стать некоторым подобием известной «средней температуре по больнице». Очевидно, что при развитой неоднородности структур необходимо оценивать трещиностойкость с привязкой к структуре, её отдельным составляющим, что позволило бы, в частности, дать прогноз сопротивления разрушению тех или иных их композиций. Это полезно при конструировании новых материалов, технологий их получения.

Ориентация на зарубежные стандарты (с учетом получившего распространение тренда на «вхождение» в глобальную экономику), снизила интерес, как к отечественным работам, направленным на совершенствование методов оценки трещиностойкости, так и к отечественным нормативным документам в этой области, в частности. Видимо, только этим можно объяснить то обстоятельство, что допущенная в первой версии ГОСТ 25.506-85 неточность в выражении для определения значения  $\delta_c$  (для образцов всех типов) –  $K^*_c$  (условный коэффициент интенсивности напряжений) вместо  $(K^*_c)^2$  (как, например, в стандарте BS 7448-2), сохранилась вплоть до нынешнего времени.

$$\delta_c = \frac{K_c^*(1-\mu^2)}{2\sigma_{0,2} \cdot E} + \frac{0,4(b-l)}{0,4b+0,6l+z} \cdot V_{pc}, \quad (3.7)$$

где  $\mu$  – коэффициент Пуассона,  $\sigma_{0,2}$  – условный предел текучести,  $E$  – модуль нормальной упругости,  $b$  – ширина образца,  $l$  – длина трещины с надрезом,  $z$  – расстояние от места установки нижнего датчика смещения до образца,  $V_{pc}$  – смещение датчика при максимальной нагрузке.

Очевидно, что неточность в выражении изменит не только абсолютное значение критического раскрытия, трещины. но и приведет к появлению несуразного вида единицы её измерения  $[\frac{\sqrt{m}}{MПa} + m]$  (вместо [м] в норме).

Отсутствие представлений о закономерностях распространения вязкой трещины также оказывается на корректности определения энергетического критерия трещиностойкости –  $J$ -интеграла.

В целом, это ограничивает применение характеристик трещиностойкости, несмотря на актуальность проблемы для многих отраслей промышленности. В частности, это относится к газонефтетранспортным системам, материалам атомной энергетики, например, при прогнозе надежности корпусных сталей для реакторов. Это важно в судостроении, где даже при всех недостатках определения величины  $CTOD$ , регламентируется её предельный уровень. Для решения проблемы необходим переход к рассмотрению разрушения как процесса, протекающего в среде с разномасштабной, неоднородной структурой [3.26,3.27]. С целью получения закономерностей разрушения важны количественные оценки неоднородности структур и изломов, использование для этого специальных быстродействующих, компьютеризированных процедур. Цифровизация измерений морфологии излома необходима также для реконструкции истории развития трещины и её сопоставления с результатами прямого наблюдения кинетики роста вязкой трещины по измерениям акустической эмиссии - АЭ (*in situ*) и выявления критических моментов в её развитии.

Только на основе полученных таким образом, новых знаний о механизмах раскрытия и распространения трещины в среде со структурой (при различных масштабах наблюдения) станет возможным уточнить процедуры измерения критериев нелинейной механики разрушения:  $\delta_c$  и  $J_{IC}$ , оценить границы их

эффективного применения, возможность использования в качестве объективной характеристики составов и технологий (по аналогии с параметром  $K_{IC}$ ) с привязкой к неоднородности строения структуры.

В этой связи в рамках работы изучалась возможность уточнения методов определения критериев нелинейной механики разрушения  $\delta_c$  и  $J_{IC}$  на основе цифровых измерений геометрии раскрытия трещины и кинетики ее распространения по измерениям геометрии строения изломов и мониторинга распространения трещины в процессе испытания с помощью оптических методов и измерения АЭ [3.27, 3.34, 3.35].

В качестве объектов исследования были использованы образцы тип 4 ГОСТ 25.506–85) размерами  $10 \times 20 \times 120$  мм из улучшаемых сталей типа 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА (табл.3.2), полученных в соответствии со штатными технологиями [3.16, 3.18].

Табл. 3.2. Химический состав исследуемых сталей

Сталь	Массовая доля элементов, %									
	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	V	Cu
38ХН3МФА-Ш	0,41	0,29	0,33	0,010	0,006	0,98	3,12	0,60	0,12	0,11
15Х2НМФА	0,17	0,47	0,29	0,009	0,014	2,24	1,34	0,51	0,09	0,05

Трещиностойкость оценивали на основе испытаний на трехточечный изгиб на универсальной испытательной машине Instron 150LX с записью диаграммы «нагрузка  $P$  – смещение берегов трещины  $V$ » с помощью датчика смещения консольного типа (при комнатной температуре). Расстояние между опорами - 80 мм, скорость нагружения 0,5 мм/мин. Параметры вязкости разрушения ( $\delta_c$ ,  $J_c$ ) оценивали по ГОСТ 25.506–85 в соответствии с выражениями (3.7) [как для варианта учета величины условного коэффициента интенсивности напряжений в виде  $K_C^*$ , так и  $(K_C^*)^2$ ] и (3.8). Величину  $\delta_c$  определяли также в соответствии выражением (3.6).

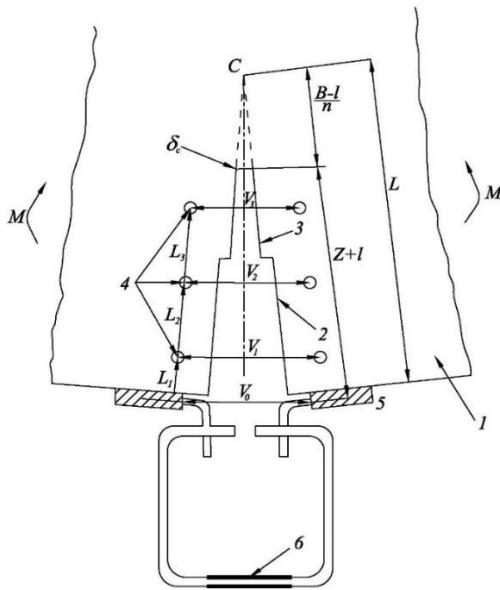
$$J_c = \frac{(1-\mu^2) \cdot K_C^{*2}}{E} + \frac{A_p C}{(b-l) \cdot t} \cdot \frac{\kappa}{k}, \quad (3.8)$$

где  $A_{pc}$  – работа, соответствующая пластической части диаграммы «Нагрузка – Смещение»,  $b$  – ширина образца,  $l$  – длина трещины с надрезом  $t$  – толщина образца,  $k$  и  $k'$  – безразмерные коэффициенты, равные 2 и 1 соответственно (для образца тип 4).

В отечественном и зарубежных стандартах (ГОСТ 25.506-85 и, например BS 7448-2) регламентирована процедура их определения, но ряд допущений требует своего уточнения. В частности, в качестве критерия критического состояния образца с трещиной предлагается считать достижение максимальных значений нагрузки в ходе испытаний (при регистрации базовой диаграммы «нагрузка  $P$  – смещение берегов трещины  $V$ »), однако её последующий спад скорее всего можно интерпретировать как потерю несущей способности образца с трещиной, либо вследствие её подроста, возможно в результате потери пластической устойчивости, либо совместного действия обоих факторов. Отсутствие представлений об обоснованном выборе критического состояния образца с трещиной, определяемого, в частности, неоднородностью морфологии разнородных структур, в т.ч. в пределах отдельного образца, вносит неопределенность в оценку результатов испытаний с точки зрения их воспроизведимости и сопоставимости. Отсюда вытекает необходимость оценки закономерностей распространения вязкой трещины, для выявления критических точек (стадий) процесса в рамках каждого испытания на вязкость разрушения. Их понимание важно, как для уточнения метода нахождения критического раскрытия трещины  $\delta_c$ , так и  $J$ -интеграла.

Данное обстоятельство важно и при определении  $\delta_c$  в рамках концепции, в соответствии с которой, раскрытие трещины происходит путем вращения её берегов относительно некоторого центра (оси) вращения С, чему соответствует пластическое раскрытие в её устье (рис. 3.4). При достижении в нем критического значения, вязкая трещина растет в пределах зоны пластической деформации. Вычисление  $\delta_c$  производится в соответствии с выражением (3.6) В рамках данной геометрической модели возможно определение величины  $\delta_c$  в любой из точек переднего фронта, что немаловажно с учетом наблюдаемого эффекта туннелирования при развитии трещины отрыва [3.21] и отклонения от его гладкой формы вследствие неоднородности строения разнородных структур. Концепция  $J$ -

интеграла не предполагает возможности такой детализации, что определило больший интерес к развитию подходов для определения параметра  $\delta_c$ .



1 - образец; 2 - надрез; 3 - усталостная трещина; 4 - отпечатки твердости (для измерения смещения берегов трещины);  
5-накладки для крепления датчика смещения (6)

Рис. 3.4. Определение  $\delta_c$  в соответствии с моделью, предполагающей, что раскрытие трещины происходит путем вращения её берегов относительно центра (оси) вращения С,  $L$  – расстояние от центра вращения до нижнего края образца

Достоверность оценки  $\delta_c$  в соответствии с [3.22] определяется: корректностью выбора величин  $V_c$  и  $n$  (характеризует положение центра вращения по высоте неразрушенной части образца), оценке необходимости учета подроста статической трещины  $\Delta l$ , сопутствующих этому изменениям кривизны её переднего фронта и степени его гладкости.

Исходя из геометрии раскрытия трещины расстояние между центром вращения её берегов и вершиной можно определить, как  $(B - l)/n$ , тогда  $n = (L - l)/(B - l)$ , отсюда  $n$  можно определить экспериментально, зная положение центра вращения  $L$  по высоте образца. Аппроксимация (методом наименьших квадратов - МНК) значений смещений расстояний между тремя парами отпечатков твердости (HRC), нанесенных симметрично по обе стороны от надреза и усталостной трещины по высоте образца, синхронизированных по времени (выделением отдельных кадров из цифровой записи изображений лицевой стороны образцов

(тип 4 по ГОСТ 25.506, габариты  $10 \times 20 \times 120$  и  $15 \times 20 \times 120$  мм из улучшаемых сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА-Ш) видеокамерой Sony с разрешением  $1920 \times 1080$  пикс дала уравнение прямой.

Практически для всех образцов величины  $L_i$  при испытании на трещиностойкость статистически значимо не отличались (в пределах испытания отдельных образцов) (рис. 3.5).

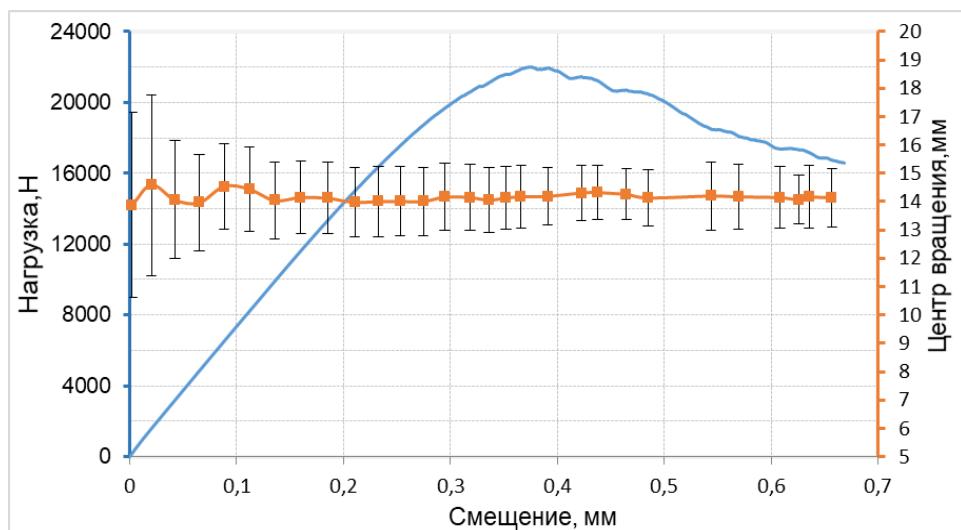


Рис. 3.5. Изменение положения центра вращения  $L_i$  по высоте образца с привязкой к диаграмме «нагрузка-смещение» (при испытании на трещиностойкость),  
сталь 38ХН3МФА-Ш

Определение в ходе испытаний положения осей вращения берегов трещины позволило получить экспериментальные значения коэффициента  $n_{\text{експ}}$  для всех образцов, применимо к длинам их усталостных трещин, лежащих в поле допуска стандарта  $l = (0,45 - 0,55)B$ . Их диапазон изменений был в пределах от  $3,15 \pm 0,18$  до  $4,60 \pm 0,13$  и от  $2,4 \pm 0,2$  до  $3,21 \pm 0,84$  для сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА-Ш. Такой масштаб вариации  $n_{\text{експ}}$  (от 30% и более) подтверждает необходимость его экспериментального определения для повышения достоверности нахождения параметра  $\delta_c$  в рамках классической концепции (соответствующего началу статического разрушения образца с усталостной трещиной).

Однако при последующем развитии вязкой статической трещины для обоснованной оценки параметра  $\delta_c$  необходимо сопоставление неизбежных (вследствие неоднородности структур) различий в последовательности её развития и ранжировка отдельных стадий по степени опасности. Это также важно с целью обоснования критериев выбора значений  $V_c$ . При анализе кинетики распространения трещины исходили из предположения, что разрушение материала образца происходит в зоне пластической деформации (ЗПД) в вершине трещины, начиная с усталостной, путем последовательного образования на неметаллических включениях (от крупных к мелким) пор, пластической деформации перемычек между ними и слияния смежных двух-трех пор (срезом или мезотривом [3.18]), начиная с некоторого момента времени, практически единовременно во всем объеме ЗПД. В таком случае акустическая эмиссия (АЭ) – импульсы от единичных актов разрушения (срез перемычки между двумя или тремя смежными ямками, разрушение или отслой НВ от матрицы) должны многократно перекрываться, повышая вероятность появления мощного сигнала или группы сигналов АЭ, соответствующих мезоскачуке трещины. Этому в изломе соответствуют ступени ломаной лестницы – результат зигзагообразного распространения трещины по «мезоскопическим» (в пределах многих зерен) полосам скольжения в своем поле.

Амплитуду эмиссии ( $A$ ) регистрировали с помощью широкополосного пьезопреобразователя АЭ UT-1000, устанавливаемого на полированной боковой поверхности образца, далее он прижимался к поверхности металла через слой масла или глицерина. Амплитуды АЭ записывали (с привязкой ко времени  $\tau$ ) и обрабатывали на базе платформы PXI, оборудования компании National Instruments и виртуальных приборов, созданных в среде графического программирования LabVIEW [3.37]. В качестве усилителя использован усилитель 2/4/6 производства Physical Acoustics. Диаграммы « $P - V$ » и « $A - \tau$ » были синхронизированы по меткам времени.

Для стали 38ХН3МФА-Ш (крупные поковки с сохранившейся литой структурой) увеличение амплитуд сигналов  $A$  и их количества  $N$ , как правило, соответствовало стадии нагружения, предшествующей достижению максимальных значений нагрузки  $P_{max}$ , и характеризовалось относительно равномерным чередованием мощных импульсов эмиссии амплитудой от 3,5 - 3,8 В, достаточно

однородных (их амплитуды отличались в пределах от 0 до 25 % [3.35]. Типичная диаграмма сигналов АЭ, совмещенная с базовой диаграммой «*P–V*», представляла собой последовательность импульсов АЭ, которые существенно отличались своей амплитудой  $A$ :  $A_{\max}/A_{\min} = 0,09 - 27,53$ , и вариацией их количества  $N$  (при регистрации в пределах одного образца) в достаточно широких пределах:  $(1,7 - 10) \cdot 10^3$  штук (рис. 3.6а). Последовательность их чередования определялась наличием различных сочетаний смежных импульсов:  $A_{i-1} < A_i$  ( $A_{i-1} > A_i$ ),  $A_{i+1} < A_i$  ( $A_{i+1} > A_i$ ) - диаграмма (рис. 3.6 б).

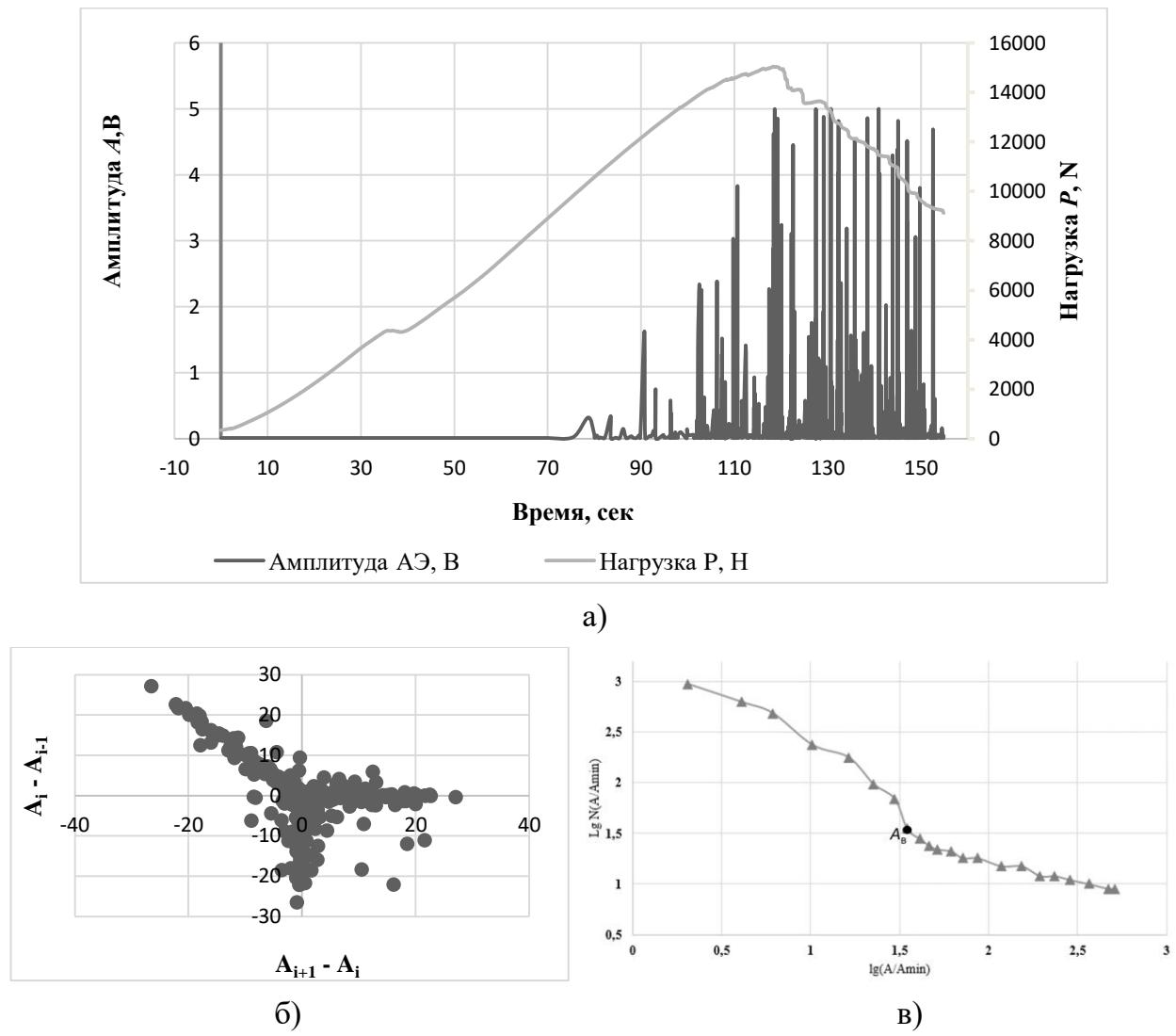


Рис. 3.6. Сигналы АЭ, полученные при разрушении образца из стали типа 38ХН3МФА-Ш, совмещенные с диаграммой «*P–V*» (а), соотношение разниц амплитуды  $A_i$  с  $A_{i+1}$  и  $A_{i-1}$  («перед»  $i$  - импульсом и «после» него) (б) и нормированное кумулятивное распределение их амплитуд  $A_i$  (в)

Результаты измерения АЭ представляли в виде кумулятивного распределения амплитуд АЭ  $N(A)$  в системе координат  $\lg N(A/A_{\min})$  -  $\lg(A/A_{\min})$  (с нормировками для каждого образца на наименьшую амплитуду  $A_{\min}$ ) (рис. 3.3в). Линейный участок, наблюдаемый при  $\lg(A/A_{\min})$  больше 1,50 В, в координатах  $\lg N(A/A_{\min})$  -  $\lg(A/A_{\min})$  обычно отражает наличие коллективных взаимодействий  $N \sim A^{-m}$  [3.38]. Соответствующая его началу на кривой точка перегиба ( $t.B_i$ ) разбивала диапазон изменений амплитуд сигналов АЭ ( $\lg(A/A_{\min})$ ) на два: меньший из которых соответствует слабым сигналам, преимущественно не связанным со скачкообразным распространением вязкой статической трещины (в мезомасштабе наблюдения).

Для хрупкого разрушения различной природы (транскристаллитное, зернограничное и их сочетание) величина амплитуды  $A_i$  была пропорциональна площади фрагментов хрупкого разрушения  $F_i$  [3.39]. Есть все основания ожидать подобного соответствия и при вязком разрушении. Характер появления сигналов АЭ в ходе испытаний оценивали по изменению суммарных амплитуд её сигналов  $\sum_{i=1}^N \frac{A_i}{A_{\min}}$ , построенных раздельно для «сильных» ( $A_i \geq A_{\text{в}}$ ) и для «слабых» амплитуд ( $A_i < A_{\text{в}}$ ). Установлено, что накопление суммарных амплитуд начиналось на нелинейном участке диаграммы, сопутствующем увеличению нагрузки, линейный характер их возрастания отражал стационарный характер процесса появления сигналов АЭ или монотонность процесса распространения вязкой статической трещины (рис. 3.7).

Однообразное, скачкообразно повторяющееся распространение трещины должно было получить свое отражение в строении излома. Сканирующая электронная микроскопия (TES'CAN VEGA3 и HITACHI S80) при увеличении  $\times 50$  - 2000 обнаружила преимущественно вязкое разрушение в изломах всех исследуемых сталей, в стали 38ХН3МФА-Ш – также наблюдались фрагменты камневидного излома.

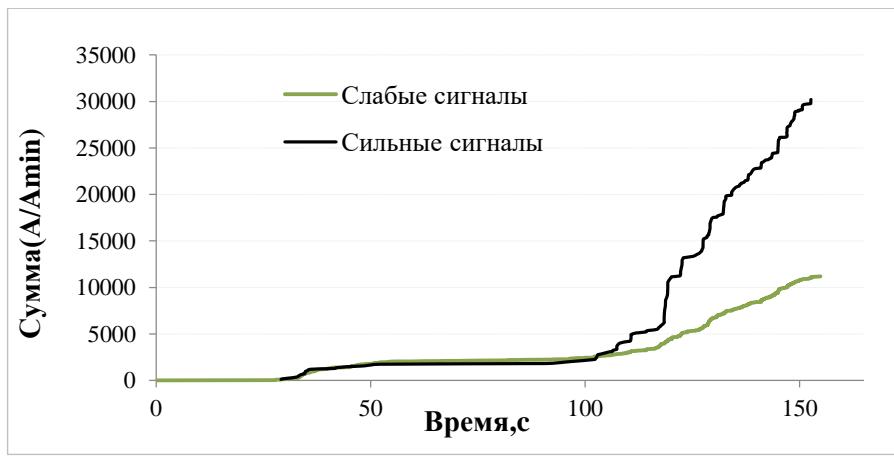


Рис. 3.7. Накопление суммарной амплитуды АЭ  $\sum_{i=1}^N \frac{A_i}{A_{min}}$  раздельно для «сильных» и «слабых» сигналов в ходе испытаний на трещиностойкость, сталь 38ХН3МФА-III

Для выявления стадийного характера распространения вязкой трещины при испытании на трещиностойкость была использована цифровая процедура восстановления конфигурации передних фронтов статической трещины на основе построения 3D-моделей изломов. Цифровые 3D-изображения мезорельефа изломов были получены с использованием комплектующего модуля к оптическому микроскопу («Оптофракт – 5М»), включающего оптические узлы микроскопа МБС-9 и цифровую системную фотокамеру Nikon J1, разрешение составило 10,1 Мпикс. Каждую серию снимков (40 кадров и 1 контрольный, угол поворота относительно нормали к рельефу между кадрами составил 9 град) получали при постоянном наклоне оптической оси камеры к нормали рельефа, равном 45 град. Необходимая глубина резкости обеспечивалась апертурой оптической системы, равной 1/16, для избранной чувствительности ISO 100 экспозиция составляла 0,1 - 0,5 секунды, освещение - полусферным рассеянным источником белого цвета (светодиодные панели через молочные светофильтры). Разрешающая способность метода составила 5 - 10 мкм по каждой из трех координат, масштаб измерений – площадка излома в плане 10×10 мм и 5 мм по координате Z [3.34].

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 нетекстуированные 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. Из каждой 3D-модели было выделено по 15 - 20 профилей изломов вдоль траектории распространения трещины. Низкочастотные составляющие профилей (при их наличии), не несущие информации о мезомеханизме развития трещины, исключали из рассмотрения вычитанием полиномов оптимальной степени (при достижении минимума остаточной дисперсии). Построение наилучшей ломаной, применимо к полученным профилям, позволило представить их в виде ломаной лестницы, ступени которой вытянуты вдоль фронта и попеременно отклонены от макроплоскости излома на  $\pm \langle \alpha \rangle = 30 - 40^\circ$  (в плоскости наибольших касательных напряжений) [3.26]. В геометрии ступеней ломаной лестницы наблюдались различия, в т.ч. в пределах одного образца, что отражало неоднородность строения разномасштабных структур (дендритной, НВ, микроструктуры). Последовательное соединение максимумов и минимумов смежных ломаных лестниц (в единой системе координат) позволило восстановить положение передних фронтов растущей статической трещины (рис. 3.8а). Это также дало возможность измерения площади прироста трещины отрыва.

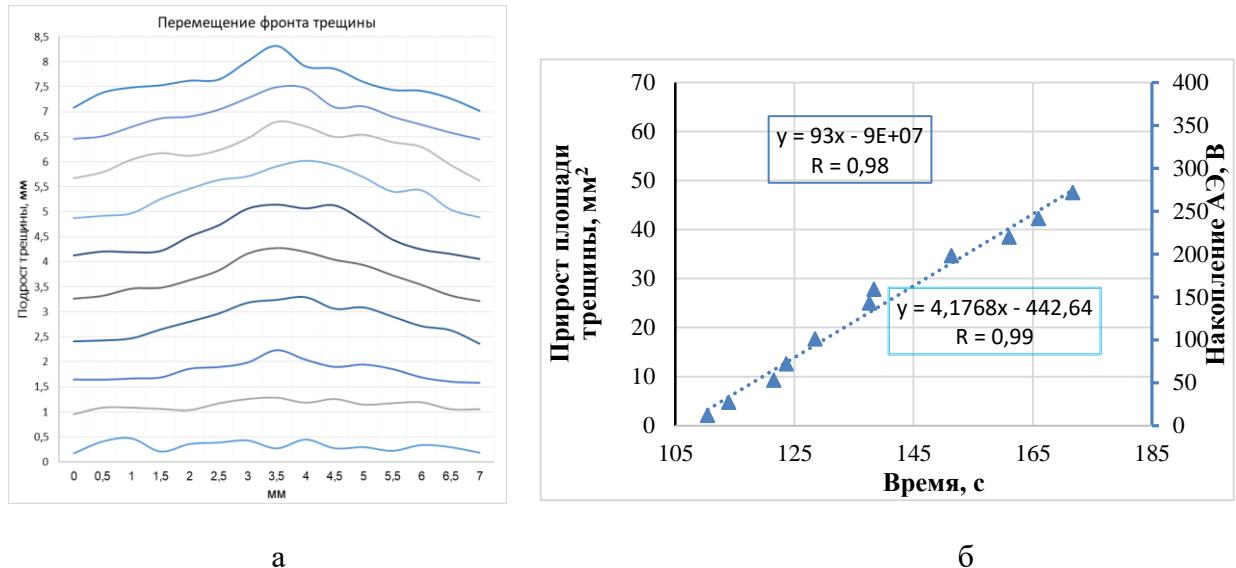


Рис. 3.8. Последовательность положений реконструированных передних фронтов растущей трещины на дне макрохрупкого квадрата (а) и мера соответствия прироста трещины отрыва и суммарной амплитуды АЭ [3.35]

При этом, число наиболее мощных импульсов  $A_j = (0,8 - 0,9)A_{\max}$  соответствовало выделенному в изломе количеству передних фронтов трещины, а первые скачки вязкой трещины отрыва наблюдались еще до достижения максимальных значений нагрузок. Накоплению суммарной амплитуды АЭ соответствовало увеличение площади прироста трещины отрыва (рис. 3.8 б). Наличие прямо пропорциональной зависимости – признак корректности предложенных процедур мониторинга роста статической трещины (*in situ* и *post mortem*) в ходе испытаний на трещиностойкость.

Отклонения в большую сторону, числа фиксируемых сигналов АЭ, могли отражать, например, отслоение крупных пластичных включений от металлической матрицы (или разрушение хрупких НВ). Такие сигналы не были связаны с прорывом всей зоны пластической деформации в вершине трещины и формированием очередного фронта статической вязкой трещины, но указывали на «подготовку» к нему. Соответствие отдельных импульсов или серии импульсов скачкам вязкой трещины, было также подтверждено для части образцов, остановкой нагружения после регистрации первых мощных  $i$ -импульсов ( $N_i = 1 - 3$ ), разгрузкой образца и его последующим доломом, либо при более высокой скорости нагружения, либо после охлаждения в жидким азотом, декорируя тем самым положение переднего фронта подросшей статической трещины (рис. 3.9 а).

Это также показало, что стационарный рост вязкой трещины отрыва происходил неравномерно по толщине образца – по типу «туннеля» [3.21], что отражает неоднородность напряженного состояния по толщине образца. С ростом трещины кривизна переднего фронта изменялась, так, например, различие  $\Delta$  между центральной его точкой (соответствует  $\frac{1}{2}$  толщины образца) и крайними точками для образцов из стали 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА варьировалось (от скачка к скачку для различных образцов) в пределах от 0,06 - 0,73 и 0,25 - 0,40 мм соответственно. В какой мере тогда будет оправдано, предлагаемое нормативными документами усреднение длины трещины, не вполне понятно, особенно с учетом наблюдаемого отклонения формы переднего фронта от гладкой (следствия неоднородности разномасштабных структур по сечению образца) (рис. 3.9 б).

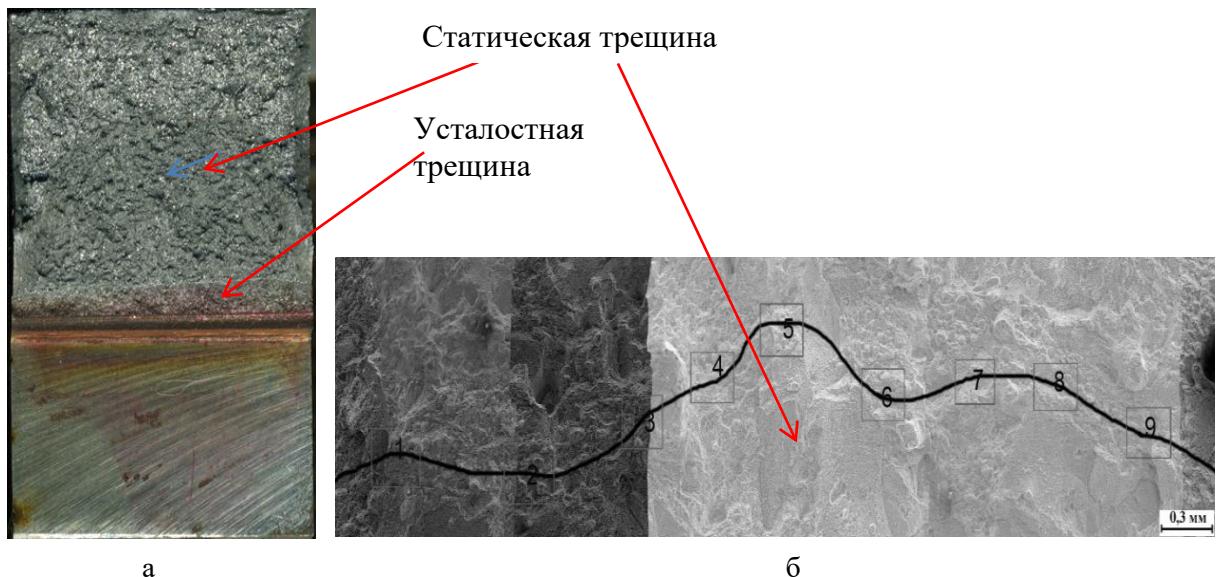


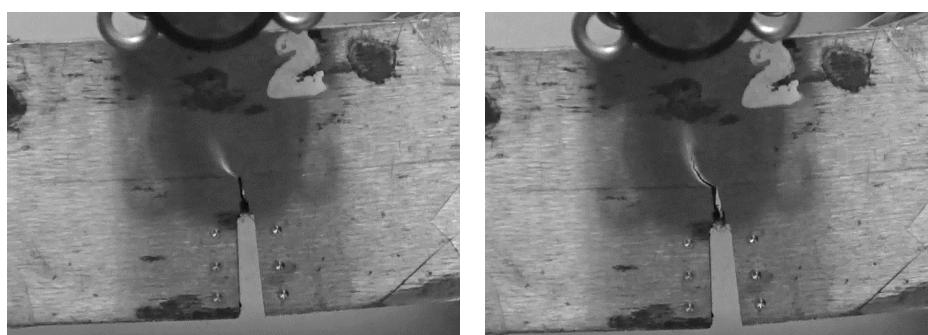
Рис. 3.9. Макрокривизна переднего фронта статической трещины - получено его декорированием (сменой механизма разрушения от вязкого к хрупкому) при доломе образца (после остановки испытания и разгрузки образца) в жидкком азоте (а), и строение его фрагмента при большем увеличении (б),  
сталь 38ХН3МФА-Ш [3.35]

При испытании на трещиностойкость образцов из стали 15Х2НМФА количество регистрируемых сигналов АЭ было меньше, что было связано с большей однородностью строения её микроструктуры, отсутствием выраженных последствий дендритной ликвации. При этом также наблюдалось скачкообразное развитие трещины. В целом же, полученные результаты показали, что с точки зрения процесса развития статической трещины, при испытаниях образцов из исследуемых сталей на трещиностойкость, не было выявлено достаточных оснований для выделения какого-либо из скачков вязкой трещины в качестве критического. Также очевидно, что достижение максимальных значений нагрузки не отвечает переходу образца с трещиной в критическое состояние.

Форма переднего фронта статической трещины (в виде «языка») отражает неоднородность напряженного состояния по толщине образца (малых размеров): в центральной его части возможности пластической деформации стеснены объемом металла – реализуется разрушение макроотрывом. По мере приближения к его боковым поверхностям пластическая деформация получает большее развитие, вследствие чего распространение трещины задерживается. Образующиеся при этом

боковые перемычки претерпевают значительную пластическую деформацию (при раскрытии берегов трещины), далее последовательно, начиная с областей, примыкающих к усталостной трещине, разрушаются срезом.

Очевидно, что после образования «языка» статической трещины (при первом её скачке), величина утяжки, при её измерении *in situ* в вершине усталостной трещины (в частности, для оценки выполнения условий плоской деформации), например, с использованием датчика, подобного датчику смещения, будет характеризовать пластическую деформацию только боковых перемычек, а не всего сечения образца. Прекращение в части сечения перемычек сужения – их разрушение срезом. Таким образом, сопутствующие этим изменениям значения утяжки могут дать дополнительную полезную информацию о разрушении образца. На боковой поверхности образца поперечное утонение в вершине трещины приводит к появлению лунки, размеры которой (глубина и поперечник), геометрия строения определяются преимущественно уровнем пластичности материала. При специально подобранным угле освещения боковой поверхности образца (светильник с гибким или подвижным штативом) можно добиться того, что области максимальной утяжки в вершине трещины (сначала усталостной, а затем статической) на изображении в 256 оттенках серого лунке будет соответствовать пятно с повышенным (по отношению к остальной поверхности) уровнем яркости (рис.3.10 а, б). Показано, что в процессе испытания пятно перемещается по высоте образца (как визуально, так и по измерениям координат его передней границы на видеоряде), что отражает последовательность формирования боковой перемычки из-за скачкообразного продвижения языка трещины в центре образца.



а

б

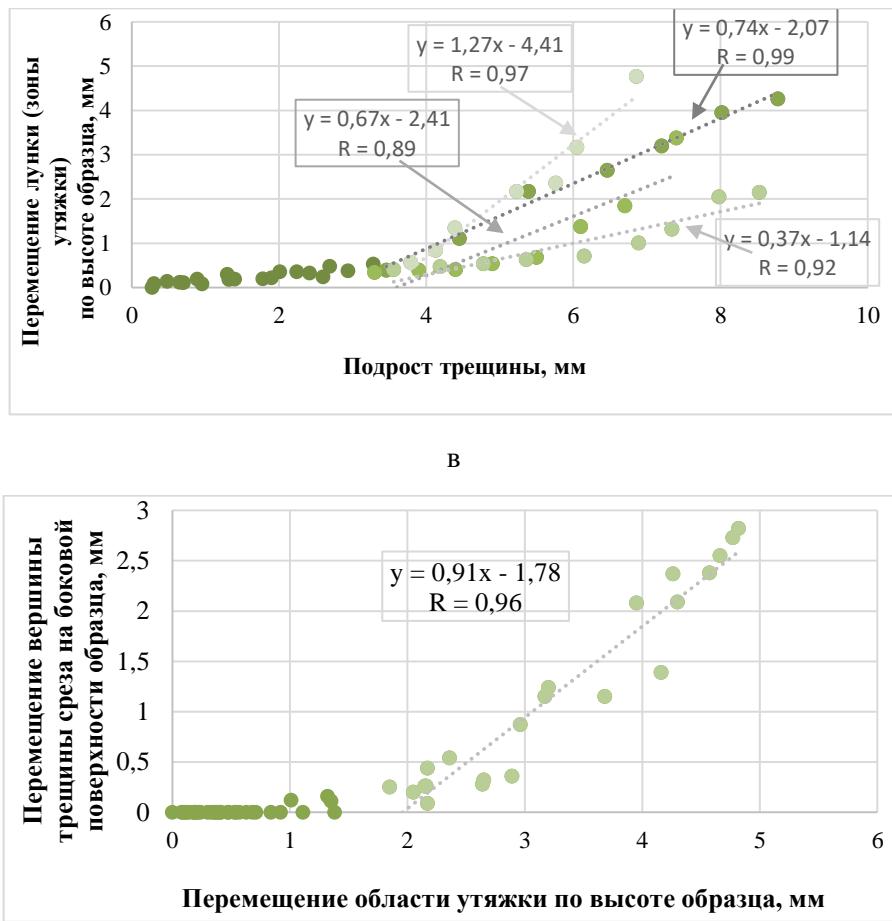


Рис. 3.10. Последовательные положения (с шагом - 40 сек) светлого пятна (лунка от поперечной утяжки) на боковой грани образца – (а, б), взаимосвязь изменений его положения по высоте образца и соответствующего подроста трещины (по результатам реконструкции последовательных положений её переднего фронта в изломе – на дне макрохрупкого квадрата, с привязкой к измерениям АЭ) (в), а также с разрушением боковых перемычек (г), сталь 38ХН3МФА-Ш [3.35]

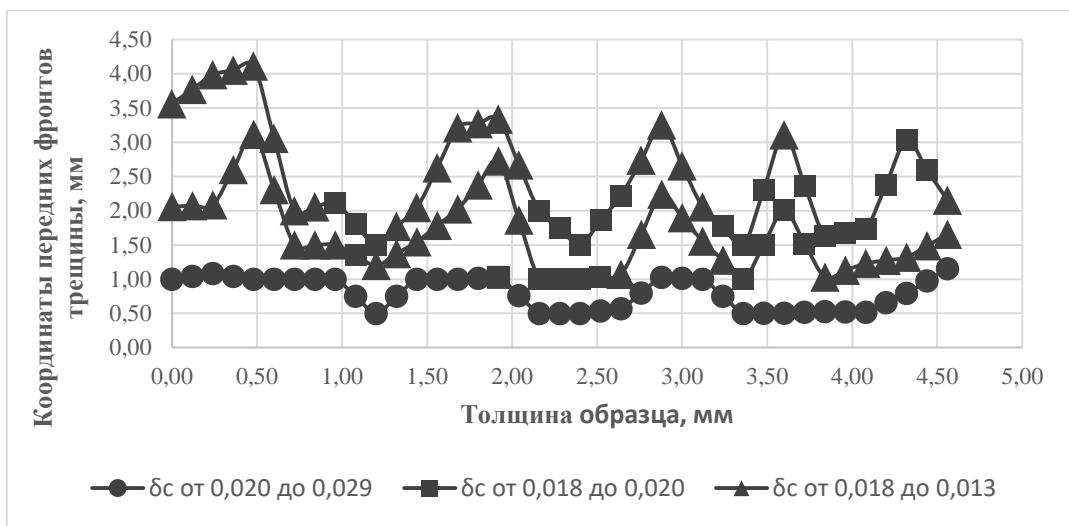
Взаимосвязь перемещения лунки утяжки по высоте образца с подростом «языка» трещины по дну макрохрупкого квадрата (рис. 3.10 в), а также с разрушением срезом боковых перемычек (рис. 3.7 г) отразила последовательность разрушения образца с трещиной при испытании на статический изгиб, что было характерно (для нелинейного участка диаграммы « $P$  -  $V$ ») на всех исследуемых образцах.

Такая последовательность разрушения образцов, включающая в себя чередование скачков трещины отрыва и среза, при развитии интенсивной пластической деформации в вершине развивающейся трещины и боковых

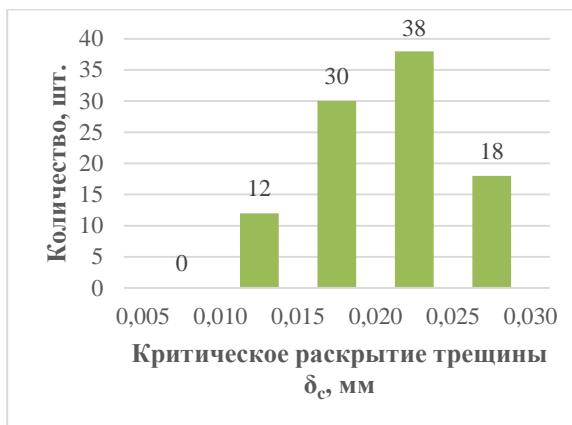
перемычках (доля боковых откосов в изломах образцов из сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА составила 16,1 - 20,7 и 33,5 - 49,3 % соответственно), может осложнить процедуру определения соответствующих значений  $J$ -интеграла.

Нельзя исключить того обстоятельства, что величина  $J$ -интеграла может быть достаточно корректно определена, в частности, при условии определения момента старта первого скачка трещины, однако возможность определения соответствующих значений критерия для других скачков скорее всего будет затруднена. В любом случае получаемая характеристика  $J$ -интеграла будет иметь интегральный характер, что затрудняет возможность прямой привязки к неоднородности строения структуры, оценке различий в трещиностойкости отдельных структурных составляющих и аномалий строения структуры.

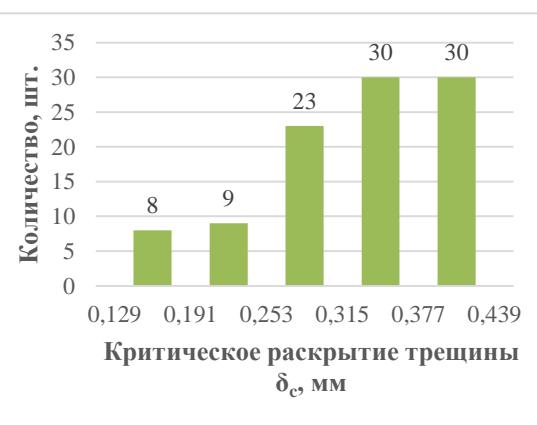
В этой связи более перспективным для оценки трещиностойкости структурно неоднородных материалов может оказаться применение деформационного критерия трещиностойкости  $\delta_c$ , в соответствии с моделью, предполагающей раскрытие трещины на основе вращения её берегов относительно некоторого центра (оси) вращения. Её преимущество заключается в возможности фактически поточечного определения значений  $\delta_c$  по всему переднему фронту трещины, не только для первого, но и последующих её скачков. При условии экспериментального определения положения центра вращения берегов трещины для каждого образца и реконструкции средствами количественной фрактографии формы передних фронтов трещины с их привязкой к габаритам образцов возможно корректное определение коэффициента вращения  $n$  в выражении (3.6). Измерение АЭ – возможность совмещения времени появления очередного скачка трещины с базовой диаграммой «Р - V» и последующему определению распределения значений  $\delta_{ci}$  по каждому  $j$ -переднему фронту растущей трещины отрыва. Это, в частности, обеспечило возможность построения карт распределения значений критического раскрытия трещины по сечению образца (в пределах макрохрупкого квадрата излома, соответствующего разрушению отрывом) (рис. 3.11а).



а



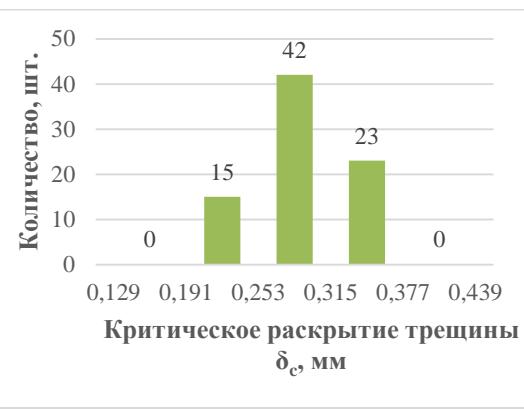
б



д



в



е

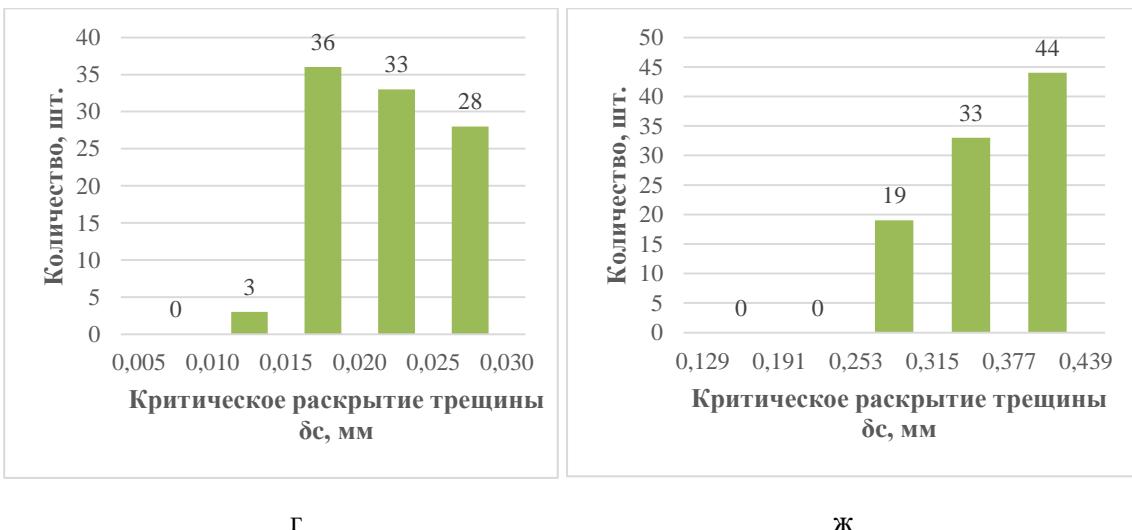


Рис. 3.11. Карта значений критерия  $\delta_c$  по сечению образца из стали 38ХН3МФА-Ш (в пределах фрагмента излома, соответствующего трещине отрыва площадью  $\sim (5 \cdot 10 - 10^2 \text{ мм}^2)$  (а) и вариация гистограмм распределения его значений, в пределах отдельных образцов из сталей 38ХН3МФА-Ш (б, в, г) и 15Х2НМФА (д, е, ж) [3.35]

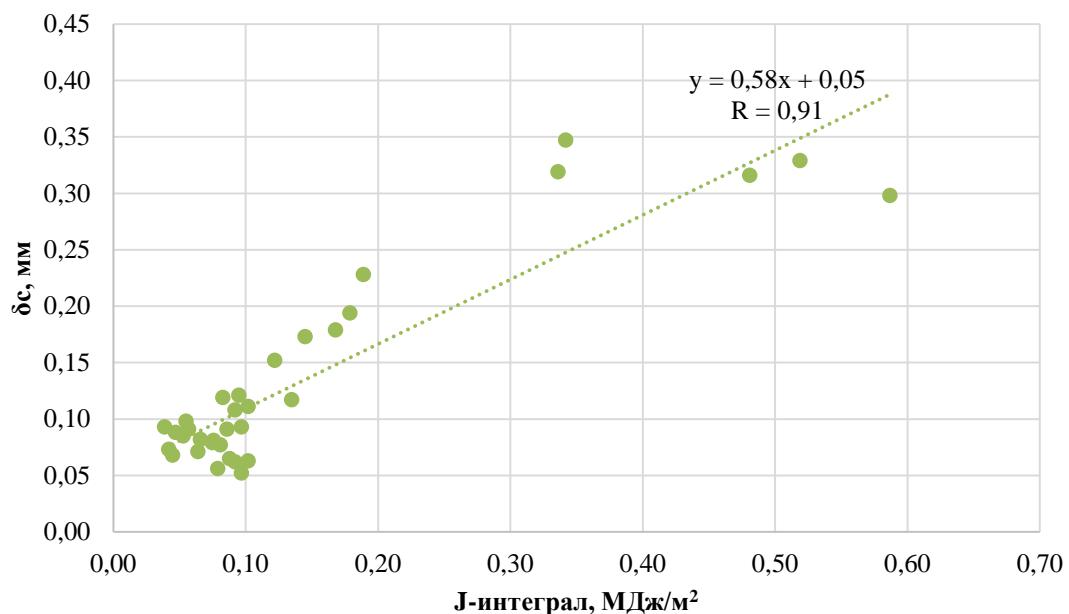
Наблюдаемый разброс значений критического раскрытия трещины от образца к образцу для сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА отличался в 2 - 6 раз, что может быть связано с различиями в геометрии и размерах отдельных структурных составляющих, морфологии их совместного строения. Характеристики коэффициентов асимметрии  $A_s$  и эксцесса  $E_s$  полученных распределений (рис.3.11 б-ж) варьировались в пределах от -1,45 до 0,25 и от -1,28 до 2,33 соответственно. Очевидно, что при таком отклонении распределений от нормального их вида, определение средних значений по выборкам  $\langle \delta_{ci} \rangle$  с целью их сопоставления будет не вполне корректно.

При стандартной оценке критического раскрытия трещины в соответствии с ГОСТ 25.506-85 трещиностойкость каждого образца характеризовалась единственным значением  $\delta_{c(P_{max})}$ , определенным для максимального значения нагрузки  $P_{max}$ . Их отличие от средних значений  $\langle \delta_{ci} \rangle$ , определенных по уточненной в работе методике, в соответствии с выражением (3.6), было в пределах от 15 до 40 и от 0 и 26 % для сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА соответственно. Однако с учетом определенной условности значений  $\delta_{c(P_{max})}$  данное сопоставление, скорее всего, имеет формальный характер.

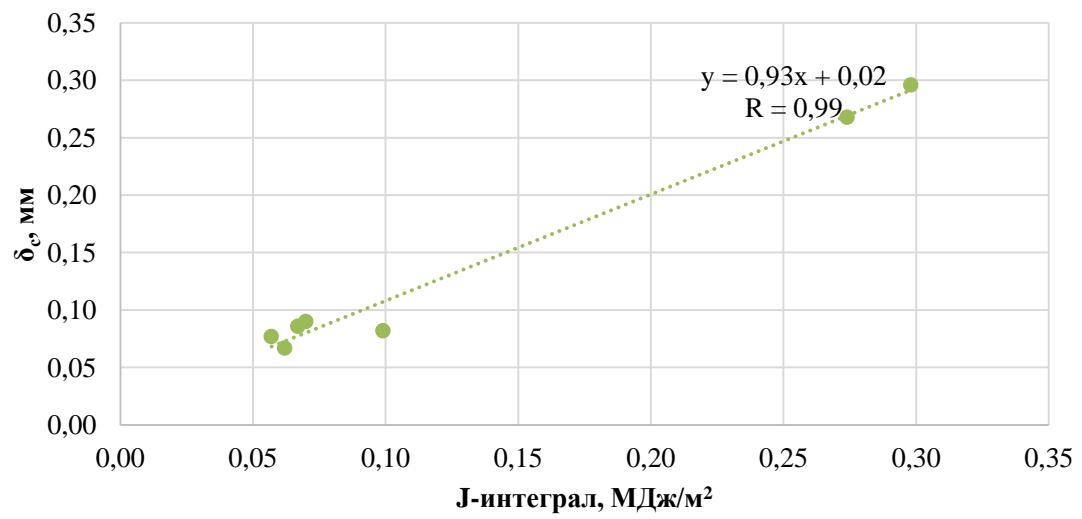
При наличии возможности реконструкции положений переднего фронта растущей трещины отрыва и согласования времени старта каждого скачка с диаграммами «нагрузка – смещение (прогиб)» можно определить не только значения деформационного критерия трещиностойкости  $\delta_c$  (по предложенной методике), но и энергетического -  $J_c$  (в соответствии с выражением (ГОСТ 25.506-85).

При определении  $J$ -интеграла было важно получить не столько абсолютные значения трещиностойкости для разных длин трещин, сколько сопоставить их с соответствующими значениями деформационного критерия  $\delta_c$ , определенными по уточненной методике для центральных (по толщине образца) фрагментов переднего фронта трещины. Сводная зависимость выявила наличие взаимосвязи между обеими показателями трещиностойкости – коэффициент корреляции  $R = 0,91$  (рис. 3.12). В отдельности, для сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА, степень их взаимосвязи была различной: 0,28 и 0,84 соответственно, при этом величины коэффициентов ( $a$ ) в уравнении  $\delta_c = aJ_c + b$  были существенно меньше (0,249 и 0,366 соответственно), чем в сводной зависимости ( $a = 0,576$ ). Полученные результаты (рис. 3.12) показали, что в отличие от образцов из стали 15Х2НМФА взаимосвязь значений различных критериев трещиностойкости для образцов из стали 38ХН3МФА-Ш оказалась достаточно слабой. Это различие можно объяснить морфологией их структур. Так, структура стали 38ХН3ФМА-Ш отличалась своей разномасштабностью. Это была сохранившаяся при малом укове крупных поковок дендритная структура. Дальнейшие последствия дендритной ликвации определили геометрию размеров и формы НВ, их неравномерное размещение в объеме металла (наличие областей с повышенной их кучностью). Это существенно для развития в локальных мезообъемах металла различных сценариев вязкого разрушения, так, например, близкое расположение включений облегчало работу зарождения вязкого излома, увеличение степени их разреженности способствовало развитию пластической деформации. Наличие ферритных полей в микроструктуре бейнита также приводило к появлению фрагментов в микроструктуре с различной сопротивляемостью разрушению. Все это в целом способствовало тому, что значения  $\delta_c$ , определенные для центральных (по толщине образца) фрагментов

переднего фронта трещины, могли существенно различаться в связи с «прохождением» ею областей в металле с различной морфологией структур.



а



б

Рис. 3.12. Взаимосвязь значений деформационного и энергетического критериев трещиностойкости, определенных для отдельных скачков трещин отрыва, в соответствии с уточненной классической концепцией ( $\delta_c$ ) и ГОСТ 25-506 ( $J$ -интеграл) (а) и строго в соответствии с ГОСТ 25-506 (б), образцы из сталей 38ХН3МФА-III и 15Х2НМФА

Структура стали 15Х2НМФА была более однородна по своему строению, отсутствовали, например, признаки сохранившейся дендритной структуры. Диапазон масштабов структур был существенно меньше, что нашло, в частности, свое отражение в меньшей изрезанности контура «языка» трещины для каждого скачка и большей однородности значений  $\delta_c$  (в рамках измеряемых фрагментов переднего фронта) соответственно. Отсюда большая взаимосвязанность значений двух характеристик трещиностойкости в образцах из стали 15Х2НМФА, в то время как значения  $\delta_c$  в образцах из стали 38ХН3МФА-Ш чаще находились «в противофазе» с соответствующими изменениями значений интегральной характеристики ( $J$ -интеграл).

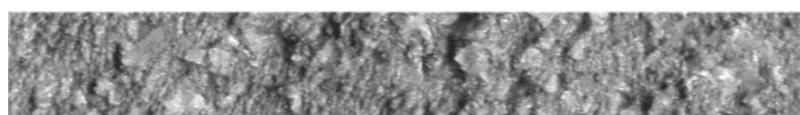
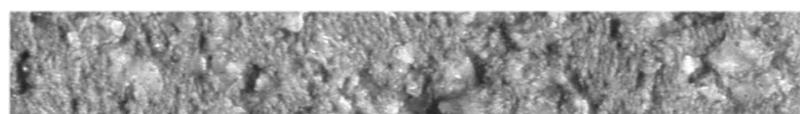
Взаимосвязь значений  $\delta_c$  и  $J$ -интеграла (сводная зависимость), определенных в строго в соответствии с ГОСТ 25-506 была выражена сильнее (рис. 3.12 б), коэффициент корреляции  $R = 0,99$  величина коэффициента (а) в соответствующем уравнении  $a = 0,93$ . Это означает, что определяемые, в соответствии с действующим нормативом характеристики  $\delta_c$  и  $J$ -интеграла, в большей мере согласованы и взаимозаменяемы, что полезно иметь в виду при необходимости выбора одной из них при оценке трещиностойкости, по крайней мере, исследуемых в работе сталей (от образца к образцу). Однако в какой мере получаемые при этом значения характеристик будут отражать истинную трещиностойкость сталей не ясно.

Значения  $\delta_c$ , полученные по усовершенствованной методике, для центрального фрагмента передних фронтов растущей скачками трещины отрыва, с увеличением уровня трещиностойкости металла возрастают с запаздыванием, по сравнению со значениями  $J$ -интеграла (см. рис. 3.12). Это вполне закономерно, в центральной части образца (по его толщине) наиболее жесткое напряженное состояние и величины  $\delta_c$  минимальны в принципе, это следует также и из геометрической модели раскрытия трещины.  $J$ -интеграл, как интегральная характеристика прямо не описывает ни туннельную форму переднего фронта трещины, ни степень его отклонения от гладкой формы. Очевидно также, что с использованием  $J$ -интеграла сложнее описать вклад неоднородности структур в формирование уровня трещиностойкости сталей, в отличие от критического раскрытия трещины  $\delta_c$ , поточечное определение которого позволяет оценить

распределение значений  $\delta_c$  и привязать их к отдельным структурным составляющим и их ансамблям в мезомасштабе наблюдения. В этой связи развитие метода оценка трещиностойкости вязких сталей на основе параметра  $\delta_c$ , исходя из концепции достижения критического раскрытия трещины, как результата вращения её берегов относительно некоторого центра (оси вращения), представляется достаточно перспективной.

С этой целью необходимо дальнейшее совершенствование алгоритмов обработки сигналов акустической эмиссии для мониторинга процесса развития разрушения образца в ходе испытания в сочетании с цифровыми процедурами количественного описания морфологии изломов с привязкой к неоднородности строения структуры. Для оценки достоверности получаемых результатов полезными могут также оказаться методы прямой оценки пластической невязки между двумя ответными половинками изломов при прямом сопоставлении их цифровых моделей в единой системе координат.

Для более детальной реконструкция механизма распространения трещины в среде с неоднородной структурой была реализована процедура цифровой реконструкции пластической невязки между двумя ответными половинками изломов (рис. 3.13 а). С этой целью из двух реконструированных 3D-моделей рельефа (на дне макрохрупкого квадрата) выделяли пары профилей длиной реализации  $t$  и сопоставляли их в единой системе координат (с привязкой к плоскостям усталостной трещины) (рис. 3.13 б).



а

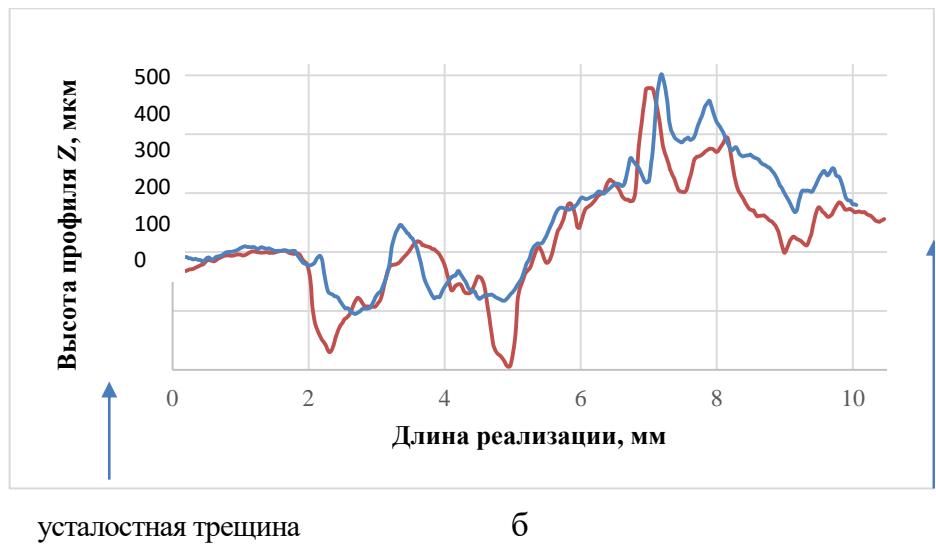


Рис. 3.13. Определение пластической невязки на основе сопоставления профилей трещины на дне макрохрупкого квадрата двух ответных изломов в единой системе координат с привязкой к усталостной трещине [3.34]

Из сопоставления профилей ответных половинок и значений критического раскрытия трещины, определенных по уточненной в работе методике следует, что полученные результаты удовлетворительно согласуются (рис. 3.14). Это подтверждает, что развитая (на основе измерения геометрии раскрытия и кинетики распространения трещины) методика критического раскрытия трещины позволяет адекватно оценить масштаб неоднородности трещиностойкости.

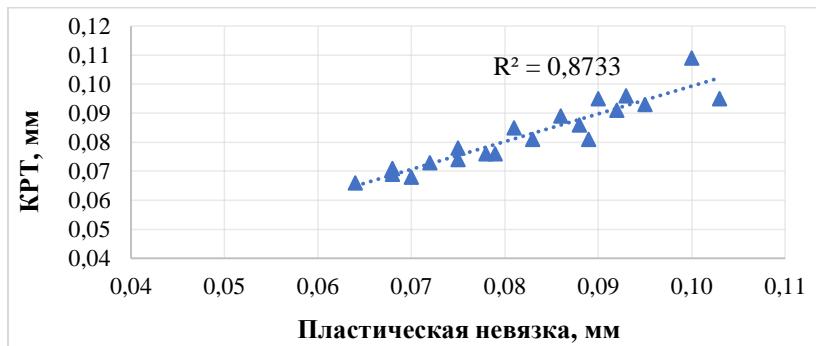


Рис. 3.14. Сопоставление результатов измерения величин пластической невязки и значений раскрытия трещины, определенных в соответствии с уточненной моделью, описывающей достижение критического раскрытия трещины как результат предварительной пластической деформации в её вершине вследствие вращения её берегов относительно некоторого центра (по предложенной в работе процедуре)

Таким образом, предложенные в работе цифровые процедуры определения критического раскрытия трещины, основанные на измерении геометрии её раскрытия и мониторинге её распространения в процессе испытания на трещиностойкость, позволили получить значения  $\delta_c$  по сечению образца (в области макрохрупкого квадрата излома) с привязкой к отдельным скачкам трещины и всей протяженности передних фронтов растущей трещины. Это обеспечивает более полные оценки всего спектра значений трещиностойкости (в пределах каждого образца) для сталей и сплавов с неоднородной структурой. Предложенная процедура оценки пластической невязки – по сопоставлению цифровых моделей ответных половинок излома полезна для более детальной реконструкции механизма распространения трещин и оценки трещиностойкости на предельно малых образцах, сплавов с высоким уровнем твердости, там, где разрушение образца возможно на этапе его подготовки к испытанию - при наведении усталостной трещины.

Полученные результаты показывают, что при определении  $J$ -интеграла с учетом требованияния его теоретической модели, необходим учет закономерностей распространения трещины, геометрии трещины. По-видимому, одним из узких мест методики определения интеграла Черепанова–Райса остается его недостаточная привязка к структуре, аномалиям ее строения. Это может ограничить представление о масштабах неоднородности трещиностойкости и повысить риски прогноза разрушения материалов.

В целом, развитые подходы к определению хладостойкости (апробированные на сталях с различной степенью и масштабами неоднородности структур) на основе построения сериальных кривых, исходя из принципа максимума правдоподобия, применение техники микромеханических сериальных испытаний (на основе измерений АЭ), разработанной ранее на кафедре металловедения и физики прочности НИТУ МИСИС, применение уточненной методики определения КРТ может обеспечить повышение объективности оценки сопротивления разрушению материалов с неоднородной структурой, как важнейшего показателя качества металлопродукции, обоснованного прогноза эксплуатационного ресурса материала.

## **Выводы по главе 3**

1. Для различных составов и структур конструкционных сталей, представляющих широкий сортамент металлопродукции (поковки, сорт, лист), показана эффективность аппроксимации сериальных кривых ударной вязкости на основе принципа максимума правдоподобия с возможностью нахождения независимых параметров и их ошибок, статистической значимости различия кривых и определяемых из них пороговых температур. Оценены возможные риски ошибок при определении параметров сериальной кривой в связи с ограничением количества образцов и нижней температуры испытаний.

2. Прямо показана необходимость расширения диапазона температур испытаний до  $-196^{\circ}\text{C}$  (при действующей норме  $-60^{\circ}\text{C}$ ) для повышения точности прогноза хладноломкости высокопрочных трубных сталей (категории прочности K65 и выше) при испытаниях по Н.Н. Давиденкову.

3. Сопоставлены границы эффективного применения критериев нелинейной механики разрушения: деформационного – критического раскрытия трещины ( $CTOD$ )  $\delta_c$  и энергетического –  $J$ -интеграла для оценки вязкости разрушения структурно-неоднородных сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА на образцах малых размеров.

4. Мониторинг роста трещины *in situ* (по измерениям АЭ) и топографии изломов *post mortem* выявил монотонный, скачкообразный рост трещины при испытании на трещиностойкость образцов из улучшаемых сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА, начинающийся на нелинейном участке диаграммы «нагрузка - смещение», соответствующем увеличению нагрузки в ходе испытания. Это означает, что спад нагрузки связан с потерей несущей способности образца с трещиной, вследствие уменьшения его живого сечения, а не с достижением критической стадии в развитии вязкой трещины. В этой связи определение критериев  $\delta_c$  и  $J$ -интеграл при максимальных значениях нагрузки не целесообразно.

5. Развитые методы измерения геометрии раскрытия трещины, её вязкого распространения – по измерениям АЭ и рельефа изломов – средствами количественной фрактографии расширили возможности применения параметра  $\delta_c$  (в рамках модели, предполагающей её раскрытие как результат вращения берегов

трещины относительно некоторого центра вращения) - получение значений  $\delta_c$  по контуру передних фронтов вязкой статической трещины (для отдельных её скачков) с возможностью оценки неоднородности трещиностойкости по сечению образца.

6. Показано, что для распределений значений критерия  $\delta_c$ , полученных в рамках отдельных образцов из сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА, характеристики коэффициентов асимметрии  $A_s$  и эксцесса  $E_s$  варьировались в пределах от -1,45 до 0,25 и от -1,28 до 2,33 соответственно, размах средних значений достигал 30 – 40%. Очевидно, что при таком отклонении распределений от нормального их вида, определение средних значений по выборкам  $\langle \delta_{ci} \rangle$  с целью их сопоставления (ранжировки) не всегда будет оправдано.

7. Для повышения достоверности определения значений  $\delta_c$  необходимо дальнейшее развитие алгоритмов обработки сигналов АЭ, измерения и описания морфологии изломов. В сочетании с цифровыми процедурами измерения структур это может обеспечить привязку значений трещиностойкости к фрагментам структуры, что необходимо как для обоснованной оценки трещиностойкости существующих материалов и технологий их получения, так и для прогноза оптимальной конфигурации структур под заданный уровень вязкости.

### **Список использованных источников в главе 3**

- 3.1 Погодин-Алексеев Г.И. Свойства металлов при ударном нагружении. – М.: Металлургиздат, 1953.
- 3.2. Потак Я.М. Хрупкие разрушения стали и стальных деталей. – М.: Оборонгиз, 1955. – 390с.
- 3.3. Фридман Я.Б., Зилова Т.К., Дроздовский Б.А., Петрухина Н.И. Оценка механических характеристик с учетом кинетики деформации и разрушения. Зав. лаб., 1960, №11, с.1266.
- 3.4 Касаткин Б.С. Структура и микромеханизм хрупкого разрушения стали. – Киев: Техніка, 1964. – 264с.
- 3.5 Горицкий В.М. Диагностика металлов. – М.: Металлургиздат, 2004. – 402с.
- 3.6 Дроздовский Б.А., Фридман Я.Б. Влияние трещин на механические свойства конструкционных сталей. – М.: Металлургиздат, 1960. – 260с.
- 3.7 Георгиев М.Н. Вязкость малоуглеродистых сталей. – М.: Металлургия, 1973. – 224с.
- 3.8 Гуляев А.П. Чистая сталь. – М.: Металлургия, 1975. – 184с.
- 3.9 Броек Д. Основы механики разрушения. Пер. с англ. – М.: Высшая школа, 1980. – 368с.
- 3.10 Минкевич Н.А. Свойства, тепловая обработка и назначение стали и чугуна. Ч.1 и 2. – М.-Л.: ГОНТИ, 1932. – 684с.
- 3.11 Шевандин Е.М. Склонность к хрупкости низколегированных сталей. – М.: Металлургиздат, 1953. – 184с.
- 3.12. Горицкий В.М. Тепловая хрупкость сталей. – М.: Металлургиздат, 2007. – 384с.
- 3.13 Штремель М.А. Информативность измерений ударной вязкости // МиТОМ. 2008. № 11. С. 37-51.
- 3.14 Сталь на рубеже столетий / Под ред. Ю.С. Карабасова М.: МИСиС. 2001. 664 с.
- 3.15 Клепиков Н.П., Соколов С.Н. Анализ и планирование экспериментов методом максимума правдоподобия. М.: Наука, 1964, 184с.

3.16 Штремель М.А., Алексеев И.Г., Кудря А.В. Взаимосвязь двух аномалий излома высоколегированной конструкционной стали // Металлы. 1994. № 2. С. 96-103.

3.17 Штремель М.А., Горохов Л.С., Кудря А.В., Максимова О.В., Мочалов Б.В. Факторы качества сталей, выплавленных на первородной шихте // МиТОМ. 1990. № 7. С. 2-6.

3.18 Кудря А.В., Никулин С.А., Николаев Ю.А., Арсенкин А.М., Соколовская Э.А., Скородумов С.В., Чернобаева А.А., Кузько Е.И., Хорева Е.Г. Факторы неоднородности вязкости низколегированной стали 15Х2НМФА // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2009. № 9. С. 23-28.36.

3.19 Sang Yong Shin, Seokmin Hong, Jin-Ho Bae et al. Separation phenomenon occurring during the Charpy impact test of API X80 pipeline steels // Metal. Mater. Trans. 2009. V. 40A. P. 2333-2349.

3.20. Кудря А.В., Кузько Е.И., Соколовская Э.А. Об оценке хладноломкости конструкционных сталей по результатам серийных ударных испытаний // Деформация и разрушение материалов. 2013. № 12. С. 36-45.

3.21 Нотт Дж.Ф. Основы механики разрушения. Пер. с англ. – М.: Металлургия, 1978 – 256с.

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

3.23 Махутов Н.А. Деформационные критерии разрушения и расчет элементов конструкций на прочность. М.: Машиностроение. 1981. 272 с.

3.24 Fracture: A Topical Encyclopedia of Current Knowledge. Ed. by G.P. Cherepanov. Malabar, Florida: Krieger Publishing Company, 1998. 874 pp.]

3.25 Гетман А.Ф. Концепция безопасности «течь перед разрушением» для сосудов и трубопроводов давления АЭС. — М.: Энергоатомиздат, 1999. - 258 с.

3.26 Разрушение. В 2 кн. Кн. 2. Разрушение структур: моногр. / М.А. Штремель. –М.: Изд. Дом МИСиС, 2015. –976 с.

3.27 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Танг В.Ф. Возможность прогноза разрушения металлических материалов с неоднородной структурой // Деформация и разрушение материалов. 2022. № 6. С. 2-19.

