# ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ им. А.А. БАЙКОВА РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

На правах рукописи

Судьин Владислав Витальевич

# ИССЛЕДОВАНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ РАЗРУШЕНИЯ НИЗКОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ И ИХ СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ В ИНТЕРВАЛЕ ВЯЗКО-ХРУПКОГО ПЕРЕХОДА

Специальность 01.04.07 «Физика конденсированного состояния»

Диссертация

на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Научный руководитель

академик РАН Солнцев Константин Александрович

Научный консультант

к.т.н. Кантор Матвей Матвеевич

Москва – 2021

# СОДЕРЖАНИЕ

Список условных обозначений и сокращений				
ВВЕДЕНИЕ				
ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ				
1.1. Энергетическая теория хрупкого разрушения 1.2 Влияние микромеханизма разрушения на ударную вязкость сталей				
1.3 Инструментированные испытания на ударный изгиб				
1.4 Исследование коррозионно-механического механизма разрушения				
1.5 Применение методов электронной микроскопии для исследования	25			
разрушения				
1.6 Применение методов машинного обучения к задачам материаловедения	28			
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ				
2.1 Материал				
2.2. Методы исследования				
2.2.1 Испытания на ударный изгиб				
2.2.2 Испытания на статическое растяжение				
2.2.3 Анализ динамических кривых разрушения				
2.2.4 Макрофрактографический анализ изломов				
2.2.5 Исследование микроструктуры	44			
ГЛАВА 3. РАЗРАБОТКА МЕТОДА АВТОМАТИЧЕСКОГО АНАЛИЗА				
ИЗЛОМОВ ОБРАЗЦОВ ПОСЛЕ ИСПЫТАНИЙ НА УДАРНЫЙ ИЗГИБ				
3.1 Подготовка обучающей выборки	53			
3.2 Исследование различий в системах признаков областей излома	56			
3.3 Разработка алгоритма предварительной подготовки изображений изломов	66			
3.4 Разработка базового алгоритма выделения областей с вязким и хрупким				
строением на изломе на основе нейронных сетей				
Выводы по Главе 3	76			
ГЛАВА 4. АНАЛИЗ ВЗАИМОСВЯЗИ МЕЖДУ ПАРАМЕТРАМИ	77			
ДИНАМИЧЕСКОЙ КРИВОЙ И МЕХАНИЗМОМ РАЗРУШЕНИЯ В				
ИНТЕРВАЛЕ ВЯЗКО-ХРУПКОГО ПЕРЕХОДА				
4.1 Построение модели				
4.2 Анализ качества модели				

4.3 Анализ сложности модели

Выводы по Главе 4						
ГЛАВА 5 РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ЗАТРАТ ЭНЕРГИИ ПО СТАДИЯМ	92					
ДЕФОРМАЦИИ ОБРАЗЦА ПРИ ИСПЫТАНИИ НА УДАРНЫЙ ИЗГИБ И						
НАДЁЖНОСТЬ МАТЕРИАЛА						
Выводы по Главе 5						
ГЛАВА 6. ДИССИПАТИВНЫЕ ПРОЦЕССЫ, СОПРОВОЖДАЮЩИЕ	104					
РАСПРОСТРАНЕНИЕ ТРЕЩИНЫ СКОЛА В ФЕРРИТНО-ПЕРЛИТНОЙ						
МИКРОСТРУКТУРЕ						
6.1. Деформация при росте трещины скола в пределах одного зерна						
6.2. Деформация при разрыве сочленений между трещинами скола						
6.3 Пути диссипации энергии при переходе трещины скола через барьеры						
Выводы по Главе 6						
ГЛАВА 7. ВЛИЯНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ НА РАССЕЯНИЕ ЗНАЧЕНИЙ						
УДАРНОЙ ВЯЗКОСТИ ОКОЛОШОВНОЙ ЗОНЫ ТРУБ КЛАССА						
ПРОЧНОСТИ К60						
Выводы по Главе 7	153					
ГЛАВА 8. МИКРОСТРУКТУРНЫЕ АСПЕКТЫ ХЛАДНОЛОМКОСТИ 1						
СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ						
Выводы по Главе 8	168					
ГЛАВА 9. ВЛИЯНИЕ ХАРАКТЕРА ГРАНИЦ ЗЁРЕН НА	170					
РАСПРОСТРАНЕНИЕ ТРЕЩИН КРН						
Выводы по Главе 9	175					
ОБЩИЕ ВЫВОДЫ						
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ						

# Список условных обозначений и сокращений

ДВИ – доля вязкой составляющей излома

- ОШЗ околошовная зона
- ОМ основной металл
- СШ сварной шов
- КРН коррозионное растрескивание под напряжением
- ПЭМ просвечивающая электронная микроскопия
- ДОЭ дифракция отражённых электронов
- PO3 (GOS Grain Orientation Spread) рассеяние ориентации зерна
- POC (GROD Grain Reference Orientation Deviation) разориентация относительно

средней ориентации зерна

- ЛР (KAM Kernel Average Misorientation) локальные ядерные разориентации
- ОПФ обратные полюсные фигуры
- ТМКП термомеханическая контролируемая прокатка
- МЛП (MLP Multilayer Perceptron) многослойный перцептрон
- МГК метод главных компонент
- АФ анализ факторов

#### **ВВЕДЕНИЕ**

#### Актуальность темы и степень разработанности проблемы

Необходимость учёта вязкости материалов для применения в условиях низких температур и опасность их хрупкого разрушения требуют рассмотрения микроструктурных особенностей вязко-хрупкого перехода. Хладноломкость низколегированных сталей является основной проблемой для их применения в условиях низких температур. Особую сложность имеет проведение процесса сварки этих сталей, обеспечивающее достаточный уровень вязкости сварных соединений.

Не решённой проблемой для применения низколегированных сталей в условиях низких температур является рассеяние значений ударной вязкости в интервале вязко-хрупкого перехода. Такое рассеяние зачастую приводит к недостоверной оценке надёжности материала. Одной из задач на решение которой направлена эта работа является изучение микроструктурных факторов, влияющих на надёжность низколегированных сталей и их сварных соединений. Решение этой масштабной задачи предлагается проводить путём анализа большого массива испытаний на ударный изгиб [1] и глубокого исследования процесса разрушения и структуры материала для выявления особенностей, определяющих уровень ударной вязкости металла и величину рассеяния значений ударной вязкости в испытаниях.

#### Цель и задачи исследования

Целью работы является: исследование особенностей разрушения сварных соединений низколегированных сталей и основного металла в интервале вязкохрупкого перехода и влияния микроструктуры на процесс разрушения. Для достижения заявленной цели были решены следующие задачи, поставленные в ходе исследования:

• Разработка метода автоматического анализа изломов образцов, испытанных на ударный изгиб

• Анализ взаимосвязи между параметрами динамической кривой и механизмом разрушения в интервале вязко-хрупкого перехода

• Анализ распределения энергии между стадиями разрушения в испытаниях на ударный изгиб

• Исследование путей диссипации энергии при росте трещины скола в интервале вязко-хрупкого перехода

• Исследование микроструктурных особенностей, приводящих к повышенному рассеянию значений ударной вязкости

• Исследование микроструктурных особенностей, определяющих распределение энергии между стадиями разрушения

• Исследование связи между микроструктурой и сопротивляемостью росту коррозионно-механических трещин.

#### Научная новизна работы

Научная новизна работы заключается в том, что с использованием растровой и просвечивающей электронной микроскопии, фрактографического анализа и инструментированных испытаний на ударный изгиб изучены особенности разрушения сварных соединений и основного металла низколегированных сталей в интервале вязко-хрупкого перехода:

- установлено соотношение между параметрами динамической кривой и механизмом разрушения образца в испытаниях на ударный изгиб;

 показаны пути диссипации энергии при образовании трещины скола в ферритной микроструктуре;

- показано влияние микроструктурных факторов, становящихся точками зарождения скола на распределение энергии между стадиями разрушения;

- исследовано влияние предварительной пластической деформации на способность к зарождению скола на хрупких неметаллических включениях в ферритной матрице и рассеяние значений ударной вязкости;

- изучены особенности перехода от межзёренного к транскристаллитному пути роста трещины КРН и показано влияние характера границ зёрен на этот процесс.

#### Практическая и научная значимость работы

Экспериментально показано различие в механизмах разрушения основного металла и металла сварных швов низколегированных сталей, влияющее на оценку надежности в испытаниях на ударный изгиб и предложены подходы к оценке надёжности с учётом показанных различий. Полученные в работе результаты исследования влияния микроструктуры на механизм разрушения металла сварных швов могут быть использованы в разработке новых сварочных материалов для оптимизации состава электродов и строения неметаллических включений.

В ходе работы были разработаны автоматизированные методы анализа изображений изломов и динамических кривых разрушения, позволяющие использовать новые фрактографические подходы и критерии стадийности разрушения для определения надежности металла низколегированных сталей.

#### Основные положения, выносимые на защиту

В применении к низколегированным сталям и их сварным соединениям на защиту выносятся следующие положения:

1) экспериментальные данные, описывающие микроструктурные механизмы диссипации энергии при росте трещины скола в ферритной микроструктуре;

 результаты исследования влияния предварительной пластической деформации на очаги скола в околошовной зоне и рассеяние значений ударной вязкости;

3) результаты исследования микроструктурных факторов, влияющих на распределение энергии между этапами разрушения;

4) алгоритм автоматического анализа изломов образцов на ударный изгиб с применением нейронных сетей, реализованный в виде программного обеспечения;

5) результаты исследования выявленных различий в распределении энергии между стадиями разрушения для сварных соединений и основного металла;

6) подходы к анализу механизма разрушения и строения излома по параметрам динамических кривых разрушения, основанные на использовании нейронных сетей;

7) выявленные кристаллографические и геометрические параметры границ зёрен, определяющие сопротивляемость их к КРН в околонейтральной среде и описание перехода от межзёренного к транскристаллитному росту трещины.

