

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение

высшего образования

«Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

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
профессор, д.т.н. А.В. Кудря

Москва – 2025

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 (её рисунка) необходимы соответствующие математические приемы, например, при выделении скоплений однотипных объектов точечной природы или их вытянутости в цепочки.

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 ведутся во-многих научных центрах, инновационных бизнес-структурках. 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 технологий (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 проведению, 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, основанного 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:

Актуальность выполнения работы подтверждается выполнением её в рамках следующих проектов: ОАО «ИЛ» (2004-2005 г.г.), НИЦ «Курчатовский институт» (2007-2009 г.г.), ОАО «Белагромаш – Сервис» (2007 г.), НИОКР по программе Департамента науки и промышленной политики г. Москвы (2008 г.), ОАО «Северсталь» (2011г.), РФФИ (2009-2011 г.г.), АВЦП - Федеральное агентство по образованию (2009-2011 г.г.), ФЦП (2015-2017 г.г.), с АО НПО «ЦНИИТМАШ» (2019-2021 г.г.), АО «ВМЗ» (2023-2025 г.г.)

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 технологии 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 и возможность 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 полиэдров, расстояний между ними и количества их соседей. При оценке морфологии размещения темных пятен на сером 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. С увеличением ударной вязкости с 0,54 до 2,8 МДж/м² и относительного сужения ψ с 37 до 75 % для сталей различного сортамента и способа получения (сорт, поковки, лист и ориентировки образцов – продольные и тангенциальные) возрастает величина коэффициента асимметрии A_s в эмпирических распределениях числа соседей ямок с 0,43 до 0,97. Большим значениям A_s 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, прилегающих 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) δ_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 δ_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 $\bar{X}_{ij} = (\text{KCU}_{\max i}^{+20} + \text{KCU}_{\min j}^{-50})/2$ – 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 ε квазивязких прослоек, 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 стальных, 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 – помошь 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, Арсенкин А.М., 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 92 печатных работах, из них 45 в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК РФ, из которых 34 в изданиях, входящих в систему цитирования WoS, Scopus; 1 монография, 2 учебных пособия, 46 тезисов докладов на международных конференциях. Получено 2 патента.

Благодарности:

Автор с глубокой благодарностью и признательностью отдает дань уважения и памяти д.ф.-м.н., проф. Штремело М.А. – как образцу служения науке, примеру для подражания во всем. Особая благодарность научному консультанту д.т.н., проф. Кудре А.В. – за многолетнюю помошь в научной работе, выработка направления для исследования, совместное обсуждение полученных результатов, поддержку на всех этапах выполнения работы. Отдельная благодарность д.т.н., проф., Никулину С.А. за помошь 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. Арсенкину А.М., к.т.н. Скородумову С.В., 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.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

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

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 категории прочности К60-65 [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. База данных по трубным сталим категории прочности К60 и К65 включала в себя данные по более 1500 плавкам. В целом, 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, для трубных сталей категории прочности К60 и К65 $n_q = 5$.

Для всех исследуемых видов металлопродукции, полученных в рамках исследуемых технологий, был характерен разброс свойств, в первую очередь вязкости (табл. 1), в значительной мере, определяющей уровень неоднородности качества металла [1]. 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]: 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 межчастичным расстоянием в диапазоне от 3-5 до 10^6 мкм (в т.ч. в зависимости от рассматриваемых размерных диапазонов НВ); микроструктура, являющаяся продуктом превращения высокотемпературной фазы при охлаждении. Например, в сталях это смесь феррита и цементита с шагом $\lambda \sim 0,1\text{--}1$ мкм – в эвтектоидах, или зерно (феррита либо аустенита) с диапазоном размеров $d \sim 1\text{--}100$ мкм. В прокате возможны разнообразные виды полосчатости в микроструктуре с шагом $\lambda \sim 12\text{--}80$ мкм. Однако практически отсутствуют данные о виде распределения размеров (расстояний) однотипных структурных составляющих.

В разрушении участвует весь масштаб структур. Так, наносегрегация фосфора по границам зерна аустенита в улучшаемой стали приводит к зернограничной хрупкости (гладкие фасетки $d \sim 10\text{--}30$ мкм с зеренной огранкой) [1*]. Дендритная ликвация – к межсосевым скоплениям сульфидов и ферритным полям (поперечником 60-120 мкм и выше) в микроструктуре, и изменению условий зарождения вязкого излома. Грубые игольчатые карбиды мезомасштаба в твёрдых сплавах – к отдельным вытянутым фрагментам в однородной квазикристаллической основе изломов [19*], одному из признаков повышенной восприимчивости наплавок из твёрдых сплавов к преждевременному разрушению.

Неметаллические включения (НВ), определяемая 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) $c = 10^{-4} \sim 10^{-3}$ (~ 0,01—0,1 % - по объему) [3]. Из них 88 % объема занимают НВ

с $d > 1$ мкм и только 2 % - размером менее 1-0,2 мкм. Их наличие (во всем диапазоне размером) контролирует стадию распространения вязкой трещины, определяет появление аномалий разрушения в сталях различного назначения.

Таблица 1. Масштаб неоднородности качества металлопродукции

Сталь	Тип изделия	Размах значений $\Delta_i = y_i^{\max} - y_i^{\min}$ и среднее $\langle y_i \rangle$ по выборке						σ_b , Мпа	δ , %
		KCU ⁺²⁰	KCV ₀	KCU ⁻⁴⁰	KCU ⁻⁵⁰	KCU ⁻⁶⁰			
		Дж / см ²							
38ХН3МФ А-Ш	поковка	<u>35</u> 47,4±4,4*	-	-	<u>38</u> 40,1±4, 4	-	<u>230</u> 1478 ±24,7	<u>8,7</u> 14±0,9	
40ХМФА	сорт	<u>115</u> 100,3±19,2	-	-	-	-	<u>370</u> 1173,5±69,8	<u>20–13</u> 14,1±1,1	
09Г2С	лист	<u>362</u> 241,4±59,1	-	-	-	<u>352</u> 215,5 ±66,2	<u>125</u> 503,9 ±11,2	<u>10</u> 30,5±1,5	
16Г2АФ	лист	<u>94</u> 456,3±20,1	-	<u>48</u> 65,2 ± 13,1	-	-	<u>65</u> 609,0 ± 15	<u>10</u> 24,1 ±3,8	
13Г1С-У	лист	-	<u>347</u> 150,5 ±41,5	<u>363</u> 137,1 ±44,9	-	-	<u>251</u> 557,2±26,7	<u>20,5</u> 27,8±2,4	
15ХСНД	лист	<u>262</u> 168,8±27,9	-	-	-	<u>297</u> 160,1 ±27,1	<u>115</u> 565,1±13,4	<u>23</u> 27,1±1,4	
K60		-	-	<u>120</u> 110 ±38,4	-	-	<u>100</u> 605±23,9	<u>17</u> 25,2±3,3	
K65	лист толщина 27,7 мм	-	-	<u>151</u> 306,3± 37,1	-	-	<u>109</u> 616±31	-	
	лист - толщина 23,3 мм	-	-	<u>137</u> 314,2 ±30,9	-	-	<u>97</u> 597,1±20,0	-	

* В числителе размах значений Δ_i , в знаменателе – среднее по выборке $\langle y_i \rangle$ с ошибкой

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 наблюдалось расслоения (шиферность в изломе), такой дефект был характерен и для исследуемых трубных сталей более высокой категории прочности K65 и K70 [45*,2-4]. Причинами шиферности могут быть [4]: 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 [5], 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 (~ 10 нм), вытесняемой при их росте.

Оттеснение серы в межъядра при кристаллизации слитка из стали 16Г2АФ после прокатки даёт нитки сульфидов [2*]. 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).

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 [10*], для исследованных сталей Ст3сп и 09Г2С в микроструктуре могла наблюдаться либо однородная феррит-перлитная смесь со случайным размещением отдельных структурных

составляющих, либо полосчатость идентичной природы (рис.1а). 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). Наблюдаемое отличие в строении феррит-перлитной полосчатости структуры нашло отражение в результатах измерения её геометрии 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 (рис. 1 б,в).

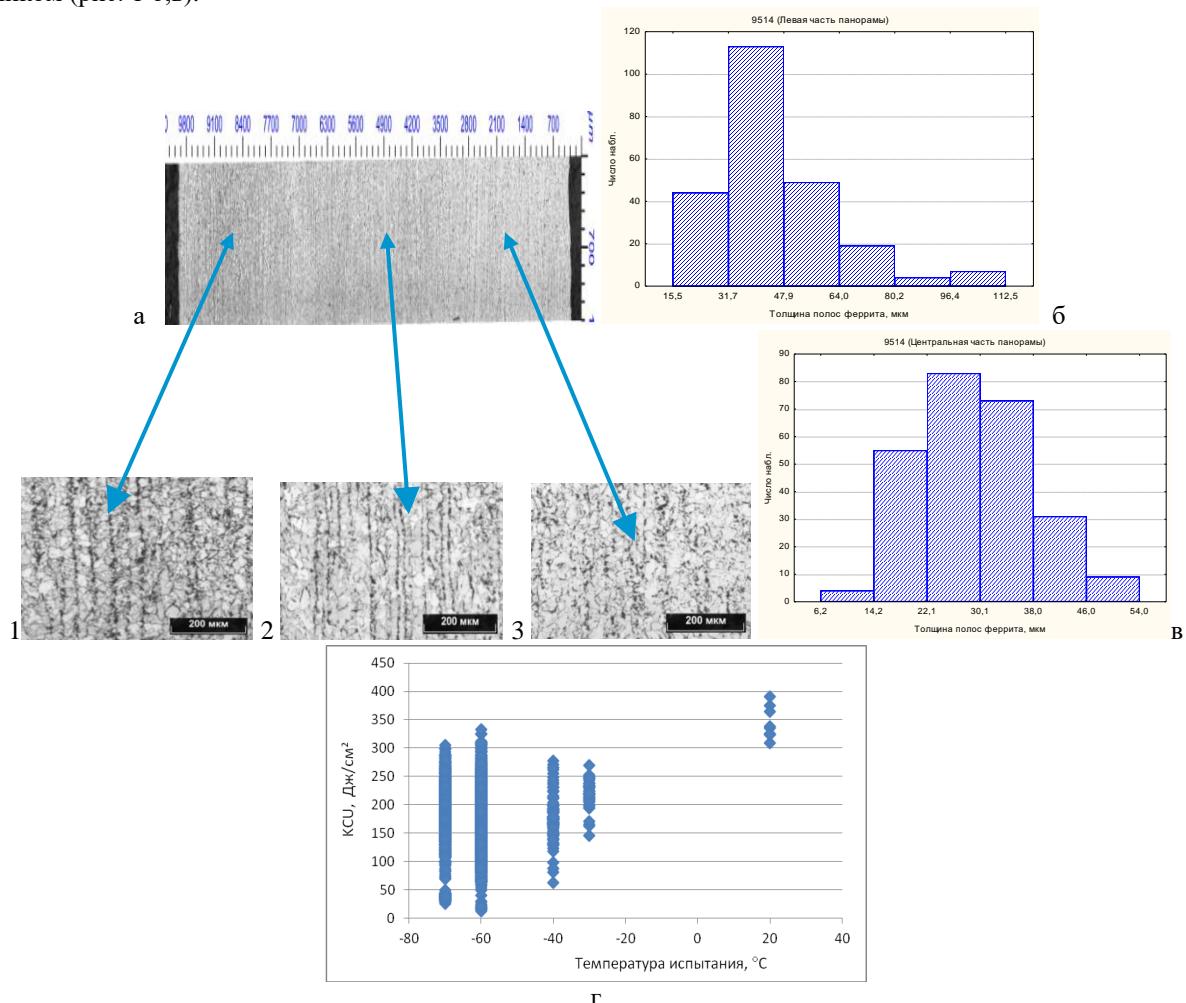


Рис. 1. Неоднородность морфологии феррит-перлитной полосчатости в микроструктуре стали 09Г2С по толщине листа: панорамное изображение и его фрагменты 1, 2 и 3 при большем увеличении (а) и гистограммы распределения толщин полос феррита: фрагменты 1 (б) и 2 (в); сопутствующая неоднородность хладостойкости по результатам приемо-сдаточных испытаний (г)

Такая неоднородность строения и размеров структурных составляющих неизбежно приводит к разбросу вязкости 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]. Это отражают результаты косвенной оценки хладноломкости по результатам приемо-сдаточных испытаний - существенный разброс значений ударной вязкости (рис. 1.1 г) 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 цифровых процедур для массовых объективных измерений в масштабах образцов или изделий. При таких измерениях важно оценить статистическую природу измеряемых объектов.

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*] 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 - АЭ). Это также определяет актуальность развития процедур цифровизации в материаловедении.

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. 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.

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.

Во второй главе оценены существующие возможности описания структур и изломов, перспективы цифровизации их измерений, масштабы неоднородности структур.

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 измерения должны быть направлены на конкретные элементы структуры.

Цифровые изображения – это возможность получения не только принципиально иной информации об их строении: в диапазоне размеров от 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 съемке в световом и сканирующем микроскопе, травлении, выборе масштаба наблюдения, необходимости однозначного выделения информативных объектов на изображении, удаления шумов и т.п. Следует иметь в виду, что расширение масштабов цифровизации привносит новые риски, вытекающие из стереотипа традиционного применения компьютера – обработки экспериментальных данных, которая имеет смысл, лишь пока найденные параметры превышают собственную ошибку – принцип максимума правдоподобия, гарантирующего минимальные случайные ошибки результата [6].

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 соответствующих точек изображения — пикселов (при классической фотосъемке это зерно фотоэмulsionи негатива) свой уровень яркости (оттенка серого). Их совокупность обычно 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 [13*]. 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 [1].

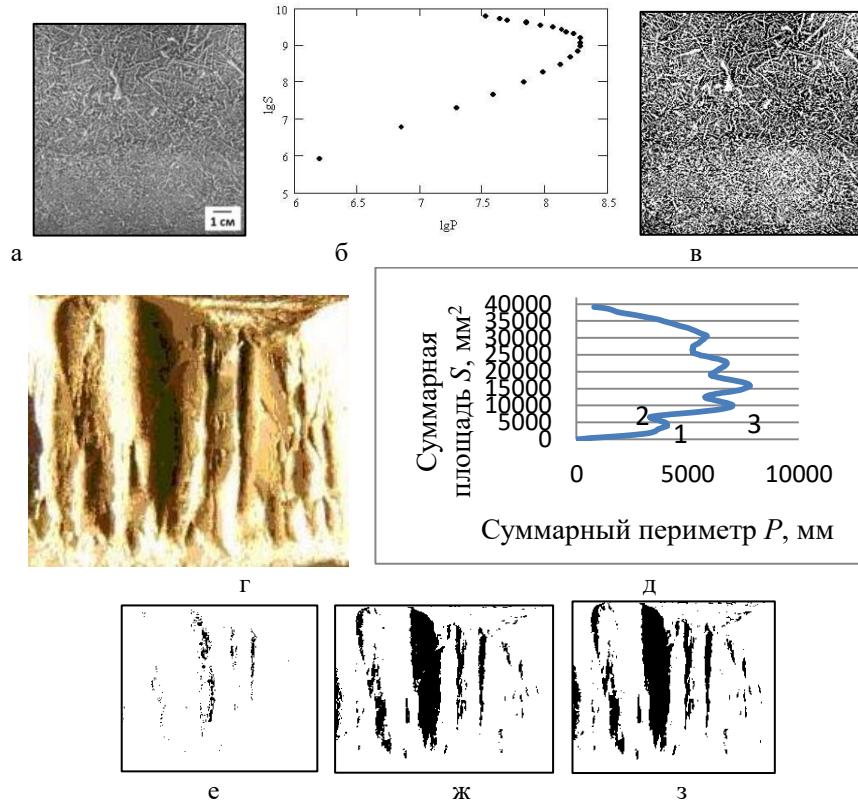
Разнообразие существующих подходов к обработке изображений, в т.ч. программных решений, затрудняет в ряде случаев сопоставление полученных результатов. Не ясно, в частности, в какой мере при отработке цифровых процедур учитывается морфология исследуемых структур. А это важно, с учетом многообразия их строения, даже名义ально однотипных структур, например, для выбора пороговых значений при удалении объектов шумовой природы [13*].

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. 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 [13*].

С этой целью в работе были сопоставлены возможности существующих двух групп методов бинаризации: глобальные (одновременное применение ко всему изображению) и локальные (фрагментарная бинаризация) [7]. Есть еще третий метод – визуальная бинаризация «на глаз», универсальный в такой же мере, как и субъективный.

Наиболее простой способ бинаризации – метод «среднего», где значение интенсивности яркости каждой точки (пикселя) B_i изображения сопоставляется со средним значением интенсивности точек $\langle B \rangle$ всего изображения структуры. К числу глобальных принадлежит метод С-образной кривой, предложенный в работе [13*]. Заключается он в построении зависимости «площади объектов S от их периметра P » в логарифмических координатах, полученной при последовательном варьировании порога бинаризации с шагом k через весь диапазон серого первичного изображения (рис. 2а). Линейный характер двух составляющих С-образной кривой (рис. 3б) отражает самоподобность изображений дендритной структуры крупных поковок из стали 38ХН3МФА [1*], 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 б,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 K65 (с расслоениями) (рис. 2г) 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. 2е, ж, з): 1 – завершение оконтуривания расслоений; 2 - завершение их закрашивания; 3 - выделение дополнительных элементов на изображениях (в данном примере шум. при выделении 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. Получение бинарного изображения дендритной структуры (крупные поковки из улучшаемой стали 38ХН3МФА) и излома (с расслоениями) трубной стали категории прочности K65

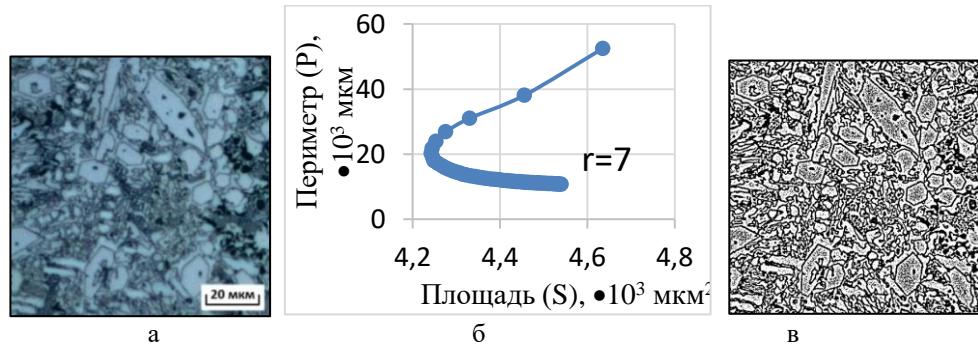
К глобальным методам также относится метод Оцу [8]. В рамках данного метода массив пикселей разделяется на две группы, в которых при минимуме дисперсии интенсивностей пикселей внутри каждой группы наблюдается её максимум между группами. Данный метод отчасти схож с

методом С-образной кривой и косвенно основывается на различиях объекта и фона в уровне интенсивности яркости, тем самым придавая физический смысл процедуре бинаризации.

Сопоставление пороговых значений, установленных в соответствии с методами среднего, Оцу и С-образной кривой на одних и тех же профилях интенсивности яркости – строки m_i изображения, матрицы размера $m \times n$ дало их различие: 138, 145 и 151 в градациях серого. Такое различие, безусловно, скажется на результатах, в т.ч. следующего этапа обработки бинарных изображений – измерения геометрии строения информативных объектов. Уже это подтверждает необходимость выработки научно обоснованных подходов к выработке критериев бинаризации объектов наблюдения в материаловедении.

Принципиальный момент локальных методов – обоснование выбора величины радиуса r и его окружности, в пределах которой будет происходить реализация метода [7]. Его рекомендуемая величина, например, в открытой программе ImageJ, равна 15. Однако есть все основания считать, что его выбор также 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 к большим значениям, с шагом 1 пкс (начиная от верхней ветви кривой). Величина радиуса определялась по точке перегиба на получаемых кривых (рис. 3), где прорисовывается скелет изображения структуры.

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. Есть и иные методы бинаризации (методы Niblack, Bernsen, Sauvola и др.), применяемые для широкого круга объектов (не только в материаловедении) [7].



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

Рис. 3. Определение радиуса r локальной бинаризации изображения структуры твердого сплава

При выборе вариантов бинаризации (и интерпретации её результатов) необходимо учитывать природу элементов структур на их изображениях: форму, размеры, уровень интенсивности яркости, особенности их размещения в поле зрения. Например [36*], при бинаризации феррит-перлитной полосчатости в микроструктуре листовых сталей СтЗсп и 09Г2С с использованием локальных и глобальных методов (для последующего измерения шага полосчатости) различия в результатах бинаризации внесли неравномерность освещения шлифа при съемке в световом микроскопе и разброс интенсивности яркости зерен феррита, видимо, вследствие особенностей травления.

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, в рельсе и кольце подшипника, которые подвержены контактной усталости [1]. При схожести явления 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 встречаются включения размером 100 – 300 мкм, а в очагах контактной усталости после испытания подшипников – НВ размером 6 – 10 мкм. Отсюда, при анализе их изображений будет отличаться и планка «отсечения» некритичных включений (и увеличение микроскопа соответственно).

Аналогичное применение процедур бинаризации применимо к изображению хрупкого транскристаллитного разрушения выявило влияние различий в ориентировке фасеток (и их оттенков серого) и наличия речного узора на результаты применения цифровой процедуры (локального метода) (рис. 4). Очевидно, в любом варианте для оптимальной реконструкции бинарного изображения фасеток,

помимо бинаризации важно также предусмотреть фильтрацию (с целью исключения из рассмотрения деталей 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 их элементов. Также очевидно, что подготовка к измерениям 2D-изображений вязких изломов предполагает наличие иных решений.

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 элементов на основе анализа 3D-изображений, полученных с использованием сканирующей (методы стереофотограмметрии) и конфокальной микроскопии, где есть возможность получить значения третьей координаты.

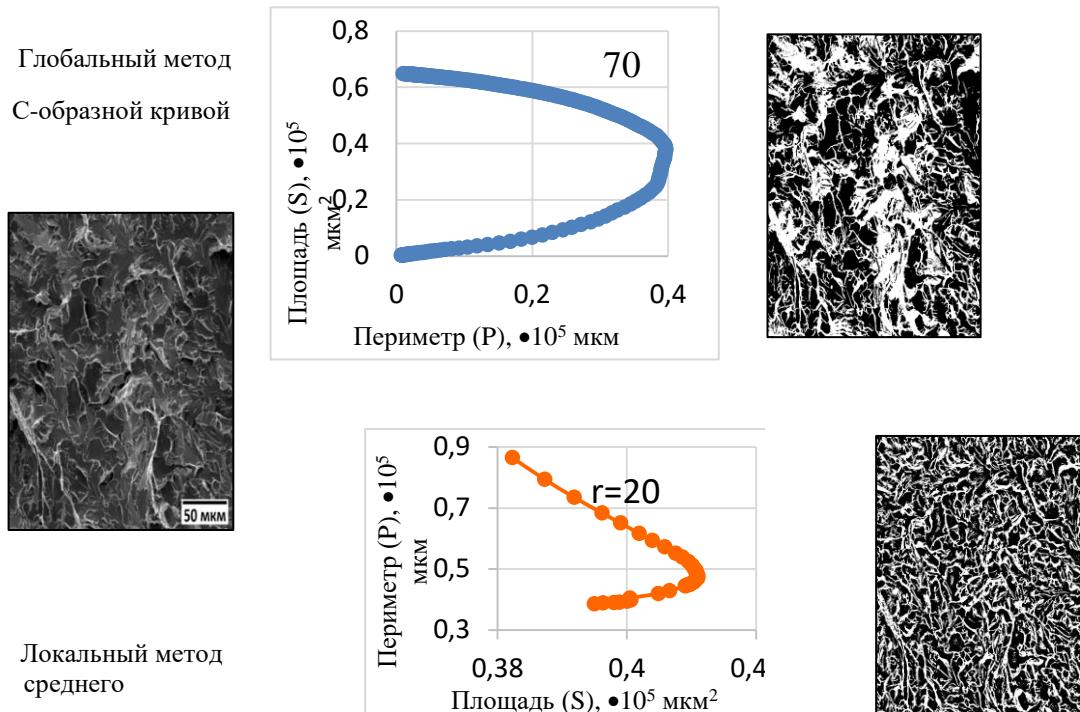


Рис. 3. Сопоставление результатов применения метода С-образной кривой и локального метода бинаризации применимо к изображению хрупкого излома листовой стали 09Г2С

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. Это найдет свое отражение в конечных результатах измерения строения структур. Масштаб возможных различий дает сопоставление результатов измерения строения трех типичных структур в металловедении (изображения дендритной структуры, феррит-перлитной полосчатости в микроструктуре и НВ на нетравленом металлографическом шлифе) после применения трех методов бинаризации: ОЦУ, среднего и локального среднего (табл. 2). 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 40 раз (при несурзном верхнем значении, лишенном здравого смысла), этому соответствовало и изменение количества частиц – в 43 раза.