3.28 Nagaraj Ekabote, CTOD Evaluation Using ASTM 1820 and BS 7448, Procedia Structural Integrity, Volume 71, 2025, Pages 58-65.

3.29 Chuanjie Duan, Shuhua Zhang, Further investigation of J-CTOD relationship for clamped SET specimens based on finite element analyses – Part I: Homogeneous materials, Theoretical and Applied Fracture Mechanics, Volume 121, 2022, 103523,.

3.30 Amirhossein Iranmehr, Mohammad Kheirkhah Gilde, Haoyang Li, Benjamin Hanna, Lyndon Lamborn, Arman Hemmati, Samer Adeeb, James Hogan, Numerical investigation of constraint-dependent crack growth in X70 pipeline steel using XFEM-based cohesive segments approach with surface strain-based J-integral evaluation, Theoretical and Applied Fracture Mechanics, Volume 140, 2025, 105175.

3.31 Chengchong Hu, Lianyong Xu, Lei Zhao, Yongdian Han, Cong Li, Modelling short crack growth under creep-fatigue interaction for different dwell times, International Journal of Fatigue, Volume 183, 2024, 108269,.

3.32 Changzeng Fan, Zejian Xu, Yang Han, Gang Wu, Rui He, Hao Cui, Zhicheng Cai, Yan Liu, Fenglei Huang, Comparison of dynamic fracture toughness and critical J-integral criteria under high loading rates, Engineering Fracture Mechanics, Volume 319, 2025, 111035.

3.33 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Танг В.Ф., Погорелов Е.В., Вяткина А.К. Масштабы неоднородности структур конструкционных материалов и методы ее оценки // Электрометаллургия. 2022. № 5. С. 30-40.

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

3.35 Соколовская Э.А., Кудря А.В., Сергеев М.И., Нго Х.Н. Повышение достоверности результатов оценки трещиностойкости вязких материалов с неоднородной разномасштабной структурой // Металлург. 2025. № 11. С. 25-35.

3.36 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.

3.37 Никулин С.А., Ханжин В.Г., Рожнов А.Б., Никитин А.В., Рогачев С.О. Диагностика качества и мониторинг разрушения материалов акустико-

эмиссионным методом // В сборнике: Актуальные проблемы метода акустической эмиссии (АПМАЭ-2018). сборник материалов. Ответственные редакторы Д.Л. Мерсон, А.Ю. Виноградов. 2018. С. 27-28.

3.38 Ханжин В.Г., Штремель М.А. Количественная информация о процессах разрушения, получаемая при измерениях акустической эмиссии // Металловедение и термическая обработка металлов. 2009. № 5 (647). С. 53-59.

3.39 Алексеев И.Г., Кудря А.В., Штремель М.А. Параметры акустической эмиссии, несущие информацию об одиночной хрупкой трещине. Дефектоскопия //1994. № 12. С. 29-34.

## **Глава 4. Наблюдение и измерение разрушения сталей и сплавов с неоднородной структурой**

### **4.1 Прогноз риска преждевременного разрушения твердых сплавов по структуре**

#### **4.1.1 Состояние вопроса**

Разработка новых износостойких материалов и технологий получения износостойких твердосплавных функциональных покрытий деталей сельскохозяйственных машин, в особенности почвообрабатывающих, в значительной степени, определяет технический уровень сельскохозяйственного производства.

Недостаточное внимание к исследовательским и технологическим работам в РФ в направлении создания отечественной сельскохозяйственной техники в последние десятилетия привело к существенному отставанию от ведущих зарубежных производителей и потере конкурентоспособности, в частности, по нагруженным быстро изнашиваемым деталям сельхозмашин, выпускаемым отечественной промышленностью. Преобладание дорогостоящих импортных изделий сельскохозяйственных орудий в российском сельскохозяйственном производстве, в свою очередь, привело к снижению конкурентоспособности всей отрасли сельского хозяйства РФ, прежде всего по показателю себестоимости производства сельхозпродукции, а в отдельных почвенно-климатических зонах делает это производство нерентабельным, увеличивает продовольственную зависимость страны [4.1 – 4.4].

Ресурс отечественных серийных рабочих органов уступают аналогам, выпускаемым ведущими зарубежными производителями в 3-8 раз. Это находит свое отражение в низкой линейной износостойкости изделия, преждевременном затуплении лезвийных частей рабочих органов (с увеличением толщины лезвий, угла их заострения, образованием «затылочной фаски»), большом (до 60 % за сезон) количестве их поломок (вследствие деформаций и преждевременного разрушения), связанных с низкими характеристиками прочности, пластичности,

упругости, усталостной прочности, как сталей, из которых изготовлены рабочие органы, так и, вследствие потери прочности, деталей ввиду повышенного абразивного изнашивания и соответствующего снижения размеров опасного сечения изделий.

В сельскохозяйственном производстве – это причина выпуска и использования большого количества запасных частей, повышенной трудоемкости обслуживания техники. Как результат – удлинение сроков полевых работ, повышенное давление на почву, расход топлива вследствие использования «энергоемких» полнокомплектных сельскохозяйственных машин и их рабочих органов.

Проблема импортозамещения, обострившаяся в последние годы, особенно в связи с необходимостью восстановления запаса расходуемых элементов и сменных агрегатов, напрямую увеличивает себестоимость производства основных видов отечественной сельхозпродукции. Ее невозможно решить без создания новых, отечественных твердосплавных материалов.

Повышение ресурса и других эксплуатационных характеристик рабочих органов сельскохозяйственных машин является комплексной проблемой,ключающей три основных направления: материаловедческое, технологическое, конструкционное.

В настоящее время актуальна разработка новых импороопережающих твердых сплавов и покрытий из них, позволяющих повысить эксплуатационные и ресурсные характеристики нагруженных деталей сельскохозяйственных машин, как минимум, до уровня конкурентоспособности с ведущими зарубежными производителями, а по критерию «цена-качество» превысить этот уровень, в рамках решения макрозадачи – обеспечения технологической независимости страны.

Решение такой задачи возможно только при условии достижения необходимой глубины понимания природы прочности, износстойкости и сопротивляемости разрушению существующих твердых сплавов, механизмов разрушения наблюдаемых в них разнородных структур. Кооперативное взаимодействие дефектов решетки в среде с разнородной структурой определяет наблюдаемое на практике разнообразие механизмов прочности, износстойкости и

разрушения и связанный с этим разброс свойств. Выявление закономерностей иерархии структур, механизмов разрушения разнородных структур и их коллективного взаимодействия существенно при выявлении причин неоднородности прочности, износстойкости, сопротивляемости твердых сплавов разрушению, формировании оптимальной конфигурации структур под заданные свойства. Всё это было необходимо реализовать при совершенствовании существующих твердых сплавов, разработке новых твёрдых сплавов применимо к производственным условиям Индустриального партнёра – АО «РТП «Петровское». Работа проводилась в рамках Федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы», утвержденными постановлением Правительства Российской Федерации от 28 ноября 2013г. № 1096 при выполнении прикладных научных исследований и экспериментальных разработок (далее ПНИЭР) по лоту шифр 2015-14-579-0173 по теме: «Разработка импортозамещающих твердых сплавов с повышенными износными и технологическими характеристиками для упрочнения быстроизнашиваемых деталей сельхозмашин, эксплуатирующихся в абразивной среде» (шифр заявки «2015-14-579-0173-389»). Уникальный идентификатор ПНИЭР RFMEFI57815X0129. В качестве Индустриального партнера выступало АО «РТП «Петровское» (Ставропольский край, г. Светлоград), соисполнителя – Федеральное государственное бюджетное научное учреждение «Федеральный научный агронженерный центр ВИМ» (ФГБНУ ФНАЦ ВИМ) (Москва) – в рамках договора между НИТУ «МИСиС» и ФГБНУ ФНАЦ ВИМ № Г-031-235-2/15 от 30.11.2015.

Решение проблемы включало в себя:

- разработку компьютеризированных процедур (алгоритмов) для измерения неоднородности строения структур и изломов твердых сплавов (отдельных элементов изображений элементов и конфигурации в целом, учитывающих специфику объектов наблюдения);
- измерение неоднородности строения структур и изломов существующих твердых сплавов в масштабах образцов (толщин покрытий) в различных масштабах наблюдения (от нано- до макроуровня);

- определение закономерностей строения структур и изломов (при статическом и динамическом разрушении в лабораторных условиях) твердых сплавов;

- оценка кооперативного влияния разнородных структур на разрушение (при статическом и динамическом нагружении) и износстойкость существующих твердых сплавов в лабораторных условиях. Определение критических параметров структуры, лимитирующих уровень свойств твердых сплавов;

- предложения по оптимизации составов твердых сплавов;

- оценка неоднородности структур новых твердых сплавов и механизмов их разрушения (по строению изломов);

В рамках работ по ФЦП также были предусмотрены (и проведены при участии Соисполнителя работ и Индустриального партнера): разработка Программы и методик лабораторных испытаний серийно выпускаемых твердосплавных материалов и эксплуатационно-полевых испытаний, упрочненных серийно выпускаемыми твердыми сплавами рабочих органов сельхозмашин; экспериментальные работы по нанесению покрытий из различных серийно выпускаемых твердых сплавов; обоснование геометрии твердосплавных покрытий (по толщине и ширине) для различных типов деталей сельскохозяйственных машин исходя из условий эксплуатации и значений критериев предельных состояний рабочих органов, на основе результатов анализа условий изнашивания и эксплуатации; проведение испытаний на износстойкость покрытий из существующих отечественных твердых сплавов (не менее четырех составов) в лабораторных условиях прямым и косвенным методами (в т.ч. на образцах, изготовленных Индустриальным партнером по промышленной технологии); разработка методики получения твердосплавных материалов; изготовление твердосплавных материалов на основе разработанных новых составов твердых сплавов; разработка лабораторного технологического регламента нанесения нового состава твердого сплава на рабочие органы сельхозмашин; разработка маршрутной карты на изготовление экспериментальных образцов рабочих органов сельскохозяйственных машин, упрочненных новыми разработанными составами твердых сплавов; разработка эскизной конструкторской документации на экспериментальные образцы рабочих органов сельхозмашин, упрочненных

разработанными составами твердых сплавов; подготовка технологического оборудования для нанесения износостойких твердых сплавов на конкретные детали сельхозмашин; доработка (корректировка) технологической оснастки для изготовления партий упрочненных рабочих органов сельхозмашин; изготовление партий образцов свидетелей с твердосплавными покрытиями по серийной технологии (плазменная наплавка, наплавка токами высокой частоты, серийные твердые сплавы и др.) с термической обработкой и без неё в соответствии с требованиями для лабораторных испытаний на износостойкость.

Была также предусмотрена разработка Программы и методик лабораторных испытаний твердосплавных материалов и эксплуатационно-полевых испытаний упрочненных новыми разработанными составами твердых сплавов рабочих органов сельхозмашин; изготовлены образцы рабочих органов сельскохозяйственных машин, упрочненных новыми разработанными составами твердых сплавов; проведены лабораторные испытания экспериментальных образцов твердосплавных материалов, упрочненных новыми разработанными составами твердых сплавов по Программе и методикам, а также эксплуатационно-полевые испытания рабочих органов сельхозмашин; разработан проект ТУ на разработанные новые составы твердых сплавов; проведена необходимая модернизация технологического оборудования для апробации разработанной технологии на площадях Индустриального партнера.

#### **4.1.2 Факторы качества твердых сплавов для рабочих органов почвообрабатывающих машин**

К их числу относится химический состав твердых сплавов, определяющий их структуру [4.5, 4.6]. Углерод в наплавленном металле входит в состав упрочняющих элементов структуры, таких как карбиды железа и вместе с карбидообразующими элементами формирует специальные карбиды. К карбидообразующим элементам относятся хром и ванадий (карбиды типа Cr<sub>4</sub>C, Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>C•3Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, VC, V<sub>4</sub>C<sub>3</sub>, V<sub>2</sub>C), молибдена (в виде простых: Mo<sub>2</sub>C, MoC и сложных - Fe<sub>3</sub>Mo<sub>2</sub>C, Fe<sub>3</sub>MoC карбидов). Вольфрам входит в состав наплавленного

металла в виде простых (WC, W<sub>2</sub>C, W<sub>3</sub>C) и двойных (Fe<sub>3</sub>C-WC, Fe<sub>3</sub>C•3WC, 3W<sub>2</sub>C•Fe<sub>3</sub>C) карбидов.

Никель, как и хром, часто применяется в качестве легирующего элемента в сплавах, в том числе и при наплавке. Марганец в сплавах на железной основе обычно присутствует в твердом растворе, либо в виде сложных химических соединений с серой, кремнием, азотом. Титан находится в виде соединений типа TiC, TiN, карбонитридов, оксидах TiO<sub>2</sub> и, возможно, в сложных сульфидах, отмечается также его роль в сплавах, как специальной добавки для уменьшения склонности к интеркристаллитной коррозии [4.2, 4.6]. В наплавленном металле, титан находится в твердом растворе или в соединениях типа TiC, TiN, карбонитридах, оксидах TiO<sub>2</sub> и, возможно, в сложных сульфидах. Алюминий – обычно как раскислитель, но при содержании от 0,1 до 7 % масс в наплавках на железной основе - в виде дисперсных оксидов Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и нитридов AlN в связи с необходимостью повышения их твердости и износостойкости [4.1, 4.7].

Высокая износостойкость у сплавов с карбидами типа M<sub>6</sub>C+M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. Оптимальное соотношение карбидов к объему металла в пределах от 10,8 – 13,5. Существенную роль играет отношение количества карбидаобразующего элемента к углероду. Важное значение, с точки зрения обеспечения необходимого уровня износостойкости, имеет не только общее количество, но и форма карбидов. Например [4.7], для наплавленного металла с кубическими карбидами M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> износостойкость выше, чем с гексагональными карбидами хрома типа M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> и ромбоэдрическими карбидами типа M<sub>3</sub>C. Уровень износостойкости обычно повышается если карбиды богаты содержанием легирующих элементов.

При введении плавленного флюса для индукционной наплавки П-0,66 в состав борирующих обмазок, содержащих B<sub>4</sub>C, активаторы NH<sub>4</sub>Cl, CaF<sub>2</sub> интенсифицируется процесс борирования и увеличивается глубина превращения [4.8]. При этом поверхностные слои, состоят из боридов FeB и Fe<sub>2</sub>B, находящихся в матрице эвтектики Fe-B, с толщиной от 100 до 350 мкм, микротвёрдостью от 700 до 2300 HV и при износе от 100 до 600 мг на 10 км пути.

Противоречивость существующих результатов, отражающих влияние карбидов на износостойкость, а тем более сопротивление твердых сплавов преждевременному разрушению, обусловлена, в первую очередь, малыми

объемами измерений структур из-за отсутствия цифровых, быстрых и документированных процедур измерения морфологии карбидов, включая оценку неоднородности их размещения в объеме наплавки [4.9 – 4.11]. Так, обычно увеличение в сплавах количества карбидной фазы (например, карбидов вольфрама) связывают с их износостойкостью, что не всегда наблюдается на практике, в т.ч. в связи с изменением механизма изнашивания материала – переходу от упрочняющей функции карбидов к их выкрашиванию и, как результат, преждевременному износу и выходу из строя рабочих органов сельскохозяйственных машин.

Неравномерность размещения карбидов в структуре (карбидная сетка по границам зерна, карбидная эвтектика, их неслучайное расположение в матрице и др.) наплавленного твёрдого сплава, в частности, из-за особенностей кристаллизации (высокая температура нагрева, неравномерное охлаждение слоя металла и т. д.), сопутствующее этому разнообразие размеров и форм частиц вносит свой вклад в неизбежную вариацию свойств изделий в рамках промышленной технологии с одной стороны, сложности в определении оптимальной структуры карбидной составляющей с другой стороны [например, 4.9].

Отсюда практический интерес к количественным измерениям морфологии карбидов различной природы (частиц второй фазы в принципе), к развитию модельных представлений о влиянии их геометрии на поведение твёрдосплавных материалов, в частности, в процессах деформации и разрушении. Это существенно для выработки принципов прогноза оптимальных структур твердых сплавов, как новых, так и при совершенствовании уже существующих.

Для безвольфрамовых структур, в частности, также представляют интерес оценки роли слоистых структур в преждевременном разрушении, в первую очередь модельные. К таковым, например, относятся искусственные и естественные слоистые композиционные материалы или покрытия. Состоящие из последовательно чередующихся слоев двух различных материалов (или состояний), где обычно одна фаза – с высоким модулем упругости и прочностью – несет нагрузку, а другая, пластичная, обеспечивает сплошность и вязкость (снимая местные перегрузки своим течением) [4.9]. Преимущество композиций –

возможность располагать каркас макронеоднородно (в наиболее нагруженной части детали), ориентированно (вдоль оси наибольших напряжений) и сочетать фазы независимо от диаграммы их равновесий. Но здесь часто химическая несовместимость компонентов композиции (реакции между ними при производстве и эксплуатации) приводит к появлению переходного слоя иного (или переменного) состава и структуры, что нередко ухудшает комплекс свойств соединения в целом.

Наличие дисперсных частиц второй фазы в твердых сплавах обычно упрочняющий фактор, вследствие торможения на них дислокаций. В первом приближении их можно рассматривать как точечные препятствия: размеры частиц  $d$  и расстояния между ними  $\Lambda$  соотносятся как  $d \ll \Lambda$  и объемная доля второй фазы  $\rho$  не слишком велика. Считается, что дислокация, перемещаясь под внешним напряжением  $\tau$  останавливается у точечных препятствий, оставаясь в некоторой равновесной конфигурации. С увеличением внешнего напряжения  $\tau$  дислокация все сильнее изгибаются между препятствиями и при достижении  $\tau_c$  (критическое напряжение начала деформации) она отрывается от точечного(ых) препятствия(й). Это определение критического напряжения – оценка сверху, т.к. при этом не учитывается возможность отрыва дислокации вследствие термической активации при  $\tau < \tau_c$  [4.12]. Однако применимо к специфике работы наплавок в рабочих органах почвообрабатывающих машин рассматриваемое приближение допустимо.

Предельный случай равновесия дислокации, когда на площадке площадью  $S$  имеется в среднем одна точка закрепления дислокации препятствием. Из этого получаем концентрационную зависимость предела критического напряжения  $\tau_c$ , при котором дислокация теряет устойчивость, (фактически напряжение течения):

$$\tau_c = k_f \frac{Gb}{l_s} \left( \cos \frac{\theta_k}{2} \right)^{3/2} \quad (4.1)$$

где  $k_f$  – геометрический множитель, учитывающий конкретные особенности огибания дислокацией препятствия и изменяющийся в пределах 0,8 - 1,1. В первом приближении его можно считать  $k_f=1$  [4.9];

$G$  - модуль сдвига;

$B$  - вектор Бюргерса;

$\theta_k$  – критический угол огибаия дислокацией препятствия;

$l_s$  - среднее расстояние между препятствиями

С учетом соотношения между концентрацией частиц  $c$  и среднего расстояния между ними в плоскости  $l_s = (\sqrt{c})^{-1}$  можно получить концентрационную зависимость предела текучести

$$\tau_c = k_f G b \left( \cos \frac{\theta_k}{2} \right)^{3/2} \sqrt{c} \quad (4.2)$$

или  $\tau_c \propto \sqrt{c}$

При наличии упрочняющих частиц конечного размера  $d$ , расстояние  $l_s$  – это уже не расстояние между центрами закрепления, а между смежными границами частиц  $l_s = l_{ps} - d$ , ( $l_{ps}$  – расстояние между центрами частиц), что необходимо отразить в выражении 4.2, а концентрацию считать из соотношения  $l_{ps} = (\sqrt{c})^{-1}$   $\Psi = (\sqrt{c})^{-1}$ . Это приведет к отклонениям от зависимости  $\tau_c \propto \sqrt{c}$  при большой объемной доле упрочняющих частиц (при объемной доле  $c < 10^{-3}$  частицы любых размеров ни при каком способе их распределения по размерам не дают заметного упрочнения, однако они могут сыграть решающую роль в процессе разрушения [4.13]).

Разрушение двухфазных структур начинается с зарождения зародышевых трещин на части частиц второй фазы после деформации. Доля этих частиц  $f$  пропорциональна их концентрации:  $f = \beta c$  ( $\beta < 1$ ), а среднее расстояние между зародышевыми трещинами  $\langle \Lambda_c \rangle$

$$\Lambda = \sqrt{f} = \sqrt{\beta c} \quad (4.3)$$

В первом приближении можно принять, что все зародышевые трещины имеют длину  $d$  (размер частицы) и расположены случайно со средним расстоянием между ними  $\langle \Lambda_c \rangle$ . Исходя из условия потери устойчивости такой системы под

действием внешнего растягивающего напряжения  $\sigma$  [4.14], можно принять взаимодействие трещин, как парное. При некотором характерном для данной пары трещин напряжении  $\sigma_i$  происходит их объединение, что в итоге определяет развитие единой магистральной или нескольких трещин.

Под напряжением  $\sigma$  вокруг трещины длиной  $2L$  образуется область упругой разгрузки (область тени) радиусом  $L$  с центром в середине трещины. Если средняя плотность упругой энергии в области разгрузки  $u = \alpha\sigma^2 / 2E$  ( $\alpha \approx 1$ ,  $E$  – модуль Юнга), то при слиянии двух трещин длиной  $2L_1$  и  $2L_2$  в новую трещину длиной  $L_s$  выделится упругая энергия

$$U = \pi u(L^2 - L_1^2 - L_2^2) \quad (4.4)$$

На разрушение перемычки между трещинами толщиной  $2r$  затрачивается работа

$$A = a\pi r^2 \quad (4.5)$$

где  $a$  – средняя по области площадью  $\pi r^2$  плотность работы слияния трещин.

Условие объединения трещин длиной  $L_1$  и  $L_2$  в одну (при напряжении  $s$ ) длиной  $L_s$ :  $U \leq A$ , или

$$(u/a)(L^2 - L_1^2 - L_2^2) \geq r^2 \quad (4.6)$$

Величина  $s = u/a$  – безразмерное напряжение; при постоянных  $u$  и  $a$  оно пропорционально приложенному напряжению  $\sigma$ . Отношение длины зародышевой трещины к среднему расстоянию между зародышевыми трещинами  $m=d/\langle\Lambda\rangle$  – безразмерная длина зародышевой трещины – основной физический параметр модели. Критическое напряжение образования магистральной трещины (разрушения) можно определить методами компьютерного моделирования [4.15 – 4.17].

Для этого на квадратной площадке случайным образом можно разместить  $N$  параллельных зародышевых трещин одинаковой длины  $d$ . Для каждой из них

можно рассчитать область «тени» (экранирования напряжений), и, если фрагмент какой-либо трещины попадал в эту область, он считался неспособным к взаимодействию с другими трещинами. Далее на каждом шаге расчета при известном безразмерном напряжении  $s$  по условию (4.6) определялись все пары трещин, способных объединиться.

При увеличении напряжения с некоторым шагом  $\Delta s$ , в соответствии с (4.6), возможно появление пар, способных к объединению трещин. В той паре, где расстояние  $r$  между смежными концами трещин будет минимальным, вероятность слияния будет максимальной при минимальном напряжении  $s^*$  (4.6). Каждое слияние трещин порождает новую область экранирования напряжений («тень»), и этот процесс можно продолжить итерационно, пока длина  $x$ -проекции наибольшей трещины не достигнет критического значения, например, 0,65 размера площадки моделирования [4.17]. Максимальное из зафиксированных значений  $s^*$  можно принять за напряжение, соответствующее потере устойчивости системы трещин (разрушающее напряжение). Такая методика расчета соответствует мгновенному распространению трещины, что много больше скорости приложения внешнего напряжения  $s$ .

Прогноз сценариев объединения трещин по мере увеличения длин зародышевых трещин  $m \in [0,001; 0,3]$  и далее, при их числе  $N = 800$  показал, динамика объединения начинает меняться после при  $m \geq 0,03$ . При этом  $m$  существует достаточное количество зародышевых трещин, которые сливаются при меньшем, чем критическое, напряжении, что еще не приводит к образованию магистральной трещины. Устойчивость такой системы трещин нарушается только после достижения критического уровня напряжений, когда растет только одна трещина. При  $m = 0,1$  появлению критической трещины предшествует образование некоторого количества трещин, длина которых  $\langle l_c \rangle$  превышает среднее расстояние между зародышевыми трещинами  $\langle \Lambda \rangle$ , однако критическая трещина, как правило, единственная. Наконец, при  $m = 0,3$  образуется несколько независимо растущих трещин, которые могут останавливаться, попадая в область разгрузки других растущих трещин. Последовательность слияний до образования критической трещины, происходящих при примерно одинаковом напряжении  $s$ , результат принятого алгоритма (при каждом шаге объединяется только одна пара трещин).

Это не исключает одновременного слияния ряда трещин и возможность образования трещины критической длины практически после первого объединения трещин.

В полулогарифмических координатах зависимость критического напряжения от длины зародышевой трещины  $m$  – линейная функция:

$$s_k = A - B \ln m \quad (4.7)$$

По результатам моделирования эта зависимость существует в интервале  $m \in [0,003; 0,3]$  и нарушается при малых  $m$ , когда размер зародышевых трещин уже не имеет значения. В этом случае при слиянии первых зародышевых трещин  $r \approx L$ , а условие слияния (4.6) для них вырождается в условие  $s > 1$ . Такое отклонение от зависимости (4.7) возможно для средних значений  $\langle s_k \rangle$  при  $m = 0,001$ .

Из сделанных оценок возможного взаимодействия зародышевых трещин вытекает, что в твердых сплавах, при наличии выраженной неоднородности строения структуры (структурные составляющие различных размеров и форм, широкого разнообразия их взаимного расположения – конфигурации) спектр сценариев развития разрушения может оказаться весьма широк, вследствие чего необходимы совместные прямые измерения строения структур и изломов (в масштабах наплавок). При этом, очевидно, что особое внимание необходимо уделить статистической природе рассматриваемых объектов, определению параметров, описывающих её.

Безусловно, важным фактором качества покрытий рассматриваемого назначения является технология их получения в целом. Фактически, твердосплавное покрытие – это поверхностный слой, в рассматриваемом случае, рабочих органов, работающий в условиях ударно-абразивного износа, характеризующийся некоторой толщиной, химическим составом, его производной – структурой, отличающимися от аналогичных характеристик материала основы, обычно конструкционных сталей различной степени легированности.

Спектр материалов, используемых в качестве покрытий, достаточно широк, их получение возможно с использованием различных технологий. В качестве

материала покрытия традиционно используется ряд твёрдых сплавов, обеспечивающих заданные свойства поверхности (или комплекс свойств) Классификация покрытий обычно подразделяется по методам получения (механические, физические, химические, электрофизические), по виду технологического процесса (наплавка, гальванические, вакуумные), используемым материалам, по состоянию используемых материалов (нанесение покрытий в твердом состоянии, из жидкой фазы, электролитических растворов, расплавов; из газов или газовых смесей) [4.17, 4.18].

В рамках каждой технологии нанесения покрытий реализуется свой спектр возможностей (обратная сторона такой специализации порождает свои недостатки) преимущества и недостатки. Например, плазменный метод нанесения на поверхность подложки покрытий обеспечивает высокий уровень связи наплавок с основой, но высокие температуры, характерные для него повышают риск перегрева основы, возможность его охрупчивания вследствие этого. При напылении обеспечивается возможность получения толстых однородных покрытий, процесс нанесения может контролироваться и управляться, но есть риск перегрева материала основы.

Достаточно эффективными, с точки зрения технологичности, приемами нанесения металлических и металлокерамических покрытий, являются газодинамические технологии, включающие в себя подачу предварительно нагретого сжатого воздуха в сверхзвуковое сопло, подачу в сформированный в сопле сверхзвуковой воздушный поток порошкового материала, его ускорение в сопле с последующим направлением на поверхность обрабатываемой детали [4.20]. При этом в сверхзвуковой поток воздуха подают сначала абразивный порошковый материал с размером частиц 30 – 300 мкм, а затем порошок, предназначенный для формирования покрытия. Метод отличает возможность совмещения стадии подготовки поверхности и нанесения покрытия исключение общего существенного перегрева детали.

Широко применяются технологии индукционной наплавки деталей, например, зубьев тяжёлых борон [4.1]. В качестве наплавочного материала используют, например, порошок ПГ-С-27 зернистостью 63 мкм. После наплавки получается твердость до 65 HRC на глубине до 2 мм. Отмечается, что

использование в серийном производстве технологии упрочнения наплавок порошковых материалов с использованием токов высокой частоты обеспечивает приемлемое сцепление наплавки с рабочими органами сельскохозяйственных машин, но ограничено недостаточно высокой производительностью труда.

Для повышения износостойкости деталей, работающих в высоко абразивной среде покрытие может наноситься методом обливания или распыления с последующей температурной обработкой. В смесь покрытия включены металлические порошки, карбиды и связующие вещества [4.1]. При спекании в печи в контролируемой атмосфере при температуре выше 982 °С происходит образование прочной металлической связи с основой. Твердость покрытия составляет 56 – 60 HRC. Активно развиваются лазерные и иные инновационные методы нанесения покрытий [4.21 – 4.26].

В целом, применение существующих методов нанесения твердосплавных покрытий обеспечивает возможность нанесения как существующих, так и перспективных новых твердых сплавов на рабочие органы сельскохозяйственных машин, образования достаточно прочной связи покрытия с металлической основой рабочего органа. Однако в рамках работы был сделан акцент на составы и технологии нанесения покрытий, получивших применение в производственных условиях АО «РТП «Петровское», в связи с необходимостью привязки к ним предлагаемых научно-технических решений (в рамках проекта ФЦП) и возможностью их быстрой апробации и коррекции в промышленных условиях.

#### **4.1.3 Неоднородность структур и свойств серийных твердых сплавов**

Для промышленных твёрдых сплавов также характерна неоднородность структур, причина различий в уровне их свойств, в частности, в наплавках рабочих органов почвообрабатывающих машин сельскохозяйственного назначения. Помимо прочности и износостойкости покрытий, что обычно обеспечивает ресурс их работы, большое значение имеет высокое сопротивление твёрдых сплавов преждевременному разрушению. Его определяют механизмы разрушения неоднородных структур твёрдых сплавов. Недостаточно глубокое их понимание затрудняет выбор оптимальной геометрии структур под заданные свойства,

обоснованный подход к корректировке их состава, технологии нанесения покрытий. Существующая практика оптимизации их свойств основывается в основном на эмпирическом подборе составов и вариации технологических параметров, отсутствует понимание требований к морфологии структуры на основе критериев (эталонных шкал, эмпирических выражений) [4.5, 4.6, 4.8]. Есть определенные представления о требованиях к структуре твердых сплавов в связи с необходимостью достижения высокой износостойкости, однако её повышение неизбежно увеличивает риски преждевременного разрушения при ударных нагрузках в сложных почвах, а в какой мере существующие требования к структуре учитывают это обстоятельство, не вполне понятно. Одной из причин имеющихся трудностей явилось отсутствие массовых, документальных измерений структур твердых сплавов и, как следствие, достаточной статистики наблюдений в масштабах образцов и деталей в сопоставлении с механизмами их разрушения (строением изломов) [4.8]. Получение воспроизводимых, статистически значимых характеристик структур и изломов стало возможным на основе использования быстродействующих цифровых процедур.

В качестве объекта исследования были выбраны широко распространенные твердые сплавы на основе железа типа ПГ-ФБХ-6-2, ПР-Х30СРНДЮ, ПР-Х4ГСР, никеля - ПР-Н67Х18С5Р4, с добавлением вольфрама - ПГ-ФБХ-6-2 (68 %) + WC (30 %) + Al (2 %), полученные методом плазменной наплавки в соответствии с принятой технологией [4.8] - покрытия толщиной от 2 до 4 мм (в промышленных условиях ФГБНУ ФНАЦ ВИМ и АО РТП «Петровское» при выполнении совместных работ в рамках ФЦП).

Наплавку существующих твердых сплавов осуществляли на полоске основы – конструкционной высокопрочной стали 30ХГСА шириной 60 мм и длиной 210 + 10 мм (кратной 30 мм). Затем из наплавленных (ширина слоя 23 – 28 мм) полосок на отрезном станке «metasecar» с охлаждением, отрезались двухслойные образцы шириной 30 мм. Затем в отдельных образцах (для лабораторных испытаний на круговом почвенном стенде) просверливались отверстия для крепежа. Толщина материала основы образцов составила 6 и 8 мм.

Эталонные образцы (монометаллические, материал основы без наплавки) из стали 30ХГСА и 45 (6 – 8 × 30 × 60 мм) изготавливались путем плазменной резки.

После изготовления все образцы (и наплавленные серийными твердыми сплавами и эталонные, ненаплавленные) маркировались и подвергались объемной термической обработке. Образцы с материалом основы из стали 30ХГСА закаливались в воде с температуры нагрева  $900 \pm 10$  °C и отпускались на воздухе при температуре  $200 \pm 10$  °C на твердость 44 – 49 HRC. Образцы из стали 45 закаливались в воде с температуры  $850 \pm 10$  °C и отпускались на воздух при температуре  $450 \pm 10$  °C на твердость 39 – 42 HRC.

Образцы для испытаний на машине-трения ИМ-01, как наплавленные твердым сплавом, так и монометаллические ненаплавленные дополнительно прошлифовывались на шлифовальном станке до чистоты 2,5. Наплавка существующих порошковых твердых сплавов осуществлялась плазменно-дуговым способом (в некоторых случаях газопламенным: ацетилено-кислородным способом).

Для исследования изломов (сканирующий электронный микроскоп VEGA 3 SBH производства TESCAN с микроанализатором EasyEDX производства Bruker) и Hitachi TM 3030+ было подготовлено не менее 3 образцов на вариант для статического и динамического (трёхточечный изгиб) нагружения - разрывная машина Instron 150 LX.

Образцы для двух видов нагружения были подготовлены в соответствии с ГОСТ 9454-78 «Металлы. Метод испытания на ударный изгиб при пониженных, комнатной и повышенных температурах», глубина надреза (со стороны наплавки) составила 0,2 мм для наплавок толщиной от 0,6 до 2,0 мм включительно, 0,5 мм – более 2 мм (до 4,0 мм включительно), диаметр проволоки для его нанесения – 0,25 мм.

Подготовка изломов для исследования включала в себя их вырезку из разрушенного образца. Для защиты излома от коррозии в воде на стенде для прецизионной резки образцов Isomet 4000 Buehler, они помещались в термоусадочную трубку и после обсадки герметизировались резиновым герметиком, время подготовки к резке занимало 12 ч. (из-за медленной скорости застывания герметика).

Фотографии структур были сделаны на оптическом микроскопе Axio Observer D1m Carl Zeiss в диапазоне увеличений:  $\times 50$  –  $\times 1000$ . Для исследования

изломов использовался сканирующий электронный микроскоп VEGA 3 SBH производства TESCAN с микроанализатором EasyEDX производства Bruker и Hitachi TM 3030+.

Объем измерений структур и изломов для каждого сплава выбирался с учетом габаритов нанесенного покрытия, неоднородности его строения структур, необходимости обеспечения воспроизводимости полученных результатов.

Структуры исследуемых твердых сплавов отличала выраженная неоднородность строения (рис. 4.1 а, б, в), по толщине наплавок обычно наблюдалась градиентная структура: периферийный (износостойкий) слой (А), с крупными карбидами различной формы: иглы или многогранники; промежуточный (Б), с относительно однородной структурой, чаще всего дендритной, но может быть и мелкодисперсной (игольчатой морфологии) и переходный (В) – приграничная к металлу основы (сталь 30ХГСА) область с грубыми дендритами в однородной прослойке из смеси твердосплавного порошка и основного металла рабочего органа [4.27, 4.28]. Такое разнообразие структур нашло свое отражение в строении изломов (см. рис. 4.1 г, д. е).

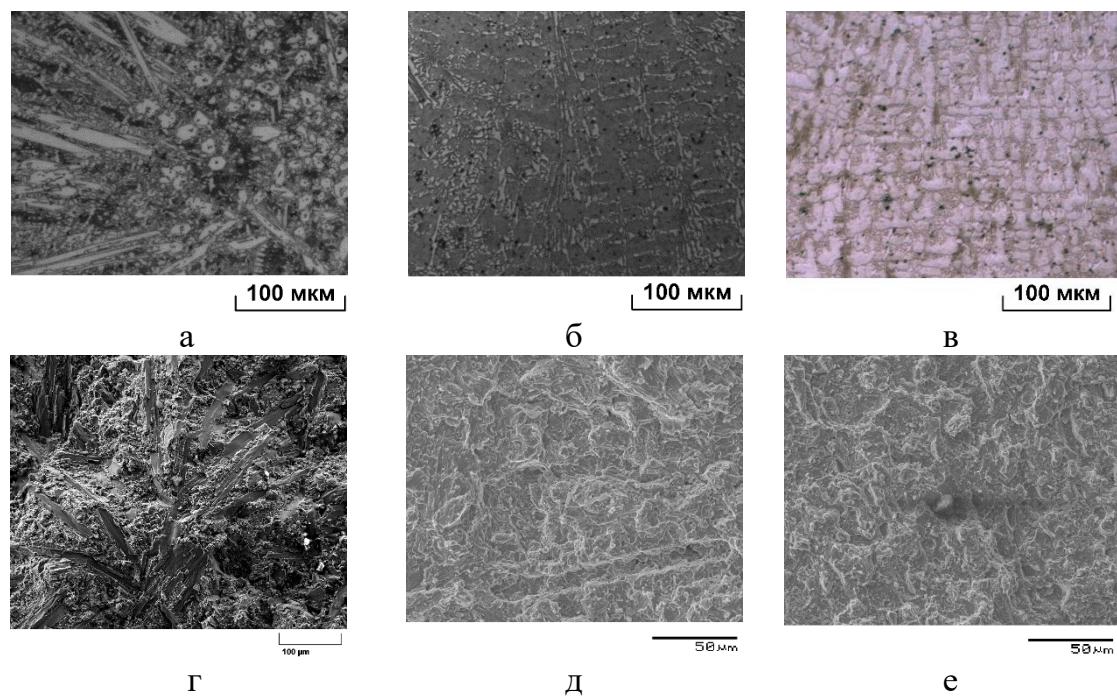


Рис. 4.1. Разнообразие строения структур твёрдых сплавов ПГ-ФБХ-6-2, ПР-Х30СРНДЮ и ПР-Х4ГСР (а – в) и морфологии их изломов (г – е) соответственно

Далеко не всегда явно наблюдаемая взаимосвязь между строением структур и изломов – признак определяющей роли неоднородности структур твердых сплавов в их сопротивлении разрушению и возможности прогноза риска их преждевременного разрушения в изделиях.

Сшивка кадров (полей зрения микроскопа при фиксированном увеличении) позволила оценить неоднородность структур твёрдых сплавов в масштабе покрытия. Отдельные кадры после бинаризации и фильтрации были использованы для измерения геометрии элементов структур. Бинаризацию - преобразование первичного изображения из 256 оттенков серого в матрицу «1-0» («белое-чёрное»), где «1» – объект, а «2» – фон, проводили по перегибу на кривой «суммарная площадь объектов – общий их периметр», получаемой при последовательном изменении уровня контраста от 256 до 0 с шагом 10 (в градациях серого). Фильтрацию бинарных изображений проводили для удаления шумов, например, точечного масштаба, когда их размеры не позволяли однозначно интерпретировать их природу (состав) с использованием микроанализатора (класса EasyEDX). Применение фильтрации было полезно также в тех случаях, когда необходимо было выделить однородные частицы идентичной природы, в частности, боридов для оценки неоднородности их размещения в поле зрения.

Выбор геометрических параметров изображений (площадь, периметр, анизотропия, преимущественная ориентировка на плоскости шлифа в заданном направлении, плотность и объемная доля) основывался на их роли в процессах деформации, износа и разрушения. При оценке его риска (в наплавках) исходили из условия развития хрупкого разрушения - наличие очаговой трещины критического размера  $d_c \geq \pi(K_{IC}/\sigma_T)^2/2$ . Из этого вытекает необходимость определения масштабов неоднородности размеров элементов структуры и размещения мелких объектов. Размеры элементов структуры могли существенно различаться как между сплавами, так и отдельными областями градиентной структуры наплавки (табл. 4.1) [4.29]. Очевидно, что, например, при практически четырёхкратном различии в величине средней площади объектов  $\langle s \rangle$  в периферийном слое (A) в сплавах следует ожидать соответствующего повышения риска зарождения хрупкой трещины в наплавках, полученных на основе сплава ПГ-ФБХ-6-2.

Табл. 4.1. Геометрические параметры упрочняющих элементов структуры (белые объекты на бинарных изображениях) твердосплавных покрытий из сплавов ПГ-ФБХ-6-2 и ПР-Х30СРНДЮ

Сплав	Параметр геометрии структуры	Слой/область		
		A	B	B
ПГ-ФБХ-6-2	Объемная доля белых объектов, %	44,70	31,80	54,40
	Средняя площадь белых объектов, мкм <sup>2</sup>	17,60 ± 0,43	9,00 ± 0,11	9,60 ± 0,18
	Плотность, шт/мм <sup>2</sup> , 10 <sup>4</sup>	3,00	4,00	6,00
	Анизотропия белых объектов	1,800 ± 0,003	1,800 ± 0,002	1,900 ± 0,002
	Средний периметр белых объектов, мкм	15,80 ± 0,29	11,40 ± 0,10	10,90 ± 0,15
	Преимущественная ориентировка, град	-90 – -45	45 – 90	45 – 90
ПР-Х30СРНДЮ	Объемная доля белых объектов, %	54,40	64,00	55,00
	Средняя площадь белых объектов, мкм <sup>2</sup>	4,50 ± 2,80	21,40 ± 18,70	9,3 ± 4,8
	Плотность, шт/мм <sup>2</sup> , 10 <sup>4</sup>	12	2	5
	Анизотропия	1,70 ± 0,02	1,70 ± 0,04	1,80 ± 0,03
	Средний периметр белых объектов, мкм	4,50 ± 1,57	12,00 ± 6,60	8,20 ± 1,50
	Преимущественная ориентировка, град	-90 – -45	-90 – -45	-90 – -45

Очевидно, чтобы в полной мере оценить возможные риски зарождения хрупкого разрушения можно только на основе анализа статистики распределения значений площадей упрочняющих элементов структуры (карбидов, боридов) в относительно вязкой среде на основе спечённого при плазменном наплавлении порошка. Их асимметричный характер (рис. 4.2) показывает, что средние значения площадей упрочняющей фазы могут не в полной мере оценить степень опасности объектов при прогнозе вязкости наплавок, с одной стороны [4.27, 4.28]. В частности, в исследуемых сплавах их средние значения были в 3 – 5 раз меньше максимальных значений, при этом доля последних (относительно площади, занимаемой всеми частицами на шлиффе) составляла 40 – 50 %, а их количество – доли процента от общего количества упрочняющих частиц.

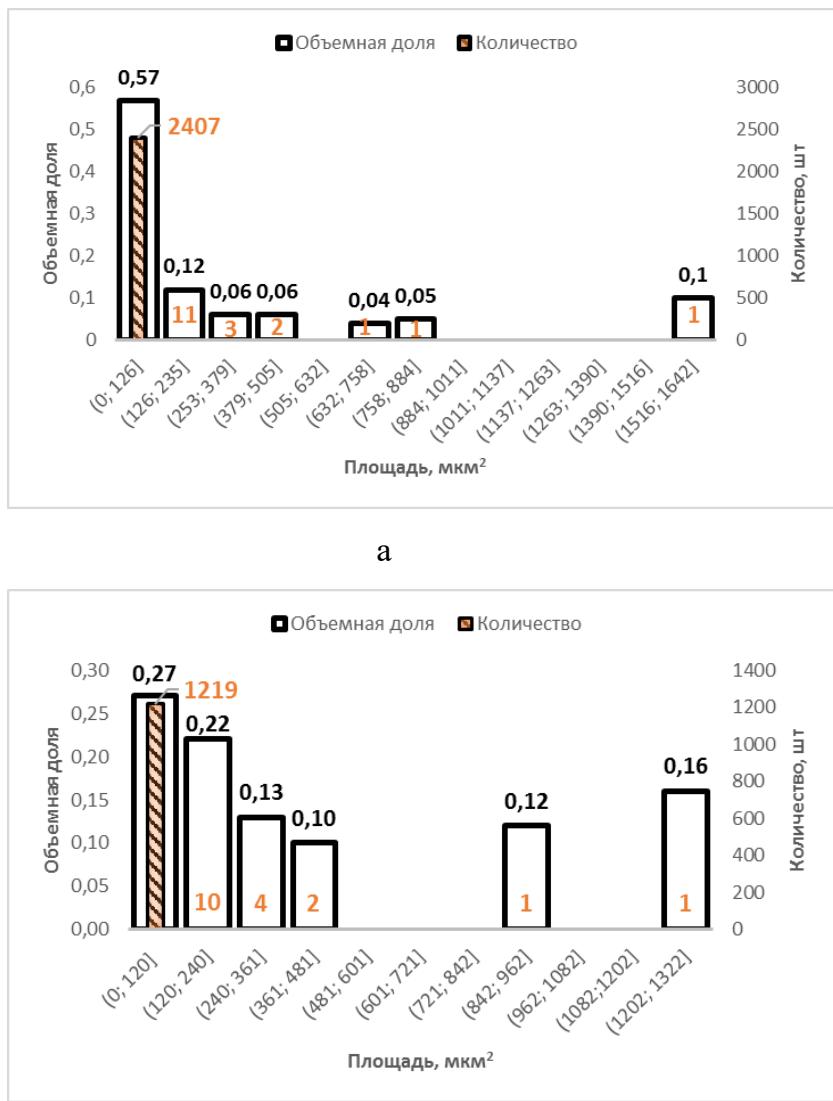


Рис. 4.2. Распределение значений площадей частиц в твёрдых сплавах ПГ-ФБХ-6-2  
 (а) и ПР-Х30СРНДЮ (б) по количеству и долям площади поля зрения,  
 занимаемыми ими

При несимметричном виде распределения сопоставление различных выборок результатов измерения параметров геометрии структур твердых сплавов по их средним значениям также может оказаться недостаточным, особенно при относительно близких значениях. В этой связи их сравнение предпочтительнее проводить с использованием непараметрической статистики, в частности критерия Смирнова.

Для оценки сопротивления разрушению твердых сплавов важны как размеры упрочняющих частиц, так и их размещение в относительно вязкой матрице. При их

характерном неравномерном размещении, например, как в твердом сплаве на основе никеля ПР-Н67Х18С5Р4 (рис. 4.3 а,б), возможно локальное выкрашивание наплавок на рабочих органах почвообрабатывающих машин. Из двух хвостов гистограммы распределения величин отрезков  $L_{ij}$ , соединяющих центры смежных полиэдров Вороного  $i$  и  $j$  (см. рис 4.3 в,г), распределения полигонов по расстоянию между их центрами – центрами тяжести частиц можно оценить степень их разреженности и скученности (табл. 4.2) [4.27].

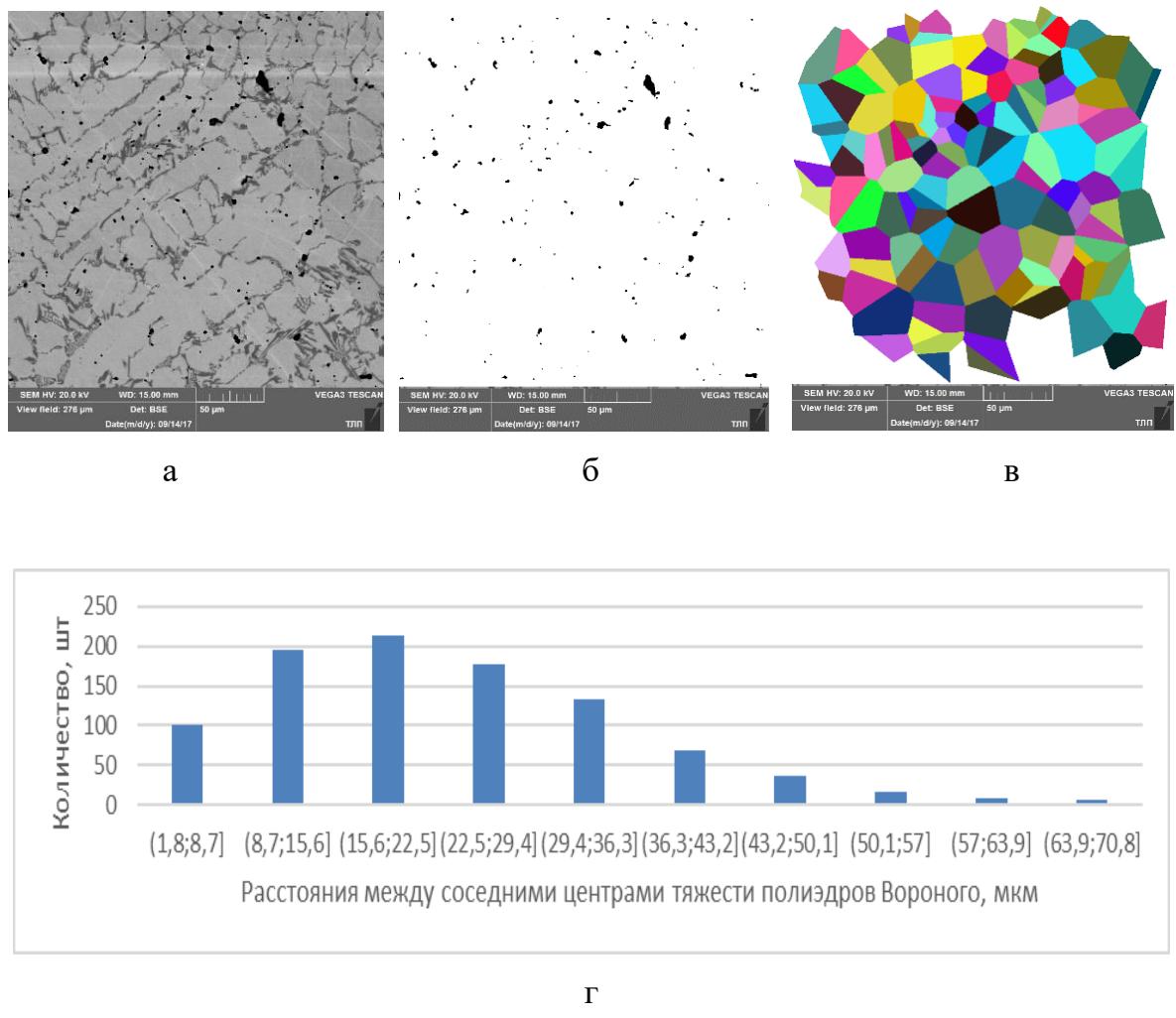


Рис. 4.3. Статистика размещения упрочняющих частиц в структуре никелевого сплава ПР-Н67Х18С5Р4 (а) (после их выделения с использованием цифровых процедур бинаризации и фильтрации - б) на основе построения полигонов Вороного (в) и гистограмм распределения расстояний  $L_{ij}$  между смежными полигонами (частицами) (г)

Табл. 4.2. Статистика геометрии упрочняющих частиц и полиэдров Вороного, построенных на них (твердый сплав на никелевой основе)

Параметры	Среднее $\langle X \rangle$ , мкм	$X_{\max}$ , мкм	$X_{\min}$ , мкм	Размах $\Delta = X_{\max} - X_{\min}$ , мкм	Коэффициенты	
					асимметрии $A_s$	экспесса $E_s$
Площадь частиц, мкм <sup>2</sup>	$4,0 \pm 0,6$	30,0	0,3	29,3	3,18	12,52
Площадь полиэдров Вороного, мкм <sup>2</sup>	$405,3 \pm 18,9$	1008,8	44,5	964,3	0,60	-0,43
Число соседей полиэдров $n$ , шт	$6,0 \pm 1,4$	10,0	3,0	7,0	0,57	0,78
Расстояние между смежными частицами (полиэдрами) $L_{ij}$ , мкм	$23,4 \pm 0,4$	69,4	1,8	67,8	0,77	0,54

Величина коэффициентов асимметрии  $A_s$ , приведенных выше распределений, отражает их значительную асимметрию (обычно принято считать таковой, при  $|A_s| > 0,5$  [4.29]), положительный знак – смещённость хвоста распределения вправо. При положительном значении экспесса  $E_s$  – большая заостренность пика распределения (относительного нормального) означает, что в рассматриваемом варианте структуры твёрдого сплава размеры упрочняющих частиц и расстояния между ними (в своем большинстве) находятся в относительно узких диапазонах значений. Однако правосторонний вид гистограмм означает, что в структуре наблюдаются отдельные, относительно крупные частицы (в нашем случае в 2 – 6 раз выше среднего их размера по выборке) и области, отличающиеся расстоянием между частицами в 2 – 3 раза больше их средних значений. Это одна из причин неравномерного выкрашивания твёрдосплавной наплавки и повышенного риска её преждевременного износа и разрушения [например, 4.30].

Исследуемые твердые сплавы отличало многообразие структур, в отдельном сплаве могли наблюдаться структуры разных масштабов. К крупным её составляющим в сплавах ПГ-ФБХ-6-2, ПР-Х30РНДЮ, ПР-Х4ГСР и ПГ-ФБХ-6-2 (68 %) + WC (30 %) + Al (2 %), относились карбиды и дендриты, длина  $l_d$  таких дендритов варьировалась в интервале от 80 до 170 мкм. В сплавах ПГ-ФБХ-6-2, ПР-Х30РНДЮ наблюдалась также карбиды игольчатой формы, длина  $l_c$  которых достигала 300 и 200 мкм соответственно, а соотношение длины к поперечнику ( $t_c$ )  $l_c/t_c \in$ . Именно этот масштабный уровень определял зарождение хрупкого

разрушения в промышленных твердых сплавах (в соответствии с выражением  $d_c \geq \pi(K_{IC}/\sigma_T)^2/2$  [4.31]), а далее по мере перераспределения напряжений в процесс разрушения последовательно вовлекались структурные элементы меньших размеров. При наблюдаемых различиях в размерах крупных карбидов (в 2 – 5 раз) в твердых сплавах, следует ожидать соответствующих различий и в их сопротивлении разрушению. В этой связи повышение дисперсности структурных составляющих, снижение величины размаха  $\Delta$  размера элементов структуры  $l_i$  ( $\Delta = l_{max} - l_{min}$ ), должно привести как к увеличению их сопротивления хрупкому разрушению, так и к предотвращению выкрашивания частиц (повышению износостойкости материала в условиях абразивного износа).

Опасны не только крупные частицы, как концентратор напряжений, такими могут быть и относительно мелкие упрочняющие включения (карбиды, бориды, нитриды), там, где они образовали скопления, и где уровень критического значения  $d_c$  будет достигнут быстрее, по сравнению с областями, где наблюдается рассеянный характер их размещения. Статистика полиэдротов Вороного позволила оценить масштабы подобных кластеров однотипных элементов структуры – их поперечник достигал 300 – 370 мкм, что было соизмеримо с размерами крупных карбидов игольчатой формы.

Морфология структуры износостойких наплавок для рабочих органов почвообрабатывающих машин (ПОМ) «в норме» представляет собой однотипные частицы твердой фазы, например, карбиды, размещенные в относительно мягкой матрице (см. рис. 4.1), с наиболее «случайным» – пуассоновым (некоррелированным) распределением [4.11], оценки значимости различий которых исходят из принципа максимума правдоподобия [4.32, 4.33]. При таком случайному размещении частиц в матрице одной из вероятных причин повреждаемости наплавок при их силовом контакте с почвой является многократное пластическое деформирование одних и тех же объемов металла матрицы абразивными частицами почвы. В результате наклепа, вызванного таким воздействием, в локальных объемах достигается предел прочности матрицы – условие её разрушения.

В таком случае количество и размеры карбидной фазы (боридов и нитридов соответственно) в твердых сплавах будут определять, как уровень их

износостойкости, так и сопротивления разрушению с учетом совместного влияния межчастичного расстояния между ними. Принимая во внимание наблюдаемое разнообразие видов распределения частиц по размерам и вариации межчастичного расстояния, очевидно, что полнота таких оценок будет также определяться учетом статистики распределения их значений.

В этой связи в работе предложен подход к оценке критической степени локальной деформации  $\epsilon$ , предшествующей началу разрушения матрицы износостойкой наплавки, в зависимости от совместного влияния двух параметров структуры – средней толщины вязких прослоек  $\langle h_l \rangle$  между твердыми (упрочняющими) элементами структуры и коэффициента асимметрии  $A_s$  распределения значений толщин этих прослоек (которые варьировались для исследуемых сплавов в пределах от 0,8 до 1,8 мкм и от 2,47 до 3,23 соответственно) (табл. 4.3) [4.34].

Табл. 4.3. Характеристики экспериментальных распределений значений толщин прослоек  $h_l$  в структуре исследуемых твердых сплавов

Сплав	Средняя толщина $\langle h_l \rangle$ , мкм	Максимальное значение толщины $h_l$ , мкм	Коэффициент асимметрии, $A_s$
ПГ-ФБХ-6-2	1,8	16	3,23
ПР-Х30РНДЮ	0,8	7	2,62
ПР-Х4ГСР	1,5	127	2,47
ПГ-ФБХ-6-2 (68 %) + WC (30 %) + Al (2 %)	1,2	97	2,74

Абсолютные значения толщины прослоек связаны с объемной долей твердой фазы. Коэффициент асимметрии  $A_s$ , оценивает отклонение от симметричности в распределении характеристик геометрии структуры ( $A_s = 0$  для симметричного, в частности нормального распределения).

В качестве универсального описания асимметричного распределения (значений толщин прослоек  $h_l$ , в данном случае) обычно используется гамма–распределение с плотностью вероятности [4.35].

$$w_\gamma(h) = \frac{\lambda(\lambda h)^{b-1} \exp(-\lambda h)}{\Gamma(b)} \quad (4.8)$$

где  $\Gamma(b)$  – гамма-функция Эйлера,

$\lambda$  – масштабный фактор.

Параметр  $b$  в распределении (4.1) – параметр формы. По мере его увеличения величина коэффициента асимметрии  $A_S = 2 / \sqrt{b}$  уменьшается, а само распределение стремится к нормальному виду.

Поведение квазивязких прослоек между твердыми включениями аналогично тонким металлическим пленкам, прочностные характеристики которых – предел текучести  $\sigma_t(h)$  и предел прочности  $\sigma_b(h)$  – зависят от их толщины  $h$  по закону, подобному закону Холла-Петча, где размер зерна  $d_g$  заменен толщиной пленки  $h$  [4.9]. Очевидно, что с уменьшением толщины прослойки напряжение течения и разрушающее напряжение будут возрастать, а пластичность снижаться. В процессе деформации прослойки подвергаются наклепу и связанному с ним деформационному упрочнению [4.9]. Напряжение течения прослойки толщиной  $h$   $\sigma_t(\varepsilon, h)$  в результате деформации (величиной  $\varepsilon$ ) возрастает как

$$\sigma_T(\varepsilon, h) = \sigma_T(h) + B\sqrt{\varepsilon} \quad (4.9)$$

где  $\sigma_T(h)$  – начальный предел текучести прослойки толщиной  $h$ ,

$B$  – коэффициент деформационного упрочнения.

Разрушение прослойки толщиной  $h$  наступит, когда в результате деформационного упрочнения напряжение её течения достигнет предела прочности и дальнейшая пластическая деформация прослойки станет невозможной. Таким образом, приравняв напряжение течения (4.9) к пределу прочности, с учетом известных соотношений Холла-Петча получим условие предельно возможной деформации квазивязкой прослойки толщиной  $h$ , при достижении которой начнется её разрушение:

$$\sigma_{B0} + \frac{k_B}{\sqrt{h}} = \sigma_{T0} + \frac{k_T}{\sqrt{h}} + B\sqrt{\varepsilon}$$

или

$$\sqrt{\varepsilon} = \frac{1}{B} \left[ (\sigma_{B0} - \sigma_{T0}) - \frac{k_T - k_B}{\sqrt{h}} \right] \quad (4.10)$$

где  $k_T$  и  $k_B$  – коэффициенты Холла-Петча для напряжения течения и разрушающего напряжения соответственно.

Износостойкая наплавка будет разрушаться (выкрашиваться), когда в результате многократной деформации определенная доля  $p_l$  всех прослоек, начиная с самых тонких, подвергнется предельной степени деформации (4.10). Достигшие предельной деформации бывшие квазивязкие прослойки становятся элементами своеобразного недеформируемого каркаса. Перколяционные модели оценивают долю  $p$ , при которой из отдельных элементов образуется сплошной каркас  $p = 0,16 - 0,34$  в зависимости от степени взаимного перекрытия образующих каркас объемов [4.11]. Для дальнейших расчетов в работе было принято среднее значение  $p = 0,25$ .

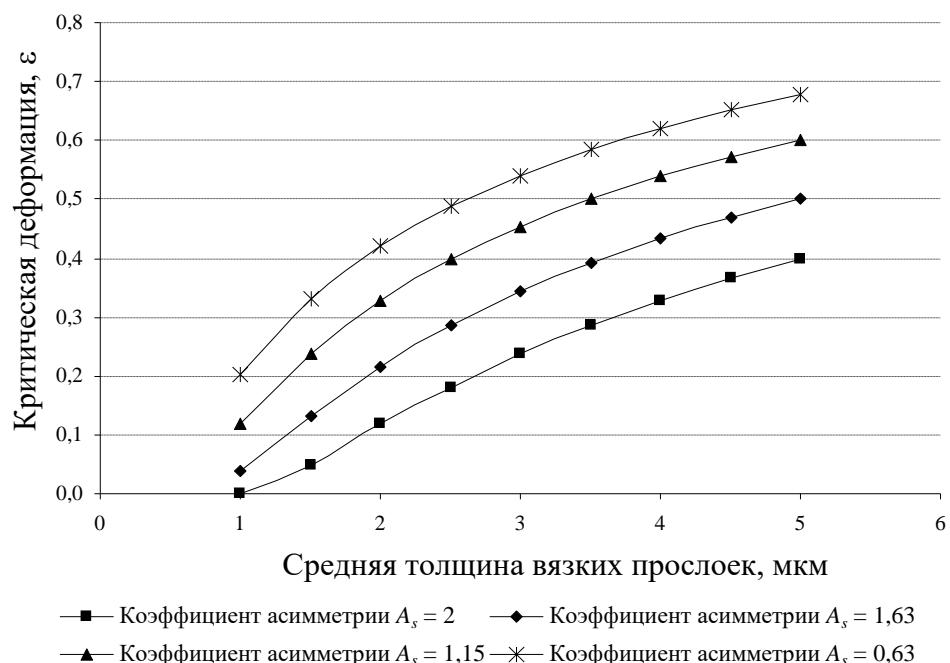
Максимальная толщина прослойки  $h$ , соответствующая доле предельно деформированных прослоек  $p = 0,25$ , определялась из обратной функции гамма-распределения  $w_\gamma^{-1}(p) = h$  при заданном значении параметра формы  $b$ . Подставив полученную величину  $h$  в уравнение (4.3), можно определить величину критической деформации  $\varepsilon$ , после которой начнется разрушение наплавки с заданным распределением толщин вязких прослоек. Для расчетов были приняты типичные значения параметров, фигурирующих в условии (4.10):  $\sigma_{B0} - \sigma_{T0} = 300$  МПа,  $k_T - k_B = 5$  МПа•мм<sup>3/2</sup>, коэффициент деформационного упрочнения  $B = G/300$ , где модуль сдвига железа  $G = 80$  Гпа [4.36].

Различные формы кривой гамма-распределения получали за счет варьирования значений параметра формы  $b$  в пределах от 1 до 10, что соответствовало изменению значений коэффициента асимметрии  $A_s$  от 2 до 0,632. Расчеты проводились для двух вариантов. В первом варианте величина параметра формы  $b$  оставалась постоянной, а изменялся масштабный фактор  $\lambda$  и вместе с ним значение средней толщины прослойки  $\langle h_l \rangle$ . Во втором варианте изменялось

значение параметра формы  $b$ , а средняя толщина прослойки  $\langle h_l \rangle$  оставалась постоянной.

Показано (рис. 4.4 а), что критическая деформация  $\varepsilon$  возрастает по мере увеличения средней толщины прослоек  $\langle h_l \rangle$  (в масштабах их размеров по результатам прямых измерений на изображениях структур, исследуемых серийных твердых сплавов). При разных значениях коэффициентов асимметрии  $A_s$  зависимости ведут себя подобно, т.е. характер изменения слабо зависит от вида распределения прослоек по толщинам.

При неизменной средней толщине вязкой прослойки  $\langle h_l \rangle$  критическая деформация до разрушения наплавки  $\varepsilon$  может изменяться в несколько раз только за счет изменения асимметрии распределения прослоек по толщине (рис. 4.4 б).



а

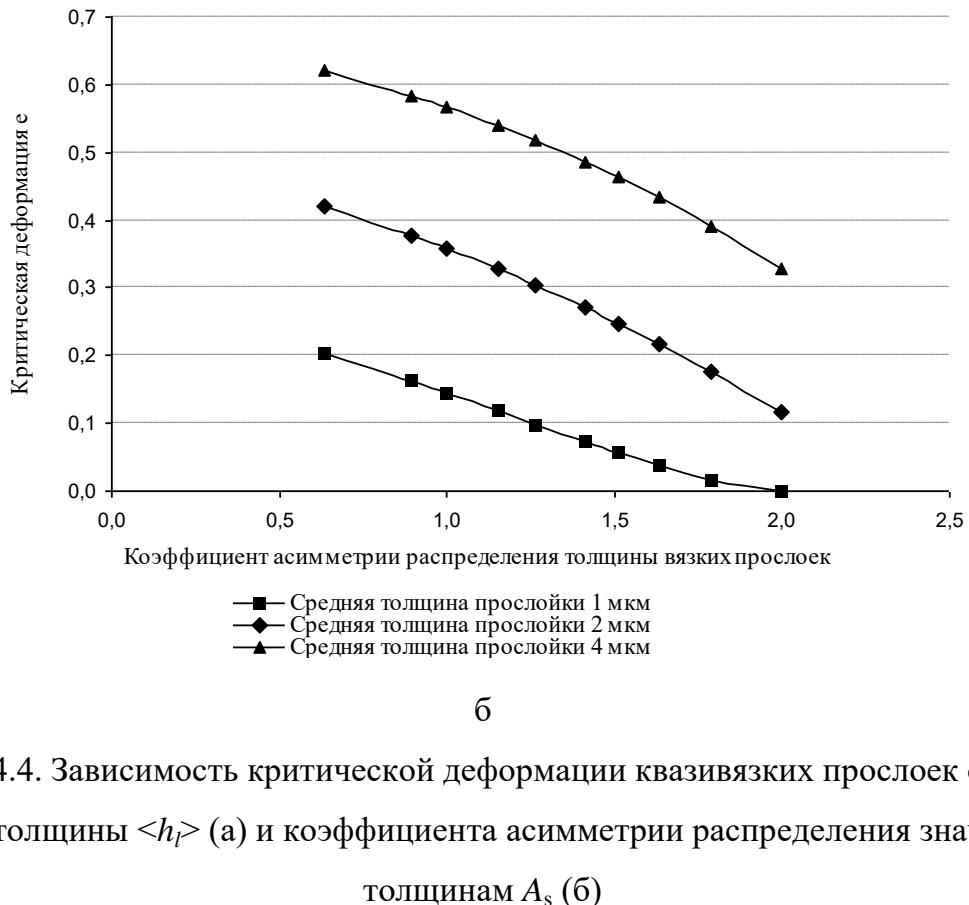


Рис. 4.4. Зависимость критической деформации квазивязких прослоек от их средней толщины  $\langle h_l \rangle$  (а) и коэффициента асимметрии распределения значений их толщинам  $A_s$  (б)

В целом, это означает, что толщины квазивязких прослоек матрицы твердого сплава и значения коэффициентов асимметрии их распределения количественно связаны с сопротивлением наплавок разрушению. Новизна предложенного подхода получила подтверждение – «Способ определения склонности к преждевременному разрушению твердых сплавов, используемых в качестве упрочняющих наплавок рабочих органов сельскохозяйственных машин» / Кудря А.В., Мельниченко А.С., Ахмедова Т.Ш., Соколовская Э.А. Патент РФ на изобретение № 2 668 691(13) от 02.10.2018, заявка на выдачу патента № 2017146336/15 от 27.12.2017 г.

#### 4.1.4 Роль вязких перемычек в разрушении твердых сплавов

При разрушении материала в среде с макро- или микроструктурой стохастическое слияние из нескольких взаимодействующих микротрещин образует магистральную трещину [4.14]. Последующий ее рост представляет собой, как правило, постоянное образование микротрещин впереди кромки и их

присоединение, который может сопровождаться сохранением перемычек позади фронта – «останцев» [например, 4.37 – 4.40]. Масштабы, конфигурации и природа таких мостов многообразны. Локальный прорыв трещины, делает возможным, возникновение сложной схемы напряженного состояния с большой долей касательных напряжений в оставшемся «в тылу» неразрушенном фрагменте. Последующая пластическая деформация, например вытяжка шейки, приводит к вязкому разрушению. В хрупких материалах мосты, занимая небольшую долю площади излома, могут обеспечивать большую часть общей работы разрушения [4.41]. В таком случае очевидно, что увеличение доли мостов в изломе будет способствовать повышению сопротивления материала разрушению. Очевидно, что различное соотношение их долей в изломах, исследуемых твердых сплавов, должно как-то отражать это (рис. 4.5) [4.28].

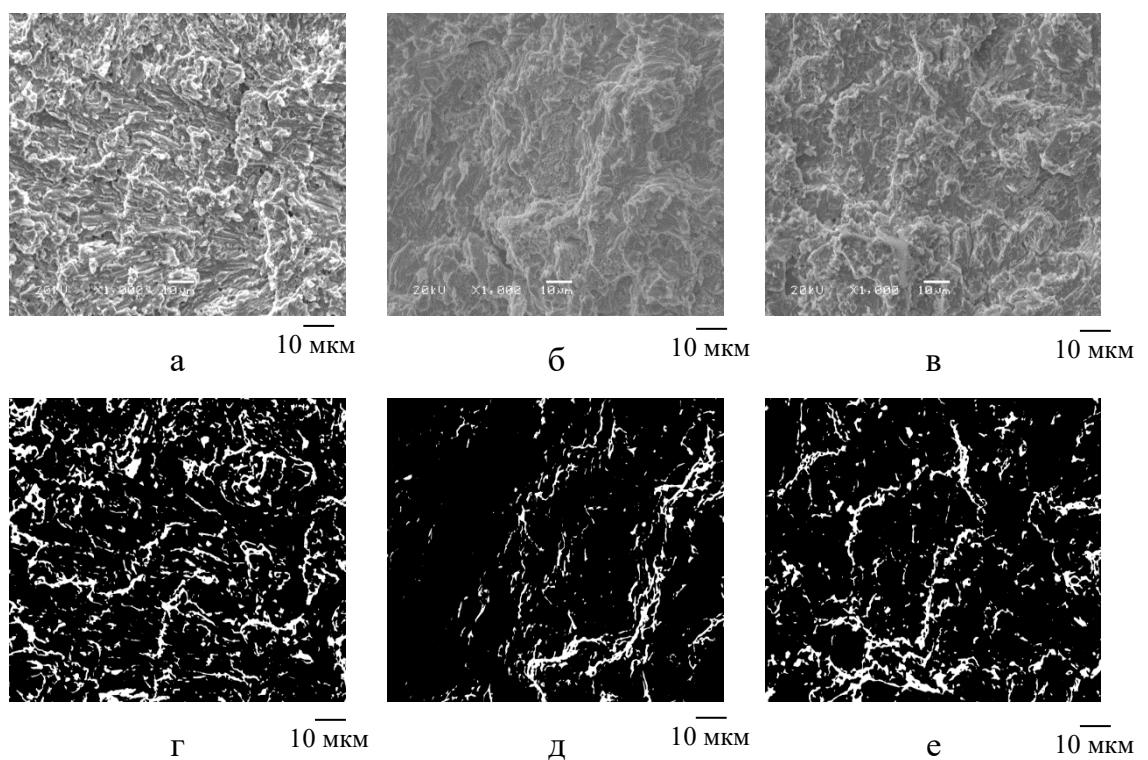


Рис. 4.5. Перемычки (мосты) в изломах твёрдых сплавов ПГ-ФБХ-6-2, ПР-Х30СРНДЮ, ПР-Х4ГСР до (а – в) и после бинаризации (г – е) соответственно

Полученные значения долей перемычек в изломе (после удаления шумов точечной природы применением последовательных процедур эрозии и дилатации)

были сопоставлены с параметрами геометрии структуры твёрдых сплавов. Показано, что их доля прямо пропорциональна доле «вязких» прослоек в структуре (рис. 4.6). Это означает, что геометрия каркаса «вязких» прослоек в структуре в значительной мере определяет уровень работы разрушения твёрдых сплавов.