# Достоверность и надежность полученных результатов

Достоверность полученных результатов определяется использованием отработанных методов анализа, реализованных на современном высокоточном оборудовании, воспроизводимостью результатов на большом количестве сталей с различной микроструктурой и подтверждается публикацией полученных результатов в рецензируемых научных журналах и апробацией на российских и международных конференциях.

Личный вклад автора

Автор принял непосредственное участие в постановке цели и определении задач работы. Автором самостоятельно написано программное обеспечение для автоматического анализа изломов и динамических кривых разрушения, проведена пробоподготовка, в том числе с применением новых подходов, исследована микроструктура образцов с применением всех описанных методов электронной микроскопии, статистически проанализированы результаты испытаний на ударный изгиб, сделаны выводы на основе полученных данных.

### Публикации

Основные результаты работы опубликованы в виде 5 статей в рецензируемых научных журналах из списка ВАК и индексируемых в системах Scopus и Web Of Science

# Апробация работы

Основные результаты работы были доложены на следующих конференциях:

XI, XII, XIII, XIV, XV, XVI Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов. "Физико-химия и технология неорганических материалов"

II научно-практический семинар ООО «Газпром ВНИИГАЗ» «Повышение Надежности Магистральных Газопроводов Коррозионному Растрескиванию под Напряжением» 24–26 мая 2016 г. Москва

IX-ая Евразийская научно-практическая конференция Прочность неоднородных структур - ПРОСТ 2018. Москва, НИТУ «МИСиС» 24-26 апреля 2018 г.

«КОРРОЗИЯ В НЕФТЕГАЗОВОЙ ОТРАСЛИ» — CORROSION OIL&GAS 2019. 22-24 мая 2019 г., Санкт-Петербург

First Virtual European Conference on Fracture (VECF1), on-line 29 Июня – 1 Июля 2020

Materials Science and Engineering Congress (MSE), Darmstadt, Germany 2020, 22-25 сентября 2020

# Объем и структура диссертации

Диссертация состоит из введения и 9 глав. Изложена на 189 страницах машинописного текста, содержит 147 рисунков, 12 таблиц и 185 наименований в списке литературы.

# ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

#### 1.1. Энергетическая теория хрупкого разрушения

Напряжение, необходимое для разрушения материала путём разрыва межатомных связей определяется следующим выражением

$$\sigma_{\rm c} = \sqrt{E\gamma/b_0}$$

Где  $\sigma_{\rm c}$  – теоретическая прочность, Е – модуль Юнга,  $\gamma$  – поверхностная энергия трещины единичной площади,  $b_0$  – параметр решетки.

В случае типичных значений E=200 ГПа, b=0.3 нм,  $\gamma \approx 1$  J/m<sup>2</sup>, значение  $\sigma_{\rm c}=26$  GPa  $\approx E/10$ 

Поскольку такое соотношение не описывает реальную прочность материалов, Аланом Гриффитом в 1920 году был выработан термодинамический подход к росту трещины, учитывающий концентрацию напряжений вокруг дефектов. Для существующей трещины длинной 2а необходимое для её роста напряжение определяется формулой:

$$\sigma_{\rm c} = \sqrt{2E\gamma/\pi(1-\nu^2)a}$$

Где v – соотношение Пуассона, принимаемое за 0.3 для упругой и за 0.5 для пластической деформации стали.

При этом, такой критерий является необходимым условием разрушения, но не достаточным.

Приведённые уравнения были выведены для разрушения идеально хрупкого тела, т.е. разрушающегося без пластической деформации. Однако как показано Орованом [2], для реальных материалов, таких как ферритные стали, для зарождения скола необходимо возникновение предварительной пластической деформации.

Для случая пластической деформации в вершине растущей трещины, в котором большая часть работы будет затрачена на деформацию, предшествующую нестабильному росту трещины, теория Гриффита может быть дополнена в виде следующего выражения, предложенного Орованом [2].

$$\sigma_{fg} = \sqrt{E(2\gamma + \gamma_p)/\pi(1 - \nu^2)a}$$

Где  $\gamma_p$  – энергия пластической деформации, затрачиваемая при образовании трещины единичной площади. Это выражение справедливо для случая, когда работа пластической деформации значительно превосходит работу образования свободной поверхности.

Приведённые выражения позволяют определить напряжение, необходимое для роста трещины как

$$\sigma_s = k \sqrt{E \gamma \rho} / b_0 a$$

Где k – константа, близкая к единице, а  $\rho$  – радиус кривизны вершины трещины.

Если необходимым условием для роста трещины является  $\sigma > \sigma_{fg}$ , то достаточным условием является  $\sigma > \sigma_s$ 

Плато [3] отметил, что для возникновения трещины скола должны быть выполнены два условия: "необходимое (термодинамическое) условие", которое определяет необходимую упругую энергию для распространения трещины по всему образцу, и "достаточное (механико-динамическое) условие", которое определяет достаточную деформацию и напряжение для зарождения и распространения трещины. В хрупком теле (как и в стекле) радиус острия трещины р всегда очень мал, что всегда создает большие нормальные напряжения и деформации, удовлетворяющие достаточному условию. В этом случае трещина будет распространяться, как только условие Гриффита (необходимое условие) будет выполнено. Однако в квазихрупком материале (например, ферритной стали при низкой температуре) условие Гриффита было лишь необходимым условием. Трещина может образоваться только при выполнении достаточных (механикодинамических) условий.

С микроструктурной точки зрения процесс зарождения трещин скола рассматривается как следствие накопления дислокаций в объёме кристаллического материала, окруженного границами зёрен. Стро [4] были предложены различные варианты реализации такого механизма. Было предложено выражение для напряжения, необходимого для скола зерна, включающее в себя разницу между приложенным напряжением и напряжением внутреннего трения – т и т<sub>і</sub>.

$$\sigma = (\tau - \tau_i) \sqrt{(L/2r)}$$

Где 2L – размер скопления дислокаций, а r – Расстояние до границы зерна.

Поскольку размер скопления дислокаций зависит от размера зерна, напряжение скола изменяется как  $1/\sqrt{d}$ . Более того, поскольку напряжение трения  $\tau_i$ сильно зависит от температуры, это уравнение также показывает, что напряжение скола сильно возрастает при снижении температуры. Во многих случаях, в частности в сталях, было показано, что в первом приближении напряжение скола не зависит от температуры. Это свидетельствует о том, что скол контролируется не условиями его зарождения, иначе должна наблюдаться температурная зависимость.

Проблема энергетических критериев зарождения скола была исследована Котреллом [5], который предположил, что скол в плоскости *{100}* в ОЦК металлах зарождается при пересечении и взаимной блокировке двух систем скольжения *{*110*}*. Когда появляется трещина скола длиной С, дислокации в двух системах быстро переходят в трещину, которая, таким образом, может рассматриваться как нескользящая дислокация с вектором Бюргерса nb и ядром, размер которого, согласно Коттреллу, равен С/2. При этом образуются две поверхности и высвобождается энергия

 $A = \pi (1 - \nu^2) \sigma^2 C^2 / 2E.$ 

Критическое напряжение, при котором возможен такой процесс было определено как

$$\sigma = \sigma_f = \frac{2\gamma_s}{nb}$$

где nb – вектор Бюргерса.

Поскольку Фриделем [6], было показано, что

 $nb = \pi(1-\nu)L(\tau-\tau_i)/\mu,$ 

напряжение необходимое для роста трещины скола равняется

$$\sigma_f(\tau - \tau_i) = \frac{2\mu\gamma_s}{\pi(1 - \nu)d}$$

где µ-модуль сдвига.

Поскольку Холом [7] и Петчем [8] было показано что эффективное напряжение, действующее на скопление дислокаций ( $\tau - \tau_i$ ) зависит от размера зерна

$$\tau - \tau_i = \frac{1}{\sqrt{k_y d}}$$

Напряжение необходимое для роста трещины скола при этом будет выражаться как

$$\sigma_{f} = k_{y}^{"} d^{-1/2}$$
где  $k_{y}^{"} = rac{2\mu\gamma_{S}}{\pi(1-
u)k_{y}}$ 

Экспериментальные результаты показывают, что напряжение скола,  $\sigma_f$ , пропорционально  $d^{-\alpha}$ , с  $\alpha$  близким к 1/2, но константа, найденная экспериментально, приводит к значениям поверхностной энергии, значительно превышающим  $2\gamma_s$ . Эти большие значения обусловлены диссипативными механизмами, которые добавляют энергию к работе, необходимой для разрыва атомных связей.

Отличие экспериментально наблюдаемой работы роста трещин скола от энергии образования свободной поверхности можно объяснить как диссипацией энергии за счёт увлечения её фронтом дислокаций, образованных при зарождении скола [9], так и за счёт затрат энергии на прочие сопутствующие росту трещины процессы в реальном материале, например, образование речного узора [10].

Совмещением дифракционной электронной микроскопии и высокоразрешающей микрофрактографии наблюдали как образование пластической зоны под сколом, так и бездислокационные участки [11].