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. И такие алгоритмы, скорее всего, должны определяться для каждого типа структур отдельно.

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,ключающего 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. Её выбор также 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 – для обоснованного выделения информативных элементов.

Табл. 2. Разброс значений геометрических параметров объектов изображений разнородных структур в сталях в зависимости от выбора метода бинаризации

Тип структуры	Метод измерения параметра	Параметры объектов	Метод бинаризации		
			Оцу	Среднего	Локального среднего
Дендритная	Секущих площадей	Поперечник дендритов $\langle d \rangle$, мкм	$6,1 \pm 0,8$	$7,6 \pm 1,0$	$1,5 \pm 0,1$
		Объемная доля, %	66,6	59,6	63,9
		Средняя площадь $\langle S \rangle$, мкм ²	$31,8 \pm 6,4$	$30,5 \pm 3,8$	$11,9 \pm 2,1$
		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	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 Λ , мкм	$12,3 \pm 1,7$	$7,6 \pm 0,8$	$1,7 \pm 0,1$
НВ	площадей	Объемная доля V, %	1,5	57,1	44,9
		Средняя площадь $\langle S_i \rangle$, мм ²	$0,025 \pm 0,002$	$0,006 \pm 0,001$	$0,019 \pm 0,002$
		Количество объектов, шт	260	11180	10242
		Средний периметр $\langle P_i \rangle$, мм	$0,48 \pm 0,02$	$0,21 \pm 0,01$	$0,65 \pm 0,05$
		Плотность ρ , шт/мм ²	0,6	103,1	23,6

Рассматриваемые изображения структур представляли собой варианты: «структурная составляющая - фон» (НВ на нетравленом металлографическом шлифе), или «элемент структуры 1 – элемент структуры 2» (оси дендритов и межосевое пространство). Однако нередко на изображении структур есть несколько структурных составляющих, отличающихся своим уровнем интенсивности яркости и геометрией строения.

В таких случаях на С-образной кривой, наблюдается несколько плавных перегибов на прямых скейлинга, отвечающие смене закономерностей формирования изображений отдельных структурных составляющих (рис. 4) [9,22*]. Экстремумы перегибов, точки кроссовера – критерии для выбора уровня бинаризации при выделении отдельных структурных составляющих на изображении структуры. возможность выделения отдельных составляющих структуры для их измерения.

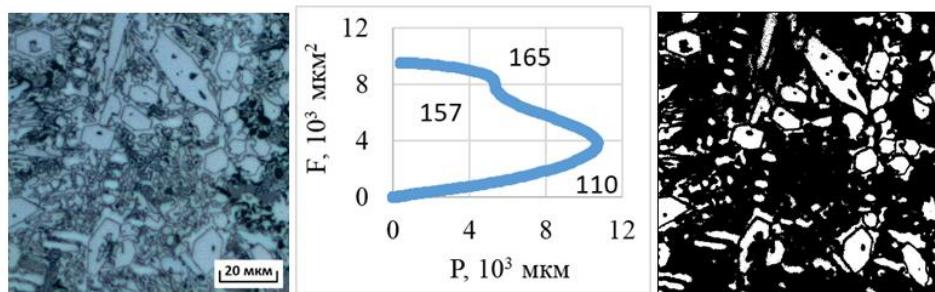
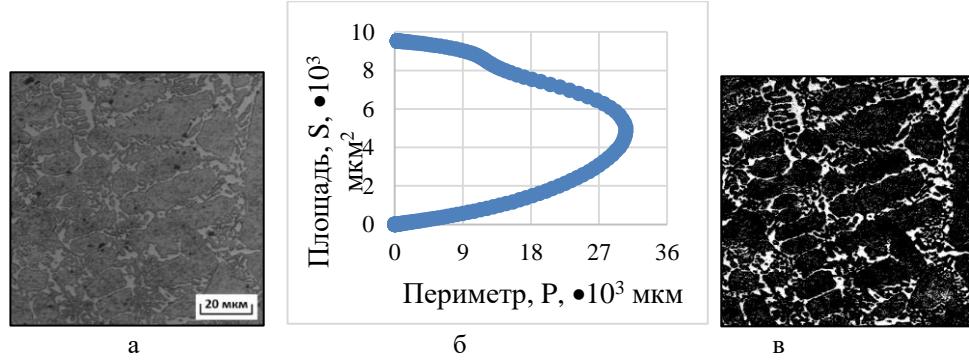


Рис. 4. Процедура перевода изображений изображения структуры твердого слоя в бинарное (порог бинаризации - 157) на основе построения С-образной кривой

Эффективность метода С-кривой оказалась эффективной при бинаризации изображения дендритной структуры твердого сплава с небольшим размахом яркости в паре «дендрит - фон», (непреднамеренный low key) [19*]. Бинарное изображение достаточно четко воспроизвело контуры исходного дендритного рисунка, в какой-то мере сделав его даже лучше, чем в оригинале.



а – первичное изображение (твердый сплав); б – С-образная кривая; в – бинарное изображение
Рис. 5. Применение метода С-образной кривой для реконструкции дендритного рисунка на затемненном изображении (твердый сплав для наплавок рабочих органов почвообрабатывающих машин)

При анализе поля яркости изображений структур, где есть достаточно большое различие в уровнях интенсивности яркости структурных составляющих был также апробирован иной подход к выявлению пороговых значений бинаризации – на основе сопоставления интенсивности яркости B_{ji} по каждому элементу структуры. С этой целью проводили секущие в областях, соответствующих элементам структуры однотипной природы, выбранным случайным образом (рис. 6а) [41*]. Статистика распределения значений интенсивности яркости B_{ji} по каждому элементу структуры (рис. 6б), достаточная для построения соответствующих гистограмм (диаграмм) распределения значений B_{ji} . Их совмещение в единой системе координат (рис. 6в) давало пороговый уровень серого (бинаризации) – точка, где происходило пересечение диаграмм их интенсивностей и бинарное изображение (рис. 6г).

Многообразие существующих алгоритмов бинаризации, например [7], 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.

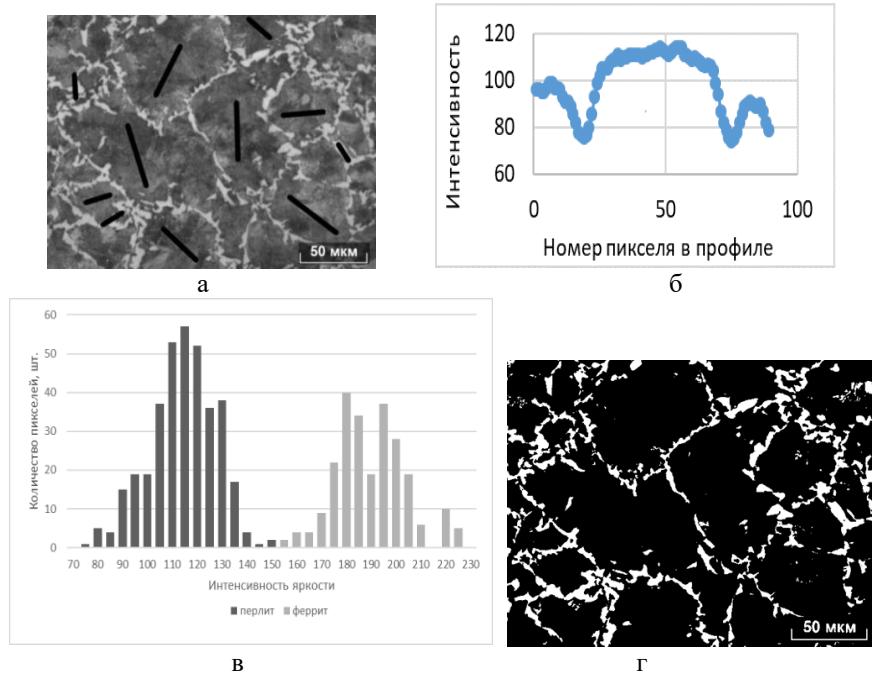


Рис. 6. Бинаризация изображения феррит-перлитной микроструктуры в низколегированной стали (а) на основе поэлементного накопления данных об распределении интенсивности яркости на светлых и темных (б) объектах (по случайнм секущим, см поз. «а») и последующего сопоставления их диаграмм распределения (в) для нахождения точки их пересечения – порогового значения для построения бинарного изображения (в)

В этой связи полезно представление изображений 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 в 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 «НВ – фон».

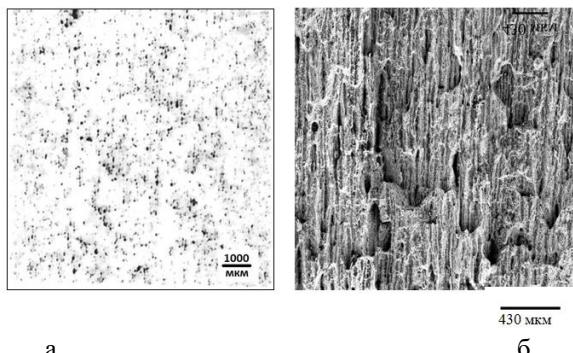
При количественном анализе изображений структур и изломов большое значение играет удаление шумов, сопоставимых по интенсивности яркости со структурными составляющими, но отличающимися от них размерами и, реже, формой. С этой целью представляется полезным применение последовательно проводимых процедур:

- эрозия – равномерное со всех сторон уменьшение размеров элементов изображения;
- дилатация (последующая за эрозией) – обратное пошаговое (шаг соответствует одному пикселу) восстановление размеров элементов.

Этот прием был эффективен при анализе изображений сохранившейся дендритной структуры в крупных поковках из улучшаемой стали 38ХН3МФА [37*], в зонах ликвации с грубыми равноосными дендритами, на которых наблюдались «наросты», отдаленно напоминающие зародыши осей первого, возможно второго порядка. 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.

При количественной оценке серного отпечатка по Бауману, 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, а также по уменьшению их периметра при слиянии вследствие дилатации [1*]. Однако, из более десятка фильтров в графическом редакторе Adobe PhotoshopTM, реализующих процедуру различных схем дилатации, лишь 3 – 4 позволяют реализовать процедуру с учётом географии размещения пятен.

Однако их применение не привело к результату при описании морфологии серного отпечатка в листе из стали 16Г2АФ (рис. 9), где в его структуре угадывалась слабо выраженная ориентация темных пятен вдоль направления прокатки. Её наличие подтвердили нитки сульфидов (или их «обрывки») суммарной длиной от 100 – 300 до 1000 мкм и более (поперечником приблизительно 2 мкм), наблюдавшиеся в изломе, который представлял собой последовательное чередование мезо выступов и впадин, вытянутых вдоль направления прокатки (шифераобразный 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. 9б), 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 вида излома.



а - серный отпечаток по Бауману; б) сопутствующий шиферообразный излом

Рис. 9. Морфология серного отпечатка и излома листовой стали 16Г2АФ при идентичной ориентации изображений - относительно направления прокатки (по вертикали рисунка)

Факторы, определяющие воспроизводимость результатов измерений.

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. Выбор методов устранения (Фурье - преобразование, гамма-коррекция, медианный фильтр, SSR и др.) определяется спецификой отклонения освещенности изображения от равномерного, а также морфологией структуры.

Существенно также влияние времени травления на геометрию структуры. Измерение площадей составляющих структуры при его увеличении не всегда может достоверно оценить достоверно различия в строении информативных объектов вследствие их возможного слияния. В таких случаях предпочтительнее получение их линейных характеристик. Для сопоставления двух массивов результатов измерений n_1 и n_2 некоторого параметра ξ 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 по критерию Стьюдента. Однако его использование, применимо к параметрам геометрии микроструктуры, может быть не всегда корректно с учетом вида распределения часто отличного от нормального [10*], что подтверждает использование критерия Смирнова [8*].

Во многих случаях, например, в трубной стали категории прочности K65 [2] увеличение времени выдержки при травлении может привести к снижению различий в уровне интенсивности яркости базовых структурных составляющих феррита и бейнита, снижению различий в их уровне интенсивности яркости, что может затруднить их разделение. В этой связи, при оценке влияния травления на поле яркости изображения структур и последующего выделения информативных параметров структуры, важно понимание результатов воздействия травителя на структуру.

С этой целью были проанализированы результаты травления по штатным процедурам образцов из листа (сталь 08Ю в состоянии поставки); проката из стали 40Х2Н2МА после закалки с 1200 °C, 1100 °C и 850 °C, последующего часового отпуска при 200 °C; трубных сталей категорий прочности K56 и K65 (типа 09Г2С и 06Г2НДБ, 06Г2МФБ, в соответствии с ГОСТ 19282, ГОСТ Р ИСО 3183 и API 5L), полученные в рамках существующих технологий, [2,26*].

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) и соответствующей пробоподготовке [26*].

Для уточнения морфологии микроструктур, наблюдаемых в световом 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.

В частности, для стали 08Ю первичное изображение структуры зафиксировало неравномерность яркости зерен феррита B_i (рис. 7а). Уже сканирующая электронная микроскопия указывает (рис. 7б), что это может быть связано с различием в высотах элементарных площадок, соответствующих сечению зерна различной кристаллографической ориентировки (рис. 7в) плоскостью шлифа.

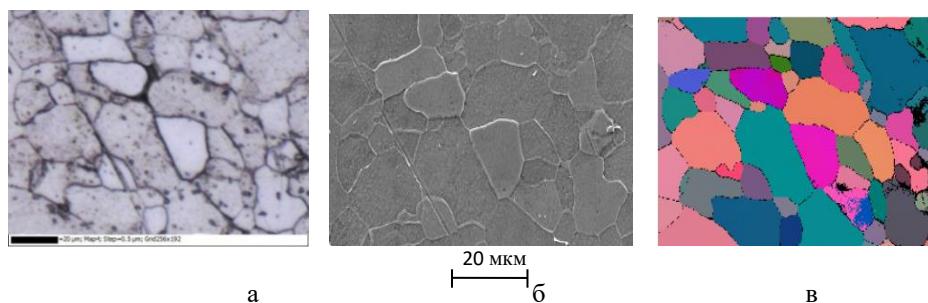


Рис. 7. Изображения микроструктуры стали 08Ю, полученные средствами световой (а), сканирующей (б) микроскопии и EBSD анализа - карта ориентировок отдельных кристаллитов (в) на одном поле зрения шлифа

Из 3D-изображений рельефа поверхности, полученных по измерениям в ACM, можно оценить распределение высот его профиля (после вычитания трендов, связанных с наклоном макроплоскости шлифа) вдоль заданных секущих в том же поле зрения (рис. 8 а, б) и перепада высот. 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. 8в). Очевидно, что масштаб перепада их высот связан с различием в сопротивлении отдельных зерен воздействию травителя, которое, как это следует из карт EBSD (см. рис. 8 в), определяется ориентировкой зерен относительно плоскости шлифа.

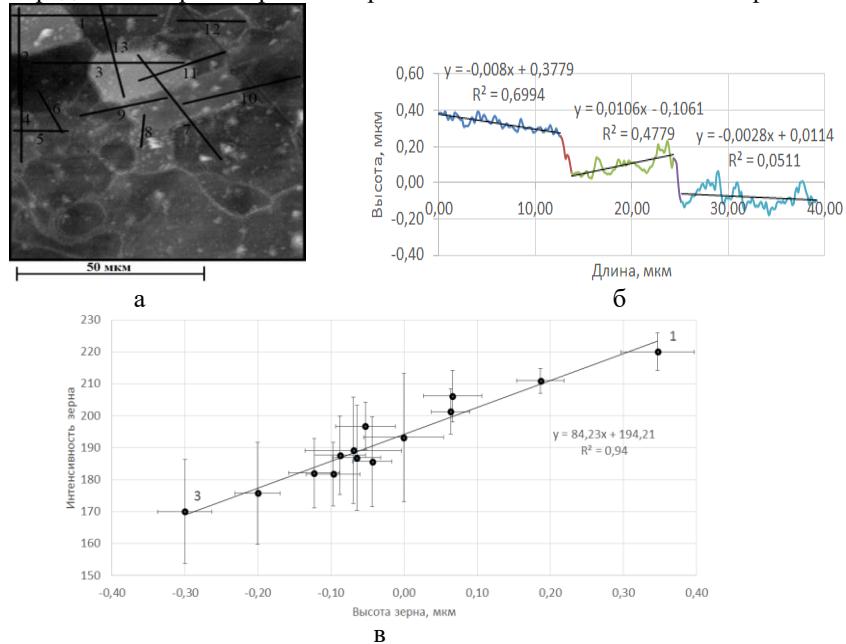


Рис. 8. Профили высот вдоль секущих, выделенных на 2D-изображении микроструктуры из стали 08Ю (а), полученные по измерениям в атомно-силовом микроскопе - вдоль секущей 7 (б) и взаимосвязь интенсивности яркости отдельных зерен феррита и перепада их высот

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. 12. а,б). Граница бывших зерен аустенита представляет собой типичную канавку травления, глубина которой в 1,5-4 раза превышает масштаб шероховатости тела зерна (рис. 9.г).

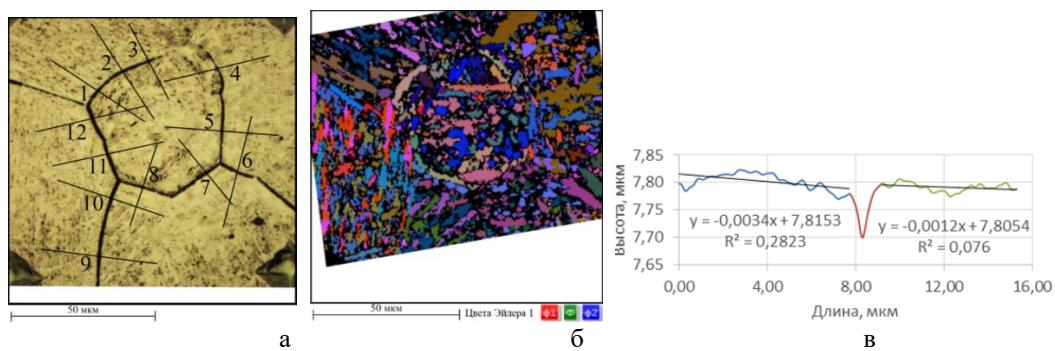
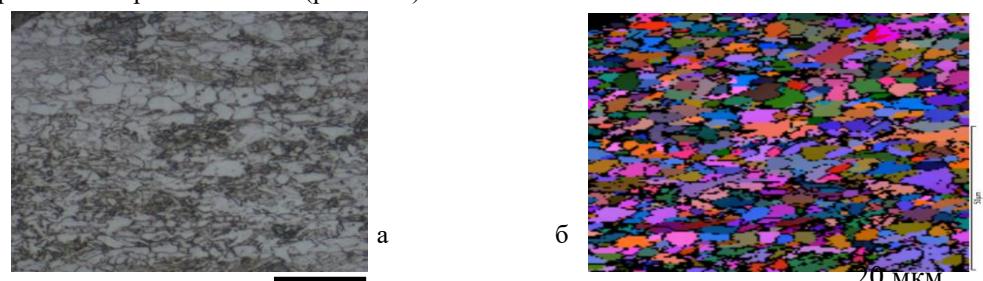


Рис. 9. Изображение зерна аустенита стали 40Х2Н2МА (закалка с 850 °С, отпуск 200 °С, 1 час.), полученных средствами световой (а) микроскопии, карты ориентировок кристаллитов - EBSD анализа (б) на одном поле зрения шлифа и профиль стыка двух зерен – средствами ACM (в)

Более сложная идентификация структурных составляющих в трубных сталях категории прочности X80 и выше [2]. Одним из факторов, обеспечивающим разделение структурных составляющих, является их интенсивность яркости (рис. 10а). Карта EBSD, полученная с этого же поля зрения, показала, что световая микроскопия (рис. 10б) удовлетворительно воспроизводит поликристаллическое строение металла. Перепад рельефа (по измерениям в ACM) также связан с интенсивностью яркости изображения в СМ (рис. 10 в).



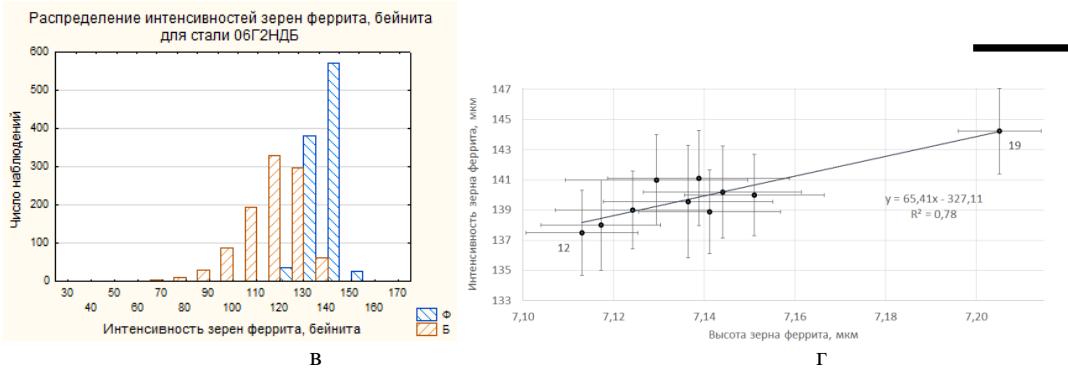


Рис. 10. Изображение структуры трубной стали категории прочности К65 в световом микроскопе (а) и его карта EBSD (б), распределение значений интенсивности яркости светлой (феррит) и темной составляющей (бейнит) (в) и взаимосвязь высот рельефа шлифа на том же поле зрения с соответствующим изменением интенсивности их яркости (по прямым измерениям в ACM) (г)

Однако в отдельных случаях гистограммы распределения интенсивностей яркости феррита B_f и бейнита B_b 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 характеризуется повышенной плотностью дислокаций [2], что придаст ему темные оттенки на оптическом изображении.

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. 11 а,б).