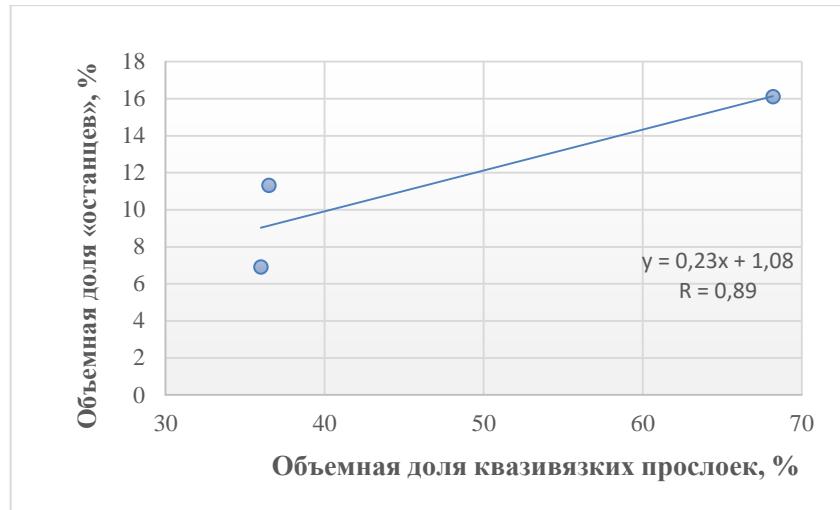


Рис. 4.6. Соотношение доли вязких останцев и квазивязких прослоек в изломах и структуре твёрдых сплавов соответственно

Показано, что для исследуемых сплавов ПГ-ФБХ-6-2, ПР-Х30РНДЮ, ПР-Х4ГСР и ПГ-ФБХ-6-2 (68 %) + WC (30 %) + Al (2 %) наблюдалось следующее соотношение объемной доли мостов  $v_m$  в изломах 16 : 7 : 12 : 10 %. При практически одинаковой доле квазивязких прослоек в структуре (48 – 51 %) соотношение средних значений их толщин  $\langle h \rangle$  для тех же сплавов – 1,8 : 0,8 : 1,5 : 1,2 (см. табл. 4.3); уровень коэффициента асимметрии  $A_s$  (распределения значений толщин) варьировался в достаточно узком интервале от 2,47 до 2,74. Исключение составил сплав ПГ-ФБХ-6-2, где  $A_s=3,23$ , но в нем существенную роль в разрушении, по-видимому, играли крупные карбиды игольчатой формы длиной до 300 мкм. Такая взаимосвязь морфологии структур и изломов подтвердила возможность прогноза риска преждевременного разрушения твердых сплавов в готовых изделиях (в т.ч. при эксплуатации) – по геометрии элементов их структуры («Способ определения склонности к преждевременному разрушению твердых сплавов, используемых в качестве упрочняющих наплавок рабочих органов сельскохозяйственных машин» / Кудря А.В., Мельниченко А.С., Ахмедова Т.Ш.,

Соколовская Э.А. Патент РФ на изобретение № 2 668 691(13) от 02.10.2018, заявка на выдачу патента № 2017146336/15 от 27.12.2017 г.). Этот подход был использован при прогнозе риска преждевременного разрушения ряда серийных и экспериментальных твердых сплавов в рамках совместной работы НИТУ МИСИС, ФГБНУ ФНАЦ ВИМ и АО «РТП «Петровское» при выполнении работ в рамках ФЦП, а также при дальнейшей реализации результатов работ в соответствии с Лицензионным договором между НИТУ «МИСиС» и АО «РТП «Петровское» (№ ЛД 03.031-2019 от 25.04.2019), зарегистрированным в ФИПС (номер государственной регистрации: РД0298425, дата государственной регистрации: 20.06.2019) на производственных площадях АО «РТП «Петровское». Продукция по лицензии – рабочие органы сельскохозяйственных машин (сортамента «АО РТП «Петровское»).

#### **4.1.5 Возможности повышения износостойкости и сопротивления преждевременному разрушению твердых сплавов**

Для серийных твердых сплавов были выделены структурные факторы, лимитирующие износостойкость и сопротивление разрушению. Это размер упрочняющих частиц, их состав (карбиды, бориды, нитриды), форма, степень их изотропности. Важную роль играют особенности размещения частиц в объеме наплавки, геометрия квазивязких прослоек (матрицы), обволакивающих упрочняющие частицы.

Очевидно, что достижение заданной геометрии структур обеспечивается в первую очередь оптимизацией состава твёрдых сплавов. Известно [например, 4.42, 4.43], что высокая износостойкость обычно достигается в сплавах с карбидами в микроструктуре типа  $M_6C + M_{23}C_6$ . Объемная доля карбидов при этом обычно находится в пределах 10,8 – 13,5 %. Существенно соотношение количества карбидообразующего элемента и углерода. Для вольфрама, например, оно составляет 1,15 – 1,2 % ат. Немаловажным фактором, определяющим износостойкость, является форма карбидов. При сильно анизотропных частицах (иглы, диски) не выполняется допущение однородной деформации фазы. Поэтому, в частности, для россыпи случайно ориентированных частиц – эллипсоидов

вращения при малой их объемной доле  $v \ll 1$  (так что можно не учитывать их взаимодействие) модули упругости меняются линейно [4.9, 4.44]. Наплавкам с кубическими карбидами хрома типа  $M_{23}C_6$  соответствует большая износостойкость, по сравнению с гексагональными карбидами хрома типа  $M_7C_3$  и ромбоэдрическими карбидами типа  $M_3C$ . Считается [4.53 – 4.55], что для повышения прочности и износостойкости более эффективны сильно «легированные» карбиды.

Перспективным является введение в состав наплавки бора. В поверхностных слоях при этом возможно образование в матрице эвтектики Fe-B боридов FeB и  $Fe_2B$  [4.11]. Это обеспечивает повышение уровня микротвёрдости и износа в 3 и 6 раз соответственно.

В зависимости от содержания углерода и бора могут образовываться различные соединения. В наплавленном металле типа У14Х20Р при содержании 1,4 % масс углерода и 0,2 % масс бора образуются карбиды  $M_7C_3 + M_{23}(C,B)_6$ . Увеличение содержания углерода приводит к переходу от карбоборидов  $M_{23}C_6$  к карбидам типа  $Cr_2(B,C)$ , либо  $Fe(B,C)$ , в зависимости от содержания хрома в наплавке. Максимум износостойкости для сплавов данного типа при легировании бором в количестве 0,73 – 0,92 % масс.

Ограничения по содержанию бора «сверху», как правило, основаны на представлениях об отрицательном влиянии бора на сопротивляемость стали разрушению (в частности, ударным нагрузкам) [например, 4.42]. В качестве причины выдвигается образование хрупких и твёрдых боридов хрома и вольфрама, карбобориды. Бориды располагаются в виде цепочек по границам первичного зерна аустенита, также могут образовываться дисперсные выделения бора в эвтектике. В связи с этим, при приемлемой износостойкости ударостойкость может уменьшиться в 20 – 30 раз. Отсюда делается вывод, что при легировании бором с целью повышения износостойкости наплавок, его следует вводить не более 0,3 % масс.

Однако классическое определение ударной вязкости для деталей (например, рабочих органов сельскохозяйственных машин), упрочненных наплавками является не вполне корректным из-за несоблюдения закона подобия с одной стороны [4.45, 4.46], и с учетом слоистого строения образцов (наплавка – основной

металл) с другой стороны. Анализ изломов наплавок различной природы, проведенный в данной работе выявил хрупкую природу разрушения твердых сплавов в наплавке, при некоторых различиях в механизме разрушения металла основы (в том числе в области, примыкающей к наплавке). Качественные отличия в механизмах хрупкого разрушения наплавок, наблюдаемые в сканирующем микроскопе, не дают оснований ожидать существенных различий в сопротивляемости металла разрушению, по крайней мере, на порядок, как это вытекает из анализа научно-технической литературы по данной проблеме. Это снижает риски, связанные с увеличением содержания бора в твердых сплавах на железной основе с целью повышения износостойкости наплавок рабочих органов.

В этой связи перспективно использование для получения твёрдых сплавов на железной основе экспериментальных порошков типа ПГ-ФБХ6-2 и ПР-Х30СРНДЮ с добавками бора до 3,0 % масс и выше.

Порошки данного класса традиционно используются для получения твёрдых сплавов, работающих в условиях ударных нагрузок и абразивном изнашивании, оптимальная структура – доэвтектическая (иногда эвтектическая) с объемной долей в структуре карбидов 20 – 30 % при различных технологиях наплавления [4.5, 4.6].

Введение в процесс плавки в состав сплавов на железной основе алюминия обычно используется для стабилизации размера зерна за счет образования частиц AlN высокой степени дисперсности [например, 4.5, 4.47 – 4.49]. А при производстве листа, для того чтобы «наследственное» зерно стало ещё мельче, наночастицы при нагреве под прокатку растворяют и проводят их последующее «переосаждение» в ходе горячей прокатки – важнейший способ управления и текущей, и конечной, «наследственной» величиной зерна.

Однако использование малых добавок алюминия в твердых сплавах на основе железа не ограничивается только лишь воздействием на величину зерна. В частности, можно использовать то обстоятельство, что алюминий в малых количествах в железоалюминиевых сплавах снижает модуль упрочнения, который достигает минимума  $108 \text{ ГН}/\text{м}^2$  (у сталей - в интервале  $160 - 220 \text{ ГН}/\text{м}^2$ ) [4.9, 4.50]. Малые добавки алюминия снижают напряжение двойникования, [4.9, 4.51], что приводит к разупрочнению, в т.ч. в связи с влиянием алюминия в малых количествах на высокую связь Пайерлса на «рифленой» поверхности скольжения.

Притягивая дислокацию, примесь алюминия помогает ей дать выброс в следующую долину потенциального рельефа [4.9].

В целом, это может быть использовано для релаксации напряжений при охлаждении твёрдых сплавов в процессе закалки и уменьшения вследствие этого риска образования закалочных трещин (как правило, из-за концентрации внутренних напряжений при термической обработке). При этом сохраняется возможность получения аддитивного эффекта от измельчения зерна (аналогично снижению чувствительности металла к образованию трещин при сварке от напряжений вследствие измельчения зерна [например, 4.51]).

Известно также [4.52], что наличие дисперсных частиц в сталях и сплавах, решётка которых сильно отлична от матрицы и произвольно ориентирована, представляет собой препятствие, накапливающее дислокации. Это обстоятельство широко используется в практике термической обработки при назначении отпуска сталей и сплавов широкого назначения с целью выделения дисперсных частиц из твёрдого раствора, например, карбидов, для повышения прочности сталей.

С целью достижения при отпуске сталей однородности распределения карбидов, их дисперсности (а также реализации полноты протекания мартенситного превращения в изделии) в процессе выдержки стали, при нагреве под закалку, традиционно решались задачи, связанные с растворением существующих карбидов, гомогенизацией твёрдого раствора в целом.

Если у этих частиц будет высокая сопротивляемость переходу в твёрдый раствор при нагреве, например, под закалку, в частности, для частиц карбида титана, то при последующем охлаждении они должны обеспечить повышенную сопротивляемость деформации. Прочность самих частиц безразлична, она может оказаться лишь при очень больших деформациях, когда скол (или отслой) частицы прекратит накопление на ней петель дислокаций (и вскоре приведёт к макроразрушению) [4.53].

Таким образом, введение в состав порошка для упрочнения деталей сельскохозяйственных машин алюминия, позволит обеспечить релаксацию напряжений при охлаждении в процессе закалки тонкостенных, менее 2 – 2,5 мм, деталей сельскохозяйственных машин. Вследствие этого также снизится количество трещин и сколов при закалке. Введение в состав порошка для

упрочнения данных деталей карбида титана, температура растворимости которого в твердом растворе составляет, например, при содержании углерода в аустените 1,2 % масс и содержании титана 0,02 % масс  $\sim 1250^{\circ}\text{C}$  [4.6] – увеличит жесткость упрочненной детали, что приведет к уменьшению деформаций и поводок при закалке.

Оптимальным является содержание алюминия и карбида титана в количестве 0,1 - 0,15% масс, и 0,20 - 0,25% масс соответственно. Если содержание алюминия будет меньше 0,10 % масс, снизится пластичность и увеличится количество трещин при закалке, что повлечет за собой выкрашивание фрагментов упрочненной детали, если больше 0,15 % масс, уменьшится ее износостойкость. Если содержание карбида титана будет меньше 0,20 % масс, увеличатся деформации и поводки упрочненной детали, если больше 0,25 % масс, возрастет ее хрупкость (снизится сопротивляемость ударным нагрузкам).

Эффективность такого соотношения алюминия и карбида титана была проверена на практике, в рамках настоящей работы.

Алюминий и карбид титана смешивался с основным порошком, в данном случае с ПР-С20 в специальной цилиндрической емкости в тех массовых пропорциях, в которых они заданы. Смешивание проводилось в течение 30 минут.

Технология наплавки предусматривала использование узкого медного отверстия, через которое протекает плазмообразующий газ (аргон). При создании достаточного сильного электрического поля газ теряет свои изолирующие свойства, его температура повышается, количество ионов и электронов возрастает, и, когда их концентрация превышает  $10^9$  на  $1\text{ см}^3$ , образовавшееся вещество можно назвать плазмой. В полученную дугу защитным и транспортирующим газом подавался порошок и наплавлялся на деталь.

В отличие от наплавки в аргоне, наплавка в среде сжатого воздуха в 1,5 – 1,7 раза более производительна, на 30 – 40 % менее энергоемка. Расход аргона снижается в 8 – 9 раз (аргон используется только для плазмообразования). В целом себестоимость процесса наплавки при использовании сжатого воздуха вместо аргона в качестве транспортирующего и защитного газа снижается до 2-х раз.

Полученные результаты подтвердили корректность предложенного возможность подхода (табл. 4.4) для повышения износостойкости твёрдых сплавов,

снижения доли закалочных трещин (по отношению к выборке наблюдений) и стабилизации размеров (после закалки).

Табл. 4.4. Параметры качества изделий из твердого сплава с содержанием алюминия и карбида титана в количестве 0,1 – 0,15, и 0,20 – 0,25 % масс соответственно

Сплав ПР - С27	Доля закалочных трещин (по отношению к выборке наблюдений (по 20 образцов каждая)	Износостойкость <sup>*</sup> (среднее значение весового износа, гр)	Изменение размеров, не более (%)
базовый состав порошка	0,15	0,0158-0,0161	12
базовый состав порошка с добавкой 0,09 % масс Al и 0,23 % масс Ti	0,25	0,0159-0,0164	10
базовый состав порошка с добавкой 0,13 % масс Al и 0,24 % масс Ti	0,10	0,0156-0,0162	7
базовый состав порошка с добавкой 0,14 % масс Al и 0,18 % масс Ti	0,10	0,0147-0,0154	14
базовый состав порошка с добавкой 0,14 % масс Al и 0,27 % масс Ti	0,15	0,0157-0,0165	8
Примечание - при испытаниях на износостойкость на машине-трения ИМ-01. Условия лабораторных испытаний: абразив – электрокорунд, грануляцией 40-80 мкм; нагрузка на ролик – 200 г; цикл испытаний – 30 мин.; повторность – 3-х кратная.			

По результатам исследований сплавов с экспериментальным содержанием алюминия и титана была подана заявка на патент, где предложен порошок для упрочнения деталей сельскохозяйственных машин, содержащий железную основу, углерод, марганец, хром, кремний, молибден и вольфрам, отличающийся тем, что в его состав добавлены алюминий в количестве 0,10 - 0,15 % масс и карбид титана в количестве 0,20 - 0,25 % масс при следующем соотношении компонентов (масс. %): углерод 3,3 - 4,5; хром 25 - 28; кремний 1,0 - 2,0; марганец 1,0 - 1,5; никель 1,5 - 2,0; вольфрам 0,2 - 0,4; молибден 0,08 - 0,015; сера – не более 0,07; фосфор – не более 0,06; железо – основа. («Порошок на основе железа для плазменной наплавки

деталей сельскохозяйственных машин в среде сжатого воздуха» / Кудря А.В., Соколовская Э.А., Воробьёв Д.А., Ахмедова Т.Ш., Лобачевский Я.П., Сидоров С.А., Лискин И.В., Миронов Д.А. Патент РФ на изобретение № 2637734 от 06.12.2017 г., заявка на выдачу патента РФ на изобретение № 2016152413/02 от 29 декабря 2016 г.).

Использование нового твёрдого сплава обеспечило снижение риска образования закалочных трещин, уменьшение деформаций и поводок при закалке тонкостенных упрочненных наплавкой деталей сельскохозяйственных машин в рамках их производства в условиях АО «РТП «Петровское».

Другим перспективным объектом для исследования являются сплавы на никелевой основе. Их потенциальный недостаток – достаточно ограниченная область вследствие высокой стоимости порошков (по сравнению со сплавами на железной основе).

Однако нанесение покрытий из порошков самофлюсующихся никельхромборкремниевых сплавов (типа ПГ-10Н-01, ПГ-12-01 и ПГ-12Н-02) не только повышает износостойкость и коррозионную стойкость рабочих поверхностей деталей машин и оборудования, изготавливаемых из низколегированных сталей [4.54], но и защищает сварные соединения нефтепроводов, перекачивающих высокосернистую нефть [4.55]. Использование специальных ацетилено-кислородных или пропаново-кислородных горелок позволяет совмещать операции напыления с одновременным оплавлением самофлюсующихся покрытий, выполняя последовательно операции нагрева частиц порошкового материала до полужидкого состояния в газовой струе горелки, нанесения их на предварительно подготовленную металлическую поверхность и разогрева напыленного порошкового покрытия до оплавления. Формирование структуры лимитируется химическим составом используемых порошков и степенью оплавления покрытия, которое обеспечивается за счет использования мощных газовых горелок, регулирующих время существования жидкой фазы при оплавлении самофлюсующегося покрытия.

Одним из резервов дальнейшего повышения износостойкости NiCrBSi наплавок является создание на их основе композиционных покрытий при введении в состав порошков различных добавок. В качестве упрочняющих фаз таких

покрытий может быть использован карбид титана TiC, обладающий высокими значениями твердости, модуля упругости, температуры плавления, а также термической и химической стабильностью [4.21]. Такой подход был, например, реализован в работе [4.56], когда формирование композиционных покрытий TiC – NiCrBSi с повышенной твердостью и абразивной износостойкостью, было обеспечено добавлением порошка карбида титана TiC в количестве 15 и 25 масс. % в процессе газопорошковой лазерной наплавки в наплавляемый базовый NiCrBSi порошок марки типа ПГ-СР2.

Перспективным является использование для получения наплавок порошковых сплавов повышенного уровня легированности, порошок марки типа ПГ-10Н-01. Его химический состав (согласно ТУ 48-19-383) включает в себя (% масс): (14 - 20) Cr; (2,8 - 3,4) B, (4,0 - 4,5) Si, (0,6 – 1,0) C, (4,0 – 4,5).

Повышение содержания углерода, бора и хрома приводит к увеличению средней микротвердости в покрытии типа ПГ-10Н-01 (применимо к технологии газопорошковой лазерной наплавки) до  $720 \pm 30$  HV [20]. Вследствие повышенного содержания в твёрдом сплаве углерода, бора и хрома в покрытии наблюдаются такие упрочняющие фазы как борид CrB (1950 – 2400 HV) и карбид Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> (1650 – 1800 HV). Наличие карбидов с разными стехиометрическими соотношениями обусловлено различным количеством хрома и углерода в составе наплавляемых порошков: с увеличением отношения Cr/C карбид Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (микротвердость 1000 – 1150 HV) формируется легче, чем карбид Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> [4.57].

Металлическую основу покрытий такого типа обычно составляет  $\gamma$ -твёрдый раствор на основе никеля и эвтектика, состоящая из  $\gamma$  и фазы Ni<sub>3</sub>B, образующейся в процессе формирования наплавки и охлаждения [4.57]. Для повышения уровня критической деформации вязких (межчастичных) прослоек, снижения коэффициента асимметрии распределения значений их толщин и сохранения механизма упрочнения наплавки частицами боридов CrB, в работе предложено повысить содержание бора в покрытии ПГ-10Н-01 до 3,5 – 3,8 масс. %, а содержание углерода поддерживать на верхнем пределе марки с целью увеличения в микроструктуре сплава доли более твердых карбидов хрома типа Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>.

Это приведет к изменению местной кинематики деформации: вместо упругого растяжения становится возможен изгиб, срез, вытяжка шейки. Тогда на

этих избранных участках меняется и структурный механизм разрушения: здесь возможна большая пластическая деформация. Образовавшиеся мосты, занимая небольшую долю площади излома, могут обеспечивать большую часть общей работы разрушения. При наблюдаемом различии твердости матрицы и упрочняющих частиц в нашем случае, в частности, для твердого сплава на никелевой основе типа ПГ-10Н-01, где при среднем уровне твердости (680 – 700) HV микротвёрдость упрочняющих фаз борида CrB и карбида Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> достигает уровня (1800 – 2200) и (1600 – 1700) HV соответственно. Это может дополнительно способствовать повышению сопротивления твёрдого сплава разрушению при необходимости обеспечения достаточно высокого уровня его прочности (износстойкости).

В целом, на основе учета роли легирующих элементов, достигнутого понимания роли иерархии геометрии структур твердых сплавов в процессах деформации, разрушения и износстойкости было предложено четыре уточненных состава твердых сплавов: три на основе железа, из которых два с различным (повышенным) содержанием бора, третий – с содержанием алюминия и карбида титана в количестве 0,1 - 0,15 % масс, и 0,20 - 0,25 % масс соответственно, четвертый – на основе никеля (ПГ-10Н-01(96,5 %) + В(3,5 %)).

#### **4.1.6 Оценка неоднородности структур предложенных композиций твердых сплавов и механизмов их разрушения (по строению изломов)**

Новые композиции составов твердых сплавов были предложены на основе существующих твердых сплавов на железной и никелевой основе с дополнительным добавлением Ti, Al и В (табл. 4.5). Всего было испытано 11 вариантов образцов, из которых 4 – образцы с новыми наплавленными разработанными твердосплавными покрытиями (с условными названиями ПГ-ФБХ-6-2,5; ПГ-ФБХ-6-3; ПР-Х30СР2,5НДЮ, ПР-Х30СР3НДЮ); 2 – образцы с наплавленными твердыми сплавами, содержащие 30 %-ю и 45 %-ю добавку карбида вольфрама и 2 %-ю добавку алюминия (ПГ-ФБХ-6-2(68 %)+WC(30 %)+Al(2 %); ПГ-ФБХ-6-2(53 %) + WC(45 %) + Al(2 %)); 1 – образец: запатентованным составом наплавленного сплава ПР-С27+Al(0,10–0,15

%)+TiC(0,2–0,25 %); 1 - образец из ненаплавленной монометаллической термообработанной стали 45 (для определения коэффициента относительной износостойкости) и 1- образец из ненаплавленной монометаллической термообработанной стали 30ХГСА (для сравнения); 2 – с серийным наплавленными сплавами на никелевой основе ПГ-Н67Х18С5Р4 и ПГ-10Н-01(96,5%)+В(3,5%).

Табл. 4.5. Исходные химические составы испытуемых (исследуемых) нанесенных твердосплавных покрытий и монометаллических стальных образцов

№ п/п	Обозначение (т.ч. условное) исследуемого твердого сплава или стали	Химический состав, масс.доля.%											
		Железо основа	Углерод	Хром	Кремний	Марганец	Никель	Медь	Вольфрам	Бор	Алюминий		
1	ПГ-ФБХ-6-2,5		4,65	33,70	1,78	4,53	–	–	–	2,55	2,00	0,001	0,03
2	ПГ-ФБХ-6-3		4,65	33,70	1,78	4,53	–	–	–	3,10	2,00	0,001	0,03
3	ПР-Х30СР2,5НДЮ		4,28	31,00	3,90	1,10	1,68	0,7	–	2,75	2,00	0,001	0,03
4	ПР-Х30СР3НДЮ		4,28	31,00	3,90	1,10	1,68	0,7	–	3,15	2,00	0,001	0,03
5	ПГ-ФБХ-6- 2(68%)+WC(30%)+Al(2%)		3,06	23,53	1,36	2,18	–	–	–	1,43	0,27	0,020	0,02
6	ПГ-ФБХ-6- 2(53%)+WC(45%)+Al(2%)		2,38	18,34	1,06	1,70	–	–	–	1,11	0,21	0,010	0,01
7	ПР-С27+Al(0,1– 0,15%)+TiC(0,2–0,25%)		4,25	28,16	1,80	1,24	1,74	–	0,43	–	0,15	0,030	0,03
8	ПГ-10Н-01(96,5%)+В(3,5%)	5,81	0,75	20,13	4,78	–	–	–	–	3,68	–	–	–
9	ПР-Н67Х18С5Р4	–	1,20	17,50	4,57	–	–	–	–	4,30	–	–	–
10	Сталь 45		0,46	0,20	0,27	0,70	0,15	0,1	–	–	0,05	0,040	0,035
11	Сталь 30ХГСА		0,31	1,00	1,10	0,45	0,20	0,2	–	–	0,03	0,025	0,025

Образцы для исследования структур и изломов были вырезаны из заготовок, представленных ФГБНУ ФНАЦ ВИМ, на электроискровом проволочно-вырезном станке CHMER GX-320L с ЧПУ. Изображения микроструктур структур были сделаны на оптическом микроскопе Axio Observer D1m Carl Zeiss в диапазоне увеличений:  $\times 50$  -  $\times 1000$ . Для изучения строения изломов были подготовлены не менее 3 образцов на вариант для двух видов испытания: два образца на трехточечный изгиб при статических и динамических видах нагрузления на разрывной машине Instron 150 LX.

Образцы для испытания на статический и динамический изгиб были подготовлены в соответствии с ГОСТ 9454-78 «Металлы. Метод испытания на

ударный изгиб при пониженных, комнатной и повышенных температурах», глубина надреза (со стороны наплавки) составила 0,2 мм для наплавок толщиной от 0,6 до 2,0 мм включительно, 0,5 мм – более 2 мм (до 4,0 мм включительно), диаметр проволоки для его нанесения - 0,25 мм.

Для целей фрактографии использовали стереоскан VEGA 3 SBH.

Микроструктура новых сплавов и их изломов при динамических и статических нагрузках представлены на рисунках 4.7 и 4.8. Качественный анализ показал, что для покрытий толщиной до 2 мм включительно, микроструктура однотипна по всему сечению покрытия. Это были, в частности, либо элементы светлого цвета, отвечающие упрочняющим структурным составляющим, например, карбидам, светлого цвета (в традиционной палитре 256 оттенков серого), либо элементы дендритной структуры, расположенные на фоне темной, более вязкой матрицы.

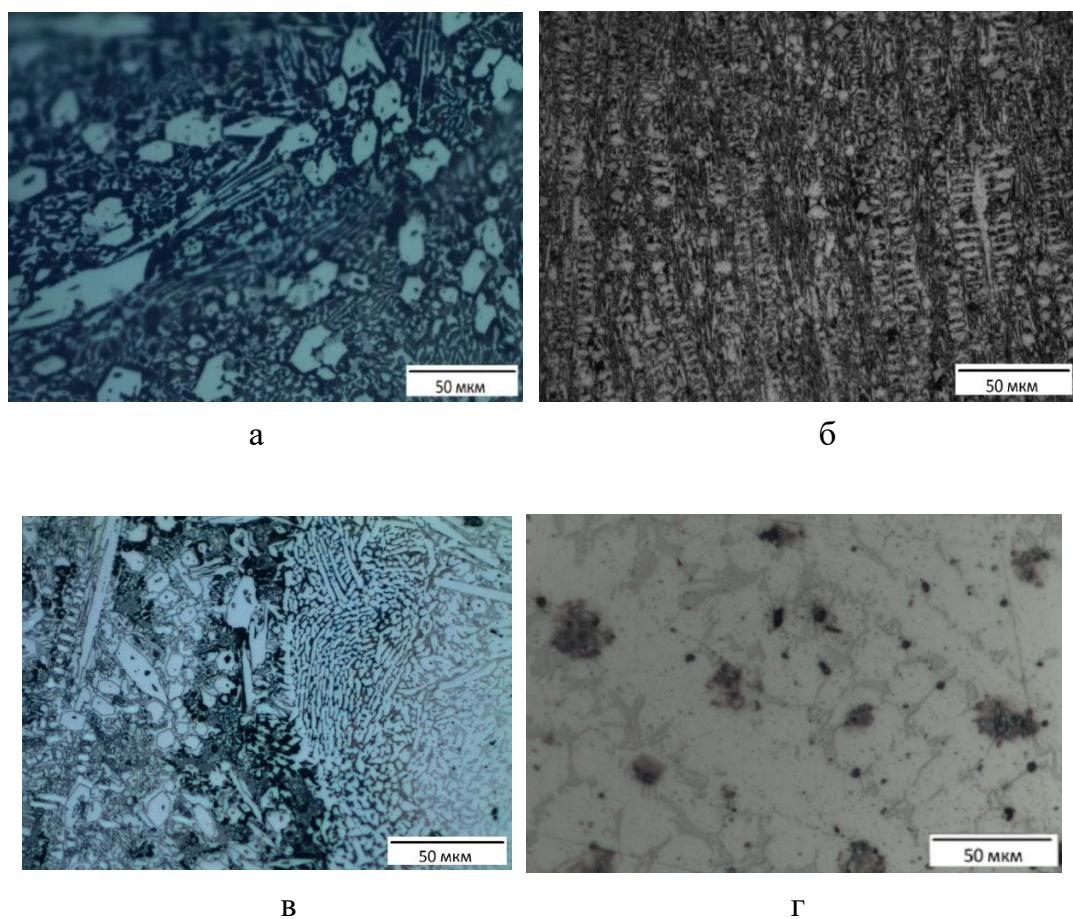
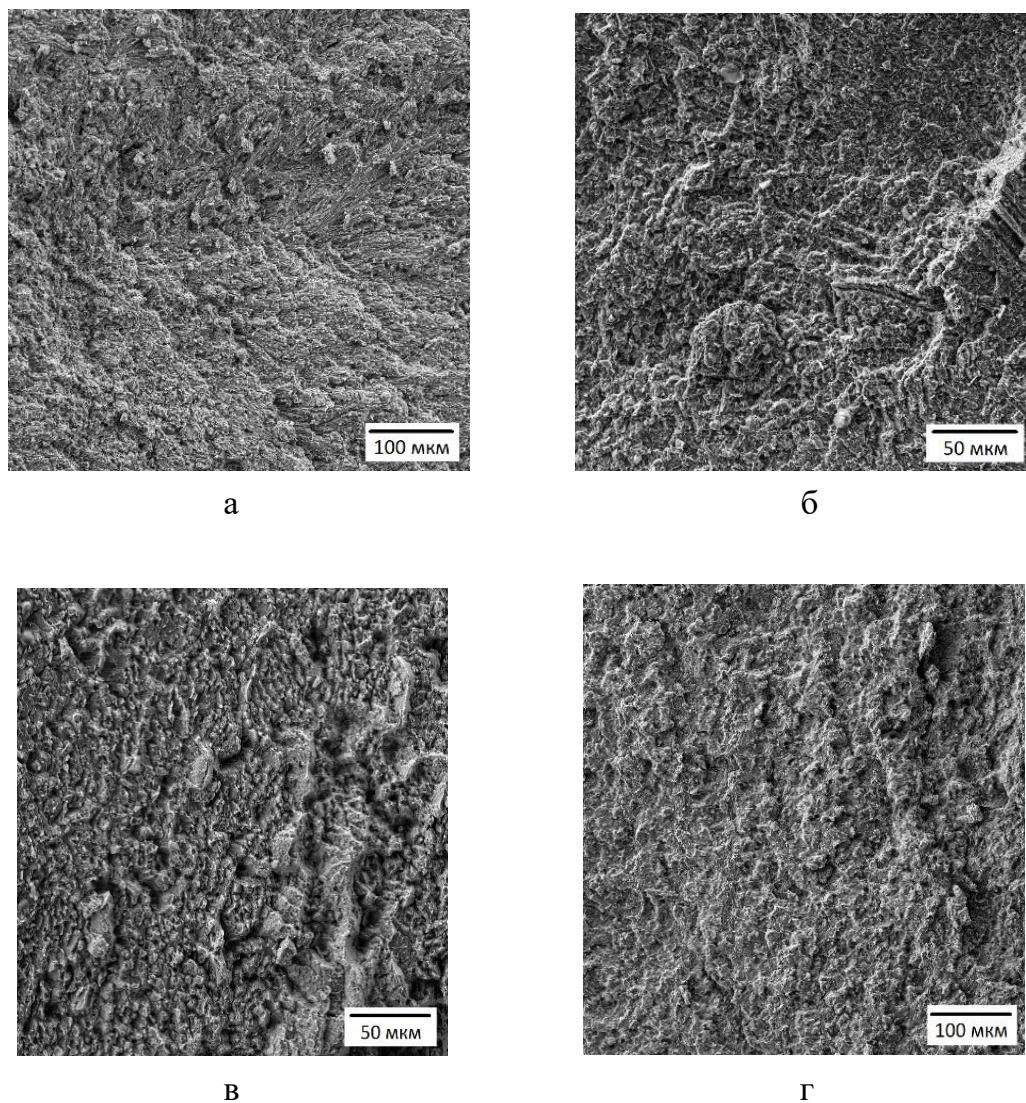


Рис. 4.7. Микроструктуры предложенных композиций твердых сплавов: сплав 9 (а); сплав 10 (б); сплав 11 (в); сплав 12 (г)

Сканирующая микроскопия изломов – результатов статического и динамического разрушения предложенных составов твердых сплавов показала достаточно высокую дисперсность элементов рельефа поверхности, однородность элементарных составляющих их морфологии, размер элементарных площадок не более 10 – 20 мкм (рис. 4.25). Только для сплава 11 с промежуточным содержанием бора (до 2,5 масс. %), наличие крупных иглообразных карбидов в структуре нашло свое отражение в строении излома – вытянутые плоские площадки.



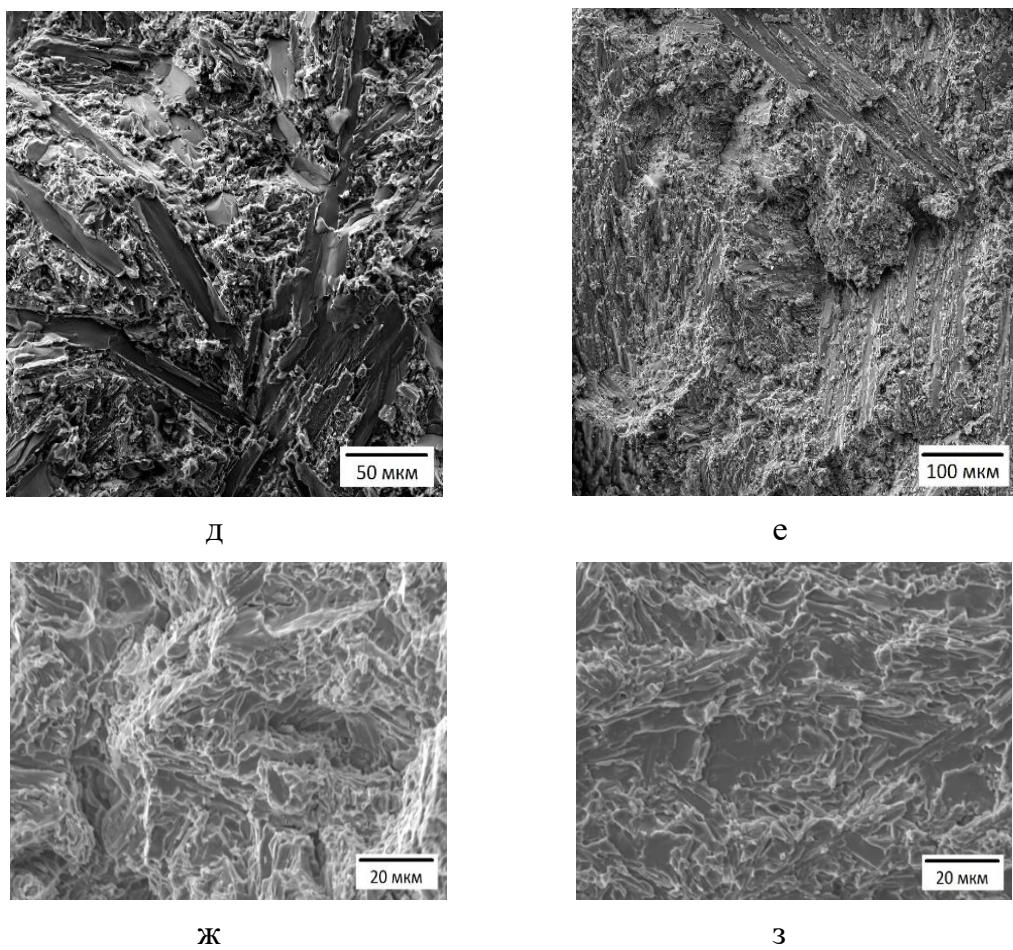


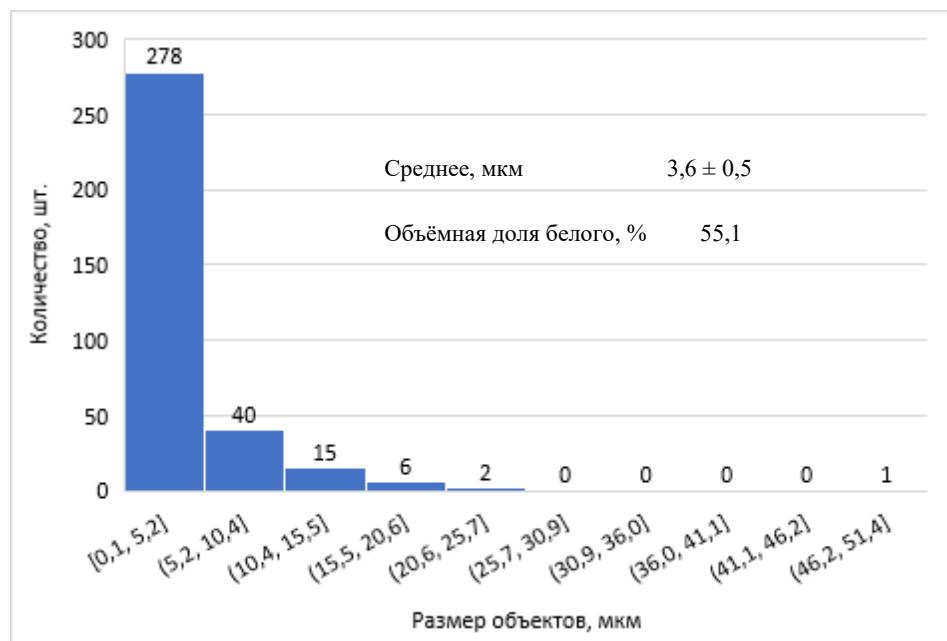
Рис. 4.8. Изображения изломов твердых сплавов предложенных составов: сплав 9 (а,б); сплав 10 (в,г); сплав 11 (д,е); сплав 12 (ж,з) при динамическом и статическом разрушении соответственно

Также, как и для существующих прототипов серийных сплавов, изломы образцов, подвергнутых разрушению при статическом и динамическом нагружении, практически не различались. Видимо, вследствие высокой твердости материала, возможность интенсивного развития пластической деформации, предшествующей разрушению, была ограничена образованием останцев, как результата фрагментарного хрупкого разрушения, оставляющего между собой каркас перемычек, в которых реализуется сложная схема напряженного состояния с существенной доле касательных напряжений.

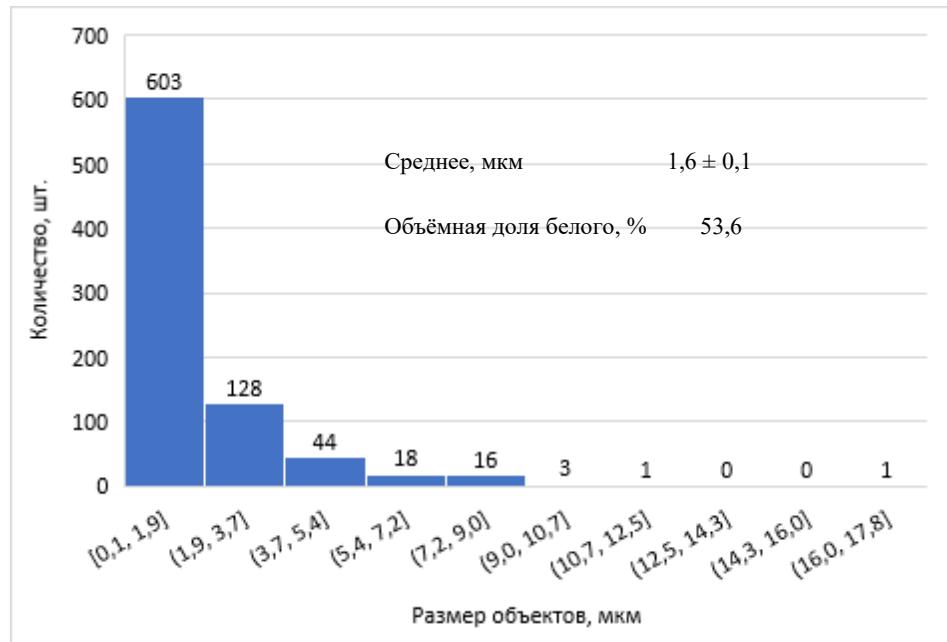
Оптимальный уровень структур и отвечающей этому морфологии изломов был получен для плавок 9 и 10 (с добавками алюминия, карбидов титана и повышенного содержания бора – до 3,2 масс %). Именно для этих сплавов испытания на износостойкость на машине-трения ИМ-01 (силами ФГБНУ ФНАЦ ВИМ), доля закалочных трещин и стабильность размеров (после закалки) для

сплава 9 дали, отличающиеся в лучшую сторону, значения характеристик, по сравнению, с серийными аналогами. С использованием разработанных цифровых процедур бинаризации и фильтрации была измерена геометрия строения структур и изломов, предложенных составов твёрдых сплавов.

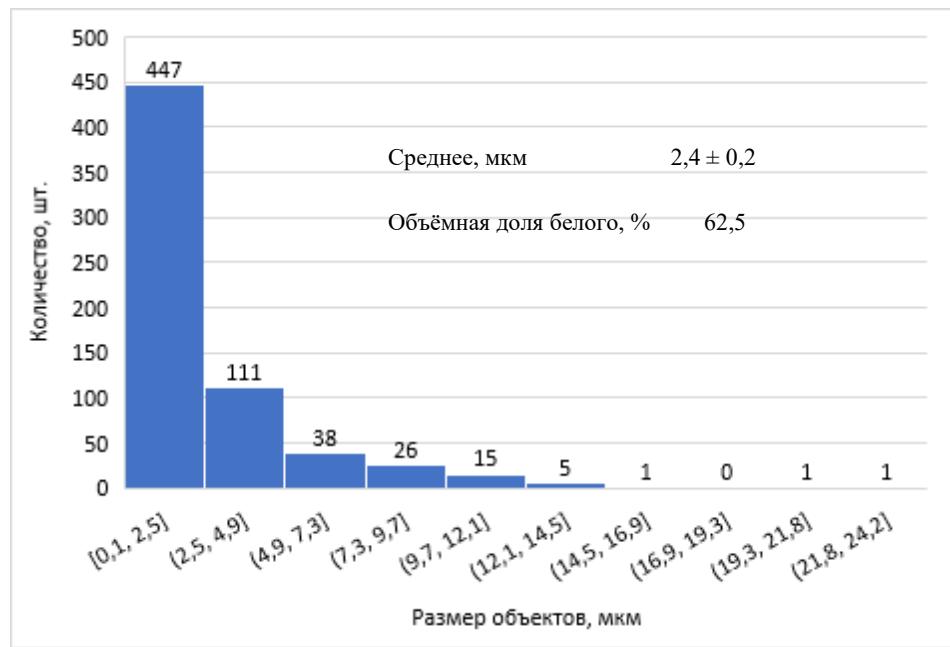
Были построены гистограммы распределения линейных размеров упрочняющей составляющей в структуре и информативных элементов изломов (белые объекты на бинарных изображениях) предложенных твердых сплавов (рис. 4.9 и 4.10).



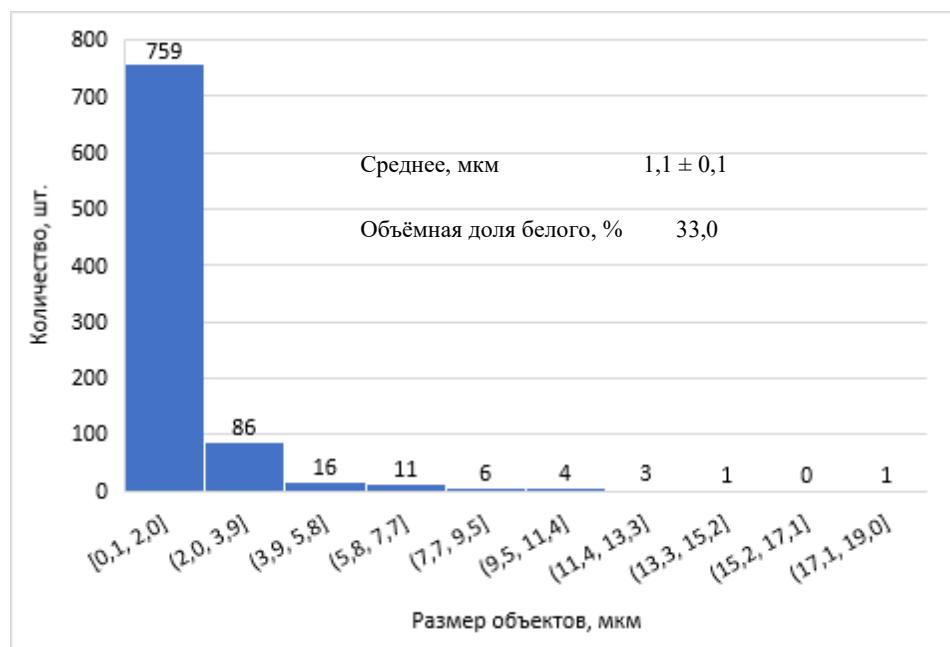
а



б

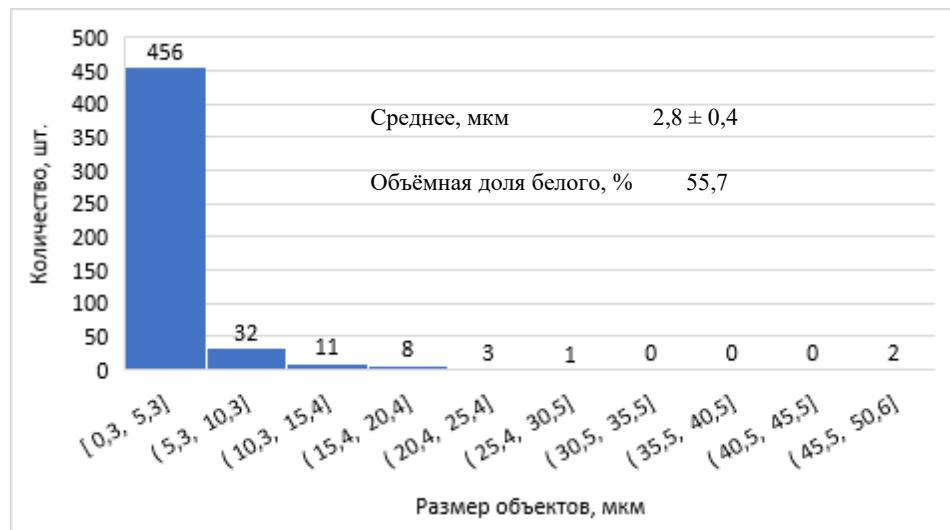


В



Г

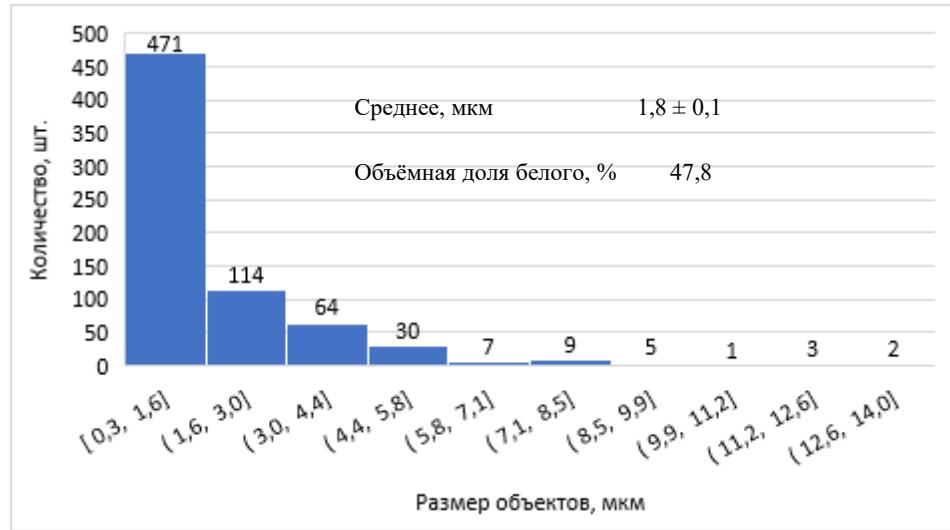
Рис. 4.9. Распределение размеров белых объектов в микроструктуре (измеренных по методу секущих) сплавов: 9 (а), 10 (б), 11 (в) и 12 (г)



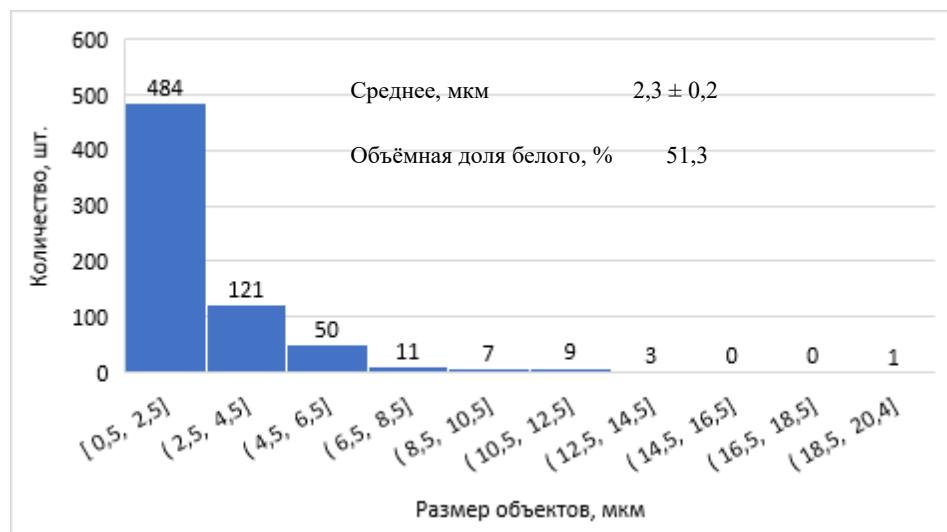
а



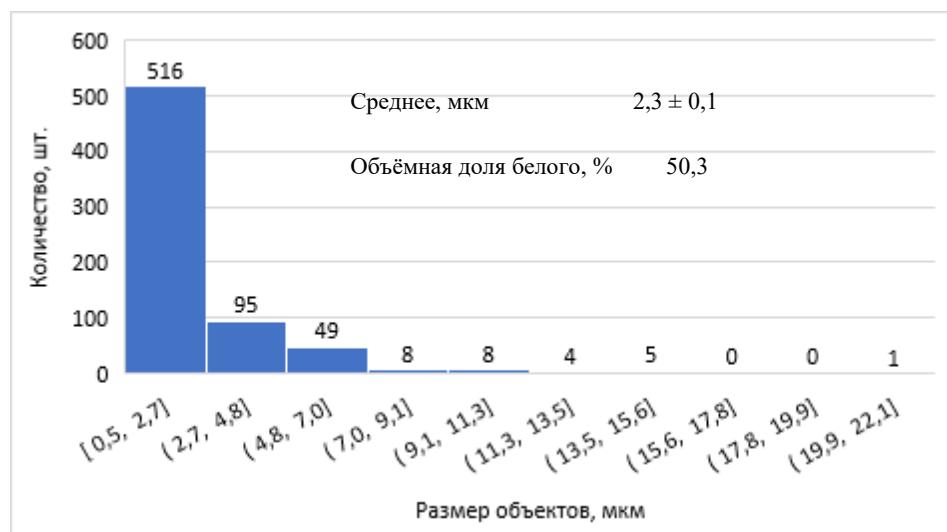
б



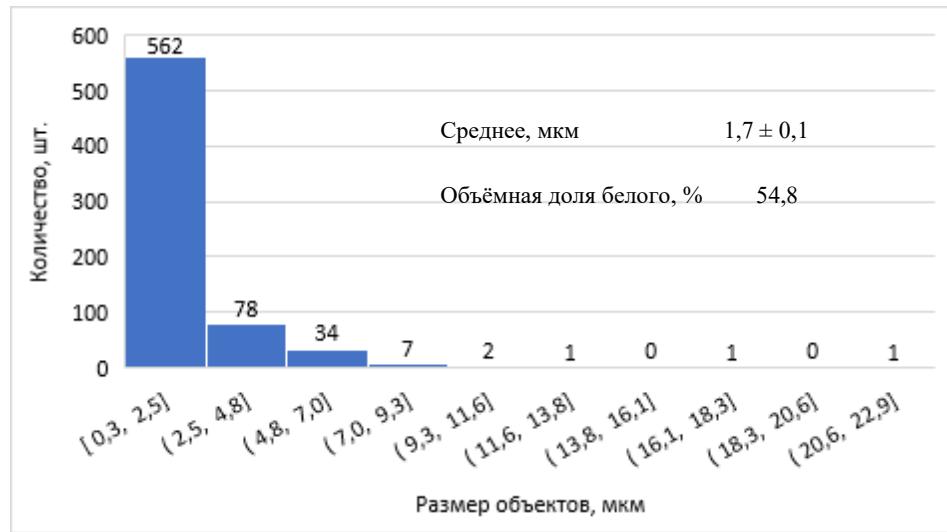
в



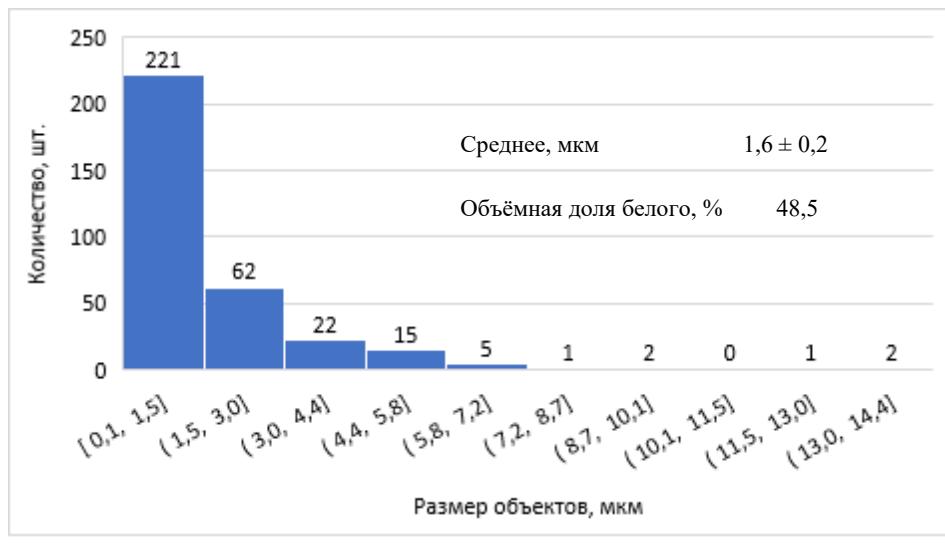
Г



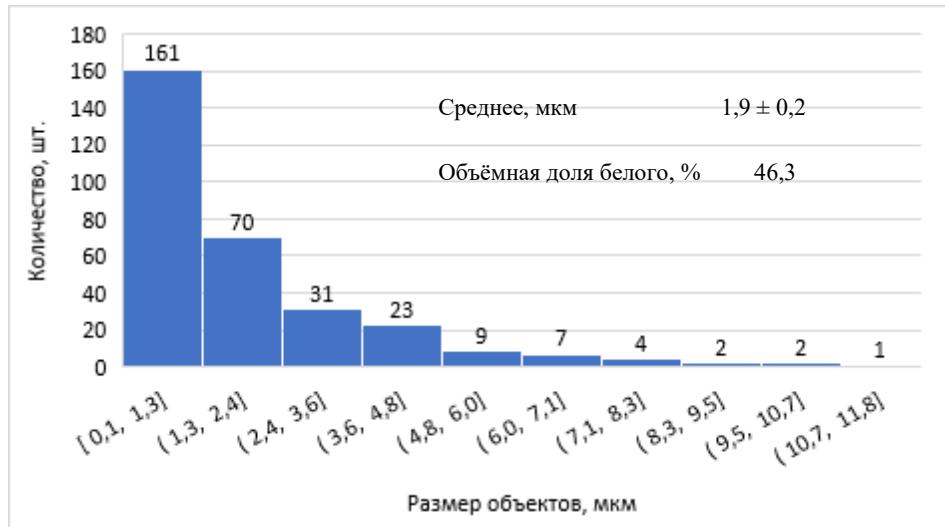
Д



Е



Ж



з

Рис. 4.10. Распределение линейных размеров белых объектов в изломах (по измерениям методом секущих) после динамического и статического разрушения: сплав 9 (а,б); сплав 10 (в,г); сплав 11 (д,е); сплав 11(ж,з) соответственно

Показано, что все распределения имеют асимметричный характер, это указывает на известные риски при использовании критериев классической статистики для сопоставления различных выборок результатов измерения. Асимметричное (правостороннее) распределение обычно относят к распределениям с тяжелыми хвостами. Это признак наличия большого количества

дисперсных элементов, как в структуре, так и в изломе, и относительно небольшого количества крупных элементов. В этой связи величина размаха  $\Delta = (X_{\max} - X_{\min})$  является важной характеристикой неоднородности строения изображения, в данном случае структур и изломов. По этим показателям, в частности, сплав с повышенным содержанием бора является оптимальным. Отсутствие крупных концентраторов напряжений в структуре снижает риск образования первичных очагов хрупкой трещины. Это отражает строение соответствующих изломов – размеры элементарных актов разрушения достаточно однородны и дисперсны, это указывает на отсутствие признаков, характеризующих преждевременное разрушение, что обычно характерно для разрушения среды с однородной структурой. Наличие в структуре текстуры указывает на возможность создания композиций заданной геометрии, где направленность структуры может явиться одним из факторов, определяющих повышенное сопротивление развитию хрупкого разрушения.

При достаточно однородном распределении частиц упрочняющей фазы в микроструктуре твердых сплавов, их сопротивление разрушению и износстойкость будут определяться статистикой размеров межчастичного расстояния между ними, включая вид их распределения. Такая статистика данных была получена на основе разбиения пространства (бинарное изображение упрочняющих частиц исследуемых сплавов) на полиэдры Вороного. Сводные значения статистики полиэдров Вороного представлены в таблице 4.6.

Табл. 4.6. Статистика неоднородности значений геометрических характеристик полиэдров Вороного для упрочняющих частиц (точечной природы) предложенных и серийных составов твердых сплавов

Сплавы	Параметр	Геометрические характеристики		Характеристики вида распределения	
		Размах средних значений $\langle X \rangle, (\langle X \rangle_{\max} - \langle X \rangle_{\min})$	Размах значений параметра $X$ в пределах выборки, $(X_{\max} - X_{\min})$	Коэффициент асимметрии $A_s$	экспесса $E_x$
Экспериментальные	Площадь полиэдров, $\text{мкм}^2$	542,9 - 794,5	2079,8 - 2711,6	1,25 - 1,39	1,11 - 2,68
	Число соседей, шт	4,9 - 3,5	6 - 8	0,28 - 0,57	0,28 - 1,35
серийные	Площадь полиэдров, $\text{мкм}^2$	405,3 - 542,9	2079,8 - 2699,4	1,36 - 3,18	-0,43 - 2,05
	Число соседей, шт	3,6 - 5,0	6 - 9	0,20 - 0,78	0,20 - 0,78

В таком случае критическая степень локальной деформации квазивязких прослоек, после которой начинается разрушение износостойкой наплавки, в зависимости от совместного влияния двух параметров структуры – средней толщины вязких прослоек между твердыми частицами и коэффициента асимметрии распределения толщин этих прослоек [4.28, 4.34], прямо измеренных с использованием разработанных в работе компьютеризированных процедур, для четырёх исследуемых новых сплавов варьировались в пределах от 2,02 до 6,52 мкм и от 2,29 до 4,27 соответственно) (табл. 4.7).

Табл. 4.7. Сводная таблица значений коэффициентов эксцесса и асимметрии для распределений значений толщин прослоек в структуре новых твердых сплавов

Сплав	Средняя толщина $\langle h \rangle$ , мкм	Минимальное расстояние $h_{\min}$ , мкм	Максимальное расстояние $h_{\max}$ , мкм	Размах $\Delta$ ( $h_{\max} - h_{\min}$ ), мкм	Коэффициенты	
					асимметрии $A_s$	эксцесса $E_x$
1	4,49 ± 0,22	0,12	35,00	34,88	2,29	6,98
2	2,02 ± 0,06	0,12	21,74	21,61	2,54	9,84
3	6,52 ± 0,29	0,25	56,24	56,00	2,61	12,72
4	3,63 ± 0,14	0,25	56,86	56,61	4,27	32,59

Первый параметр прямо связан с объемной долей твердой фазы. Необходимость введения второго параметра определяется отсутствием симметричности в распределении любых характеристик геометрии структуры. Для таких распределений важна такая характеристика, как коэффициент асимметрии  $A_s$ , равен нулю у симметричного распределения, например, нормального, и чем больше он по абсолютной величине, тем больше отличаются правая и левая (с учетом знака, относительно среднего значения параметра структуры) ветви распределения.

Ранее (см рис. 4.6), по результатам прямого измерения в структуре исследуемых серийных твердых сплавов толщин квазивязких прослоек было установлено, что критическая деформация, возрастает по мере увеличения их средней толщины  $\langle h_l \rangle$ . При различных значениях коэффициентов асимметрии

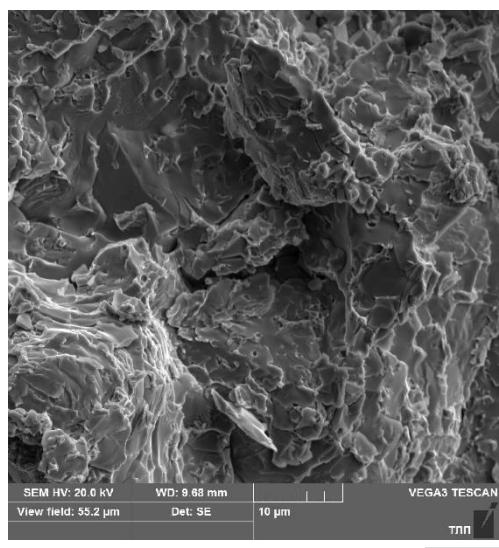
зависимости (см. рис. 4.4) ведут себя подобно, т.е. сам характер возрастания величины критической деформации с увеличением средней толщины вязких прослоек мало зависит от вида распределения прослоек по толщинам.

Полученные значения критерия деформации для разработанных твердых сплавов представлены в табл. 4.8.

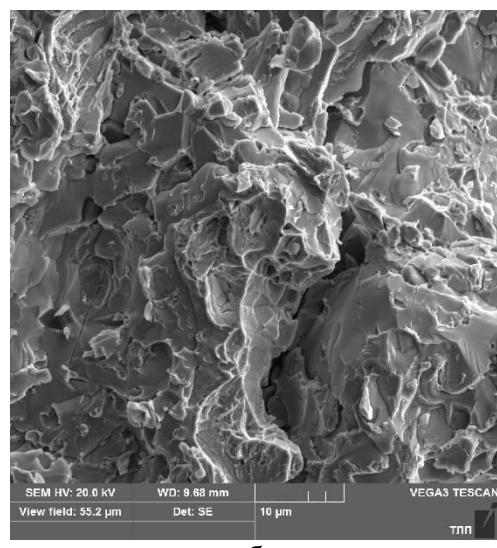
Табл. 4.8. Значения критериев критической деформации  $\varepsilon$  для предложенных композиций твердых сплавов

Сплав	Средняя толщина прослоек $\langle h \rangle$ , мкм	Критическая деформация			
		$A_S = 2$	$A_S = 1,63$	$A_S = 1,15$	$A_S = 0,63$
1	$4,49 \pm 0,22$	0,37	0,48	0,58	0,68
2	$2,02 \pm 0,06$	0,12	0,21	0,32	0,42
3	$6,52 \pm 0,29$	0,53	0,64	0,74	0,84
4	$3,63 \pm 0,14$	0,29	0,40	0,50	0,60

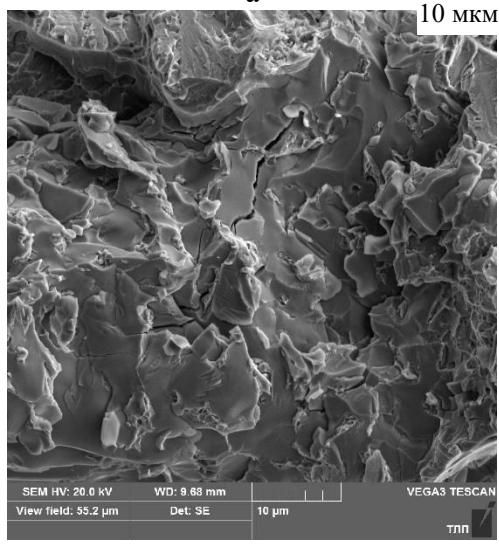
Сопротивление разрушению наплавок, как и других материалов, нашло свое отражение в строении их изломов (рис. 4.11). Присутствие в структуре твердых сплавов упрочняющих составляющих, разделенных относительно вязкой средой, в процессе развития разрушения также сопровождалось сохранением перемычек позади фронта трещины (останцев, или мостов). Это делает возможным их изгиб, срез, вытяжку шейки вместо упругого растяжения (и сопутствующего хрупкого разрушения). В хрупких сплавах такие «останцы», занимая небольшую долю площади излома, вносят существенный вклад в общую работу разрушения. Данное обстоятельство было характерно и для предложенных композиций составов твердых сплавов, где также после процедуры бинаризации были выделены «останцы» (рис. 4.12).



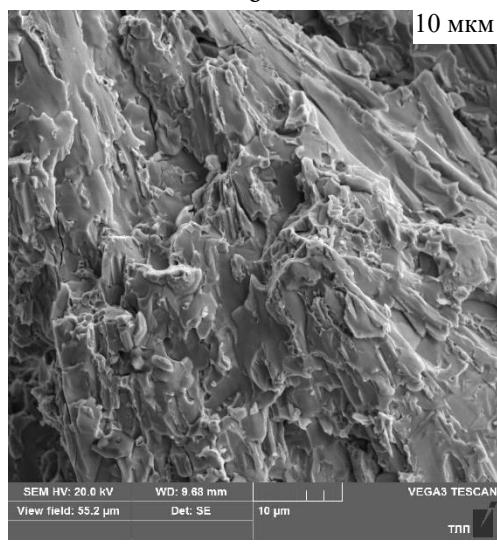
a



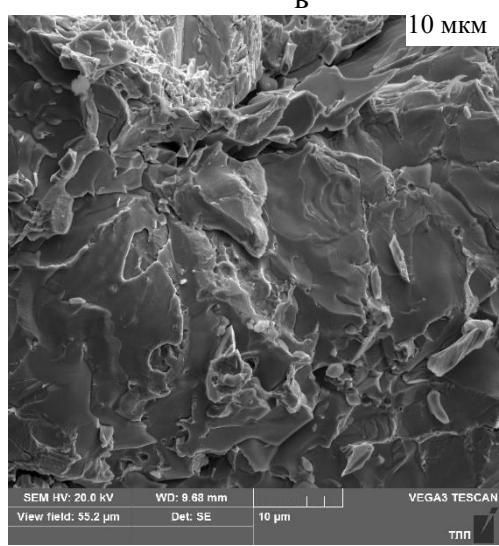
б



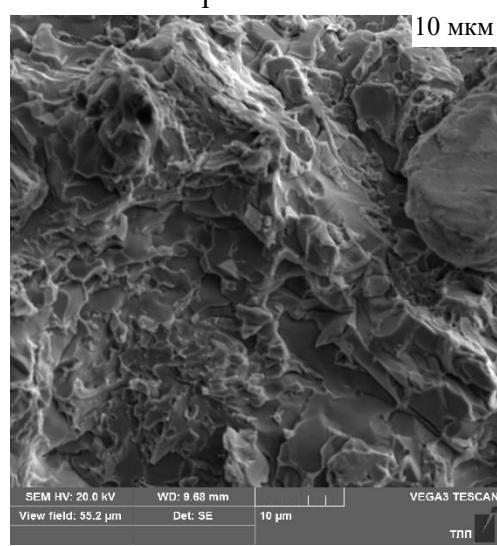
в



г

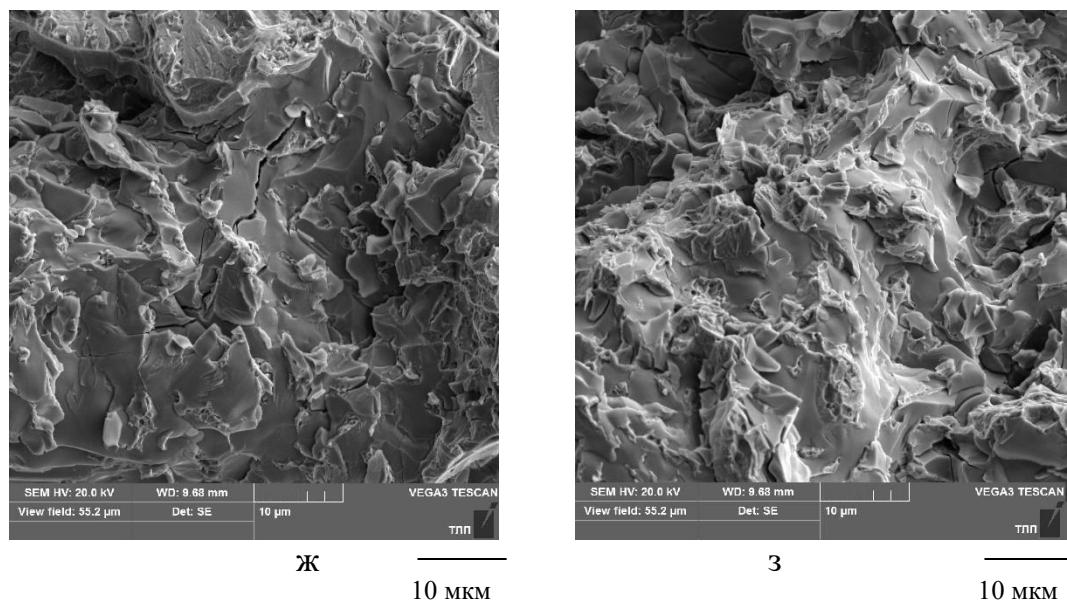


д



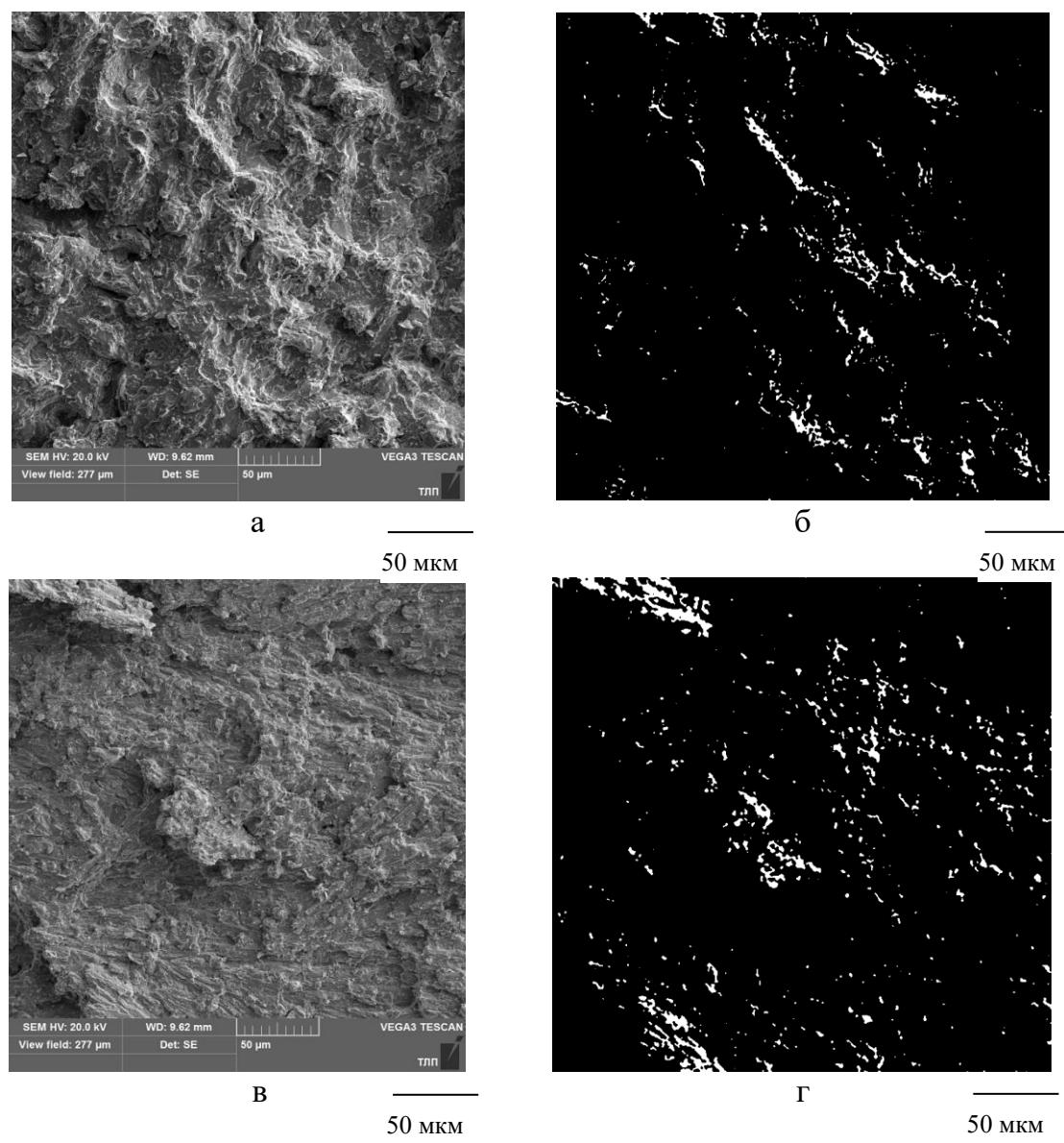
е

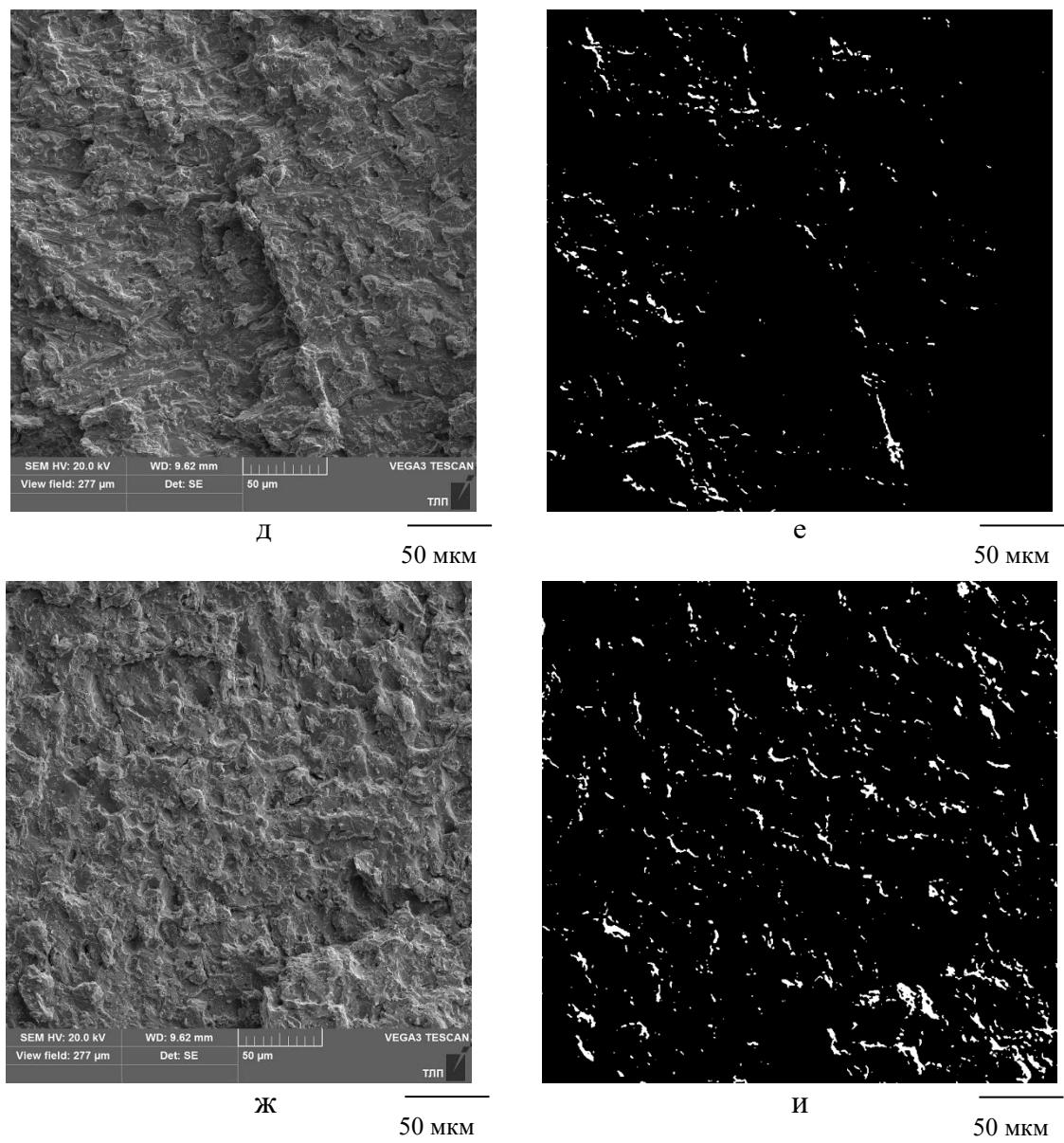
10 МКМ



а, б – сплав 1; в, г – сплав 2; д, е – сплав 3; ж, з – сплав 4

Рис. 4.11. Изображения изломов предложенных составов твердых сплавов после динамического (а, в, д, ж) и статического (б, г, е, з) разрушений





а, б – сплав 1; в, г – сплав 2; д, е – сплав 3; ж, з – сплав 4

Рисунок 4.12. Изображения изломов предложенных композиций составов твердых сплавов (а, в, д, ж) и выделенные на бинарных изображениях участки – «останцы»

(б, г, е, з)

Различие в их объемной доле («останцев») в изломах исследуемых составов твердых сплавов могло отличаться существенно - до трёх раз (табл. 4.9).