Разрушение сколом в α-Fe наиболее часто происходит в плоскостях {100}. Однако, в некоторых работах показана возможность распространения трещин и по плоскостям с большими кристаллографическими индексами (Nohava 2002, Naylor 1975, Mohseni 2012). Распространение трещины скола приводит к образованию поверхности разрушения, содержащей ступеньки различного размера, образующиеся по разным механизмам, например при увлечении дислокаций фронтом трещины [9] или компенсации локальной разориентации внутри кристаллита. В случае прохождения через двойниковые границы, такие детали рельефа фасетки выглядят как «язычки» [15]. Компенсация локальной разориентации происходит путём перехода трещины в соседние плоскости распространения, оставляя при этом перемычки, последующий разрыв которых приводит к образованию линий речного узора. При этом, направление расхождения линий может быть использовано для определения точки зарождения скола. Разрушение металла на уровне фасетки происходит в плоскости перпендикулярной максимальному усилию и описывается как отрыв. Механизм разрушения перемычек

металла между трещинами, распространяющимися в различных плоскостях, рассматривается редко. Тем не менее, особенности этого процесса могут быть определяющими для оценки работы распространения реальной трещины. Влияние на работу разрушения аналогичных деталей излома, образующихся при переходе трещины между плоскостями скола в разных зернах, было показано в работах [16,17].

Прямое исследование деформационных особенностей распространения хрупкого скола осложнено техническими ограничениями. Исследование методами рентгеновской дифракции регистрирует деформацию, как связанную с макроскопическим изгибом, так и возникающую при переходе между границами зерен [18]. Более перспективным выглядит применение просвечивающей электронной микроскопии. В работе [19] при помощи этого метода изучено распространение хрупких трещин через колонии перлита. Помимо этого, в работе [20] помощи просвечивающей электронной микроскопии при изучена кристаллографическая ориентация плоскостей скола в фасетках, на ламелях, подготовленных с применением фокусированного ионного пучка. Исследование деформации, образующейся при распространении хрупкой трещины проведено в работе [21]. В этой работе показано увеличение плотности дислокаций под хрупким изломом относительно исходного материала, при этом не сделано выводов о механизме наблюдаемого повышения. На фольгах, полученных в плоскости параллельной поверхности фасетки, повышенная плотность дислокаций вблизи излома зафиксирована при помощи ПЭМ [22]. Наблюдение излома В перпендикулярной плоскости может позволить идентифицировать деформацию, связанную не с увлечением дислокаций фронтом трещины, а с образованием линий речного узора, что было невозможно на односторонних фольгах ввиду масштаба деталей.

Для уточнения причин нарушения кристаллической структуры ферритных зерен при распространении трещины скола необходимо исследовать распределение деформации в пределах единичной фасетки скола. Подходящим методом является просвечивающая Кикучи дифракция, успешно применяемая для определения кристаллографической ориентации и деформации с высоким разрешением [23,24].

## 1.2 Влияние микромеханизма разрушения на ударную вязкость сталей

Хорошо известно, что значения ударной вязкости имеют большое рассеяние, в интервале вязко-хрупкого перехода. Рядом исследователей были проведены испытания на ударный изгиб большого количества образцов [1, 25, 26]. При этом, было показано, что распределение значений ударной вязкости не является ни нормальным, ни логарифмически нормальным распределением. Наблюдаемое рассеяние приводит к тому, что при одной температуре испытания значения ударной вязкости могут отличаться в несколько раз, а значения, полученные при различных температурах совпадать. С учётом рассеяния оценка надежности материала путём испытаний на ударный изгиб требует применения большого количества образцов [1].

Разрушение образца в интервале вязко-хрупкого перехода происходит с образованием излома, содержащего участки, образуемые по двум различным механизмам – объединению микроразрывов и образованию трещин скола. Объединение микроразрывов приводит к образованию поверхности вязкого ямочного излома, сопровождающегося большой пластической деформацией материала вблизи поверхности разрушения и соответственно, образующегося с большими затратами энергии. Излом низколегированных сталей, образующийся путём скола зёрен, состоит из плоских фасеток и характеризуется низкой деформацией материала и низкой работой образования. Принято обозначать ямочный излом – вязкой составляющей, а излом, имеющий фасеточное строение – хрупкой составляющей.

Известно, что ударная вязкость низколегированных сталей в интервале вязкохрупкого перехода зависит от соотношения вязкой и хрупкой составляющих излома [27]. Исследование динамических кривых разрушения показало, что значение ударной вязкости отдельного образца, испытываемого на ударный изгиб, зависит от величины прогиба, при котором происходит образование хрупкого излома [28]. В этом случае, величина ударной вязкости определяется работой, совершаемой при образовании вязкого излома, которая в свою очередь может быть представлена в виде суммы работы макродеформации образца, сопровождающей его изгиб и пластической деформации в поле напряжений вершины растущей вязкой трещины. Снижение ударной вязкости относительно образца, разрушенного с образованием

только вязкого излома происходит за счёт потери сечения, занимаемого хрупким изломом и соответствующей ему работы макродеформации и работы деформации в поле вершины вязкой трещины на этом участке [29].

Размер и положение участка хрупкого излома определяется точками старта и остановки трещины скола. При этом, в ряде работ была показана взаимосвязь между прогибом образца в момент зарождения трещины скола и глубиной первоначальной вязкой трещины [30]. Наличие такой зависимости предполагает, что трещина скола образуется напряжений вершины растущей В поле вязкой трещины. Фрактографическое исследование очагов зарождения скола показало, что такие очаги включают в себя хрупкие структурные составляющие, например, нитриды титана [31-36], сульфиды марганца [37-39], карбиды [38,40], мартенситноаустенитную составляющую [41, 42]. На основе результатов этих исследований был сделан вывод о наличии в микроструктуре локально хрупких областей, становящихся очагами скола и локально вязких областей, скол в которых не зарождается. Таким образом, величина рассеяния, определяется наличием в образце деталей микроструктуры, скол которых может приводить локальных К макроскопическому хрупкому разрушению.

Для описания разрушения, возникающего путём образования скола на таких локально-хрупких участках был разработан ряд статистических моделей [43-49].

Одним из подходов к прогнозированию разрушения сколом после некоторого роста первоначальной вязкой трещины является построение J–R кривой (или J/ $\sigma_{\rm T}$ –R кривой для учета температурной зависимости). Тогда можно с помощью теории Беремина [44] рассчитать вероятность разрушения для различных длин трещин, как схематично показано на рис. 1.1.

На этом рисунке показано, что значение J, при котором происходит зарождение трещины скола с заданной вероятностью, увеличивается с температурой. Это увеличение происходит на фоне снижения предела текучести с температурой. На рис. 1.2 показано, что этот упрощенный подход, примененный к стали 508 RPV [50], приводит к теоретическим предсказаниям, которые хорошо согласуются с экспериментами.



Рисунок 1.1 – J-R кривая. Вероятности зарождения скола (0.1 и 0.9) для различных длин первоначальной вязкой трещины при разных температурах T<sub>1</sub><T<sub>2</sub><T<sub>3</sub> [50]

Аналогичные выводы были получены в работе [51] на стали С–Мп, испытанной при -170 °С. Этот подход сопряжен с сильными ограничениями, поскольку он не учитывает изменения поля напряжений перед распространяющейся трещиной и не учитывает возможного изменения характера инициирующих скол деталей микроструктуры при распространении трещины.

Влияние пластической деформации на природу локальных источников скола не до конца определено и исследование процессов их изменения выглядит одним из важных направлений научной работы.



Рисунок 1.2 – экспериментальные результаты, наложенные на J-R кривую [50]

В работе [52] было показано, что описанным шагам зарождения и распространения трещины скола предшествует пластическая деформация материала. В ряде работ [53-55] моделирование с использованием растущей вязкой трещины, показало, что при её распространении максимальное нормальное растягивающее напряжение перед ней увеличивается с её ростом, как показано на рис. 1.3.



Рисунок 1.3 – Профиль растягивающего напряжения перед вершиной растущей трещины [53].

Эти результаты были получены при численном моделировании испытаний на трёхточечный изгиб с тремя увеличивающимися длинами трещин. В данной геометрии образца эффект в значительной степени зависит от длины трещины. Повышение напряжения перед распространяющейся вершиной трещины может, таким образом, увеличить вероятность скола. Эффект повышения напряжений при росте трещины по-разному выражен в образцах различной геометрии [56-60].

Такая зависимость свидетельствует о том, что на вязко-хрупкий переход будет сильно влиять геометрия образца. Показано, что зарождение трещин скола будет наиболее легко происходить в образцах, нагружаемых путём изгиба с небольшим относительным размером первоначальной трещины, например, образцах на ударный изгиб с надрезом по Шарпи.

Для описания механизма вязко-хрупкого перехода предложено использовать микроскопический подход. Томпсон и Нотт [61] определяли микромеханизм как «механические процессы в материалах в масштабе микроструктуры». Это определение подчёркивает важность образования микротрещин скола в материале.

Основные результаты исследования микромеханизмов можно представить в следующем виде: Томпсон и Нотт [61] установили, что хрупкое разрушение соответствует распространению трещины скола через весь образец. Такое разрушение соответствует следующим параметрам: мгновенное разрушение происходит при нагрузках меньше предела текучести сохранившегося сечения образца; не наблюдается макропластической деформации материала при разрушении; не наблюдается деформации на уровне микроструктуры.

В работе [62] было описано, что на макроскопическом уровне хрупкая трещина, состоящая ИЗ фасеток скола, распространяется В плоскости перпендикулярной приложенной нагрузке. На микроскопическом уровне в работе [63] было установлено, что трещина скола распространяется ПО кристаллографическим плоскостям с низкими индексами Миллера с минимальной пластической деформацией и с образованием излома кристаллического фасеточного строения.