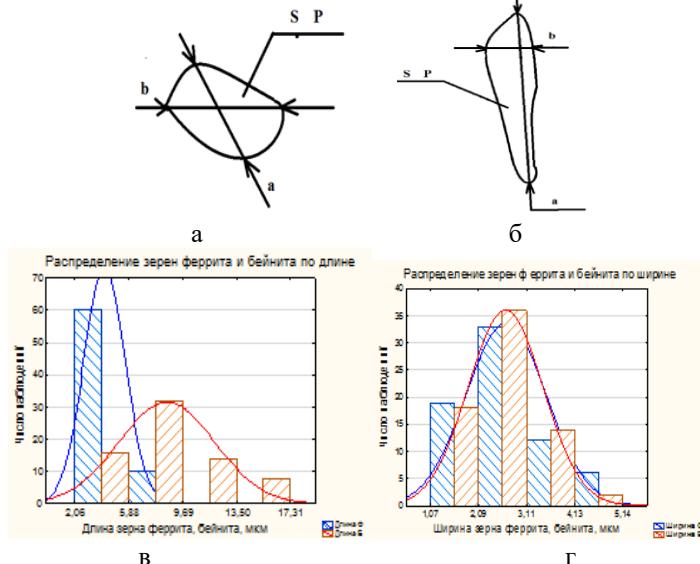


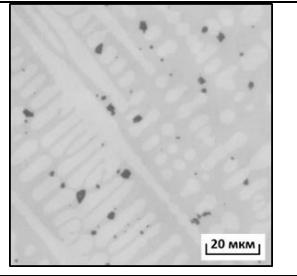
Рис. 11. Разделение элементов микроструктуры на равноосные (а) и вытянутые (б) по измерению длин (в) и ширин (г) фрагментов феррита и бейнита (синяя штриховка), сталь 06Г2МФБ

Полезной может оказаться оценка не только вытянутости структурных составляющих, но и их формы, в частности, в связи с необходимостью разделения в структуре полигонального и квазиполигонального феррита, зерна которого имеют неправильную форму и «рваные» границы [11]. Это, например, может быть реализовано с использованием параметра формы, процедура определения которого включена во многие программные продукты.

Статистика наблюдений геометрии строения границ раздела основных структурных составляющих трубных сталей: «феррит – феррит» и «феррит - бейнит» (рис. 15а,б) показала, что зерна феррита, вне зависимости от их морфологии, как и в стали 08Ю лежат в различных плоскостях границ раздела «феррит – феррит» [26]. Граница между зерном квазиполигонального феррита и гранулярного бейнита также может представлять собой ступеньку. Это означает, что различиям в интенсивности яркости можно достаточно объективно оценить строение микроструктуры в трубных сталях.

Роль оптического увеличения. Оптимальное увеличение необходимо для выделения ключевых элементов структур, определения их конфигурации. Сопоставление однотипных структур, полученных при различных увеличениях не составит труда для опытного металлографа. 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, разделение бывших объектов). Это внесет изменения в результаты и затруднит сопоставление изображений. Для изображений светлых и темных объектов (упрочняющие частицы) на металлографических шлифах твердых сплавов (для наплавок) было показано, что повышение увеличения от 50, 100, 200, 500 и до 1000 крат на одних и тех же, равных по площади, полях зрения (без удаления шумов) [41*] привело к появлению более мелких объектов изображения и снижению их среднего размера (табл. 3). Надежность их опознания при увеличении 100, 200 и 500 крат для поперечника: 10, 5 и 2 мкм соответственно, отсюда уровень фильтрации шумов: менее 100, 25 и 4 мкм² соответственно. Для получения сопоставимых результатов минимальный размер объектов S был ограничен уровнем $S>100$ мкм². Такое сопоставление показало, что с каждым шагом оптического увеличения средние размеры светлых и темных объектов (поперечники и площади соответственно) уменьшаются, периметр же может увеличиваться в связи с более детальной прорисовкой границ. 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, и может привести при формальном использовании метода секущих к появлению «новых» объектов.

Табл. 3. Изменение среднего размера $\langle d \rangle$ светлых объектов на изображении структуры твердого сплава в зависимости от кратности увеличения и уровня фильтрации

Уровень фильтрации шумов, мкм ²	Средний размер объектов (мкм) при фиксированном увеличении (измерение по методу секущих)			Вид структуры
	100 крат	200 крат	500 крат	
0	8,21 ± 0,74	4,29 ± 0,40	1,82 ± 0,15	
×100 (< 100); ×200 (< 25) ×500 (< 4)	12,30 ± 1,59	7,61 ± 0,75	4,04 ± 0,41	
< 100	12,30 ± 1,59	9,29 ± 1,13	4,73 ± 0,56	

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

Масштаб измерений. Очевидно, что масштаб измерений определяет воспроизводимость и сопоставимость получаемых результатов. 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 - 15×30 мм, а в ГОСТ 5639-82 «Методы выявления и определения величины зерна» рекомендована площадь шлифа - не менее 1 см² на одном образце (при отсутствии иных указаний в нормативно-технической документации).

Безусловно, данное обстоятельство остается актуальным и при работе с цифровыми изображениями структур. Ранее [13*] роль масштаба измерения была показана при измерении дендритной структуры крупных поковок из стали 38ХН3МФА. Получение необходимого объема измерений важно и при анализе структур меньших масштабов неоднородности, например, феррит-перлитной полосчатости в микроструктуре листовой стали 09Г2С [27*] в т.ч. для получения устойчивых значений статистических характеристик распределений значений параметров (табл.4).

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. Это обстоятельство, в частности, позволило показать низкую эффективность применения фрактальной размерности для ранжировки изломов [6*]. В целом, это еще раз подтверждает необходимость обоснования объема цифровых измерений, обеспечивающих достоверность и воспроизводимость результатов. важность учета факторов, связанных с получением цифровых изображений структур и изломов для обеспечения воспроизводимости и сопоставимости результатов их измерения.

Табл. 4. Сводная таблица значений коэффициентов асимметрии и эксцесса изображений с различным масштабом феррит-перлитной полосчатости в микроструктуре, $\times 200$

Масштаб полосчатости	Коэффициент эксцесса				Коэффициент асимметрии			
	Область неустойчивых значений		Область устойчивых значений (минимальный размер поля зрения)		Область неустойчивых значений		Область устойчивых значений (минимальный размер поля зрения)	
	Размер зерна феррита	Шаг полос перлита	Размер зерна феррита, мкм	Шаг полос перлита, мкм	Размер зерна феррита	Шаг полос перлита	Размер зерна феррита мкм	Шаг полос перлита, мкм
Не 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)

Исследование статистической природы изображений эталонных шкал

Многообразие структур на практике нормируется сравнением с эталонными шкалами. У эталонных шкал «баллов» ГОСТ эмпирическая природа. Как правило, это трудно формализуемый комплексный показатель. Цифровизация делает возможным быстрые документированные измерения структур, что позволяет оценить статистику измерений, в том числе для их сопоставления с эталонами шкал ГОСТ. Однако какова статистика эталонов, неизвестно.

С этой целью были исследованы 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 феррит-перлитной структуры), ГОСТ 1778–Металлографические методы определения неметаллических включений (Раздел 1. Балльная оценка). В качестве базового увеличения в соответствии с вышеупомянутыми 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 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 мм^2 (в масштабе образца).

Изображения эталонов представляли собой, как правило, поле яркости в оттенках серого, поэтому к ним применялись выработанные цифровые процедуры. При объединении смежных пикселов в отдельный элемент изображения применялся принцип четырехсвязности – наличие только четырех соседей (по горизонтали и вертикали). Необходимость в выравнивании яркости изображения в поле зрения и фильтрации практически исключил их эталонный статус.

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 полигонов Вороного, определяли их площади и расстояния между центрами смежных полигонов (центры тяжести элементов) [18*].

В исследуемых вариантах воспроизводимость измерений (и ошибки средних) зависела от их количества, которое в пределах поля измерений (базового при $\times 100$) определялось, в частности, дисперсностью элементов структуры [31*].

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. 12). Ее наличие – признак подобия геометрии включений на различных эталонных изображениях.

Для оценки статистики распределения значений параметров структуры изображений шкал оценивали величины коэффициентов асимметрии A_s и эксцесса E_x (рис. 13).

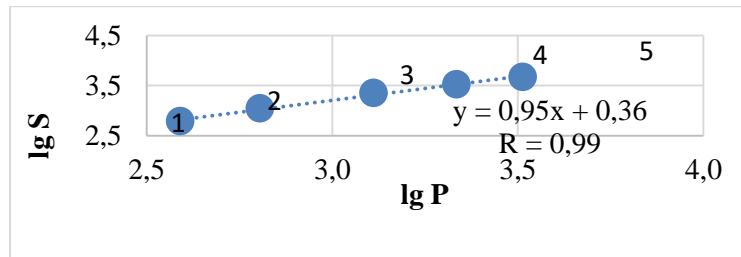
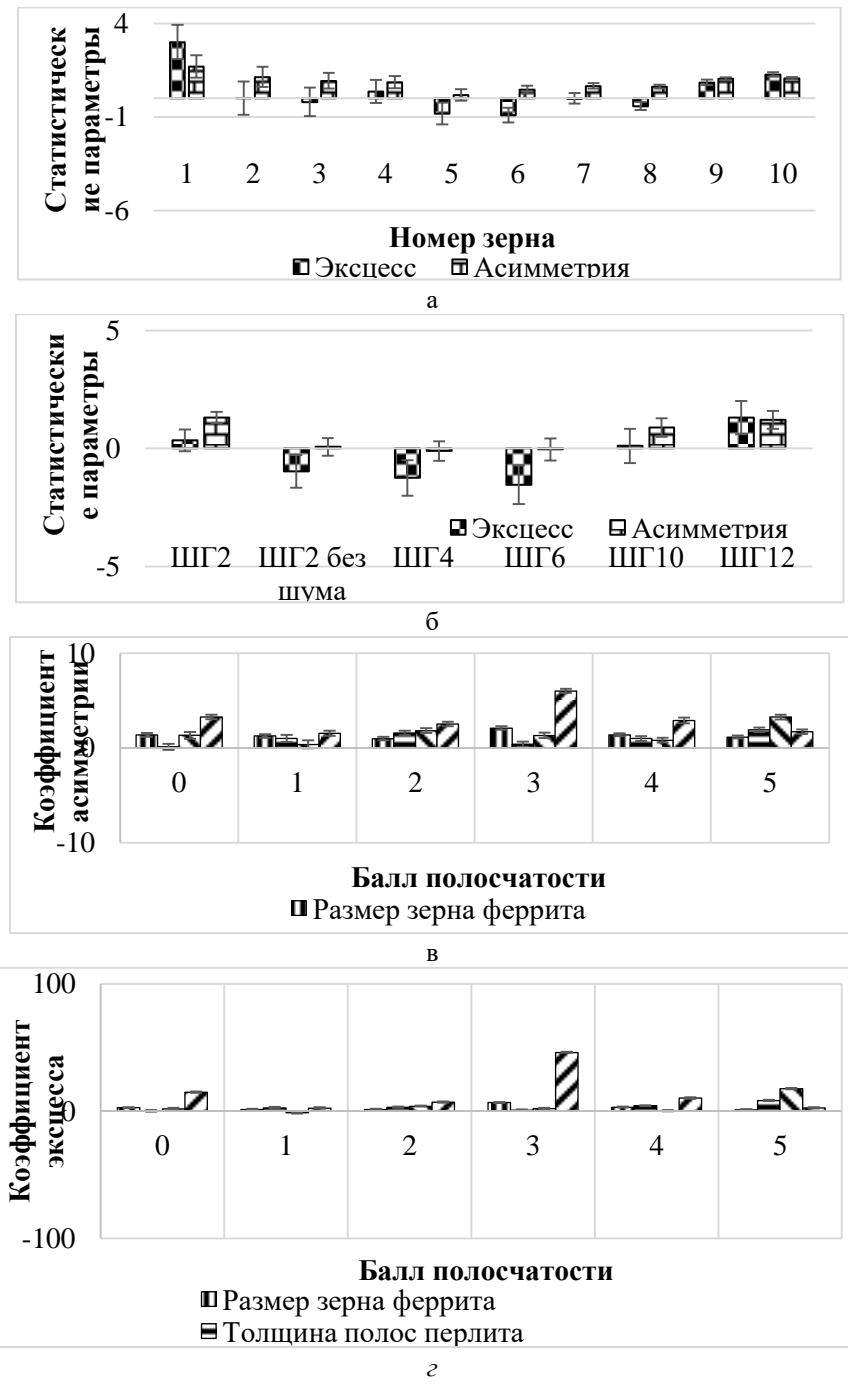


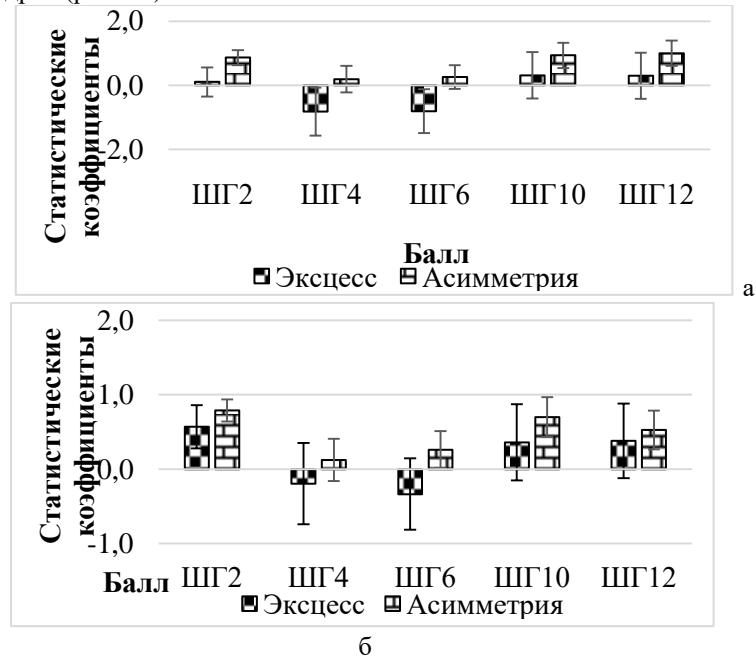
Рис. 12. Соотношение суммарной площади S неметаллических включений и их периметра P .
Шкала – нитриды точечные, ГОСТ 1778



а – ГОСТ 5639; б – ГОСТ 3443, шкала 3Г; в, г – параметры полосчатости (ГОСТ 5640, ряд Б)
Рис. 13. Статистические характеристики распределения параметров геометрии изображений структур, соответствующих шкалам ГОСТ

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 указывает на различие статистической природы

изображений, в т.ч. отличие от нормального распределения. Статистика полиэдров Вороного показала неоднородность размещения объектов точечной природы на эталонных изображениях. Наблюдался достаточно широкий разброс значений коэффициентов асимметрии их площадей и расстояний между центрами соседних полиэдров (рис. 14).



а, б – коэффициенты распределений площадей полиэдров, расстояний между центрами тяжести графитовых включений

Рис. 14. Статистика морфологии изображений эталонов шкалы ЗГ, ГОСТ 3443, на основе полиэдров Вороного

В этой связи, 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 непринятие во внимание вида распределения при использовании количественных измерений может привести к получению значимо отличающихся результатов при сопоставлении изображений, соответствующих различным номерам шкал стандартов.

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. Это также важно иметь в виду при разработке программных решений, направленных на проведение автоматизированных измерений и сопоставлений структур с эталонными изображениями.

В целом, результаты, полученные в данном разделе, представляют собой научно-методическую основу необходимую для выработки подходов к подготовке цифровых изображений (включая их получение) структур и изломов, обеспечивающих получение при их последующих измерениях воспроизводимых и сопоставимых результатов. На основе предлагаемых подходов к цифровизации измерений структур и изломов 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.

В главе 3 исследованы возможности оценки сопротивления разрушению (склонности к хрупкому разрушению и трещиностойкости) материалов, как среды с неоднородной структурой

Определение склонности к хрупкому разрушению. Границы применения ударной вязкости существенно расширились, начиная с 1936 г., когда Н.Н. Давиденков, предложил «серийные испытания», продлил их в сторону отрицательных значений температур. 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 [1].

ГОСТ 9454, регламентирующий испытания, не оговаривает объем экспериментального материала, число образцов на точку, интервал и шаг температур испытания, способ построения серийной кривой. В этой связи актуальной является задача объективной оценки небольших смещений серийных кривых в т.ч в связи с различиями в строении разномасштабных структур.

Снижению ударной вязкости (при переходе к отрицательным температурам испытания) сопутствует увеличение доли хрупкой составляющей в изломе [1]. В норме, это транскристаллитное

(квазискол и/или скол) разрушение, при наличии примесей фосфора, сурьмы, олова и мышьяка – возможно зернограничное разрушение (ЗГР). Поэтому нередко по доле хрупкой составляющей в изломе оценивают хладостойкость стали. Однако доля хрупкой составляющей не всегда 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 хрупкой составляющей в изломе (рис. 15) [5*].

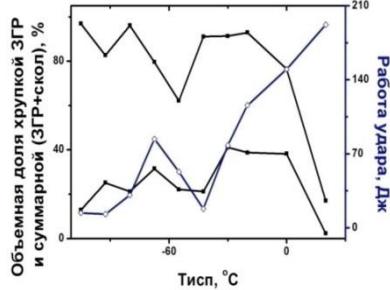


Рис. 15. Соотношение работы разрушения и доли хрупкого разрушения в изломе

Показано, что помимо масштаба доли хрупкого разрушения в изломе на снижение работы разрушения оказывает влияние его морфология. Степень охрупчивания была выше, при прочих равных (доля хрупкого разрушения), если это были не случайным образом рассеянные по излому отдельные зернограничные фасетки, а их скопления (кластеры). Из известного соотношения критического размера трещины d_c : $d \geq d_c = \pi(K_{IC}/\sigma_v)^2/2$ и K_{IC} (величина критического коэффициента интенсивности напряжений при плоской деформации) следует, 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, обычно дальние последствия ликвации [1].

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 из принципа максимума правдоподобия [6] обеспечивается минимумом нормированной суммы квадратов отклонений $Z(\mathbf{a}, t_i)$ от измеренных $z(t_i)$:

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

Степень аппроксимации в целом оценивает остаточная дисперсия:

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

Ошибки σ_{kk} параметров a_k вычисляют, задавая поочередно каждому из a_k такое приращение σ_{kk} , чтобы сумма квадратов (1) достигла уровня

$$M(\mathbf{a}, \sigma_{kk}) / M_{min}(\mathbf{a}, 0) = 1 + 1/(n-m) \quad (3)$$

Такие оценки эффективны, так как имеют наименьшую дисперсию из всех возможных при любых способах решения [6]. 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 Δ_k отлично от нуля с вероятностью (неравенство Чебышева)

$$p \geq (1 - 1/\tau^2) \quad (4)$$

Достоверность различия повышается с увеличением числа образцов n в (4): $\tau^2 \sim n$.

В работе использовали простейшее описание серийных кривых ударной вязкости [3]:

$$Z(t) = (A+B)/2 + [(B-A)/2] \operatorname{th}[(t-T)/C] \quad (5)$$

которое содержит четыре независимых параметра: A – нижняя полка серийной 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, позволило внести в их описание количественные меры. Эффективность такого подхода была оценена в работе при сопоставлении хладноломкости сталей широкого сортамента [12*]: крупных поковок из улучшаемой стали 38ХН3МФА проката из стали 40Х2Н2МА, корпусной стали 15Х2НМФА для атомных реакторов, листа из трубных сталей [12].

Так, наличие однородной микроструктуры (сорбит отпуска) и 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. Для надежного сопоставления вариантов было достаточно 14 – 18 образцов, испытанных в интервале температур от +20 до –196 °C.

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.

В крупных поковках из улучшаемой стали типа 38ХН3МФА-Ш с сохранившейся литой структурой, повышенный разброс вязкости наблюдался при всех температурах испытания. 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 (-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 серийных испытаниях неизбежно приводит к существенному разбросу значений вязкости практически при всех температурах.

Серийные ударные испытания, воспроизводя тот же вид излома, что и в эксплуатации, могут быть полезны при аттестации качества высокопрочных трубных сталей категории прочности К65 (X80) и выше. Обработка результатов серийных ударных испытаний в интервале температур от –196 до 20 °C образцов Шарпи стали класса прочности X80 (К65) восьми композиций состава с использованием принципа максимума правдоподобия позволила, в частности, оценить масштаб возможных различий хладноломкости. Показано, что в пределах одного класса прочности трубных сталей (X80) возможен разброс температур вязко-хрупкого перехода от –29 до –108 °C [12*]. Размах вязкости ($\Delta KV = KV_{\max} - KV_{\min}$) на верхней полке при этом составил 216 Дж.

Показано, что при оценке значимости различий серийных кривых трубных сталей существенное значение играет интервал температур испытаний (и число испытанных образцов). Его ограничение снизу температурой испытания – 90 °C вместо –196 °C может существенно изменить параметры сериальной кривой, повысив, в частности, значение температуры вязко-хрупкого перехода. В частности, для трех составов A, D и H (из 8-ми) такие изменения составили 7, 19 и 29 °C соответственно. 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 серийных кривых, построенных исходя из принципа максимума правдоподобия, и различиям в риске прогноза хладноломкости. Для повышения объективности прогноза хладостойкости высокопрочных трубных сталей, ранжировки различных вариантов (например, производителей), оценки технологических мероприятий, направленных на повышение их качества, необходимо понижение температур испытания до –196 °C (в сравнении с существующими нормами).

При развитой неоднородности разномасштабных структур, малом объеме экспериментального материала, при наличии аномалий структур в сталях, сплавах, сварных соединениях, может оказаться полезным измерение хладноломкости на малом объеме экспериментального материала (2 см^3) с использованием набора неразрезных микрообразцов (габариты которых сопоставимы с масштабом структурной неоднородности) и измерений пиковской амплитуды акустической эмиссии (АЭ) [5]. 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.

Определение трещиностойкости. Интенсивное развитие механики разрушения в середине прошлого столетия основывалось на достижении понимания о том, что материал является средой с дефектами трещиноподобного типа (включая сопутствующее этому развитие дислокационных представлений) и не представляет собой континуум. Применение критического коэффициента интенсивности напряжений при плоской деформации K_{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 для вязких материалов габариты заготовки (проката, сечения поковки) делали невозможным изготовление образцов приемлемых размеров (для корректного нахождения K_{IC}) в принципе. В целом, это определило интерес к развитию нелинейной механики разрушения: появлению деформационного – критическое раскрытие трещины (crack tip opening displacement - $CTOD$) δ_c и энергетического (интеграл Черепанова-Райса - J -интеграл) критериев трещиностойкости [13].

Однако, достигнутый уровень практических решений в этой области (ГОСТ 25.506-85), фактически без изменений сохраняется уже в течение многих лет без ощутимого продвижения вперед. Однако ряд положений, отраженных в них, требует своего уточнения. Например, при вязком, скачкообразном механизме развития трещины, не вполне понятно, насколько оправдано определение параметра δ_c в момент достижения максимальной нагрузки при испытании, скорее всего её последующий спад можно интерпретировать как потерю несущей способности образца с трещиной, либо вследствие её подроста, либо потери пластической устойчивости, либо их совместного действия. Не ясно также, есть ли основания в выборе одного из таких скачков трещины в качестве начала критического развития трещины, не говоря уж о том, что в самом выражении для определения δ_c допущенная неточность сохраняется с момента появления стандарта...

Такие же причины осложнили возможности определения параметра δ_c в соответствии с моделью раскрытия трещины, предполагающей, что её раскрытие происходит вследствие вращения берегов трещины относительно некоторого центра (оси) вращения на основе выражения [35*]:

$$\delta_c = \frac{V_c}{1+n \frac{l+z}{B-l}} \quad (6)$$

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

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 [34*, 35*]. Отсюда высокий риск того, что определяемые значения критериев трещиностойкости – некоторое подобие 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.

Отсутствие представлений о закономерностях распространения вязкой трещины также сказывается на корректности определения – J -интеграла. В целом, это ограничивает применение характеристик трещиностойкости, несмотря на актуальность проблемы для многих отраслей промышленности. Для решения проблемы необходим переход к рассмотрению разрушения как процесса, протекающего в среде с разномасштабной, неоднородной структурой. С целью выявления закономерностей разрушения важны количественные оценки неоднородности структур и изломов, использование для этого специальных быстродействующих, цифровых процедур. Цифровизация измерений морфологии излома полезна и при реконструкции истории развития трещины и её сопоставлении с результатами прямого наблюдения кинетики роста вязкой трещины по измерениям - АЭ (*in situ*), выявления критических моментов в её развитии с привязкой к структуре.