Табл. 4.9. Соотношение долей «останцев» в изломах предложенных композиций твёрдых сплавов, %

Сплав	Объемная доля, занимаемая «останцами» в изломе
1	2,20
2	2,24
3	3,15
4	3,94
5	5,73
9	6,17

Для экспериментального подтверждения результатов прогноза риска преждевременного разрушения твердых сплавов были необходимы прямые измерения их трещиностойкости. Метод индентирования [4.58 – 4.60, применяемый для твердых сплавов (твёрдость  $\sim 90$  HRC) и керамики, оказался не пригодным из-за отсутствия трещин, обычно образующихся в углах отпечатка индентора, вследствие их более низкой твердости. Классический метод определения трещиностойкости при испытании образцов с предварительно наведенной усталостной трещиной (критический коэффициент интенсивности напряжений при плоской деформации  $K_{IC}$ ) в соответствии с ГОСТ 25.506 также оказался неприемлемым вследствие малых размеров образцов (ограниченных габаритами наплавок) и трудностей с наведением усталостной трещины. На основе измерения рельефа ответных половинок изломов и совмещения их цифровых моделей в единой системе координат стало возможным определение величины невязки, как меры критического раскрытия трещины [4.61]). Так были получены цифровые 3D-изображения половинок изломов исследуемых твердых сплавов (рис. 4.13 а).

Это позволило не только визуализировать и описать историю развития трещины, но и сопоставить масштабы невязки (несовпадения) двух ответных половинок излома (выделено цветом) исследуемых твёрдых сплавов (рис. 4.13 б), с привязкой к различиям в неоднородности микроструктур. Для трех структурных состояний сплавов ПГ-ФБХ-6-2, ПР-Х4ГСР и ПГ-ФБХ-6-2 (68 %) + WC (30 %) + Al (2 %) (1, 3, 4) и двух – сплава ПР-Х30РНДЮ (21 и 22), прогнозные значения критической деформации наплавки  $\varepsilon$  располагались в следующем ряду (по убыванию):  $\varepsilon_{21}, \varepsilon_3, \varepsilon_{22}, \varepsilon_1, \varepsilon_4$ , а величины невязки  $V$  (на образцах единых габаритов):  $V_{21}, V_3, V_{22}, V_1, V_4$  соответственно.

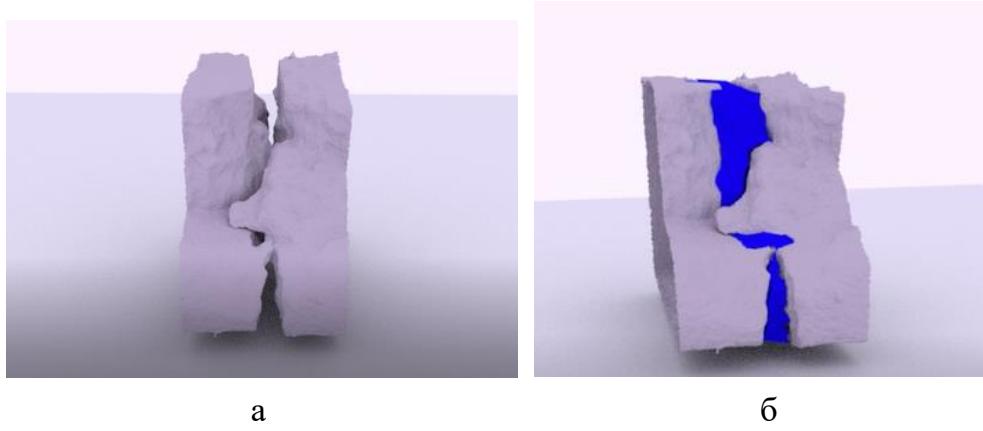


Рис.4.13. Цифровые 3D-модели рельефа ответных половин изломов покрытия из твердого сплава (а) и величина невязки между ними – выделено цветом (б), при совмещении ответных половин изломов в единой системе координат

Склонность к разрушению твердых сплавов также оценивали по различиям в шероховатости рельефа излома, поскольку увеличению рельефности поверхности разрушения обычно отвечает повышение уровня сопротивления материалов разрушению [4.62 – 4.66]. В качестве меры шероховатости использовали параметр (коэффициент) формы (величина относительной развитости поверхности разрушения, оцениваемая как безразмерное отношение площади поверхности трещины в мезо-макромасштабе  $S$  к площади минимального сечения поверхности разрушения  $S_0$ , перпендикулярной оси нагружения:  $\omega = \frac{S}{S_0}$ ). Полученные таким образом характеристики трехмерной модели изломов статистически устойчивы (воспроизводимы в масштабах поля зрения, не превышающего габариты образца, покрытия, отдельных областей с идентичным типом строения структуры твердого сплава). Это существенно при сопоставлении 3D-моделей изображений изломов различной природы.

С использованием предложенного подхода, в частности, был сопоставлен уровень сопротивления разрушению предложенных вариантов композиций составов твердых сплавов при статическом и динамическом нагружении (табл. 4.10).

Табл. 4.10. Значения параметра формы изломов предложенных композиций составов твердых сплавов

Сплав	1	2	3	4	5	9
Статическое разрушение	1,25±0,02	1,18±0,005	1,26±0,01	1,33±0,03	1,14±0,007	1,11±0,001
Динамическое разрушение	1,20±0,005	1,11±0,01	1,13±0,004	1,24±0,006	1,09±0,02	1,04±0,008

Предложенный подход к измерению шероховатости изломов позволил объективно сопоставить исследуемые сплавы их по сопротивлению разрушению, в условиях, когда не реализуемы классические подходы к оценке вязкости разрушения.

Из полученных результатов, в частности, следует, что новые сплавы, отличающиеся дисперсной и однородной структурой, имеют более высокий уровень сопротивления разрушению: уровень развитости поверхности их изломов превосходит аналогичные характеристики серийных сплавов, исследуемых ранее ( $1,04 \pm 0,008 - 1,14 \pm 0,007$ ). Это важно при оценке критических элементов структур существующих твердых сплавов и выработке объективных подходов к конструированию структур новых твёрдых сплавов. Между значениями механических характеристик: пределом прочности  $\sigma_b$ , работой разрушения при ударных испытаниях и коэффициентом формы также наблюдалась корреляция, значения коэффициента корреляции  $R$  составили 0,83 и 0,82 соответственно (рис. 4.14).

Очевидно, что наличие связи между параметром формы излома и показателями механических испытаний подтверждает возможность внесения в контроль изломов твердых сплавов количественной меры, для косвенной оценки их сопротивления хрупкому разрушению.

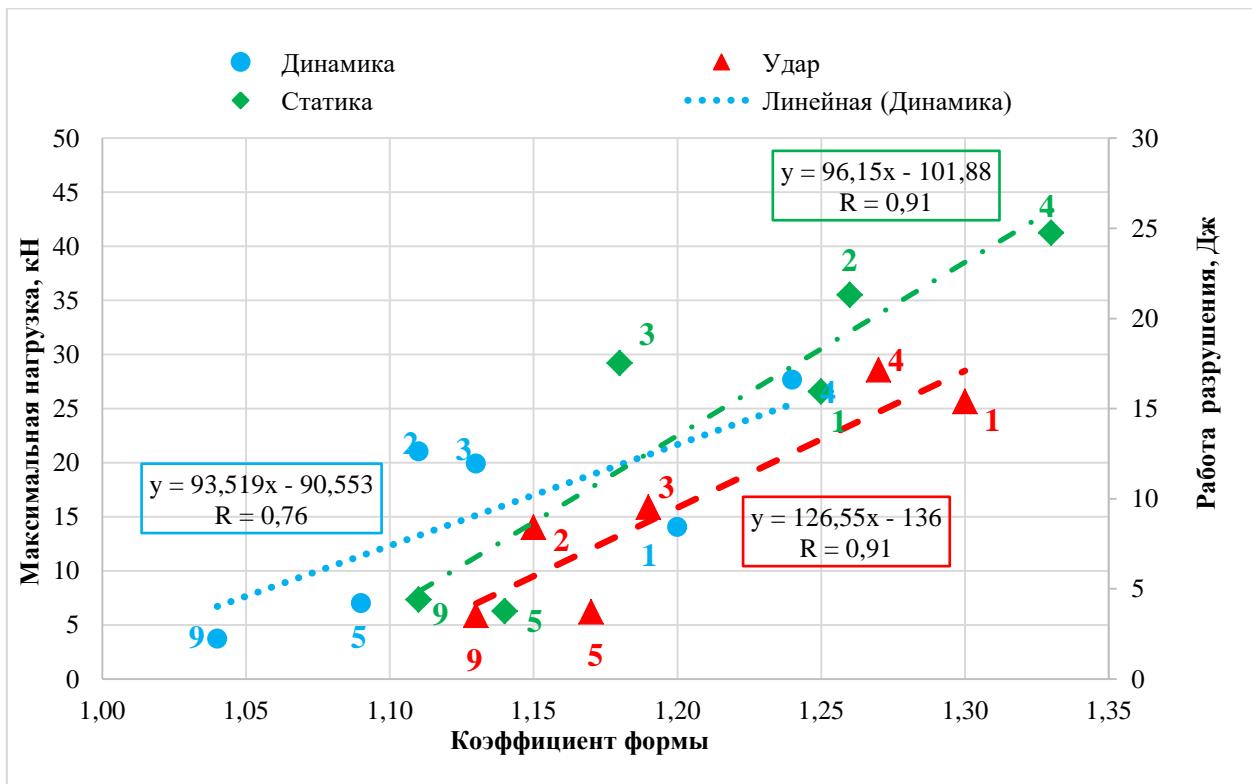


Рис. 4.14. Соотношение коэффициента формы излома и значений механических свойств

Было также проведено сопоставление износстойкости серийных сплавов и опытных вариантов композиций составов твердых сплавов (работы проводились на испытательной базе ФГБНУ ФНАЦ ВИМ силами его сотрудников). На лабораторном стенде класса ИМ-01 можно оценить коэффициент относительной износстойкости  $K_{\text{ио}}$  по сравнительным данным весовых износов практически для любых материалов. Однако, точность определения этого показателя не столь высока. Величина коэффициента вариации в отдельных случаях может достигать 30 – 40 % (особенно при испытаниях твердосплавных покрытий). Этот метод недостаточно адекватно отражает реальные условия эксплуатации. В этой связи проводили испытания на «круговом почвенном стенде» разработки ФГБНУ ФНАЦ ВИМ, где моделируются условия абразивного изнашивания в почвенных условиях (как с точки зрения удельных давлений, так и по скоростным условиям и направлениям приложения абразивных нагрузок – отсутствию «косого резания») [4.7].

Однако, такой важнейший показатель, характеризующий свойства материалов, как коэффициент их относительной износстойкости  $K_{\text{ио}}$ , на круговом

почвенном стенде может быть определен напрямую только при сравнении монометаллических фрагментов изделий (по их линейному износу). Для двухслойных (биметаллических, наплавленных) фрагментов этот показатель напрямую определить невозможно. Учитывая это для «кругового почвенного стенда» его авторами была предложена приближенная оценка коэффициента относительной износостойкости испытуемых материалов для двухслойных (биметаллических, упрочненных, наплавленных) фрагментов почворежущих лезвий, т.е. коэффициента относительной износостойкости твердосплавного покрытия относительно материала основы.

В соответствии с разработанной процедурой сначала определяется коэффициент повышения линейной износостойкости двухслойного фрагмента в сравнении с однослойным (монометаллическим), изготовленным из того же материала основы, что и у биметаллического (наплавленного) образца.

Определение коэффициента повышения линейной износостойкости материала  $K_{ли}$  твердосплавного покрытия осуществляется по формуле:

$$K_{ли} = \frac{U_{л Сер.}}{U_{л Оп.}}, \quad (4.11)$$

где  $K_{ли}$  – коэффициент линейной износостойкости;

$U_{л оп.}$  – линейный износ опытного двухслойного наплавленного фрагмента;

$U_{л Сер.}$  – линейный износ монометаллического (серийного) фрагмента.

Определение коэффициента относительной износостойкости покрытия (твердосплавного слоя)  $K_{uo}^{пок}$  приближенным методом осуществляется по формуле:

$$K_{uo}^{пок} \approx \frac{\sqrt{h_{oc}}}{\sqrt{h_{пок}}} \cdot K_{ли}, \quad (4.12)$$

где  $K_{uo}^{пок}$  – относительная износостойкость материала покрытия;

$h_{oc}$  – толщина основы материала детали, мм;

$h_{пок}$  – толщина покрытия (твердого сплава), мм;

$K_{ли}$  – коэффициент линейной износостойкости (см. выше).

При необходимости полученное значение  $K_{uo}^{\text{пок}}$  пересчитывается (корректируется) к коэффициенту относительной износостойкости стали 45 (термообрабатываемой на 40 HRC), равному единице. То есть полученное значение  $K_{uo}^{\text{пок}}$  умножается на отношение линейных износов  $U_l^{\text{осн}}/U_l^{\text{эт}}$  эталонного (из стали 45) и изготовленного из исследуемого материала основы монометаллических испытуемых фрагментов.

Данная приближенная методика основывается на известном факте пропорциональности линейного износа толщине упрочняющего слоя, взятой в степени 0,5 – 0,6 [4.10].

Результаты исследований (определения) износостойкости (коэффициента относительной износостойкости) одних и тех же материалов на двух стендах сравнивались между собой. При большой разнице (более 15 – 20 %) проводятся уточняющие (дополнительные) опыты (испытания). После получения сопоставимых (близких) результатов можно считать, что коэффициент относительной износостойкости исследуемого материала определен с приемлемой (до 5 – 7 % различий) точностью. При многократном получении несопоставимых (различных) результатов при лабораторных испытаниях по 2-м методикам, выбирается результат, полученный на «круговом почвенном стенде», как более точный.

Результаты сравнительных лабораторных испытаний на износостойкость твердосплавных покрытий косвенным методом на круговом почвенном стенде представленные в таблице 4.11, проводились при следующих условиях: абразив – песок крупный (67 %) + глина (33 %); скорость движения образцов – 2 м/с; Глубина хода образцов – 15 - 16 см; цикл испытаний – 60 часов; размеры образцов 6 × 30 × 60 мм; повторность – двукратная; при разнице значений линейного износа более 5 % – трехкратная.

Результаты лабораторных исследований и испытаний показали, что по своим характеристикам все серийные твердые сплавы не соответствовали (по ряду показателей, главным образом по коэффициенту относительной износостойкости) импортным аналогам [4.1, 4.7].

Табл. 4.11. Результаты сравнительных лабораторных испытаний твердосплавных покрытий на круговом почвенном стенде

Марка используемого твердосплавного покрытия	Разработчик, исполнитель	Способ упрочнения (нанесение тв. сплава)	Твердость, HRC	Толщина покрытия, мм	Среднее значение линейного износа образца с покрытием, мм	Среднее значение линейного износа образца без покрытия (эталона), мм	Коэффициент линейной износостойкости $K_{\text{лин}}$	Коэффициент относительной износостойкости $K_{\text{но}}$	Коэффициент относительной износостойкости (скорректированный) $K'_{\text{но}}$
ПГ-ФБХ-6-2	ФГБНУ ФНАЦ ВИМ	Плазменная наплавка	57-61	3,4	1,3	3,1	2,39	3,17	3,39
ПГ-ФБХ-6-2	АО «РПП «Петровское»	Плазменная наплавка	54-59	2,1	2,0	3,2	1,60	2,7	2,89
ПР-X30СРНДЮ	ФГБНУ ФНАЦ ВИМ	Плазменная наплавка	61-63	2,2	1,8	3,2	1,78	2,94	3,15
ПР-X4ГСР	ФГБНУ ФНАЦ ВИМ	Плазменная наплавка	61-64	2,3	2,0	3,1	1,55	2,50	2,68

Разработка новых твердых (импортозамещающих) сплавов на железной либо никелевой основе, имеющих в условиях абразивного воздействия на нагруженные детали повышенную (не менее чем в 1,5 раза в сравнении с отечественными серийными сплавами или не менее чем в 3,5 раза в сравнении со сталью 45, термообработанной до 40 HRC) износостойкость, высокие технологические характеристики (толщину, адгезионную прочность) которые, в целом, должны обеспечивать повышенные эксплуатационные и ресурсные характеристики быстроизнашиваемых деталей сельхозмашин в 1,8 – 2,7 раз (по сравнению с имеющимися аналогами) возможна за счет создания оптимальных микроструктур в новых твердых сплавах, учета фактора геометрии покрытий, способа их нанесения и термической обработки. Существенное значение, при прочих равных, также имеет финансовая сторона вопроса, условия адаптации предлагаемых технических

решений в рамках существующих производственных возможностей АО «РТП «Петровское».

Для испытания новых составов твердых сплавов были разработаны Программа и методики лабораторных испытаний твердосплавных материалов и эксплуатационно-полевых испытаний упрочненных новыми разработанными составами твердых сплавов рабочих органов сельхозмашин.

Для проведения эксплуатационно-полевых испытаний разработанных новых твердых сплавов были разработаны лабораторный технологический регламент нанесения нового состава твердого сплава на рабочие органы сельхозмашин, маршрутная карта на изготовление экспериментальных образцов рабочих органов сельскохозяйственных машин, упрочненных новыми разработанными составами твердых сплавов, эскизная конструкторская документация на экспериментальные образцы рабочих органов сельхозмашин, упрочненных разработанными составами твердых сплавов.

Были изготовлены различные варианты образцов рабочих органов сельскохозяйственных машин с упрочняющими покрытиями из разработанных твердых сплавов, как на железной, так и на никелевой основах, с различными добавками (WC, Al и др.); вариацией их доли, в первую очередь WC; степени грануляции, технологии наплавки (на воздухе и в аргоне). Их испытания подтвердили возможность успешного конструирования оптимальных структур твердых сплавов (применимо к возможностям предприятия Индустриального партнера – АО «РТП «Петровское») на основе анализа закономерностей разрушения неоднородных структур, с учетом кооперативного взаимодействия разнородных структур. Важно, что наилучшее результаты показали наиболее дешевые (на железной основе с добавкой 2,8 масс. % бора; а также с добавкой алюминия и титана – получен патент на изобретение) и одновременно технологичные сплавы.

Полученные результаты указывают на перспективность разработанного и реализованного подхода к конструированию структуры твердых сплавов под заданные свойства и возможности его распространения на другие классы материалов.

Установлено, в частности, что максимальная износостойкость была получена в наплавках на основе нового твердого сплава с содержанием бора 2,8 % масс, несколько меньшая износостойкость – в наплавках из новых твердых сплавов с содержанием бора 2,6 % масс и наплавок из разработанных твердых сплавов на основе никеля (ПГ-10Н-01(96,5 %)+В(3,5 %)). Высокая износостойкость была также у нового сплава на железной основе с содержанием алюминия 0,10 - 0,15 % масс и карбида титана в количестве 0,20 - 0,25 % масс. (патент РФ № 2637734 от 06 декабря 2017 г.) Соотношение коэффициентов относительной износостойкости 1 : 0,89 : 0,90 : 0,93 соответственно.

Проведены эксплуатационно-полевые испытания рабочих органов сельхозмашин (8 типов почворежущих рабочих органов) с нанесенным твердым сплавом по разработанным вариантам: новые сплавы на железной основе с добавкой 2,6 – 2,8 % масс бора; с добавкой вольфрама (30 – 45 % масс), на никелевой основе и нового сплава на железной основе с содержанием алюминия 0,10 - 0,15 % масс. и карбида титана в количестве 0,20 - 0,25 % масс. (всего 143 детали). Установлено, в частности, что их эксплуатационная износостойкость (ресурс по износу) в сравнении с серийными изделиями (наплавленными серийно выпускаемыми твердыми сплавами) выше в 1,9 - 3,0 и более раз.

Для эксплуатационно-полевых испытаний (проведены ФГБНУ ФНАЦ ВИМ в рамках выполнения работ по ФЦП по договору с НИТУ МИСиС) было изготовлено пять видов рабочих органов, упрочненных различными видами твердых сплавов и без упрочнения (для сравнения): долото (ЛМД-002У) (рис.12); лемех (ЛМД-001); долото «Лемкен» (ПЛ.01.502); лемех «Лемкен» (ПЛ.01.501); нож фрезы (НФА 001). Полный объем эксплуатационно-полевых испытаний, упрочненных твердыми сплавами рабочих органов сельхозмашин, проводился специализированным испытательным подразделением (ФГБУ Владимирской МИС) по всем деталям, с соответствующим оформлением протоколов по каждому варианту. По данным видам деталей было испытано (исследовано) в полевых условиях 9 сравнительных вариантов упрочнения новыми твердыми сплавами. Испытания рабочих органов деталей машин производилось при помощи плугов ПЛН-8 (рис. 4.15а).



a

б

Рис. 4.15. Долото (тыльная сторона) до (а) и после (б) эксплуатационно-полевых испытаний

Условия проведения сравнительных испытаний долот с различными видами упрочнения (в т.ч. твердосплавного) приведены в табл. 4.12. Показатели условий испытаний определены по ГОСТ 20915-2011, СТО АИСТ 4.1-2010. Обобщенные сравнительные результаты испытаний долот ЛМД-002У с различными вариантами упрочнения приведены в табл. 4.13, изображение детали после испытания (наработка 68 га) – рис. 4.15 б.

Они были упрочнены двумя видами разработанных твердых сплавов, имеющих лучшие показатели износостойкости по результатам лабораторных испытаний – ПГ-ФБХ-6-3 и ПР-С27+Al(0,1–0,15 %)+TiC(0,2–0,25 %). Лемех (ЛМД 001) испытывался также ФГБУ Владимирской МИС в АО Агрофирма «Сузdalьские зори», Сузdalьский район Владимирской области, на тех же плугах, что и долота ЛМД(002У). Соответственно, условия проведения испытаний были идентичными (см. таблицу 4.11 условиям испытаний долоту ЛМД(002У)). Испытывалось 4 лемеха, наплавленных твердым сплавом ПГ-ФБХ-6-3 и 4 лемеха, наплавленных твердым сплавом ПР-С27+Al(0,1–0,15%)+TiC(0,2–0,25%) в сравнении с серийными ненаплавленными лемехами из стали 45. Обобщенные сравнительные результаты испытаний лемехов ЛМД 001 с различными вариантами упрочнения приведены в таблице 4.14.

Табл. 4.12. Условия и место проведения эксплуатационно-ресурсных полевых натуральных испытаний, упрочненных различными видами твердых сплавов долот ЛМД-002У

Показатель	Значение показателя				
	по НД	по данным испытаний	на надежность		
Дата проведения оценки	-	20.06.2017 г.	20.06.2017 г.- 16.10.2017 г.		
Место проведения	-	АО Агрофирма «Сузdalские зори» Сузdalский район Владимирская область			
Вид работы	нет данных	пахота	пахота		
<u>Условия работы</u>					
Тип почвы и название	почвы с различными физико-механическими свойствами	серая лесная			
по механическому составу		средний суглинок	средний суглинок		
Влажность почвы, %					
в слоях, см:					
от 0 до 10 включ.	}	до 30	22,2		
св. 10 » 20 »			21,7		
» 20 » 30 »			19,6		
20,6 - 26,5					
19,8 - 24,5					
19 - 24,4					
Твердость почвы, МПа,					
по слоям, см:					
от 0 до 10 включ.	}	до 4	1,9		
св. 10 » 20 »			2,7		
» 20 » 30 »			3,1		
0,8 - 2,6					
1,3 - 3,5					
2,2 - 3,8					
Предшествующая обработка почвы	в соответствии с технологической картой	уборка зерновых	уборка зерновых, дискование		
Показатели качества выполнения технологического процесса					
Рабочая ширина захвата корпуса, м	0,30; 0,35; 0,40	0,40	0,40		
Глубина обработки, см	до 30	22,5	21,8 - 23,2		
За НД принято значение показателя по СТО АИСТ 4.6-2010					

Табл. 4.13. Обобщенные результаты сравнительных эксплуатационно-ресурсных испытаний долот ЛМД-002У, упрочненных по различным вариантам.

№ п/п	Марка испытуемого долота, в т.ч. твердосплавного	Твердость упрочненного слоя, HRC	Линейный износ долота после наработки 68 га, мм	Коэффициент линейной износостойкости стали 45	Коэффициент линейной износостойкости относительно долота, упрочненного серийным сплавом ПРФБХ-6-2	Коэффициент относительной износостойкости сплава (расчетный метод)
1	Сталь 45	37 - 41	44	-	-	1,00
2	Сплав ПГ-ФБХ-6-2	58 - 62	26	1,83	-	3,18
3	Сплав ПГ-ФБХ-6-2,5	60 - 63	9	4,89	2,89	8,31
4	Сплав ПГ-ФБХ-6-3	62 - 67	8	5,50	3,25	9,35
5	Сплав ПР-Х30СР2,5НДЮ	60 - 62	15	2,93	1,73	4,99
6	Сплав ПР-Х30СР3НДЮ	59 - 62	9	4,79	2,87	8,21
7	Сплав ПР-С27+Al(0,1–0,15%)+TiC(0,2–0,25%)	61 - 65	12	3,67	2,17	6,23
8	Сплав ПГ-10Н-01(96,5%)+В(3,5%)	59 - 64	14	3,14	1,85	5,34
9	Сплав ПГ-ФБХ-6-2 (серийный) (68%) + WC(30%) + Al(2%)	60 - 63	13	3,38	2,00	5,75
10	-2(53%) +Al(2%)	61-65	10	4,40	2,60	7,48
11	ПР-Н67Х18С5Р4	56-60	17	2,59	1,53	4,40

Табл. 4.14. Результаты эксплуатационно-ресурсных испытаний лемехов (ЛМД 001), упрочненных по различным вариантам

№ п/п	Марка испытуемого материала лемеха, в т.ч. твердосплавного	Твердость упрочненного слоя, HRC	Предельные значения износов лемехов по лезвию после наработки 68 га, мм	Среднее значение износа лемехов после наработки 68 га	Коэффициент линейной износостойкости, относительно стали 45(Л53)	Коэффициент относительной износостойкости сплава (расчетный метод)
1	Сталь 45	37 – 41	15 – 17	16	-	-
2	Сплав ПГ-ФБХ-6-3	62 – 66	7 – 8	7,5	5,67	9,63
3	Сплав ПР-С27 +Al(0,1–0,15%)+TiC(0,2–0,25%)	61 – 66	5,5 – 6,5	6,0	4,25	7,22

Толщина наплавляемого слоя у долота ПЛ-01.502 – от 3,3 до 3,4 мм, а у лемеха ПЛ-01.501 – от 2,2 до 2,4 мм.

Условия испытаний: почвы легко – и среднесуглинистого механического состава, твердостью (на глубине 20 – 23 см) – от 2,1 до 3,3 МПа.

Детали испытывались в сравнении с серийными аналогами из зарубежной высокопрочной износостойкой стали (типа европейской марки 30MnB5

дополнительно микролегированной (до 0,05%) титаном) сравнительные результаты испытаний долот «Лемкен» (ПЛ-01.502) и лемеха «Лемкен» (ПЛ-01.501) приведены в таблицах 4.15 и 4.16.

Табл. 4.15. Сравнительные результаты испытаний долот ПЛ-01.502 плуга фирмы «Лемкен»

№ п/п	Марка испытуемого материала долота, в т.ч. твердосплавного	Твердость упрочненного слоя, HRC	Предельные значения износов долот по лезвию после наработки 35 га, мм	Среднее значение износа долот после наработки 35 га, мм	Коэффициент линейной износостойкости, относительно импортной высокопрочной стали	Коэффициент относительной износостойкости материала (расчетный, пересчитанный относительно стали 45)
1	Импортная сталь	52 – 54	48,5 – 49,5	49	–	–
2	Сплав ПГ-ФБХ-6-3	62 – 65	36,5 – 37,7	37	1,33	9,76
3	Сплав ПР-C27+Al(0,1–0,15%)+TiC(0,2–0,25%)	62 – 67	30,5 – 31,5	31	1,58	6,52

Табл. 4.16. Сравнительные результаты испытаний лемехов ПЛ-01.501 плуга фирмы «Лемкен»

№ п/п	Марка испытуемого материала лемеха, в т.ч. твердосплавного	Твердость упрочненного слоя, HRC	Предельные значения износов лемехов по лезвию после наработки 35 га, мм	Среднее значение износа лемехов после наработки 35 га, мм	Коэффициент линейной износостойкости, относительно импортной высокопрочной стали	Коэффициент относительной износостойкости сплава (расчетный, пересчитанный относительно стали 45)
1	Импортная сталь	52 – 55	23,0 – 24,0	23,5	–	1,65(по данным других исследований)
2	Сплав ПГ-ФБХ-6-3	62 – 66	15,0 – 16,0	15,5	1,52	5,10
3	Сплав ПР-C27+Al(0,1–0,15%)+TiC(0,2–0,25%)	61 – 67	11,5 – 12,5	12,0	12,0	5,13

Также проводились сравнительные испытания импортозамещающих, упрочненных двумя видами твердых сплавов (ПГ-ФБХ-6-3 и ПР-C27+Al(0,1–0,15%)+TiC(0,2–0,25 %)), ножей фрезы (НФА-001) картофельного грядообразователя фирмы «Джонс Инжиниринг» (Англия).

Испытания ножей фрез грядообразователя проводились ФГБУ Владимирской МИС в АО Агрофирма «Суздальские зори», Суздальский район

Владимирской области, также они проверялись (исследовались) и в ЗАО «Совхоз имени Ленина» (Ленинский район Московской области РФ).

Условия испытаний: Глубина обработки – до 15 см; почвы среднесуглинистые; твердость почв (на глубине обработки) – от 1,5 до 2,6 МПа

Толщина наплавленного слоя на ножах составляла 2,3 – 2,5 мм. Всего на испытания было поставлено 12 ножей (по 6 – на каждый вариант упрочнения твердым сплавом). В качестве сравнительного варианта испытывался серийный английский нож фрезы из импортной высокопрочной стали. Твердость ножей из английской стали составила 50 – 52 HRC. Коэффициент относительной износостойкости (относительно стали 45) ориентировочно составляет 1,53 – 1,57 (табл. 4.17).

Табл. 4.17. Результаты испытаний ножей фрезы картофельного грядообразователя фирмы «Джонс Инжинириング» (Англия)

№ п/п	Марка использованного материала ножа, в т.ч. твердосплавного	Твердость упрочненного слоя, HRC	Предельные значения износов ножей по лезвию после наработки 0,4 га на нож, мм	Среднее значение износа ножей после наработки 0,4 га на нож, мм	Коэффициент линейной износостойкости, относительно импортной высокопрочной стали	Коэффициент относительной износостойкости материала (расчетный, пересчитанный относительно стали 45)
1	Импортная сталь	50 – 52	0,75 – 0,85	0,80	–	1,55
2	Сплав ПГ-ФБХ-6-3	61 – 65	0,40 – 0,50	0,45	1,78	9,45
3	Сплав ПР-С27 +Al(0,1– 0,15%)+TiC(0,2– 0,25%)	62 – 66	0,25 – 0,35	0,30	2,67	6,30

Полный цикл эксплуатационно-ресурсных испытаний с составлением протоколов в соответствии с разработанной программой и методикой эксплуатационных испытаний был проведен по всем деталям – долото ЛМД-002У; лемех ЛМД-001; нож фрезы НФА-001; долото «Лемкен» ПЛ.01.502 и лемех «Лемкен» ПЛ.01.501. Для долот ЛМД-002У было испытано 11 вариантов упрочнения, из них 1 – без твердосплавной поплавки, 3 – серийными твердыми сплавами на железной основе (ПГ-ФБХ-6-2) и с 30–45 % WC (ПГ-ФБХ-6-2(68 %) +WC(30 %) +Al(2 %), ПГ-ФБХ-6-2(53 %)+WC(45 %)+Al(2 %), 2 – на никелевой основе ПГ-10Н-01(96,5 %) +B(3,5 %) и ПГ-Н67Х18С5Р4; и 5 – новыми разработанными твердыми сплавами на железной основе.

По результатам сравнительных эксплуатационно-ресурсных испытаний лучший результат показали долотья, упрочненные опытным сплавом ПГ-ФБХ-6-3 (коэффициент относительной износостойкости  $K_o = 5,07$ ) и долотья, упрочненные этим же опытным сплавом с добавкой литого карбида вольфрама ( $K_o = 6,35$ ), эти долотья (упрочненные приведенными сплавами) превосходят по износостойкости испытанные долотья, упрочненные серийным твердым сплавом ПГ-ФБХ-6-2 ( $K_o = 3,18$ ) соответственно в 1,59 и 2,0 раза. Неплохие результаты испытаний на износостойкость имели долотья, упрочненные предложенными композициями составов твердых сплавов ПГ-ФБХ-6-2,5 ( $K_o = 4,48$ ) и серийный никелевый сплав ПГ-10Н-01(96,5 %)+В(3,5 %) ( $K_o = 4,76$ ) (см. табл. 4.15).

Установлено, что титаносодержащие добавки повышают относительную износостойкость сплавов на 19 – 49 %. Чем условия эксплуатации (твердость почвы, глубина обработки и др.) лучше (легче), тем выше процент повышения износостойкости у сплавов, содержащих добавки карбида титана. С усредненной разницей не более чем 15 – 20 % результаты эксплуатационных испытаний по определению коэффициентов относительной износостойкости твердых сплавов совпадают с результатами лабораторных испытаний.

В целом, результаты эксплуатационно-полевых испытаний показали, что рабочие органы сельхозмашин, упрочненные разработанным твердым сплавом ПГ-ФБХ-6-3, имеют эксплуатационную износостойкость (ресурс по износу) в сравнении с серийными изделиями (наплавленными серийно выпускаемыми твердыми сплавами) выше в 3,25 раза и более по сравнению с рабочими органами, упрочненным серийными твердыми сплавами, что соответствует результатам лабораторных испытаний. Его коэффициент относительной износостойкости (относительно стали 45) по результатам эксплуатационных испытаний находится в пределах 5,10 – 9,78, для сплава, содержащего TiC, он составляет 5,13 – 7,22. При этом коэффициент относительной износостойкости лучшего из серийных сплавов ПГ-ФБХ-6-2 находится в пределах 3,10 – 3,20. Одновременно, у предложенных сплавов был более высокий уровень сопротивления хрупкому разрушению – не менее чем на 25 – 30 % выше серийных аналогов, производимых ранее.

Внедрение результатов работ осуществлялось в соответствии с Лицензионным договором между НИТУ МИСиС и АО «РТП «Петровское» (№ ЛД

03.031-2019 от 25.04.2019), зарегистрированным в ФИПС (номер государственной регистрации: РД0298425, дата государственной регистрации: 20.06.2019) на производственных площадях АО «РТП «Петровское». Продукция по лицензии – рабочие органы сельскохозяйственных машин (сортамента «АО РТП «Петровское»).

Объем продаж продукции, произведенной по лицензии составил:

- в 2020 г. (по состоянию на 20.10.2020 г.) – 27 345 276 (двадцать семь миллионов триста сорок пять тысяч двести семьдесят шесть) рублей;
- в 2022 г. (по состоянию на 31.12.2022 г.) – 19 943 302,74 (девятнадцать миллионов девятьсот сорок три тысячи триста два рубля 74 коп);
- в 2023 г. (по состоянию на 31.12.2023 г.) – 21 415 637 (двадцать один миллион четыреста пятнадцать тысяч шестьсот тридцать семь) руб.

Акт о внедрении соответствующих результатов настоящей докторской диссертации на производственных площадях АО «РТП «Петровское» от 27.10.2025 г. прилагается (приложение Б).

#### **4.2 Масштабы неоднородности структур, трещиностойкости и хладостойкости в структурно-неоднородных сталях**

С учетом развитых цифровых процедур представляет интерес оценка неоднородных структур, их механизмов разрушения, детальное изучение которых, ранее не представлялось возможным из-за трудоемкости ручных измерений, а в большинстве случаев было невозможно по этой же причине в принципе. В этой связи представляет научный и практический интерес изучение вязкого разрушения среды со структурой. Если при хрупком разрушении распространение трещины носит автокаталитический характер, то при вязком разрушении среда со структурой контролирует её развитие практически на всех стадиях процесса. В этой связи более глубокое понимание механизмов разрушения среды с неоднородной структурой является весьма актуальным.

При вязком разрушении сталей и сплавов, образующиеся вследствие растрескивания или отслоя включений поры, претерпевают пластический рост и слияние, обеспечивая продвижение макротрещины. В наблюдаемых (*post mortem*)

изломах виден результат слияния пор – парные ямки на ответных половинках образца, нередко с частицами на их дне.

В концепции критической интенсивности напряжения  $K_{Ic}$  (по Гриффитсу и Ирвину) продвижение трещины – непрерывный процесс, требующий постоянной работы  $J$ , поглощаемой пластической деформацией в слое толщиной  $r_s$  (под изломами ответных половинок) при  $\sigma > \sigma_s$  – предел текучести. При плоской деформации работа  $J$  (на единицу площади излома) соответствует вязкости разрушения  $K_{Ic}$  и работы  $J$  (на единицу площади излома) как:

$$K_{Ic} = [JE/(1-\nu^2)]^{1/2}, \quad (4.13)$$

где  $E$  – модуль Юнга и  $\nu$  – коэффициент Пуассона. Уровень  $K_{Ic}$  определяется размерами  $d$  и объемной долей включений  $\nu$  (одинаковых и равноосных) через среднее (в трех измерениях) расстояние  $\langle \Lambda \rangle \approx d/\nu^{1/3}$  между ними [4.67, 4.68].

В разрушении участвуют включения, размеры которых распределены в диапазоне  $1 \leq d < 10 - 10^2$  мкм (более крупные частицы определяют «выход из строя» отдельного образца, но не уровень трещиностойкости плавки в целом). По прямым измерениям 2D-изображений изломов, так же рассеяны и наблюдаемые размеры ямок  $d_p$ , с поправкой на пластическую деформацию пор, предшествующую их слиянию (рис. 4.16). Соответствующие значения коэффициентов корреляции в паре « $d_p - d$ » для сталей 40Х2Н2МА, 16Г2АФ, 09Г2С, 15Х2НМФА и 38ХН3МФА-Ш, отличающихся своей структурой (сорбита отпуска в сорте, ферритно-перлитная полосчатость в листе, дальние последствия сохранившейся дендритной структуры в крупных поковках: неоднородность размещения неметаллических включений, наличие ферритных полей в микроструктуре) варьировались в пределах от 0,80 до 0,95.

Последовательность образования пор: от крупных НВ, в т.ч вне узкого слоя ( $r > r_s$ ) к прочным мелким – только в узком слое  $r \ll r_s$  вблизи вершины трещины зависит также от сцепления частиц с матрицей, от упрочнения последней в слое глубиной  $r_s$ , и статистикой распределения включений по размерам и межчастичному расстоянию  $\Lambda_i$ .

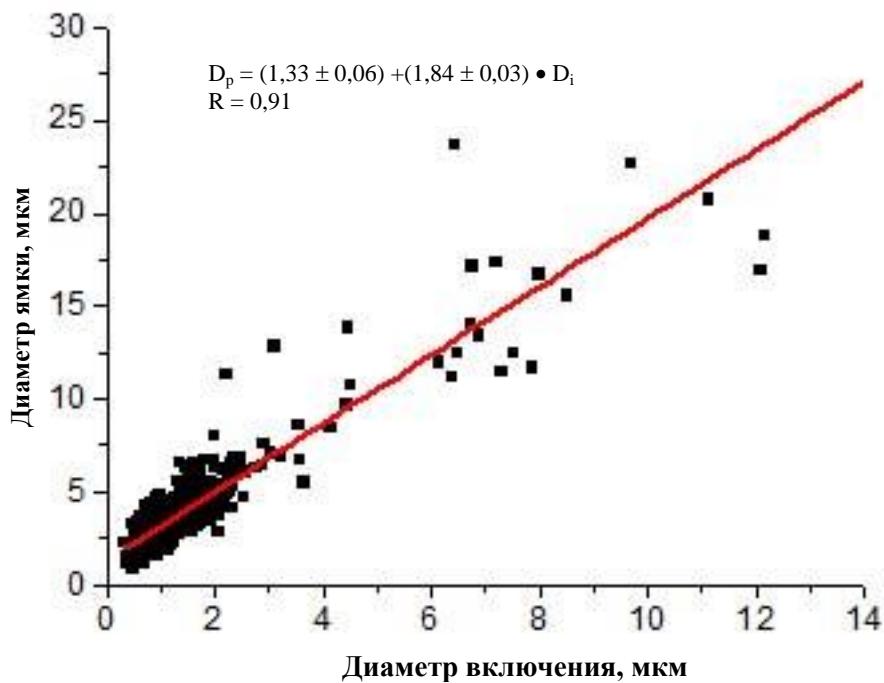


Рис.4.16. Соотношение поперечников ямок  $d_p$ , и неметаллических включений  $d$  на их дне (равноосные ямки в изломах образцов из улучшаемой стали 38ХН3МФА-Ш)

На 2D-изображении вязкого излома обычно наблюдаются проекции ямок различной геометрии, однако их семантический анализ может быть полезен при оценке (сопоставлении) причин неоднородности вязкости. В этой связи были сопоставлены бинарные изображения изломов на дне макрохрупкого квадрата ударных образцов (KCU), полученные в сканирующем микроскопе «Стереоскан-150» при увеличении  $\times 2000$  на площади  $\sim 2 \text{ мм}^2$  в масштабе каждого образца от трёх плавок (1, 2, 3 - практически идентичного состава) улучшаемой стали 40Х2Н2МА ( $600^{\circ}\text{C}$ , 1 час, охлаждение воздух), отличающихся чистотой по НВ ( $1 < 2 < 3$ ), примесям ( $1,3 < 2$ ) и уровнем ударной вязкости соответственно [4.69]. Существенной связи среднего размера ямок  $\langle d_p \rangle$ , их анизотропии  $\langle A \rangle$  (отношение диаметров ямок в двух взаимно перпендикулярных направлениях), плотности  $\rho$ , средней площади ямок  $\langle S \rangle$ , ширины перемычек между ними  $\langle t \rangle$  и их доли (на панорамных изображениях) с ударной вязкостью выявлено не было (табл. 4.18).

Табл. 4.18. Статистика геометрии элементов 2D-изображений вязких изломов ударных образцов из улучшаемой стали 40Х2Н2МА [4.69]

Вариант	Средний размер ямки $\langle d_p \rangle$ , мкм	Анизотропия ямок $\langle A \rangle$	Плотность ямок, $\rho \cdot 10^3$ , шт/мм <sup>2</sup>	Средняя площадь ямок $\langle S \rangle$ , мкм <sup>2</sup>	Средняя ширина перемычки $\langle t \rangle$ , мкм	Доля площади перемычек	Ударная вязкость КСУ, МДж/м <sup>2</sup>
1	$1,0 \pm 0,7$	$1,2 \pm 0,6$	65,2	$1,43 \pm 5,48$	0,53	0,67	$0,9 \pm 0,1$
2	$0,6 \pm 0,3$	$1,3 \pm 0,7$	75,1	$0,39 \pm 1,25$	0,48	0,71	$1,4 \pm 0,1$
3	$1,6 \pm 0,9$	$1,3 \pm 0, \Delta 6$	97,1	$3,45 \pm 0,10$	0,10	0,67	$1,6 \pm 0,1$

Отсутствие различий могло быть в т.ч. связано с особенностями наблюдения проекций элементов излома, в условиях, когда рельеф в какой-то мере искажает истинную геометрию элементов излома, в данном случае ямок. В мезомасштабе наблюдения все профили изломов в направлении распространения трещины имели вид ломаной лестницы с длиной ступеней  $L_i$ , шириной (шаг вдоль пути трещины)  $B$ , которые попеременно отклонялись от плоскости макрохрупкого квадрата на угол  $\alpha$  [4.70]. Распределение значений параметров ломаной лестницы имело асимметричный вид (рис. 4.17). При таком мезорельфе и представительном числе измерений ямок  $n$  ( $n > 1000$ ) неизбежно различие в геометрии истинных размеров ямок и их проекций на 2D-изображениях вследствие вариации значений ширины ступеней и угла наклона мезоступени. При средней ширине ступеней (шаг вдоль пути трещины)  $\langle B \rangle = 20 - 25$  мкм они попеременно отклонены от макроплоскости излома, в среднем на угол  $\pm \langle \alpha \rangle = 31 - 39^\circ$ , а размах  $\Delta = \alpha_{\max} - \alpha_{\min} \leq 80 - 85^\circ$ .

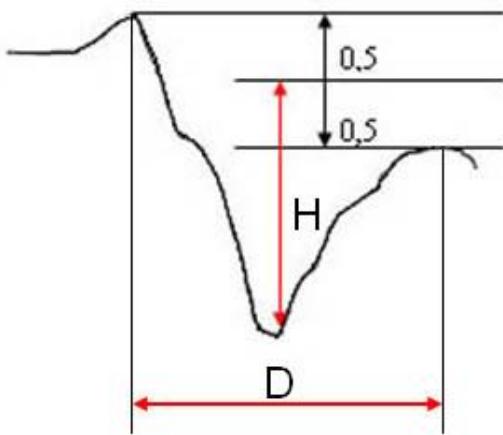
При таком размахе углов ямка истинным диаметром  $(d_p)_t$  (когда мезоступень совпадает с плоскостью макрохрупкого квадрата ударного образца) может быть измерена как проекция  $(d_p)_p$  в пределах  $(d_p)_p / (d_p)_t [0,2; 1,0]$ . На ширине одной ступени укладывается не менее чем  $\langle B \rangle / \langle d \rangle \sim 20 - 25$  ямок вязкого излома, а весь путь излома состоит из сотен ступеней, отсюда вытекает возможный масштаб колебаний ямок одного и того же размера при их измерениях на 2D-проекции излома.

Однако в большей мере на информативности средних значений параметров геометрии ямок может оказаться вид их распределения по размерам, отражающий распределение по размерам НВ, когда поперечник ямки наблюдаем в диапазоне в

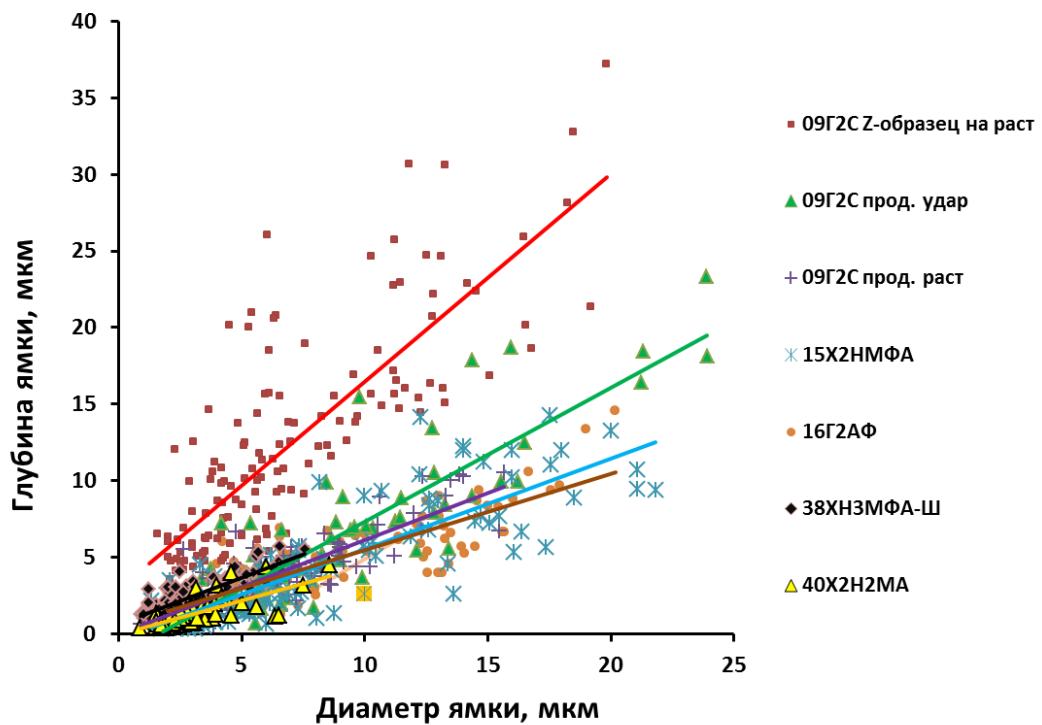
несколько порядков (в масштабах образца). В таком случае предпочтительнее представить аргумент как  $u = \ln d_p$ , а функцию от него -  $\ln p(d_p)$ . Такое распределение «с тяжелым хвостом» не имеет среднего [4.71, 4.72] и сравнение такого рода выборок корректнее проводить не по средним значениям, а с использованием критериев непараметрической статистики.

Следует также достаточно осторожно подходить к использованию соотношения  $\langle d_p \rangle / \langle d \rangle$  для косвенной оценки вклада в разрушение микропластической деформации, предшествующей слиянию пор. Для изломов всех исследуемых сталей его величина варьировалась практически в одном интервале (1,5 – 7), однако число ямок, на дне которых наблюдались частицы (на сопоставимых площадях в масштабе образца) определялось чистотой стали по неметаллическим включениям и различием в пластичности матрицы.

Если равноосную ямку в простейшем (квадратичном) приближении описывает параболоид вращения  $y = c(x^2 + z^2)$ , то его сечение на расстоянии  $a$  от оси вращения  $y = c(x^2 + a^2)$ . Для разных сечений геометрически подобных ямок глубина  $h_p \sim (d_p)^2$  (чем шире сечение ямки, тем она глубже). У подобных гребней (например, элемент ступени ломаной лестницы, описывающей мезорельеф излома) все параллельные сечения подобны, поэтому распределение высот  $h_p \sim B$ . Реконструкция 3D-рельефа вязкого излома методами классической стереофотограмметрии дала возможность восстановить геометрию ямок для всех исследуемых вязких изломов: глубины  $h_p$  и их диаметр  $d_p$  (рис. 4.18 а), они соотносились линейно (коэффициенты корреляции 0,71 - 0,89 – стали 40Х2Н2МА, 38ХН3МФА, 09Г2С, 16Г2АФ и 15Х2НМФА соответственно, при сопоставимых объемах выборки  $> 200$  ямок). Это, в частности, определяет практический интерес к измерению диаметров ямок на 2D-изображениях и дает основания сделать вывод о корректности результатов, полученных в табл. 4.18.



а

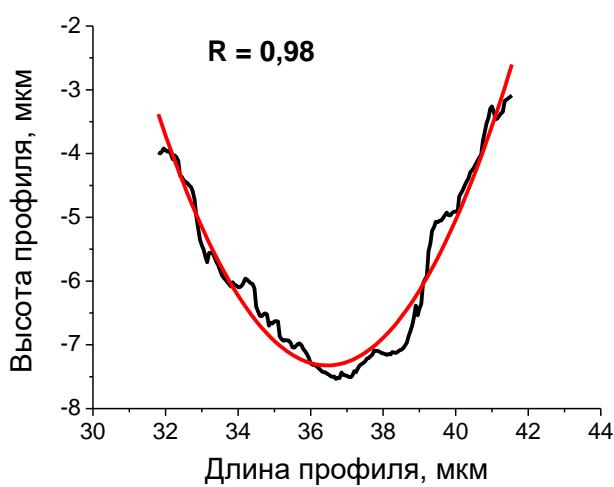


б

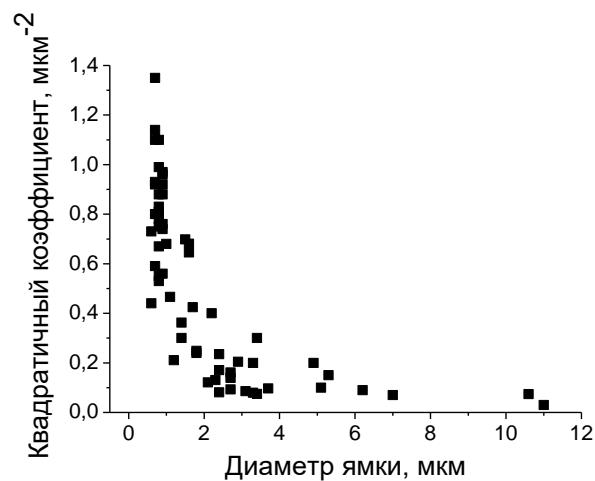
Рис. 4.17. Схема измерения геометрии ямки (а) и соотношение между их диаметрами ( $d_p$ ) и глубинами ( $h_p$ ) в вязком изломе (б) [4.69]

При более или менее правильной форме ямок (из-за случайного расположения пор) их в первом приближении обычно разделяют на две категории: равноосные (сферические, W. Backofen) и параболические (C. Beacham). В нашем случае реконструированные профили ямок удовлетворительно (с риском 0,05) можно было описать параболой (рис. 4.18 а), ямку в целом – в виде параболоида

вращения  $y = c(x^2 + z^2)$ , «обрезанного сверху» плоскостью мезоступени излома. С увеличением  $d_p$  коэффициент «с» в уравнении параболы  $c \rightarrow \varepsilon$ , ямки становились более плоскими (линзообразная форма), (рис. 4.18 б). Ямки были преимущественно изотропными – доля ямок с соотношением двух взаимно перпендикулярных диаметров в диапазоне 0,5 - 2 была не менее 0,97, а с максимальным соотношением 2 - 4 было обнаружено всего 0,03 (при не менее чем 1000 ямках, просмотренных на вариант). Если включения исходно находились достаточно близко друг от друга и отличались своими размерами, это приводило к образованию ямок более сложной геометрической формы.



а



б

Рис. 4.18. Профиль ямки в представлении его параболой (сталь 15Х2НМФА) (а) и изменение квадратичного коэффициента при увеличении диаметра ямки (сталь

38ХН3МФА) (б) [4.69]

Уменьшение величины коэффициента «с» в уравнении параболы, описывающей профиль ямок, при переходе к ямкам с большим поперечником отвечает отклонению от закона геометрического подобия. В этом случае также, чем шире сечение ямки, тем она относительно глубже, однако для всей выборки ямок зависимость их глубин  $h_p$  от диаметра  $d_p$  была ближе к линейной  $h_p \sim d_p$  (см. рис.4.18 б). При этом чем ямки глубже (больше отношение глубины к ширине) – больше раскрытие от среза их бортов, тем выше будет вязкость разрушения [4.73]. В предельном случае с понижением температуры отпуска стали совсем пологие ямки трансформируются в квазискол.

Такая морфология ямок, по-видимому, определяется схемой вязкого разрушения в центральной части большого образца, где ему предшествует пластическая деформация в достаточно толстом слое. Последующая локализация сдвига перед фронтом трещины в двух тонких полосах приводит к образованию в той части полосы, где деформация достигает критической величины пор, соединяющихся в единую наклонную трещину пилообразного излома. Если поры растут от нормальных напряжений после окончания сдвига, то следует ожидать появления равноосных ямок. При этом в вертикальном сечении ямок, проходящем параллельно надрезу ударного образца, их края будут примерно равноплечими. В сечениях же ямок, совпадающих с траекторией распространения трещины – асимметричными, что отражает их расположение на зубцах (выступах и впадинах) пилообразного мезорельефа. В простейшем (квадратичном) приближении равноосная ямка – это параболоид вращения  $y = c(x^2 + z^2)$ , «обрезанный сверху» плоскостью мезоступени излома, наклонённой под углом  $\alpha = \arctg(h/B)$ , где  $h$  и  $B$  – высота и её ширина.

Из 3D-моделей вязких изломов следует, что в 50 – 70 % случаев срез ямки 2D-плоскостью имел неправильную, чаще овальную форму. В представлении контура ямки в виде эллипса наиболее простое описание – каноническое уравнение  $\frac{x^2}{a^2} + \frac{y^2}{b^2} = 1$ , где  $a > 0$  – большая полуось;  $b > 0$  – малая полуось. Это дало статистику геометрии контуров ямки в горизонтальной плоскости и показало асимметричность распределения значений геометрических параметров ямок (рис. 4.19). Их

вытянутость дает представление о градиенте пластической деформации перемычек, предшествующей слиянию смежных пор и не всегда совпадает с вектором развития магистральной трещины. При этом направления вытянутости ямок в изломах различных образцов не всегда совпадали, они были близки к направлению распространения магистральной трещины для изломов ударных образцов сталей 15Х2НМФА, 16Г2АФ и 40Х2Н2МА, в меньшей мере - сталей 09Г2С и 38ХН3МФА-Ш.

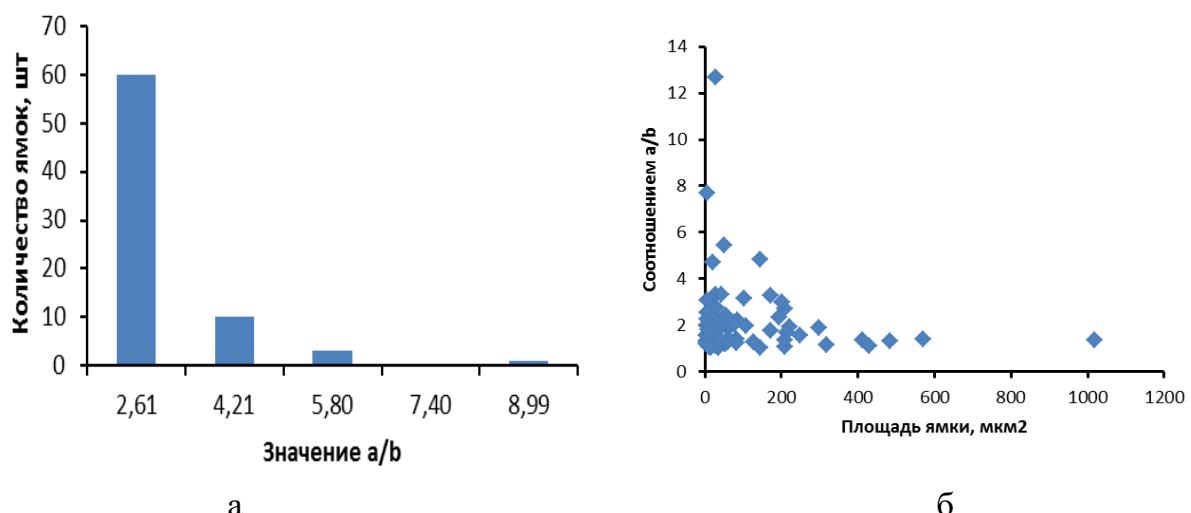
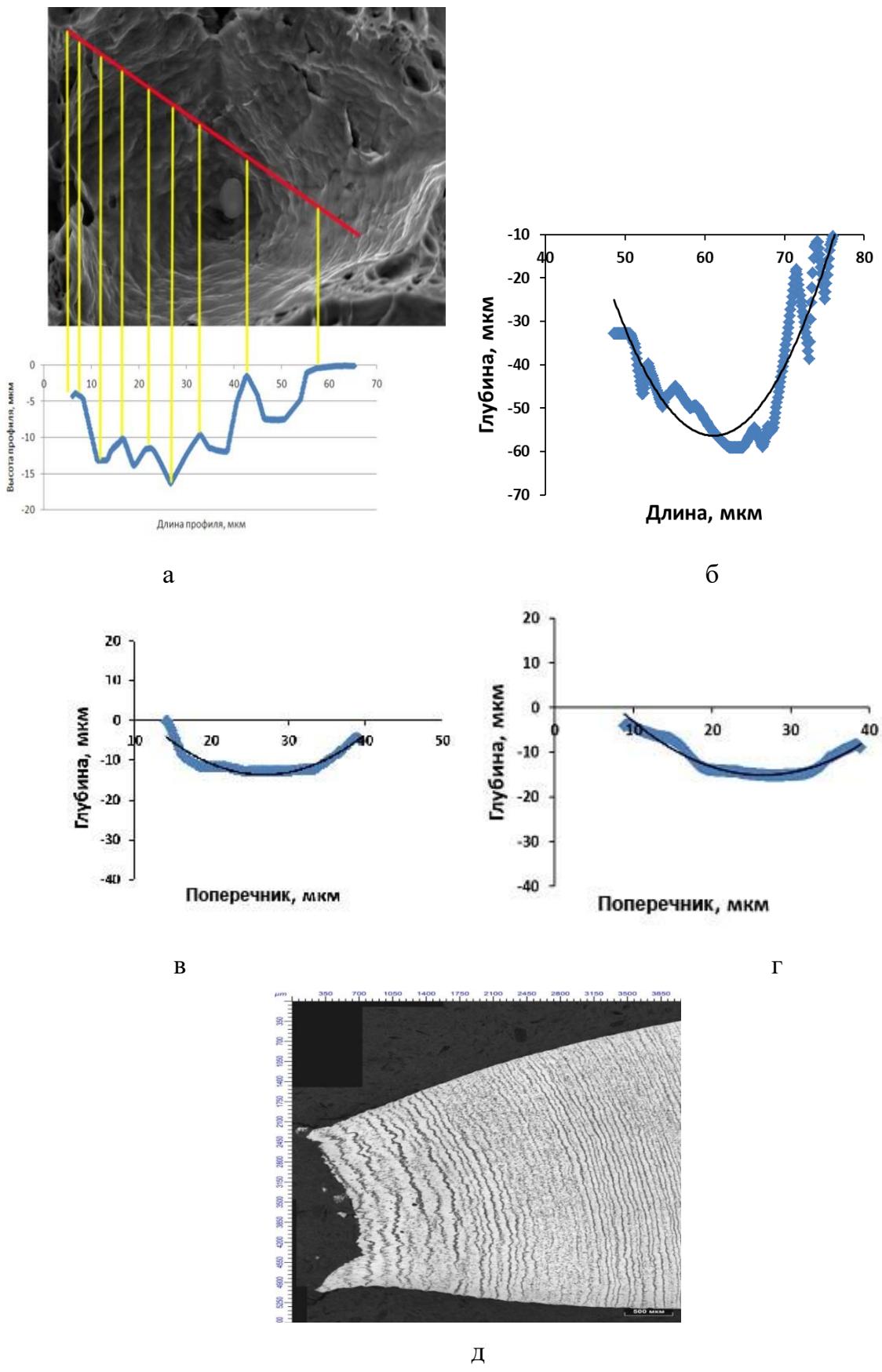
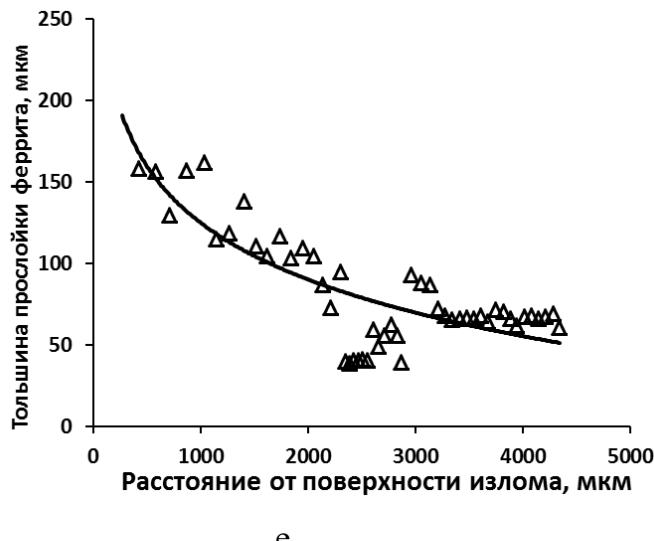


Рис. 4.19. Статистика распределения значений соотношения полуосей  $a/b$  контура ямок в форме эллипса (а) и их площадей (б) (на 2D-изображениях), сталь 15Х2НМФА

Неоднородность микроструктур может внести свой вклад в формирование геометрии ямок. Так, например, на стенках ямок изломов Z-образцов на растяжение из стали 09Г2С с феррито-перлитной полосчатостью в микроструктуре наблюдался ступенчатый рельеф (рис.4.20 а, б), тогда как стенки ямок изломов продольных образцов (на растяжение и удар из этой же стали) были относительно гладкими, география неровностей на них имела рассеянный характер (рис. 4.20 в, г). Периодичность неровностей поверхности стенок ямок в изломах Z-образцов, отражала феррито-перлитную полосчатость в микроструктуре сталей, её шаг - локализацию пластического течения в шейке (рис. 4.20 е). В ряду изломов стали 09Г2С, соответствующих продольным образцам: ударным и на растяжение, Z-

образцам на растяжение глубина ямок  $\langle h_p \rangle$  изменялась от  $0,60 \pm 0,05$  до  $1,34 \pm 0,08$  мкм.





е

Рис. 4.20. Излом Z-образца на растяжение (а), его профиль (б) в вертикальном сечении и такие же профили в изломах продольных образцов на растяжение (в) и ударный изгиб (г), выделенными из 3D-моделей; сопутствующие растяжению Z-образца полосчатость в микроструктуре (д) и изменение толщины прослойки феррита при удалении от излома (е). Листовая сталь 09Г2С

Увеличение в шейке Z-образцов ширины мягких ферритных прослоек (с 30 – 40 до 100 – 170 мкм) вследствие локализации пластического течения облегчило «вытягивание» пор в плоскости прокатки и увеличению глубины ямок соответственно. В продольных образцах фрагментарное разрушение хрупких полос перлита устранило барьера между смежными прослойками феррита, что способствовало «вытягиванию» пор (в поперечном сечении листа) и появлению в изломе больших (поперечником  $d_p \geq 8 - 10$  мкм), но неглубоких ямок.

Следует отметить, что ступенчатость рельефа излома может также наблюдаться и в изломах продольных и поперечных образцов, например, на внутренних стенках расслоений (шиферность в изломе) в трубных стальных классах прочности K65 (X80) и выше, предсказывающих неудовлетворительное сопротивление протяженному вязкому разрушению [4.74].

Распределения ямок вязких изломов всех исследуемых сталей по их размерам (их глубин  $h_p$  и поперечников  $d_p$ ) имели асимметричный вид (рис. 4.21) - следствие подобного вида распределения по размерам НВ, инициирующих образование пор [4.75]. Диапазон изменений коэффициентов асимметрии  $A_s$ ,

соответствующих распределениям ямок по размерам, был достаточно широк ( $0,50 \leq A_s \leq 1,48$ ), что отражает несоответствие распределений нормальному их виду ( $A_s \sim 0$ ). Вследствие этого применение средних значений параметров ямок  $\langle h_p \rangle$  и  $\langle d_p \rangle$ , как минимум, ограничено. В этой связи в дальнейшем, при сопоставлении, различных выборок результатов измерения топографии вязкого излома и отдельных его элементов использовали непараметрический критерий Смирнова.