В работе [64] был показано, что трещина скола изменяет своё направление при переходе через субграницы, двойниковые границы или обычные границы зёрен. На микроскопическом уровне поверхность трещины характеризовалась плоскими

кристаллографическими фасетками скола. На поверхностях трещин появились ступени, компенсирующие локальную разориентацию плоскостей скола с основным напряжением. Затем для поддержания равновесия фронта трещины ближайшие ступени собирались в единую ступень наибольшей высоты, приводящую к образованию полос речного узора, выровненных по направлению локального распространения трещин скола и выходящих из места инициации трещины (рис. 1.4).



Рисунок 1.4 – Очаг скола с линиями речного узора, расходящимися от сколовшегося неметаллического включения в сварном шве [42]

Макроскопическому хрупкому разрушению предшествует стадия образования микротрещин. При этом, образование микротрещины скола не всегда приводит к её распространению на всё сечение образца. Для определения стадии роста микротрещины, после которой её развитие не останавливается вводится понятие критического события. В работе [46] показано, что процесс хрупкого разрушения низколегированных сталей включает в себя три стадии: зарождение трещины скола на карбидной частице, переход трещины через границу карбида и ферритной матрицы, переход трещины через границу ферритного зерна. С понижением температуры испытания роль критического события переходит к всё более мелким деталям микроструктуры. Модель критического события развивалась в работах [65-68]. При этом преодоление каждого барьера на пути трещины требует развития поля напряжений, описываемого соответствующим коэффициентом интенсивности напряжений К<sub>16</sub> (рис. 1.5).



Рисунок 1.5 – Схема событий, служащих началом хрупкого разрушения сколом. [65]

Значение ударной вязкости во многом зависит от момента образования скола. При этом критическое событие, происходящее в момент скола связано с напряжением скола деталей микроструктуры, рассеяние которого в конечном итоге определяет и рассеяние значений ударной вязкости. В работе [69] было показано, при помощи реальных испытаний на ударный изгиб и при помощи моделирования процесса разрушения, что напряжение скола, соответствующее критическому событию, меняется от образца к образцу и влияет на получаемый уровень ударной вязкости.

# 1.3 Инструментированные испытания на ударный изгиб

В работе [70] отмечено, что испытания на ударный изгиб перестали быть только технологической пробой для оценки качества материала, но и стали методом исследования механизма разрушения. Особенно полезны такие испытания при исследовании механизма вязко-хрупкого перехода. При изучении вязкого разрушения — верхняя граница значений ударной вязкости для образца, разрушенного с образованием полностью вязкого излома, коррелирует с J-R кривой, используемой для анализа изменения работы роста трещины в ходе разрушении образца [71].

Наибольший интерес для изучения механизма разрушения представляют испытания на ударный изгиб с записью зависимости нагрузки на маятнике копра от прогиба образца (перемещения маятника). Этот метод испытаний позволяет оценить различные механические свойства образца, например, нагрузку в точке перехода от упругой к пластической деформации, максимальную нагрузку, нагрузку при зарождении и остановке трещины скола [72]. В работе [73] эти параметры использовались для исследования различий в поведении низколегированных сталей.

Анализ динамических кривых в координатах усилие – перемещение, записываемых в ходе испытаний на ударный изгиб, позволяет получать ценную информацию о механизме разрушения. Так, извлекаемые из них параметры используются для отделения энергии зарождения от энергии распространения трещины и для определения параметров трещиностойкости для ударного разрушения образцов [74-80]. Помимо этого, инструментированные испытания используются для оценки надёжности материалов путём измерения работы разрушения. Сравнением экспериментальных динамических кривых разрушения с расчётными было произведено исследование параметров напряжений и деформации в вершине надреза [81]. В случае малого количества материала таким методом может быть проведена оценка параметров разрушения, изменяющихся в процессе эксплуатации – например в случае радиационного охрупчивания сталей [82] [83] и определение механических свойств материала, например предела текучести [82] [84]. Для исследований механизма вязко-хрупкого перехода экспериментальные и смоделированные динамические кривые разрушения использовали для определения напряжения скола при хрупком разрушении [85].

Определённый интерес представляет определение ДВИ образца из параметров динамической кривой, записанной в ходе его разрушения, что позволит существенно сократить усилия на расчёт этого параметра вручную путём анализа излома. Также, автоматизация такого анализа может существенно снизить субъективность, всегда сопутствующую анализу изображений человеком.

В настоящий момент для расчёта ДВИ из параметров динамической кривой разрушения используются эмпирические формулы, включающие в себя усилия в характерных точках на динамической кривой (ISO 14556) [86], [83]. Такой подход не подразумевает наличия сложных нелинейных связей между вводимыми

параметрами и ДВИ, что не позволяет проводить расчёт с точностью, достаточной для использования при проведении приёмо-сдаточных испытаний. Возможно, более точный учёт свойств материала осуществим путём использования большего количества параметров, извлекаемых из динамической кривой и построения нелинейных моделей на их основе. К таким параметрам можно отнести усилия во всех характерных точках, координаты перемещения маятника копра в этих точках и работу разрушения образца (площадь под динамической кривой). Также, в качестве дополнительного параметра, влияющего на разрушение, можно использовать температуру испытания. Подходящим методом построения модели, описывающей сложные зависимости между входными параметрами и ДВИ является метод машинного обучения с использованием искусственных нейронных сетей.

В ряде работ показано, что образование деталей излома образца соответствует характерным особенностям динамической кривой разрушения [83]. Так, в работе [30] показано, что боковые губы среза и вязкий долом образца образуются после достижения максимума усилия на динамической кривой или после образования трещины скола. При этом, расстояние от надреза до очага скола коррелирует с прогибом образца в момент образования хрупкой трещины.

Момент образования трещины скола представляет первостепенную важность для надёжности материала, поскольку при хрупком разрушении происходит потеря существенной доли сечения образца и в случае реальной конструкции такое событие с большой вероятностью приведёт к катастрофическому разрушению до остановки трещины скола. Исследование различий распределения энергии между стадиями разрушения для разных сталей может дать дополнительную информацию о их надёжности и найти дополнительные критерии её оценки.

#### 1.4 Исследование коррозионно-механического механизма разрушения

В отличии от быстрого разрушения при ударном нагружении, рост трещин под действием одновременного коррозионного и механического факторов происходит медленно. При этом, трещины, образующиеся при коррозионном растрескивании под напряжением (КРН), представляют существенную угрозу надёжности металлоконструкций и к их изучению привлечено большое внимание.

КРН – синергетический процесс образования трещин в результате длительного воздействия коррозионно-активной среды одновременного И механических напряжений на металл. КРН спонтанно реализуется в весьма специфических условиях при эксплуатации подземных трубопроводов. В этих случаях КРН обусловлено тем, что электролит проникает через разрывы изоляционного покрытия, застаивается, продукты коррозии вызывают отслаивание изоляционного покрытия от металла внешней поверхности труб, увеличивая площадь коррозионного воздействия. Внешнее проявление КРН магистральных трубопроводов состоят в образовании колоний длинных полуэллиптических трещин, вытянутых перпендикулярно оси растягивающего напряжения, возникающего в следствие давления транспортируемого продукта

Несмотря на то, что классификация механизмов КРН строится на кислотности коррозионной среды, основным их различием является путь прохождения трещины. В околонейтральной среде (при рН 5,5 – 8) путь трещины транскристаллитный, в щелочной (при рН 9 – 12) – межзеренный [87][88].

Поскольку образование трещин КРН – процесс достаточно длительный, уже при глубине трещины 2-3 мкм пространство между берегами трещины заполняется продуктами коррозии [89]. Принимая во внимание то, что размер зерен феррита в микроструктуре современных трубных сталей после контролируемой прокатки составляет 5-7 мкм, а в сталях после закалки с отпуском даже 2-3 мкм [90] достоверность определения механизма излома по фрактографическим данным представляется не вполне убедительной [91].

В настоящее время для изучения КРН широко применяется метод дифракции отраженных электронов (ДОЭ). Этим методом можно достоверно определить путь распространения трещины на основании анализа карт ориентаций зерен, [92].

Ранее отмечалось, что зарождение трещин КРН, даже в условиях, для которых характерен их транскристаллитный рост, происходит на границах зерен и фаз [93]. На этом основании можно сделать предположение, что на некоторой глубине под поверхностью металла происходит переход от межзеренного распространения трещин к транскристаллитному.

Причиной перехода могут служить различные факторы, приводящие к тому, что распространение трещины по границе зерна становится менее выгодным, чем

распространение по телу зерна. При изучении межзеренного КРН на примерах различных сплавов было установлено, что особой сопротивляемостью к КРН обладают малоугловые [94-97] и специальные границы с большой долей узлов совпадения решеток [94- 98]. Соответственно, можно предположить, что наличие двух границ, относящихся к специальным или одной малоугловой и одной специальной, в тройном стыке зерен может провоцировать переход к транскристаллитному распространению трещины.

Существенное влияние на возможность распространения трещины КРН по границе зерна оказывает угол между поверхностью границы и направлением растягивающего усилия. Вероятностный анализ удельных работ зернограничного разрушения и транскристаллитного скола приводит к выводу, что смена механизма с межзеренного на транскристаллитный зависит от соотношения удельных работ зернограничного разрушения и транскристаллитного скола, ориентировок границы зерна и плоскости скола относительно направления распространения трещины [99]. Экспериментальное подтверждение зависимости вероятности разрушения границы от угла наклона её поверхности к плоскости распространения трещины было осуществлено для меди [100] и для сплава X-750 [95]. Наиболее редко разрушались границы, имеющие угол с плоскостью трещины около 90 градусов, но, тем не менее, разрушения распространения трещины трещины. Это означает, что пространственное направления расположение границы также может вносить весомый вклад в переход к транскристаллитному КРН.