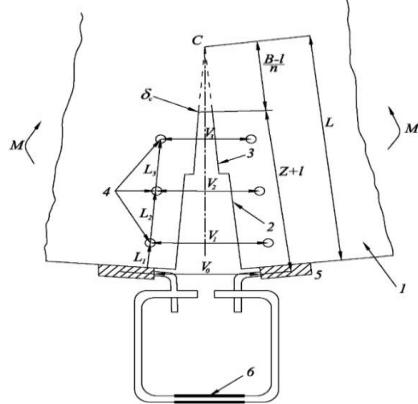
В качестве объектов исследования были использованы образцы тип 4 ГОСТ 25.506-85) размерами $10 \times 20 \times 120$ мм из улучшаемых сталей типа 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА полученных в соответствии со штатными технологиями [1,45*].

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 (δ_c, J_c) оценивали по ГОСТ 25.506-85 в соответствии с выражениями (6) [как для варианта учета величины условного коэффициента интенсивности напряжений в виде K^*_c , так и $(K^*_c)^2$] и (7). Величину δ_c определяли также в соответствии выражением (6).

$$J_c = \frac{(1-\mu^2) \cdot K_c^{*2}}{E} + \frac{A_p C}{(b-l) \cdot t} \cdot \frac{\kappa}{k}, \quad (7)$$

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).

При определении δ_c в соответствии с выражением (6) (рис. 16) возможно определение величины δ_c в любой из точек переднего фронта, что немаловажно с учетом наблюдаемого эффекта туннелирования при развитии трещины отрыва [45*] и отклонения от 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 δ_c .



1 - образец; 2 - надрез; 3 - усталостная трещина; 4 – три пары отпечатков твердости вдоль надреза и усталостной трещины (для измерения смещения берегов трещины);
5-накладки для крепления датчика смещения (6)

Рис. 16. Определение δ_c в соответствии с моделью, предполагающей, что раскрытие трещины происходит путем вращения её берегов относительно центра (оси) вращения C , L – расстояние от центра вращения до нижней грани образца

Достоверность оценки δ_c в соответствии с (6) определяется: корректностью выбора величин V_c и n (характеризует положение центра вращения по высоте неразрушенной части образца), оценке необходимости учета подроста статической трещины Δl , сопутствующих этому изменениям кривизны её переднего фронта и степени его гладкости.

Исходя из геометрии раскрытия трещины расстояние между центром вращения её берегов и вершиной - $(B - l)/n$, тогда $n = (L - l)/(B-l)$, отсюда n можно определить, 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 видеокамерой Sony с разрешением 1920×1080 пикс) дала уравнение прямой.

Практически для всех образцов величины L_i статистически значимо не изменялись (в пределах испытания отдельных образцов). Диапазон изменений значений коэффициента $n_{\text{эксп}}$ 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 (применимо к длинам их усталостных трещин). Такой масштаб вариации $n_{\text{эксп}}$ (от 30% и более) подтверждает необходимость его экспериментального определения.

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, начиная с некоторого момента времени, практически единовременно во всем объеме ЗПД. В таком случае импульсы АЭ от единичных актов разрушения (срез перемычек 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 мезоскачуку трещины. Этому в изломе соответствуют ступени ломаной лестницы – результат зигзагообразного распространения трещины по «мезоскопическим» (в пределах многих зерен) полосам скольжения в своем поле [3].

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 t) и обрабатывали на базе платформы PXI, оборудования компании National Instruments и виртуальных приборов, в среде графического программирования LabVIEW [14]. Был использован усилитель 2/4/6 производства Physical Acoustics. Диаграммы « $P - V$ » и « $A - t$ » были синхронизированы по 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 % [45*]. 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. 17а). 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. 17б).

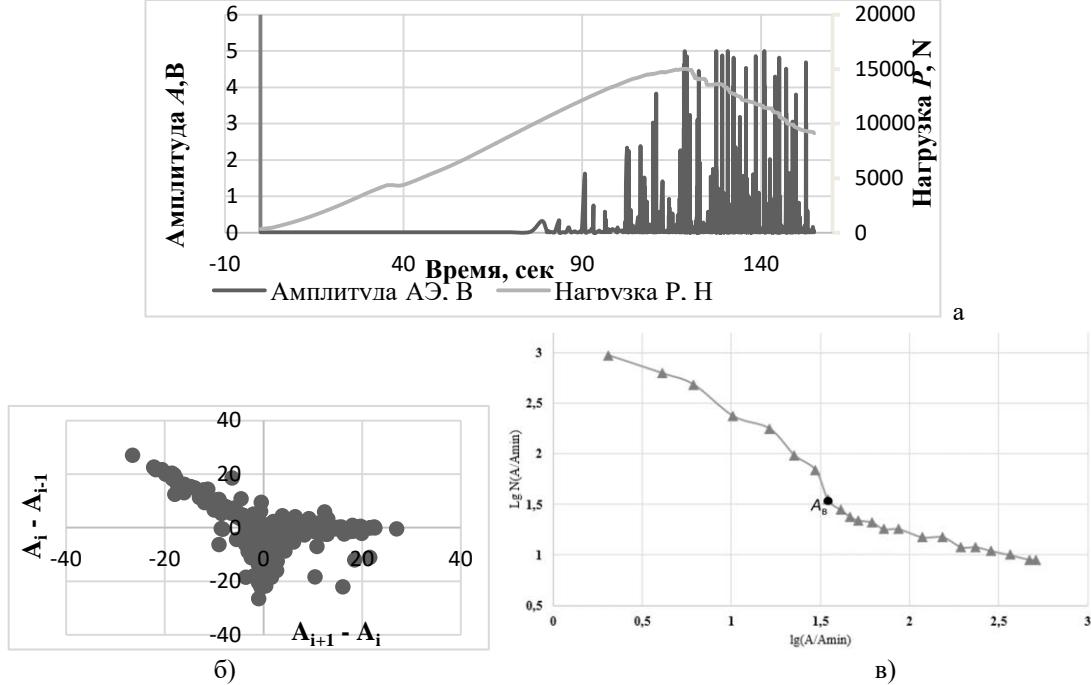


Рис. 17. Сигналы АЭ, полученные при разрушении образца из стали 38ХН3МФА-Ш, совмещенные с диаграммой « P - V » (а), соотношение разниц амплитуды A_i с A_{i+1} и A_{i-1} («перед» i - импульсом и «после» него) (б) и нормированное кумулятивное распределение их амплитуд A_i (в)

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. 17в). 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]. 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).

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» ($A_i \geq A_B$) и для «слабых» амплитуд ($A_i < A_B$). Накопление суммарных амплитуд начиналось на нелинейном участке диаграммы, до достижения максимальной нагрузки и сопровождалось линейным их нарастанием [45*].

Однообразное, скачкообразно повторяющееся распространение трещины должно было получить свое отражение в строении излома. Для этого 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») [30*].

Из каждой 3D-модели было выделено по 15 - 20 профилей изломов вдоль траектории распространения трещины, их низкочастотные составляющие (при наличии), не несущие информации о мезомеханизме развития трещины, исключали вычитанием полиномов оптимальной степени (при достижении минимума остаточной дисперсии). Полученные профили были представлены в виде ломаной лестницы, её ступени вытянуты вдоль фронта и попаременно отклонены от макроплоскости излома. Последовательное соединение максимумов и минимумов смежных ломаных лестниц (в единой системе координат) дало положение передних фронтов.

При этом, число наиболее мощных импульсов $A_j = (0,8 - 0,9)A_{\max}$ соответствовало выделенному в изломе количеству передних фронтов трещины. Накоплению суммарной амплитуды АЭ соответствовало

увеличение площади прироста трещины отрыва Наличие прямо пропорциональной зависимости – корректность предложенных процедур мониторинга роста статической трещины (*in situ* и *post mortem*).

Соответствие отдельных импульсов или серий импульсов скачкам вязкой трещины, было также подтверждено (также как и эффект туннелирования) для части образцов, остановкой нагружения после регистрации первых мощных *i*-импульсов ($N_i = 1 - 3$), разгрузкой образца и его последующим доломом, например, после охлаждения в жидким азоте. С ростом трещины кривизна переднего фронта изменялась, так, например, различие Δ между центральной его точкой (соответствует $\frac{1}{2}$ толщины образца) и крайними точками для образцов из стали 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА варьировалось в пределах от 0,06 - 0,73 и 0,25 - 0,40 мм соответственно [45*]. В какой мере тогда будет оправдано, предлагаемое нормативными документами усреднение длины трещины, не вполне понятно, особенно с учетом наблюдавшегося отклонения формы переднего фронта от гладкой.

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 показано, что достаточные основания для выделения какого-либо из скачков вязкой трещины в качестве критического отсутствовали, а максимальные значения нагрузки не отвечали критическому состоянию образца с трещиной.

Очевидно, что после образования «языка» трещины отрыва (при первом её скачке), величина утяжки, при её измерении *in situ* в вершине усталостной трещины будет характеризовать пластическую деформацию только боковых перемычек. Прекращение в части сечения перемычек сужения – их разрушение срезом. Таким образом, изменения утяжки могут дополнить результаты измерений АЭ и профилей изломов. 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 подобранном угле освещения боковой поверхности образца (светильник с гибким штативом) можно добиться того, что лунка будет соответствовать пятну с повышенным уровнем яркости (рис. 18 а, б). В процессе испытания пятно перемещалось по высоте образца (по измерениям координат его передней границы на видеоряде), что отражало последовательность формирования боковой перемычки из-за продвижения языка трещины.

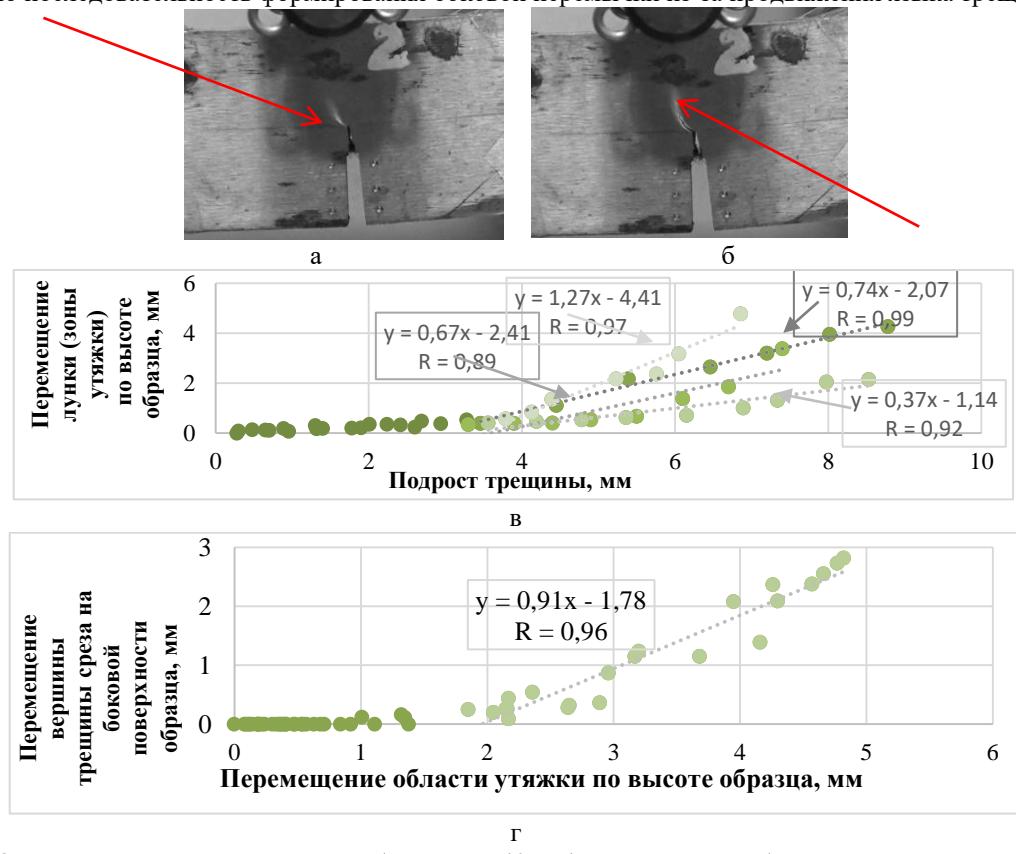


Рис. 18. Последовательные положения (с шагом - 40 сек) светлого пятна (лунки от поперечной утяжки указаны стрелками) на боковой грани образца – (а, б), взаимосвязь изменений его положения по высоте образца и соответствующего подроста трещины (по результатам реконструкции последовательных положений её переднего фронта в изломе – на дне макроупрочного квадрата, с привязкой к измерениям АЭ) (в), а также с разрушением боковых перемычек (г), сталь 38ХН3МФА-Ш

Взаимосвязь перемещения лунки утяжки по высоте образца с подростом «языка» трещины по дну макрохрупкого квадрата (рис. 18в), а также с разрушением срезом боковых перемычек (рис. 18г) отразила последовательность разрушения образца с трещиной при испытании на статический изгиб, что было характерно (для нелинейного участка диаграммы « P - V ») на всех исследуемых образцах. При доле боковых откосов в изломах образцов из сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА 16,1-20,7 и 33,5-49,3 % соответственно, это может осложнить определения значений J -интеграла.

В этой связи более перспективным может оказаться поточечное определение значений δ_c по всему переднему фронту трещины для всех скачков. Это, в частности, обеспечило возможность построения карт размещения значений δ_c по сечению образца (в пределах макрохрупкого квадрата излома, соответствующего разрушению отрывом) (рис. 19а).

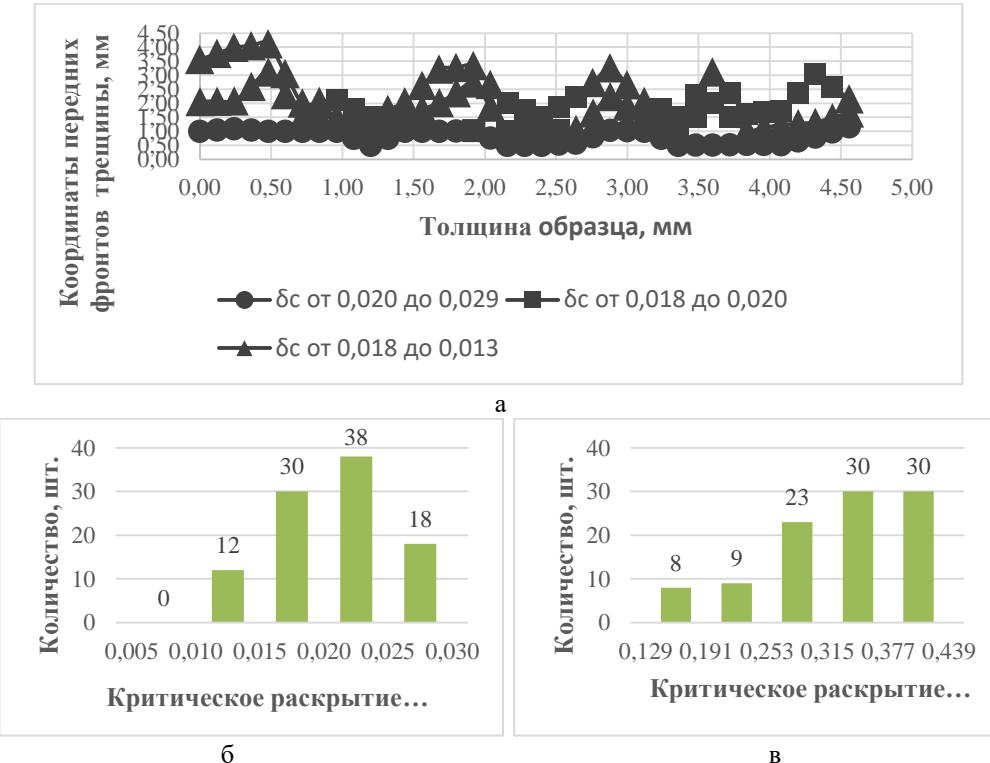


Рис. 19. Карта значений критерия δ_c (в пределах фрагмента излома, соответствующего трещине отрыва площадью $\sim (5 \cdot 10^{-2} \text{ мм}^2)$) образца из стали 38ХН3МФА-Ш (а) и вариация гистограмм распределения его значений, в пределах отдельных образцов из сталей 38ХН3МФА-Ш (б) и 15Х2НМФА (в)

Наблюдаемый разброс значений критического раскрытия трещины от образца к образцу (из 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. Значения 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. Очевидно, что при таком отклонении распределений от нормального их вида, определение средних значений по выборкам $\langle \delta_{ci} \rangle$ 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 условности значений $\delta_{c(P_{max})}$ сопоставление имеет формальный характер.

При определении J -интеграла в соответствии с выражением (7) для разных скачков трещины, было важно сопоставить их с соответствующими значениями критерия δ_c , определенными для центральных (по толщине образца) фрагментов переднего фронта трещины. Сводная зависимость выявила наличие взаимосвязи между показателями трещиностойкости – коэффициент корреляции $R = 0,91$ [45*]. В отдельности, для сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА, степень их взаимосвязи была различной: 0,28 и 0,84 соответственно, при этом величины коэффициентов (а) в уравнении $\delta_c = aJ_c + b$ были существенно меньше (0,249 и 0,366 соответственно), чем в сводной зависимости ($a = 0,576$). Это различие можно объяснить большей неоднородностью структур в стали 38ХН3МФА-Ш, поэтому значения δ_c в образцах из стали 38ХН3МФА-Ш чаще находились «в противофазе» с соответствующими изменениями интегральной характеристики (J -интеграл).

Взаимосвязь значений δ_c и J -интеграла (сводная зависимость), определенных в строго в соответствии с ГОСТ 25-506 была выражена сильнее, коэффициент корреляции $R = 0,99$ величина

коэффициента (а) в соответствующем уравнении $a = 0,93$. Это означает, что определяемые, в соответствии с действующим нормативом характеристики δ_c и J -интеграла, в большей мере согласованы и взаимозаменяемы, однако в какой мере при этом значения характеристик будут отражать истинные значения трещиностойкости не ясно.

В этой связи развитие предлагаемых подходов к оценке трещиностойкости вязких сталей на основе параметра δ_c , представляется достаточно перспективной. Полезными могут также оказаться методы прямой оценки пластической невязки между двумя ответными изломами при сопоставлении их цифровых моделей в единой системе координат. 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. 20а). На основе получаемой величины пластической невязки, в частности, можно проследить эволюцию трещины.

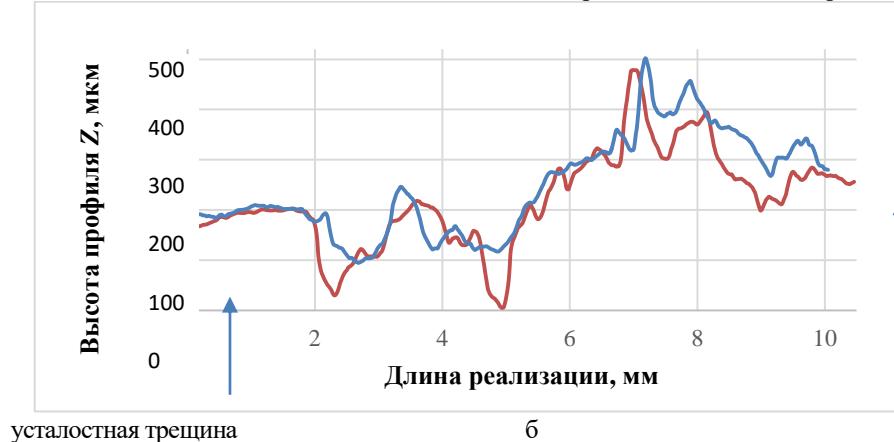


Рис. 20. Определение пластической невязки при сопоставлении профилей трещины (на дне макрохрупкого квадрата) с двух ответных изломов в единой системе координат (с привязкой к усталостной трещине)

Таким образом, предложенные в работе цифровые процедуры определения критического раскрытия трещины, основанные на измерении геометрии её раскрытия и мониторинге распространения в процессе испытания на трещиностойкость, позволили получить значения δ_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 статистические и поточечные) для материалов с неоднородной структурой для прогноза качества технологии и конструирования оптимальной конфигурации структур под заданные свойства.

В главе 4 проводились наблюдения и измерения разрушения сталей и сплавов с неоднородной структурой

Развитые цифровые процедуры измерения структур и разрушения были применены для оценки разрушения некоторых материалов с целью получения углубленных представлений о закономерностях разрушения сред с неоднородной структурой.

Прогноз риска преждевременного разрушения твердых сплавов по структуре выполнялся в связи необходимостью повышения ресурса работы твердых сплавов для рабочих органов почвообрабатывающих машин (ПОМ) сельскохозяйственного назначения. Решение такой задачи возможно только при условии достижения необходимой глубины понимания природы прочности, износостойкости и сопротивляемости разрушению существующих твердых сплавов, механизмов разрушения наблюдаемых в них разнородных структур. Всё это было необходимо реализовать при совершенствовании существующих твердых сплавов, оценке возможности разработки новых твёрдых сплавов применимо к производственным условиям Индустрального партнёра – АО «РТП «Петровское» г. Светлоград. Работа проводилась в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы», при выполнении прикладных научных исследований и экспериментальных разработок по теме: «Разработка импортозамещающих твердых сплавов с повышенными износостойкими и технологическими характеристиками для упрочнения быстроизнашиваемых деталей сельхозмашин, эксплуатирующихся в абразивной среде» (шифр заявки «2015-14-579-0173-389»). В качестве, соисполнителя – Федеральное государственное бюджетное научное учреждение «Федеральный научный агронженерный центр ВИМ» (ФГБНУ ФНАЦ ВИМ) (Москва) – изготовление серийных и новых сплавов, их наплавка на рабочие органы, проведение испытаний на износостойкость, организация и проведение полевых испытаний образцов рабочих органов (с наплавками из серийных и экспериментальных композиций сплавов).

Факторы качества твердых сплавов для рабочих органов почвообрабатывающих машин. 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 - покрытия толщиной от 2 до 4 мм (в промышленных условиях ФГБНУ ФНАЦ ВИМ и АО РТП «Петровское»).

К их числу относится химический состав твердых сплавов, определяющий их структуру, в первую очередь наличие упрочняющих частиц: карбидов, нитридов, дисперсных оксидов, боридов и т. п. [15]. Однако противоречивость существующих результатов, отражающих влияние структуры на износостойкость, а тем более сопротивление твердых сплавов преждевременному разрушению, обусловлена, в первую очередь, малыми объемами измерений структур, тем более разрушения, включая оценку неравномерности их размещения в объеме наплавки. 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 твердосплавных материалов, в частности, в процессах деформации и разрушении. Это существенно для выработки принципов прогноза оптимальных структур твердых сплавов, как новых, так и существующих.

Наличие дисперсных частиц второй фазы в твердых сплавах обычно упрочняющий фактор, вследствие торможения на них дислокаций. Однако именно на части таких частиц, после некоторой деформации, происходит появление зародышевых трещин. Дальнейшая эволюция разрушения зависит от доли этих частиц f , среднего расстояния между зародышевыми трещинами $\langle L_c \rangle$ и взаимодействия зародышевых трещин при некотором характерном для данной пары трещин напряжении σ_i .

Безусловно, важным фактором качества покрытий рассматриваемого назначения является технология их получения в целом. В рамках работы был сделан акцент на составы и технологии нанесения покрытий, получивших применение в производственных условиях АО «РТП «Петровское».

Неоднородность структур и свойств серийных твердых сплавов – причина различий в уровне их свойств. Если повышению прочности и износостойкости наплавок рабочих органов ПОМ традиционно уделяется большое внимание, то сопротивлению твердых сплавов преждевременному разрушению существенно меньше.

Структуры исследуемых твердых сплавов (световой микроскоп Axio Observer D1m Carl Zeiss) отличала выраженная неоднородность строения (рис. 21 а, б, в), по толщине наплавок могла наблюдаться 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. Такое разнообразие структур нашло свое отражение в строении изломов (сканирующий электронный микроскоп VEGA 3 SBH производства TESCAN с микроанализатором EasyEDX) (см. рис. 21 г, д, е).