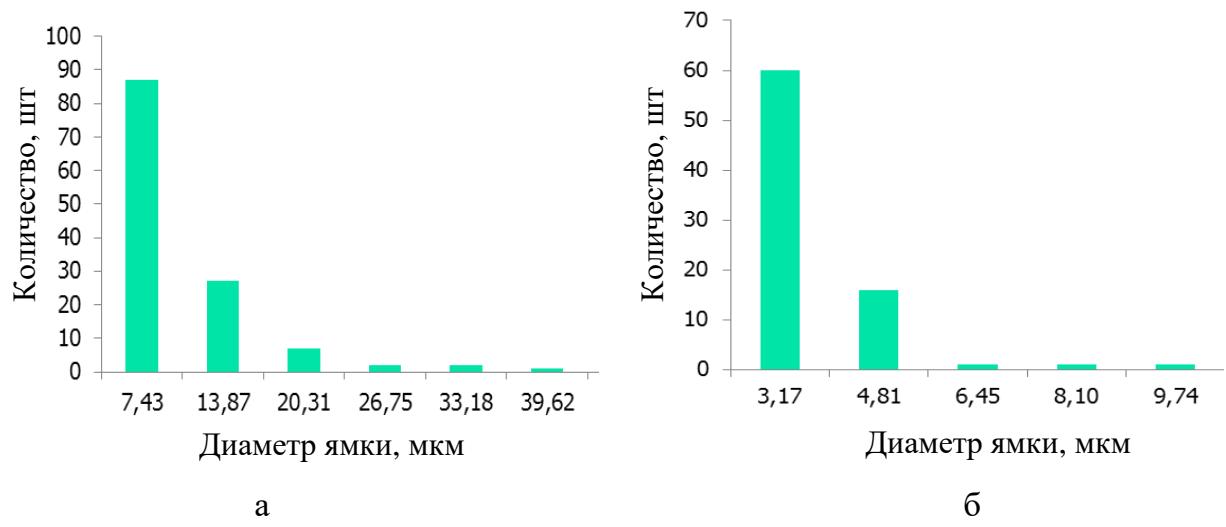


Рис. 4.21. Распределение ямок по размерам (диаметр  $d_p$ ), полученных на основе цифровых 3D-моделей вязких изломов продольных ударных образцов из сталей 09Г2С (а) и 40Х2Н2МА (б)

Важную роль в формировании работы вязкого излома играет также пластическая деформация и разрушение перемычек между порами. По результатам систематических их измерений, все многообразие перемычек оказалось возможным свести к двум типам (рис. 4.22): 1 – простой (вершина гребня между двумя ямками), вследствие разрушения срезом; 2 – более сложной формы (пологое плато со вторичными микроямками) – разрушения мезоотрывом.

Распределение значений параметров, характеризующих строение перемычек (толщина, высота и количество вторичных ямок имело асимметричный которое в соответствии с критерием Смирнова можно было описать гамма-функцией или экспоненциальным законом. Толщина перемычек ( $L_j$ ) между смежными ямками была пропорциональна расстоянию ( $L$ ) между центрами смежных ямок,

образующих ее (коэффициент корреляции  $0,70 - 0,89$ ) (рис. 4.23). Установлено, что значения тангенса наклона, соответствующих зависимостям  $L_j \propto L$  для изломов исследуемых сталей 38ХН3МФА-Ш, 40Х2Н2МА, 16Г2АФ, 15Х2НМФА и 09Г2С располагаются следующим образом:  $0,92 \pm 0,05$ ;  $0,77 \pm 0,05$ ;  $0,69 \pm 0,04$ ;  $0,65 \pm 0,06$  и  $0,44 \pm 0,03$  соответственно. Это отражает совместный вклад чистоты стали по включениям (их большее удаление друг от друга) и различие в уровне пластичности металлической матрицы.

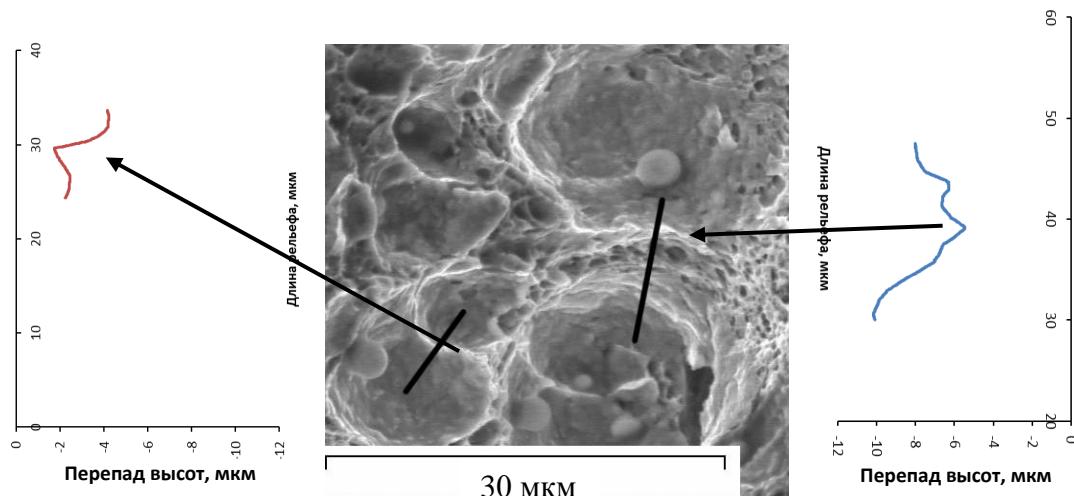


Рис. 4.22. Профили перемычек между смежными ямками (в вертикальном сечении) в вязком изломе при разрушении срезом и мезотрывом (слева и справа соответственно), сталь 15Х2НМФА

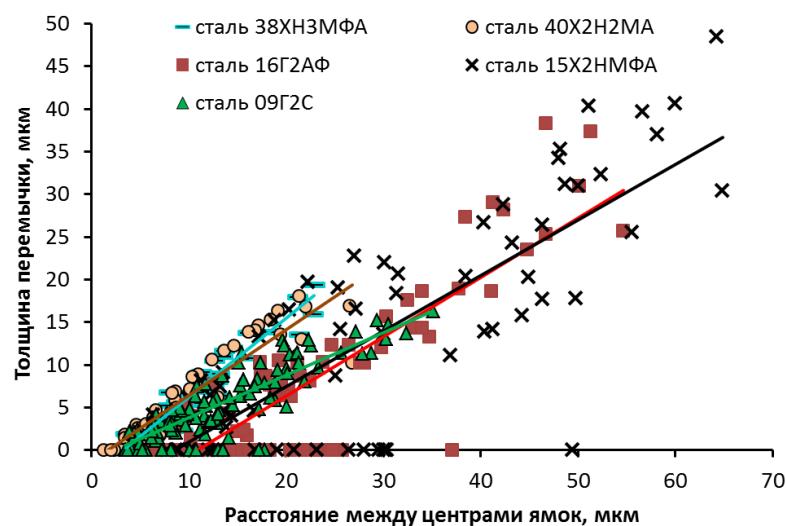


Рис. 4.23. Взаимосвязь расстояний между центрами смежных ямок и толщиной соответствующих перемычек

Масштаб события вязкого разрушения – размер ямки, задан расстоянием  $\Lambda_i < d_g$  между включениями различной природы, где  $d_g$  – размер зерна. Именно в области, примыкающей к надрезу (трещине), поперечник которой соизмерим с  $\langle \Lambda_i \rangle$  на включениях вскрываются поры (ямки), сливающиеся затем во фронт вязкой трещины. Статистика, участвующих в этом включениях (размеров НВ и расстояний между ними) не всегда выявляется при металлографическом анализе, но находит свое отражение в изломе (например, кластеры частиц размера  $d \sim 1\text{ мкм}$  на границах перегретого зерна – причины образования камневидного излома). Данное обстоятельство определило необходимость оценки неравномерности размещения ямок в изломе, которую проводили с использованием статистики полиэдров Вороного.

Показано, что разброс значений ударной вязкости (в связи с различным состоянием поставки и, как следствие, сопутствующей неоднородности структур) при качественно однотипном ямочном механизме разрушения, наблюдаемом визуально, сопровождается рядом различий в строении изломов. Для сталей с разной ударной вязкостью наблюдается различие коэффициентов асимметрии в эмпирических распределениях числа ямок – соседей  $n_{ap}$  (рис. 4.24), определяемых на основе разбиения пространства на полиэдры Вороного, когда большему числу соседей соответствуют ямки большего масштаба, большим значениям коэффициента асимметрии соответствует меньшая доля перемычек в изломе.

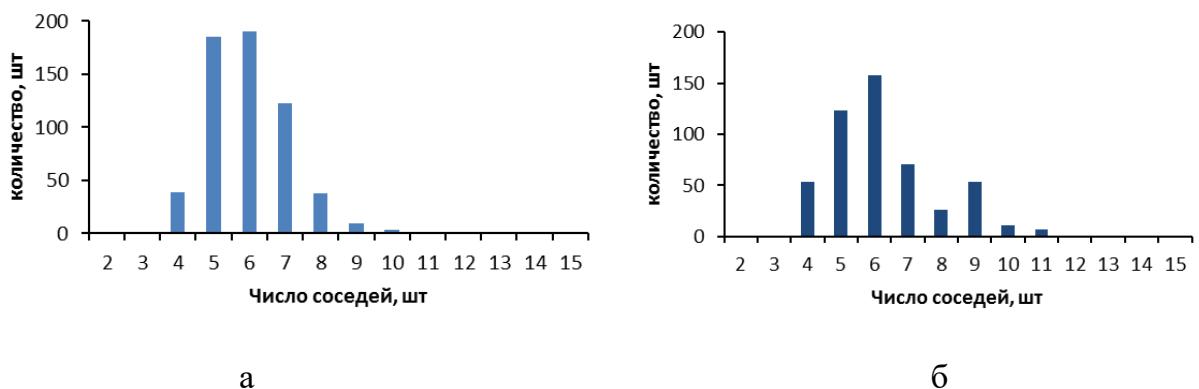


Рис. 4.25. Распределение числа соседей полиэдров Вороного, центры которых совпадают с центрами тяжести ямок вязких изломов ударных продольных (а) и тангенциальных (б) образцов из сталей 09Г2С и 38ХН3МФА-Ш соответственно

В целом, для образцов с различной ударной вязкостью наблюдается отличие, как в распределениях значений параметров геометрии вязкого излома (диаметр и глубина ямок, толщина перемычки между смежными ямками и расстояния между ними), так и в диапазонах их изменения. Отличается и соотношение долей перемычек, разрушающихся по механизму мезоотрыва  $v_m$  и среза  $v_s$ ):  $v_m/v_s = 0,65 - 1,94$ . Общая доля площади, занимаемой перемычками  $Q_j$  между смежными ямками в изломе от 0,50 до 0,27 снижается с увеличением пластичности (относительное сужение  $\psi$  - от 40 до 80 %) и ударной вязкости КСУ (от 0,52 до 2,72 МДж/м<sup>2</sup>), коэффициенты корреляции  $R = 0,81$  и  $0,96$  соответственно. Важно также, что снижению общей доли перемычек  $Q_j$  в изломе сопутствует увеличение значений коэффициента асимметрии  $A_s$  распределений ямок по числу соседей  $n_{ap}$  (определенных на основе построения полиэдров Вороного) (рис. 4.25). Это вполне закономерно, поскольку два хвоста распределения  $n_{ap}$  описывают «пустыри», где течение легче и «гнезда», где работа вязкого разрушения меньше. Смещение пика гистограммы влево, при снижении доли перемычек в изломе, означает, что доля ямок с малым числом соседей увеличивается, что отражает повышение вклада пластической деформации в разрушение и уровень ударной вязкости соответственно. Данное обстоятельство не исключает также влияние на энергоемкость разрушения общего уровня пластичности металлической матрицы (относительное сужение  $\psi$ ). В соответствии с этим и произошло выстраивание сталей по уровню энергоемкости вязкого разрушения: стали 38ХН3МФА-Ш; 40Х2Н2МА; 15Х2НМФА, 09Г2С.

Вариация значений характеристик их распределения и их связь с ударной вязкостью показывает, что для выявления различий в морфологии изломов необходимо применение более широкого спектра их характеристик, в частности, тех, что оценивают статистику их распределения по размерам.

Различие в пластичности матрицы, определяемое микроструктурой, лимитирует сопротивление малым пластическим деформациям, предшествующим, в частности, слиянию соседних пор на дне макрохрупкого квадрата (формирование работы распространения трещины). Неметаллические включения – работу образования вязкого излома в целом. Так, например, для трех образцов,

вырезанных из различных мест крупной поковки из стали 38ХН3МФА и испытанных на растяжение, статистика полиэдров Вороного выявила взаимосвязь между размещением ямок в изломе и темными пятнами серного отпечатка (рис. 4.26).

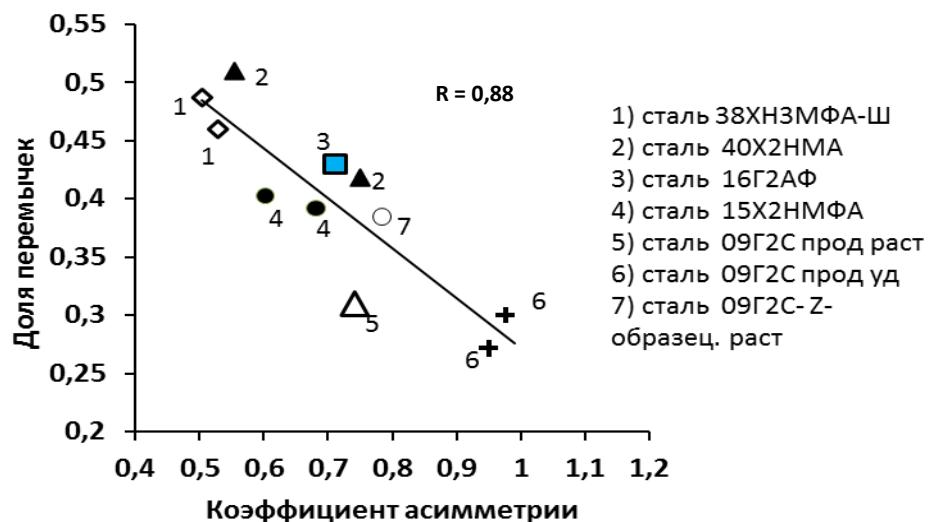


Рис. 4.25. Соотношение коэффициента асимметрии  $A_s$  распределений ямок по числу соседей с общей долей перемычек  $Q_j$  в изломе для исследуемых сталей [4.75].

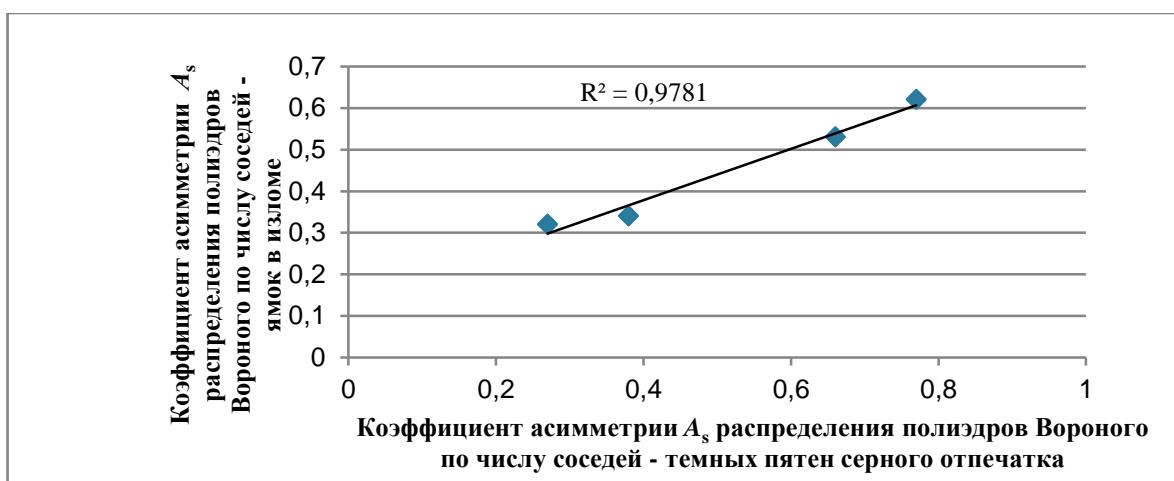


Рис. 4.26. Связь между размещением темных пятен на изображениях серного отпечатка по Бауману и ямок в изломах (образцы на растяжение, сталь 38ХН3МФА) – на основе сопоставления коэффициентов асимметрии соответствующих распределений числа соседей – полиэдров Вороного, построенных на центрах тяжести темных пятен и ямок вязкого излома

В целом, результаты работы свидетельствуют об информативности измерения геометрии структур и вязких изломов для выявления структурных и металлургических факторов, определяющих различия значений ударной вязкости конструкционных сталей. Показано, в частности, существенное значение статистических характеристик вида распределения, как значений параметров структуры, так и изломов для полноценного описания возможных сценариев протекания разрушения, что отражает их статистическую природу. Очевидно, что при накоплении достаточной статистики наблюдений (и измерений) можно ввести количественные меры в описание изломов и стандартизировать их.

Наблюданное многообразие проявлений вязкого разрушения, обусловленное неоднородностью разномасштабных структур и проявляемое в строении изломов должно найти свое отражение в уровне вязкости материалов. В этой связи интерес к корректной оценке таких показателей. В частности, это относится к определению меры сопротивления сталей к хрупкому разрушению хладостойкости. Эффективность построения сериальных кривых, используя принцип максимума правдоподобия, была оценена при сопоставлении хладноломкости сталей широкого сортамента: крупных поковок из улучшаемой стали 38ХН3МФА [4.76], проката из стали 40Х2Н2МА [4.77], корпусной стали 15Х2НМФА для атомных реакторов [4.78], листа из трубных сталей [4.79].

Было показано, что в сталях с однородной структурой (сталь 40Х2Н2МА) - дисперсный сорбит отпуска и зерно аустенита  $d_g = 12 - 14$  мкм после закалки с 850 °C (1 ч) в масло и отпуска при 650 °C, 1 ч при комнатной температуре испытания обеспечили исходно низкий разброс значений ударной вязкости, и как следствие, минимальные ошибки определения всех четырех параметров сериальной кривой. В частности, температура вязко-хрупкого перехода  $T_{50}$  составила:  $-121 \pm 8$ ,  $-123 \pm 6$  и  $-122 \pm 8$  °C, а работа разрушения «на верхней полке» –  $161 \pm 8$ ,  $179 \pm 8$  и  $185 \pm 14$  Дж в случае выплавки стали на обычной шихте, ее ЭШП и первородной шихте соответственно. Для надежного сопоставления вариантов было достаточным 14 – 18 образцов, испытанных в интервале температур от +20 до –196 °C. Понижение температуры отпуска с 650 до 550 и 500 °C увеличило погрешность построения сериальных кривых при одинаковом числе испытанных образцов: абсолютные значения ошибок определения температуры  $T_{50}$  возросли в 1,5 – 4 и 5 – 11 раз соответственно. Очевидно, что это следствие понижения (в 3 – 4 раза) уровня

вязкости на верхней полке сериальной кривой (при неизменном числе испытанных образцов на вариант).

В крупных поковках из стали типа 38ХН3МФА-III различие морфологии дендритной структуры от образца к образцу, в частности, средний шаг дендритов  $\langle\Lambda_d\rangle$  на периферии поковки и в её центре составил  $\leq 0,1$  и  $1,6 \pm 0,1$  мм, что привело к повышенному разбросу вязкости не только, как обычно, в интервале температур вязко-хрупкого перехода, но и при температурах вязкого разрушения [4.81]. При трех образцах на точку и шаге испытания 20 °С в интервале температур от +20 до -140, и - 196 °С снижение вязкости КСУ удовлетворительно отражала линейная модель. Погрешность определения температуры середины перехода:  $-80 \pm 28$  °С (рис. 4.28 а). Увеличение числа образцов с 13 до 39 сохранило линейный вид зависимости, но изменило абсолютное значение температуры  $T_{50}$  с  $-80 \pm 28$  до  $-113 \pm 42$  °С и ошибку ее определения (рис. 4.27 б).

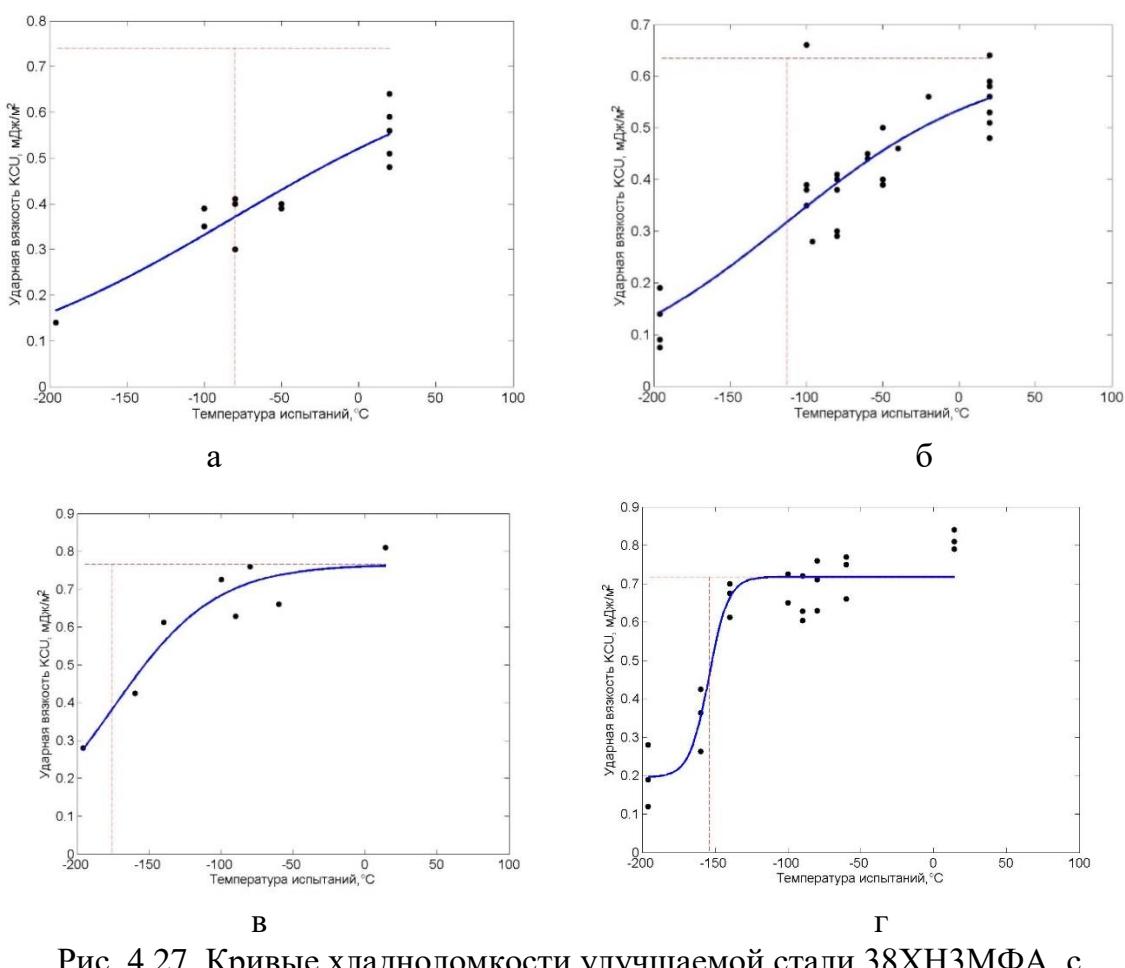
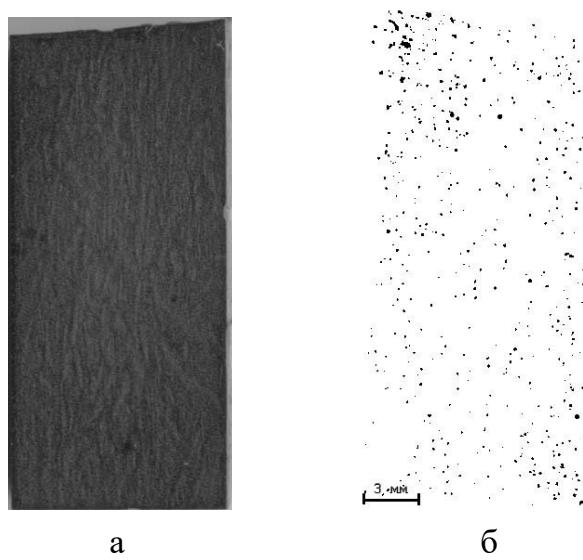


Рис. 4.27. Кривые хладноломкости улучшаемой стали 38ХН3МФА, с сохранившейся - крупные поковки (а, б) и проработанной (в, г) литой структурой построенные по результатам испытаний 13 (а) и 39 (б); 8 (в) и 23 (г) ударных образцов [4.80]

Микромеханические серийные испытания, основанные на измерениях АЭ при разрушении, проведенные ранее [4.82] показали, что причиной этому может быть различие в температурах вязко-хрупкого перехода  $T_{50}$  осей дендритов и межосевых промежутков:  $T_{50} \leq -130$  и  $T_{50} \leq (-100) - (-130)$  °С. При наблюдаемом разнообразии картины дендритного рисунка (и влияния ликвации) неизбежен значительный разброс значений ударной вязкости практически при всех температурах, его далеко не всегда можно минимизировать увеличением числа образцов на серийную кривую.

В той же улучшаемой стали 38ХН3МФА, но с проработанной литой структурой (степень укова слитка около 10 %), полка значений ударной вязкости наметилась при серийных испытаниях всего 8 образцов (рис. 4.27 в). Полноценную «прорисовку» кривой хладноломкости удалось получить при испытании 23 образцов (рис. 4.27 г).

Дальние последствия ликвации наблюдались после ковки и в стали 15Х2НМФА (рис. 4.28 а), ориентация пятен серного отпечатка в направлении его большей стороны на том же шлифе подтвердила это (см. рис. 4.28 б). Её последствия наблюдались и в структуре шлифов, выбранных случайным образом, после травления в горячем пересыщенном растворе пикриновой кислоты с добавками поверхностно-активных веществ (Fairy): размах  $\Delta = d_{g\max} - d_{g\min}$  размеров зерна аустенита был широк (240 и 90 мкм соответственно) (рис. 4.28 в,г). Их различие на шлифах – признак разнозернистости, обычно отражающий пятнистость ликвации, например, как в крупных поковках (с малым уковом) из стали 38ХН3МФА-Ш, где в микроструктуре наблюдались ферритные поля [4.80].



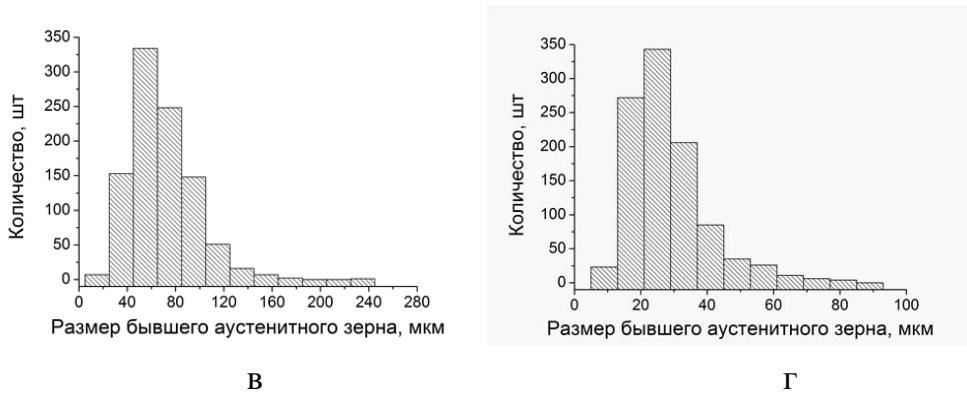


Рис. 4.28. Дальние последствия дендритной структуры (ликвации) в стали 15Х2НМФА (а): морфология серного отпечатка (б) и вариация размеров зерна аустенита стали 15Х2НМФА (для двух ударных образцов, выбранных случайным образом) (в, г соответственно)

Все это в совокупности с ликвацией зернограничных примесей (P, Sb, Sn и As), определяющей риск преждевременного охрупчивания в стали 15Х2НМФА, привело к неоднородности её ударной вязкости в широком интервале температур. При этом не было обнаружено корреляции доли хрупкой (в т.ч. зернограничной) составляющей в изломе и ударной вязкости. Как было отмечено ранее, фрактографический анализ показал, что опасно не только наличие зернограничной составляющей в изломе, существенную роль играет её морфология, включая неоднородность размещения на поле излома: рассеянные случайным образом фасетки ЗГР, их локализация в виде зернограничных полосок, равноосных кластеров.

Поперечный размер таких областей локализации варьировался в диапазоне 500 - 1500 мкм. Если для развития хрупкого разрушения необходима очаговая трещина  $d_c \geq \pi(K_{IC} / \sigma_T)^2 / 2$ , где  $K_{IC}$  – вязкость разрушения,  $\sigma_T$  – предел текучести, в условиях хладноломкости при одинаковой доле  $\zeta$  зернограничной составляющей в изломе, критическое значение  $d_c$  будет достигнуто быстрее, там, где есть кластеры зернограничных фасеток (по сравнению с их рассеянным характером распределения).

Различное размещение и морфология хрупкой составляющей в изломе от образца к образцу – следствие пятнистости ликвации, которому соответствует разброс вязкости. Отсюда риск того, что ударные серийные испытания на ограниченном количестве образцов заведомо будут содержать в себе известную неопределенность, как в оценке хладноломкости, так и степени опасности наблюдаемых аномалий излома.

Вследствие этого, в частности, возможен немонотонный характер температурной зависимости доли зернограничной составляющей в изломе  $\zeta(T)$  прямо не связанный прямо с падением ударной вязкости при понижении температуры испытания. Различные механизмы и размещение хрупкой составляющей в изломе от образца к образцу отражает все ту же пятнистость ликвации и сопутствующий этому разброс вязкости. В этой связи следует отметить, что традиционные ударные серийные испытания на ограниченном количестве образцов заведомо будут содержать в себе известную неопределенность, как в оценке хладноломкости, так и степени опасности наблюдаемых аномалий излома.

Неоднородность разномасштабных структур неизбежно должна сказаться и на сопротивлении разрушению (трещиностойкости). Наибольший интерес в этой связи представляла металлопродукция из улучшаемых сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА, где в структуре сталей наблюдался дендритный рисунок, его в той или иной мере отражали геометрия и размещение НВ, морфология. Возможности уточненной в рамках работы методики определения критериев нелинейной механики разрушения критического раскрытия трещины  $\delta_c$  и  $J$ - интеграла позволили оценить их с привязкой к положению передних фронтов растущей статической трещины (в центральной их части) и сопутствующим величинам смещений  $V_{ci}$  (на диаграмме «нагрузка  $P$  – смещение берегов трещины  $V$ »). Полученные значения были сопоставлены с соответствующими значениями параметров вязкости, определенными в соответствии с ГОСТ 25.506:  $\delta_{ci}/\delta_{c(\text{ГОСТ})}$  и  $J_{ci}/J_{C(\text{ГОСТ})}$  (табл. 4.19, 4.20).

При стандартной оценке критического раскрытия трещины в соответствии с ГОСТ 25.506 трещиностойкость каждого образца характеризовалась единственным значением  $\delta_{c\text{ГОСТ}}$ , определенным для максимального значения нагрузки  $P_{\max}$ . Их отличие от средних значений  $\langle \delta_{ci} \rangle$ , определенных по уточненной в работе методике, в соответствии с выражением (1), было в пределах от 15 до 40 и от 0 и 26 % для сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА соответственно. Однако с учетом определенной условности значений  $\delta_c(P_{\max})$  данное сопоставление, скорее всего имеет формальный характер. Предложенный подход к определению трещиностойкости показал не только отличие получаемых значений от «гостовских», он позволил показать масштаб неоднородности трещиностойкости,

существующий в пределах отдельного образца – до 30% и более. Это может означать, что для структурно-неоднородных материалов определение единственной характеристики скорее всего является не вполне корректным. Уровень трещиностойкость более полно можно оценить по распределению её значений в пределах отдельного образца и привязке составляющих его логальных значений к микроструктуре.

Табл. 4.19. Неоднородность значений параметра  $\delta_c$ , определенного с привязкой к положению передних фронтов растущей статической трещины (в центральной их части) и сопутствующим величинам смещений  $V_{ci}$  (на диаграмме « $P$  -  $V$ ») в сопоставлении со значениями параметров вязкости, определенными в соответствии с ГОСТ 25.506:  $\delta_{ci}/\delta_c(\text{ГОСТ})$

Сталь	Номер образца	$\delta_c$ по ГОСТ 25.506, мм	$\delta_{ci}/\delta_c(\text{ГОСТ})$ (для $i$ -го скачка статической трещины, $i \in [1,5]$ )					$\langle \delta_c \rangle$ , мм
			1	2	3	4	5	
38ХН3МФА-Ш	1	0,077	1,07	1,03	1,21	1,04	-	$0,091 \pm 0,007$
	2	0,082	1,20	1,07	0,091	1,11	0,99	$0,087 \pm 0,004$
	3	0,090	1,34	1,23	1,30	1,32	1,01	$0,112 \pm 0,002$
	4	0,067	0,97	0,93	0,94	0,86	0,78	$0,059 \pm 0,002$
	5	0,086	1,08	1,01	0,85	0,83	0,79	$0,078 \pm 0,005$
15Х2НМФА	6	0,296	1,08	0,90	1,01	1,17	1,07	$0,322 \pm 0,010$
	7	0,268	0,67	0,65	0,72	0,57	0,85	$0,185 \pm 0,009$

Табл. 4.20. Неоднородность значений  $J$ -интеграла, определенного с учетом подроста статической трещины и сопутствующих величин смещений  $V_{ci}$  (на диаграмме « $P$  -  $V$ ») в сопоставлении со значениями параметров вязкости разрушения, определенными в соответствии с ГОСТ 25.506:  $J_{ci}/J_c(\text{ГОСТ})$

Сталь	Номер образца	$J$ -интеграл по ГОСТ 25.506, МДж/м <sup>2</sup>	$J_{ci}/J_c(\text{ГОСТ})$ (для $i$ -го скачка статической трещины, $i \in [1,5]$ )					$\langle J_c \rangle$ , МДж/м <sup>2</sup>
			1	2	3	4	5	
38ХН3МФА-Ш	1	0,057	1,16	1,32	1,70	1,61	1,46	$0,083 \pm 0,006$
	2	0,099	0,56	0,47	0,58	0,82	0,77	$0,063 \pm 0,007$
	3	0,070	1,36	1,46	1,93	1,19	1,23	$0,100 \pm 0,009$
	4	0,062	1,42	1,48	1,65	1,27	1,56	$0,092 \pm 0,004$
	5	0,067	0,58	0,79	0,63	0,96	0,67	$0,049 \pm 0,006$
15Х2НМФА	6	0,298	1,13	1,74	1,97	1,15	1,61	$0,453 \pm 0,050$
	7	0,274	0,61	0,53	0,65	0,45	0,69	$0,161 \pm 0,012$

Значения  $\delta_c$ , полученные по усовершенствованной методике, для центрального фрагмента передних фронтов растущей скачками трещины отрыва, с увеличением уровня трещиностойкости металла возрастают с запаздыванием, по сравнению со значениями  $J$ -интеграла (рис. 4.29). Это вполне закономерно, в центральной части образца (по его толщине) наиболее жесткое напряженное состояние и величины  $\delta_c$  минимальны в принципе, это следует также и из геометрической модели раскрытия трещины.  $J$ -интеграл, как интегральная характеристика прямо не описывает ни туннельную форму переднего фронта трещины, ни степень его отклонения от гладкой формы. Очевидно также, что с использованием  $J$ -интеграла сложнее описать вклад неоднородности структур в формирование уровня трещиностойкости сталей, в отличие от критического раскрытия трещины  $\delta_c$ , поточечное определение которого позволяет оценить распределение значений  $\delta_c$  и привязать их к отдельным структурным составляющим и их ансамблям в мезомасштабе наблюдения. В этой связи развитие метода оценки трещиностойкости вязких сталей на основе параметра  $\delta_c$ , исходя из концепции достижения критического раскрытия трещины, как результата вращения её берегов относительно некоторого центра (оси вращения), представляется достаточно перспективной для оценки среды с неоднородной структурой.

Причины различий в морфологии номинально однотипных структур в сталях кроются в широком спектре механизмов их эволюции структур и дефектов сценариев (технологической наследственности) в рамках штатной, даже хорошо отлаженной промышленной технологии, начиная от выплавки и завершая конечной термической обработкой. В соответствии с диаграммой фазового равновесия затвердевающий металл и расплав различаются по составу. Разницу в составе по сечению слитка (зональная ликвация) дает появление и зарождение первых кристаллов – от его поверхности по направлению к оси. Её масштабы зависят от вида диаграммы состояния, скорости затвердевания и направления теплоотвода при кристаллизации, их лимитируют размеры и форма непрерывнолитой заготовки или слитка.

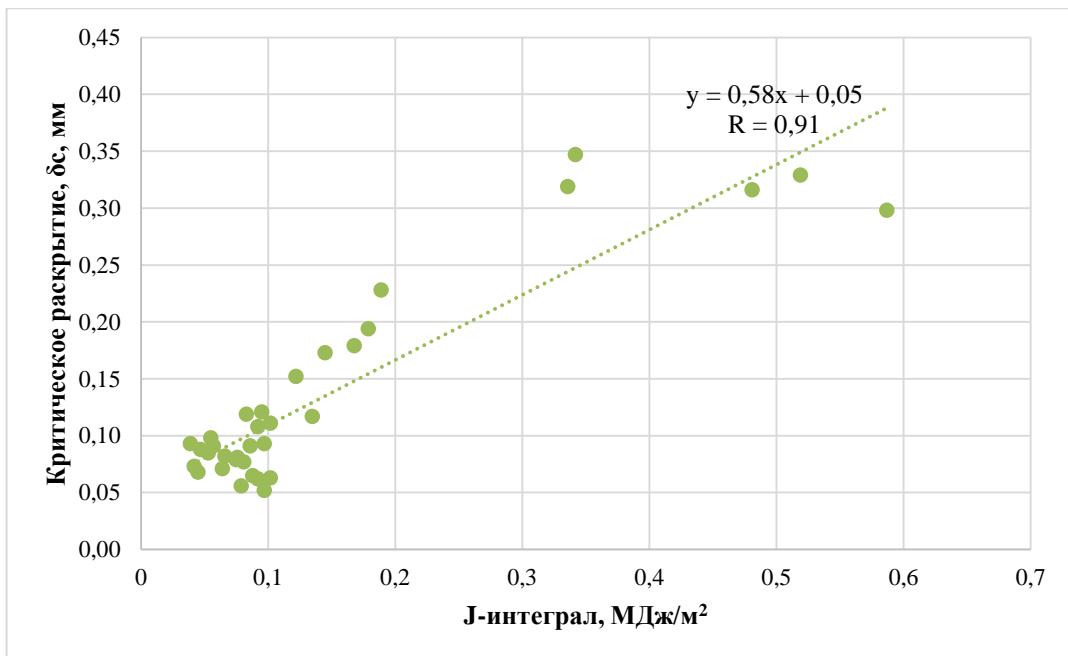


Рис. 4.29. Взаимосвязь значений деформационного и энергетического критериев трещиностойкости, определенных для отдельных скачков трещин отрыва, в соответствии с уточненной классической концепцией ( $\delta_c$ ) и ГОСТ 25-506 ( $J$ -интеграл) (а) и строго в соответствии с ГОСТ 25-506 (б), образцы из сталей 38ХН3МФА-III и 15Х2НМФА

Кристалл растет из расплава в виде дендрита (обычно это «елочка» с ветвями первого и второго порядка) размером до 1 - 10 см. Различиям в дендритном рисунке соответствует диапазон расстояний между осями дендритов  $\Lambda$  и отношение наибольшей и наименьшей концентраций элемента в осях и в междудветвиях дендритов  $K = c_{\max}/c_{\min}$  – коэффициент ликвации. Скорость фронта кристаллизации  $w$  и градиент температуры на этом фронте  $\text{grad } T$  определяют размеры дендритов. От поверхности к оси слитка с убыванием градиента температуры  $\text{grad } T$  шаг дендритов  $\Lambda$  растет. Габариты слитка определяют масштабы зональной ликвации и шаг осей дендритов первого ( $\Lambda_1 = 0,1 - 3$  мм) и второго ( $\Lambda_2 = 3 - 100$  мкм) порядков или что встречается в практике измерений чаще – средний шаг (период) осей дендритов на случайной секущей  $\Lambda \approx \Lambda_2$ . В целом, это причина различий морфологии скелета дендритной структуры как между зонами ликвации, так и в их пределах.

Размер дендритов определяет уровень свойств в сочетании со степенью развития дендритной ликвации. Степень ликвации может быть достаточно велика,

например, в слитках легированных конструкционных сталей с 0,1 - 0,4 % С находили степень ликвации  $K_{\text{Cr}} = 1,3 - 2,1$ ;  $K_{\text{Mn}} = 1,2 - 1,9$ ;  $K_{\text{Si}} = 1,3 - 1,7$ ;  $K_{\text{Ni}} = 1,2 - 1,8$  [4.31]. Дисперсность дендритов повышает однородность состава вследствие ограничения диффузионного перераспределения примесей. Углерод усиливает ликвацию, расширяя температурный интервал кристаллизации, а в твердом состоянии, выравнивая свою термодинамическую активность, уходя из областей с избытком ферритообразователя (Si) в области с избытком карбидообразователей (W, Mo, Cr, Mn) [4.31].

В процессе кристаллизации примеси и обогащенный серой легкоплавкий ликват оттесняется в межосные и междендритные промежутки слитка. Это порождает неравномерность морфологии неметаллических включений (НВ), не только их размеров и формы, но и размещения в объеме металла. Повышение дисперсности дендритов снижает ликвацию серы и измельчает сульфиды [4.1]. Представление о характере размещения сульфидов в пределах (образца) изделия обычно оценивают по морфологии темных пятен на изображении серного отпечатка по Бауману. Неоднородность их размещения может быть достаточно велика. Например, для крупной поковки из стали 38ХН3МФА измерения геометрических параметров темных пятен на серии последовательных кадров площадью 100  $\text{мм}^2$ , вырезанных на изображении серного отпечатка (совпадающего с кубическим сечением поковки) в его горизонтальном, вертикальном и диагональном направлениях, выявили достаточно большое различие плотности пятен  $\rho$  – от 1,15 - 1,50 до 0,60 - 0,90 и 0,60 - 0,97 шт/ $\text{мм}^2$ ; объемной доли  $V_{\text{пп}}$  – от 3,5 - 5,0 до 1,5 - 2,7 и 0,9 - 2,0 % и среднего диаметра  $\langle d_{\text{пп}} \rangle$  – от 0,18 - 0,21 до 0,16 - 0,18 и 0,11 - 0,16 мм между центральной, промежуточной и периферийной зонами поковки). Асимметричность в распределении размеров темных пятен серного отпечатка (рис. 4.30 [4.66]) отражает характер распределения НВ в целом: вероятность появления частиц в поле зрения обратно пропорциональна их размеру. Такая статистическая природа может ограничить применение привычных статистических процедур, например, применение критерия Стьюдента, в тех случаях, когда необходимо оценить загрязненность различных выборок результатов измерения геометрических параметров НВ (сталей, плавок и т. п.).

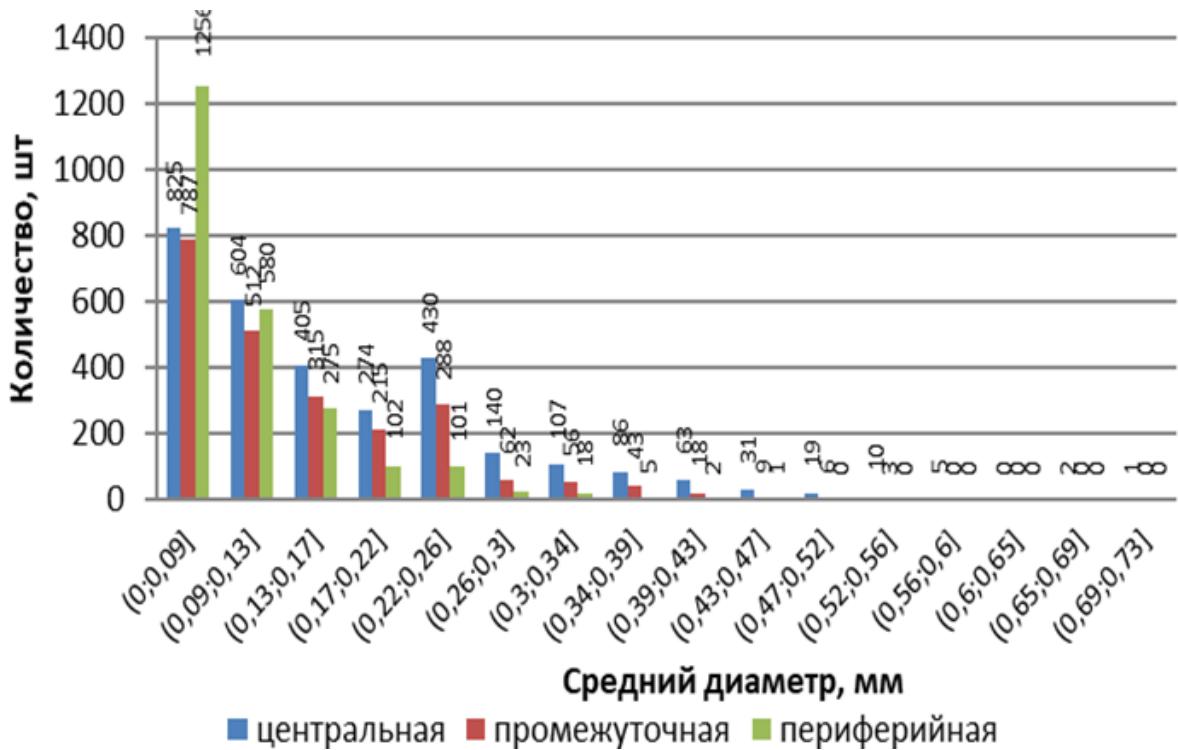


Рис. 4.30. Размерное существование темных областей серного отпечатка в различных зонах поковки из стали 38ХН3МФА [4.66]

Прямое влияние дендритного рисунка на размещение сульфидов и морфологию микроструктуры можно оценить совмещением цифровых изображений дендритной структуры, НВ (при увеличении 500 крат), серного отпечатка и микроструктуры (при увеличении 500 крат), полученных с одной и той же плоскости шлифа (диаметром 20 мм), щадящей последовательностью травления (в единой системе координат в масштабах образцов) (рис. 4.31) [2.7]. При сравнении случайным образом выбранных областей на панорамах площадью 80  $\text{мм}^2$ , плотность НВ варьировалась в интервале от 8,08 до 15,81 шт/ $\text{мм}^2$ , объемная доля – 0,055 - 0,080 %. Плотность пятен серного отпечатка варьировалась от 0,46 до 1,4 шт/ $\text{мм}^2$ , объемная доля – от 0,49 до 1,29 %. В микроструктуре наблюдали феррит, бейнит и крупные области феррита поперечником от 95 до 386 мкм.

Прямое сопоставление изображений, в частности, показывает [4.66], что места преимущественного расположения тёмных областей серного отпечатка – междуветвия дендритов, что согласуется с полученными ранее (косвенным

способом) результатами [4.81]. Поля феррита в микроструктуре преимущественно совпадают с осями дендритов в макроструктуре (рис. 4.31).

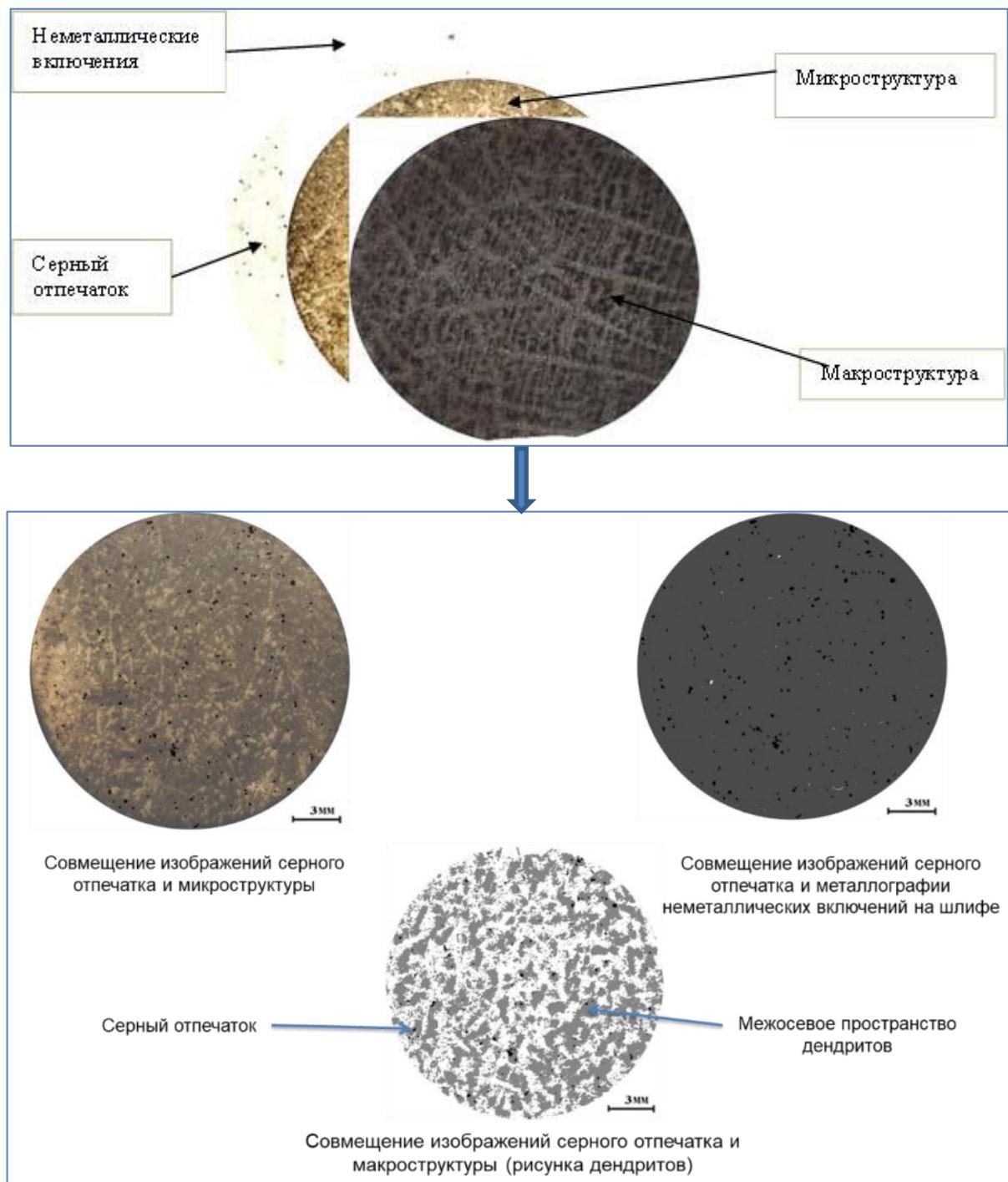


Рис. 4.31. Совмещенные цифровые отображения разнородных структур, полученные на одном и том же шлифе [4.66].

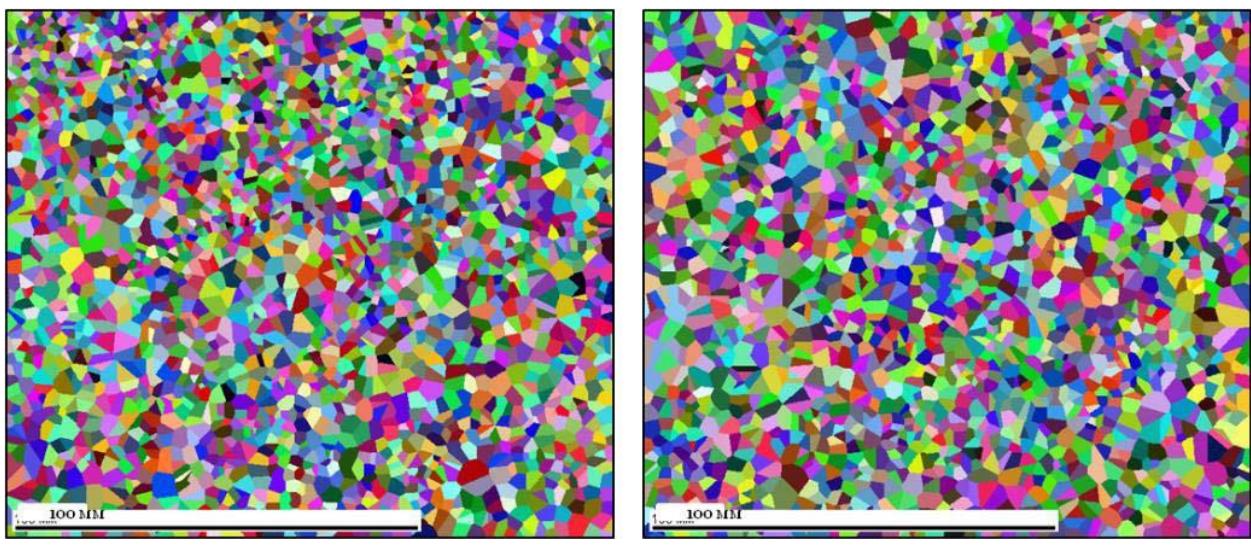
Закономерность в расположении включений наблюдается и в прокате, в частности, к ним относятся строчки хрупких частиц, вытянутых вдоль направления

прокатки, вследствие их дробления при горячей деформационной обработке. Из случайной россыпи частиц такую плотную цепочку точек вдоль некоторой кривой (известного вида) можно выделить, используя процедуру последовательной дилатации [4.64] конформные преобразования плоскости [4.83].

Измерение различий между случайными множествами точек на плоскости (или центров частиц, малых в сравнении с расстоянием  $r$  между ними) можно провести с помощью алгоритмов, использующих разбиение плоскости на полиэдры Вороного, например [4.66, 4.83, 4.84], все точки, внутри которых лежат ближе к их центрам, чем к центрам всех других полиэдров.

Такое разбиение позволяет определить ближайших соседей каждой частицы и измерить расстояние между ними. Левая часть полученного распределения ближайших расстояний соответствует высокой вероятности образования вязкого излома, правая – развития пластической деформации соответственно. Различия в размещении НВ может быть достаточно велико даже в пределах одного изделия. Например [4.87, 4.88], в пределах поковки из стали 38ХН3МФА, для двух случайных мест вырезки фрагментов изображений НВ (одинаковой площади соизмеримой площади ударного образца) (рис. 4.32), средние значения расстояний между частицами  $\langle r \rangle$  составили  $447 \pm 14$  и  $314 \pm 12$  мкм, различие между выборками измерений в целом (рис. 4.33): по критерию Смирнова [4.85, 4.86] при риске 0,001  $\lambda_{\text{эксп}} = 12,98 > \lambda_{\text{табл}} = 1,95$  тоже было значимым. Очевидно, что это – одна из возможных причин в появлении разброса ударной вязкости по сечению поковки.

Неоднородность в размещении легирующих элементов (в т.ч. и углерода) в литой структуре определяет различие в критической скорости охлаждения аустенита, вследствие чего при名义ально одинаковых скоростях охлаждения стали в осьях дендритов и между ними может сформироваться разная микроструктура. Отсюда так называемые дальние последствия ликвации в прокате – различные виды структурной полосчатости среднеуглеродистой стали в микроструктуре: мартенсит-бейнитная, бейнит-перлитная, феррит-перлитная и карбидная строчечность в высокоуглеродистой стали.



а

б

а – центральная зона; б – промежуточная зона

Рис. 4.32. Полиэдры Вороного для серного отпечатка поковки из стали 38ХН3МФА [4.87, 4.88].

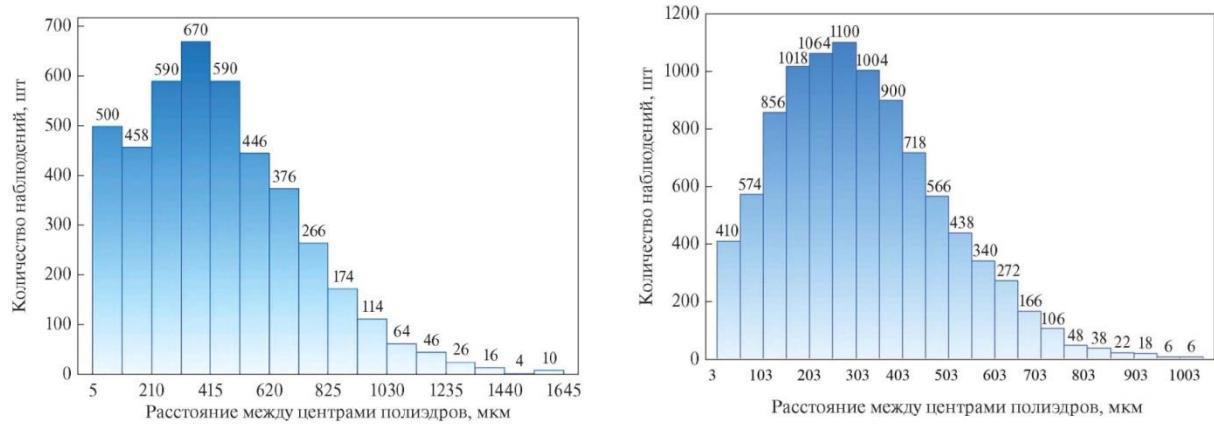


Рис. 4.33. Различие в размещении включений по сечению крупной поковки из улучшаемой стали 38ХН3МФА – по разбиениям на полиэдры Вороного их металлографических изображений ( $\times 100$ ) в масштабе ударных образцов [2.88].

Возможны и другие причины полосчатости, у них также ликвационная природа – сульфиды и силикаты локализуются при кристаллизации внутри ячейки дендрита и в последующем прокатка «раскатывает их в нить». На границе раздела с силикатом аустенит обогащен кремнием, это повышает термодинамическую активность растворенного углерода, вследствие чего он отсюда вытесняется [4.89].

Аналогичная же область вблизи нитей MnS обогащена марганцем, из-за чего становится «привлекательной» для углерода, его повышенная концентрация после охлаждения приведет к образованию полос перлита. В обоих случаях один и тот же результат в итоге – в микроструктуре наблюдаются чередующиеся полосы феррита и перлита вдоль направления прокатки. Слабым местом может быть, как одна из составляющих полос, так и граница между ними.

Полосчатость могут формировать четвертичные включения ( $\text{AlN}$ ,  $\text{CaS}$ ,  $\text{MnS}$  и карбиды микролегирующих элементов  $\text{Ti}$ ,  $\text{V}$ ,  $\text{Nb}$ ,  $\text{Mo}$ ) выделяющиеся в виде наночастиц в твердом состоянии. От полос ликвации этих элементов возникают в итоге полосы разнозернистости.

Границно-активные примеси:  $\text{P}$ ,  $\text{Sb}$ ,  $\text{Sn}$ ,  $\text{As}$ , локализуясь в междудутвиях дендритов, при прокатке также могут вытягиваются в полоски, в последующем сегрегируя в моноатомные зернограничные слои при  $520$  -  $450$  °C, охрупчивая тем самым феррит (фосфор сегрегирует около  $800$  °C и выше также и в аустените). При некотором содержании примесей это становится неизбежным при охлаждении проката (а также окколошовных зон).

В трубных сталях может наблюдаться кристаллографическая мезотекстура [4.90]. Ось роста первичных дендритов, перпендикулярная к поверхности слитка, имеет определенное кристаллографическое направление. Несмотря на поворот при прокатке и циклы рекристаллизации, избирательные ориентировки иногда сохраняются как полосы мезотекстуры. Например, близкие к плоскости прокатки ориентировки плоскости скола (100) и малый угол разворота их в смежных зернах – известная причина расслоев листов молибдена.

В целом это означает, что при описании структур и в не меньшей мере морфологии изломов существенное значение имеет выбор информативных параметров их строения. Он базируется на глубоком понимании механизмов деформации и разрушения неоднородных структур, включая статистику распределения отдельных её элементов по размерам, размещению в объеме металла. И это – составная часть цифровизации в металлургии и материаловедении.

## **Выводы по главе 4:**

1. С использованием разработанных компьютеризированных процедур измерения неоднородности изображений структур и изломов твердых сплавов, приемов их описания (построение полиэдров Вороного), применяемых в качестве наплавок рабочих органов почвообрабатывающих машин сельскохозяйственного назначения, получена представительная статистика результатов измерений их элементов и конфигурации. Выделены критические параметры структуры, лимитирующие неоднородность износостойкости и склонности к преждевременному разрушению. Это размеры и форма упрочняющих частиц, мера их регулярности и скученности, толщина прослоек матрицы между ними и вид их распределения, различие в объемной доле и конфигурации «останцев» (мостов). Подтверждена необходимость учета статистики распределения однотипных элементов для полноценного описания различий (сходства) различных выборок результатов измерений структур и изломов.

2. По сравнению с наблюдаемой в серийных сплавах на железной основе в масштабах образца (наплавки) многоуровневой иерархии разнородных структур (вытянутые – до 300 мкм и более карбиды, наличие дендритной структуры, микрочастицы упрочняющей фазы: карбиды, бориды, карбонитриды) в предложенных новых твердых сплавах при снижении верхнего порога размеров частиц в среднем на порядок, повышена однородность размещения однотипных элементов структуры (диапазон изменения значений коэффициента асимметрии  $A_s$  распределения числа соседей полиэдров Вороного:  $0,28 \leq A_s \leq 0,57$ ). Это снижает риск преждевременного разрушения сплавов при сохранении высокой износостойкости.

3. Показано, в частности, что при наблюдаемом различии в конфигурации структур и их дисперсности новые твердые сплавы характеризуются меньшим размахом значений параметров геометрии элементов структур (большая однородность) при большей их дисперсности. Такое строение структуры нашло свое отражение в морфологии изломов, более однородное его строение, размер отдельных элементов не более 10 - 20 мкм (при максимальном размере

элементарных площадок разрушения в изломах отечественных серийных твердых сплавов до 150 мкм и выше).

4. Установлено, что при относительно узком диапазоне вариации размеров (размах  $\Delta = 21 - 56$  мкм) дисперсных, упрочняющих частиц в квазивязкой матрице, достижение критического уровня деформации в прослойках квазивязкой матрицы (обволакивающих упрочняющие структурные составляющие твердого сплава) при доле таких предельно деформированных прослоек  $p = 0,16 - 0,34$ , когда они образуют сплошной каркас в наплавке, достаточно для начала её разрушения. Это способствует появлению в изломах «останцев» - неразрушенных перемычек позади фронта растущей трещины, которые могут обеспечивать большую часть общей работы разрушения. Достижение такого предельно состояния можно оценить по измерениям толщин прослоек и величине коэффициента асимметрии распределения значений их толщин и может быть использовано для прогноза разрушения в наплавках из твердых сплавов (Патент РФ на изобретение № 2 668 691(13) от 02.10.2018, заявка на выдачу патента № 2017146336/15 от 27.12.2017 г.).

5. На основе прямых измерений морфологии рельефа ответных половинок изломов наплавок из твердых сплавов и сопоставлении их цифровых 3D-моделей в единой системе координат удалось сопоставить масштабы их невязки (как меры сопротивления сплавов хрупкому разрушению) для серийных и предложенных составов и показать, что для новых составов сопротивление преждевременному разрушению увеличивается на 25 – 45 %.

6. Сопоставлена износстойкость покрытий из предложенных композиций составов твердых сплавов (девять составов) в лабораторных условиях прямым и косвенным методами (в т.ч. на образцах, изготовленных в производственных условиях АО «РТП «Петровское» по действующей технологии). Установлено, в частности, что в ряду предложенных композиций составов твердых сплавов на железной основе с содержанием бора 2,8 и 2,6 % масс; на никелевой основе (ПГ-10Н-01) с содержанием бора - 3,5 % и у нового сплава на железной основе с содержанием алюминия 0,1 - 0,15 % масс и карбида титана в количестве 0,2 - 0,25 % масс. (патент РФ № 2637734 от 06 декабря 2017 г.) соотношение коэффициентов относительной износстойкости 1:0,89:0,90:0,93.

7. Эксплуатационно-полевые испытания рабочих органов сельхозмашин (8 типов почворежущих рабочих органов) с нанесенным твердым сплавом по предложенным составам: сплавы на железной основе с добавкой 2,6 – 2,8 % масс бора; с добавкой вольфрама (30 – 45 % масс), на никелевой основе и нового сплава на железной основе (патент РФ 2637734 от 06 декабря 2017 г.) с содержанием алюминия 0,10 - 0,15 % масс. и карбида титана в количестве 0,20 - 0,25 % масс. (всего 143 детали) показали увеличенную в 2 раза и более эксплуатационную износостойкость по сравнению с наплавками из серийных твердых сплавов.

8. Предложенные составы твердых сплавов для наплавок (на основе железа с различными добавками бора – четыре сплава, с алюминием и карбидом титана – один сплав - Патент РФ на изобретение № 2637734 от 06.12.2017 г., заявка на выдачу патента РФ на изобретение № 2016152413/02 от 29 декабря 2016 г), коррекция которых была направлена на повышение однородности и дисперсности их структуры апробированы и реализованы в производственных условиях АО «РТП «Петровское». В соответствии с Лицензионным договором между НИТУ МИСиС и АО «РТП «Петровское» (№ ЛД 03.031-2019 от 25.04.2019), зарегистрированным в ФИПС (номер государственной регистрации: РД0298425, дата государственной регистрации: 20.06.2019) на производственных площадях АО «РТП «Петровское». За период его действия (по 2024 г. включительно) произведено продукции по лицензии – рабочие органы сельскохозяйственных машин (сортамента «АО РТП «Петровское») на общую сумму 68704215,74 руб. (Приложение Б).

9. С использованием разработанных цифровых процедур на основе массовых цифровых измерений 2D и 3D геометрии вязких изломов сталей с широким спектром структур (сорбит отпуска, феррит-перлитная полосчатость, сохранившаяся дендритная структура), схем испытания (на удар и статическое растяжение), направлений вырезки образцов (вдоль и поперек направления прокатки, тангенциально в поковке) выделены критические параметры строения рельефа излома, определяющие различия в уровне вязкости металла: глубина и диаметр ямок, толщина и доля перемычек между смежными ямками (и механизм образования перемычек: отрывом с вторичными микроямками на перемычке и более энергоемки срез, без микроямок). Также показана необходимость

использования при выявлении причин различий в показателях вязкости (ударной) статистические характеристики вида распределения элементов строения изломов.

10 На основе развитой методики определения параметра нелинейной механики разрушения – критического раскрытия трещины показано, что разброс значений трещиностойкости, при его поточечном определении, в пределах отдельного образца может достигать 30 % и более. Это означает, что для оценки трещиностойкости материалов с неоднородной структурой в целом, предпочтительнее использовать статистические характеристики получаемых выборок результатов определения  $\{\delta_{ci}\}$ , а для оценки неоднородности вязкости в пределах сечения образца - локальные значения, с перспективой их дальнейшей привязки к структуре.

11. Разработанные цифровые процедуры измерения структур и изломов были использованы в производственных условиях АО «ВМЗ» Объединенная металлургическая компания (г. Выкса), АО «РТП «Петровское» (г. Светлоград), АО «АВТОВАЗ» (г. Тольятти), ГНЦ РФ АО «НПО «ЦНИИТМАШ» (Москва), ООО ИТ-Сервис (г. Самара) (Приложения к диссертации А, Б, В, Г, Д).

## **Список использованных источников в главе 4**

- 4.1 Мониторинг состояния предприятий инженерно-технологической инфраструктуры АПК по техническому обслуживанию и ремонту отечественной и импортной сельхозтехники: научное издание. М.: ФГНУ «РоСинформагротех», 2009.–100 с.
- 4.2 Бирюков В.П. Повышение износостойкости при лазерной обработке почвообрабатывающих орудий. М.: Труды ГОСНИТИ. - 2011. - Т. 107, ч. 2. - С.105-107.
- 4.3 Новиков В.С. Упрочнение рабочих органов почвообрабатывающих машин. Монография. М.: ФГБОУ ВПО МГАУ им. В.П. Горячкина, 2013.–112 с.
- 4.4 Лялякин В.П., Михальченков А.М. Долговечность плужных отвалов – аналитический обзор методов их повышения. Сборник научных работ «Конструирование, использование и надежность машин сельскохозяйственного назначения». Брянск, Изд-во Брянская ГСХА. - 2012. – С.96-105.
- 4.5 Сафонов И.И. Основы рационального легирования сплавов - Кишинев: Штиинца, 1991. –278 с.
- 4.6 Хасун А., Моригаки О. Наплавка и напыление. – М.: Машиностроение, 1985. – 240 с.
- 4.7 Сидоров С.А. Повышение долговечности и работоспособности рабочих органов почвообрабатывающих машин и орудий, применяемых в сельском и лесном хозяйствах: дис...докт. техн. наук. -М.: МГАУ, 2007. - 441 с.
- 4.8 Сидоров А.И. Восстановление деталей машин напылением и наплавкой - М.: Колос, 1993, - 195 с
- 4.9 Штремель М.А. Прочность сплавов. Ч. II. Деформация. М.: МИСиС, 1997. 527 с.
- 4.10 Ткачев В.Н. Износ и повышение долговечности деталей сельскохозяйственных машин / Изд. 2, перераб. и доп. М. : Машиностроение, 1971. 265 с.
- 4.11 Разрушение. В 2 кн. Кн. 2. Разрушение структур : моногр. / М.А. Штремель.–М.: Изд. Дом МИСиС, 2015.–976 с.

- 4.12 Криштал М.М. Общая теория неустойчивости и мезоскопической неоднородности пластической деформации //Известия Российской академии наук. Серия физическая. - 2004. - Т. 68. - № 10. - С. 1391-1402.
- 4.13 Штремель М.А. Проблемы металлургического качества стали (неметаллические включения) // Металловедение и термическая обработка металлов. - 1980. - №8. - С.2-6.
- 4.14 Штремель М.А. Предельное состояние трещиноватой среды // Физическая мезомеханика. - 2004. - Т.7. - №6. - С.11-18.
- 4.15 Раков Д.Л. Структурный анализ и синтез новых технических систем на базе морфологического подхода. М.: ООО «Книжный дом «ЛИБРОКОМ». - 2011. 159 с.
- 4.16 Матюшкин И.В. Моделирование и визуализация средствами MATLAB физики наноструктур / Сер. Мир программирования. Москва. 2011. 168 с.
- 4.17 Мельниченко А.С. Статистический анализ в металлургии и материаловедении. Учеб. - М.: Изд. Дом МИСиС. 2009. 268 с.
- 4.18 Кудинов В.В., Бобров Г.В. Нанесение покрытий напылением. Теория, технология и оборудование. М.: Металлургия. 1992. 432 с.
- 4.19 Шеенко И.Н. Современные наплавочные материалы /И.Н. Шеенко, В.Д. Орешкин, Ю.Д. Репкин. – К.: Наукова думка. – 1970. – 240 с.
- 4.20 Гуревич Л.М., Трыков Ю.П., Панков С.В., Букин В.М., Арисова В.Н., Акимов А.В., Буров А.М. Изменение структур и свойств покрытий из самофлюсующихся сплавов, полученных при различных режимах оплавления // Известия Волгоградского государственного технического университета. - 2011. - № 5 (78). - С. 47-50.
- 4.21 Саврай Р.А., Макаров А.В., Соболева Н.Н., Малыгина И.Ю., Осинцева А.Л. Контактная выносливость NiCrBSi покрытий, полученных методом газопорошковой лазерной наплавки // Обработка металлов (Материаловедение). – 2014. - № 4 (65). - С. 43-51.
- 4.22 Tribological properties of TiC particles reinforced Ni-based alloy composite coatings / B. Cai, Y.-F. Tan, L. He, H. Tan, L. Gao // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2013. – Vol. 23, iss. 6. – P. 1681–1688.

4.23 Structure of surface layers produced by non-vacuum electron beam boriding / I.A. Bataev, A.A. Bataev, M.G. Golkovski, D.S. Krivizhenko, A.A. Losinskaya, O.G. Lenivtseva // Applied Surface Science. – 2013. Vol. 284. – P. 472–481.

4.24 Comparison of laser-clad and furnace-melted Ni-based alloy microstructures / Q. Li, D. Zhang, T. Lei, Ch. Chen, W. Chen // Surface and Coatings Technology. – 2001. – Vol. 137, iss. 2-3. – P. 122–135.

4.25 Чирков А.М., Прилуков А.Ю., Калошкин С.Д., Павлов М.Д. Структура и свойства поверхности валков прокатных станов, восстановленных способом лазерной наплавки // Материаловедение. - 2014. - № 8. - С. 35-39.

4.26 Романьков С.Е., Сагдолдина Ж.Б., Калошкин С.Д., Каевицер Е.В. Получение композиционных покрытий методом механохимического синтеза // Физика металлов и металловедение. - 2008. - Т. - 106. - № 1. - С. 70-78.

4.27 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Ахмедова Т.Ш., Пережогин В.Ю. Информативность морфологии структур твёрдых сплавов для прогноза качества наплавок // Цветные металлы. - 2017. - № 12.