Интересным, но до сих пор не исследованным параметром распространения трещин КРН является влияние типа границ зерен на их устойчивость и направление роста трещины. Тип границы определяется в общем случае 5 степенями свободы – тремя параметрами разориентации решеток и двумя параметрами, задающими направление нормали границы. Для описания характера границы удобно использовать углы наклона и вращения решёток зерен на ней [101]. Граница является чистой границей кручения, когда ось разориентации соседних кристаллитов параллельна с нормалью границы, и является чистой границей наклона, когда эти оси перпендикулярны. Во всех остальных случаях тип границы смешанный. Сопротивляемость границы распространению трещин КРН может быть

обусловлена энергией границы, которая зависит от углов наклона и кручения решеток [102], [103].

# 1.5 Применение методов электронной микроскопии для исследования разрушения

Одно из важнейших применений электронной микроскопии к исследованию изучение фрактографических разрушения – тонкое деталей поверхности разрушения. Наибольшее значение такой подход имеет для определения строения локально-хрупких деталей микроструктуры, становящихся очагами скола. В ряде было работ с применением растровой электронной микроскопии продемонстрировано влияние нитридов титана на зарождение скола в околошовных зонах сварных соединений низколегированных сталей [31-36], зарождение скола на неметаллических включениях в основном металле [37-40], влияние включений на хрупкое разрушение сварных соединений [42, 104-108].

Использование высокоразрешающей растровой электронной микроскопии позволяет анализировать мелкие детали строения излома, такие как речной узор для того, чтобы определять направление роста трещины и таким образом устанавливать расположение очага скола. В некоторых случаях с применением этого метода удаётся построить перколяционные карты процесса распространения трещин скола в микроструктуре, позволяющие исследовать сопротивляемость границ зёрен переходу трещины скола через них [10].

Важным дополнением к ставшим классическими методам растровой электронной микроскопии является использование картин дифракции отраженных электронов для изучения кристаллографических особенностей микроструктуры [109]. Для реализации этого метода пучок электронов направляют на поверхность образца, наклонённого к нему. При это часть электронов испытывает упругое рассеяние и выходит из образца. При выходе электроны дифрагируют на кристаллической решетке материала образца. Сформированная дифракционная картина регистрируется высокоскоростной камерой и может быть использована для восстановления кристаллографической ориентации решётки в точке падения электронного пучка. Схема установки и вид дифракционной картины приведены на рис. 1.6.

При сканировании поверхности электронным пучком в каждой точке растра производится регистрация дифракционной картины и восстанавливается ориентация кристаллита. В результате получается массив информации об ориентации решётки в каждой точке растра. Обработка полученной информации даёт представление о строении границ зёрен, размере кристаллитов, расположении структурных составляющих [110], деформационных особенностях микроструктуры [111].



Рисунок 1.6 – Слева – дифракционная картина в виде линий Кикучи. Справа – схема установки для реализации метода дифракции отраженных электронов. © Max-Planck-Institut für Eisenforschung

Исследование микроструктуры методом ДОЭ для определения размера зерна является стандартизированной методикой по ISO 13067 [112].

Для определения структурных составляющих применяются различные параметры дифракционных картин. В работе [113] предложены подходы к отделению мартенсита и определение доли мартенсита и бейнита по параметрам качества дифракционных картин. Другой метод – отделение структурных составляющих по параметрам несовершенства кристаллических решёток, предложен в работах [114]. Этот подход основан на измерении разворота друг относительно друга решёток в различных частях одного зерна, возникающего при деформации и пропадающего при рекристаллизации.

Для исследования деформационных особенностей микроструктуры также используются подходы, связанные с изменением ориентации кристаллической решетки в пределах зерна. В работе [111] было показано, что параметр рассеяния ориентации зёрен (PO3, GOS) линейно зависит от степени пластической деформации материала. Использование этого параметра предлагалось в различных работах для анализа областей пластической деформации при разрушении и исследовании деформированного состояния при обработке металлов. Другой подход, связанный с анализом деформаций – использование карт локальных разориентаций по ядру, на которых цветом кодируется разница между кристаллографической ориентацией точки и окружающих её на различном расстоянии точек. Такой подход позволяет выявить деформационную структуру в пределах зерна. В ряде работ было показано, что карты локальных разориентаций отображают дислокационную структуру и интенсивность локальных разориентаций может быть использована для расчёта плотности геометрически необходимых дислокаций. При этом, такой расчёт имеет ограничения, связанные с необходимостью учитывать задействованные системы скольжения и знать значения вектора Бюргерса для них [24]. Для установления деформационной структуры на ещё более тонком уровне используется подход измерения разориентаций относительно средней ориентации зерна – карты РОС (GROD). В этих картах цветом кодируется угол разориентации кристаллической решётки в точке растра относительно средней ориентации зерна и ось, относительно которой происходит разворот кристаллита. Такой подход позволяет визуализировать блочную субструктуру зерна.

Для исследования тонких деталей микроструктуры предложен подход просвечивающей дифракции отраженных электронов. Суть этого метода заключается в использовании тонких образцов, дифракция упругих электронов в которых происходит на выходе из образца. При этом существенно снижается размер области рассеяния и соответственно повышается разрешение метода. Если при обычной реализации метода ДОЭ разрешение может составлять 50 нм, то в случае ДОЭ на просвет – около 7 нм [23]. Схема установки приведена на рис. 1.7.



Рисунок 1.7 – Схема установки для применения метода ДОЭ на просвет.

Использование метода просвечивающей дифракции Кикучи для исследования процесса разрушения было опробовано в ряде работ. Применение этого метода позволило исследовать деформационные особенности микроструктуры в вершине растущих трещин КРН [115], влияние обработки поверхности на зарождение трещин КРН [116], исследовать разрушение при водородном охрупчивании мартенситных сталей [117], исследовать процесс усталостного разрушения [118].

1.6 Применение методов машинного обучения к задачам материаловедения

В ходе исследования разрушения низколегированных сталей генерируется большое количество различных данных, анализ которых может дать ценную информацию о механизме разрушения. Среди основных источников таких данных можно назвать инструментированные испытания на ударный изгиб, в результате которых получаются динамические кривые разрушения в координатах усилие – перемещение и макрофрактографический анализ изломов, проводящийся с получением цифровых изображений поверхности разрушения. Анализ таких данных в ручном режиме возможен только для небольших по масштабу выборок образцов. В случае, когда количество испытанных образцов превышает несколько сотен, использование автоматических методов анализа данных становится наиболее целесообразным.

Среди методов, применяемых для анализа больших массивов информации наибольшую известность и востребованность в последнее время приобрели методы машинного обучения. Их суть заключается в построении модели, описывающей

параметры выборки с большим количеством образцов и переменных в многомерном пространстве, которая может быть использована для классификации объектов или предсказания скалярных величин искомых параметров [119].

Одним из наиболее распространённых методов является построение полносвязной нейронной сети прямого распространения с обратным распространением ошибки. Для этого программными методами имитируются логические элементы, алгоритм работы которых отдалённо напоминает работу реального нейрона – клетки нервной ткани. Суть его работы заключается в принятии входных сигналов и при получении некоторого порогового значения суммы сигналов на входе – передачи собственного сигнала на выходе.

При объединении таких элементов в сеть (рис. 1.8) т.е. использования в качестве входных сигналов одного элемента – выходных сигналов других элементов значение входного сигнала можно представить в виде суммы

 $z = \omega_1 x_1 + \omega_2 x_2 + \dots + \omega_m x_m$ , где  $\omega_n$  – вес входного сигнала от нейрона n,  $x_n$ -интенсивность сигала, передаваемого нейроном n.

Функцию активации или передаточную функцию обозначим  $\varphi(z)$ 



Рисунок 1.8 – Схема объединения нейронов в сеть. Стрелками показано направление распространения сигнала.

В качестве примера функции активации можно привести единичную передаточную функцию

$$\varphi(z) = \begin{cases} 1, если z \ge 0 \\ -1, иначе \end{cases}$$

График такой функции представлен на рис. 1.9.

Использование такой функции активации позволяет проводит бинарную классификацию объектов. Для задач определения значения непрерывно изменяющейся переменной предложены различные варианты непрерывных функций активации [120].



Рисунок 1.9 – График единичной передаточной функции.

Обучение такой нейронной сети производится путём подбора параметров весов. Одним из путей их подбора является метод градиентного спуска. Для его реализации находятся частные производные так называемой функции стоимости, описывающей разницу между выходным сигналом нейронной сети и реальным значением, заданным для обучения в зависимости от весов связей нейронов. Значения весов связей в нейронах смещаются в сторону снижения ошибки до достижения приемлемых результатов. В таком случае, задача обучения нейронной сети сводится к нахождению минимума функции стоимости в многомерном пространстве, размерность которого задана количеством связей между элементами нейронной сети.

В применении к материаловедению такой подход был использован в ряде работ. В работе [121] нейронная сеть прямого распространения использовалась для предсказания прочности железобетонных балок по параметрам армирования и механических свойств исходных материалов, и для предсказания вида кривой усилие-перемещение по параметрам исходной цементной смеси [122].

Модель на основе нейронной сети была успешно применена для предсказания уровня ударной вязкости образцов сварных соединений по значениям механических свойств, химического состава и микроструктуры [123]. Предсказание прочности

металла сварных швов на основе нейронной сети было выполнено в работах [124], [125]. Устойчивости к ползучести нержавеющей стали – в работе [126]. Оценка доли остаточного аустенита была проведена в работе [127]. Определение долей структурных составляющих в работе [128]. Также, большое количество вариантов применения нейронных сетей прямого распространения к задачам материаловедения описано в работах [129, 130].