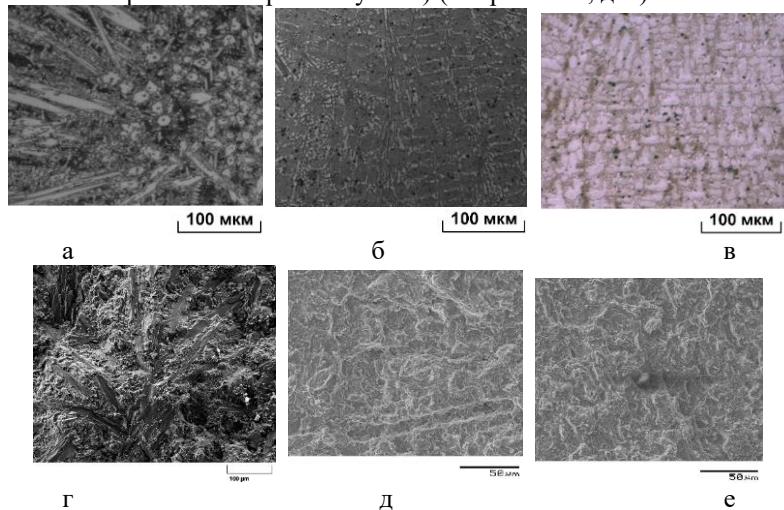


Рис. 21. Разнообразие строения структур твердых сплавов ПГ-ФБХ-6-2, ПР-Х30СРНДЮ и ПР-Х4ГСР (а – в) и морфологии их изломов (г – е) соответственно

При оценке риска разрушения в наплавках исходили из условия развития хрупкого разрушения – наличие очаговой трещины критического размера $d_c \geq \pi(K_{IC}/\sigma_T)^2/2$. Размеры элементов структуры могли существенно различаться как между сплавами, так и отдельными областями градиентной структуры наплавки [21*]. Очевидно, что, например, при практически четырёхкратном различии в величине средней площади объектов $\langle s \rangle$ в периферийном слое (А) в сплавах следует ожидать соответствующего повышения риска зарождения хрупкой трещины в наплавках, полученных на основе сплава ПГ-ФБХ-6-2.

Однако при асимметричном характере их распределения средние значения площадей упрочняющей фазы могут не в полной мере оценить степень опасности объектов при прогнозе вязкости наплавок. Тем более, что их средние значения были в 3 – 5 раз меньше максимальных значений, при этом

доля последних (относительно площади, занимаемой всеми частицами на шлифе) составляла 40 – 50 %, а их количество – доли процента от общего количества упрочняющих частиц. В этой связи их сравнение предпочтительнее проводить с использованием непараметрического критерия Смирнова.

Табл. 5. 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		
		А	Б	В
ПГ-ФБХ-6-2	Объемная доля белых объектов, %	44,70	31,80	54,40
	Средняя площадь белых объектов, мкм ²	$17,60 \pm 0,43$	$9,00 \pm 0,11$	$9,60 \pm 0,18$
	Плотность, шт/мм ² , 10^4	3,00	4,00	6,00
	Анизотропия белых объектов	$1,800 \pm 0,003$	$1,800 \pm 0,002$	$1,900 \pm 0,002$
	Средний периметр белых объектов, мкм	$15,8 \pm 0,3$	$11,4 \pm 0,1$	$10,9 \pm 0,2$
	Преимущественная ориентировка, град	-90 – -45	45 – 90	45 – 90
ПР-Х30СРНДЮ	Объемная доля белых объектов, %	54,4	64,0	55,0
	Средняя площадь белых объектов, мкм ²	$4,5 \pm 2,8$	$21,40 \pm 18,70$	$9,3 \pm 4,8$
	Плотность, шт/мм ² , 10^4	12	2	5
	Анизотропия	$1,70 \pm 0,02$	$1,70 \pm 0,04$	$1,80 \pm 0,03$
	Средний периметр белых объектов, мкм	$4,50 \pm 1,57$	$12,00 \pm 6,60$	$8,20 \pm 1,50$
	Преимущественная ориентировка, град	-90 – -45	-90 – -45	-90 – -45

Для оценки сопротивления разрушению твердых сплавов важны, как размеры упрочняющих частиц, так и их размещение в относительно вязкой матрице. При их неравномерном размещении, например, в сплаве на основе никеля ПР-Н67Х18С5Р4 (рис. 22 а,б), возможно локальное выкрашивание наплавок.

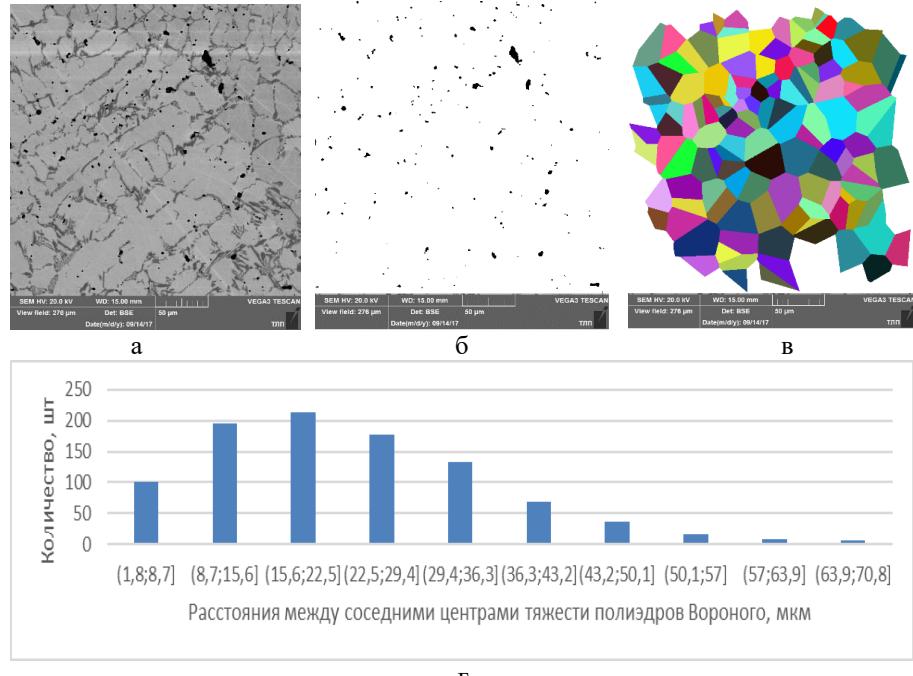


Рис. 22. Статистика размещения упрочняющих частиц в структуре никелевого сплава ПР-Н67Х18С5Р4 (а) (после их выделения с использованием цифровых процедур бинаризации и фильтрации - б) на основе построения полиэдротов Вороного (в) и гистограмм распределения расстояний L_{ij} между смежными полиэдромами (частицами) (г)

Величина коэффициентов асимметрии A_s , приведенных выше распределений, отражает их значительную асимметрию, 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.

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-Х30СРНДЮ, 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 от 25...30 и более. Именно этот масштабный уровень определял зарождение хрупкого разрушения в промышленных твердых сплавах (в соответствии с выражением $d_c \geq \pi(K_{IC}/\sigma_T)^2/2$), а далее по мере перераспределения напряжений в процесс разрушения последовательно вовлекались структурные элементы меньших размеров. В этой связи повышение дисперсности структурных составляющих, снижение величины размаха Δ 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).

Табл. 6. Статистика геометрии упрочняющих частиц и полизиров 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 ²	4,0±0,6	30,0	0,3	29,3	3,18	12,52
Площадь полизиров, мкм ²	405,3±18,9	1008,8	44,5	964,3	0,60	-0,43
Число соседей полизиров n , шт	6,0±1,4	10,0	3,0	7,0	0,57	0,78
Расстояние между смежными частицами L_{ij} , мкм	23,4±0,4	69,4	1,8	67,8	0,77	0,54

Опасны не только крупные частицы, как концентратор напряжений, такими могут быть и кластеры мелких включений (карбиды, бориды, нитриды), где уровень d_c будет достигнут быстрее, по сравнению с областями, где наблюдается рассеянный характер их размещения. Статистика полизиров Вороного позволила оценить масштабы подобных кластеров однотипных элементов структуры – их поперечник достигал 300 – 370 мкм (соответствие масштабу крупных карбидов).

Морфология структуры наплавок «в норме» представляет собой однотипные частицы твердой фазы, например, карбиды, размещенные в относительно мягкой матрице с наиболее «случайным» – пуассоновым (некоррелированным) распределением, оценки значимости различий которых исходят из принципа максимума правдоподобия. При таком случайному размещении частиц в матрице, одной из вероятных причин повреждаемости наплавок является многократное пластическое деформирование одних и тех же объемов металла (далее наклеп) матрицы абразивными частицами почвы. Результат наклена – в локальных объемах достигается предел прочности матрицы, условие её разрушения. Сопротивление разрушению будет также определяться совместным влиянием межчастичного расстояния между ними..

В этой связи в работе предложен подход к оценке критической степени локальной деформации ϵ , 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. 6) [24*].

Табл. 6. 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

В качестве универсального описания асимметричного распределения (значений толщин прослоек h_l) обычно используют гамма-распределение с плотностью вероятности::

$$w_\gamma(h) = \frac{\lambda(\lambda h)^{b-1} \exp(-\lambda h)}{\Gamma(b)} \quad (8)$$

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

λ – масштабный фактор,

b – параметр формы.

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 [16]. Очевидно, что с уменьшением толщины прослойки напряжение течения и разрушающее напряжение будут возрастать, а пластичность снижаться. В процессе деформации прослойки подвергаются и деформационному упрочнению. Напряжение течения прослойки толщиной h $\sigma_t(\epsilon, h)$ в результате деформации (величиной ϵ) возрастает в соответствии:

$$\sigma_t(\epsilon, h) = \sigma_t(h) + B\sqrt{\epsilon} \quad (9)$$

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 станет невозможной. Таким образом, приравняв напряжение течения (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:

$$\begin{aligned} \sigma_{b0} + \frac{k_B}{\sqrt{h}} &= \sigma_{t0} + \frac{k_T}{\sqrt{h}} + B\sqrt{\epsilon} \\ \text{или} \\ \sqrt{\epsilon} &= \frac{1}{B} \left[(\sigma_{b0} - \sigma_{t0}) - \frac{k_T - k_B}{\sqrt{h}} \right] \end{aligned} \quad (10)$$

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 (10). Достижие предельной деформации бывшие квазивязкие прослойки становятся элементами своеобразного недеформируемого каркаса. Переколяционные 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]. 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 (10), можно определить величину критической деформации ϵ , после которой начнется разрушение наплавки с заданным распределением толщин вязких прослоек. Для расчетов были приняты типичные значения параметров, фигурирующих в условии (10): $\sigma_{b0} - \sigma_{t0} = 300$ МПа, $k_T - k_B = 5$ МПа•мм^{3/2}, коэффициент деформационного упрочнения $B = G/300$, где модуль сдвига железа $G = 80$ Гпа.

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 b 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, что критическая деформация ϵ 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 ϵ может изменяться в несколько раз только за счет изменения асимметрии распределения прослоек по толщине.

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/

Роль вязких перемычек в разрушении твердых сплавов. Рост хрупкой трещины представляет собой, как правило, постоянное образование микротрещин впереди кромки и их присоединение, который может сопровождаться сохранением перемычек позади фронта – «останцев». 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]. 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.

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. 6); 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. Этот подход был использован при прогнозе риска преждевременного разрушения ряда серийных и экспериментальных твердых сплавов.

Возможности повышения износстойкости и сопротивления преждевременному разрушению твердых сплавов. Выделенные структурные факторы, геометрия обеспечивается в первую очередь оптимизацией состава твёрдых сплавов. 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, для тонкостенных упрочненных наплавкой деталей - введение в состав порошка алюминия и титана [17].

Эффективность такого соотношения алюминия и карбида титана была проверена на практике, в рамках настоящей работы. Полученные результаты подтвердили корректность предложенного возможного подхода для повышения износстойкости твёрдых сплавов, снижения доли закалочных трещин (по отношению к выборке наблюдений) в 1,5-2,5 раза и стабилизации размеров (после закалки). По результатам исследований сплавов с экспериментальным содержанием алюминия и титана получен патент «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 производственных условиях АО «РТП «Петровское».

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 %)).

Оценка неоднородности структур предложенных композиций твердых сплавов, механизмов их разрушения и свойств. Качественный анализ показал, что для покрытий толщиной до 2 мм включительно, микроструктура предложенных сплавов однотипна по всему сечению покрытия. Сканирующая микроскопия изломов – результатов статического и динамического разрушения предложенных составов твердых сплавов показала однородность и дисперсность элементарных составляющих их морфологии, размер элементарных площадок не более 10 – 20 мкм. Только для сплава с промежуточным содержанием бора (до 2,5 масс. %), наличие крупных иглообразных карбидов в структуре нашло свое отражение в строении излома – вытянутые плоские площадки.

Показано, что все распределения размеров упрочняющей составляющей имели асимметричный характер – признак наличия большого количества дисперсных элементов, как в структуре, так и в изломе, и относительно небольшого количества крупных элементов. Величина размаха $\Delta = (X_{\max} - X_{\min})$ у сплава с повышенным содержанием бора является оптимальной. 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. В предложенных составах твердых сплавов наблюдалось более разреженное размещение упрочняющих частиц. Это отразилось на характеристиках квазивязких прослоек. Средняя толщина прослоек и величина коэффициента асимметрии распределения толщин этих прослоек для предложенных сплавов варьировались в пределах от 2,02 до 6,52 мкм и от 2,29 до 4,27 соответственно. Увеличение толщины квазивязких прослоек $\langle h \rangle$ должно способствовать повышению порога критической деформации. При различных значениях коэффициентов асимметрии A_s (2; 1,63; 1,15 и 0,63) характер возрастания величины критической деформации с увеличением средней толщины вязких прослоек мало зависел от вида распределения прослоек по толщинам.

Присутствие в структуре предложенных твердых сплавов упрочняющих составляющих, разделенных относительно вязкой средой, в процессе развития разрушения также сопровождалось сохранением перемычек позади фронта трещины (останцев, или мостов). Это делало возможным их

изгиб, срез, вытяжку шейки вместо упругого растяжения (и сопутствующего хрупкого разрушения) и вносило свой вклад в повышение уровня вязкости сплавов. Их доля в изломе (на бинарном изображении) варьировалась в пределах от 2,2 до 6,2 %.

Трециностойкость предложенных составов оценивали на основе измерения рельефа ответных половинок изломов и совмещения их цифровых моделей в единой системе координат по величине невязки, как меры критического раскрытия трещины в сплавах (рис. 23 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. 23б), 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 ε 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.

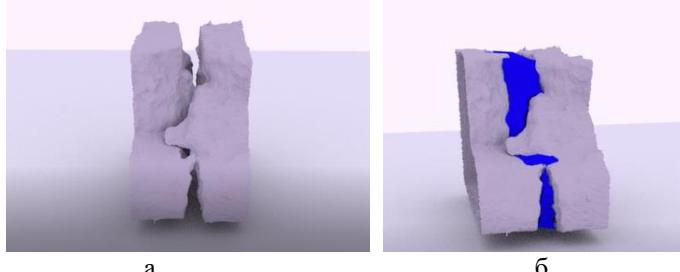


Рис.23. Цифровые 3D-модели рельефа ответных половин изломов покрытия из твердого сплава (а) и величина невязки между ними – выделено цветом (б), при совмещении ответных половин изломов в единой системе координат

Склонность к разрушению твёрдых сплавов также оценивали по различиям в шероховатости рельефа излома, поскольку увеличению рельефности поверхности разрушения обычно отвечает повышение уровня сопротивления материалов разрушению [3]. В качестве меры шероховатости использовали параметр (коэффициент) формы (величина относительной развитости поверхности разрушения, оцениваемая как отношение площади поверхности трещины в мезо - макромасштабе S к площади минимального сечения поверхности разрушения S_0 , перпендикулярной оси нагрузки: $\omega = \frac{S}{S_0}$). Средние значения параметра формы $\langle\omega\rangle$ изменялись в пределах: 1,11-1,33 и 1,04-1,24, что превосходит аналогичные характеристики серийных сплавов (1,04 – 1,14).

Была сопоставлена износстойкость покрытий из предложенных композиций составов твёрдых 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) – силами ФГБНУ ФНАЦ ВИМ. Установлено, в частности, что в ряду предложенных композиций составов твёрдых 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 составило: 1:0,89:0,90:0,93.

Эксплуатационно-полевые испытания (проведены ФГБНУ ФНАЦ ВИМ) рабочих органов сельхозмашин (8 типов почворежущих рабочих органов) с нанесенным твёрдым 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 износстойкость по сравнению с наплавками из серийных твёрдых сплавов.

В целом, результаты эксплуатационно-полевых испытаний показали, что рабочие органы сельхозмашин, упрочненные разработанным твёрдым сплавом ПГ-ФБХ-6-3, имеют эксплуатационную износстойкость (ресурс по износу) в сравнении с серийными изделиями (наплавленными серийно выпускаемыми твёрдыми сплавами) выше в 3,25 раза и более по сравнению с рабочими органами, упрочненными серийными твёрдыми сплавами, что соответствует результатам лабораторных испытаний. Его коэффициент относительной износстойкости (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 износстойкости 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.

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

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 сред со структурой.

При вязком разрушении сталей и сплавов, образующиеся вследствие растрескивания или отслоя включений поры, претерпевают пластический рост и слияние, обеспечивая продвижение макротрешины. 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_{lc} (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_{lc} и работа J (на единицу площади излома) как:

$$K_{lc} = [JE/(1-v^2)]^{1/2}, \quad (11)$$

где E – модуль Юнга и v – коэффициент Пуассона. Уровень K_{lc} определяется размерами d и объемной долей включений v (одинаковых и равноосных) через среднее (в трех измерениях) расстояние $\langle\Delta\rangle \approx d/v^{1/3}$ между ними.

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. Соответствующие значения коэффициентов корреляции в паре « $d_p - d$ » для сталей 40Х2Н2МА, 16Г2АФ, 09Г2С, 15Х2НМФА и 38ХН3МФА-Ш, отличающихся своей структурой (сорбит отпуска в сорте, феррит-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 $r << r_s$ 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 Λ_i .

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) улучшающей стали 40Х2Н2МА (600 °C, 1 час, охлаждение воздух), отличающихся чистотой по НВ ($1 < 2 < 3$), примесям ($1,3 < 2$) и уровнем ударной вязкости соответственно [6*]. Существенной связи среднего размера ямок $\langle d_p \rangle$, их анизотропии $\langle A \rangle$ (отношение диаметров ямок в двух взаимно перпендикулярных направлениях), плотности ρ , 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. 7).

Табл. 7. Статистика геометрии элементов 2D-изображений вязких изломов ударных образцов из улучшающей стали 40Х2Н2МА

Вариант	Средний размер ямки $\langle d_p \rangle$, мкм	Анизотропия ямок $\langle A \rangle$	Плотность ямок, $\rho \cdot 10^3$, шт/мм ²	Средняя площадь ямок $\langle S \rangle$, мкм ²	Средняя ширина перемычки $\langle t \rangle$, мкм	Доля площади перемычек	Ударная вязкость KCU, МДж/м ²
1	$1,0 \pm 0,7$	$1,2 \pm 0,6$	65,2	$1,4 \pm 5,5$	0,53	0,67	$0,9 \pm 0,1$
2	$0,6 \pm 0,3$	$1,3 \pm 0,7$	75,1	$0,4 \pm 1,3$	0,48	0,71	$1,4 \pm 0,1$
3	$1,6 \pm 0,9$	$1,3 \pm 0,6$	97,1	$3,5 \pm 0,1$	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 α . Распределение значений параметров ломаной лестницы имело асимметричный вид. 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 попаременно отклонены от макроплоскости излома, в среднем на угол $\pm \langle \alpha \rangle = 31 - 39^\circ$, а размах $\Delta = \alpha_{\max} - \alpha_{\min}$ $\Delta \leq 80 - 85^\circ$.

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 [3] 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 равносную 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 (D на рис. 24), они соотносились линейно (коэффициенты корреляции 0,71 – 0,89 – стали 40Х2Н2МА, 38ХН3МФА, 09Г2С, 16Г2АФ и 15Х2НМФА соответственно, при сопоставимых объемах выборки $n > 200$ ямок). Отсюда практический интерес к измерению диаметров ямок на 2D-изображениях.

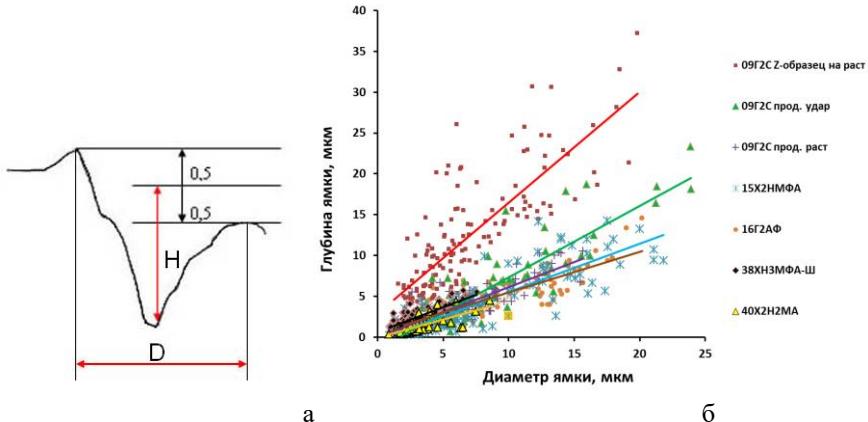


Рис. 24. Схема измерения геометрии ямки (а) и соотношение между их диаметрами (d_p) и глубинами (h_p) в вязком изломе (б)

При более или менее правильной форме ямок (из-за случайного расположения пор) их в первом приближении обычно разделяют на две категории: равносные (сферические, W. Backofen) и параболические (C. Beacham). В нашем случае реконструированные профили ямок удовлетворительно (с риском 0,05) можно было описать параболой, ямку в целом – в виде параболоида вращения $y = c(x^2 + z^2)$, «обрезанного сверху» плоскостью мезоступени излома, наклонённой под углом $\alpha = \arctg(h/B)$, где h и B – высота и её ширина. С увеличением d_p коэффициент « c » в уравнении параболы $c \rightarrow \varepsilon$, ямки становились более плоскими (линзообразная форма). Ямки были преимущественно изотропными – доля ямок с соотношением двух взаимно перпендикулярных диаметров в диапазоне 0,5 – 2 была не менее 0,97, а с предельным 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.

Уменьшение величины коэффициента « c » 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 $h_p \sim d_p$. При этом чем

ямки глубже (большее отношение глубины к ширине) – большее раскрытие от среза их бортов, тем выше будет вязкость разрушения [4]. 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.

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. 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.

Неоднородность микроструктур может внести свой вклад в формирование геометрии ямок. Так, например, на стенках ямок изломов Z-образцов на растяжение из стали 09Г2С с феррит-перлитной полосчатостью в микроструктуре наблюдался ступенчатый рельеф (рис.25 а), 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. Периодичность неровностей поверхности стенок ямок в изломах Z-образцов, отражала феррит-перлитную полосчатость в микроструктуре сталей, её шаг – локализацию пластического течения в шейке (рис.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.