4.28 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Ахмедова Т.Ш. Факторы сопротивляемости разрушению твердых сплавов на основе железа // Электрометаллургия. - 2017. - № 11. - С. 20-25.

4.29 Теория вероятностей и математическая статистика: Учеб. пособие для вузов/В. Е. Гмурман. — 9-е изд., стер. — М.: Высш. шк. , 2003. — 479 с.

4.30 Куксенова Л.И. Износостойкость конструкционных материалов. Изд-во: МГТУ им. Н. Э. Баумана. -2011. –238 с.

4.31 Сталь на рубеже столетий./ Под ред. Ю.С. Карабасова. –М.: МИСиС. 2001. –664 с.

4.32 Клепиков Н.П., Соколов С.Н. Анализ и планирование экспериментов методом максимума правдоподобия. М.: Наука, 1964, 186с.

4.33 Кудря А.В., Штремель М.А. О достоверности анализа данных в управлении качеством // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2010. - № 7 . - С. 50-55.

4.34 Мельниченко А.С., Кудря А.В., Ахметова Т.Ш., Соколовская Э.А. О возможности оценки риска преждевременного разрушения твердых сплавов в

качестве упрочняющих наплавок по морфологии их структуры // Металлург. 2017. № 12.

4.35 Новицкий П.В., Зограф И.А. Оценка погрешностей результатов измерений. – 2-е изд. Л.: Энергоатомиздат. Ленингр. отд-ние. 1991. 304 с.

4.36 Физические величины. Справочник /Под редакцией И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова. Москва, Энергоатомиздат. 1991.

4.37 Баринов С.М., Шевченко В.Я. Прочность технической керамики. – М.: Наука. –1996. –160с.

4.38 Hattiangadi A., Siegmund T. – J. Mech. Phys. Solids. – 2004. - v.52. - №3. - p.533.

4.39 Gerberich W.W., Kurman E. – Scripta Met. - 1985 . - v.19. - № 3. - p.295 .

4.40 Черепанов Г.П. Механика разрушения композиционных материалов. – М.: Наука, 1983. – 296с.

4.41 Штремель М.А. Эффективность мостов в трещине // Физика металлов и металловедение. –2007. –Т. 103. –№ 4. –С. 353-363.

4.42 Myles J.P., Flenley E.C., Fieller N.R.J., Atkinson H.V., Jones H. Statistical tests for clustering of second phases in composite materials. Phil. Mag. A. - 1995, - v.72, - № 2, - p.515.

4.43 Louis P., Gokhale A.M. Application of image analysis for characterization of spatial arrangements of features in microstructures. Met. Mat. Trans. A, - 1995 - v.26A, - №6. - p.1449.

4.44 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Пережогин В.Ю., Ахмедова Т.Ш., Васильев С.Г. Использование компьютеризированных процедур для оценки неоднородности структур твердых сплавов// Металлург. – 2016. - № 12. - с.77.

4.45 Фридман Я.Б., Механические свойства металлов. Изд. 3-е перераб. и доп. В двух частях. Часть вторая. Механические испытания. Конструкционная прочность. М.: Машиностроение . 1974. 368 с.

4.46 Гольдштейн М.И., Попов В.В. Растворимость фаз внедрения при термической обработке стали. М.: Металлургия. 1983. -200 с.

4.47 Зайцев А.И., Родионова И.Г., Ящук С.В., Гладченкова Ю.С., Захарова Д.Н. Современные тенденции развития технологии прокатки высокопластичных

автолистовых сталей //Черная металлургия. Бюллентень научно-технической и экономической информации. - 2015. - № 3 (1383). - С. 65-70.

4.48 Горбунов А.В., Ветренко А.Г., Курамшин Р.Р., Родионова И.Г., Ящук С.В., Белов В.К. Перспективы развития производства высокопрочных автолистовых сталей // Сталь. - 2012. - № 2. - С. 113.

4.49 Шахпазов Е.Х., Зайцев А.И., Родионова И.Г., Семернин Г.В. Ключевые направления развития металлургической технологии по обеспечению растущих требований к качеству стали // Электрометаллургия. - 2011. - № 2. - С. 2-12.

4.50 Ahmadich A., Mitchell J., Dorn J.E. // Trans. Met. Soc. AIME. - 1965. - V. 233. - № 6. - P. 1130.

4.51 Glazer N., Morris J.W.// Phil. Mag. Letters, - 1990. - V. 62. - № 1. - P. 33.

4.52 Мартин Дж. У. Микромеханизмы дисперсионного твердения сплавов.: Пер. с англ. – М.: Металлургия, 1983г. -168 с.

4.53 Кипарисов С.С., Левинский Ю.В., Петров А. П. Карбид титана: получение, свойства, применение, М., 1987.

4.54 S. Yang, W.-J. Liu, M.-L. Zhong, Z.-J. Wang // Materials Letters. – 2004. – Vol. 58, iss. 24. – P. 2958–2962.

4.55 Макаров А.В, Соболева Н.Н., Малыгина И.Ю, Осинцева А.Л. // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2013. – № 11 (107). – С. 38–44.

4.56 Q. Li, D. Zhang, T. Lei, Ch. Chen, W. Chen // Surface and Coatings Technology. – 2001. – Vol. 137.– P. 122–135.

4.57 Dawei Z., Li T., Lei T.C. // Surface and Coatings Technology. – 1988. – Vol. 110, 1-2. – P. 81–85.

4.58 Методы измерения микротвердости и трещиностойкости наноструктурных керамик. Учебное пособие/ О.Л. Хасанов, В.К. Струц, В.М. Соколов и др. Томский политехнический университет. Томск: Изд-во Томского политехнического университета. 2011.- 101 с.

4.59 Кабалдин Ю.Г., Власов Е.Е. Наноструктурные процессы при разрушении и изнашивании твердосплавного режущего инструмента // Известия высших учебных заведений. Машиностроение. - 2015. - №7. - С. 59-66.

4.60 Кабалдин Ю.Г., Кретинин О.В., Серый С.В., Шатагин Д.А. Наноструктурирование контактных поверхностей твердосплавного инструмента

при резании // Труды Нижегородского государственного технического университета им. Р.Е. Алексеева. Машиностроение и автоматизация. - 1997. - № 4. - С. 123-132.

4.61 Штремель М.А. Возможности фрактографии // Металловедение и термическая обработка металлов. - 2005. - №5. - С. 45-54.

4.62 Niblack W. An Introduction to Image Processing, Prentice-Hall, Englewood Clis, NJ. – 1986. - pp. 115-116.

4.63 Кудря А.В., Бочарова М.А., Лаговская Г.Ю. В сб. трудов «Механизмы деформации и разрушения перспективных материалов» XXXV семинара «Актуальные проблемы прочности». Псков. - 1999 г. - Т. 2. - С. 523-528.

4.64 Кудря А.В., Соколовская Э. А., Танг В.Ф., Сергеев М.И. Возможности цифровизации для контроля качества стали по строению излома. // Электрометаллургия. – 2021. –№ 10. –С. 30-38.

4.65 Кудря А.В., Соколовская Э. А., Танг В.Ф., Погорелов Е. В., Вяткина А.К. Масштабы неоднородности структур конструкционных материалов и методы ее оценки // Электрометаллургия. –2022. –№ 5. –С. 30-40.

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

4.67 Мак-Клинток Ф.А. Вопросы механики в разработке сплавов. // Проблемы разработки конструкционных сплавов /ред. Р.И. Джиффи, Б.А. Вилкокс. М.: Металлургия, 1980, с.112-135.

4.68 Броек Д. Основы механики разрушения. Пер. с англ. – М.: Высшая школа, 1980. – 368с.

4.69 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Арсенкин А.М. Эффективность применения средств наблюдения различной размерности для анализа морфологии вязкого излома улучшаемых сталей// Деформация и разрушение материалов, 2010. № 1, С. 38-44.

4.70 Штремель М.А., Кудря А.В., Бочарова М.А., Пантелеев Г.В. // Физика металлов и металловедение. 2000. Т. 90. № 3. С. 102-112.

4.71 Малинецкий Г.Г. Управление риском. Риск, устойчивое развитие, синергетика. М.: Наука. 2000. 432с.

4.72 Штремель М.А. Обобщение распределения Парето в задачах статистической металлографии //Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2005. Т.71. №8. С. 25-31.

4.73 Штремель М.А. Вязкое разрушение с участием разномасштабных включений //Физика металлов и металловедение. 2005. Т. 99. № 4. С. 16-25.

4.74 Солоницын А.Р., Добротин Г.С., Валюгин М.А., Червонный А.В., Алексеев В.И., Пастух Е.С., Тимошенко В.В., Соколовская Э.А. Формирование структуры высокопрочных трубных сталей при термомеханической обработке в условиях стана 5000 ОМК // Проблемы черной металлургии и материаловедения. – 2025. – № 2. – С. 64-80.

4.75 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.

4.76 Штремель М.А., Алексеев И.Г., Кудря А.В. Взаимосвязь двух аномалий излома высоколегированной конструкционной стали // РАН. Металлы. - 1994. - № 2. - С. 96-103.

4.77 Штремель М.А., Горохов Л.С., Кудря А.В., Максимова О.В., Мочалов Б.В. Факторы качества сталей, выплавленных на первородной шихте // МиТОМ. 1990. № 7. С. 2-6.

4.78 Кудря А.В., Никулин С.А., Николаев Ю.А. и др. Факторы неоднородности вязкости низколегированной стали 15Х2НМФА // Изв. вузов. Черная металлургия. 2009. № 9. С. 23-28.

4.79 Sang Yong Shin, Seokmin Hong, Jin-Ho Bae et al. Separation phenomenon occurring during the Charpy impact test of API X80 pipeline steels // Metal. Mater. Trans. 2009. V. 40A. P. 2333-2349.

4.80 Кудря А.В., Кузько Е.И., Соколовская Э.А. Об оценке хладноломкости конструкционных сталей по результатам серийных ударных испытаний // Деформация и разрушение материалов. 2013. № 12. С. 36-45.

4.81 Кудря А.В., Соколовская Э.А. Неоднородность разномасштабных структур и вязкость конструкционных сталей // Изв. РАН. Сер. физическая. 2004. Т. 68. № 10. С. 1495.

- 4.82 Алексеев И.Г., Кудря А.В., Штремель М.А. Параметры акустической эмиссии, несущие информацию об одиночной хрупкой трещине // Дефектоскопия. 1994. № 12. С. 29-34.
- 4.83 2.10 Методы анализа данных в физическом эксперименте. / Ред. М.Реглер. М., Мир, 1993, 478с.
- 4.83 Штремель М.А. Прочность сплавов. Ч. 1. Дефекты решетки. Изд. 2-е. – М.: МИСИС, 1999, 384с.
- 4.84 Кендалл М., Моран П. Геометрические вероятности. М.: Наука, 1972. – 192с.
- 4.85 Мельниченко А.С. Статистический анализ в металлургии и материаловедении: Учебник. М.: Издательский дом МИСиС, 2009. 268 с.
- 4.86 Большев Л.Н., Смирнов Н.В. Таблицы математической статистики. М.: Наука, 1965. 464с.
- 4.87 Кудря А.В., Соколовская Э.А. Прогноз разрушения материалов с неоднородной структурой // Физика металлов и металловедение. – 2022. – Т. 123. – № 12. – С. 1334–1346.
- 4.88 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Танг В.Ф. Возможность прогноза разрушения металлических материалов с неоднородной структурой // Деформация и разрушение материалов. – 2022. – № 6. – С. 2-19.
- 4.89 Сталь на рубеже столетий/ Под ред. Ю.С. Карабасова.М. МИСиС.
- 4.90 Арабей А.Б., Пышминцев И.Ю., Штремель М.А., Глебов А.Г., Струин А.О., Гервасьев А.М. О структурных причинах шиферности вязких изломов толстолистовой стали // Известия Вузов. Черная металлургия. – 2009. – № 9. – С. 10-15.

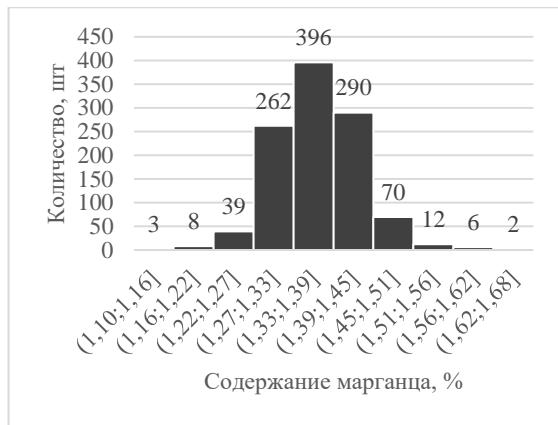
## **Глава 5. Перспективы извлечения полезной информации при ретроспективном анализе баз данных производственного контроля (Big Data) для прогноза и управления качеством металлопродукции**

### **5.1 Статистическая природа объектов исследования. Ограничения классической статистики**

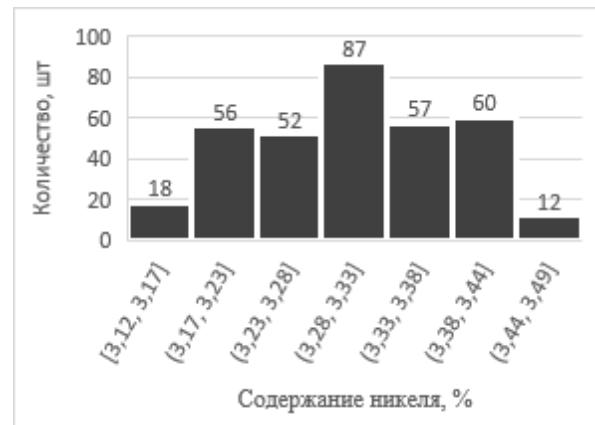
Постоянное расширение объема информации о параметрах технологии производства  $\xi_k$  ( $K$ -мерный вектор параметров  $\xi$ ) и конечном продукте – параметры качества  $y_i$  (где значения  $\xi_{kn}$  и  $y_{in}$  ( $n = 1, 2, \dots N$ ) привязаны к каждой из  $N$  партий продукта: плавки, поковки, рулона) сделали возможным поэтапный переход от статистического обоснования выборочного приемочного контроля, к оценке прохождения отдельных производственных операций и к анализу сложных причинно-следственных связей на всей последовательности технологических операций – от исходных материалов до конечного продукта [5.1]. Это важно для выявления «узких» мест производства, прогноза качества продукта и непрерывного управления им на основе корректировки технологии в пределах. Основывается он на анализе различных сценариев технологических операций – в пределах нормативного поля допуска  $\{\xi_k^{\min}; \xi_k^{\max}\}$ . Его главная сложность – не столько в отсутствии необходимых программных решений, сколько в выдвижении различных вариантов обоснованных (и проверяемых) гипотез о различных траекториях технологии  $n$  в пространстве параметров  $\{\xi_k\}$ , каждой из которых соответствует свой набор параметров качества  $\{y_{in}\}$  (с заданным его уровнем  $d_i$ , где  $y_i > d_i$  или  $y_i < d_i$ ), вследствие различий в эволюции структур и дефектов по технологической цепочке в рамках поля допуска  $\{\xi_k^{\min}; \xi_k^{\max}\}$ , приводящих к широкой вариации строения обычно номинально однотипных структур в металлопродукции [5.2, 5.3].

При раскопках данных производственного контроля в металлургии обычно упускается из рассмотрения статистическая природа объекта – вид распределения значений показателей процесса и продукта. Для исследуемых баз данных производственного контроля (технологии получения металлопродукции из сталей

38ХН3МФА-Ш, 16Г2АФ, 40ХМФА, 09Г2С, 13Г1С-У и 10-15ХЧНД) были построены гистограммы распределения, исходя из условия, что при равномерной разбивке измеряемой величины на разряды, их число  $m$  определяется, как  $m \sim \sqrt[3]{n}$ , при котором достигается, наименьшее среднеквадратичное отклонение найденного распределения от истинного [5.4] показывает, что их вид может существенно отличаться от симметричного одномодального распределения, нередко наблюдается и бимодальность (рис. 5.1) [5.5]. Также были рассчитаны значения коэффициентов асимметрии  $A_s$  и эксцесса  $E_x$ , для входных и выходных параметров (табл. 5.1) [5.5]. Диапазон варьирования  $A_s$  был в пределах от -2,38 до 3,31 и от -0,81 до 2,12,  $E_x$  – от -0,85 до 6,67 и от -0,40 до 8,09 соответственно. Наблюданное разнообразие статистической природы отражает высокую вероятность отклонения вида распределения значений параметров от нормального. Для управляющих параметров (состав и технологии) это предопределено априори тем, что формирование их хвостов ограничено снизу и сверху полем допуска  $\{\xi_k^{\min}; \xi_k^{\max}\}$ . Частая причина асимметричности распределений – необходимость поддержания химического состава на верхнем или нижнем пределах марки по тем или иным причинам.



а



б

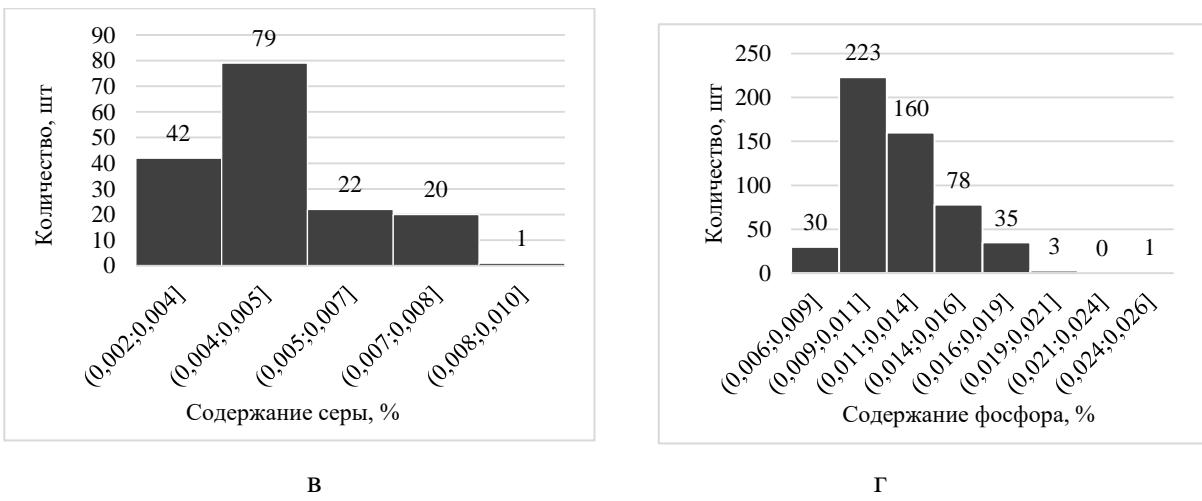


Рис. 5.1. Распределение значений содержания марганца в листовой стали 13Г1С-У (а), никеля в поковках из стали 38ХН3МФА-Ш (б), серы в сортовой стали 40ХМФА (в) и фосфора в листовой стали 09Г2С (г) [5.5]

Табл. 5.1. Величины коэффициентов эксцесса  $E_x$  и асимметрии  $A_s$  распределения значений содержания элементов химического состава исследуемых сталей [5.5]

Сталь	$A_s/E_x$									
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu	Ti	Al
38ХН3МФА-Ш	0,42	1,25	-0,45	0,33	0,80	0,34	-0,13	0,95	-	-
	0,94	3,08	0,09	-0,52	0,69	0,14	-0,85	2,69	-	-
40ХМФА	0,25	0,44	1,53	0,68	0,79	-1,00	1,62	0,45	2,36	-0,07
	1,07	-0,02	4,39	0,72	0,53	8,19	3,59	0,79	5,21	0,24
09Г2С	0,50	-0,09	-1,42	0,74	1,14	2,88	2,39	1,59	-	0,65
	0,78	0,17	2,28	2,14	1,10	9,09	8,69	11,30	-	0,61
17Г1С-У	0,09	-1,10	0,09	0,87	1,38	1,58	2,39	1,24	2,44	-0,12
	-0,35	3,38	1,87	1,26	4,72	4,63	11,04	2,97	7,38	0,44
15ХСНД	-0,005	0,20	0,67	1,24	0,90	-0,46	0,16	0,08	-	0,24
	0,12	0,75	4,37	2,31	0,72	1,59	2,97	4,04	-	-0,29

Это ограничивает применение классической статистики. Однако, основное препятствие связано с отсутствием единого пространства параметров технологии, в результате чего попадание, как в область риска, так и в благоприятный интервал допустимых значений управляющих параметров (например, сера или фосфор на верхнем или нижнем пределах марки) не обязательно приводит к негативным последствиям или положительным результатам.

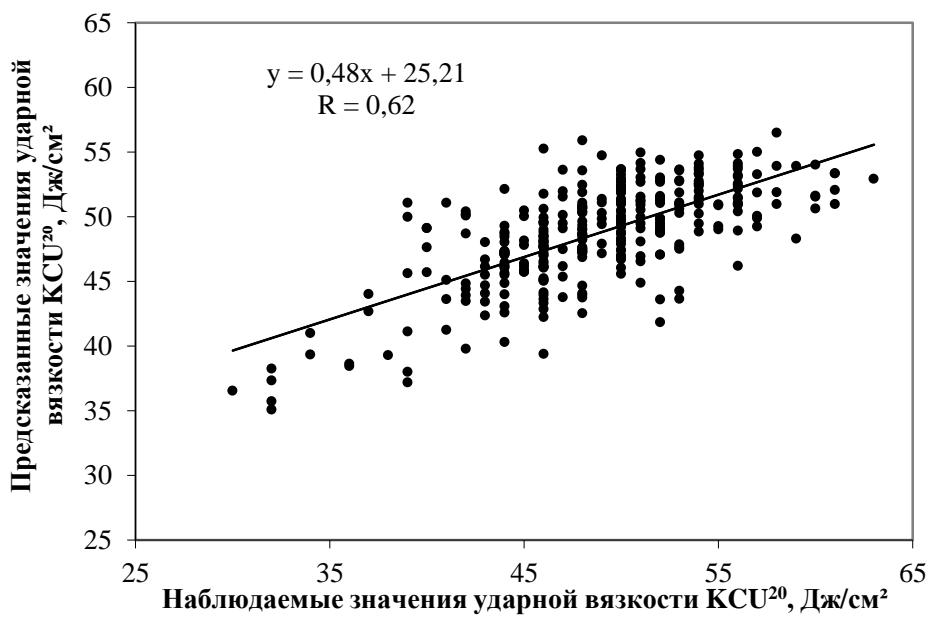
Причины снижения качества металла обычно разнообразны, нередко их появление неожиданно, когда все параметры технологии в пределах поля её допуска («внезапные вспышки брака»). В существующей последовательности

технологических операций измерямы и отчасти управляемы  $K \sim 100$  параметров процесса  $\xi_k$  («режимы»). На выходе регистрируется от десятка параметров качества  $y_i$  и более, у них свой уровень допуска  $d_i$  (свойства, структура, излом).

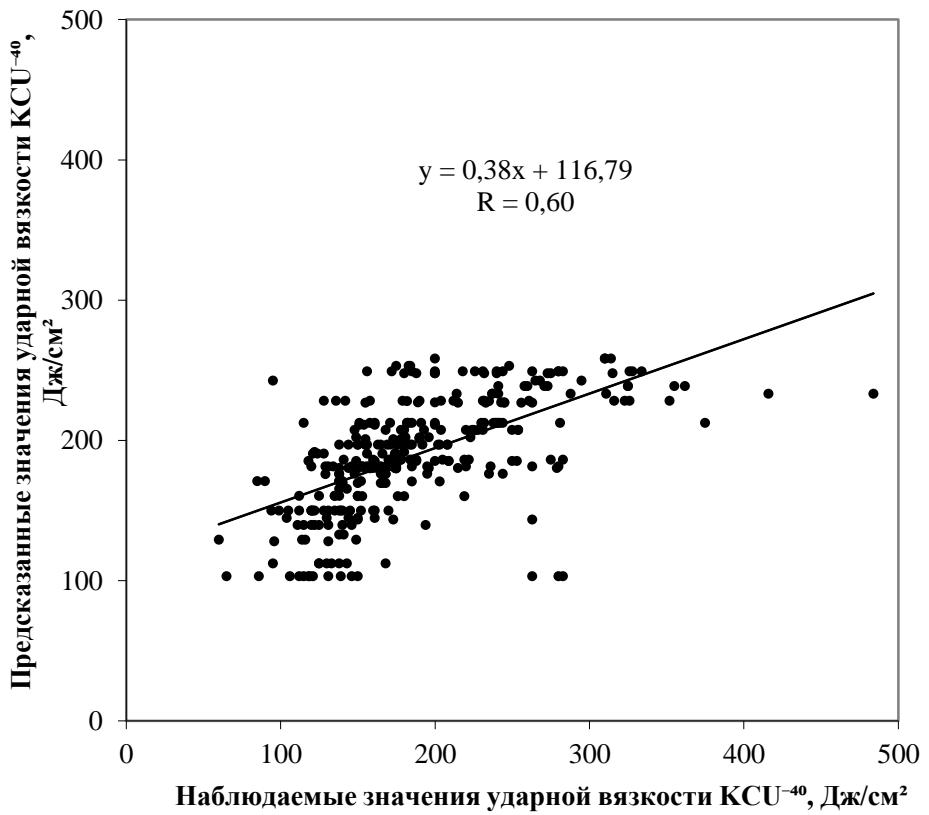
При воздействии на продукт разнообразных сочетаний сложно взаимосвязанных факторов, традиционный «прогноз (управления) качества(-ом) по возмущению» - действию одного из параметров технологии – обычно не эффективен. Для этого необходимо описание  $K$ -мерной нелинейной (действующая технология находится вблизи оптимума) зависимости  $y_i(\xi_k)$ . Для каждой из  $N$  партий продукта (плавки, садки, рулона) есть результаты измерения значений режимов  $\{\xi_k\}$  и свойств  $y_i$  - «траектории процесса в пространстве параметров». Раскопки данных заводского контроля должны дать вид и параметры  $y_i(\xi_k)$ .

Их объем  $N$  определяет математические ограничения на выбор метода выявления значимых связей «входной – выходной параметры». При обычно объеме плавок однотипной продукции (одного состава)  $N < 1000$  [5.1]. Уравнение регрессии  $y_i(\xi_k)$  в окрестностях оптимума при  $K \sim 100$  параметрах  $\xi_k$  должно содержать  $\sim K^2/2$  «перекрестных» членов  $c_{ks}\xi_k\xi_s$ , описывающих взаимодействие факторов. Отсюда поиск неизвестных  $c_{ks}$  ограничен в принципе, поскольку  $K^2/2 \gg N$  – их количество существенно больше, чем уравнений. Низкий «выход годного», при применении классической статистики, был подтвержден результатами систематического корреляционного и регрессионного анализа (для всех анализируемых баз данных): в основном, значения коэффициентов корреляции  $|\rho_{\xi_k,yi}| \leq 0,25 - 0,30$ , в редких случаях -  $|\rho_{\xi_k,yi}| \in \{0,26, \dots, 0,67\}$  (рис. 5.2).

Применение множественной линейной регрессии  $y_k = a_0 + \sum_i a_{ik}x_i$ , также не привело к существенным результатам, большинство коэффициентов регрессии в уравнении статистически значимо не отличались от нуля (не превышали своего среднеквадратичного отклонения). Её повторение после отсечения статистически незначимых коэффициентов регрессии в уравнении сохранило значительное расхождение фактических и прогнозируемых (на равнозначном по объему массиву данных) значений – коэффициент корреляции  $R \leq 0,62$  [5.3]. Однако в ряде случаев линейная регрессия позволила дать грубые оценки возможных критических параметров технологии.



a



б

Рис. 5. 2. Степень взаимосвязи наблюдаемых и прогнозируемых значений ударной вязкости КСУ<sup>20</sup> и КСУ<sup>-40</sup> по 342 поковкам из стали 38ХН3МФА-Ш (а) и 395 листам из стали 13Г1С-У (содержание Nb ≤ 0,030 % масс, толщина листа 10 мм) (б)  
соответственно [5.3]

Моделирование приема «управления по возмущению» для таких случаев: например, пошаговое снижение уровня загрязненности серы в сталях 10ХСНД, 15ХСНД, 09Г2С, и СтЗсп и оценка сопутствующего рекуррентного изменения значений ударной вязкости показали, что при этом остаются неизменными, не только вид новых гистограмм распределения, но и в большинстве случаев границы изменения ударной вязкости (рис. 5.3).

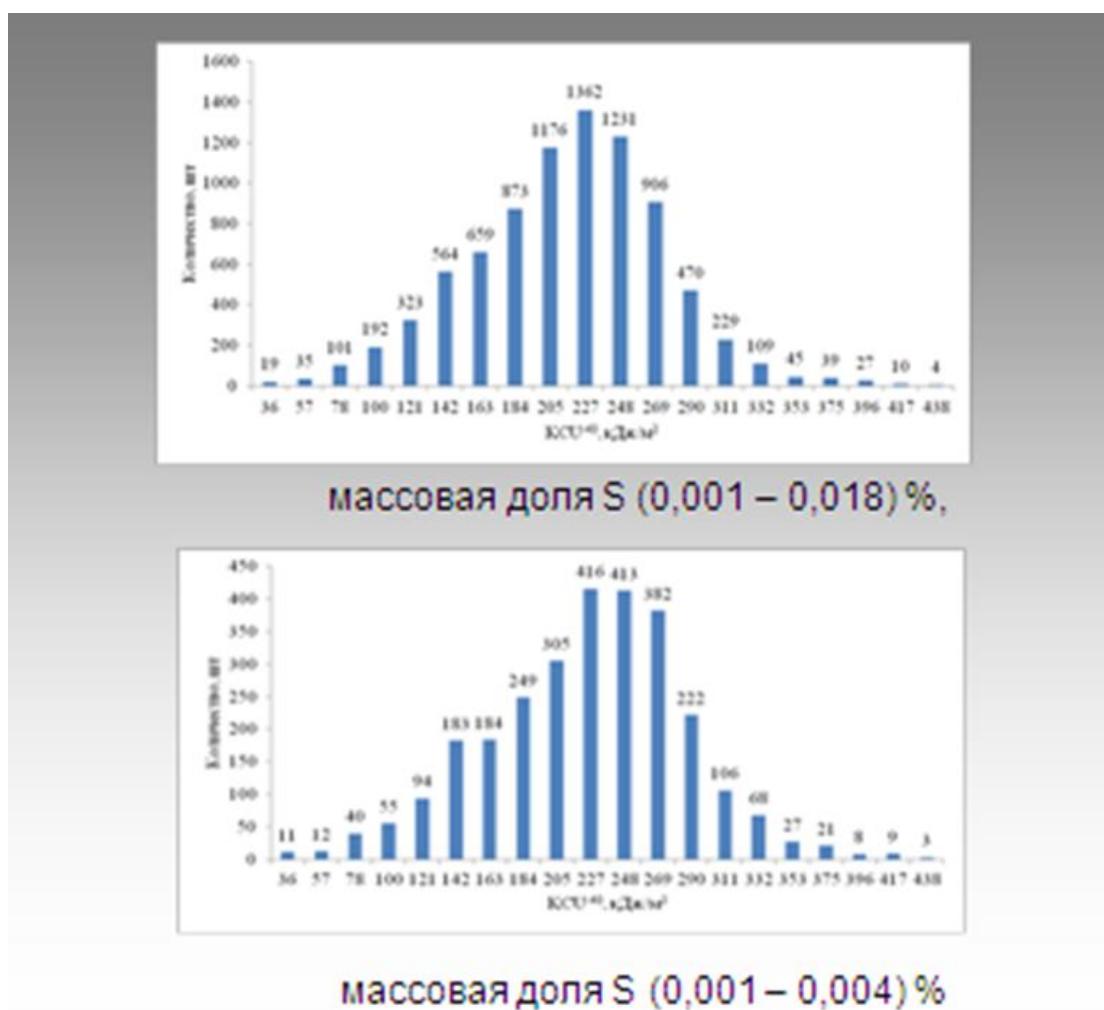


Рис. 5.3. Иллюстрация эффективности снижения загрязненности серой в листовой стали 09Г2С для повышения ударной вязкости

Из полученных результатов следует, что снижение верхнего предела содержания серы в стали 09Г2С с 0,018 до 0,004 % масс привело только к одному значимому результату: уменьшению количества данных в выборке. При этом не

изменился внешний вид гистограммы, остались прежними её нижние и верхние предельные значения. Последовательное ограничение содержания вредных примесей в исходной выборке может изменить соотношение значений «плохой» и «хорошей» ударной вязкости (меньше и больше средних значений  $\langle X \rangle$  по выборкам соответственно) (рис. 5.4) [5.6]. Однако этого явно недостаточно для принятия управленческих решений по стабилизации качества металлопродукции.

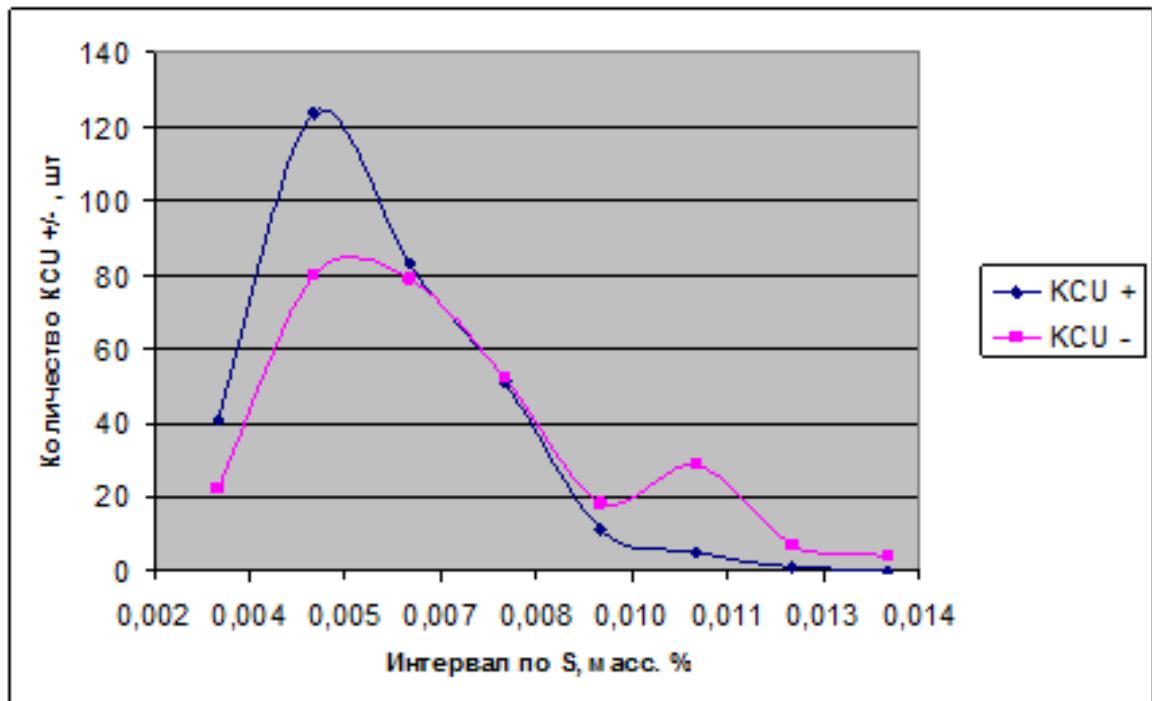
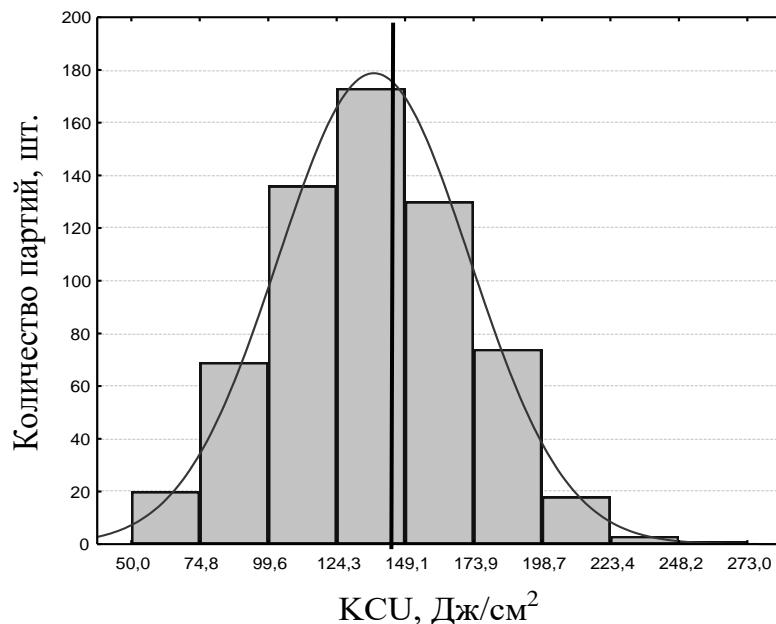


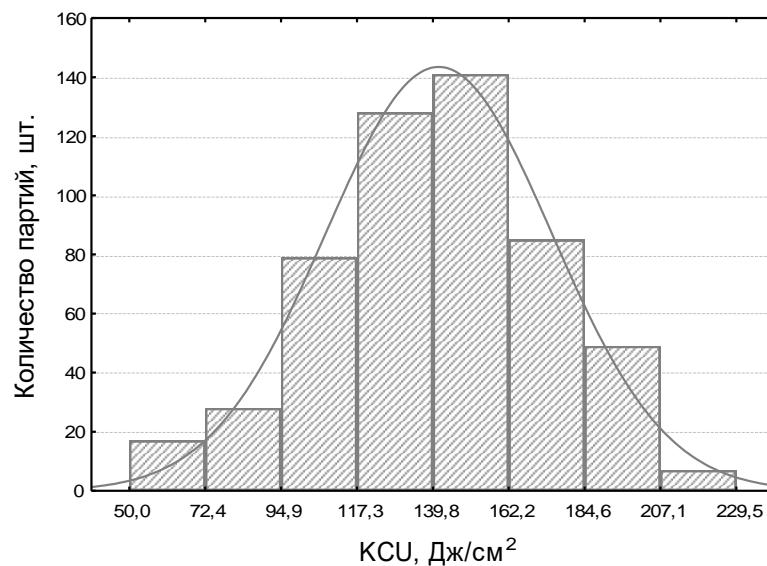
Рис. 5.4. Соотношение количества значений ударной вязкости КСУ листовой стали 16Г2АФ (больше/меньше среднего по выборкам) при различном содержании серы

Это далеко не аномальное поведение ударной вязкости, оно наблюдалось и для других технологий и составов, например, при снижении серы в сталях 10ХСНД с 0,016 до 0,001 % масс; 15ХСНД – с 0,020 до 0,001 % масс и Ст3сп – с 0,018 до 0,002 % масс. Полученные результаты подтверждают, что сужение поля допуска параметров мало эффективно для повышения качества, в частности, это следует отнести к чрезмерным ожиданиям от применения контрольных карт Шухарта для обеспечения стабильности технологических процессов в системах качества металлургических стандартов. Например, после построения контрольных карт по различным элементам состава или технологии производства листовой стали

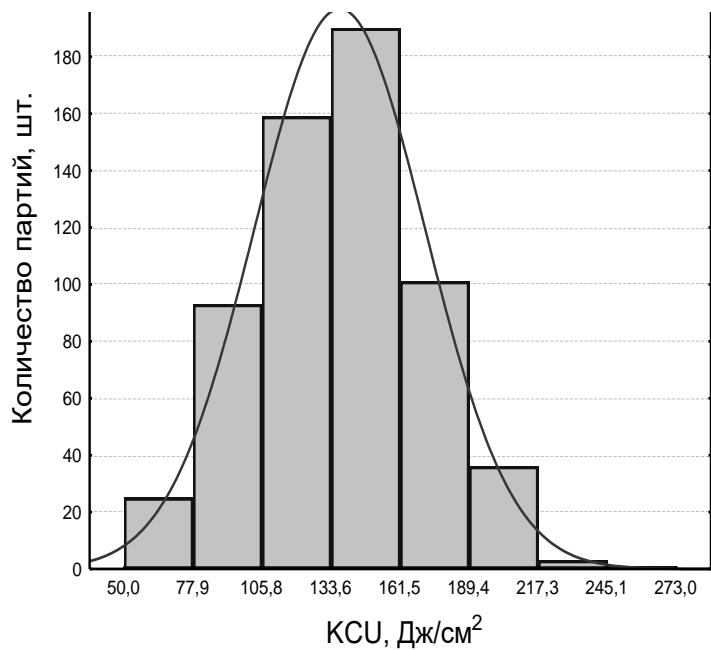
16Г2АФ, в частности, по сере и углероду и удалении её предельных значений ( $> 0,009$  и  $\leq 0,16$ :  $> 0,20\%$  масс соответственно), вид распределения значений ударной вязкости КСУ в исходных и полученных выборках практически не изменился, но при этом мог несколько снизиться «потолок» значений ударной вязкости (при ограничении содержания серы) (рис. 5.5). Очевидно, что при отсутствии единого пространства параметров технологии в металлургии маловероятно, что «эффективность» контрольных карт будет определяться правилами построения контрольных границ [5.7, 5.8].



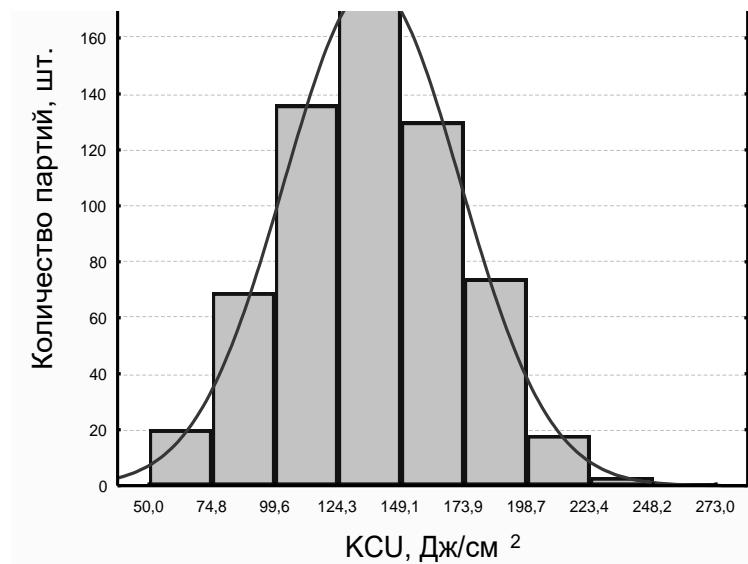
a



б



В



Г

Рис. 5.5. Гистограммы распределения значений ударной вязкости KCU стали 16Г2АФ до (а, в) и после (б, г) удаления значений, отвечающих значениям серы и углерода (соответственно), выходящих за контрольные границы (метод контрольных карт Шухарта)

Однако при этом остается полезным анализ хронологических рядов значений параметров процесса и продукта, он, в частности, позволил выявить сезонные колебания в содержании ниобия ( $Nb > 0,03$  и  $\leq 0,03$  %, масс) в стали 13Г1С-У (что в дальнейшем дало основание для разбиения исходного массива данных на два) (рис. 5.6) [5.3] и периодичность в хронологическом ряду содержания марганца в стали 09Г2С. Игнорирование выявленных закономерностей могло бы внести искажения, в частности, нивелирующего характера в результаты статистической обработки массивов данных.

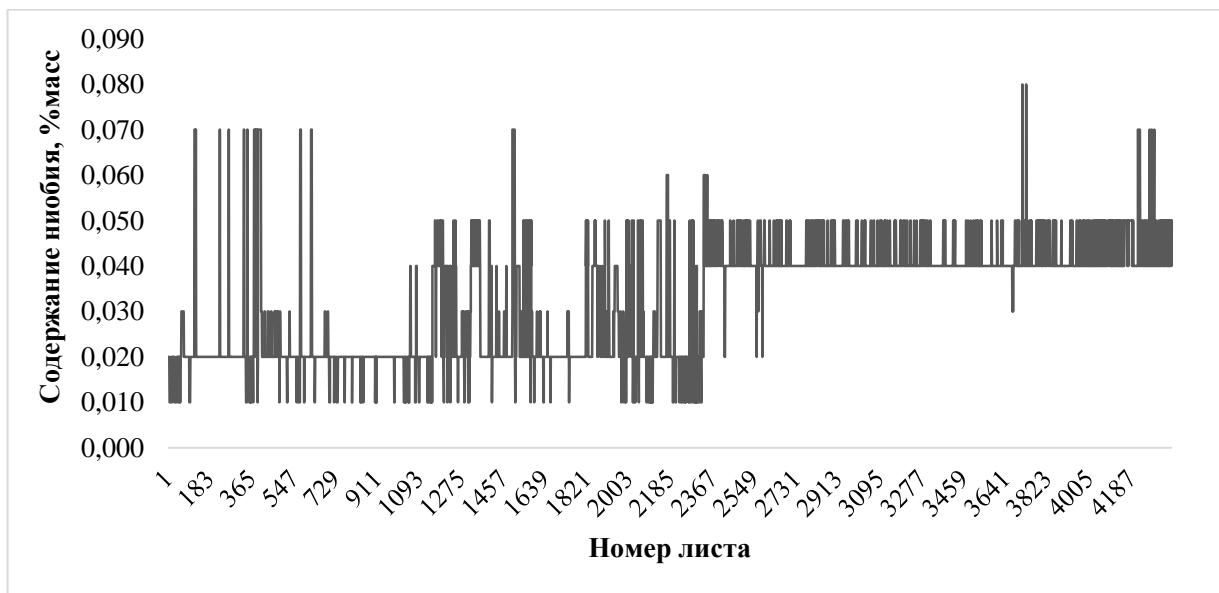


Рис. 5.6. Хронологическая последовательность расположения содержания ниобия в плавках листовой стали 13Г1С-У

Совокупность всех этих факторов, безусловно, должна осложнить применение таких средств анализа сложных нелинейных взаимосвязей, как нейронные сети [5.9 – 5.11]. Сводя многомерную систему к функции от немногих скрытых переменных, они показывают, пределы возможного сокращения размерности пространства поиска  $\{\xi\}$ , однако при этом вид этих переменных и зависимостей от них остается «внутри программы» - в итоге на выходе решающий «черный ящик». Очевидно, что в режиме их обучения «с учителем» необходимо каким-то образом принимать во внимание разнообразие статистической природы рассматриваемых объектов. Это представляется полезным и при применении разрабатываемых алгоритмов нечеткой логики, гибридных применений «мягких

вычислений» [5.12 – 5.16], предполагающих, что установленная неадаптивная функция состояния не всегда позволяет обеспечить необходимую работу системы, а нечеткие правила существенно опираются на опыт эксперта. Нет оснований, считать такой подход излишним и при распространении методов машинного обучения в металлургии [5.21]. При этом важно учитывать не только статистическую природу объектов, но и проявление в рамках конкретной технологии (сортамента) многообразия сценариев технологической наследственности, затрудняющей формализованный подход к применению тех или иных статистических продуктов. [5.1, 5.22].

При отсутствии единого пространства параметров технологии оказалось полезным его разбиение на области разных зависимостей. Их границы определяли с использованием приемов когнитивной графики. Для этого, в частности, полезным оказалось построение гистограмм распределения значений параметров продукта, например, для трубного металла категории прочности К65 (толщина стенки 27,7 мм) было выявлено бимодальное распределение значений предела текучести  $\sigma_{0,2}$  (рис. 5.7) [5.23].

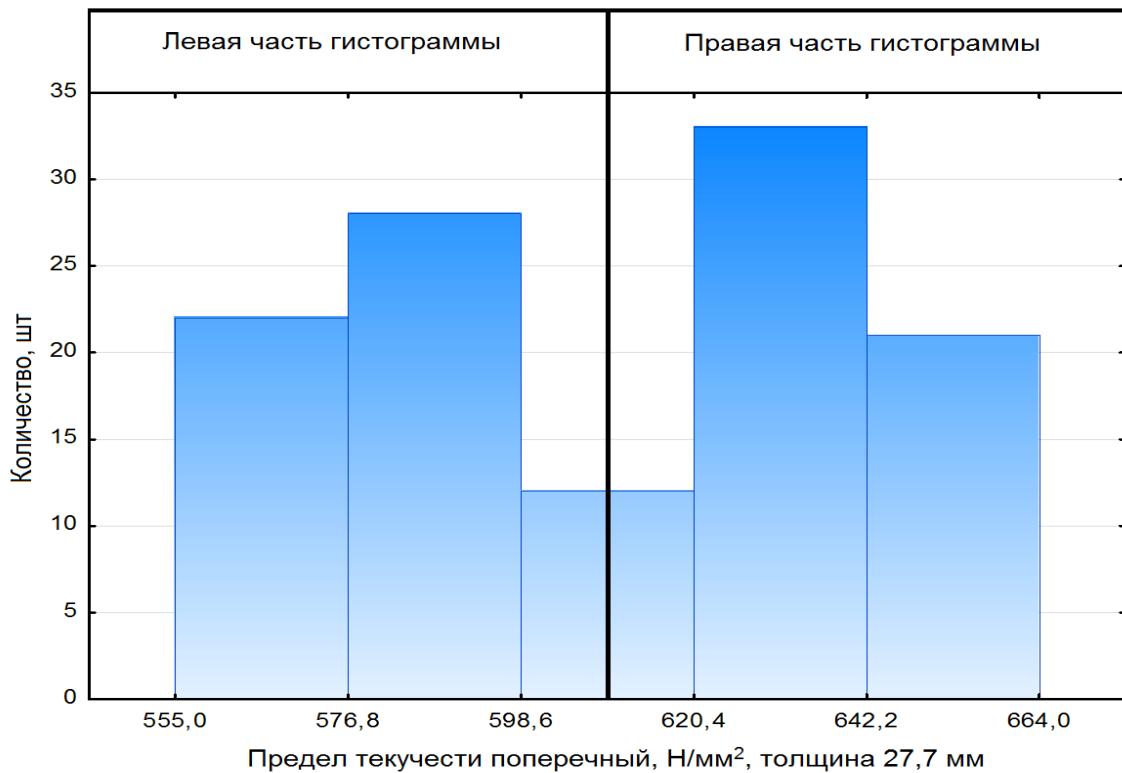


Рис. 5.7. Гистограмма распределения значений условного предела текучести трубной стали категории прочности К65 (толщина стенки 27,7 мм) [5.23]

Разбиение гистограммы на две части (левая и правая соответственно) и их выделение цветом в хронологическом ряду позволило выявить чередующийся характер их появления (рис. 5.8). Такие колебания качества, как правило, обусловлены особенностями протекания технологического процесса [5.1, 5.24], это лишний раз подтверждает, что оценка неоднородности качества металлопродукции важна как для её потребителя, так и для производителя, как одна из важнейших составляющих сквозной системы управления качеством металла [5.25].

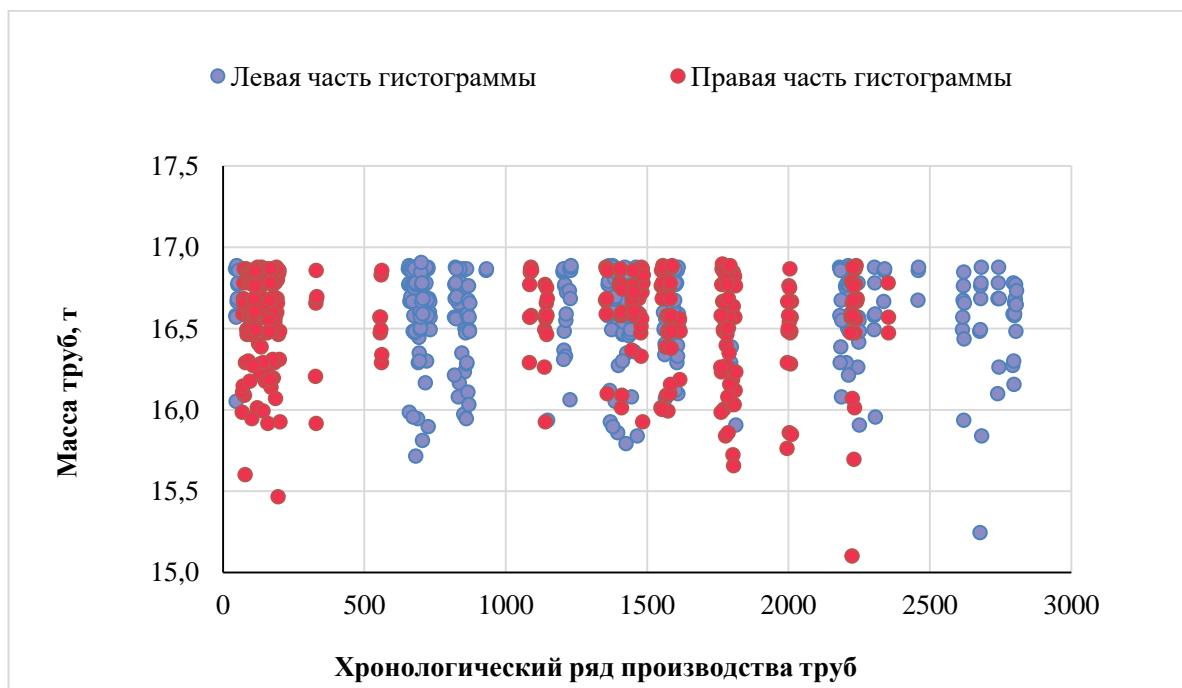


Рис. 5.8. Хронологический ряд значений условного предела текучести, соответствующих левой и правой частям гистограммы их распределения, полученных при сдаточных испытаниях на растяжение поперечных образцов из труб категории прочности К65 (толщина стенки 27,7 мм) [5.23]

Там, где распределение было близко к симметричному на гистограммах значений свойств, в первую очередь ударной вязкости, выделяли крайние (левый и правый хвосты) диапазоны их изменения, отвечающие предельным значениям «отрицательного», где  $y < (d_{\min})_i$  и «положительного», где  $y > (d_{\max})_i$  признаков приемо-сдаточной характеристики металлопродукции. Для крупных поковок из стали 38ХН3МФА-Ш с камневидной составляющей (КС) в изломе, это были

поковки с 1-м (0 %) и 4-м баллами (10 - 30 %) КС. Далее выполняли двумерное отображение областей существования объектов зависимостей  $y_i$  ( $\xi_k$ ) в виде «плотных облаков точек» на разных плоскостях  $\xi_1 - \xi_m$ . В случае разделения облака на два, предполагали соответствие этому объективных физических причин – наличие областей изменения параметров технологии с качественно разным поведением системы.

При дискретности аргументов  $\xi_k$  и функции – меры качества  $y_i$ , в пространстве  $\{\xi_k\}$  возможно также определение единой границы между областями риска ( $y < d_0$ ) и областью «приемлемого качества» ( $y > d_0$ ), например, ниже и выше среднего значения по выборке результатов измерения параметра качества  $y_i$ . Минимум суммы двух ошибок дискриминации в таком случае дает точку  $x$ , где разность соответствующих эмпирических распределений  $\Phi_1(x)$  и  $\Phi_2(x)$  наибольшая [5.26]. Такая непараметрическая дискриминация инвариантна к виду распределений и более робастная, а для учета возможных корреляций обобщаема и на многомерные распределения [5.2].

Для этого после нормирования всех значений  $\xi$  в пределах  $0 \leq x \leq 1$  (в интервале  $\{\xi_{min}; \xi_{max}\}$ ) изделиям одной партии присваивали номера  $1 \leq r \leq N$  в порядке  $x_{r+1} \geq x_r$  и на отрезке  $[0; 1]$  строили эмпирическое кумулятивное распределение  $\Phi(x) = r(x)/N$ . Для двух партий разность распределений  $D(x) = \Phi_2(x) - \Phi_1(x)$  в некоторой точке  $x^*$  будет наибольшей:

$$|D^*(x^*)| = \max |D(x)|. \quad (5.1)$$

При совпадении двух эмпирических распределений величина  $|D^*|$  может с вероятностью  $(1-\alpha)$  превышать уровень критерия Смирнова [5.26]:

$$D_\alpha = \lambda \sqrt{[N_1^{-1} + N_2^{-1}]}, \quad (5.2)$$

где  $\lambda \approx \sqrt{[-ln\alpha]/2}$  для  $N > 20$  в соответствии с [5.27]; для меньших объемов выборок ( $N \leq 20$ ) точные значения  $D_\alpha(\alpha, N_1, N_2)$  приведены в таблицах [5.28].

При определении  $D_k^*(x_k^*)$  одновременно можно найти точку  $x_k^*$  – порог для различения принадлежности объекта к одному из двух распределений, наилучший по минимуму суммы двух ошибок дискриминации (риски «ошибок первого и второго рода»: вероятности не опознать партию из группы риска или отнести к ней «приемлемую» партию соответственно [5.2]) (рис. 5.9а). Критерий (5.1) обнаруживает границы и там, где линейная дискриминация невозможна. Так, если  $y(x)$  имеет экстремум на  $0 < x_k < 1$ , то в некоторой точке  $\Phi(x_0) = \Psi(x_0)$ , т.е.  $\Phi(x)$  и  $\Psi(x)$  пересекаются (рис. 5.9б), и критерий Фишера  $\langle x \rangle$  (при линейной дискриминации отображает площадь «линзы» между  $\Phi(x)$  и  $\Psi(x)$ ) может обращаться в нуль:  $\langle x \rangle_\Phi = \langle x \rangle_\Psi$ . В действительности же есть две границы дискриминации, и обе указаны положением  $D_k^* = \max|D_k(x_k)|$  отдельно при  $x < x_0$  и  $x > x_0$  – для двух линз (см. рис. 5.9 б), если соответствующие  $D_k^*$  значимы. При этом дискриминантный анализ по  $x_k^*$  инвариантен к виду распределений. Расстояние  $D^*$  также инвариантно любым нелинейным преобразованиям, монотонно (с сохранением порядка) отображающих  $x$  на некоторые другие переменные [5.26, 5.29], в том числе при любом варианте оценки ранга качественных факторов.

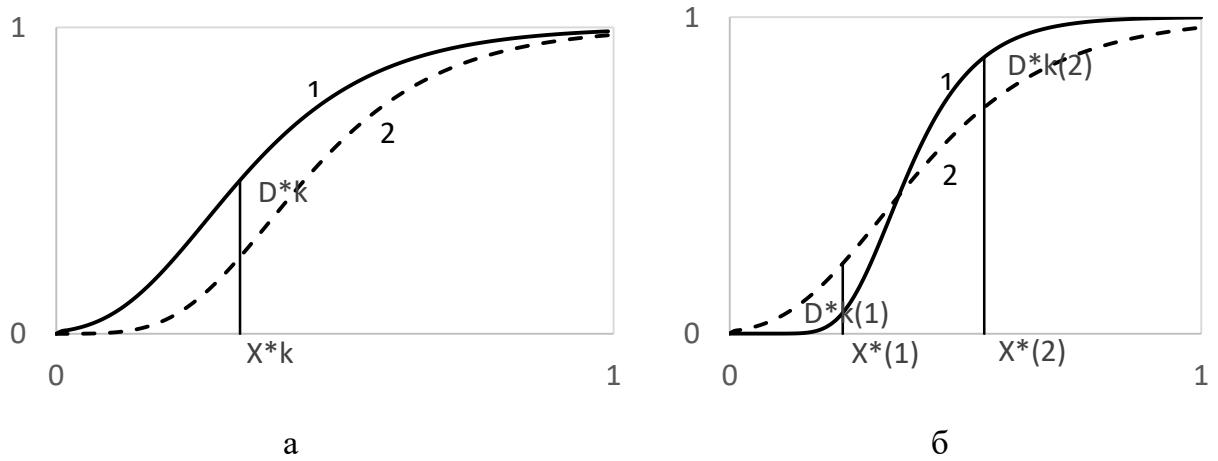


Рис. 5.9. Определение наибольшего расстояния  $D_k^*(x_k^*)$  между распределениями  $\Phi(x)$  (1) и  $\Psi(x)$  (2) и порога дискриминации  $x_k^*$  (а); два расстояния  $D_k^*$  при совпадении распределений  $\Phi(x)$  и  $\Psi(x)$  в точке  $x_0$  (б)

Применение критериев Смирнова и Стьюдента, при условии отклонений от нормального вида распределения значений параметров, как входных, так и выходных, может привести к различной интерпретации гипотез. Например, при сопоставлении содержания серы в листовой стали 09Г2С, выплавленной двумя способами (массивы плавок  $\approx 500$  штук каждая), установлена идентичность их средних значений по критерию Стьюдента с риском  $\alpha=0,2$ :  $t_{\text{эксп}} = 0,199 < t_{\text{табл}} = 0,253$ . Однако при сопоставлении выборок в целом по критерию Смирнова  $D_{\text{эксп}} = 3,392 < D_{\text{табл}} = 3,400$ ,  $\alpha > 0,999$ . При этом значения коэффициентов симметрии и эксцесса выборок составили соответственно:  $A_s = 1,14$  и  $0,91$ ;  $E_x = 1,11$  и  $1,54$ . При симметричных видах распределения, обычно наблюдалось совпадение гипотез при их оценке по двум критериям.

## **5.2 О полноте оценки качества металлопродукции при уменьшении количества образцов, испытуемых на единицу продукции**

Уровень качества металлопродукции обычно контролируется на основе определения её механических свойств, оценки структуры и изломов. Широта и глубина оценки определяется назначением продукции, количество таких показателей качества может быть достаточно велико. Объективность получаемых оценок важна для любого назначения металлопродукции, в т.ч. исходя из необходимости решения обратной задачи: выявления связей свойств со структурой, выделения критических параметров структуры (стоящих за этим параметров состава и технологии), определяющих разброс качества металла, и разработки на этой основе технологических рекомендаций, направленных на повышение его однородности [5.1, 5.30]. С учетом того обстоятельства, что для металлургии характерно массовое производство однотипной продукции, когда есть возможности анализа больших объемов накопленной информации, большие надежды возлагаются, в этой связи на результаты применения современных *IT*: нейросети, алгоритмы Big Data (применимо к металлургии), машинного обучения и т.п., для обработки больших массивов данных производственного контроля процесса и продукта [5.31 – 5.34].

Несмотря на многие десятилетия массовой практики проведения механических испытаний, не до конца ясно, в какой мере различие в количестве образцов, испытуемых на единицу продукции (при проведении приемо-сдаточных испытаний), может оказаться на полноте её оценки. Более чем очевидно, что «чем больше померяешь, тем больше найдешь», но как обеспечить при этом баланс между необходимостью выполнения требований о полноте аттестации качества продукции и ограниченными возможностями в повышении себестоимости продукции не вполне понятно. Это особенно важно, имея в виду то разнообразие морфологии структур, которое неизбежно (с учетом широкого поля допуска технологии) формируется от одной единицы продукции к другой, и и вытекающий из этого значительный разброс свойств, в первую очередь вязкости [5.1, 5.22, 5.35, 5.36].

При определении качества металлопродукции на основе механических испытаний существуют различные подходы к выбору количества образцов на единицу продукции [5.37]. Такие нормы могут устанавливать нормативные документы, например, ГОСТ 4543-2016 «Металлопродукция из конструкционной легированной стали», предусматривает отбор от каждого отобранного для контроля прутка, полосы или мотка по одному образцу для испытания на растяжение, на ударный изгиб (каждого типа для соответствующих условий испытаний). Возможно также проведение испытаний с учетом условий соглашения между производителем и потребителем (с учетом назначения продукции). Обычно количество однотипных испытаний на контрольную единицу металлопродукции варьируется от одного до трёх, максимальное значение, как правило, соответствует ударным испытаниям, которые сопровождаются большим разбросом значений. Нормы отбора образцов – результат «естественного отбора» в рамках испытательной практики, в своей основе функционирующие уже достаточно длительное время. Консервативность норм отражает хронология дат их актуализации, например, для ГОСТ 4543: 1948, 1971 и 2016 гг. соответственно [5.36].

По мере накопления представительных баз данных производственного контроля процесса и продукта на предприятиях, роста вычислительных мощностей, появления программных продуктов, в частности, появилась возможность оценки

различий в уровне аттестации качества металлопродукции при использовании разного количества образцов на единицу продукции. Неизбежность потери полезной информации при уменьшении объема испытаний очевидна, однако её масштабы требуют своего уточнения. Это важно, как для объективной аттестации качества металлопродукции, так и для обоснованного управления технологией её получения. Существенный фактор – оптимизировать вклад массовых механических (в рассматриваемом случае) испытаний в формирование себестоимости металлопродукции.

При рассмотрении данной проблемы средствами ретроспективного анализа с использованием возможностей *IT* – решений, немаловажно принять во внимание необходимость учета статистической природы рассматриваемых объектов (большие массивы данных производственного контроля металлопродукции), для выбора соответствующих статистических инструментов, как средства, обеспечивающего объективность полученных оценок [5.5, 5.17, 5.38 - 5.40]

В связи с этим целью работы является оценка степени полноты информации, получаемой при вариации количества образцов в рамках механических испытаний единиц металлопродукции, как основы для повышения эффективности прогноза качества металла при статистическом анализе баз данных производственного контроля процесса и продукта в металлургии.

В качестве объекта исследования были выбраны базы данных производственного контроля технологий получения крупных поковок переменного сечения из улучшаемой стали 38ХН3МФА-Ш и листа из стали 13Г1С-У (произведенных по принятым технологиям в течение одного-двух лет [5.1, 5.41 – 5.43]). Массивы данных производственного контроля представляли собой матрицу  $A_{m \times n}$ , где строкам  $m$  соответствовало количество плавок (партий/поковок), столбцам  $n$  – значения технологических параметров ( $n_t$ ) и характеристик качества металлопродукции ( $n_q$ ) [5.36]. Для стали 38ХН3МФА-Ш количество строк в матрицах с привязкой к химическому составу после электрошлакового переплава составило  $m = 342$  – поковки (из 40 мартеновских плавок), а для стали 13Г1С-У для толщин листа – 8, 10 и 12 мм –  $m = 751$  (668 и 1281) – соответственно. Количество столбцов  $n$  в матрицах составило  $(n_t/n_q)$  91/20 и 33/16 соответственно. Выходные параметры включали в себя, в частности, значения пределов прочности ( $\sigma_b$ ),

текучести ( $\sigma_{0,2}$ ), относительного удлинения ( $\delta$ ), и ударной вязкости (KCU/KCV), полученные при различных температурах испытания. Тангенциальные образцы для механических испытаний из поковок стали 38ХН3МФА-Ш вырезались из торцевых темплетов с максимальным  $D_s$  и минимальным  $D_i$  диаметром, по два образца на каждую температуру испытания: на растяжение (при +20  $^{\circ}\text{C}$ ) и удар: при +20 (KCU<sub>i</sub> и KCU<sub>j</sub>) и -50  $^{\circ}\text{C}$  (KCU<sub>i</sub><sup>-50</sup> и KCU<sub>j</sub><sup>-50</sup>). Из листовой стали 13Г1С-У от каждой партии отбиралось по одному поперечному образцу на растяжение (при комнатной температуре) и по три поперечных ударных образца (KCU<sub>i</sub><sup>-40</sup>, KCU<sub>j</sub><sup>-40</sup>, KCU<sub>k</sub><sup>-40</sup> и KCV<sub>i</sub><sup>0</sup>, KCV<sub>j</sub><sup>0</sup> и KCV<sub>k</sub><sup>0</sup>) для испытаний при температурах -40 и 0  $^{\circ}\text{C}$  соответственно [5.36].

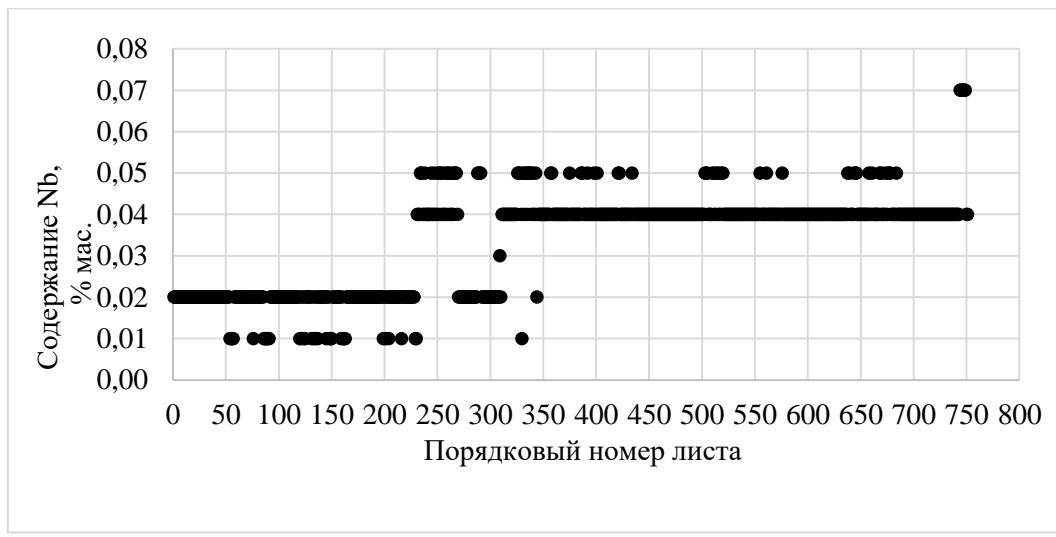
Статистическая оценка выборок (или партий) значений приемо-сдаточных параметров проводилась в программе Microsoft Excel на основе определения их максимальных ( $x_{i \max}$ ), минимальных ( $x_{i \min}$ ), средних  $\bar{x}_i$  с ошибкой ( $s$ ) и размаха – ( $\Delta = x_{i \max} - x_{i \min}$ ) величин. Статистическую природу вида распределения значений параметров определяли на основе построения соответствующих гистограмм распределения значений, исходя из равномерной разбивки на разряды, число которых определялось как корень кубический из числа измерений, вычисления их коэффициентов асимметрии  $A_s$  и эксцесса  $E_x$  с соответствующими ошибками [5.1-5.4, 5.44, 5.45]. Сопоставление выборок проводили с использованием критерииев Смирнова и Стьюдента (далее по тексту критерии  $C_n$  и  $C_p$ ) с определением уровня риска выдвигаемых гипотез.

Как и при любом анализе подобных баз, при решении той или иной задачи обязательное условие – проведение первичного анализа, направленного на выявление аномалий в её организации, ошибок записи, скрытых на первый взгляд разбиений на подмассивы. Это относится как к входным, так и выходным (результаты приемо-сдаточных испытаний) параметрам. Например, из рассмотрения хронологических рядов значений характеристик качества металлопродукции и технологии, удалось обнаружить в наличие в жизненном технологическом цикле листовой стали 13Г1С-У взаимосвязанные «сезонные» колебания ударной вязкости и содержания ниobia (рис. 5.10). Это дало основания для разделения первичной базы на два подмассива: с низким ( $\text{Nb} \leq 0,03\%$  масс.) и высоким ( $\text{Nb} > 0,03\%$  масс.) содержанием ниobia, количество партий в которых

для толщин 8, 10 и 12 мм составило: 269, 395, 260 и 489, 273, 1021 штук соответственно. Очевидно, что данное обстоятельство исключило возможность дальнейшего рассмотрения первичной базы данных, как единого целого, поскольку внесло бы искажения, в частности, в характер гистограмм распределения значений параметров и осложнило применение статистических инструментов, например, регрессии. В этой связи решение поставленной задачи по существу проводили в основном для подмассива данных с содержанием ниобия более  $Nb > 0,03\%$  масс., как наиболее представительного по объему выборки.

Неотъемлемый этап практически любой обработки баз данных - определение базовых статистических характеристик распределения значений, в данном случае, приемо-сдаточных параметров, которые подтвердили наличие характерного для металлургии существенного разброса механических свойств (табл. 5.2 и 5.3).