Другим типом нейронных сетей, имеющих большое значение в задачах материаловедения являются свёрточные нейронные сети, обычно использующиеся для анализа изображений. Их разработка и применение произошли гораздо позднее чем полносвязных сетей прямого распространения [131], ввиду существенно большей вычислительной сложности процесса обучения.

Суть подхода заключается в последовательном применении фильтров свёртки к изображению, снижения размерности полученных после свёртки изображений путём выделения максимальных значений на полученных новых изображениях и последующего применения полносвязной нейронной сети к полученным на выходе параметрам для решения задачи классификации изображения (рис. 1.10).

Этот алгоритм был модифицирован для решения задачи семантической сегментации (выделения на изображении областей, относящихся к разным классам) путём добавления слоёв деконволюции с получением итоговой архитектуры кодировки-декодировки [132].



Рисунок 1.10 – Принципиальная схема работы свёрточной нейронной сети [133].

Применения такого подхода дало возможность проведения автоматического анализа структурных составляющих в сталях [134] [135].

Помимо этого, в некоторых случаях задачи исследования микроструктуры также решали при помощи таких методов машинного обучения как метод опорных векторов [136] и метод решающих деревьев [137].

В применении к задачам исследования механизмов разрушения описанные методы машинного обучения могут быть с большой пользой применены для анализа динамических кривых разрушения и анализа строения изломов образцов.

#### Выводы по главе 1

Проведен анализ публикаций по теме исследования вязко-хрупкого перехода в низколегированных сталях и применяемых для этого методов.

На основе информации, полученной из источников и актуальности темы сформулирована цель работы: исследование особенностей разрушения сварных соединений низколегированных сталей и основного металла в интервале вязкохрупкого перехода и влияния микроструктуры на процесс разрушения.

Для достижения заявленной цели применительно к низколегированным сталям в ходе исследования были поставлены и успешно решены следующие задачи:

• Разработка метода автоматического анализа изломов образцов, испытанных на ударный изгиб с применением методов машинного обучения

• Анализ взаимосвязи между параметрами динамической кривой и механизмом разрушения в интервале вязко-хрупкого перехода

• Анализ распределения энергии между стадиями разрушения в испытаниях на ударный изгиб

• Исследование путей диссипации энергии при росте трещины скола в интервале вязко-хрупкого перехода

• Исследование микроструктурных особенностей, приводящих к повышенному рассеянию значений ударной вязкости

• Исследование микроструктурных особенностей, определяющих распределение энергии между стадиями разрушения

• Исследование связи между микроструктурой и сопротивляемостью росту коррозионно-механических трещин.

# ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

# 2.1 Материал

Исследование было проведено на металле низколегированных сталей, использующихся малоуглеродистых для строительства металлоконструкций, производства труб и сварных соединениях этих сталей. Для исследования была использована сталь 09Г2С в различных структурных состояниях – после горячей прокатки (обозначение 09Г2С ГК), после нормализации (09Г2С Н) и после термического улучшения в виде закалки с последующим отпуском (09Г2С ТУ). Состав металла стали 09Г2С приведен в таблице 2.1. Микроструктура металла представлена на рис. 2.1 -2.3.

# Таблица 2.1.

Элемент	Сталь 09Г2С ТУ	Сталь 09Г2С ГК	Сталь 09Г2С Н
С	0,09	0,121	0,109
Si	0,58	0,690	0.679
Mn	1,45	1,590	1.43
Р	0,009	0,013	0.012
S	0,003	0,008	0.007
Cr	0,04	0,063	0.053
Ni	0,06	0,077	0.061
Cu	0,11	0,178	0.164
As	0,006	0,003	0.011

Химический состав исследованных сталей марки 09Г2С



Рисунок 2.1 – Микроструктура стали 09Г2С ТУ



Рисунок 2.2 – Микроструктура стали 09Г2С Н



Рисунок 2.3 – Микроструктура стали 09Г2С ГК

Помимо основного металла стали 09Г2С, для исследования были использованы сварные соединения этой стали. Листы металла стали 09Г2С ТУ, толщиной 14 мм были сварены пятью различными методами сварки при отрицательных температурах окружающего воздуха. Все изученные методы предусматривали предварительный подогрев свариваемых кромок до температуры 150°С.

Методы сварки обозначены номерами 1-5: №1 - ручная дуговая сварка; №2 - Механизированная сварка плавящимся электродом (проволокой сплошного сечения) в среде защитных газов; №3 - автоматическая односторонняя сварка под флюсом; №4 - механизированная сварка порошковой проволокой в среде активных газов; №5 - механизированная сварка самозащитной порошковой проволокой

Макроструктура сварных швов представлена на рис. 2.4.





Рисунок 2.4 – Макроструктура сварных швов. А -сварной шов №1, Б -сварной шов №2, В -сварной шов №3, Г -сварной шов №4, Д -сварной шов №5.

Микроструктуры всех сварных соединений неоднородны (рис. 2.5) и сильно отличаются друг от друга, что позволяет провести исследование в широком

диапазоне микроструктурных параметров. Микроструктура литой зоны сварного соединения 1 состоит из зернограничного феррита и игольчатого феррита; сварного соединения 2 из видманштеттова феррита, бейнита, зернограничного феррита; сварного соединения 3 из видманштеттова, зернограничного и игольчатого феррита; сварного соединения 4 – полностью из игольчатого феррита; сварного соединения 5 – из зернограничного феррита и бейнита.







Д



Рисунок 2.5 – микроструктуры металла литой зоны исследованных сварных соединений (а-д – сварные соединения 1-5).
Состав металла в кристаллизационной зоне сварного шва представлен в таблице 2.2.

Таблица 2.2

Химический состав металла кристаллизационной

зоны сварных швов, масс %

Маталл	СШ	СШ	СШ	СШ	СШ
	<b>№</b> 1	<u>№</u> 2	<u>№</u> 3	<u>№</u> 4	<b>№</b> 5
С	0,068	0,089	0,063	0,061	0,162
Si	0,398	0,590	0,517	0,481	0.365
Mn	1,283	1,173	1,650	1,507	0.702
Ni	0,035	0,030	0,049	0,258	0.025
Р	0,012	0,007	0,019	0,010	0.007
S	0,0052	0,0057	0,0086	0,0048	0.004
Cu	0,042	0,193	0,083	0,083	0.045
Cr	0,024	0,021	0,033	0,040	0.013
Al	<0,005	0,008	0,010	0,017	0.4
V	<0,005	<0,005	<0,005	<0,005	< 0.005
Ti	0,010	0,006	0,008	0,030	0.047
Nb	0,011	0,011	0,011	0,014	0.014
As	<0,005	<0,005	<0,005	0,008	0.007
Ca	0,001	0,001	0,001	0,001	0.001
Zr	0,013	0,013	0,013	0,013	0.014

Также, в исследовании использовались образцы стали 17Г1С, вырезанные из секции магистрального нефтепровода – основной металл и металл околошовной зоны. Сталь обладает полосчатой ферритно-перлитной микроструктурой, характерной для металла в состоянии поставки после горячей прокатки (рис. 2.6). Состав стали приведён в таблице 2.3.



Рисунок 2.6 – Микроструктура стали 17Г1С

# Таблица 2.3

Химический состав металла стали 17Г1С, масс. %

С	Si	Mn	Ni	S	Р	Cu
0,178	0.441	1.470	0.046	0,0152	0.022	0.167
Cr	Al	Ti	Мо	V	Nb	As
0.047	0.042	< 0.005	< 0.005	< 0.005	< 0.005	0.007

Исследование влияния предварительной пластической деформации на рассеяние значений ударной вязкости проводили на двух трубных сталях класса прочности К60 промышленного производства, микролегированных титаном и ниобием. Стали были получены от одного производителя, и обработаны по одной технологии ТМКП. Состав сталей приведен в таблице 2.4.

Таблица 2.4

Химический состав исследованных сталей, % по массе

Сталь	C	Si	Mn	S	Р	Mo	Cr+Ni+Cu	N	Ti	Nb
К60-А	0.058	0.23	1.69	0.001	0.006	0.17	0.37	0.0041	0.024	0.070
К60-В	0.059	0.34	1.61	0.001	0.006	-	0.22	0.0034	0.022	0.069
	-								-	-

Стали также содержали 0,036-0,039% Al, 0,002% Са.

Для воссоздания микроструктуры околошовной зоны была проведена имитация теплового воздействия сварки на металл на установке Gleeble 3180 в

соответствии с термическим циклом, близким к реальному термическому циклу в ОШЗ при многодуговой сварке под флюсом с максимальной температурой нагрева 1350 °C. Для устранения влияния скорости нагрева и времени нахождения выше температуры аустенитизации на микроструктуру, имитацию проводили по циклам, с одинаковой скоростью нагрева до 1350 °C и последующего охлаждения до 800 °C; скорость охлаждения в интервале 800-500 °C варьировали от 2 до 64 °C/с.

Для исследования особенностей разрушения при коррозионном растрескивании под напряжением были выбраны трещины КРН магистрального трубопровода, выполненного из стали 17Г1С-У, имеющей феритно-перлитную структуру, показанную на рис. 2.7. Состав стали представлен в таблице 2.5. Трубопровод находился в эксплуатации с 1977 года. Толщина стенки трубы составляла 14,8 мм.



Рисунок 2.7 – Микроструктура стали 17Г1С-У в плоскости перпендикулярной оси трубопровода и плоскости трещин.