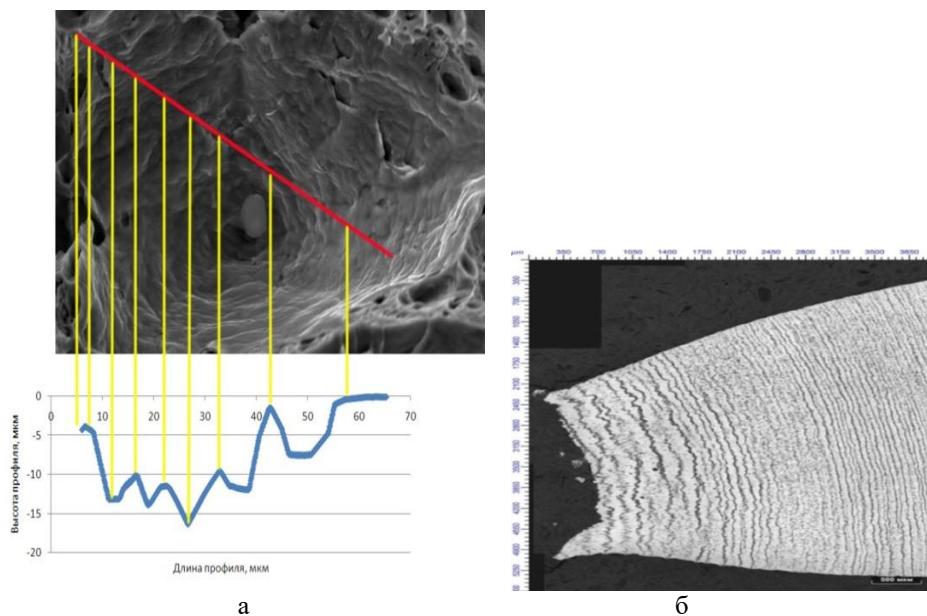


Рис. 25. Излом Z-образца на растяжение и его профиль (а), и сопутствующие растяжению феррит-перлитная полосчатость в микроструктуре (б), листовая сталь 09Г2С

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 классов прочности K65 (X80) и выше, предсказывающих неудовлетворительное сопротивление протяженному вязкому разрушению [4,44*].

Распределения ямок вязких изломов всех исследуемых сталей по их размерам (их глубин h_p и поперечников d_p) имели асимметричный вид - следствие подобного вида распределения по размерам НВ, инициирующих образование пор. 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. Вследствие этого применение средних значений параметров ямок $\langle h_p \rangle$ и $\langle d_p \rangle$, как минимум, ограничено. В этой связи при сопоставлении, различных выборок результатов измерения топографии вязкого излома использовали критерий Смирнова.

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. 26): 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.

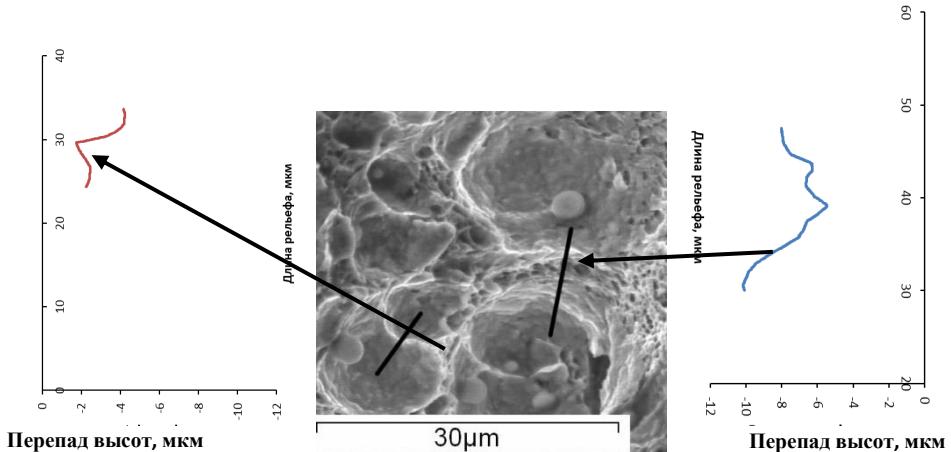


Рис. 26. Профили перемычек между смежными ямками (в вертикальном сечении) в вязком изломе при разрушении срезом и мезоотрывом (слева и справа соответственно), сталь 15Х2НМФА

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 включений (размеров НВ и расстояний между ними) не всегда выявляется при металлографическом анализе, но находит свое отражение в изломе (например, кластеры частиц размера $d \sim 1$ мкм на границах перегретого зерна – причины образования камневидного излома). Данное обстоятельство определило необходимость оценки неравномерности размещения ямок в изломе 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} , определяемых на основе разбиения пространства на полиэдры Вороного, когда большему числу соседей соответствуют ямки большего масштаба, большим значениям коэффициента A_s соответствует меньшая доля перемычек в изломе.

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 ψ - от 40 до 80 %) и ударной вязкости КСУ (от 0,52 до 2,72 МДж/м²), 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. 26). 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 ψ). В соответствии с этим и произошло выстраивание сталей по уровню энергоемкости вязкого разрушения: стали 38ХН3МФА-Ш; 40Х2Н2МА; 15Х2НМФА, 09Г2С.

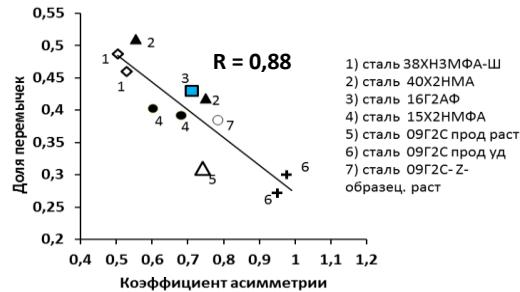


Рис. 26. Соотношение коэффициента асимметрии A_s распределений ямок по числу соседей с общей долей перемычек Q_j в изломе для исследуемых сталей.

Полученные результаты показывают, что для выявления различий в морфологии изломов причин их вызвавших, необходимо применение более широкого спектра их характеристик, в т.ч. тех, что оценивают статистику их распределения по размерам. Так, например, для образцов, вырезанных из нескольких областей темплета крупной поковки из улучшаемой стали 38ХН3МФА-Ш выявлена взаимосвязь между размещением ямок в изломе и темными пятнами серного отпечатка по Бауману (по количеству соседей – полиэдров Вороного), коэффициент корреляции – 0,99.

В целом, результаты работы свидетельствуют об информативности измерения геометрии структур и вязких изломов для выявления структурных и metallургических 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 стандартизовать 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, хладостойкости. Эффективность построения serialных кривых, используя принцип максимума правдоподобия, была оценена при сопоставлении хладноломкости сталей широкого сортамента: крупных поковок из улучшаемой стали 38ХН3МФА, проката из стали 40Х2Н2МА, корпусной стали 15Х2НМФА для атомных реакторов, листа из трубных сталей.

Установлено, что корректность оценок зависит и от количества образцов и от диапазона температур испытаний. Так в крупных поковках из стали типа 38ХН3МФА-Ш различие морфологии дендритной структуры, 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 в интервале температур вязко-хрупкого перехода, но и при температурах вязкого разрушения. При трех образцах на точку и четырех температурах испытания в интервале от +20 до -90, и -196 °C снижение вязкости КСУ удовлетворительно отражала линейная модель. Погрешность определения температуры середины перехода: -80 ± 28 °C. Увеличение числа образцов с 13 до 39 сохранило линейный вид зависимости, но изменило абсолютное значение температуры T_{50} с -80 ± 28 до -113 ± 42 °C и ошибку ее определения.

В той же улучшаемой стали 38ХН3МФА, но с проработанной литой структурой (степень укова слитка около 10 %), полка значений ударной вязкости наметилась при serialных испытаниях всего 8 образцов. Полноценную «прорисовку» кривой хладноломкости удалось получить при испытании 23 образцов.

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 HB, морфология микроструктуры.

Возможности уточненной в рамках работы методики определения критериев нелинейной механики разрушения критического раскрытия трещины δ_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. 7, 8).

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 (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. Предложенный подход к определению трещиностойкости показал не только отличие получаемых значений от «гостовых», 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 локальных значений к микроструктуре.

Табл. 7. Неоднородность значений параметра δ_c , определенного с привязкой к положению передних фронтов растущей статической трещины (в центральной их части) в сопоставлении со значениями δ_c , определенными в соответствии с ГОСТ 25.506: $\delta_{ci}/\delta_c(\text{ГОСТ})$

Сталь	Номер образца	δ_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	0,09	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. 8. Неоднородность значений J -интеграла, определенного с учетом подроста статической трещины 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 ²	$J_{ci}/J_c(\text{ГОСТ})$ (для i -го скачка статической трещины, $i \in [1,5]$)					$\langle J_c \rangle$, МДж/м ²
			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 δ_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. Это вполне закономерно, в центральной части образца (по его толщине) наиболее жесткое напряженное состояние и величины δ_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. В этой связи развитие метода оценки трещиностойкости вязких сталей на основе параметра δ_c в соответствии с (6) представляется перспективным для оценки среды с неоднородной структурой.

Неоднородность разномасштабных структур, как правило, следствие дальних последствий ликвации [1]. Это причина разнообразия морфологии неметаллических включений (НВ), не только их размеров и формы, но и размещения в объеме металла. Неоднородность размещения сульфидов в пределах (образца) изделия обычно оценивают по серному отпечатку (по Бауману). Она может быть достаточно велика. Например, для крупной поковки из стали 38ХН3МФА измерения геометрических параметров темных пятен на серии последовательных кадров площадью 100 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 ρ – от 1,15 - 1,50 до 0,60 - 0,90 и 0,60 - 0,97 шт/ 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). Вероятность появления частиц в поле зрения обратно пропорциональна их размеру.

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). Прямое сопоставление изображений, в частности, показало, что места преимущественного расположения тёмных областей серного отпечатка – междууветвия дендритов, что согласуется с полученными ранее (косвенным способом) результатами. Поля феррита в микроструктуре преимущественно совпадают с осями дендритов в макроструктуре.

При сравнении случайнным образом выбранных областей на панорамах площадью 80 мм^2 (соизмеримых с сечением ударных образцов), плотность НВ варьировалась в интервале от 8,08 до 15,81 шт/ мм^2 , объемная доля – 0,055 - 0,080 %. Плотность пятен серного отпечатка варьировалась от 0,46 до 1,4 шт/ 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. Это – причина неоднородности вязкости по сечению поковки, следствие кооперативного влияния разнородных структур.

Закономерности 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, конформные преобразования плоскости.

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.

Различия в размещении НВ может быть достаточно велико даже в пределах одного изделия. Например, в пределах поковки из стали 38ХН3МФА, для двух случайных мест вырезки фрагментов изображений НВ (одинаковой площади соизмеримой площади ударного образца), средние значения расстояний между частицами $\langle r \rangle$ составили 447 ± 14 и 314 ± 12 мкм, различие между выборками измерений в целом: по критерию Смирнова 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.

Причиной разброса вязкости может полосчатость в микроструктуре, чаще ликвационный природы – 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 [1].

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 (AlN, CaS, MnS и карбиды микролегирующих элементов Ti, V, Nb, Mo) выделяющиеся в виде наночастиц в твердом состоянии. От полос ликвации этих элементов возникают в итоге полосы разнозернистости.

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.

В пятой главе обсуждаются перспективы извлечения полезной информации при ретроспективном анализе баз данных производственного контроля (Big Data) для прогноза и управления качеством металлопродукции.

Статистическая природа объектов исследования. Ограничения классической статистики.

Постоянное расширение объема информации о параметрах технологии производства ξ_k (K -мерный вектор параметров ξ) и конечном продукте – параметры качества y_i (где значения ξ_{kn} и y_{in} ($n = 1, 2, \dots, N$) привязаны к каждой из N партий продукта: плавки, поковки, рулона) сделало 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 [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.

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 10-15ХСНД) 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 [18]. Их вид мог существенно отличаться от симметричного одномодального распределения (рис. 27). Значения коэффициентов асимметрии A_s и эксцесса E_x , для входных параметров варьировались в широких пределах, в т.ч. от технологии к технологии (табл. 9), отражая отклонения вида распределения значений параметров от нормального. Для управляющих параметров (состав и технологии) это предопределено тем, что формирование их хвостов ограничено снизу и сверху полем допуска $\{\xi_k^{\min}; \xi_k^{\max}\}$, асимметричность распределений, например, из-за необходимости поддержания, по тем или иным причинам, химического состава на верхнем или нижнем пределах марки. Это ограничивает применение классической статистики. Однако основное препятствие, связано с отсутствием единого пространства параметров технологии (единой зависимости $y_i(\xi_k)$).

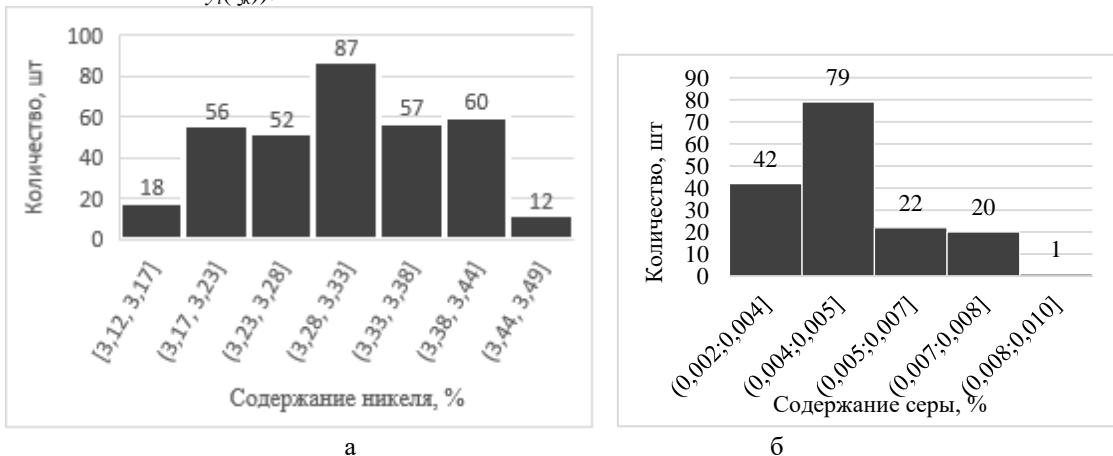


Рис. 27. Распределение значений содержания никеля в поковках из стали 38ХН3МФА-Ш (а) и серы в сортовой стали 40ХМФА (б)

В существующей последовательности технологических операций измеряются и отчасти управляемы $K \sim 100$ параметров процесса ξ_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 качества и управление им «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 $y_i(\xi_k)$.

Табл. 9. Величины коэффициентов эксцесса E_x и асимметрии A_s распределения значений содержания элементов химического состава исследуемых сталей

Сталь	As/Ex									
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu	Ti	Al
38ХН3МФА-Ш	0,42 0,94	1,25 3,08	0,45 0,09	0,33 0,52	0,80 0,69	0,34 0,14	-0,13 -0,85	0,95 2,69	- -	- -
	1,07	-0,02	4,39	0,72	0,53	8,19	3,59	0,79	5,21	0,24
40ХМФА	0,25 1,07	0,44 -0,02	1,53 4,39	0,68 0,72	0,79 0,53	1,00 8,19	1,62 3,59	0,45 0,79	2,36 5,21	-0,07 0,24
	0,78	0,17	2,28	2,14	1,10	9,09	8,69	11,30	- -	0,65 0,61
09Г2С	0,50 0,78	-0,09 0,17	1,42 2,28	0,74 2,14	1,14 1,10	2,88 9,09	2,39 8,69	1,59 11,30	- -	- -
	-0,35	3,38	1,87	1,26	4,72	4,63	11,04	2,97	7,38	0,44
17Г1С-У	0,09 -0,35	-1,10 3,38	0,09 1,87	0,87 1,26	1,38 4,72	1,58 4,63	2,39 11,04	1,24 2,97	2,44 7,38	-0,12 0,44
	0,12	0,75	4,37	2,31	0,72	1,59	2,97	4,04	- -	0,24 -0,29
15ХСНД	-0,005 0,12	0,20 0,75	0,67 4,37	1,24 2,31	0,90 0,72	0,46 1,59	0,16 2,97	0,08 4,04	- -	- -

Их объем N определяет математические ограничения на выбор метода выявления значимых связей «входной – выходной параметры». При обычном объеме плавок однотипной продукции (одного состава) $N < 1000$ [1] уравнение регрессии $y_i(\xi_k)$ в окрестностях оптимума при $K \sim 100$ параметрах ξ_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 $K^2/2 >> N$ – их количество существенно больше, чем уравнений. Низкий «выход годного» был подтвержден результатами систематического корреляционного и регрессионного анализа (для всех анализируемых баз данных): в основном, значения коэффициентов корреляции $|\rho_{\xi_k,y_i}| \leq 0,25 - 0,30$, в редких случаях $- |\rho_{\xi_k,y_i}| \in \{0,26, \dots, 0,67\}$.

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 $R \leq 0,62$ (рис. 28). Однако в ряде случаев линейная регрессия позволила дать грубые оценки возможных критических параметров технологии.

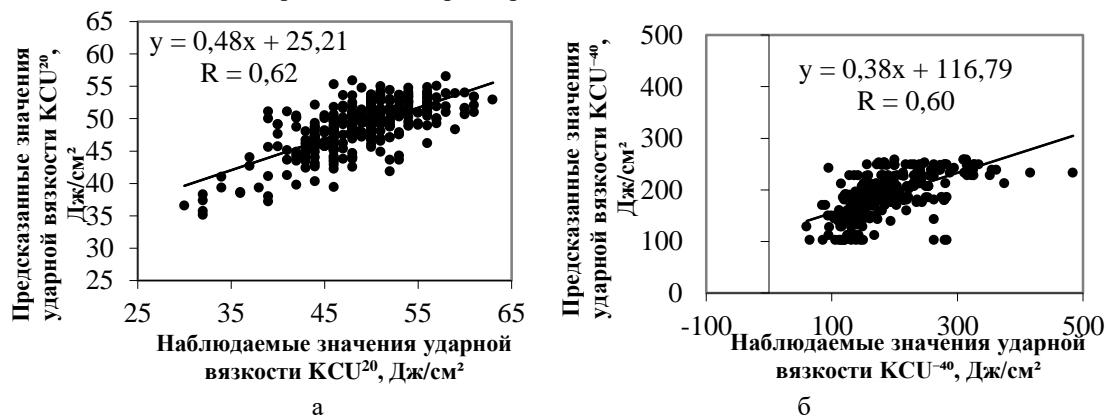


Рис. 28. Взаимосвязь наблюдаемых и прогнозируемых значений ударной вязкости по 342 поковкам из стали 38ХН3МФА-Ш (а) и 395 листам из стали 13Г1С-У ($Nb \leq 0,030\%$ масс, толщина листа 10 мм) (б)

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 выборок ударной вязкости показали, что при этом остаются неизменными, не только вид новых гистограмм распределения, но и в большинстве случаев границы изменения ударной вязкости [11*]. Полученные результаты подтверждают, что сужение поля допуска параметров малоэффективно для повышения качества, в частности, это следует отнести к чрезмерным ожиданиям от применения контрольных карт Шухарта для обеспечения стабильности технологических процессов.

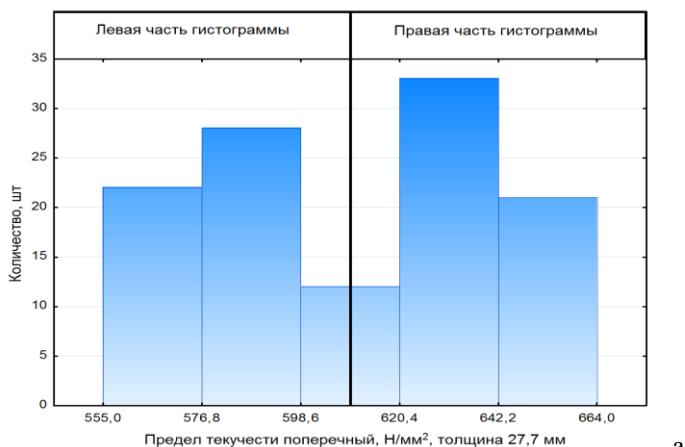
Однако при этом остается полезным анализ хронологических рядов значений параметров процесса и продукта, он, в частности, позволил выявить сезонные колебания в содержании ниобия ($Nb > 0,03$ и $\leq 0,03\%$, масс) в стали 13Г1С-У (что в дальнейшем дало основание для разбиения исходного массива данных на два) (рис. 29) 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.



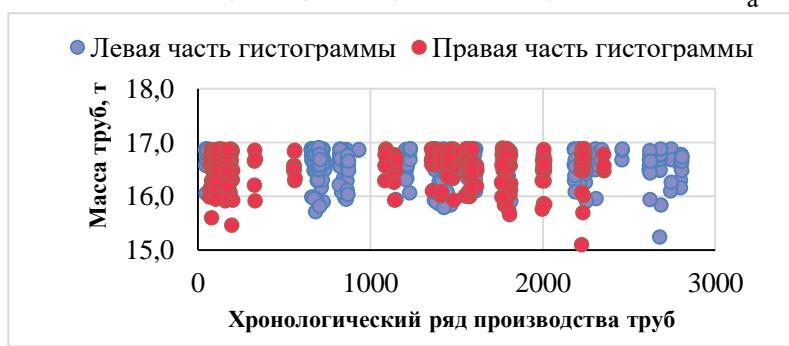
Рис. 29. Хронологическая последовательность расположения содержания ниобия в плавках листовой стали 13Г1С-У

Совокупность всех этих факторов, безусловно, должна осложнить применение таких средств анализа сложных нелинейных взаимосвязей, как нейронные сети. 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». 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 [37*].

При отсутствии единого пространства параметров технологии полезным оказался поиск областей с доминирующим типом зависимости. 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 K65 (толщина стенки 27,7 мм) было выявлено бимодальное распределение значений предела текучести $\sigma_{0,2}$ (рис.30).



а



б

Рис. 30. Гистограмм распределения значений условного предела текучести трубной стали категории прочности K65 (толщина стенки 27,7 мм) (а) и их хронологический ряд (б)

Разбиение гистограммы на две части (левая и правая соответственно) и их выделение цветом в хронологическом ряду выявило чередующийся характер их появления (рис. 30 б). Такие колебания качества, как правило, обусловлены особенностями производства, и это еще один из факторов, осложняющих формализованные подходы к «раскопкам данных» в металлургии.

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 «отрицательных», где $y < (d_{min})_i$ и «положительных», где $y > (d_{max})_i$ свойств 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 ξ_i - ξ_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 ξ_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 [10]. Такая непараметрическая дискриминация инвариантна к виду распределений и более робастная, а для учета возможных корреляций обобщаема и на многомерные распределения [19].

Для этого после нормирования всех значений ξ 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:

$$|D^*(x^*)| = \max |D(x)|. \quad (12)$$

При совпадении двух эмпирических распределений величина $|D^*|$ может с вероятностью $(1-\alpha)$ превышать уровень критерия Смирнова [10]:

$$D_\alpha = \lambda \sqrt{[N_1^{-1} + N_2^{-1}]}, \quad (13)$$

где $\lambda \approx \sqrt{[-ln\alpha]/2}$ для $N > 20$, для меньших объемов выборок ($N \leq 20$) точные значения $D_\alpha(\alpha, N_1, N_2)$ приведены в таблицах Большева Л.Н., Смирнова Н.В.

При определении $D_k^*(x_k^*)$ одновременно можно найти точку x_k^* – порог для различия 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 [19]). Критерий (12) обнаруживает границы и там, где линейная дискриминация невозможна. 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, в том числе при любом варианте оценки ранга качественных факторов.

Применение критериев Смирнова и Стьюдента, при условии отклонений от нормального вида распределения значений параметров, как входных, так и выходных, также может привести к различной интерпретации гипотез. Например, при сопоставлении содержания серы в листовой стали 09Г2С, выплавленной двумя способами (массивы плавок ≈ 500 штук каждая), установлена идентичность их средних значений по критерию Стьюдента с риском $\alpha=0,2$: $t_{эксп} = 0,199 < t_{табл} = 0,253$. Однако при сопоставлении выборок в целом по критерию Смирнова $D_{эксп} = 3,392 < D_{табл} = 3,400$, $\alpha > 0,999$. 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.