б

Рис. 5.10. Распределение значений ударной вязкости  $KCV^0$  (по всем трем образцам на партию) (а) и сопутствующих значений содержания ниобия (б), расположенных в порядке производства листа (толщиной 8мм) из стали 13Г1С-У [5.36]

Табл. 5.2. Разброс качества листовой стали 13Г1С-У: размах  $\Delta = X_{\max} - X_{\min}$  и среднее значение  $\langle X_i \rangle \pm s$  (по выборке) [5.36]

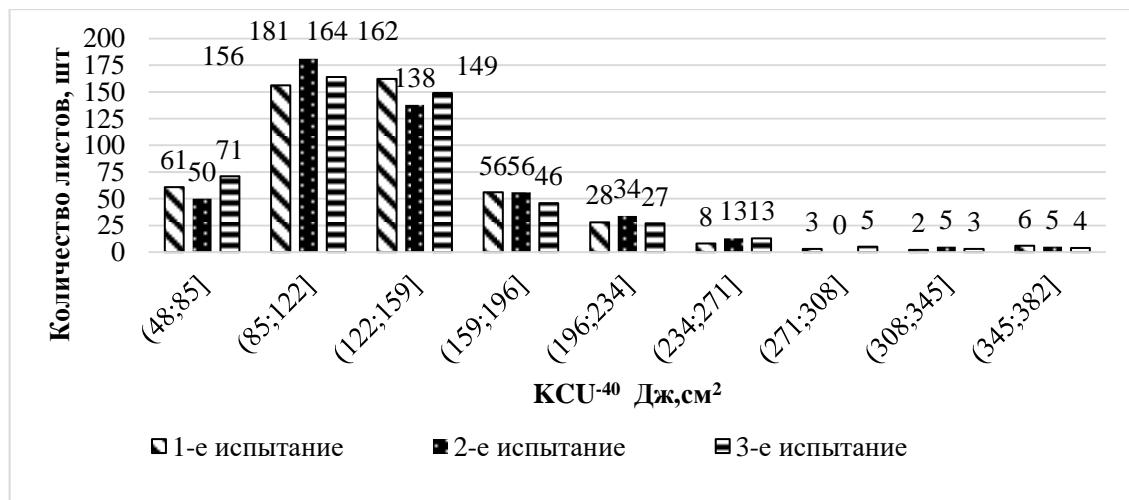
Толщина листа, мм	Параметр качества	$KCU^{-40}$ , Дж/см <sup>2</sup>	$KCV^0$ , Дж/см <sup>2</sup>	$\sigma_b$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta, \%$
8	$x_{i \max} - x_{i \min} = \Delta$	382-48=334	343-40=303	660-487=173	545-391=454	36-18=18
	$\langle X_i \rangle \pm s$	135±51	121±52	568±29	450±25	28±3
10	$x_{i \max} - x_{i \min} = \Delta$	280-48=232	372-52=320	560-399=161	655-515=140	36-19=17
	$\langle X_i \rangle \pm s$	136±40	118±47	464±26	577±24	27±3
12	$x_{i \max} - x_{i \min} = \Delta$	489-14=475	365-26=339	640-492=148	545-379=166	36-17=19
	$\langle X_i \rangle \pm s$	132±50	117±50	568±20	455±27	28±2

Табл. 5.3. Разброс качества поковок из улучшаемой стали 38ХН3МФА-Ш: размах  $\Delta = X_{\max} - X_{\min}$  и среднее значение  $\langle X_i \rangle \pm s$  по испытаниям образцов, вырезанных из торцевых темплетов поковок диаметром  $D_i$  и  $D_s$  (по выборкам) [5.36]

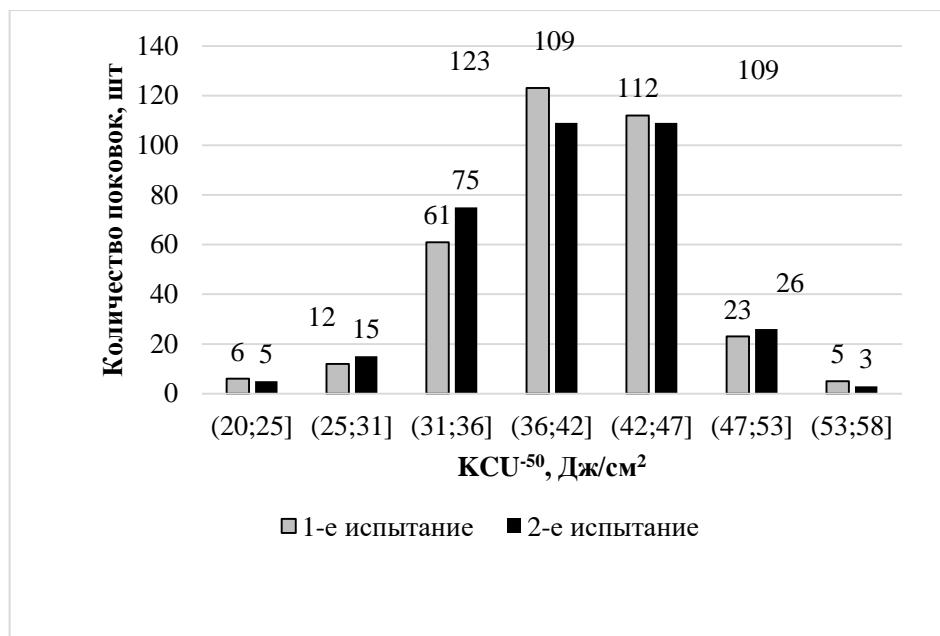
Диаметр темплета	Параметр	$KCU$ , Дж/см <sup>2</sup>	$KCU^{-50}$ , Дж/см <sup>2</sup>	$\sigma_b$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta, \%$
$D_i$	$x_{i \max} - x_{i \min} = \Delta$	63-28=35	58-20=38	1580-1190=390	1490-1110=380	16,5-9,3=7,2
	$\langle X_i \rangle \pm s$	47±6	40±6	1278±40	1375±35	13,6±1,1
$D_s$	$x_{i \max} - x_{i \min} = \Delta$	56-31=25	51-20=31	1570-1340=230	1490-1230=260	17,5-8,8=8,7
	$\langle X_i \rangle \pm s$	43±4	33±5	1483±31	1377±23	12,3±1,1

Наибольший разброс значений, как и ожидалось, наблюдался для ударной вязкости, так у стали 13Г1С-У максимальное значение вязкости превышало минимальное в 5-6 раз, а для стали 38ХН3МФА-Ш – в 2 раза. Такая неоднородность вязкости обусловлена различиями в сценариях протекания технологической наследственности – реализацией разнообразных механизмов эволюции структур и дефектов по технологической цепочке и, как следствие, многообразии морфологии номинально однотипных конечных структур [5.1, 5.46, 5.47]. Это предполагает необходимость объективной оценки масштабов разброса ударной вязкости, в связи с чем, возможное различие в количестве испытываемых образцов, в данном случае применимо к отдельной поковке или партии листов, может оказаться существенным фактором, определяющим корректность оценки.

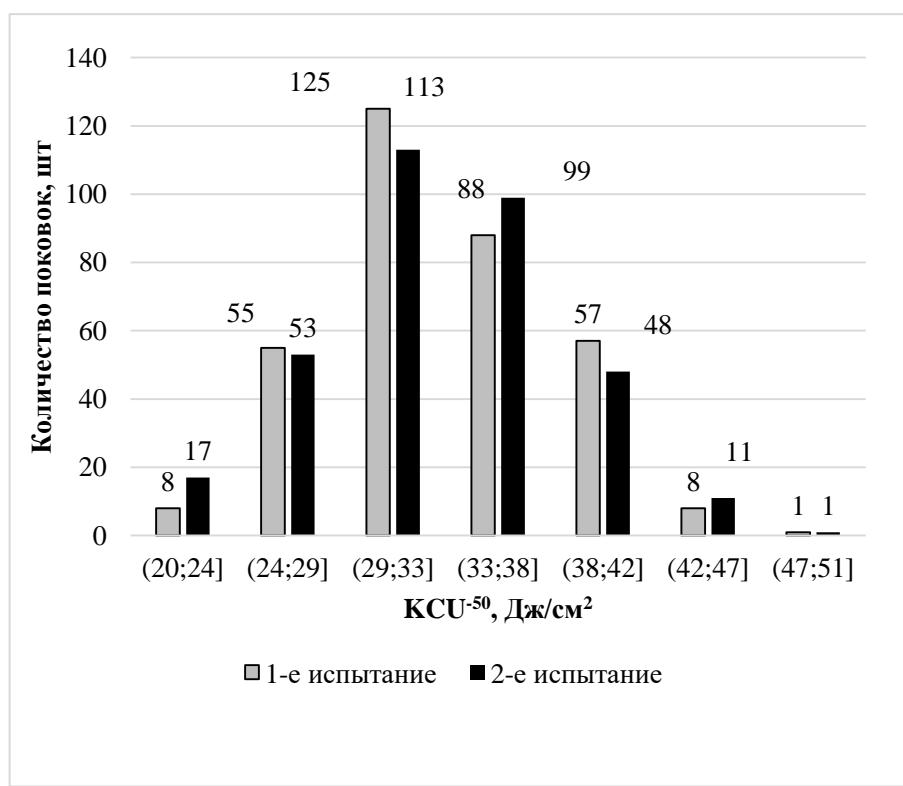
Однако сопоставление различных выборок по их средним значениям и размахам не всегда может дать полную информацию о масштабах неоднородности исследуемых характеристик качества металлопродукции. Так, например, большой размах может быть связан с наличием единичных выбросов, а средние значения и их дисперсии будут иметь смысл при нормальном характере распределения значений параметров качества [5.5]. Этим определялся интерес к построению их гистограмм распределения. Гистограммы строили отдельно для результатов первого  $\{KCU_i^{-40}\}$ , второго  $\{KCU_j^{-40}\}$  и третьего  $\{KCU_k^{-40}\}$  испытаний – сталь 13Г1С-У и первого  $\{KCU_i^{-50}\}$  и второго  $\{KCU_j^{-50}\}$  испытаний – сталь 38ХН3МФА-Ш, где номер испытания соответствовал определенному номеру столбца в матрице данных (рис. 5.11).



а



б



в

Рис. 5.11. Гистограммы распределения значений ударной вязкости (KCU<sup>-40</sup>) стали 13Г1С-У (толщина листа 8 мм) (а) и стали 38ХН3МФА-III (KCU<sup>-50</sup>) для образцов, вырезанных из торцевых темплетов поковок диаметром D<sub>i</sub> (б) и D<sub>s</sub> (в)

[5.36]

Для распределений значений ударной вязкости наблюдалось отклонение от нормального распределения. Его масштаб оценивали по соответствующим величинам коэффициентов асимметрии и эксцесса, их вариация была в достаточно широких пределах [5,36]. Для стали 38ХН3МФА-Ш коэффициенты асимметрии  $A_s$  и эксцесса  $E_x$  значений ударной вязкости изменялись в пределах: [-0,43;-0,31] и [0,70; 0,80] для темплетов диаметром  $D_i$  и [-0,31; 0,35] и [-0,14; 0,23] для темплетов диаметром  $D_s$  соответственно. Для распределений значений ударной вязкости  $KCV^0$  и  $KCU^{-40}$  в стали 13Г1С-У, например, для листа толщиной 8 мм - [1,64; 1,68]; [1,54; 1,81] и [3,12; 3,40]; [3,4; 5,29] соответственно. Различие статистических показателей для результатов отдельных испытаний:  $\{KCU_i^{-40}\}$ ,  $\{KCU_j^{-40}\}$ ,  $\{KCU_k^{-40}\}$  и  $\{KCV_i^0\}$ ,  $\{KCV_j^0\}$ ,  $\{KCV_k^0\}$  (де-факто исходя из предположения, что ударную вязкость оценивали, испытывая по одному образцу на каждую единицу продукции - партию листа или поковку) – признак отличий в их статистической природе, а их абсолютные значения – мера отклонения от нормального вида распределения. Это, в частности, указывает на необходимость учета данного обстоятельства при выборе количества образцов, необходимого для аттестации качества металлопродукции.

При статистической обработке полученный результат во-многом определяется объемом выборки данных [5.1, 5.44, 5.45]. Для выборок с максимальным объемом данных  $V_i$ , имеющихся в распоряжении, была характерна минимальная ошибка определения коэффициентов асимметрии и эксцесса; 0,23 и 0,77 соответственно. При последовательном уменьшении объема выборок  $V_i$ , начиная со значения  $V_i = 200 - 250$  для листов (в зависимости от толщины листа) и  $V_i = 150 - 200$  для поковок, становится существенным разброс величин коэффициентов асимметрии и масштаб ошибки их определения. При дальнейшем уменьшении объема выборки, например, для значений ударной вязкости ( $KCU^{-40}$ , для всех трех образцов на партию) стали 13Г1С-У (лист толщиной 12 мм), значения коэффициента асимметрии  $A_s$ , рассчитанные по 20 выборкам (объемом 50 партий каждая), отобранным последовательно из исходной выборки объемом 1000 шт, варьировались в диапазоне  $-0,2 \leq A_s \leq 2,2$ , при погрешности определения – 3,0. Очевидно, что при таких значениях вариации коэффициента  $A_s$  и ошибке его определения, статистические оценки не будут представительными. Подобное

утверждение было справедливо и по отношению к выборкам ударной вязкости поковок из стали 38ХН3МФА-Ш.

В этой связи применение средних значений по выборкам в сочетании с критериями классической статистики для их сопоставления, может внести неопределенность в получаемые оценки. Например, попарное сравнение между собой выборок значений ударной вязкости стали 13Г1С-У (взятых из полученных при штатном испытании трех образцов на партию результатов) (табл. 5.4), показало, что различие в уровне риска гипотезы о совпадении выборок, при оценках по критерию Стьюдента и Смирнова [5.28], могло отличаться существенно – до 30 %. Фактически это означает, что для различных выборок ударной вязкости – трех сочетаний её исходных результатов, полученных в рамках каждой партии (единицы продукции), может отличаться вид распределения значений вязкости, что указывает на различие в их статистической природе. В этой связи идентичность выборок не всегда можно подтвердить на основе критериев классической статистики (Стьюдента), а в ряде случаев, привести к противоположным заключениям при применении одновременно критериев Стьюдента и Смирнова.

Табл. 5.4. Сопоставление различных выборок ударной вязкости (полученных при их попарном извлечении из результатов штатной оценки вязкости по трем образцам на партию) по критериям Стьюдента ( $C_p$ ) и Смирнова ( $C_n$ ), сталь 13Г1С-У\* [5.36]

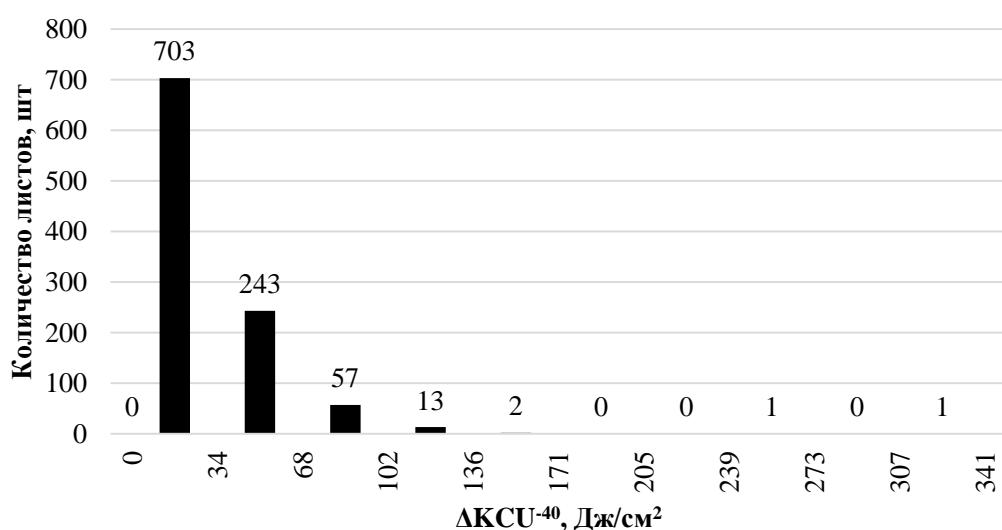
Ударная вязкость	Толщина листа, мм	Экспериментальные значения критериев/ уровень риска для пар результатов испытания					
		{KCU( $V^0_i$ ) <sup>-40</sup> }, {KCU( $V^0_j$ ) <sup>-40</sup> }		{KCU( $V^0_i$ ) <sup>-40</sup> }, {KCU( $V^0_k$ ) <sup>-40</sup> }		{KCU( $V^0_j$ ) <sup>-40</sup> }, {KCU( $V^0_k$ ) <sup>-40</sup> }	
		$C_n$	$C_p$	$C_n$	$C_p$	$C_n$	$C_p$
$KCU^{-40}$	8	<u>0,741</u> 0,640	<u>0,157</u> 0,900	<u>0,870</u> 0,430	<u>0,521</u> 0,700	<u>0,870</u> 0,430	<u>0,679</u> 0,500
	10	<u>0,513</u> 0,950	<u>0,091</u> 0,900	<u>0,427</u> 0,990	<u>0,115</u> 0,900	<u>0,470</u> 0,980	<u>0,025</u> 0,900
	12	<u>0,509</u> 0,950	<u>0,437</u> 0,700	<u>0,464</u> 0,980	<u>0,345</u> 0,800	<u>0,553</u> 0,920	<u>0,096</u> 0,900
$KCV^0$	8	<u>0,322</u> 0,990	<u>0,094</u> 0,900	<u>0,322</u> 0,990	<u>0,175</u> 0,900	<u>0,419</u> 0,990	<u>0,080</u> 0,900
	10	<u>0,557</u> 0,910	<u>0,217</u> 0,900	<u>0,514</u> 0,950	<u>0,215</u> 0,900	<u>0,729</u> 0,660	<u>0,429</u> 0,700
	12	<u>0,553</u> 0,920	<u>0,165</u> 0,900	<u>0,664</u> 0,770	<u>0,420</u> 0,700	<u>0,487</u> 0,970	<u>0,254</u> 0,800

\* выделены ячейки таблицы с отличающимися результатами сравнения выборок по двум критериям.

Очевидно, что применение двух образцов для испытания единицы продукции должно повысить полноту аттестации её качества (по сравнению с одним образцом). Однако при этом неизбежны сложности при выборе значения, характеризующего показатель качества металлопродукции в целом. По двум значениям некорректно рассчитывать их среднее  $\bar{x}_l$ , т. к. одному и тому же среднему может соответствовать различный размах  $\Delta$  между максимальным и минимальным значением, а образцам с одинаковыми значениями размаха – различный абсолютный уровень свойств (их медианное значение). Как вариант, для последующего статистического анализа может быть выбрано минимальное (худшее) значение вязкости, но предпочтительнее делать выбор на основе рассмотрения всех возможных вариантов оценки [5.48].

Применение трех образцов для оценки качества металлопродукции, в нашем случае партии листа из стали 13Г1С-У, даст возможность рассчитать ошибку среднего  $s$ , но и позволит более объективно оценить неоднородность качества продукции, сопоставим при этом как величину среднеквадратичного отклонения  $s$ , так и уровень размаха  $\Delta$ .

Построение распределений величин размахов  $\Delta_{\text{KCU}^{-40}}$  по результатам всех трех испытаний (для каждой партии листов из стали 13Г1С-У толщиной 12 мм) или возможных сочетаний пар результатов, выбранных из них ( $\Delta_{i-j}$ ,  $\Delta_{i-k}$  и  $\Delta_{j-k}$  – индексы соответствуют номерам столбцов в матрице данных), при единой разбивке на разряды, позволило сопоставить их (рис. 5.12).



а

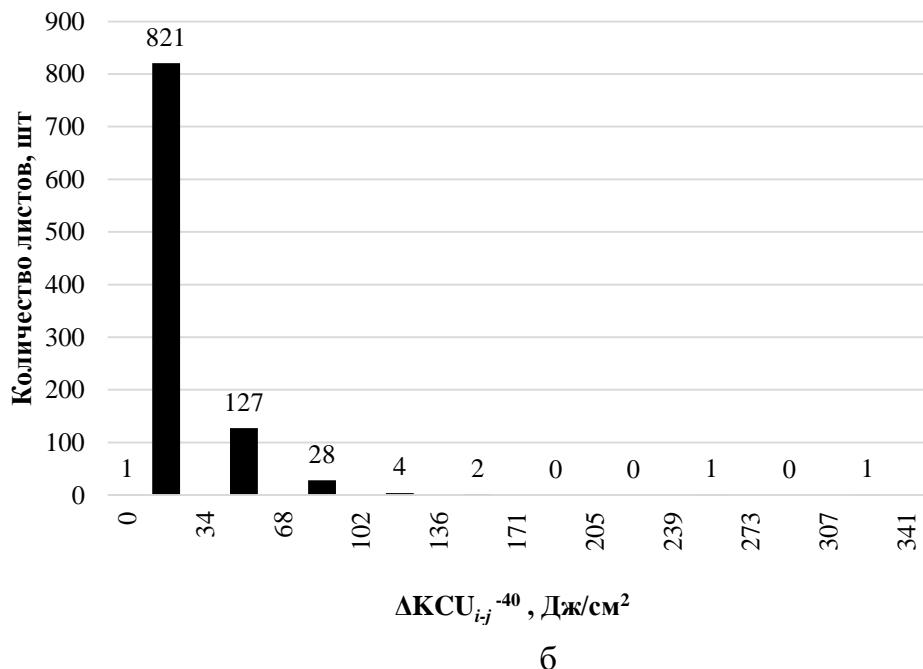


Рис 5.12. Гистограммы распределения значений размахов ударной вязкости  $\Delta \text{KCU}^{-40}$  стали 13Г1С-У (толщина листа 12мм), рассчитанные по трем ( $\Delta \text{KCU}^{-40}$ ) – (а) и двум ( $\Delta \text{KCU}_{i,j}^{-40}$ ) – (б) образцам (от каждой партии – единицы контролируемой продукции) [5.36]

Показано, что для всех гистограмм значений размахов характерна правосторонняя асимметрия. Это подтверждается расчетами коэффициентов асимметрии  $A_s$  и эксцесса  $E_x$  (табл. 5.5).

Табл. 5.5. Коэффициенты эксцесса  $E_x$  и асимметрии  $A_s$  выборок величин размахов ударной вязкости  $\Delta = \text{KCU} (\text{KCV})_{\max} - \text{KCU} (\text{KCV})_{\min}$  листовой стали 13Г1С-У для трех образцов  $\Delta$  и выборок возможных сочетаний пар ( $\Delta_{i,j,k}$ ) из этих же образцов [5.36]

Толщина листа, мм	Коэффициенты асимметрии и эксцесса	$\text{KCU}^{-40}$				$\text{KCV}^0$			
		$\Delta$	$\Delta_{i,j}$	$\Delta_{i-k}$	$\Delta_{j-k}$	$\Delta$	$\Delta_{i,j}$	$\Delta_{i-k}$	$\Delta_{j-k}$
8	$A_s$	2,02	2,40	2,40	2,55	2,48	3,02	2,69	3,25
	$E_x$	5,19	8,17	7,53	8,57	7,37	11,28	9,37	13,89
10	$A_s$	1,20	1,67	1,72	1,45	1,75	1,94	1,76	2,26
	$E_x$	1,22	3,14	3,17	2,38	4,55	5,11	4,38	7,39
12	$A_s$	1,25	1,74	1,58	1,70	1,76	2,11	2,05	2,36
	$E_x$	1,34	3,62	2,56	3,48	3,52	5,72	5,12	7,32

Очевидно, что абсолютные значения коэффициентов асимметрии и эксцесса распределений размахов ударной вязкости трех образцов  $\Delta = \text{KCU}_{\max} - \text{KCU}_{\min}$

оказались меньше, по сравнению со значениями размахов по каждой из трех пар образцов. Однако абсолютные значения размахов для трех образцов были больше парных размахов пар образцов  $\Delta_{i-j}$ ,  $\Delta_{i-k}$  и  $\Delta_{j-k}$ , в 56,4 - 67,7 % случаев (для всех толщин и партий листов). Для парных сочетаний величины размахов минимизировались, большее количество попаданий наблюдалось в первом разряде, возможны были совпадения значений (нулевой размах), в последующих разрядах гистограммы количество значений размахов: в 1,5 - 2,5 раз было меньше, по сравнению с гистограммой распределения размахов, полученных по результатам испытаний трех образцов. Все парные выборки значений размахов  $\Delta_{i-j}$ ,  $\Delta_{i-k}$  и  $\Delta_{j-k}$  (для ударной вязкости  $KCU^{-40}$  и  $KCV^0$  листов толщиной 8, 10 и 12 мм) значимо отличались от исходной выборки - экспериментальные величины критериев Стьюдента и Смирнова были не менее 4,61 и 2,77 соответственно (риск менее 0,0001).

Однако, при проверке значимости различий выборок размахов парных значений ударной вязкости  $KCU^{-40}$  и  $KCV^0$  соответственно, полного «единодушия» между результатами проверки по двум критериям уже не наблюдалось. В 9 вариантах сравнения пар из возможных 18 вариантов (три варианта выборок  $\Delta_{i-j}$ ,  $\Delta_{i-k}$  и  $\Delta_{j-k}$  для трех толщин листа 8,10 и 12 мм и двух типов ударной вязкости  $KCU^{-40}$  и  $KCV^0$  стали 13Г1С-У) риск гипотезы о различии выборок по двум критериям варьировался в интервале от 0,22 до 0,50. При сравнении 9 пар из 18 пар было выявлено их статистическое соответствие, в шести и трех случаях с риском не более 0,20 и 0,30 (хотя бы по одному из критериев) соответственно, выборки пар отличались (для всех толщин листа и видов ударной вязкости) [5.36].

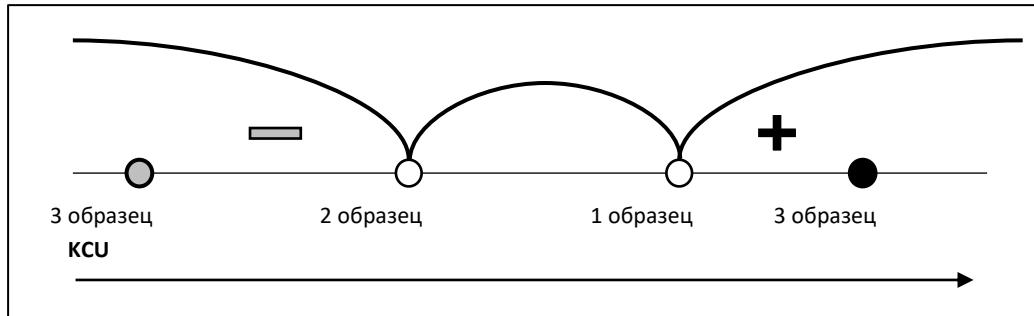
По отношению к значениям ударной вязкости, полученным исходно на двух образцах, у значения ударной вязкости третьего образца может быть другой вариант расположения (на соответствующей оси координат значений ударной вязкости): не только левее или правее минимального и максимального значений вязкости соответственно; но и между ними (если они не совпадают), например, левее или правее медианного значения (для исходной пары результатов испытаний) (рис. 5.13 а,б)

Статистика расположения значений ударной вязкости третьего образца  $KCU_k^{-40}$  (относительно соответствующих значений пар образцов  $KCU_i^{-40}$  и  $KCU_j^{-40}$

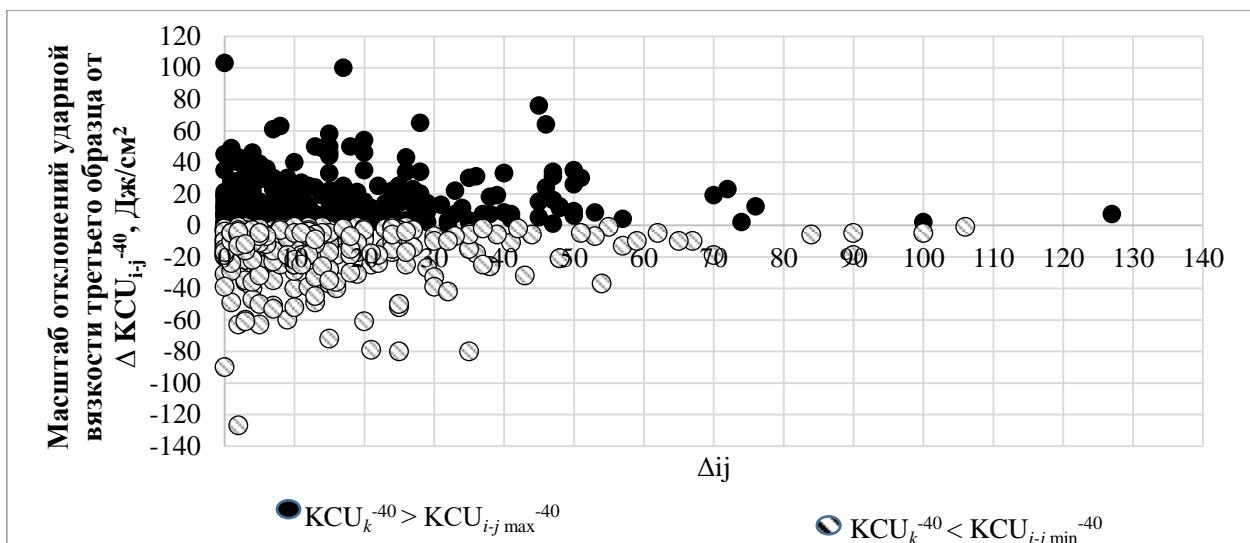
имела достаточно типичный характер. Например, для листов толщиной 12 мм из стали 13Г1С-У доля выходов ударной вязкости  $KCU_k^{-40}$  левее и правее границ интервала вязкости отдельных пар образцов  $[KCU_i^{-40}; KCU_j^{-40}]$  была близкой (рис. 5.4 в). Очевидно, что даже при небольшом превышении границы этот результат может существенно изменить статистику медианных значений при их трансформации в средние значения (как в меньшую, так и в большую сторону), а при больших превышениях влияние таких отклонений становится еще сильнее. В интервал парных значений ударной вязкости  $[KCU_i^{-40}; KCU_j^{-40}]$  третий образец «попадал» от 373 до 402 раз (36,5 - 39,4 % от общего числа партий), из них от 180 до 184 значений вязкости были меньше медианных значений  $\tilde{x} = (KCU_i^{-40} + KCU_j^{-40})/2$ , а от 175 до 202 значений - больше (рис. 5.13 г). Совпадение с медианными значениями было в пределах от 1,6 до 1,8 % и фактически трансформировало его в среднее значение по партии, а все остальные значения, так или иначе, изменяли оценку ударной вязкости партии. В целом, отсюда вытекает и масштаб рисков при обратных действиях, в том случае, когда решается задача, связанная с уменьшением количества образцов, используемых для оценки ударной вязкости отдельных партий листа, с трех до двух единиц.



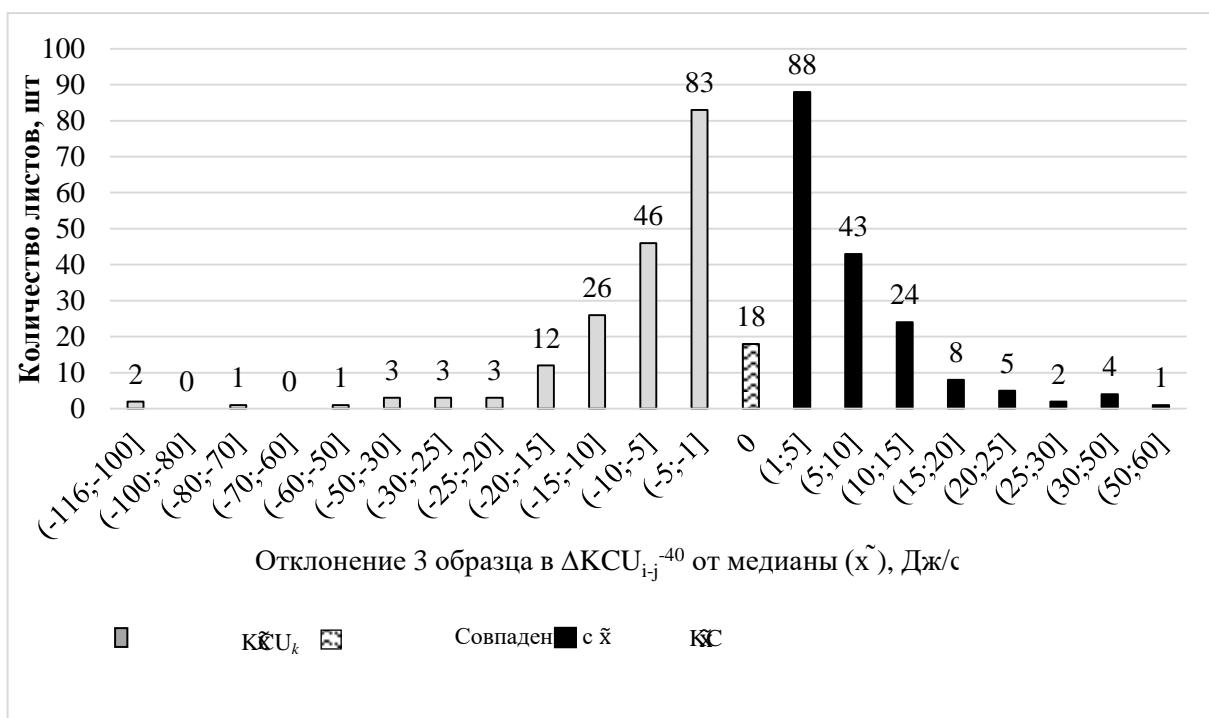
а



б



В



Г

Рис. 5.13. Возможные варианты отклонения значений ударной вязкости третьего образца: внутри диапазона значений первого и второго образцов (с привязкой к их медианному значению) (а) и вне его (б) и распределение отклонений значений ударной вязкости третьего образца  $KCU_k^{-40}$  относительно значений ударной вязкости, полученных при испытании двух образцов  $KCU_i^{-40}$  и  $KCU_j^{-40}$  (для выборок  $\{KCU_i^{-40}\}$  и  $\{KCU_j^{-40}\}$ ) – вне интервала их значений  $\tilde{x}$  =  $(KCU_i^{-40} + KCU_j^{-40})/2$  (г), сталь 13Г1С-У, толщина листа 12мм [5.36]

Однако в сталях с развитой неоднородностью структурой далеко не всегда использование даже трех образцов для аттестации качества металлопродукции, в первую очередь вязкости, может обеспечить получение объективных оценок. Это, в частности, относится к сталям с сохранившейся литой структурой (крупные поковки из улучшаемой стали типа 38ХН3МФА-Ш, 15Х2НМФА), к высокопрочному прокату – листовые стали с феррито-перлитной, феррито-бейнитной полосчатостью в микроструктуре [5.7, 5.22, 5.49, 5.50]. Наличие развитой неоднородности морфологии разнородных структур, включая неметаллические включения, как от образца к образцу, так и в пределах отдельных образцов приводит к большому разбросу значений ударной вязкости.

При оценке ударной вязкости таких сталей, традиционно наблюдается большой разброс значений, причем во всем диапазоне температур испытания. Это вносит неопределенность в оценку вязкости, в т.ч. и в определение хладостойкости. В этой связи перспективным может оказаться использование микрообразцов, при сопоставимости габаритов которых с масштабом структурной неоднородности можно получить оценки хладостойкости отдельных структурных составляющих, ранжировать их по степени опасности, определяя энергию хрупкого разрушения по измерениям акустической эмиссии [5.22, 5.35].

Применение такого подхода оказалось полезным не только для оценки хладостойкости структурных составляющих, но и для определения степени опасности аномалий структур. Например, в высокопрочных трубных сталях категории прочности К65, такой подход позволил в ходе микромеханических испытаний локализовать разрушение в пределах протяженной границы раздела в металле с образованием грубых фасеток поперечником порядка 500 мкм каждая, как одну из возможных причин расслоения (шиферности в изломе) и оценить энергию её разрушения по измерениям акустической эмиссии и сопоставлению двух ответных половинок изломов [5.22, 5.50]. Для стали 15Х2НМФА такие испытания позволили уточнить, что вязко-хрупкий переход, спровоцированный вскрытием зернограницевых фасеток может происходить при температурах испытания от -160  $^{\circ}$ С и ниже. Это важно для оценки возможной деградации свойств металла в ходе длительной эксплуатации, когда ограничено число

образцов-свидетелей. Привязка хладостойкости к структуре в ряде случаев может обеспечить корректную оценку причин неоднородности вязкости конструкционных сталей при малом количестве образцов в рамках приемо-сдаточных испытаний.

В целом, полученные результаты показывают, что такие факторы как различная статистическая природа распределения значений результатов приемо-сдаточных испытаний (в т.ч., в рамках рассматриваемых хронологических рядов событий), отличие в широте «охвата» возможного разброса свойств в зависимости от количества образцов, испытываемых на единицу продукции при приемо-сдаточных испытаниях, возможность получения не совпадающих оценок гипотез при сопоставлении выборок с использованием различных статистических критериев, многообразие механизмов технологической наследственности, реализуемых в рамках штатной технологии получения металлопродукции, но изученных далеко не во всех случаях [5.1, 5.22], и многие другие причины, безусловно, в серьезной мере будут существенно сдерживать возможности эффективного применения современных программных решений при разработке систем сквозного управления качеством металлопродукции.

Достижение результатов в этом направлении, должно базироваться на глубоком понимании закономерностей эволюции структуры и дефектов по всей технологической цепочке, развитии цифровых средств количественной оценки структур и изломов и их применением в производственной практике для повышения полноты аттестации качества металлопродукции, использовании статистических процедур с учетом понимания статистической природы объекта, а также с учетом необходимости поиска областей с доминирующим типом зависимости (в пределах пространства параметров технологии) и оценки их совместного взаимодействия [5.22, 5.23, 5.36, 5.48].

### 5.3 Определение хладноломкости на основе анализа баз данных производственного контроля с использованием сложных эвристических приемов когнитивных графики

Косвенную оценку хладостойкости для массовых видов металлопродукции обычно дают результаты испытания при фиксированной пониженной температуре. Для крупных поковок из стали 38ХН3МФА-Ш (входящих в исследуемую базу данных производственного контроля) результаты проведенных ранее серийных испытаний показали монотонное снижение ударной вязкости без ярко выраженного порога хладноломкости (рис. 5.14) [5.51].

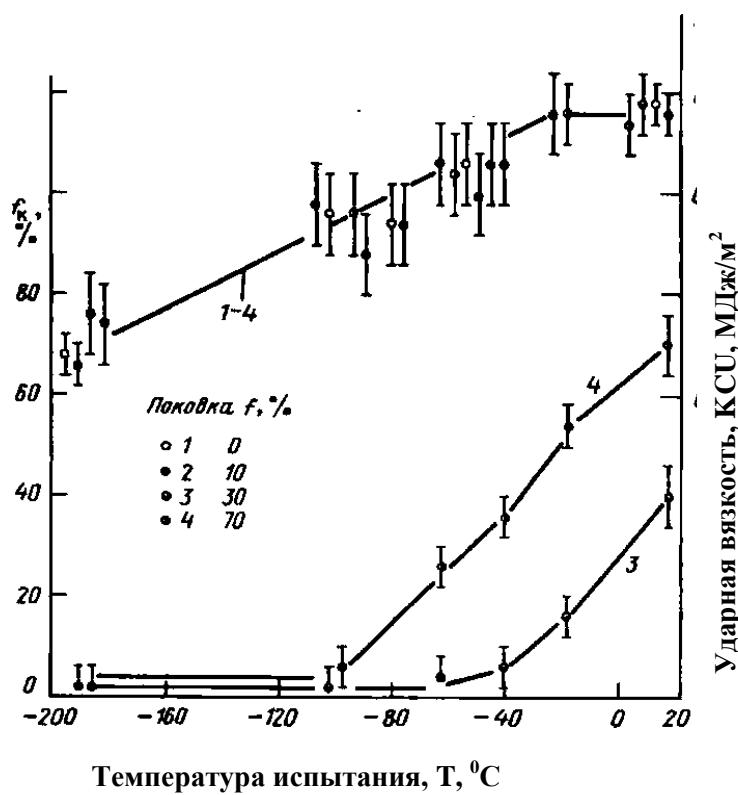


Рис. 5.14. Изменение ударной вязкости КСУ и доли камневидной составляющей в изломе с понижением температуры испытания в четырех поковках из стали 38ХН3МФА-Ш [5.51])

В таком случае можно ожидать, что при штатной схеме оценки ударной вязкости поковок, предусматривающей испытания при 20 и -50 °C (тангенциальных образцов, вырезанных из торцевых темплетов с минимальным  $D_s$

и максимальным  $D_l$  диаметром), различие между значениями ударной вязкости  $\Delta = \text{KCU}^{+20} - \text{KCU}^{-50}$  обеспечит дополнительную оценку хладостойкости металла поковок – по «крутизне» её снижения. При испытании двух образцов при 20 и -50 °C соответственно, были возможны несколько вариантов оценки крутизны снижения ударной вязкости  $\Delta_{ij}$ :  $\Delta_{ij1} = (\text{KCU}_i^{\max+20} - \text{KCU}_j^{\max-50})$ ,  $\Delta_{ij2} = (\text{KCU}_i^{\max+20} - \text{KCU}_j^{\min-50})$ ,  $\Delta_{ij3} = (\text{KCU}_i^{\min+20} - \text{KCU}_j^{\max-50})$ ,  $\Delta_{ij4} = (\text{KCU}_i^{\min+20} - \text{KCU}_j^{\min-50})$ . Их составляющие (пар выборок  $\Delta_{ij}$ ) значения ударной вязкости  $\text{KCU}^{+20}$  и  $\text{KCU}^{-50}$  были взаимосвязаны, но при испытании ударных образцов, вырезанных из торцевого темплета поковки диаметром  $D_l$ , взаимосвязь оказалась наименее выраженной – коэффициент корреляции составлял 0,57 - 0,65, а для меньшего диаметра  $D_s$  – 0,81-0,83, что может быть связано с большей неоднородностью разнородных структур, обусловленной развитыми процессами ликвации.

Из полученных результатов (гистограммы распределения значения параметра  $\Delta_{ij}$ , (рис. 5.15) их величин коэффициентов асимметрии  $A_s$  и эксцесса  $E_x$  – табл. 5.6) следует разнообразие видов распределения исследуемых вариантов выборок величины  $\Delta_{ij}$  [5.48]. Не было исключением появление единичных «аномальных» результатов, когда, например, значения ударной вязкости при температуре испытания -50 °C были выше, чем при комнатной температуре, обычно это были значения из выборок  $\{\Delta_{ij3}\}$ :  $\Delta_{ij3} = (\text{KCU}_{\min i}^{+20} - \text{KCU}_{\max j}^{-50})$ . Составляющие существующих пар выборок  $\Delta_{ij}$  значения ударной вязкости  $X_{pi}$  и  $X_{nj}$  были взаимосвязаны (рис. 5.16), но при испытании ударных образцов, вырезанных из торцевого темплета большего диаметра поковки, взаимосвязь оказалась наименее выраженной – коэффициент корреляции составлял 0,57 - 0,65, а для меньшего диаметра – 0,81 - 0,83, что может быть связано с большей неоднородностью разнородных структур, обусловленной развитыми процессами ликвации. Наибольший диапазон вариации значений  $\Delta_{ij}$  наблюдался в паре  $\{\text{KCU}_{i\max}^{+20} - \text{KCU}_{j\min}^{-50}\}$ , что определило ее выбор для оценки «крутизны» снижения ударной вязкости при изменении температуры испытания в качестве дополнительной характеристики хладостойкости. Очевидно, что у тех поковок, где «крутизна» снижения ударной вязкости будет меньше хладостойкость будет выше. А при ее равных значениях «крутизны» преимущество будет у поковок с повышенным уровнем абсолютных значений ударной вязкости.

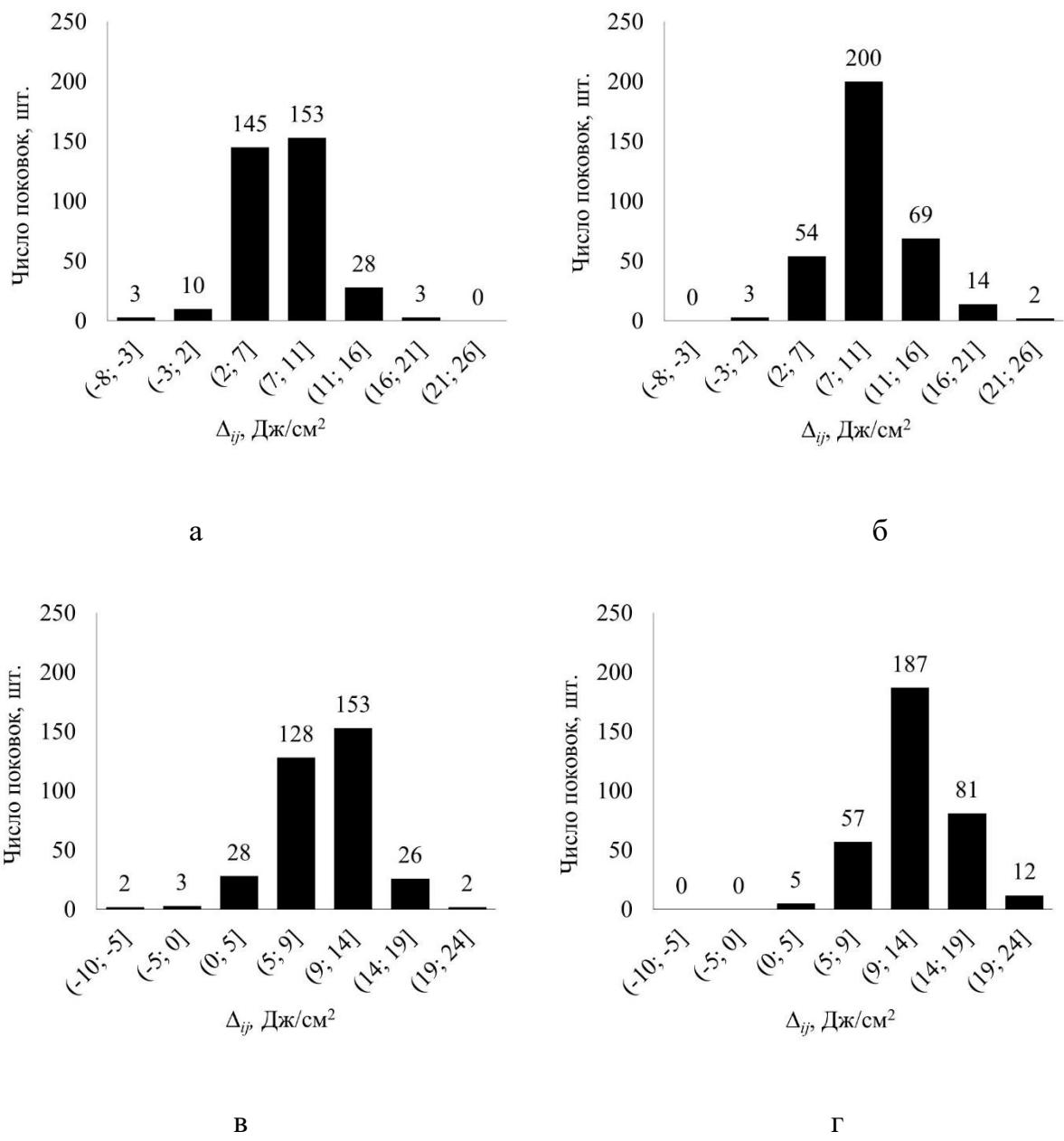
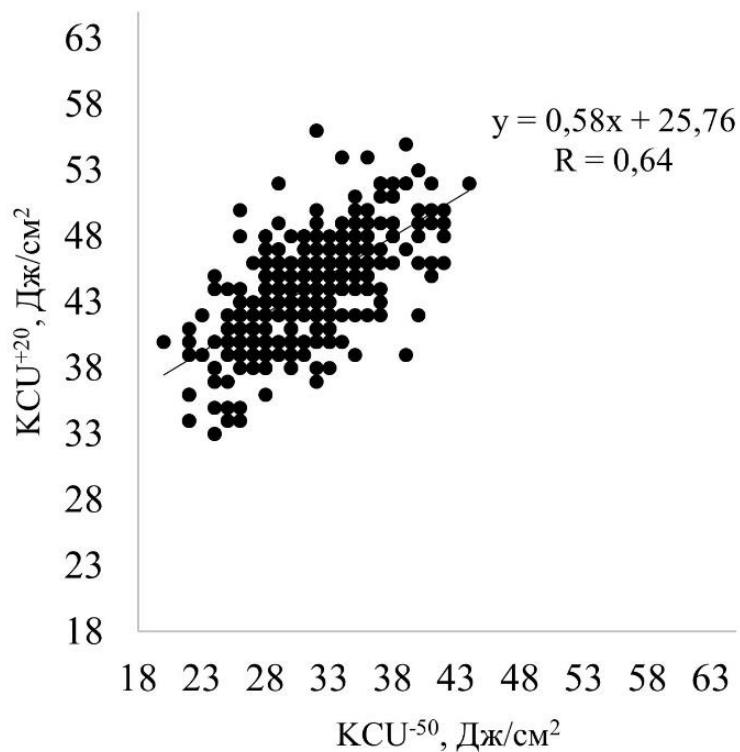


Рис. 5.15. Распределение значений «крутизны» снижения ударной вязкости  $\Delta_{ij}$  при снижении температуры испытания от +20 до -50 °С для различных вариантов ее определения:

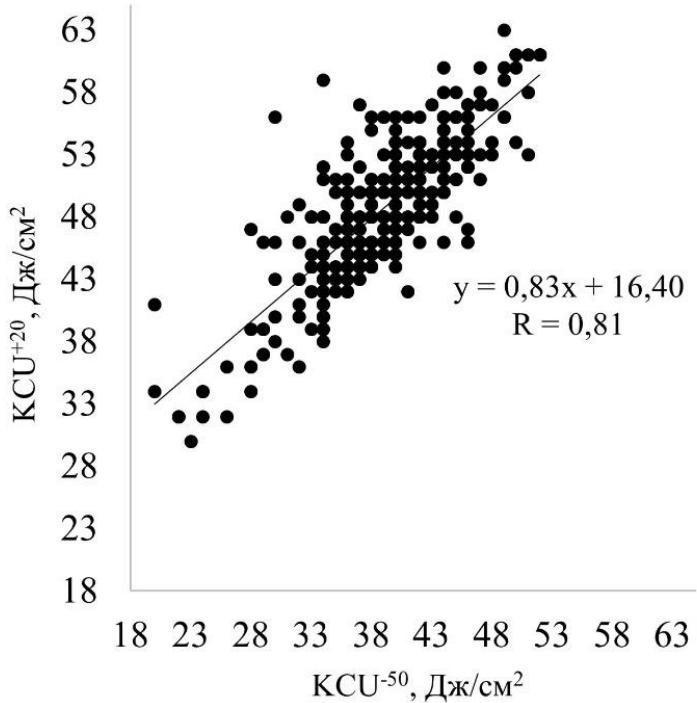
$\Delta_{ij} = (\text{KCU}_{\max i}^{+20} - \text{KCU}_{\max j}^{-50})$  и  $\Delta_{ij} = (\text{KCU}_{\max i}^{+20} - \text{KCU}_{\min j}^{-50})$  (а, в; б, г соответственно) при вырезке образцов из торцевых темплетов поковок (всего 342 поковки) с минимальным (*s*) и максимальным (*l*) диаметром (а, б; в, г соответственно) [5.48]

Табл. 5.6. Статистика распределения значений крутизны снижения ударной вязкости  $\Delta_{ij} = (X_{pi} - X_{nj})$  поковок из улучшаемой стали 38ХН3МФА-Ш [5.48]

Крутизна снижения ударной вязкости $\Delta_{ij} =$ $(X_{pi} - X_{nj})$	Диаметр темплета	Среднее значение $\langle \Delta_{ij} \rangle$ (по выборке $\{\Delta_{ij}\}$ ), Дж/см <sup>2</sup>	$(\Delta_{ij})^*$ max, Дж/см <sup>2</sup>	Коэффициент	
				асимметрии $A_s$	экспесса $E_x$
$\Delta_1 = (KCU_{max\ i}^{+20} - KCU_{max\ j}^{-50})$	$D_s$	$7,10 \pm 0,01$	20	0,22	1,63
	$D_l$	$9,50 \pm 0,01$	24	-0,39	1,76
$\Delta_2 = (KCU_{max\ i}^{+20} - KCU_{min\ j}^{-50})$	$D_s$	$9,70 \pm 0,01$	26	0,87	2,45
	$D_l$	$12,70 \pm 0,01$	24	0,09	0,63
$\Delta_3 = (KCU_{min\ i}^{+20} - KCU_{max\ j}^{-50})$	$D_s$	$5,00 \pm 0,01$	16	-0,07	1,21
	$D_l$	$7,30 \pm 0,01$	17	-0,76	1,60
$\Delta_4 = (KCU_{min\ i}^{+20} - KCU_{min\ j}^{-50})$	$D_s$	$7,60 \pm 0,01$	20	0,53	0,94
	$D_l$	$10,40 \pm 0,01$	21	-0,34	0,70



a



б

Рис. 5.16. Соотношение между значениями ударной вязкости, полученными при испытаниях образцов при  $+20$  ( $KCU_{max}^{+20}$ ) и  $-50$   $^{\circ}\text{C}$  ( $KCU_{min}^{-50}$ ), вырезанных из торцевых темплетов поковок диаметром  $D_l$  (а) и  $D_s$  (б) [5.48]

В этой связи было предложено классифицировать хладостойкость поковок по двум параметрам:  $\Delta_{ij} = KCU_{imax}^{+20} - KCU_{jmin}^{-50}$  и среднему его значению  $\bar{X}_{ij} = (KCU_{imax}^{+20} + KCU_{jmin}^{-50})/2$ .

Очевидно, что меньшая крутизна снижения ударной вязкости, при прочих равных, будет соответствовать более высокому уровню хладостойкости, а при близких значениях крутизны её снижения хладноломкость будет выше у поковок с пониженным уровнем абсолютных значений ударной вязкости. С учетом этого поковки было предложено ранжировать по уровню хладостойкости по двум параметрам:  $\Delta_{ij} = KCU_{max}^{+20} - KCU_{min}^{-50}$  и среднему значению ударной вязкости  $\bar{X}_{ij} = (KCU_{max}^{+20} + KCU_{min}^{-50})/2$ . Каждая из зон характеризуется определенным уровнем хладостойкости.

Все облако значений – 342 точки на плоскости в системе координат  $\Delta_{ij} - \bar{X}_{ij}$  (диаграмма хладостойкости) – было разделено на четыре зоны, границы которых

соответствовали средним арифметическим значениям выборок  $\{\Delta_{ij}\}$  и  $\{\bar{X}_{ij}\} - \langle\Delta_{ij}\rangle$  и  $\bar{X}_{ij}$  (рис. 5.17). Зона 1 - зона высокой хладостойкости, в нее попали поковки с высоким средним значением ударной вязкости  $\bar{X}_{ij}$  и малой «крутизной» ее снижения  $\Delta_{ij}$  при изменении температуры испытаний от +20 °C до -50 °C:  $\{\bar{X}_{ij}\} > \langle\bar{X}_{ij}\rangle$  и  $\{\Delta_{ij1}\} < \langle\Delta_{ij}\rangle$ . В зоне 2 оказались поковки с приемлемой хладостойкостью — высоким средним значением ударной вязкости и большой «крутизной» ее снижения:  $\{\bar{X}_{ij2}\} > \langle\bar{X}_{ij}\rangle$  и  $\{\Delta_{ij2}\} > \langle\Delta_{ij}\rangle$ . Зону 3 составили поковки с удовлетворительной хладостойкостью — низким средним значением ударной вязкости и небольшим ее изменением со снижением температуры испытаний:  $\{\bar{X}_{ij3}\} < \langle\bar{X}_{ij}\rangle$  и  $\{\Delta_{ij3}\} < \langle\Delta_{ij}\rangle$ . Зона 4 отвечала неудовлетворительной хладостойкости: поковки с низким средним значением ударной вязкости и большой «крутизной» ее снижения:  $\{\bar{X}_{ij4}\} < \langle\bar{X}_{ij}\rangle$  и  $\{\Delta_{ij4}\} > \langle\Delta_{ij}\rangle$ .

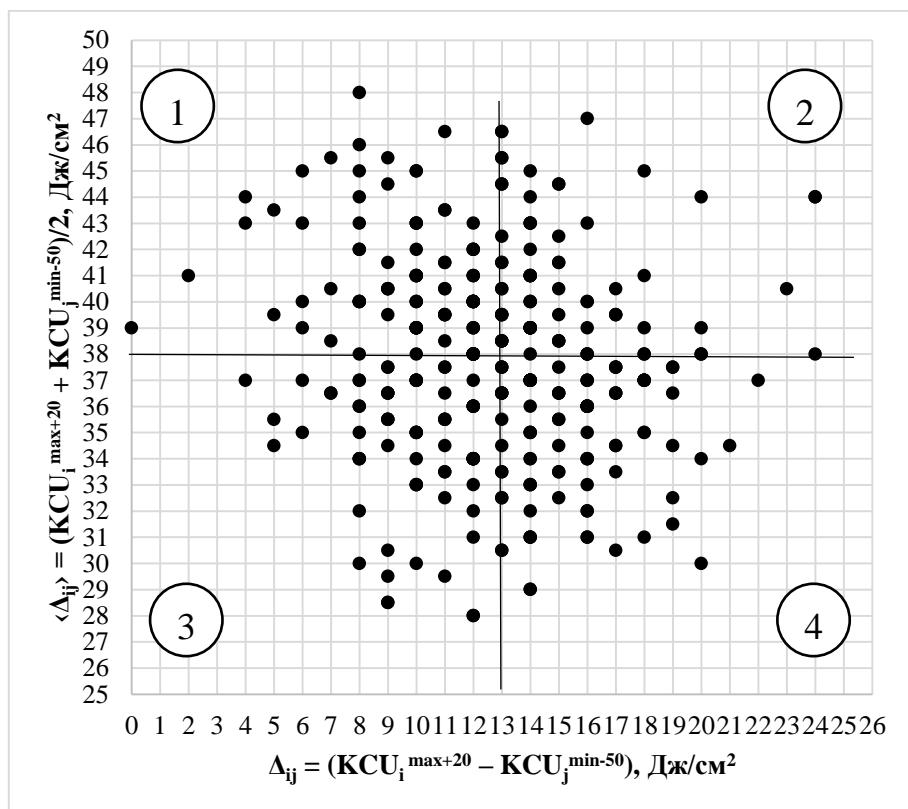


Рис. 5.17. Диаграмма хладостойкости - разделение поковок по уровню хладостойкости на четыре класса по соотношению величин  $\Delta_{ij} = KCU_{max i}^{+20} - KCU_{min j}^{-50}$  и  $\bar{X}_{ij} = (KCU_{max i}^{+20} + KCU_{min j}^{-50}) / 2$  для образцов, вырезанных из торцевых темплетов диаметром  $D_l$  [5.48]

При оценке потенциального влияния управляющих параметров  $\{\xi_k\}$  на хладостойкость исходили из очевидного обстоятельства: их влияние должно быть максимально, когда значения  $\{\xi_k\}$  будут находиться на верхнем и нижнем диапазонах их изменения (в пределах поля допуска технологии соответственно. С учетом этого, а также возможного их воздействия на хладостойкость, диапазоны изменения параметров, где распределение значений было близко к симметричному, были разбиты на четыре равных интервала, которым в зависимости от знака их влияния были присвоены баллы: 1, 2, 3, 4 (или 4, 3, 2, 1). Там, где распределение значений отличалось от симметричного, например, серы, фосфора, молибдена и ванадия (коэффициенты асимметрии и эксцесса 0,93 и 1,37; 0,67 и 0,62; -0,14 и 3,66; 0,27 и -0,83 соответственно) сначала по среднему их значению разбивали диапазона их изменений на два каждый из них разбивался на два одинаковых интервала. Ранжировка по четырех балльной шкале проводилась также, как и для остальных параметров.

В предположении аддитивного характера влияния на хладостойкость проводилось суммирование всех баллов по каждой поковке, после чего определялась средняя сумма баллов, приходящаяся на поковки в зонах 1 и 4:  $\langle P_1 \rangle$  и  $\langle P_4 \rangle$  соответственно (табл. 5.8). Применение такой процедуры для оценки влияния химического состава на хладостойкость (в зонах 1 и 4) выявило значимое различие средних баллов ( $\langle P_1 \rangle = 26,5 \pm 0,05$  и  $\langle P_4 \rangle = 25,2 \pm 0,13$ ) в темплетах диаметром  $D_l$  – по критерию Стьюдента  $t_{\text{эксп}} = 2,15 > t_{\text{табл}}^{0,05} = 2,10$  [5.28] и отсутствие различий в темплетах диаметром  $D_s$  ( $\langle P_1 \rangle = \langle P_4 \rangle = 26,0$ ). Это следствие более интенсивной ликвации в больших сечениях и подтверждение аддитивного характера влияния на хладостойкость общизвестных факторов, в частности, таких, как отрицательное влияние повышенного содержания фосфора, или положительное – молибдена [5.52, 5.53]. Однако для более глубокого понимания роли химического состава и других технологических параметров в формировании уровня хладостойкости, данного подхода может оказаться недостаточно, в т.ч. для выработки обоснованных технологических решений, направленных на повышение ее уровня. Одна из причин этого состоит в том, что одной и той же сумме баллов для различных поковок может соответствовать свой набор слагаемых (табл. 5.7). Очевидно, что при включении в таблицу дополнительных столбцов с параметрами мартеновской

плавки, обработки в ковше синтетическим шлаком, ЭШП, ковки, термической обработки неизбежно возрастет многообразие сочетаний слагаемых баллов для идентичных итоговых их сумм.

Табл. 5.7. Суммарные балльные оценки химического состава поковок, соответствующие высокому уровню хладостойкости (зона 1, темплет диаметром  $D_l$ )

Номер поковки	Номер мартеновской плавки	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	V	Cu	Сумма баллов
1	1	3	3	3	2	3	3	3	2	2	4	28
2	2	3	3	2	3	3	3	3	3	3	3	29
3	3	3	4	2	3	3	2	3	3	3	3	29
4	4	3	4	3	3	2	3	3	2	3	3	29
5	5	3	4	4	3	2	2	2	3	2	3	28
6	6	3	4	3	3	2	3	2	4	2	2	28
7	7	3	3	3	2	3	2	4	3	3	3	29
8	8	3	3	3	2	2	3					

Технологическая цепочка производства поковок, как и любых материалов в принципе, в сочетании с нормативным полем допуска технологии определяет возможность реализации различных сценариев изменения структуры и дефектности от выплавки до конечной термической обработки. По этой причине, как правило, высокое качество металлопродукции является следствием взаимосогласованных усилий в рамках всей технологической цепочки. Например, в рамках рассматриваемой технологии производства поковок для различных мартеновских плавок наблюдались различные варианты уровней хладостойкости (табл. 5.8).

С учетом вариации уровня хладостойкости металла, как, например, в плавках 1 или 2 (см. табл. 5.8) было бы рискованно предполагать, что для последующих аналогичных плавок не будут предприняты попытки повысить ее уровень внесением корректив в технологический процесса (в пределах нормативного поля его допуска).

Их эффективность сложно оценить, опираясь на прогнозные возможности аппаратов корреляционного и регрессионного анализа. Не выявила значимых эффектов и оценка коэффициентов корреляции в паре «параметр технологии –

«крутизна» снижения ударной вязкости» (а также соответствующие значения ударной вязкости): от -0,43 до 0,24 (табл. 5.9).

Табл. 5.8. Вариации сочетаний поковок различного уровня хладостойкости в пределах отдельных мартеновских плавок [5.48]

Номер плавки	Номер поковки	Зона				Приграничная область								Границы			
		1	2	3	4	1-2	1-3	2-1	2-4	3-1	3-4	4-2	4-3	1:2	1:3	2:4	3:4
1	1																
	2																
	3																
	4																
	5																
	6																
	7																
	8																
2	1																
	2																
	3																
	4																
	5																
	6																
	7																

Табл. 5.9. Коэффициенты корреляции между параметрами технологии (в пределах поля допуска) и разностью значений ударной вязкости  $\Delta_{ij}$  при температурах +20 °C и -50 °C для поковок из стали 38ХН3МФА-III [5.48]

Параметр технологии	Темплет поковки диаметром $D_s$			Темплет поковки диаметром $D_l$		
	$KCU_{\max i}^{+20}$	$KCU_{\min j}^{-50}$	$\Delta_{ij} = KCU_{\max i}^{+20} - KCU_{\min j}^{-50}$	$KCU_{\max i}^{+20}$	$KCU_{\min j}^{-50}$	$\Delta_{ij} = KCU_{\max i}^{+20} - KCU_{\min j}^{-50}$
Химический состав стали после ЭШП:						
C	-0,42	-0,39	-0,06	-0,31	-0,26	-0,03
Mn	-0,17	-0,18	0,02	-0,10	-0,08	-0,02
Cr	-0,38	-0,35	-0,05	-0,11	-0,08	-0,02
Ni	0,34	0,24	0,17	0,35	0,20	0,16

Параметр технологии	Темплет поковки диаметром $D_s$			Темплет поковки диаметром $D_l$		
	$KCU_{\max i}^{+20}$	$KCU_{\min j}^{-50}$	$\Delta_{ij} = KCU_{\max i}^{+20} - KCU_{\min j}^{-50}$	$KCU_{\max i}^{+20}$	$KCU_{\min j}^{-50}$	$\Delta_{ij} = KCU_{\max i}^{+20} - KCU_{\min j}^{-50}$
Si	-0,26	-0,33	0,10	-0,24	-0,26	0,05
V	-0,08	-0,08	0,01	0,08	-0,06	0,16
Mo	0,03	0,01	0,03	0,06	0,004	0,06
S	-0,41	-0,29	-0,20	-0,12	0,04	-0,19
P	-0,25	-0,21	-0,07	-0,20	-0,12	-0,07
Максимальная температура нагрева слитка под ковку	-0,15	-0,16	0,02	-0,03	-0,09	0,08
Температура начала ковки	0,23	0,12	0,19	0,21	0,16	0,04
Температура второго отпуска	0,04	0,04	-0,01	0,08	0,06	0,01

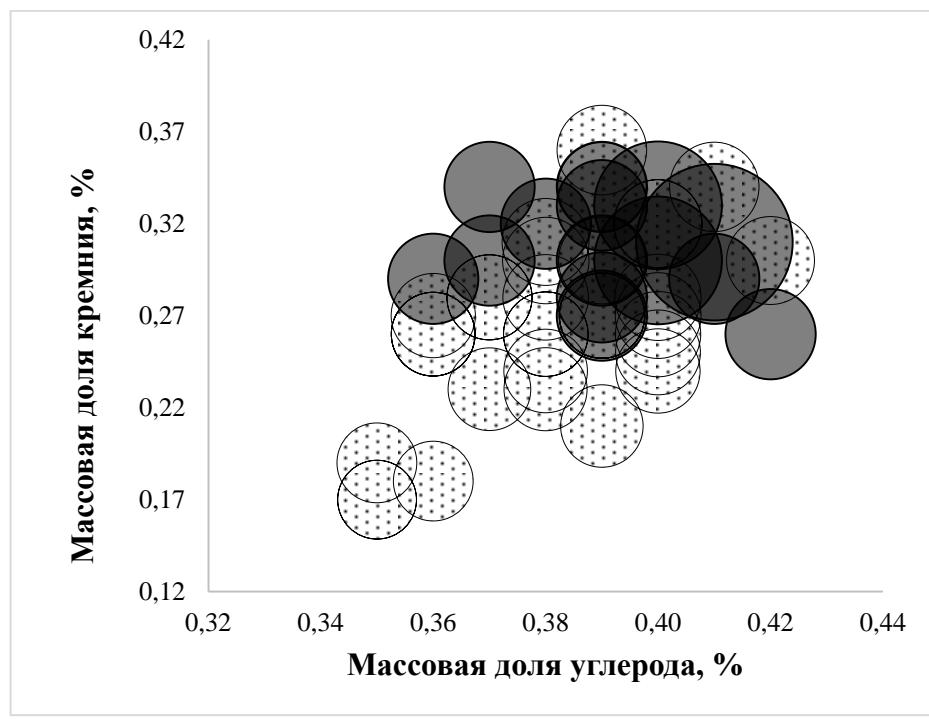
Причина низкой эффективности классической статистики в отсутствии нормального распределения значений параметров технологии и состава  $\xi_k$ , существующем разнообразии отклонений (и их масштаба) вида распределения значений управляющих параметров от симметричного. Например, для таких параметров ковки слитков ЭШП, как время прогрева заготовки перед ковкой, максимальная температура её нагрева перед выходом из печи, температура начала и конца ковки, соответствующие значения коэффициентов асимметрии  $A_s$  и эксцесса  $E_x$  составили 3,36 и 11,95; 1,92 и 3,81; -1,02 и 1,53; 0,08 и -0,65. Такая статистика распределения осложнит и применение регрессии, наряду с тем, что её применение регрессии также предполагает наличие во всей области существования аргументов единой зависимости свойств  $y_i(\xi)$ . Однако пространство параметров технологии в действительности разбито на ряд областей с доминирующим типом зависимости [5.1], нахождение границ которых должно предшествовать выявлению возможных видов зависимостей  $y_i(\xi_k)$  существующих вариантов их взаимодействия.

#### 5.4 Развитие приемов когнитивной графики для выявления областей с доминирующим типом зависимостей

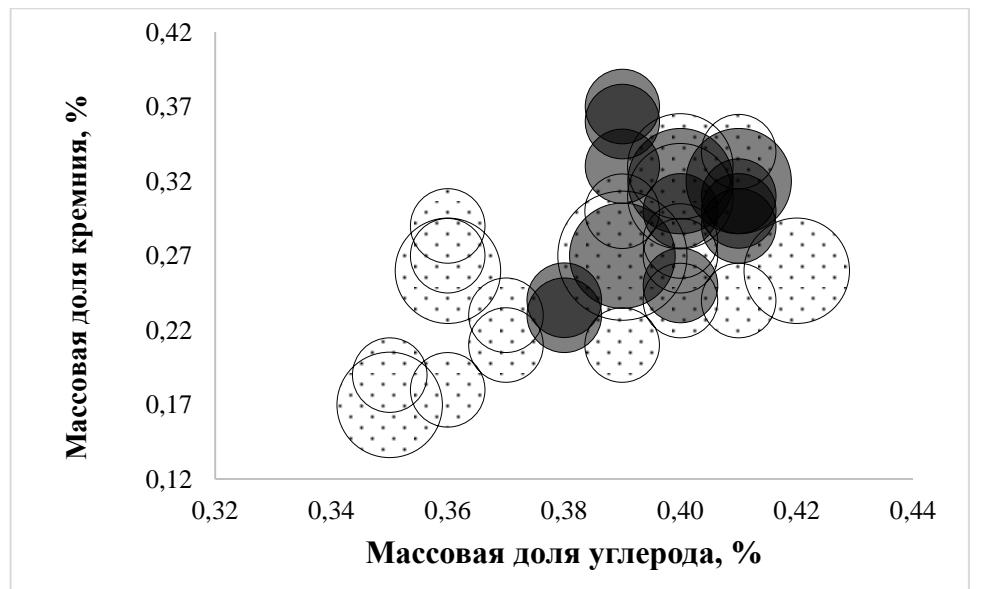
Для поиска областей с доминирующим типом зависимости эффективными оказались сложные эвристические приемы когнитивной графики (выявление неочевидных зависимостей графическим путем). Например, двумерное

отображение зависимостей  $y_i$  ( $\xi_k$ ) в виде «плотных облаков точек» на разных плоскостях  $\xi_i$  -  $\xi_m$ . В случае разделения облака на два, есть все основания предполагать соответствие этому объективных причин – наличие областей изменения параметров технологии с качественно разным поведением системы. В целом такой подход позволил также оценить риски появления аномального вязкого разрушения (камневидный излом) в этих же поковках из стали 38ХН3ФМА-Ш [5.54].

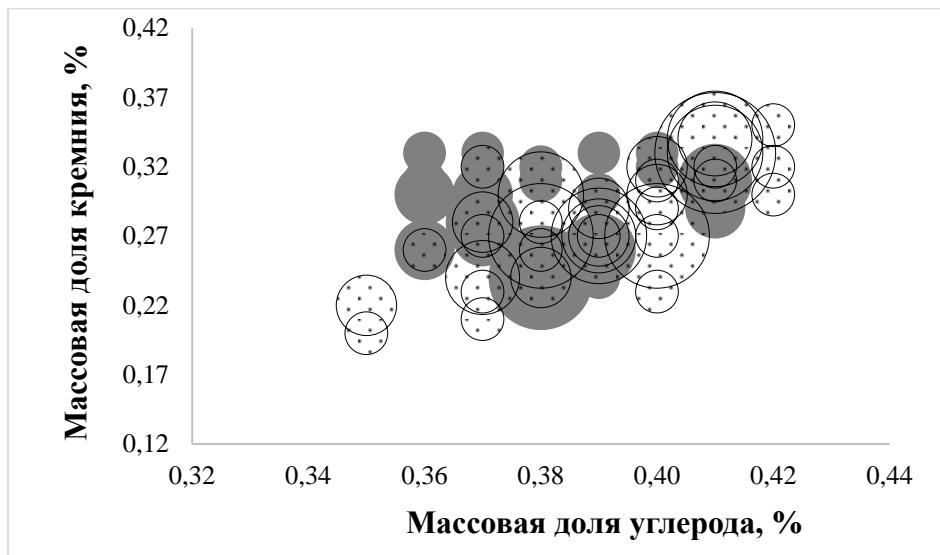
Так же было показано, что предельным значениям двухпараметрического критерия хладостойкости поковок из стали 38ХН3МФА-Ш, соответствующим высокой и неудовлетворительной хладостойкости, отвечает совместное содержание углерода и кремния на нижнем и верхнем пределах марочного состава соответственно (рис. 5.18, а, б). Из полученных результатов также следует, что использование для оценки хладостойкости только «крутизны» снижения ударной вязкости  $\Delta_{ij} = \text{KCU}_{\max i}^{+20} - \text{KCU}_{\min j}^{-50}$ , без ее привязки к абсолютным значениям вязкости, не достаточно для выявления значимых связей (рис. 5.18 в).