Таблица 2.5

Состав стали 17	Г1С-У в	весовых %
-----------------	---------	-----------

Fe	C	S	Si	Mn	Ni	Р	Cu	Cr
97.493	0.159	0.015	0.524	1.496	0.041	0.017	0.051	0.123
Мо	Al	Ti	V	W	Nb	As	Ca	Ν
0.003	0.007	0.006	0.005	0.038	0.010	0.010	0.001	0.002

Трещины были расположены колониями параллельно оси трубопровода. Общий вид колонии трещин КРН после магнитно-порошковой дефектоскопии представлен на рис. 2.8.



Рисунок 2.8 – Общий вид колонии трещин КРН после магнитно-порошковой дефектоскопии.

# 2.2. Методы исследования

## 2.2.1 Испытания на ударный изгиб

Испытания на ударный изгиб проводились на маятниковом копре Roell Amsler RKP-450 (Zwick/Roell) Потенциальная энергия маятника копра составляла 450 Дж. Скорость маятника составляла 5,23 м/с.

Испытания проводились при температурах +20°С, 0°С, -20°С, -40°С, -60°С, - 90°С, -196 °С. Для охлаждения образцов применялась камера глубокого охлаждения TV742 (Zwick/Roell). Образцы погружались в смесь этанола и жидкого азота. Контроль температуры осуществлялся с помощью измерительного блока, состоящего из термоэлемента (термопара Ni-NiCr) с точностью 0,5 °С. Термопара устанавливалась в надрезе ударного образца. Для обеспечения требуемой температуры испытания образцы перед установкой на копёр переохлаждали. Температуру переохлаждения выбирали по рекомендациям ГОСТ 9454. Испытания проводились после равномерного охлаждения образцов, достигаемого за счет их выдержки в течение не менее 15 мин при заданной температуре, по показаниям термометра. Интервал времени между извлечением образца из хладоагента и моментом испытания контролировали с помощью секундомера.

В ходе испытаний на ударный изгиб была проведена запись динамических кривых разрушения в координатах: перемещение ножа маятника в миллиметрах – усилие на тензометрическом датчике в Ньютонах. Запись координаты и усилия производилась с частотой дискретизации 200 кГц, что при скорости движения 5,23 м/с соответствует шагу смещения маятника 0,026 мм

#### 2.2.2 Испытания на статическое растяжение

Для определения различий напряжения скола и определения источника скола сталей К60А и К60-В были проведены испытания на статическое растяжение при помощи испытательной машины INSTRON 3382 со скоростью нагружения 0,0017 мм/сек. Для испытания использовались образцы с корсетным надрезом (рис. 2.9). Часть образцов испытывалась путём однократного нагружения при температуре - 196°С, а часть с предварительной деформацией при комнатной температуре от 1 до 20%.



Рисунок 2.9 – Чертёж образца для испытаний на статическое растяжение.

Проведение предварительной пластической деформации образцов проводилось с целью исследования механизмов изменения триггеров скола, происходящего в ходе испытания на ударный изгиб. Ожидаемым результатом является смена типа триггеров скола в образцах после пластической деформации и изменение напряжения, при котором происходит скол.

### 2.2.3 Анализ динамических кривых разрушения

Записанные динамические кривые разрушения содержат шумы, возникающие в результате высокочастотных колебаний образца и маятника копра при ударе. Пример исходной динамической кривой представлен на рис. 2.10.



Рисунок 2.10 – Исходная динамическая кривая разрушения образца сварного соединения №1

Для поиска характерных точек кривой необходимо применить операции дифференцирования. Высокочастотные шумы не позволяют получить график производной, обладающей чёткими характерными точками, поэтому, было проведено сглаживание исходной кривой. Для сглаживания кривой к исходному массиву точек был применен медианный фильтр [138] с окном 15 точек. К полученному после фильтрации медианным фильтром массиву был применен фильтр Савицкого-Голея [139], описывающий набор точек полиномом третьей степени, с окном сглаживания в 25 точек. Сглаженная динамическая кривая, наложенная на исходную представлена на рис. 2.11.



Рисунок 2.11 – Наложение исходной и сглаженной динамических кривых разрушения образца сварного соединения №1

Для анализа параметров динамических кривых были выбраны характерные точки, показанные на рис. 2.12, соответствующие определенным положениям ножа маятника копра. Точка А - момент начала пластической деформации образца, точка Б – максимальное усилие, точка В - момент резкого уменьшения усилия, связанного с ростом трещины скола, точка Г - момент последующего замедления спада усилия, связанного с переходом в режим долома. Точное определение координат характерных точек А, В, Г динамической кривой было проведено путём построения графика второй производной зависимости усилия от перемещения маятника и выбора на ней максимума для точки А, минимума для точки В и координаты прохождения через ноль для точки Г. Нахождение точки Б проводилось путём вычисления положения ножа маятника в момент достижения максимального усилия (при меньшем значении деформации, если имелось более одного максимума на сглаженной кривой).



Рисунок 2.12 – Характерные точки на сглаженной динамической кривой разрушения образца сварного соединения №1

#### 2.2.4 Макрофрактографический анализ изломов

Макрофотографический анализ образцов после испытаний на ударный изгиб проводился в следующей последовательности операций:

• 2-4 кратное макрофотографирование изломов образцов при различном положением сфокусированной области при помощи цифровой макрофотографической станции Canon (EOS 6D + Macro Photo Lens MP-E 65mm);

• объединение фотографий с различными сфокусированными областями

излома в одну для увеличения глубины резко изображаемого пространства до требуемого, чтобы в фокусе находилась вся площадь излома, характеризуемого сильным рельефом (особенно у вязких изломов);

• субъективное мануальное выделение общей области излома и области хрупкой составляющей излома на полученных макрофотографиях при помощи графического планшета Wacom Cintiq 13HD;

• Сохранение полученных изображений в виде файла с разрешением \*.psd, выделенные участки изломов в котором сохранены в отдельных слоях для облегчения автоматического доступа.

#### 2.2.5 Исследование микроструктуры

Металлографическое исследование металла проводилось методами оптической микроскопии на приборе Carl Zeiss Jenatech Inspection с системой оцифровки изображений на основе Canon EOS 6D

Для исследования кристаллографической структуры образцов методом ДОЭ бразцы были отполированы на шлифовальном станке TegraPol (Struers) с использованием стандартных расходных материалов Struers по следующей методике:

2 мин – полотно 120 grit

5 мин – алмазная суспензия 9 мкм

5 мин – алмазная суспензия 3 мкм

8 мин – алмазная суспензия 1 мкм

10 мин – коллоидный оксид кремния 50 нм.

Электронная микроскопия проводилась на растровом электронном микроскопе CrossBeam 1540 EsB (Carl Zeiss). Ориентационное картирование проводилось при помощи приставки Nordlyss S (Oxford Instruments) и комплекса программного обеспечения HKL Channel 5 (Oxford Instruments). Регистрация картин дифракции отраженных электронов проводилась при ускоряющем напряжении 20 кВ с диафрагмой 120 мкм и шагом 100 нм.

Для исследования кристаллографических особенностей разрушения были подготовлены металлографические шлифы, с поверхности перпендикулярной поверхности разрушения. Подготовка шлифов проводилась в сечении на расстоянии 3 мм от края образца (рис. 2.13). Для сохранения структуры излома при помещении

образца в смолу для подготовки металлографического шлифа, поверхность разрушения была защищена алюминиевой фольгой.



Рисунок 2.13 – Схема получения шлифов для исследования методом ДОЭ.

Для исследования деформации в приповерхностном слое изломов были подготовлены образцы просвечивающей электронной для микроскопии и Кикучи просвечивающей дифракции. Для получения тонких фольг перпендикулярных поверхности разрушения, отшлифованный образец был извлечён из смолы и параллельно поверхности шлифа была вырезана пластина толщиной 500 мкм с использованием станка для прецизионной резки Well Diamond Saw 3241. На краю пластины, выходящем на поверхность излома, был вырезан полудиск диаметром 3 мм с использованием прибора Gatan Model 659 Disc Punch. Поверхность излома на полудиске была покрыта термоклеем Gatan Mounting Wax, которым крепился к титановому цилиндру. Затем полудиск утонялся полудиск использованием прибора Gatan Disc Grinder до толщины 40 мкм (рис. 2.14).



Рисунок 2.14 – Поверхность излома на полудиске толщиной 40 мкм для подготовки электронно-прозрачной фольги.

Полученный тонкий полудиск был отделён от цилиндра в ацетоне и помещен на держателе в двулучевой электронный микроскоп CrossBeam 1540 EsB.

С использованием фокусированного ионного пучка на поверхности излома, расположенной на тонком полудиске, были получены электронно-прозрачные фольги, исследованные в дальнейшем методами просвечивающей электронной микроскопии и просвечивающей Кикучи дифракции (рис. 2.15). Для защиты анализируемой поверхности от воздействия ионного пучка было произведено осаждение на неё платины из газовой фазы сначала при помощи пучка электронов, а затем при помощи ионов. Травление образца при этом происходило со стороны излома.



Рисунок 2.15 – Фольга, вырезанная на поверхности хрупкого излома, изображенного на рис. 2.14.

Изображения фольг, полученных с различных участков излома представлены на рис. 2.16.

Исследование методом просвечивающей электронной микроскопии проводилось с использованием прибора Libra200FE (Carl Zeiss), с ускоряющим напряжением 200 кВ. Просвечивающая Кикучи дифракция проводилась в растровом электронном микроскопе CrossBeam 1540EsB (Carl Zeiss) с ускоряющим напряжением 15 кВ и шагом 8-15 нм.