О полноте оценки качества металлопродукции при вариации количества образцов, используемых при испытании единицы продукции. Объективность получаемых оценок важна для любого назначения металлопродукции, как для аттестации качества, так и исходя из необходимости выявления связей свойств со структурой, (стоящих за этим параметрами состава и технологии), определяющих разброс качества металла, и разработки на этой основе технологических рекомендаций, направленных на повышение его однородности. Она важна и в связи с расширением 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.

Несмотря на многие десятилетия массовой практики проведения механических испытаний, не до конца ясно, в какой мере различие в количестве образцов, используемых на единицу продукции (при проведении приемо-сдаточных испытаний), может оказаться на полноте её оценки. Существуют различные подходы к выбору количества образцов на единицу продукции, определяемые требованиями нормативных документов, или с учетом условий соглашения между производителем и потребителем. Нормы отбора образцов – результат «естественного отбора» в рамках испытательной практики, консервативность норм отражает хронология дат их актуализации, например, для ГОСТ 4543: 1948, 1971 и 2016 гг. соответственно.

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. При этом немаловажно принять во внимание необходимость учета статистической природы рассматриваемых объектов, для выбора соответствующих статистических инструментов, как средства, обеспечивающего объективность полученных оценок, в т.ч статистических.

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. 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_i) и характеристики качества металлопродукции (n_q). Для стали 38ХН3МФА-Ш количество строк в матрицах с привязкой к химическому составу после электрошлакового переплава составило $m = 342$ – поковки (из 40 марганцевых 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 $(n_i/n_q) 91/20$ и $33/16$ соответственно. Выходные параметры включали в себя, в частности, значения пределов прочности (σ_b), текучести ($\sigma_{0,2}$), относительного удлинения (δ), 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_i и KCU_j) и -50°C (KCU_i⁻⁵⁰ и KCU_j⁻⁵⁰). 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_i⁻⁴⁰, KCU_j⁻⁴⁰, KCU_k⁻⁴⁰ и KCV_i⁰, KCV_j⁰ и KCV_k⁰) для испытаний при температурах -40 и 0°C соответственно.

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 разбики на разряды, число которых определялось, как корень кубический из числа измерений, вычисления их коэффициентов асимметрии A_s и эксцесса E_x с соответствующими ошибками. Сопоставление выборок проводили с использованием критериев 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, в частности, содержания ниobia (см. рис. 30). ударной вязкости. 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. В этой связи решение поставленной задачи по существу проводили в основном для наиболее представительной по объему выборки данных – с содержанием ниobia более $\text{Nb} > 0,03\%$ масс.

Определение базовых статистических характеристик распределения значений, в данном случае, приемо-сдаточных параметров, которые подтвердили наличие характерного для металлургии существенного разброса механических свойств (табл. 10 и 11).

Табл. 10. Разброс качества листовой стали 13Г1С-У: размах $\Delta = X_{\max} - X_{\min}$ и среднее значение $\langle X_i \rangle \pm s$ (по выборке)

Толщина листа, мм	Параметр качества	KCU ⁻⁴⁰ , Дж/см ²	KCV ⁰ , Дж/см ²	σ_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

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. Это следствие различий в сценариях протекания технологической наследственности и сопутствующем многообразии морфологии номинально однотипных конечных структур [1; 37*]. 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.

Табл. 11. Разброс качества поковок из улучшенной 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)

Диаметр темплета	Параметр	KСU, Дж/см ²	KСU ⁻⁵⁰ , Дж/см ²	σ_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

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. Этим определялся интерес к построению их гистограмм распределения.

Для полученных распределений значений ударной вязкости наблюдалось отклонение от нормального распределения. 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 [43*]. Для распределений значений ударной вязкости KCV⁰ и KСU⁻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: {KСU_i⁻⁴⁰}, {KСU_j⁻⁴⁰}, {KСU_k⁻⁴⁰} и {KCV_i⁰}, {KCV_j⁰}, {KCV_k⁰} (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 для аттестации качества металлопродукции.

При статистической обработке полученный результат во-многом определяется объемом выборки данных. 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 (KСU⁻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 (заявленных из полученных при штатном испытании трех образцов на партию результатов) (табл. 12), показало, что различие в уровне риска гипотезы о совпадении выборок, при оценках по критерию Стьюдента и Смирнова, 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. 12. 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*

Ударная вязкость	Толщина листа, мм	Экспериментальные значения критериев/ уровень риска для пар результатов испытания					
		{KCU(V ⁰) _i ⁻⁴⁰ , {KCU(V ⁰) _j ⁻⁴⁰ }		{KCU(V ⁰) _i ⁻⁴⁰ , {KCU(V ⁰) _k ⁻⁴⁰ }		{KCU(V ⁰) _j ⁻⁴⁰ , {KCU(V ⁰) _k ⁻⁴⁰ }	
		C _n	C _p	C _n	C _p	C _n	C _p
KCU ⁻⁴⁰	8	0,741 0,640	0,157 0,900	0,870 0,430	0,521 0,700	0,870 0,430	0,679 0,500
		0,513 0,950	0,091 0,900	0,427 0,990	0,115 0,900	0,470 0,980	0,025 0,900
	12	0,509 0,950	0,437 0,700	0,464 0,980	0,345 0,800	0,553 0,920	0,096 0,900
KCV ⁰	8	0,322 0,990	0,094 0,900	0,322 0,990	0,175 0,900	0,419 0,990	0,080 0,900
		0,557 0,910	0,217 0,900	0,514 0,950	0,215 0,900	0,729 0,660	0,429 0,700
	12	0,553 0,920	0,165 0,900	0,664 0,770	0,420 0,700	0,487 0,970	0,254 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 не корректно рассчитывать их среднее \bar{x}_l , т. к. одному и тому же среднему может соответствовать различный размах $\Delta = X_{\max} - X_{\min}$, а образцам с одинаковыми значениями размаха – различный абсолютный уровень их медианных значений. В качестве альтернативы нередко применяется минимальное (худшее) значение вязкости, но предпочтительнее выбор на основе рассмотрения всех возможных вариантов [43*].

Применение трех образцов для оценки качества металлопродукции, в нашем случае партии листа из стали 13Г1С-У, даст возможность рассчитать ошибку среднего s и масштаб размаха Δ .

Построение распределений величин размахов $\Delta_{KCU}^{(40)}$ по результатам всех трех испытаний (для каждой партии листов из стали 13Г1С-У толщиной 12 мм) или возможных сочетаний пар результатов, выбранных из них (Δ_{i-j} , Δ_{i-k} и Δ_{j-k} – индексы соответствуют номерам столбцов в матрице данных), при единой разбивке на разряды, позволило сопоставить их. Для всех гистограмм значений размахов была характерна правосторонняя асимметрия (табл. 13).

Табл. 13. Коэффициенты эксцесса E_x и асимметрии A_s выборок величин размахов ударной вязкости $\Delta = KCU(KCV)_{\max} - KCU(KCV)_{\min}$ листовой стали 13Г1С-У для трех образцов Δ и выборок возможных сочетаний пар (Δ_{i-j-k}) из этих же образцов

Толщина листа, мм	Коэффициенты асимметрии и эксцесса	KCU ⁻⁴⁰				KCV ⁰			
		Δ	Δ_{i-j}	Δ_{i-k}	Δ_{j-k}	Δ	Δ_{i-j}	Δ_{i-k}	Δ_{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 $\Delta = KCU_{\max} - KCU_{\min}$ 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 Δ_{i-j} , Δ_{i-k} и Δ_{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, но были значения $\Delta = 0$, 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 Δ_{i-j} , Δ_{i-k} и Δ_{j-k} (для ударной вязкости KCU⁻⁴⁰ и KCV⁰ листов толщиной 8, 10 и 12 мм) значимо отличались от исходной выборки - 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 KCV⁰ 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 KCV⁰ 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 и типов образцов).

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 их медианного значения.

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. 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. 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 для оценки ударной вязкости отдельных партий листа, с трех до двух штук.

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-III, 15Х2НМФА), к высокопрочному прокату - листовые стали с феррит-перлитной, феррит-бейнитной полосчатостью в микроструктуре [1*, 37*]. 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.

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].

Применение такого подхода может оказаться полезным не только для оценки хладостойкости структурных составляющих, но и для определения степени опасности аномалий структур, 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, безусловно, в серьезной мере будут сдерживать возможности эффективного применения современных программных решений при разработке систем сквозного управления качеством металлопродукции.

Определение хладноломкости на основе анализа баз данных производственного контроля с использованием сложных эвристических приемов когнитивной графики. Косвенную оценку хладостойкости для массовых видов металлопродукции обычно дают результаты испытания при фиксированной пониженной температуре. Для крупных поковок из стали 38ХН3МФА-III (входящих в исследуемую базу данных производственного контроля) результаты проведенных ранее серийных испытаний показали монотонное снижение ударной вязкости без ярко выраженного порога хладноломкости [5].

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 Δ_{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 Δ_{ij}) значения ударной вязкости KCU^{+20} и 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 диаметра D_s – 0,81-0,83, что может быть связано с различием в неоднородности разномасштабных структур.

Величины коэффициентов асимметрии A_s и эксцесса E_x (табл. 5.14) гистограмм распределения значения параметра Δ_{ij} , отражают разнообразие видов распределения исследуемых вариантов выборок величины Δ_{ij} . 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 Δ_{ij} значения ударной вязкости X_{pi} и X_{nj} были взаимосвязаны, но при испытании ударных образцов, вырезанных из торцевого темплета большего диаметра поковки 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 разномасштабных структур, обусловленной развитыми процессами ликвации. Наибольший диапазон вариации значений Δ_{ij} наблюдался в паре $\{\text{KCU}_{\max i}^{+20} - \text{KCU}_{\min j}^{-50}\}$, что определило ее выбор для оценки «крутизны» снижения ударной вязкости 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.

Табл. 14. Статистика распределения значений крутизны снижения ударной вязкости $\Delta_{ij} = (X_{pi} - X_{nj})$ поковок из улучшаемой стали 38ХН3МФА-III

Крутизна снижения ударной вязкости $\Delta_{ij} = (X_{pi} - X_{nj})$	Диаметр темплета	Среднее значение $\langle \Delta_{ij} \rangle$ (по выборке $\{\Delta_{ij}\}$), Дж/см ²	$(\Delta_{ij})_{\max}^*$, Дж/см ²	Коэффициент	
				асимметрии A_s	эксцесса E_x
$\Delta_1 = (\text{KCU}_{\max i}^{+20} - \text{KCU}_{\max j}^{-50})$	D_s	$7,10 \pm 0,01$	20	0,22	1,63
	D_l	$9,50 \pm 0,01$	24	-0,39	1,76
$\Delta_2 = (\text{KCU}_{\max i}^{+20} - \text{KCU}_{\min j}^{-50})$	D_s	$9,70 \pm 0,01$	26	0,87	2,45
	D_l	$12,70 \pm 0,01$	24	0,09	0,63
$\Delta_3 = (\text{KCU}_{\min i}^{+20} - \text{KCU}_{\max j}^{-50})$	D_s	$5,00 \pm 0,01$	16	-0,07	1,21
	D_l	$7,30 \pm 0,01$	17	-0,76	1,60
$\Delta_4 = (\text{KCU}_{\min i}^{+20} - \text{KCU}_{\min j}^{-50})$	D_s	$7,60 \pm 0,01$	20	0,53	0,94
	D_l	$10,40 \pm 0,01$	21	-0,34	0,70

В этой связи было предложено классифицировать хладостойкость поковок по двум параметрам: $\Delta_{ij} = \text{KCU}_{\max i}^{+20} - \text{KCU}_{\min j}^{-50}$ и среднему его значению $\bar{\Delta}_{ij} = (\text{KCU}_{\max i}^{+20} + \text{KCU}_{\min j}^{-50})/2$.

Все облако значений – 342 точки на плоскости в системе координат $\Delta_{ij} - \bar{\Delta}_{ij}$ (диаграмма хладостойкости) – было разделено на четыре зоны, границы которых соответствовали средним арифметическим значениям выборок $\{\Delta_{ij}\}$ и $\{\bar{\Delta}_{ij}\}$ – $\langle \Delta_{ij} \rangle$ и $\langle \bar{\Delta}_{ij} \rangle$ (рис. 31). Зона 1 – зона высокой хладостойкости, в нее попали поковки с высоким средним значением ударной вязкости $\bar{\Delta}_{ij}$ и малой «крутизной» ее снижения Δ_{ij} при изменении температуры испытаний от +20 °C до -50 °C: $\{\bar{\Delta}_{ij}\} > \langle \bar{\Delta}_{ij} \rangle$ 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: $\{\bar{\Delta}_{ij2}\} > \langle \bar{\Delta}_{ij} \rangle$ 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: $\{\bar{\Delta}_{ij3}\} < \langle \bar{\Delta}_{ij} \rangle$ и $\{\Delta_{ij3}\} < \langle \Delta_{ij} \rangle$. Зона 4 отвечала неудовлетворительной хладостойкости: поковки с низким средним значением ударной вязкости и большой «крутизной» ее снижения: $\{\bar{\Delta}_{ij4}\} < \langle \bar{\Delta}_{ij} \rangle$ и $\{\Delta_{ij4}\} > \langle \Delta_{ij} \rangle$.

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 влияния 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 диапазоны их изменений на два, далее каждый из них

разбивался на два одинаковых интервала. Ранжировка по четырех балльной шкале проводилась также и для остальных параметров.

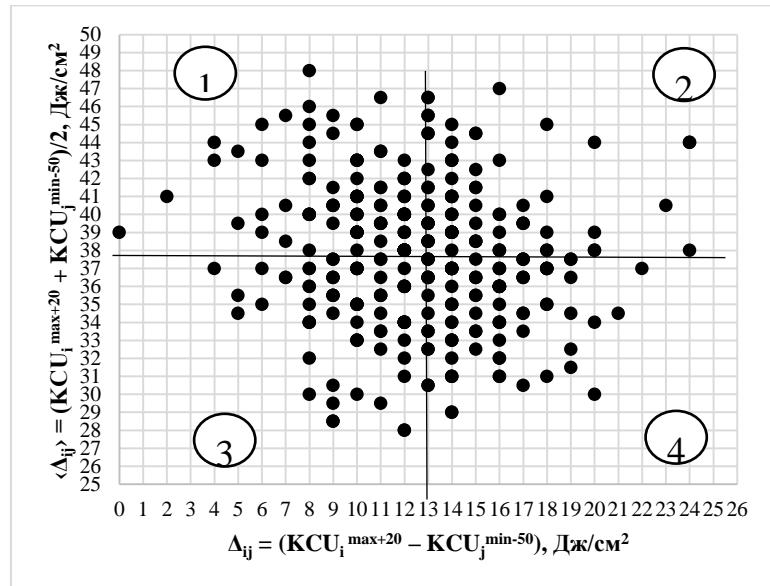


Рис. 31. Диаграмма хладостойкости - разделение поковок по уровню хладостойкости на четыре класса по соотношению величин $\Delta_{ij} = KCU_{max i}^{+20} - KCU_{min j}^{-50}$ и $\bar{x}_{ij} = (KCU_{max i}^{+20} + KCU_{min j}^{-50}) / 2$ для образцов, вырезанных из торцевых темплетов диаметром D_i

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 [42*]. 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_i – по критерию Стьюдента $t_{\text{крит}} = 2,15 > t_{\text{табл}} = 2,10$ и отсутствие различий в темплетах диаметром D_s ($\langle P_1 \rangle = \langle P_4 \rangle = 26,0$). Это следствие интенсивной ликвидации в больших сечениях и аддитивного характера влияния на хладостойкость общезвестных факторов, в частности, содержания фосфора или молибдена. Однако одной и той же сумме баллов для различных поковок мог соответствовать свой набор слагаемых, что делает такой подход ограниченным для выявления причин различий в хладостойкости.

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.

Причина низкой эффективности классической статистики в отсутствии нормального распределения значений параметров технологии и состава ξ_k . 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. Очевидно, что такая статистика распределений осложнит и применение регрессии, а также в связи с отсутствием единой зависимости свойств $y_i(\xi)$.

Применение 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 камневидного излома в этих же поковках из стали 38ХН3ФМА-Ш [1*].

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. 32, а, б). Из полученных результатов также следует, что использование для оценки хладостойкости только «крутизны» снижения ударной вязкости $\Delta_{ij} = KCU_{max i}^{+20} - KCU_{min j}^{-50}$, без ее привязки к абсолютным значениям вязкости, не достаточно для выявления значимых связей (рис. 32 в).

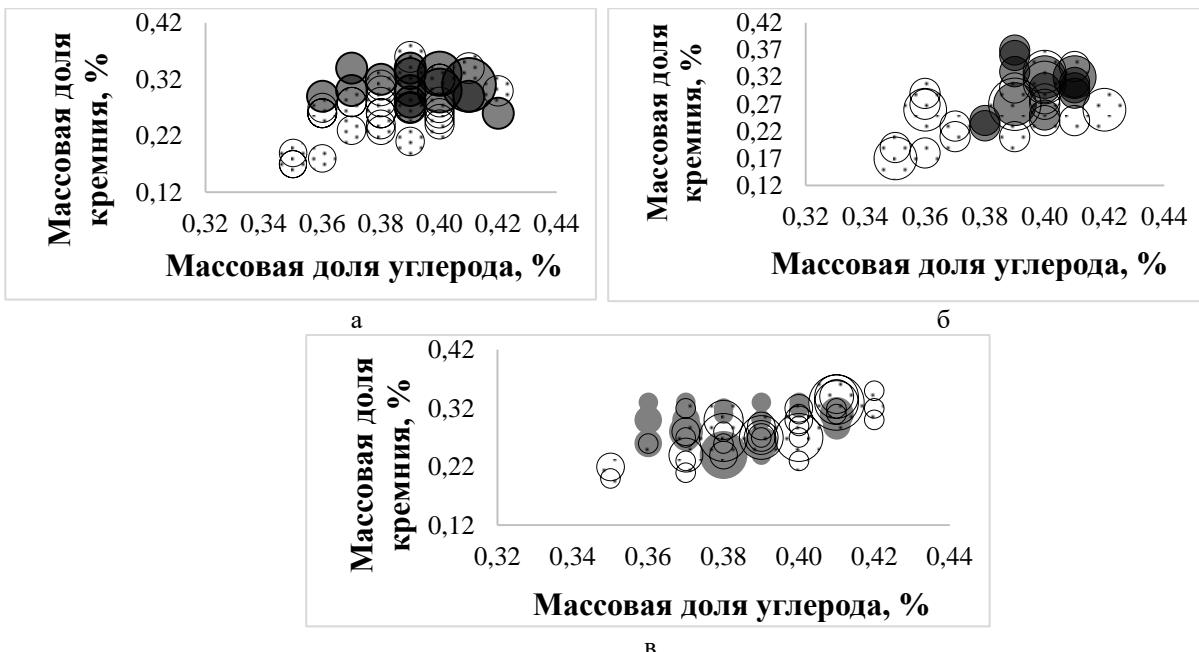


Рис. 32. Сопоставление информативности двух- (а, б) и однопараметрического $\Delta_{ij} = KCU_{\max i}^{+20} - KCU_{\min j}^{-50}$ (в) критериев при оценке совместного влияния углерода и кремния на получение поковок с высокой (светлые области) и неудовлетворительной (темные области) хладостойкостью для образцов, вырезанных из торцевых темплетов диаметрами D_l (а, в) и D_s (б)

Традиционный фактор хладостойкости – содержание фосфора в стали, повышающего температуру вязко-хрупкого перехода, опасны, конечно, еще сурьма, олово и мышьяк [1], но их наличие достаточно редко контролируется в сталях, как и в рассматриваемом примере технологии. Одновременно с фосфором, косвенное влияние на хладостойкость может оказывать содержание серы через сульфиды (снижение работы вязкого разрушения). Сера через сульфиды контролирует работу вязкого разрушения, определяя уровень верхней полки сериальной кривой. При значительном загрязнении сульфидами, её положение может настолько снизиться, что нивелирует возможность проявления порога хладноломкости в принципе. Однако оказалось, что вероятность получения высокой хладостойкости выше ($v = 0,73$) при пониженном содержании фосфора ($\leq 0,010\%$ масс), влияние же серы было выражено слабее [43]. При содержании фосфора $\geq 0,011\%$ масс вероятность получить высокую хладостойкость мала ($v = 0,47$).

Однако и в этом случае высокая хладостойкость достижима – две точки (поковки) на двух параметрическом поле («Р - S»), находились в зоне риска: содержание Р и S: 0,012; 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.

Из полученных результатов также следует, что выявленные факторы хладостойкости совпадают с технологическими факторами, ответственными за появление аномалии вязкого разрушения – камневидного излома (КИ) в макропробах тех же крупных поковок из стали 38ХН3МФА-Ш. В частности, это содержание углерода, кремния, температурно-временные режимы нагрева под ковку. Вероятность появления КИ, как признака неблагополучия при низких температурах испытания (эксплуатации) также связана с повышенным содержанием углерода и кремния. И если для КИ роль углерода заключается в снижении растворимости примесей, той же серы, то для хладноломкости, не осложненной охрупчивающими факторами – в повышении пластичности 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 появлению 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 правила проживания – переход на «чужую территорию». Причины таких отклонений можно «вычислить» 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. В этой связи есть определенные сомнения относительно чрезмерного ожидания успехов от применения технологий машинного обучения (и его вариаций), в т. ч. 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 [38*]. 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) можно сформулировать некоторые решающие правила в виде рекомендаций.

Рекомендация: поддержание температуры при обработке в ковше синтетическим шлаком от 1600 - 1605 °С и выше, содержания углерода, кремния, серы и фосфора: от 0,37; 0,26; 0,008 и 0,011 % масс соответственно, отношения Mn/S > 50 при выдержках и температурах нагрева под ковку (в четвертой зоне печи) на нижних пределах: менее 9 час и 1210 - 1215 °С риск получить пониженный уровень вязкости, хладостойкости и вязкий межзереный 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, например, доли КИ в пробах на излом.

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, выработки обоснованных управлеченческих технологических решений соответственно.

В целом, накопленная в ходе выполнения работы статистика видов распределения различных составляющих структуры, изломов, некоторых параметров технологии, была аккумулирована в виде диаграммы (рис. 5.7), которая, видимо, впервые дает некоторое сводное представление о масштабах статистической неоднородности структур (реальных и эталонных шкал), свойств, значений параметров технологии.

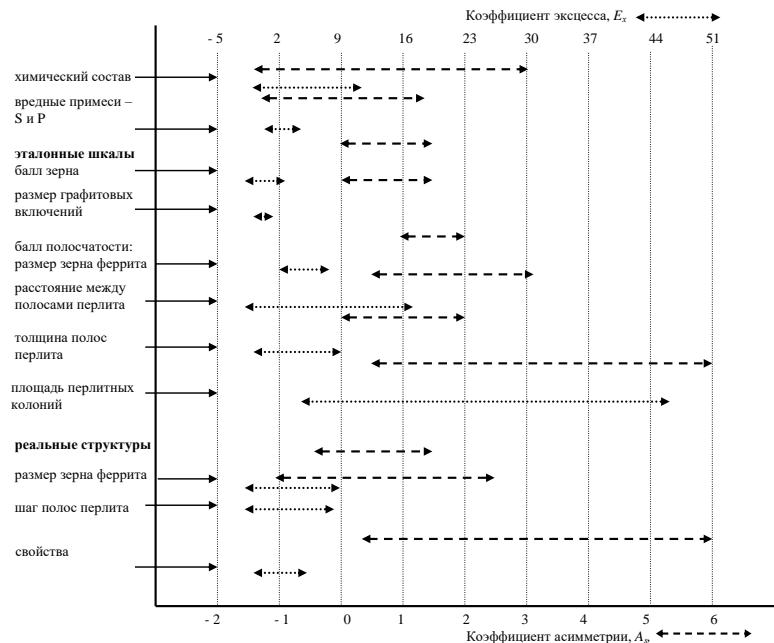


Рис. 33. Неоднородность статистической природы структур, свойств и технологий

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Для оценки структурных и металлургических 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 уровень вязкости (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, инициирующей 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, 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 δ_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.