а



б



в

Рис. 5.18. Сопоставление информативности двух- (а, б) и однопараметрического  $\Delta_{ij} = KCU_{\max i}^{+20} - KCU_{\min j}^{-50}$  (в) критериев при оценке совместного влияния углерода и кремния на получение поковок с высокой (светлые области) и неудовлетворительной (темные области) хладостойкостью для образцов, вырезанных из торцевых темплетов диаметрами  $D_l$  (а, в) и  $D_s$  (б) [5.48]

Традиционный фактор хладостойкости – содержание фосфора в стали, повышающего температуру вязко-хрупкого перехода опасны, конечно, еще сурьма, олово и мышьяк [5.1], но их наличие достаточно редко контролируется в сталях, как и в рассматриваемом примере технологии. Одновременно с фосфором, косвенное влияние на оценку хладостойкости может оказывать содержание серы. Серы через сульфиды контролирует работу вязкого разрушения, или иными

словами определяет положение верхней полки кривой хладноломкости. При значительном загрязнении сульфидами, её положение может настолько снизиться, что нивелирует возможность проявления порога хладноломкости в принципе. Возможен и иной вариант, он особенно вероятен в крупных поковках с выраженной ликвацией – повышенный разброс ударной вязкости. В этой связи было интересно применение двухпараметрического критерия. Показано (рис. 5.19), что вероятность получения высокой хладостойкости выше при пониженном содержании фосфора (на нижнем пределе его распределения), влияние же серы не очевидно. Это можно объяснить следующим, из измерений акустической эмиссии при разрушении данных поковок в широком интервале температур испытания следует, что межосевые участки разрушаются, начиная с температур испытания  $-90$  –  $(-100)$ , а оси дендритов, начиная с температур от  $-130^{\circ}\text{C}$  и ниже [5.51]. В таком случае, провалы ударной вязкости при  $-50^{\circ}\text{C}$  могут быть связаны с преимущественным влиянием фосфора, а при его малом содержании  $\leq 0,010\%$  масс, вероятность получения высокой хладостойкости наиболее высокая – 0,73, при содержании фосфора  $\geq 0,011\%$  масс вероятность получить высокую хладостойкость мала и равна 0,47.

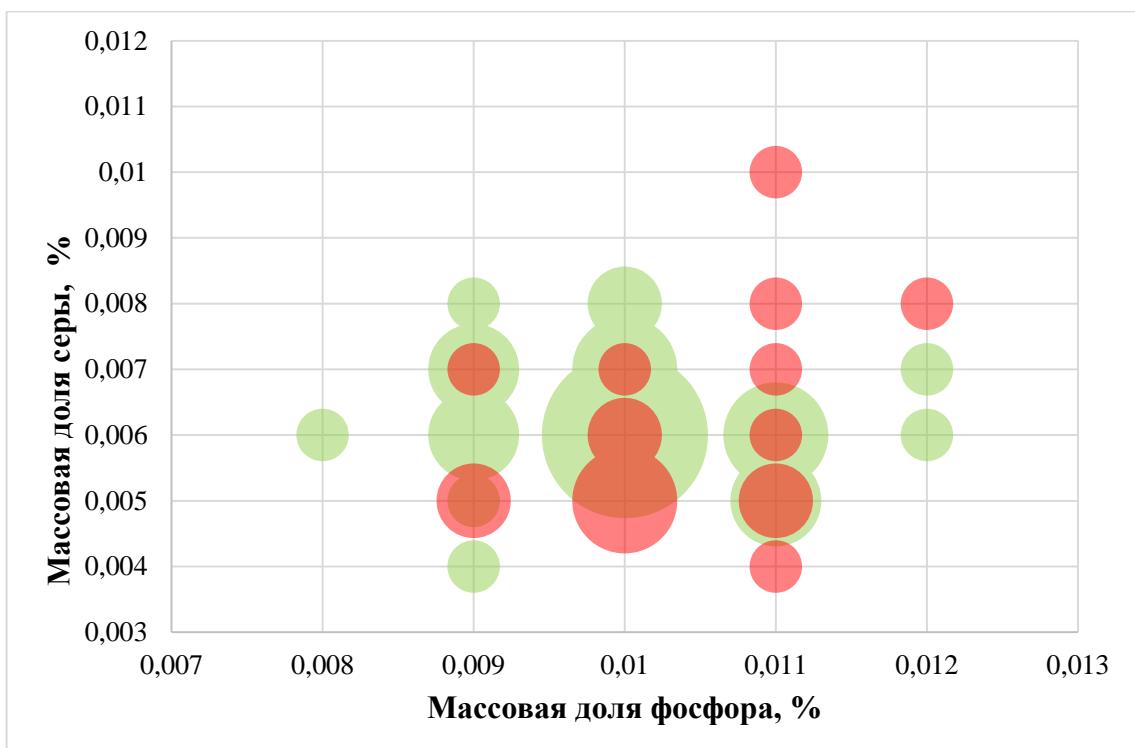
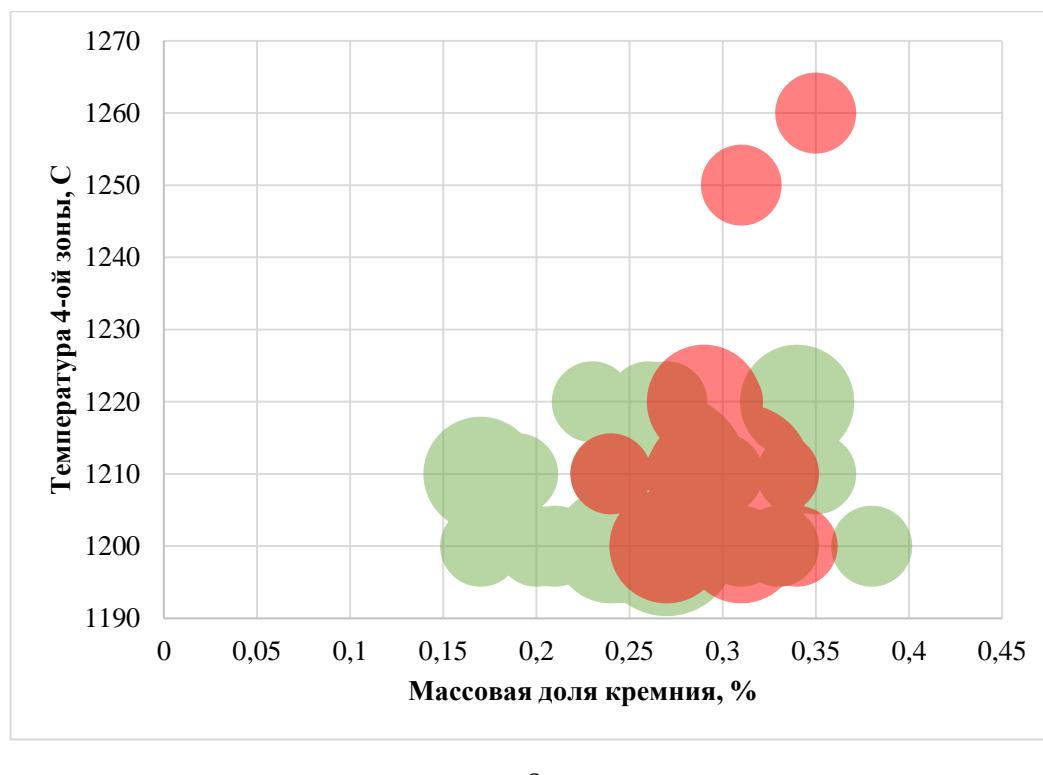


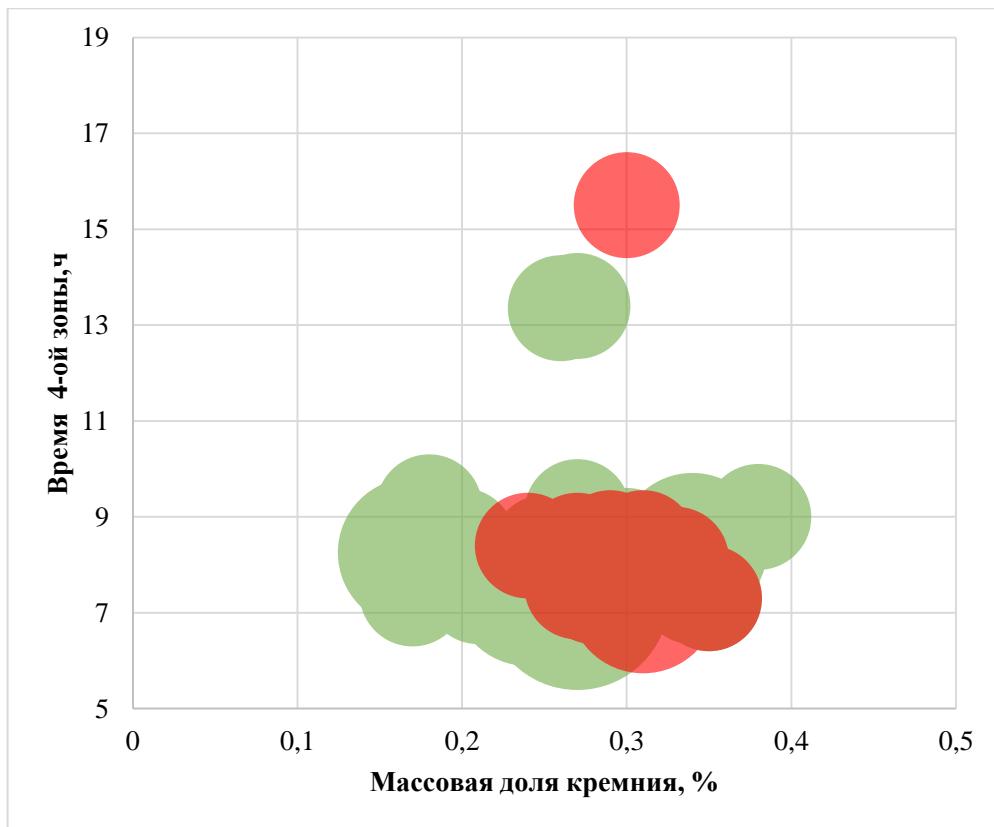
Рис. 5.19. Совместное влияние серы и фосфора на хладостойкость крупных поковок из стали 38ХН3МФА-Ш для образцов, вырезанных из торцевых темплетов диаметром  $D_l$

Однако и в этом случае высокая хладостойкость достижима - две точки на двух параметрическом поле, находящиеся в зоне риска, соответствующие содержанию фосфора 0,012 и серы 0,006 и 0,007 % масс соответственно. Для этого были свои причины: низкое содержание кремния и углерода в поковках (0,18 и 0,36 % масс соответственно), и молибдена на верхнем пределе марки. Снижению риска проявления выраженной хладноломкости соответствовало также сочетание низкой температуры нагрева под ковку и увеличенного времени выдержки при этом (рис. 5.20).

Благоприятное влияние сочетания низких температур нагрева под ковку и продолжительности выдержки можно дополнить регламентацией температуры в 1-ой и 2-ой зоне нагрева под ковку [5.55], что позволит с одной стороны избежать перегрева поверхностных частей поковки, с другой – обеспечит ее равномерный прогрев по всему сечению. Это может явиться дополнительным фактором, снижающим риск получения низкой хладостойкости, когда, например, содержание фосфора оказывается на верхнем пределе марочного состава.



а



б

Рис. 5.20. Влияние температуры и времени нагрева под ковку на вероятность получения в поковках из стали 38ХН3МФА-Ш (для образцов, вырезанных из торцевых темплетов диаметром  $D_l$ ) высокой и низкой хладостойкостью в зависимости от содержания кремния

Из полученных результатов также следует, что выявленные факторы хладостойкости совпадают с технологическими факторами, ответственными за появление аномалии вязкого разрушения - камневидного излома в макропробах на излом, тех же крупных поковок из улучшаемой стали 38ХН3МФА-Ш. В частности, это такие параметры технологии, как содержание углерода, кремния, температурно-временные режимы нагрева под ковку [5.25, 5.56, 5.57]. В исследуемой стали камневидный излом наблюдается при малом укове крупного слитка электрошлакового переплава, вследствие выделения кластеров мелких ( $\leq 1$  мкм) НВ по границам перегретого при нагреве под ковку зерна аустенита. Данная аномалия не связана со снижением ударной вязкости при комнатной температуре испытания и наблюдается только при вязком разрушении. Однако камневидному излому при температурах вязкого разрушения сопутствует фактор охрупчивания при температурах хладноломкости – отслой по границе крупных пластин цементита в верхнем бейните (рис. 5.21) [5.51]. Он сопровождается снижением энергии

хрупкого разрушения – по измерениям АЭ в 4-6 раз, по сравнению с обычным транскристаллитным разрушением [5.58]. В поперечнике пакет таких пластин соответствует размеру сохранившегося первичного зерна аустенита (структурная наследственность по В.Д. Садовскому). Цементит вытесняя при своем росте серу из твердого раствора на свою поверхность ослабляет связь по границе раздела феррит-цементит, провоцируя тем самым аномальное разрушение, не наблюдавшееся ранее в классических структурах такого типа (перлит) [5.60]. У вязкого межзеренного разрушения по кластерам микронных частиц и отслоя по границе раздела феррит-цементит единой ликвационной природы, поэтому камневидный излом, не будучи сам по себе опасен, сигнализирует о возможном неблагополучии при низких температурах.

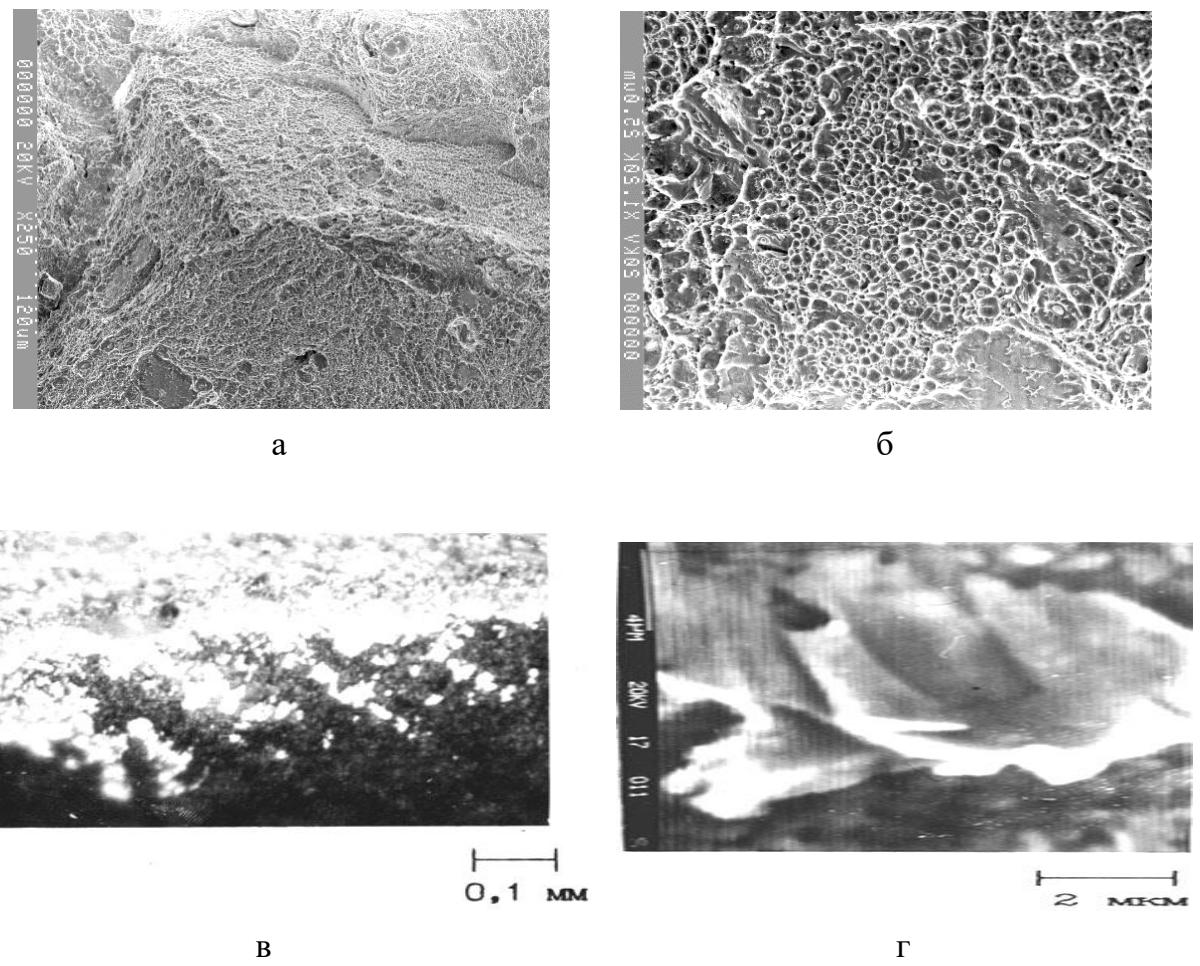


Рис. 5.21. Вязкий межзеренный излом в стали 38ХН3МФА-Ш (а), морфология его фасетки (б) и сопутствующая ему аномалия хрупкого разрушения: излом типа «белых пятен» после высокотемпературного нагрева (в) – разрушение по границам раздела «цементит - феррит» (г) [5.51]

Вероятность появления камневидного излома, как признака неблагополучия при низких температурах испытания (эксплуатации) также связана с повышенным содержанием углерода и кремния. И если для камневидного излома роль углерода заключается в снижении растворимости примесей, той же серы, то для «классической» хладноломкости, не осложненной дополнительными охрупчивающими факторами – в повышении пластичности металлической матрицы. В этой связи, предлагаемые для повышения хладостойкости решения по корректировке технологии, в связи с попаданием в зоны риска, будут одновременно способствовать усилиям по предотвращению появлением камневидной составляющей в изломе.

Отличительная особенность предлагаемого подхода необходимость применения в ряде случаев поштучного анализа технологической истории поковок, когда при выраженном разделении облака точек на две области с доминирующим типом зависимости (с положительным или отрицательным уровнем свойств) наблюдались отклонения нарушения правил проживания – переход на «чужую территорию». Важно также отметить, что исключение возможности для поковок попадания (в рамках выполнения технологии) в зоны риска тех или иных параметров, не всегда гарантирует получения требуемых свойств высокой хладостойкости или отсутствия в изломе камневидной составляющей. Причины таких отклонений также можно просчитать сознательным перебором содержательных гипотез о возможных причинах снижения вязкости, и, как правило, это совокупность взаимосвязанных (объединенных общей природой явлений и процессов) отклонений значений параметров состава и технологии на всей ее протяженности.

Для выявления таких протяженных и разветвленных цепочек необходимо глубокое понимание природы процессов и технологии конкретных технологических процессов, неформальное применение статистических процедур и приемов когнитивной графики, в т.ч. для извлечения более полной информации о свойствах металлопродукции (из существующих баз данных производственного контроля). В этой связи есть определенные сомнения относительно чрезмерного ожидания успехов от применения технологий машинного обучения (и его вариаций), в т. ч. нейросетевого моделирования для решения задач сквозного управления качеством продукции в металлургии.

Полученные результаты подтверждают возможность реализации управления на основе решающих правил типа «если..., то ...»: если в области наблюдения  $k \leq q$  процесс попал в зону риска  $R_p$ , то в области управления  $k > q$  ему надо дать ограничения по параметрам, перечисленным в группе  $M_p$  [5.61 – 5.63]. В рамках настоящей работы не стояла задача оптимизации хладостойкости крупных поковок из стали 38ХН3МФА-Ш, однако применимо к хладостойкости (и одновременно с учетом возможности предотвращения риска появления камневидного излома [5.57]) можно сформулировать некоторые решающие правила в виде:

Рекомендация: поддержание температуры при обработке в ковше синтетическим шлаком от 1600 - 1605  $^{\circ}\text{C}$  и выше, содержания углерода, кремния, серы и фосфора: от 0,37; 0,26; 0,008 и 0,011 % масс соответственно, отношении Mn/S > 50 при выдержках и температурах нагрева под ковку (в четвертой зоне печи) на нижних пределах: менее 9 час и 1210 - 1215  $^{\circ}\text{C}$  риск получить пониженный уровень вязкости, хладостойкости и вязкий межзеренный излом будет минимален.

Следует также отметить, что успешному выявлению областей с доминирующим типом зависимости, проверке содержательных гипотез может способствовать применение более дифференцированной ранжировки структур и изломов, и переходу от балльных к числовым характеристикам – сверткам. Например, в базе данных производственного контроля технологии получения поковок из стали 38ХН3МФА-Ш балльная оценка макроизломов предусматривала их четырехуровневую градацию по доле камневидной составляющей в изломе (оцениваемой визуально по сопоставлению с эталонными картинками: 1 балл – 0; 2 балл = 1 - 10, 3 балл – 11 - 30 и 4 балл – 31 - 50 % КИ. Очевидно, что даже простое расширение возможностей аттестации изломов за счет ранжировки с более узким шагом в 5 % уже существенно бы увеличило информативность получаемых результатов. А ведь еще возможно получение статистики распределения фасеток по размерам, морфологии их размещения: степени локализации, их вариации по сечению поковки.

В этой связи цифровизация измерений структур и изломов – не только инструментарий для более объективной аттестации качества металлопродукции, но и возможность более глубокого понимания причин неоднородности качества металлопродукции, выработка обоснованных управлеченческих технологических решений соответственно.

В целом, реализация такого подхода позволяет повысить стабильность свойств металлопродукции без изменения директивной технологии на основе адаптивного управления с разделением значимых технологических параметров на группы индикаторов риска и коррекции его последствий на основе разработанного, применимо к конкретной технологии и однотипным видам продукции, свода решающих правил типа «если ..., то...».

Накопленная в ходе выполнения работы статистика видов распределения различных составляющих структуры, изломов, некоторых параметров технологии, была аккумулирована в виде диаграммы (рис. 5.22), которая, видимо, впервые дает некоторое сводное представление о масштабах статистической неоднородности структур (реальных и эталонных шкал), свойств.

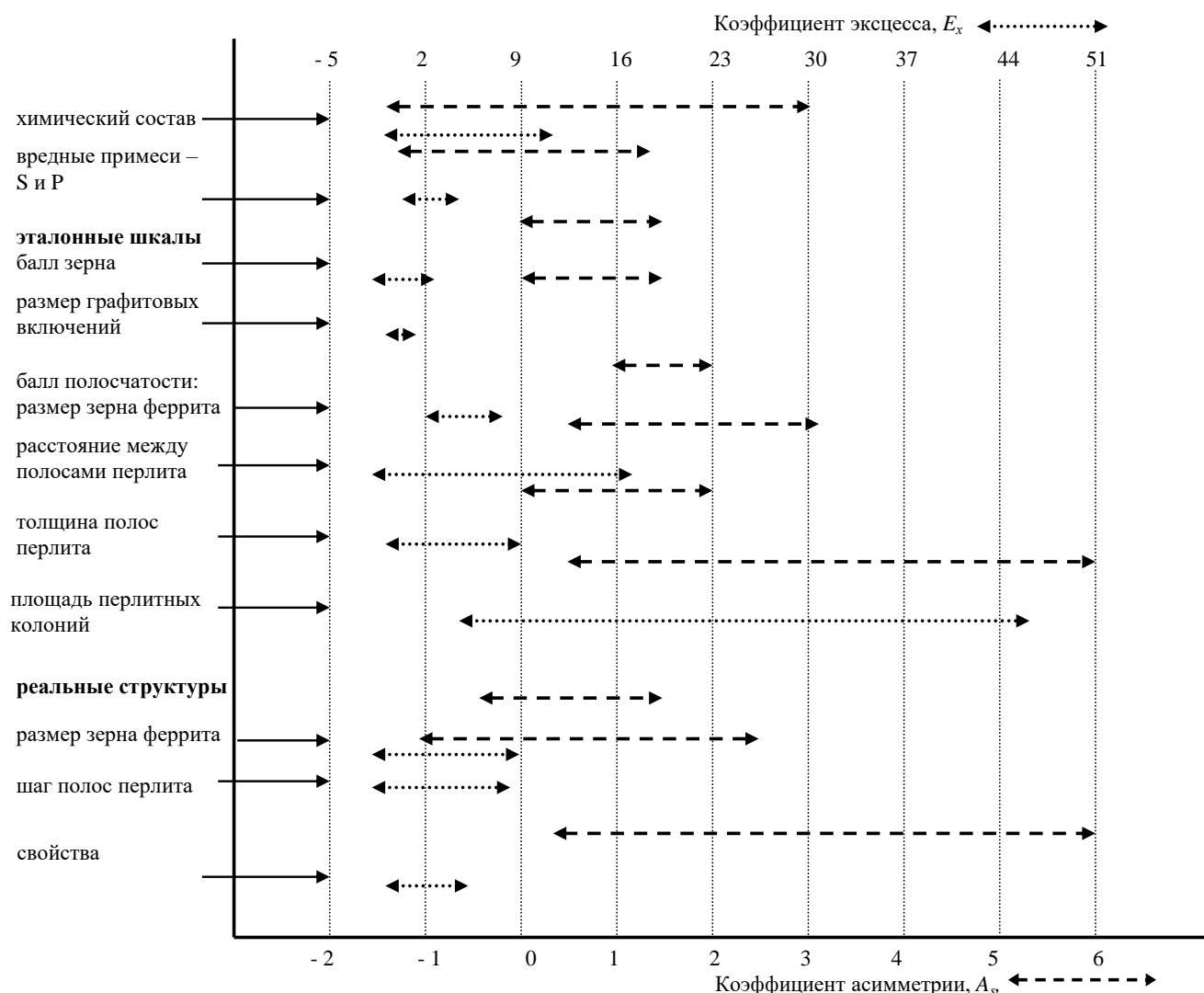


Рис. 5.22. Неоднородность статистической природы структур, свойств и технологий

## **Выводы по главе 5**

1. На основе статистического анализа представительных баз данных производственного контроля технологии получения листовой стали 13Г1С-У (толщина листа 8, 10 и 12 мм) и крупных поковок из улучшаемой стали 38ХН3МФА-Ш выделены факторы, определяющие различие в оценке их качества при приемо-сдаточных испытаниях с использованием различного количества образцов на единицу продукции (партия, поковка): вариация фиксируемого разброса свойств (размах значений); изменение статистической природы вида распределения значений свойств (вариация величин коэффициентов асимметрии и эксцесса); объем анализируемой выборки.

2. Показано, что при статистическом анализе баз данных производственного контроля существенное значение для исключения побочных эффектов, снижающих информативность результатов приемо-сдаточных испытаний, играет соответствующая подготовка массива данных, направленная на исключение влияния трендов, сезонных колебаний, выбросов и т п.

3. Установлено, что снижение числа образцов при приемо-сдаточных испытаниях листовой стали 13Г1С-У с трех до двух (для каждой партии) приводит к увеличению количества минимальных значений размахов ударной вязкости  $\Delta$  (от 0 до 34 Дж/см<sup>2</sup>) на 17 - 20 % мас. и снижению количества размахов в диапазоне от 35 до 136 Дж/см<sup>2</sup> в 2 – 3,5 раза. Это искажает оценку масштаба неоднородности вязкости стали.

4. При вариации количества испытаний (при оценке качества единицы металлопродукции) и связанном с этим изменением вида распределения значений характеристик качества металлопродукции выборки в целом, возможно получение различных результатов проверки гипотез при сопоставлении выборок с использованием статистических критериев Стьюдента и Смирнова.

5. Для получения дополнительной информации о хладостойкости крупных поковок из улучшаемой стали 38ХН3МФА-Ш на основе имеющейся в базе данных производственного контроля результатов штатных испытаний на ударную вязкость при комнатной  $X_{pi}$  и пониженной  $X_{nj}$  температурах испытания в качестве ее меры предложено оценивать «крутизну» снижения ударной вязкости  $\Delta_{ij} = (X_{pi} - X_{nj})$  с учетом ее среднего значения  $\bar{X}_{ij}$  и с последующим разделением поковок на четыре группы по хладостойкости по убыванию: от высокой до неудовлетворительной:

$\{\Delta_{ij1}\} < \langle\Delta_{ij}\rangle$  и  $\{\bar{X}_{ij1}\} > \langle\bar{X}_{ij}\rangle$ ;  $\{\Delta_{ij2}\} > \langle\Delta_{ij}\rangle$  и  $\{\bar{X}_{ij2}\} > \langle\bar{X}_{ij}\rangle$ ;  $\{\Delta_{ij3}\} < \langle\Delta_{ij}\rangle$  и  $\{\bar{X}_{ij3}\} < \langle\bar{X}_{ij}\rangle$ ;  $\{\Delta_{ij4}\} > \langle\Delta_{ij}\rangle$  и  $\{\bar{X}_{ij4}\} < \langle\bar{X}_{ij}\rangle$ .

6. Показано, что наиболее информативным для оценки хладостойкости каждой из поковок является двухпараметрический критерий хладостойкости, основанный на учете разности между максимальными и минимальными значениями ударной вязкости при комнатной и пониженной температурах испытания  $\Delta_{ij} = X_i^{\max+20} - X_j^{\min-50}$  и их средними значениями  $\bar{X}_{ij} = (X_{i\max}^{+20} + X_j^{\min-50})/2$ .

7. Применение двухпараметрического критерия хладостойкости по сравнению с обычными оценками снижения ударной вязкости  $\Delta_{ij} = X_i^{\max+20} - X_j^{\min-50}$  позволяет не только ранжировать поковки по вязкости, но и выделить зоны риска параметров технологии, соответствующие появлению поковок с высокой ( $\{\Delta_{ij1}\} < \langle\Delta_{ij}\rangle$  и  $\{\bar{X}_{ij1}\} > \langle\bar{X}_{ij}\rangle$ ) и неудовлетворительной ( $\{\Delta_{ij4}\} > \langle\Delta_{ij}\rangle$  и  $\{\bar{X}_{ij4}\} < \langle\bar{X}_{ij}\rangle$ ) хладостойкостью.

8. Результаты работы показали эффективность применения эвристических приемов когнитивной графики:

- для обоснованной ранжировки хладостойкости (двуспараметрический критерий) – на основе построения диаграммы хладостойкости в системе координат  $\Delta_{ij}$  и  $\bar{X}_{ij}$ , разделение которой на четыре области прямыми соответствующими средним арифметическим значениям  $\langle\Delta_{ij}\rangle$  и  $\langle\bar{X}_{ij}\rangle$  по выборкам соответственно, позволило выделить четыре класса хладостойкости поковок из стали 38ХН3МФА-Ш;

-двумерного отображения областей существования объектов в виде облака точек на плоскости пары параметров «углерод - кремний», что позволило выделить зоны их риска (более 0,38 и 0, 24 % мас. соответственно), где вероятность получения неудовлетворительной хладостойкости была максимальной и составляла  $\approx 0,95$ . Дополнительный факторы, снижающие риск хладноломкости: содержание фосфора Р:  $P \leq 0,011$  % мас., отношение Mn/S >50, S<0,008% мас. Предлагаемые меры также будут способствовать снижению доли камневидной составляющей в изломе.

## **Список использованных источников в Главе 5**

- 5.1 Сталь на рубеже столетий / Под ред. Ю.С. Карабасова. – М.: МИСиС, 2001. 445-543.
- 5.2 Штремель М.А., Кудря А.В., Иващенко А.В. Непараметрический дискриминантный анализ в задачах управления качеством // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2006. Т. 72. №5. С. 53-62.
- 5.3 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Кодиров Д.Ф., Босов Е.В, Тимошенко В.В. Возможности «раскопок данных» производственного контроля в металлургии для прогноза прочности, пластичности и вязкости металлопродукции // Деформация и разрушение материалов. - 2023. - №. 3с. - С. 31-40.
- 5.4 Ченцов Н.Н. Статистические решающие правила и оптимальные выводы. М.: Наука. 1972. 520 с.
- 5.5 Kudrya A. V., Sokolovskaya E. A., Kodirov D., Bosov E. V., & Kotishevskiy G. V. On necessity of taking into account statistical nature of the objects using Big Data in metallurgy // CIS Iron and Steel Review. 2022. №1. P.105–112.
- 5.6 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Салихов Т.Ш., Пономарёва М.В., Скородумов С.В., Глухов М.Г. Оценка неоднородности качества листовых сталей // Изв. вузов. Черная металлургия. 2008. № 11. С. 30-36.
- 5.7 Adler Yu.P., Polkhovskaya T.M., Filichkina V.A., Shper V.L. Assessing the Role of Distributions and Control Charts in Metrology. — Newest Updates in Physical Science Research Vol. 2 Chapter 2
- 5.8 Shper V., Gracheva A. Simple Shewhart Control Charts: Are They Really So Simple? — International Journal of Industrial and Operations Research: IJIOR-4-010.
- 5.9 I.J. Cox, R.W. Lewis, R.S. Ransing, H. Laxczewski, and G. Berni, «Application of neural computing in basic oxygen steelmaking» J. Mat. Processing Technol., 310–315, Jan. 15 (2002).
- 5.10 Honarmandi P., Arróyave R. R. Uncertainty Quantification and Propagation in Computational Materials Science and Simulation-Assisted Materials Design // Integrating Materials and Manufacturing Innovation. 2020. volume 9. P. 103–143.
- 5.11 Yong Liu, Jing-chuan Zhu, Yong Cao. Modeling effects of alloying elements and heat treatment parameters on mechanical properties of hot die steel with back-propagation artificial neural network // Journal of Iron and Steel Research International. 2017. Vol. 24, pp. 1254–1260.

- 5.12 C. Jia, «Self-adaptive flat control based on artificial intelligence» Gangtie Yanjiu Xuebao (J. of Iron and Steel Research), 58–61, No. 13, July–Aug. (2001).
- 5.13 Y.-T. Im and J.-Y. Jung, «Fuzzy control algorithm for the prediction of tension variations in hot rolling» J. Mat. Processing Technol., 163–172 (1999).
- 5.14 Honarmandi P., Arróyave R. R. Uncertainty Quantification and Propagation in Computational Materials Science and Simulation-Assisted Materials Design // Integrating Materials and Manufacturing Innovation. 2020. volume 9. P. 103–143.
- 5.15 Yong Liu, Jing-chuan Zhu, Yong Cao. Modeling effects of alloying elements and heat treatment parameters on mechanical properties of hot die steel with back-propagation artificial neural network // Journal of Iron and Steel Research International. 2017. Vol. 24, pp. 1254–1260.
- 5.16 Kudrya A.V., Shtremel M.A. On the reliability of data analysis in quality control // Metal Science and Heat Treatment. 2010. T. 52. № 7-8. P. 341-346.
- 5.17 Manwendra K. Tripathia, Randhir Kumarb, Rakesh Tripathib Big-data driven approaches in materials science: A survey // Materials Today: Proceedings. 2020. V. 26, Part 2, Pages 1245-1249.
- 5.18 Shun Guo Jinxin Yu, Xingjun Liu, Cuiping Wang, Qingshan Jiang A predicting model for properties of steel using the industrial big data based on machine learning // Computational Materials Science. 2019. Volume 160, 1 April 2019, Pages 95-104.
- 5.19 Нойер М.Й., Эбель А., Брандербургер Й., Полцер Я., Вольф А., Лоос М., Хольцкнхт Н., Петерс Х. Цифровые технологии в производстве стали // Черные металлы. - 2019. - № 3. - С. 54-58.
- 5.20 Шустер Р., Фойгт Н., Натх Г., Лув Н. Возможности цифровых технологий по трансформации ценностных цепочек в металлургии и металлообработке // Черные металлы. - 2019. - №3. - С. 59-61.
- 5.21 Линднер К., Рашевски Ф., Вайнберг М. Новые возможности управления качеством благодаря прогрессу в контроле технологических процессов в компании Hüttenwerke Krupp Mannesmann // Черные металлы. - 2018. - №1. - С. 63-69.
- 5.22 Кудря А. В., Соколовская Э. А. Прогноз разрушения материалов с неоднородной структурой // Физика металлов и металловедение. -2022; - Т. 123, - № 12. – с. 1334-1346.
- 5.23 Кудря А.В., Шабалов И.П., Великоднев В.Я., Соколовская Э.А., Ахмедова Т.Ш., Васильев С.Г. Возможности статистического анализа результатов

приемо-сдаточных испытаний для определения масштабов неоднородности качества трубных сталей // Металлург. - 2018. - №11. – с. 64-68.

5.24 Эфрон Л.И. Металловедение в большой металлургии. Трубные стали. М.: Металлургиздат. –2012. – 696 с.

5.25 Кудря А.В., Соколовская Э.А. Информационные технологии в обеспечении качества металлопродукции // Электрометаллургия. -2010. -№ 12. -С. 35-43.

5.26 Никитин Я.Ю. Асимптотическая эффективность непараметрических критериев. М.: Физматлит. 1995. 240 с.

5.27 Ван дер Варден Б.Л. Математическая статистика. М.: Иностранная литература, 1960. 436 с.

5.28 Большев Л.Н., Смирнов Н.В. Таблицы математической статистики. М.: Наука, 1965. 464 с.

5.29 Кокс Д., Хинкли Д. Теоретическая статистика. М.: Мир, 1978. 560 с.

5.30 Pan G., Wang F., Shang C., Wu H., Wu G., Gao J., Wang S., Gao Z., Zhou X., Mao X., Advances in machine learning- and artificial intelligence-assisted material design of steels, Int. J. Miner. Metall. Mater. - 30(2023). - No. 6. - pp.1003-1024.

5.31 Wei J.; Chu X.; Sun X.Y.; Xu K.; Deng H.X.; Chen J.; Wei Z.; Lei M. Machine learning in materials science. InfoMat 2019, 1, 338–358.

5.32 Sandhya N.; Sowmya, V.; Bandaru C.R.; Raghu Babu G. Prediction of Mechanical Properties of Steel using Data Science Techniques. Int. J. Recent Technol. Eng. 2019, 8, 235–241.

5.33 Guo S., Yu J., Liu X., Wang C., Jiang Q., A predicting model for properties of steel using the industrial big data based on machine learning, Computational Materials Science, Volume 160, 2019, Pages 95-104.

5.34 Sitek W.; Trzaska J. Practical Aspects of the Design and Use of the Artificial Neural Networks in Materials Engineering. Metals 2021, 11, 1832.

5.35 Azimi S.M.; Britz D.; Engstler M.; Fritz M.; Mücklich F. Advanced Steel Microstructural Classification by Deep Learning Methods. Sci. Rep. 2018, 8, 2128.

5.36 Соколовская Э.А., Босов Е.В., Кудря А.В., Кодиров Д.Ф., Алексеев В.И. О возможных последствиях, вызванных уменьшением количества образцов при приемо-сдаточных испытаниях единицы металлопродукции, для оценки её

качества. Известия высших учебных заведений. - Черная Металлургия. – 2025. - № 68(3). – С. 305–315.

5.37 Герасимова Л.П., Голубков Д.Е., Гук Ю.П. Стандартные методы контроля качества металлических материалов, сварных и паяных соединений. М.: Инфра-Инженерия, 2024, 668. ISBN -978-5-9729-1890-4.

5.38 Орлов А.И., Распределения реальных статистических данных не являются нормальными. - Научный журнал КубГАУ. - №117(03). – 2016. - С. 71-90.

5.39 Hollander, Myles, et al. Nonparametric Statistical Methods, John Wiley & Sons, Incorporated, John Wiley & Sons, Inc. - 2013, - C.809

5.40 Кудря А.В., Соколовская Е.А., Слагаемые качества современных сталей/ «Качество и жизнь». – 2017.- №1 – с. 21-35.

5.41 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Траченко В.А., Скородумов С.В., Папина К.Б., Мишнев П.А., Палигин Р.Б., Балашов С.А., Огольцов А.А. Факторы неоднородности качества листовой стали // Электрометаллургия. 2013. № 9. С. 23–33.

5.42 Стали для труб и строительных конструкций с повышенными эксплуатационными свойствами Науч. изд. И.П. Шабалов, Ю.Д. Морозов, Л.И. Эфрон М.: Металлургиздат. 2003. –519 с.

5.43 Шабалов И.П., Шафигин З.К., Муратов А.Н. Ресурсосберегающие технологии производства толстолистового проката с повышенными потребительскими свойствами. М.: Металлургиздат. 2007. –351с.

5.44 Гмурман В.Е. Теория вероятностей и математическая статистика. М.: Высшая школа. 2003. 479 с.

5.45 Штремель М.А. «Инженер в лаборатории». М.: Металлургия. 1983. 128 с.

5.46 Yuling Chang, Christian Haase, Danuta Szeliga, Lukasz Madej, Ude Hangen, Maciej Pietrzyk, Wolfgang Bleck, Compositional heterogeneity in multiphase steels: Characterization and influence on local properties, Materials Science and Engineering: A, Volume 827, 2021.

5.47 Daniela V. Klein, Jonas Faleskog, Influence of heterogeneity due to toughness variations on weakest-link modeling for brittle failure, Engineering Fracture Mechanics, Volume 292, 2023.

5.48 Кудря А.В., Соколовская Э.А., Кодиров Д.Ф., Босов Е.В. Оценка хладостойкости крупных поковок из улучшаемой стали 38ХН3МФА-Ш на основе «раскопок данных» производственного контроля процесса и продукта // Деформация и разрушение материалов. – 2025. – № 4. – С. 29-39.

5.49 Арабей А. Б, Пышминцев И. Ю., Штремель М. А., Глебов А.Г., Струин А.О., Гервасьев А.М., О структурных причинах шиферности вязких изломов толстолистовой стали // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2009. № 9. 9-15.

5.50 Солоницын А.Р., Добротин Г.С., Валюгин М.А., Червонный А.В., Алексеев В.И., Пастух Е.С., Тимошенко В.В., Соколовская Э.А. Формирование структуры высокопрочных трубных сталей при термомеханической обработке в условиях стана 5000 ОМК // Проблемы черной металлургии и материаловедения. – 2025. – № 2. – С. 64-80.

5.51 Штремель М.А., Алексеев И.Г., Кудря А.В. Взаимосвязь двух аномалий излома высоколегированной конструкционной стали // РАН. Металлы. - 1994. - № 2. - С. 96-103.

5.52 Голиков И.Н., Масленков С.Б. Дендритная ликвация в сталях и сплавах. М.: Металлургия, 1997. 224 с.

5.53. Крутасова, Е.И. Надежность металла энергетического оборудования. М.: Энергоиздат, 1981. 240 с.

5.54 Кудря А.В., Соколовская Э.А. Неоднородность разномасштабных структур и сопротивление разрушению конструкционных сталей // Известия РАН. Серия «Физическая». – 2004. – Т. 68. – № 10. – С. 1495 - 1502.

5.55 Иващенко А.В. Ретроспективный анализ массивов данных производственного контроля для задач управления качеством стали... Дисс. на соиск. уч. ст. к.т.н., М.: МИСиС. 2005.

5.56 Штремель М.А., Кудря А.В., Соколовская Э.А. Алгоритмы управления качеством metallургической продукции в реальном времени. В сб. трудов II Международного конгресса «Машиностроительные технологии». София. 1999. Т 4.C.1-3.

5.57 Соколовская Э.А. Методы прогнозирования пластичности и вязкости конструкционных сталей... Дисс. на соиск. уч. ст. к.т.н. М.: МИСиС. 2001 г.

5.58 Алексеев И.Г., Кудря А.В., Штремель М.А. Параметры акустической эмиссии, несущие информацию об одиночной хрупкой трещине. Дефектоскопия //1994. № 12. С. 29-34.

5.60 Счастливцев В.М., Мирзаев Д.А., Яковлева И.Л., Окишев К.Ю., Табатчикова Т.И., Хлебникова Ю.В. Перлит в углеродистых сталях. Екатеринбург: УрО РАН, 2006. – 311 с.

5.61 Москаленко В.А., Грызунов В.И., Кудря А.В., Иващенко А.В., Соколовская Э.А. Использование баз данных производственного контроля для управления качеством продукции // Электрометаллургия. - 2000. - № 12.- С.34-37.

5.62 Кудря А.В. Возможности и перспективы информационных технологий в управлении качеством металла. // Электрометаллургия. - 2002. - №9. - С.35-42.

5.63 Тимошенко В.В., Буданова Е.С., Кодиров Д.Ф.У., Соколовская Э.А., Кудря А.В. О выборе областей с доминирующим типом зависимости при анализе данных производственного контроля // Frontier Materials & Technologies. – 2023. – № 3. – С. 103-114.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Для оценки структурных и metallургических факторов, определяющих неоднородность качества широкого сортамента металлопродукции сталей и сплавов различных составов, развит комплекс цифровых методов измерения структур и разрушения:

а) разработаны научные основы метрологического обеспечения процедур цифровой обработки изображений структур макро-, мезо- и микромасштабов, обеспечивающие однозначное опознание и измерение геометрии составляющих структуры при массовых измерениях (в масштабах образца или изделия);

б) для определения закономерностей в размещении однотипных объектов точечной природы на изображениях разномасштабных структур и изломов предложено и апробировано использование разбиения 2D-плоскости на полиэдры Вороного с дальнейшим определением статистики полиэдров для определения меры на шкале «регулярность – скученность».

в) для определения степени информативности некоторых эталонных шкал структур оценена статистика распределения их изображений, выявлены различия в их статистической природе, что необходимо учитывать при сопоставлении характеристик их распределений с реальными структурами, особенно при предпринимаемых в настоящее время усилиях по передаче таких процедур для исполнения специальным программным продуктам.

г) возможность быстрых и документированных измерений позволила на представительном объеме экспериментального материала выявить роль статистической природы объектов исследования (изображений структур, изломов) в формировании способности материалов сопротивляться разрушению и на этой основе выделять критические факторы структуры, определяющие данные способности (статистика размещения НВ и пластичность матрицы, определяемая микроструктурой, как факторы, влияющие на механизм слияния смежных пор при вязком разрушении и уровень ударной вязкости; распределение упрочняющих частиц в твердых сплавах и толщин квазивязких прослоек, окружающих их – как фактор, контролирующий достижение в них критической деформации, инициирующий разрушение наплавок);

д) на основе прямых измерений геометрии раскрытия трещины при стандартных испытаниях на вязкость разрушения, мониторинга вязкого распространения трещины *in situ* (по измерениям АЭ) и эволюции пластической деформации в поперечном сечении образца, реконструкции формы передних фронтов статической трещины в изломе развитыми методами количественной фрактографии в ходе испытания развита методика поточечного измерения критического раскрытия трещины вдоль всех контуров передних фронтов растущей трещины (с учетом их кривизны и изрезанности). Это позволило получить карты значений  $\delta_c$  с привязкой к элементарным актам разрушения и оценить масштаб неоднородности трещиностойкости в пределах отдельного образца.

Полученные результаты позволили также уточнить границы эффективного применения J-интеграла - преимущественно для первого скачка трещины.

в) техника цифрового совмещения 3D-моделей рельефа двух ответных половин излома апробирована для определения невязки между ними, как меры раскрытия трещины, для сопоставления масштабов трещиностойкости на малых образцах из различных вариантов твердых сплавов в качестве безальтернативного метода.

2 На основе «раскопок данных» производственного контроля технологий получения листа из сталей 13Г1С-У, 09Г2С, 16Г2АФ, 15ХСНД, трубные стали, повышенной категории прочности, крупные поковки из улучшаемой стали 38ХН3МФА-Ш, сорт из стали 40ХМФА:

- выявлен широкий диапазон видов распределения значений параметров процесса и продукта: симметричные, асимметричные и бимодальные, диапазон значений величин коэффициентов асимметрии  $A_s$  для продукции варьировался в интервале  $-0,63 \leq A_s \leq 1,90$ , процесса (химического состава):  $-1,42 \leq A_s \leq 2,88$ , коэффициента эксцесса  $E_x$  для продукта:  $-0,91 \leq E_x \leq 13,58$  и процесса:  $-0,85 \leq E_x \leq 11,02$  соответственно. При такой вариации значений  $A_s$  и  $E_x$ , как правило, ограничена эффективность оценок по средним, размаху  $\Delta = \xi_{ik}^{\max} - \xi_{ik}^{\min}$ , коэффициенту вариации –  $\sigma/\xi_{ik}$  (осцилляции –  $\Delta/\xi_{ik}$ ). В ряде случаев, дополнительные сложности могут внести тренды и сезонные колебания. Все вместе взятое, наряду с отсутствием единого пространства параметров технологии,

осложняет применение регрессионного и корреляционного анализа, управление по возмущению в принципе, что подтвердили, в частности, результаты работы.

- дополнительные риски при прогнозе качества могут возникнуть при изменении количества образцов для оценки качества единицы продукции. Установлено, что снижение числа ударных образцов при приемо-сдаточных испытаниях листовой стали 13Г1С-У с трех до двух (для каждой партии) увеличивает долю минимальных значений размахов ударной вязкости  $\Delta = KCU_{max} - KCU_{min}$  (от 0 до 34 Дж/см<sup>2</sup>) в партии, как меры её неоднородности, на 17-20 % и снижает количество максимальных размахов (в диапазоне от 35 до 136 Дж/см<sup>2</sup>) в 2 – 3,5 раза. Это искажает оценку масштаба неоднородности ударной вязкости стали. Для сталей с развитой неоднородностью разномасштабных структур (дендритной, микроструктуры и неметаллическими включениями), такими как сталь 38ХН3МФА-Ш можно ожидать еще большего масштаба искажений.

Изменение количества образцов (в обе стороны) при оценке качества единицы металлопродукции изменяет также вид распределения значений характеристик качества металлопродукции выборки в целом. Это может, в частности, сказаться на результатах проверки различных гипотез при сопоставлении выборок с использованием критериев Стьюдента и Смирнова, что следует учесть при попытках формального применения современных программных продуктов (Big Data, машинное обучение и т.д.) при ретроспективном анализе баз данных производственного контроля в металлургии.

- для поиска областей с доминирующим типом зависимости подтвердили свою эффективность приемы когнитивной графики. Они оказались полезными и при извлечении дополнительной информации о хладостойкости поковок из стали 38ХН3МФА-Ш для обоснованной ранжировки хладостойкости (двухпараметрический критерий) – на основе построения диаграммы хладостойкости в системе координат  $\Delta_{ij}$  и  $\bar{X}_{ij}$ , разделение которой на четыре области прямыми соответствующими средним арифметическим значениям  $\langle\Delta_{ij}\rangle$  и  $\langle\bar{X}_{ij}\rangle$  по выборкам соответственно, позволило выделить четыре класса хладостойкости поковок из стали 38ХН3МФА-Ш.

3 На основе прямых наблюдений структур, разрушения, анализа неоднородности процесса и продукта:

- впервые показано, что широкому разбросу значений параметров исследуемых технологий широкого марочного состава и сортамента металлопродукции, характеризуемому не менее широким диапазоном величин статистических характеристик их вида распределения, в условиях отсутствия единого пространства параметров технологии, соответствует существенный диапазон вариации, как размеров структур, так и статистических характеристик их вида распределения, что находит свое отражение в аналогичных показателях приемо-сдаточных характеристик металлопродукции;

- для сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА с развитой неоднородностью разномасштабных структур впервые оценен масштаб неоднородности трещиностойкости (критерия  $\delta_c$ ) в пределах одного образца до 30 и 15 % соответственно. Отсюда для сопоставления различных вариантов по вязкости предпочтительны статистические оценки вида их распределения, а для коррекции технологии получения, с целью повышения однородности вязкости разрушения – локальные значения  $\delta_c$  с привязкой к составляющим структуры;

- прямым сопоставлением изображений дендритной и микроструктуры, серного отпечатка по Бауману и НВ на нетравленом металлографическом шлифе прослежена цепочка дальних последствий ликвации в крупных поковках из стали 38ХН3МФА и взаимосвязанную неоднородность строения всего спектра структур и сопутствующий этому разброс вязкости. Дальние последствия ликвации характерны и в прокате – взаимосвязь феррит-перлитной полосчатости в листе из стали 16Г2АФ и ниток сульфидов и их кооперативное влияние на образование шиферообразного излома с пониженным сопротивлением разрушению.

4 Разработанные цифровые процедуры измерения структур и изломов были использованы в производственных условиях АО «ВМЗ» Объединенная металлургическая компания (г. Выкса), АО «РТП «Петровское» г. Светлоград, АО «АВТОВАЗ» (г. Тольятти), ГНЦ РФ АО «НПО «ЦНИИТМАШ» (Москва), ООО ИТ-Сервис (г. Самара) (Приложения к диссертации А, Б, В, Г, Д).

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Акт

об использовании результатов диссертационной работы

на АО «Выксунский металлургический завод»



УРАЛМЕТАЛЛ  
МЕТАЛЛУРГИЧЕСКАЯ  
КОМПАНИЯ

открытое общество  
«Выксунский  
металлургический завод»



Совершенство  
продуманных  
решений

**АКТ**

№ \_\_\_\_\_

Об использовании результатов  
диссертационной работы

УТВЕРЖДАЮ:

Директор по развитию  
технологий и продуктов, д.т.н.

П.П. Степанов



«10» 11 2025 г.

Настоящий акт составлен в том, что результаты диссертационной работы Соколовской Элины Александровны «Развитие методов цифровизации в материаловедении и металлургии для повышения качества металлопродукции» на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 2.6.1 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов были использованы на Выксунском заводе ОМК для совершенствования технологии производства сталей для производства труб большого диаметра.

Предложенные в рамках диссертационной работы цифровые процедуры наблюдения и измерения морфологии структур и изломов трубных сталей, уточненная методика определения критерия нелинейной механики разрушения критического раскрытия трещины (CTOD), оценки пластической невязки между ответными половинами изломов (как меры CTOD) использованные при выполнении НИОКР, обеспечили получение объективных оценок степени неоднородности разнородных структур, получаемых при проведении опытных технологических режимов исследуемых трубных сталей категорий прочности K56-K70, обоснованную оценку влияния морфологии структур на свойства трубного металла, в том числе показатели трещиностойкости.

Это позволило внести необходимые корректирующие воздействия в технологические режимы термомеханической обработки трубных сталей с целью повышения комплекса их эксплуатационных характеристик.

Научный руководитель дирекции по развитию  
технологий и продуктов, д.т.н.

Л.И. Эфрон



**ПРИЛОЖЕНИЕ Б**  
**Акт**  
**о внедрении результатов диссертации АО РТП «Петровское»**



Исх № 562  
«27 » октября 2025 г.

Акционерное общество  
Ремонтно-техническое предприятие «Петровское»  
(АО РТП «Петровское»)

356530, РФ, Ставропольский край,  
Петровский район, г. Светлоград, ул. Привокзальная, 8  
ИНН 2617000036, КПП 261701001, ОГРН 1022600937534  
р/с 40702810500100000115 к/с 30101810500000000760  
Ставропольпромстройбанк ПАО г. Ставрополь, БИК 040702760  
тел. (8652) 50-11-21, т/факс (86547) 4-47-56, 4-23-46, 4-28-61  
<http://www.aortp.ru> e-mail: [2018@aortp.ru](mailto:2018@aortp.ru)

«УТВЕРЖДАЮ»

Генеральный директор

АО «РТП «Петровское»

А.В. Камаревцев

«27 » октября 2025 г.



М.П.

Акт

о внедрении результатов докторской диссертации

Э.А. Соколовской на тему «Развитие методов цифровизации в материаловедении и металлургии для повышения качества металлопродукции», представленной на соискание  
ученой степени доктора технических наук по специальности 2.6.1 – Металловедение и  
термическая обработка металлов и сплавов

Результаты, полученные в рамках докторской диссертационной работы Соколовской Элины Александровны «Развитие методов цифровизации в материаловедении и металлургии для повышения качества металлопродукции», были использованы при выполнении прикладных научных исследований и экспериментальных разработок (далее ПНИЭР) по лоту шифр 2015-14-579-0173 по теме: «Разработка импортозамещающих твердых сплавов с повышенными износостойкими и технологическими характеристиками для упрочнения быстроизнашиваемых деталей сельхозмашин, эксплуатирующихся в абразивной среде».

Научные результаты и технические решения ПНИЭР, полученные с непосредственным участием Соколовской Э.А. были использованы на практике и внедрены в производство в условиях АО «РТП «Петровское»:

- для уточнения (на основе совместного цифрового анализа строения структур и поверхностей разрушения твердых сплавов) композиций составов твердых сплавов применимо к сортаменту продукции (твердосплавные наплавки для рабочих органов почвообрабатывающих машин) АО «РТП «Петровское»;

- для оценки сопротивляемости преждевременному разрушению (трещиностойкости) твердых сплавов, используемых в качестве упрочняющих наплавок рабочих органов сельскохозяйственных машин, по наблюдению и измерению их структур и изломов.

Полученный результат охраноспособный:

1. «Порошок на основе железа для плазменной наплавки деталей сельскохозяйственных машин в среде сжатого воздуха» / Кудря А.В., Соколовская Э.А., Воробьёв Д.А., Ахмедова Т.Ш., Лобачевский Я.П., Сидоров С.А., Лискин И.В., Миронов Д.А. Патент РФ на изобретение № 2637734 от 06.12.2017 г., заявка на выдачу патента РФ на изобретение № 2016152413/02 от 29 декабря 2016 г.;

2. «Способ определения склонности к преждевременному разрушению твердых сплавов, используемых в качестве упрочняющих наплавок рабочих органов сельскохозяйственных машин» / Кудря А.В., Мельниченко А.С., Ахмедова Т.Ш., Соколовская Э.А. Патент РФ на изобретение № 2 668 691(13) от 02.10.2018, заявка на выдачу патента № 2017146336/15 от 27.12.2017 г.

Внедрение работ осуществлялось в соответствии с Лицензионным договором между НИТУ «МИСиС» и АО «РТП «Петровское» (№ ЛД 03.031-2019 от 25.04.2019), зарегистрированным в ФИПС (номер государственной регистрации: РД0298425, дата государственной регистрации: 20.06.2019) на производственных площадях АО «РТП «Петровское». Продукция по лицензии – рабочие органы сельскохозяйственных машин (сортамента «АО РТП «Петровское»).

Объем продаж продукции, произведенной по лицензии составил:

- в 2020 г. (по состоянию на 20.10.2020 г.) – 27 345 276 (двадцать семь миллионов триста сорок пять тысяч двести семьдесят шесть) рублей;
- в 2022 г. (по состоянию на 31.12.2022 г.) – 19 943 302,74 (девятнадцать миллионов девятьсот сорок три тысячи триста два рубля 74 коп.);
- в 2023 г. (по состоянию на 31.12.2023 г.) – 21 415 637 (двадцать один миллион четыреста пятнадцать тысяч шестьсот тридцать семь) руб.

Реализованные рабочие органы сельскохозяйственных машин имели следующие функциональные и технические характеристики: поверхностная твердость не менее 61 ед. HRC; толщина слоев из твердых сплавов в пределах от 0,6 до 4,0 мм, сопротивляемость преждевременному разрушению не менее чем на 25 – 30 % выше аналогов, производимых ранее.

Главный инженер

А.С. Алейников

Начальник отдела сбыта

Г.И. Гузеев

ПРИЛОЖЕНИЕ В  
Акт  
внедрения результатов диссертационной работы АО «АВТОВАЗ»

Акционерное общество «АВТОВАЗ»  
Служба директора по качеству  
Дирекция по технологическому обеспечению качества  
Управление лабораторно-испытательных работ

«УТВЕРЖДАЮ»  
Начальник управления

 Забалуев А.В.  
«14» октября 2025 г.

М.П.

АКТ  
внедрения результатов диссертационной работы

Настоящим актом подтверждается, что результаты диссертационной работы Соколовской Элины Александровны «Развитие методов цифровизации в материаловедении и металлургии для повышения качества металлопродукции» на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 2.6.1 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов использованы при выполнении ряда НИОКР в УЛИР АО «АВТОВАЗ». В частности, в работах, связанных с подбором материалов (стали, чугуны, сплавы) сортамента АО «АВТОВАЗ» и технологий их обработки, в частности термической, обеспечивающих оптимальное сочетание механических свойств, длительный ресурс их работы в конструкциях и механизмах – на основе применения цифровых процедур измерения структур и изломов.

Цифровые процедуры измерения структур, разработанные в диссертационной работе, в рамках их адаптации, применимо к материалам сортамента АО «АВТОВАЗ», выявили перспективы их практического применения в условиях действующего производства для более всесторонней аттестации качества материалов по структуре с целью повышения надежности работы механизмов, узлов легковых автомобилей, элементов несущих конструкций, создания соответствующей нормативно-технической базы в этой связи.

Особого внимания заслуживает, уточненная в рамках диссертационной работы, методика определения деформационного критерия нелинейной механики разрушения (критического раскрытия трещины). Её отличают достаточно сложные аппаратное и алгоритмически-программные решения, однако именно такая всесторонняя научно-методическая основа и обеспечила получение объективных оценок трещиностойкости (что было невозможно до настоящего времени) широкого спектра материалов, используемых в автомобилестроении.



Заместитель начальника управления –  
начальник производственно-технического отдела  
Барбаш Максим Григорьевич

ПРИЛОЖЕНИЕ Г  
Акт  
внедрения результатов диссертационной работы  
ГНЦ РФ АО «НПО «ЦНИИТМАШ»



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
Акционерное общество «Научно-производственное объединение «Центральный научно-  
исследовательский институт технологии машиностроения»  
(ГНЦ РФ АО «НПО «ЦНИИТМАШ»)

Утверждаю

Первый заместитель генерального директора



АО «НПО «ЦНИИТМАШ», к.т.н.

П.А. Козлов

Акт

внедрения результатов диссертационной работы Соколовской Элины Александровны  
на тему: «Развитие методов цифровизации в материаловедении и металлургии для  
повышения качества металлопродукции», представленной на соискание учесной степени  
доктора технических наук по научной специальности 2.6.1 «Металловедение и  
термическая обработка металлов и сплавов»

В результате выполнения диссертационной работы Соколовской Э.А., разработаны  
цифровые процедуры подготовки и обработки изображений для количественной оценки  
структур и изломов. Разработанные методики успешно внедрены при выполнении  
составной части НИОКР по теме: «Исследование морфологии, изломов и количественный  
анализ геометрических характеристик строения разнородных структур сварных  
соединений, определяющих уровень хрупкой прочности металла шва корпуса реактора»  
(Договор №190770.002.23.3т от 26.11.2019 между АО «НПО «ЦНИИТМАШ» и  
НИТУ «МИСиС»). В процессе реализации НИОКР использованы:

- цифровые процедуры подготовки изображений структур и изломов к измерениям  
их строения (метрологически обеспеченные процедуры бинаризации изображений в 256  
оттенках серого, фильтрации шумов) и их измерения с учетом природы объекта измерения;
- цифровые процедуры обработки изображений, позволяющие извлечь более полную  
информацию о строении структур, например, о характере размещения однотипных

элементов (неметаллических включений), фрагментов вязких мостов в хрупком изломе на основе анализа статистики полизёдов Вороного.

Комплексный анализ морфологии структур и изломов послужил научно-методической основой при объяснении причины различий значений трещиностойкости наплавленного металла сварных соединений, полученных по референтной и опытным технологиям. На основе полученных экспериментальных данных реализованы практические рекомендации для разработки новых и оптимизации существующих сварочных материалов, направленные на повышение уровня характеристик сопротивления хрупкому разрушению корпусов реакторов ВВЭР.

Научный руководитель  
института материаловедения, к.т.н.



В.Н. Скоробогатых

ПРИЛОЖЕНИЕ Д  
Акт  
внедрения результатов диссертационной работы  
ООО «ИТ-Сервис»



ООО «ИТ-Сервис» 443001, г. Самара,  
ул. Ульяновская/Ярмарочная, д.52/55  
7 (846) 212-00-39 [sek@its-samara.com](mailto:sek@its-samara.com)  
[www.its-samara.com](http://www.its-samara.com) ИНН 6315562413  
КПП 631501001 ОГРН 1026300962995



Акт  
внедрения результатов диссертационной работы

Настоящим актом подтверждается, что результаты диссертационной работы Соколовской Элины Александровны «Развитие методов цифровизации в материаловедении и металлургии для повышения качества металлопродукции» на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 2.6.1 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов использованы при выполнении следующих научно-исследовательских работ (НИР) в ООО «ИТ-СЕРВИС»:

1. Подбор режимов термической обработки, обеспечивающей сочетание высоких механических свойств и высокой коррозионной стойкости в нефтепромысловых средах, низкоуглеродистых низколегированных сталей с бейнитной закаливаемостью.

2. Получение обсадных труб группы прочности К55 по API 5CT из низкоуглеродистых низколегированных сталей.

3. Исследование СДТ, изготовленных из труб 05ХГБ АО «ВМЗ».

Предложенные (в рамках диссертационной работы) цифровые процедуры измерения элементов структур и изломов, уточненная методика определения деформационного критерия нелинейной механики разрушения критического раскрытия трещины, использованные при выполнении НИР, обеспечили получение объективных оценок степени неоднородности разнородных структур, получаемых при проведении опытных режимов обработки и усовершенствования композиций составов исследуемых сталей, обоснованную оценку влияния морфологии структур на свойства металла, в

т.ч. показатели трещиностойкости. Это позволило внести необходимые корректирующие действия в составы сталей и технологии их производства, обеспечившие получение металлопродукции высокого качества требуемой группы прочности с сохранением повышенной коррозионной стойкости.

Продукция по предложенной технологии с 2020 г. по н/в поставляется в адрес нефтяных компаний ПАО «НК» Роснефть», ООО «Газпром Нефть» и успешно эксплуатируется на месторождениях Западной Сибири.

Руководитель Департамента  
специального материаловедения  
ООО «ИТ-Сервис»



Е.А. Чистопольцева

## ПРИЛОЖЕНИЕ Е

Патент на изобретение № 2637734

«Порошок на основе железа для плазменной наплавки деталей сельскохозяйственных машин в среде сжатого воздуха»

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2637734

Порошок на основе железа для плазменной наплавки  
деталей сельскохозяйственных машин в среде сжатого  
воздуха

Патентообладатель: *Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего образования  
"Национальный исследовательский технологический  
университет "МИСиС" (RU)*

Авторы: *см. на обороте*

Заявка № 2016152413

Приоритет изобретения 29 декабря 2016 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 06 декабря 2017 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 29 декабря 2036 г.

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

  
Г.П. Ивлев



Авторы: Кудря Александр Викторович (RU), Соколовская Элина Александровна (RU), Воробьёв Даниил Анатольевич (RU), Ахмедова Татьяна Шухратовна (RU), Лобачевский Яков Петрович (RU), Сидоров Сергей Алексеевич (RU), Лискин Игорь Викторович (RU), Миронов Денис Александрович (RU)

R U 2 6 3 7 7 3 4 C 1

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



(19) RU<sup>(11)</sup> 2 637 734<sup>(13)</sup> С1

(51) МПК  
C23C 4/06 (2006.01)  
C22C 38/36 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21)(22) Заявка: 2016152413, 29.12.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
29.12.2016

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 29.12.2016

(45) Опубликовано: 06.12.2017 Бюл. № 34

Адрес для переписки:

119991, Москва, ГСП-1, В-49, Ленинский пр-кт,  
4, НИТУ "МИСиС", отдел защиты  
интеллектуальной собственности

(72) Автор(ы):

Кудря Александр Викторович (RU),  
Соколовская Элина Александровна (RU),  
Воробьев Даниил Анатольевич (RU),  
Ахмедова Татьяна Шухратовна (RU),  
Лобачевский Яков Петрович (RU),  
Сидоров Сергей Алексеевич (RU),  
Лискин Игорь Викторович (RU),  
Миронов Денис Александрович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего  
образования "Национальный  
исследовательский технологический  
университет "МИСиС" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: Воловик Е.Л., Справочник по  
восстановлению деталей, Москва, Колос,  
1981, с.274. RU 2015108589 A, 10.10.2016. RU  
2205094 C2, 27.05.2003. EP 1997575 A1,  
03.12.2008. WO 2015/167769 A1, 05.11.2015.

(54) Порошок на основе железа для плазменной наплавки деталей сельскохозяйственных машин в среде  
сжатого воздуха

(57) Формула изобретения

Порошок на основе железа для плазменной наплавки деталей сельскохозяйственных  
машин в среде сжатого воздуха, содержащий углерод, марганец, хром, кремний,  
молибден, вольфрам и железо, отличающийся тем, что он дополнительно содержит  
алюминий и карбид титана при следующем соотношении компонентов, мас.%:

углерод	3,3-4,5
хром	25-28
кремний	1,0-2,0
марганец	1,0-1,5
никель	1,5-2,0
вольфрам	0,2-0,4
молибден	0,08-0,015
сера	не более 0,07
фосфор	не более 0,06
алюминий	0,1-0,15
карбид титана	0,2-0,25
железо	остальное

Стр. 1

R U 2 6 3 7 7 3 4 C 1

R U 2 6 3 7 7 3 4 C 1

## ПРИЛОЖЕНИЕ Ж

Патент на изобретение № 2668691

«Способ определения склонности к преждевременному разрушению твердых сплавов, используемых в качестве упрочняющих наплавок рабочих органов сельскохозяйственных машин»

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2668691

Способ определения склонности к преждевременному  
разрушению твердых сплавов, используемых в качестве  
упрочняющих наплавок рабочих органов  
сельскохозяйственных машин

Патентообладатель: *Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего образования  
"Национальный исследовательский технологический  
университет "МИСиС" (RU)*  
Авторы: *Кудря Александр Викторович (RU), Мельниченко  
Александр Семенович (RU), Ахмедова Татьяна Шухратовна  
(RU), Соколовская Элина Александровна (RU)*

Заявка № 2017146336

Приоритет изобретения 27 декабря 2017 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

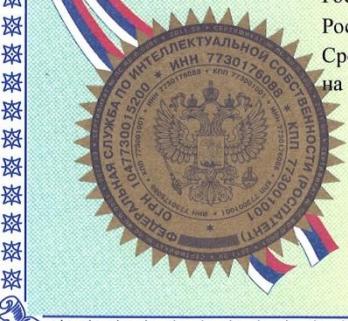
Российской Федерации 02 октября 2018 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 27 декабря 2037 г.

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Г.П. Ильин



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



(19) RU (11) 2 668 691<sup>(13)</sup> C1

(51) МПК  
G01N 33/20 (2006.01)  
G01N 3/40 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

**(12) ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

(52) СПК  
G01N 33/20 (2006.01); G01N 3/40 (2006.01)

(21)(22) Заявка: 2017146336, 27.12.2017

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
27.12.2017

Дата регистрации:  
02.10.2018

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 27.12.2017

(45) Опубликовано: 02.10.2018 Бюл. № 28

Адрес для переписки:

119991, Москва, ГСП-1, В-49, Ленинский пр-кт,  
4, НИТУ "МИСиС", отдел интеллектуальной  
собственности

(72) Автор(ы):

Кудря Александр Викторович (RU),  
Мельниченко Александр Семенович (RU),  
Ахмедова Татьяна Шухратовна (RU),  
Соколовская Элина Александровна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего  
образования "Национальный  
исследовательский технологический  
университет "МИСиС" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: RU 2505811 C1, 27.01.2014. RU  
2568887 C1, 20.11.2015. RU 2265213 C1,  
27.11.2005. SU 1714419 A1, 23.02.1992. SU  
1298603 A1, 23.03.1987. US 4445988 A,  
01.05.1984. CN 107389893 A, 24.11.2017.

(54) Способ определения склонности к преждевременному разрушению твердых сплавов, используемых в качестве упрочняющих наплавок рабочих органов сельскохозяйственных машин

**(57) Формула изобретения**

Способ определения склонности к разрушению твердых сплавов, используемых в качестве упрочняющих наплавок рабочих органов сельскохозяйственных машин, включающий определение сопротивляемости сплавов разрушению по величине предельной степени деформации  $\varepsilon$  квазивязких прослоек, расположенных между хрупкими составляющими в структуре твердых сплавов в соответствии с выражением

$$\sqrt{\varepsilon} = \frac{1}{B} \left[ (\sigma_{B0} - \sigma_{T0}) - \frac{k_T - k_B}{\sqrt{h}} \right]$$

где  $k_T$  и  $k_B$  - коэффициенты Холла-Петча для напряжения течения и разрушающего напряжения соответственно,

$B$  - коэффициент деформационного упрочнения,

$\sigma_{B0}$ ;  $\sigma_{T0}$  - предел прочности и текучести прослоек,

$h$  - максимальная толщина прослойки,

при этом максимальную толщину прослойки  $h$ , соответствующую доле предельно деформированных прослоек  $p=0,16-0,34$ , при которой они образуют сплошной каркас

Стр.: 1

R U 2 6 6 8 6 9 1 C 1

---

в наплавке и начинается разрушение, определяют, измеряя толщины прослоек в структуре, и из обратной функции гамма-распределения  $w_\gamma^{-1}(p)$  значений их толщин вычисляют величину обратной функции  $w_\gamma^{-1}(p) = h$ , при заданном значении коэффициента асимметрии распределения толщин и доле деформированных прослоек  $p$  определяют величину критической деформации  $\varepsilon$ , после достижения которой начнется разрушение наплавки.

R U  
2 6 6 8 6 9 1 C 1