е) 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 улучшающей стали 38ХН3МФА-Ш, сорт из стали 40ХМФА:

а) 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 величинам $\langle x_i \rangle$, размаху $\Delta = \xi_{ik}^{\max} - \xi_{ik}^{\min}$, коэффициенту вариации – σ/ξ_{ik} (осцилляции – Δ/ξ_{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.

б) 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/см²) в партии, как меры её неоднородности, на 17-20 % и снижает количество максимальных размахов (в диапазоне от 35 до 136 Дж/см²) 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.

в) 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 Δ_{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 значений параметров процесса и продукта:

а) впервые показано, что существенному разбросу значений параметров исследуемых технологий широкого марочного состава и сортамента металлопродукции, характеризуемому широким

диапазоном варьирования величин статистических характеристик их вида распределения, в условиях отсутствия единого пространства параметров технологии, соответствует значительный диапазон вариации, как размеров структур, так и статистических характеристик их вида распределения, что находит свое отражение в аналогичных показателях приемо-сдаточных характеристик металлопродукции;

б) для сталей 38ХН3МФА-Ш и 15Х2НМФА с развитой неоднородностью разномасштабных структур впервые оценен масштаб неоднородности трещиностойкости (критерия δ_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 δ_c с привязкой к составляющим структурам;

в) прямым сопоставлением изображений дендритной и микроструктуры, серного отпечатка по Бауману и НВ на нетравленом металлографическом шлифе (в единой системе координат) прослежена цепочка дальних последствий ликвации в крупных поковках из стали 38ХН3МФА, взаимосвязанная неоднородность строения всего спектра структур. 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 «РПП «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 основных публикаций по теме диссертации

1. 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.
Kudrya, A.V.; Sokolovskaya, E.A. Non-uniformity of different scaled structures and fracture toughness of structural steels // Izvestiya Akademii Nauk. Ser. Fizicheskaya. – 2004 Volume: 68 Issue: 10 Pages: 1495 – 1502. <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-10144235838&partnerID=MN8TOARS>.
2. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Салихов Т.Ш., Пономарева М.В., Скородумов С.В., Глухов М.Г. Оценка неоднородности качества листовых сталей // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. – 2008. – № 11. – С. 30-37. DOI: 10.3103/S0967091208110077.
Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Salikhov T.Sh., Ponomareva M.V., Skorodumov S.V., Glukhov M.G. Evaluation of nonuniform sheet-steel quality // Steel in Translation. – 2008. – Т. 38. – № 11. – С. 910-916.
3. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Сухова В.Г., Марков Е.А., Арсенкин А.М., Салихов Т.Ш. Наблюдение и измерение характеристик структур, пластичности и вязкости в конструкционных сталях // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2009. – № 5 (647). – С. 60-67. DOI: 10.1007/s11041-009-9147-3.
Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Sukhova V.G., Markov E.A., Arsenkin A.M., Salikhov T.S. Observation and measurement of the characteristics of structures, and of plasticity and toughness in structural steels // Metal Science and Heat Treatment. – 2009. – Т. 51. – № 5-6. – С. 256-263.
4. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Салихов Т.Ш., Кудрявцев Д.В., Скородумов С.В. Совместное измерение разномасштабных структур при оценке причин неоднородности вязкости // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. – 2009. – № 5. – С. 41-44. DOI: 10.3103/S0967091209050052.
Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Salikhov T.S., Kudryavtsev D.V., Skorodumov S.V. Measuring structures of different scale in investigating nonuniform impact strength // Steel in Translation. – 2009. – Т. 39. – № 5. – С. 387-390.
5. 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. DOI: 10.3103/S0967091209090058.
Kudrya A.V., Nikulin S.A., Nikolaev Y.A., Arsenkin A.M., Sokolovskaya E.A., Skorodumov S.V., Chernobaeva A.A., Kuz'ko E.I., Khoreva E.G. Nonuniformity of the ductility of 15X2NMFA low-alloy steel// Steel in Translation. – 2009. – Т. 39. – № 9. – С. 742-747.
6. 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. DOI: 10.1134/S0036029511040094.
Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Arsenkin A.M. Efficiency of application of various dimensionality watch facilities for analyzing the morphology of the ductile fracture surfaces of heat treatable steels// Russian metallurgy (Metally). – 2011. – Т. 2011. – № 4. – С. 380-386.
7. Кудря А.В., Соколовская Э.А. Информационные технологии в обеспечении качества металлопродукции // Электрометаллургия. – 2010. – № 12. – С. 35-43. DOI: 10.1134/S00360295112007X.
Kudrya A.V.; Sokolovskaya E.A. Information technologies for producing high-quality metal products // Russian Metallurgy (Metally). – 2011. – V. 12. – Pp. 1184 – 1190.
8. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Сухова В.Г., Скородумов С.В. Ограничения классической статистики при аттестации и управлении качеством конструкционной стали // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. – 2010. – № 11. – С. 43-47. DOI: 10.3103/S096709120110069.
Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Sukhova V.G., Skorodumov S.V. Limitations of classical statistics in quality control and certification of structural steel // Steel in Translation. – 2010. – Т. 40. – № 11. – С. 961-965.
9. Никулин С.А., Кудря А.В., Соколовская Э.А., Скородумов С.В., Ли Э.В., Кузько Е.И., Салихов Т.Ш., Арсенкин А.М. Факторы хладноломкости стали 15Х2НМФА после отжига в интервале температур обратимой отпускной хрупкости // Металлург. – 2011. – № 10. – С. 72-76. DOI: 10.1007/s11015-012-9496-9.
Nikulin S.A., Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Kuzko E.I., Skorodumov S.V., Li E.V., Salikhov T.Sh., Arsenkin A.M. Steel 15Kh2NMFA cold brittleness factors after annealing in the temperature range for reversible temper brittleness // Metallurgist. – 55 (9-10), – pp.739-744.

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. DOI: 10.1134/S0036029514060093.
- Kudrya A.V., **Sokolovskaya E.A.**, Trachenko V.A., Skorodumov S.V., Papina K.B., Mishnev P.A., Paligin R.B., Balashov S.A., Ogol'tsov A.A. Quality nonuniformity factors for sheet steel // Russian Metallurgy (Metally). – 2014. – 6. – Pp. 489-497.
11. Кудря А.В., Шабалов И.П., **Соколовская Э.А.**, Траченко В.А., Скородумов С.В. О возможности управления качеством металла на основе «раскопок данных» производственного контроля // Электрометаллургия. – 2013. – № 11. – С. 28-34.
12. 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. DOI: 10.1134/S0036029514100005X
- Kudrya A.V., Kuz'ko E.I., **Sokolovskaya E.A.** Estimation of the cold shortness of structural steels from the results of series impact tests // Russian Metallurgy (Metally). – 2014. – № 10. – С. 837-845.
13. **Соколовская Э.А.** О воспроизводимости результатов измерений структур и изломов с использованием компьютеризированных процедур // Научно-технический журнал «Вопросы материаловедения» – 2013. – № 4 (76). – С. 143-153.
14. Кудря А.В., **Соколовская Э.А.**, Скородумов С.В., Траченко В.А., Папина К.Б., Ле Хай Нинь. Развитие процедур измерения неоднородности структур и разрушения (по геометрии излома) для классификации сталей по вязкости // Вектор науки ТГУ – 2013. - №3 (25). – С. 198-201.
15. Кудря А.В., **Соколовская Э.А.**, Траченко В.А., Коротнева К.В. Вклад технологической наследственности в появление неоднородности вязкости конструкционных сталей // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. – 2013. – № 3 (25). – С. 202-204.
16. **Соколовская Э.А.**, Ле Хай Нинь, Кудря А.В., Арсенкин А.М., Скородумов С.В., Траченко В.А., Сидорова Н.И. Возможности 3D-реконструкции рельефа вязких изломов средствами стереофотограмметрии для углубления представлений о механизме разрушения// Вектор науки ТГУ – 2013. – №3 (25). – С. 267-269.
17. Кудря А.В., **Соколовская Э.А.**, Ле Х.Н., Траченко В.А., Скородумов С.В., Папина К.Б., Чинь Х.Ч. Оценка строения изломов и структур в конструкционных сталях с использованием компьютеризированных процедур // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. – 2015. – № 4 (34). – С. 44-52.
18. Кудря А.В., **Соколовская Э.А.**, Траченко В.А., Ле Хай Нинь, 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. DOI: 10.1007/s11041-015-9860-z.
- Kudrya A.V., **Sokolovskaya E.A.**, Trachenko V.A., Ning L.H., Skorodumov S.V., Papina, K.B. Measurement of Nonuniformity of Fracture in Structural Steels with Heterogeneous Structure // Metal science and heat treatment. – 2015. – 57 (3-4). – pp.190-196.
19. 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. 77-80. DOI: 10.1007/s11015-017-0442-8.
- Kudrya A.V., **Sokolovskaya E.A.**, Perezhogin V.Y., Akhmedov T.S., Vasil'ev S.G. Use of Computerized Procedures for Evaluating Hard Alloy Structure Inhomogeneity // Metallurgist. – 2017. – 60 (11-12), – pp.1285-1289.
20. Кудря А.В., **Соколовская Э.А.** Слагаемые качества современных сталей // Качество и жизнь. – 2017. – № 1 (13). – С. 27-35.
21. Кудря А.В., **Соколовская Э.А.**, Ахмедова Т.Ш. Факторы сопротивляемости разрушению твердых сплавов на основе железа // Электрометаллургия. – 2017. – № 11. – С. 20-25. DOI: 10.1134/S0036029517120084.
- Kudrya A.V., **Sokolovskaya E.A.**, Akhmedova T.S. Fracture resistance factors of iron-based hard alloys // Russian Metallurgy (Metally). – 2017. – № 12. – С. 1063-1067.
22. Кудря А.В., **Соколовская Э.А.**, Ахмедова Т.Ш., Пережогин В.Ю. Неоднородность структур и разрушение твердых сплавов на основе железа и их измерение // Электрометаллургия. – 2017. – № 6. – С. 32-40. DOI: 10.1134/S0036029517060131.
- Kudrya A.V., **Sokolovskaya E.A.**, Akhmedova T.S., Perezhogin V.Y. Heterogeneous structure and fracture of iron-based alloys and their measurement // Russian Metallurgy (Metally). – 2017. – № 6. – С. 520-526.
23. 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. DOI: 10.17580/tsm.2017.12.10.
- Kudrya A.V., **Sokolovskaya E.A.**, Akhmedova T.Sh., Perezhogin V.Yu. Information content of hard alloy structures morphology for the forecast of facings quality // Tsvetnye Metally. – 2017. – 12. – Pp. 78-83.
24. Мельниченко А.С., Кудря А.В., Ахмедова Т.Ш., **Соколовская Э.А.**. Прогнозирование риска разрушения твердых сплавов в упрочняющих наплавках по морфологии их структуры // Металлург. – 2017. – № 12. – С. 83-87. DOI: 10.1007/s11015-018-0616-z.
- Mel'nichenko A.S., Kudrya A.V., Akhmedova T.Sh., **Sokolovskaya EA.** Predicting the Risk of Destruction of Hard-Facing Alloys Based on the Morphology of Their Structure // Metallurgist. – 2018. – Volume 61. – Pp. 1130-1134.
25. Кудря А.В., **Соколовская Э.А.**, Нго Х.Н., Каикибаева А.С. Связь неоднородности свойств крупных поковок со структурой // Электрометаллургия. – 2018. – № 5. – С. 30-35. DOI: 10.1134/S0036029518060125.
- Kudrya A.V., **Sokolovskaya E.A.**, Ngo K.N., Kaikibaeva A.S.. Relation between the Nonuniformity of the Properties and the Structure of Large Forgings // Russian metallurgy. – 2018. – № 6. – Pp. 589-592.
26. 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. DOI: 10.1007/s11041-018-0263-9.
- Kudrya A.V., **Sokolovskaya E.A.**, Skorodumov S.V., Trachenko V.A., Papina K.B. Possibilities of digital optical microscopy for objective certification of the quality of metalware // Metal Science and Heat Treatment. – 2018. – V. 60. – № 3-4. – P. 216-223.
27. 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. DOI: 10.1007/s11015-019-00778-y.
- Kudrya A.V., **Sokolovskaya E.A.**, Perezhogin V.Yu., Smagulov D.U., Akhmetova G.E. Measurement of Banded Microstructure Characteristics in Sheet Steels // Metallurgist. – 2019. – V.62 Issue11-12. – Pp. 1225-1231.
28. 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. DOI: 10.1007/s11015-019-00769-z.
- Kudrya A.V., Shabalov I.P., Velikodnev V.Y., **Sokolovskaya E.A.**, Akhmedova T.S., Vasil'ev S.G. Possibilities of Statistical Analysis of Acceptance Test Results for Determining the Scale of Pipe Steel Quality Inhomogeneity // Metallurgist. – 2019. – V. 62. Issue: 11-12. – Pp: 1167 – 1172.
29. Кудря А.В., **Соколовская Э.А.**, Нинь Хай Ле, Ха Нгок Нго. Связь морфологии вязких изломов различной природы и свойств конструкционных сталей // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2018. – № 4 (754). – С. 36-41. DOI: 10.1007/s11041-018-0267-5.
- Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Le N.H., Ngo H.N. Relation between the morphology of different-nature ductile fractures and properties of structural steels // Metal Science and Heat Treatment. – 2018. – T. 60. – № 3-4. – С. 236-242.

30. Кудря А.В., **Соколовская Э.А.**, Нго Х.Н., Кузько Е.И., Котищевский Г.В. Прогноз разрушения крупных поковок с неоднородной структурой. Электрометаллургия. – 2019. – № 6. – С. 33-39. DOI: 10.1134/S0036029519120115.
- Kudrya A.V., **Sokolovskaya E.A.**, Ngo Kh.N., Kuz'ko E.I., Kotishevskii G.V.. Predicting the Fracture of Large Forgings with a Heterogeneous Structure /Russian Metallurgy (Metally). - – 2019. – № 12. – pp. 1304-1308.
31. 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. DOI: 10.1134/S0036029520120149.
- Kudrya A.V., **Sokolovskaya E.A.**, Perezhogin V.Y., Kodirov D.F. On taking into account the statistical nature of objects in structural analysis in metals science. Russian Metallurgy (Metally). – 2020. – № 12. – PP. 1435-1438.
32. 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. DOI: 10.1134/S0036029521120119.
- Kudrya A.V., **Sokolovskaya E.A.**, Tang V.P., Sergeyev M.I.. Digitization Possibilities for Steel Quality Control Using the Structure of Fracture. // Russian Metallurgy (Metally). – 2021. – №. 12.–P. – 1619–1624.
33. Кудря А.В., **Соколовская Э.А.**, Kodirov D.F., 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. – Т. 23. – С. 105-112. DOI: 10.17580/cisir.2022.01.19. <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-85134699156&partnerID=MN8TOARS;https://www.webofscience.com/wos/woscc/full-record/WOS:000827658400019>.
34. 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. DOI: 10.1134/S0036029522060155.
- Kudrya A.V., **Sokolovskaya E.A.**, Tang V.P., Pogorelov E.V., Vyatkina A.K.. Scales of the heterogenesity of structural materials and methods of its estimation. Russian Metallurgy (Metally). – 2022. – №. 6. – P.603-610.
35. 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. DOI: 10.1134/S0036029522100160.
- Kudrya A.V., **Sokolovskaya E.A.**, Tang V.F. Possibility of predicting the fracture of metallic materials with a heterogeneous structure. Russian Metallurgy (Metally). – 2022. – №. 10. – P.1318-1331.
36. **Соколовская Э.А.**, Кудря А.В., Пережогин В.Ю., Танг В. Ф., Кодиров Д.Ф., Сергеев М.И. Возможности цифровизации измерений в металловедении для внесения в оценку структур и разрушения количественной меры. Металлург. – 2022. – № 7. – С. 48-57. DOI: 10.1007/s11015-022-01390-3.
- Sokolovskaya E.A.**, Kudrya A.V., Perezhogin V.Y., Tang V.F., Kodirov D.F., Sergeyev M.I. Possibilities of Measurement Digitalization in Metal Science for the Introduction of Quantitative Measurement to the Evaluation of Structures and Fractures // Metallurgist. – 2022. – № 7-8. – P. 792-804.
37. Кудря А.В., **Соколовская Э.А.** Прогноз разрушения материалов с неоднородной структурой // Физика металлов и металловедение. – 2022. – Т. 123. – № 12. DOI: 10.1134/S0031918X22601615.
- Kudrya A.V., **Sokolovskaya E.A.** Prediction of the Destruction of Materials with Inhomogeneous Structures // Physics of Metals and Metallography. – 2022. – V. 123(12) – P. 1253–1264.
38. Тимошенко В.В., Будanova 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. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-3-65-10.
- Timoshenko V.V., Budanova E.S., Kodirov D.F.U., **Sokolovskaya E.A.**, Kudrya A.V. Concerning the selection of areas with a dominant type of dependence when analyzing production control data // Frontier materials & technologies. – 2023. – №. 3. – P. 103-114. <https://doi.org/10.18323/2782-4039-2023-3-65-10>.
39. 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. – № S3. – С.31-40. DOI: 10.31044/1814-4632-2023-3S-31-40.
- Kudrya A.V., **Sokolovskaya E.A.**, Kodirov D.F., Bosov E.V., Timoshenko V.V. Possibilities of data mining in production control in metallurgy for predicting the strength, ductility, and toughness of metal products // Russian Metallurgy (Metally). – 2023. – Т. 2023. – № 10. – С. 1549-1556.
40. Сергеев М.И., Погорелов Е.В., Дударев А.А., **Соколовская Э.А.**, Кудря А.В. О возможности локального измерения трещиностойкости конструкционных сталей с привязкой к структуре. // Frontier Materials & Technologies. – 2024. – № 1. – С.71-81. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-7.
- Sergeev M I., Pogorelov E.V., Dudarev A.A., **Sokolovskaya E.A.**, Kudrya A.V.On the possibility of local measurement of crack resistance of structural steels taking into account the structure // Frontier materials & technologies. – 2024. – №. 1. – P. 71-81. <https://doi.org/10.18323/2782-4039-2024-1-67-7>.
41. **Соколовская Э.А.**, Кудря А.В., Кодиров Д.Ф., Сергеев М.И., Будanova Е.С., Самошина М.Е. О достоверности результатов цифровых измерений изображений структур в металловедении // Металлург. – 2024. – №1. – С. 36–39. DOI: 10.52351/00260827_2024_1_36.
- Sokolovskaya E.A.**, Kudrya A.V., ugli Kodirov D.F., Sergeyev M.I., Budanova E.S., Samoshina M.E. Reliability of digital measurement results for structural images in metal science // Metallurgist. – 2024. – Volume 68. – pages 38–44. 10.1007/s11015-024-01701-w. <https://www.webofscience.com/wos/woscc/full-record/WOS:001250946200002>.
42. Босов Е.В., Кодиров Д.Ф., **Соколовская Э.А.**, Кудря А.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. DOI: 10.31044/1814-4632-2025-4-29-39.
43. **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 ее качества // Известия высших учебных заведений. Черная Металлургия. – 2025. – № 68(3). – С. 305–315. DOI: 10.17073/0368-0797-2025-3-305-315.
- Sokolovskaya E.A.**, Bosov E.V., Kudrya A.V., Kodirov D.F., Alekseev V.I. Possible consequences caused by reducing the number of samples during acceptance tests of a unit of metal products to assess its quality // Izvestiya. Ferrous Metallurgy. – 2025. – № 68(3). – pp. 305-315. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2025-3-305-315>.
44. Солоницын А.Р., Добротин Г.С., Валигин 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. <https://elibrary.ru/item.asp?id=82602922>.
45. Соколовская Э.А., Кудря А.В., Сергеев М.И., Нгок Нго Ха Повышение достоверности результатов оценки трещиностойкости вязких материалов с неоднородной разномасштабной структурой// Металлург. 2025, № 11, С. 25-35.
46. Кудря А.В., **Соколовская Э.А.** Глава 23. Наблюдение и измерение разрушения материалов с неоднородной структурой // Перспективные материалы и технологии. Монография в 2-х т. Т. 2. / Под ред. В.В. Клубовича. Витебск. – 2017. Из-во ВГТУ. – 509 с.
47. Кудря А.В., **Соколовская Э.А.** Прогноз разрушения материалов // В кн. Перспективные материалы: учебное пособие. Р.Р. Мулуков [и др]: под редакцией Д.Л. Мерсона.–Тольятти: Изд-во ТГУ. – 2021. – Том IX. – С. 219-272.

48. Кудря А.В., Соколовская Э.А. Цифровизация измерений в материаловедении и металлургии // В кн. Перспективные материалы: учебное пособие. А.Е. Романов [и др] : под редакцией Д.Л. Мерсона. – Тольятти: Изд-во ТГУ. – 2023. – Том X. – С. 490-530.

Патенты по теме диссертации

1. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Воробьев Д.А., Ахмедова Т.Ш., Лобачевский Я.П., Сидоров С.А., Лискин И.В., Миронов Д.А. Порошок на основе железа для плазменной наплавки деталей сельскохозяйственных машин в среде сжатого воздуха // Патент на изобретение RU 2637734, заяв. 29.12.2016, опубл. 06.12.2017. Бюл. № 34.

2. Кудря А.В., Мельниченко А.С., Ахмедова Т.Ш., Соколовская Э.А. Способ определения склонности к преждевременному разрушению твердых сплавов, используемых в качестве упрочняющих наплавок рабочих органов сельскохозяйственных машин // Патент на изобретение RU 2668691, заяв. 27.12.2017, опубл. 02.11.2018.

Список цитируемой литературы

1. Сталь на рубеже столетий / Под ред. Ю.С. Карабасова. М.: МИСиС, 2001. 664 с.
2. Эфрон Л.И. Металловедение в «большой металлургии». Трубные стали. М.: Металлургиздат. 2012. - 696 с.
3. Разрушение. В 2 кн. Кн. 1. Разрушение материала : моногр. / М.А. Штремель.-М.: Изд. Дом МИСиС. 2014.-670 с.
4. Разрушение. В 2 кн. Кн. 2. Разрушение структур: моногр. / М.А. Штремель.-М.: Изд. Дом МИСиС, 2015. 976 с.
5. Штремель М.А., Алексеев И.Г., Кудря А.В. Взаимосвязь двух аномалий излома высоколегированной конструкционной стали // Металлы. 1994. № 2. С. 96-103.
6. Клепиков Н.П., Соколов С.Н. Анализ и планирование экспериментов методом максимума правдоподобия. М.: Наука, 1964, 184с.
7. Metallography Principles and Practice George F. Vander Voort, ASM International. 1999. 752 p.
8. Otsu N. A threshold selection method from gray-level histograms // IEEE Trans. Systems, Man and Cybernetics. – 1979. – Vol. 9, 1. – pp. 62-66.
9. Мандельброт Б. Фрактальная геометрия природы. Пер. с англ. – М.: ИКИ, 2002. – 656с.
10. Никитин Я.Ю. Асимптотическая эффективность непараметрических критеріев. М.: Физматлит, 1995. 240 с.
11. Смирнов М.А., Пышминцев И.Ю., Борякова А.Н. К вопросу о классификации микроструктур низкоуглеродистых трубных сталей // Металлург. 2010. №7. С. 45-51.
12. 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.
13. Fracture: A Topical Encyclopedia of Current Knowledge. Ed. by G.P. Cherepanov. Malabar, Florida: Krieger Publishing Company, 1998. 874 pp.]
14. 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.
15. Сидоров А.И. Восстановление деталей машин напылением и наплавкой - М.: Колос, 1993, - 195 с.
16. Штремель М.А. Прочность сплавов. Ч. II. Деформация. М.: МИСиС, 1997. 527 с.
17. Хасун А., Моригаки О. Наплавка и напыление. – М.: Машиностроение, 1985. – 240 с.
18. Ченцов Н.Н. Статистические решающие правила и оптимальные выводы. М.: Наука. 1972. 520 с.
19. 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