Рисунок 2.16 – Фольги для исследования деформации под поверхностью трещины скола и участки хрупкого разрушения, с которых они получены. Зелеными линиями соотнесены детали речного узора на фольге и изломе.

Для исследования деформации, возникающей при межзеренном разрушении, при помощи фокусированного ионного пучка была подготовлена ламель с межзеренной трещиной, обнаруженной на шлифе методом EBSD. В этом случае ламель вырезалась перпендикулярно поверхности шлифа.

Для визуализации пластической деформации использовались карты локальных ядерных разориентаций (ЛР) на которых цветом закодирован средний угол разориентации между точкой и её ближайшим окружением на расстоянии 2 шага, и более чувствительные к внутренней субструктуре зерна карты разориентации относительно средней ориентации кристаллита на которых цветом кодируется направление оси разориентации между точкой и средней ориентацией зерна [109, 140]. Визуализация микроструктуры проводилась с использованием карт в координатах качества картин Кикучи (резкость границ полос – Band Slope).

Исследование характера границ зёрен, для изучения механизма роста трещин КРН, можно проводить различными путями. Так, некоторые авторы предлагают использовать модель с упорядоченными границами для микроструктур с сильно вытянутыми зернами [141]. Также предлагалось использовать пластинки, толщиной меньшей, чем диаметр зерна для восстановления профиля границы по её следу на двух сторонах такой пластинки [142]. Была проведена адаптация последней методики для существенно меньших зерен. Для анализа характера границ зерен было проведено послойное восстановление трехмерного профиля границ при помощи шлифовки образцов на контролируемую глубину и последовательного получения карт ДОЭ с каждого шлифа.

Для контроля глубины шлифовки, на поверхности шлифа при помощи сфокусированного ионного пучка была вытравлена канавка, один торец которой находился под углом в 19 градусов к поверхности шлифа, таким образом, чтобы при шлифовке уменьшение длины канавки равнялось трём уменьшениям её глубины (рис. 2.17).



Рисунок 2.17 – Канавка и метка возле трещины КРН (а), схема профиля канавки (б).

После нанесения канавки, с участка сечения, содержащего трещину, была получена карта ДОЭ. Затем, образец шлифовался 10 минут с применением только суспензии коллоидного кремния, как описано выше и с этого же участка снималась ещё одна карта ДОЭ. Для обеспечения возможности наложения и выравнивания двух карт ДОЭ, снятых с разной глубины, возле трещин КРН были вытравлены специальные метки.

Из полученных карт были выделены границы зерен и профили трещин, из которых, при известной глубине шлифовки было определено геометрическое расположение границы зерна и ориентация её нормали.

Далее по наложению изображений сеток границ двух шлифов определялся угол наклона β следа границы на плоскости ОХZ к оси ОZ (рис. 2.18) по формуле:

 $\beta = \arctan \frac{l}{d}$ ,

где *l* – расстояние между следами границы на двух сечениях, *d* – глубина полировки.

Затем вычислялись координаты нормали плоскости границы в соответствии с формулами:



Рисунок 2.18 – Схема геометрического описания границы зерна.

Для нахождения положения оси разориентации в системе координат образца, для каждого зерна была построена матрица ориентации на основании углов Эйлера, получаемых при ориентационном картировании, которые показывают ориентацию кристаллической решетки в данной точке в системе координат образца. Чтобы учесть все эквивалентные вращения, к матрицам ориентации зерен применялись 24 вращения в соответствии с симметрией решетки ОЦК [143]. Для полученных эквивалентных матриц ориентации были найдены 1096 матриц перехода от зерна к зерну. Из них были отобраны те, для которых угол разориентации был минимален. Затем, из матриц разориентации двух зерен были найдены координаты оси поворота в системе зерна. Для получения координат оси поворота в системе образца обратная матрица ориентации зерна была умножена на матрицу оси поворота:

$$n_s = O_g^{-1} \cdot n_c,$$

где n<sub>s</sub> – ось разориентации в системе координат образца, O<sub>g</sub> – матрица ориентации кристалла, n<sub>c</sub> – ось разориентации в системе координат кристаллита.

Из всех возможных с точки зрения симметрии вариантов осей разориентации была выбрана та ось, для которой угол кручения решеток, вычисленный в соответствии с [101] был минимален. Вычисления проводились при помощи языка программирования Python 3.6 м использованием библиотек numpy и scipy.

Также, для исследования особенностей роста трещин КРН для них помимо углов наклона и кручения, был рассчитан двугранный угол между границей и трещиной в соответствии со схемой на рис. 2.19, где стрелкой обозначено направление распространения трещины.



Рисунок 2.19 – Схема определения угла между границей и трещиной КРН

# ГЛАВА З РАЗРАБОТКА МЕТОДА АВТОМАТИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ИЗЛОМОВ ОБРАЗЦОВ ПОСЛЕ ИСПЫТАНИЙ НА УДАРНЫЙ ИЗГИБ

Для замены энергетических параметров разрушения в оценке хладноломкости было предложено использование доли вязкой составляющей излома (ДВИ) [28]. Данный подход отличается тем, что позволяет напрямую оценить долю излома, образовавшуюся путём скола. При этом, температура перехода определяется как та, при которой излом наполовину состоит из вязкой составляющей, а наполовину из хрупких фасеток скола. Для определения ДВИ ГОСТ 4543-2016 [144] рекомендует проводить измерение участка хрупкого излома при помощи линейки или сравнивать вид излома с эталонной шкалой. Оба метода обладают низкой точностью и трудноприменимы для изломов со сложной геометрией хрупкого участка, которая зачастую проявляется на изломах сварных соединений. Стандарт ASTM E23 [145] предлагает альтернативные методы измерения ДВИ с помощью подсчёта площадей вязкой и хрупкой составляющих на фотографиях изломов. Оценка точности измерения ДВИ путём сравнения с эталонной шкалой показала чрезвычайно низкую точность подобных измерений [146]. В отдельных случаях ошибка достигает 55%, что объясняется высокой субъективностью такого рода анализа. Тем не менее, данный метод является наиболее популярным, поскольку анализ фотографии излома образца в ручном режиме трудозатратен, что делает его использование коммерчески неоправданным

Задача выделения на изображении излома областей, соответствующих вязкому и хрупкому разрушению, является задачей семантического сегментирования, решение которой возможно с применением искусственных нейронных сетей [147]. Использование такого подхода позволяет автоматизировать процесс измерения параметров излома, что сильно сократит трудоёмкость этой операции и повысит точность определения параметров.

Также, автоматическая классификация фотографий изломов позволяет обрабатывать большой объём данных, обработка которого невозможна вручную для построения других моделей, например, описывающих долю вязкого излома образца по динамической кривой его разрушения, записанной с помощью инструментированного маятникового копра.

Нейронная сеть представляет собой сложную многопараметрическую математическую модель, для корректного построения которой необходимо использовать большой объём данных. Для её построения необходимо проведение работы по получению выборки образцов для обучения нейронной сети, анализа этой выборки, нахождения подходящей архитектуры нейронной сети и оптимизации процесса обучения.

В этой главе описан процесс разработки модели, основанной на искусственных нейронных сетях, позволяющей определять расположение областей вязкого и хрупкого разрушения на изображениях изломов.

#### 3.1 Подготовка обучающей выборки

В качестве объекта исследования были использованы стандартные образцы на ударный изгиб с V-образным надрезом, изготовленные в соответствии с ГОСТ Р ИСО 148-1-2013 [148] и образцы с уменьшенным сечением шириной 5 мм, изготовленные из сталей 09Г2С ТУ, 17Г1С и сварных соединений низколегированных трубных сталей, выполненных пятью различными методами.

В состав выборки образцов, использованной для разработки модели вошли: 19 образцов стали 09Г2С ТУ, 81 образец стали 17Г1С ГК, 53 образца из околошовной зоны сварных соединений стали 09Г2С ТУ, 42 образца из околошовной зоны сварного соединения стали 17Г1С, 320 образцов сварных соединений, выполненных пятью описанными выше методами сварки с надрезом по области сварного шва. Всего – 515 образцов.

Для выделения областей вязкой и хрупкой составляющих излома были получены изображения изломов. На некоторых изображениях были вручную выделены области вязкого и хрупкого изломов (рис. 3.1).

Построение и обучение нейронных сетей проводилось с использованием языка программирования Python 3.6. Для обработки изображений были использованы библиотеки PIL, Scikit-image, для работы с методами машинного обучения – библиотеки Scikit-learn, TensorFlow, Keras, для вспомогательной обработки данных – библиотеки NumPy и SciPy, для вывода графической информации – библиотека Matplotlib.



Рисунок 3.1 – Излом образца сварного соединения с выделенными областями. 1 – вязкая область, 2 – хрупкие участки

Построение и обучение нейронных сетей проводилось на компьютере, оборудованном графическим процессором Nvidia RTX 2070, имеющем 8Гб видеопамяти GDDR6 под управлением операционной системы Windows 10.

Полученные значения доли вязкой составляющей излома исследованных образцов находятся в диапазоне от 3 до 100%. Распределение измеренных значений доли вязкого излома для различных типов представлено на рис. 3.2.



Рисунок 3.2– Частотное распределение значений доли вязкого излома для всех образцов

Полученные изображения изломов с обведенными на них участками вязкой и хрупкой областей были сохранены в виде документа Photoshop в формате \*.psd, где изображение излома, залитая область вязкого излома и залитая область хрупкого излома были сохранены как отдельные слои для возможности независимого доступа к ним.

Приведенное распределение значений доли вязкого излома равномерно с небольшим сдвигом в область низких значений, что позволяет предположить достаточность данных для обучения нейронной сети.

Для построения классификатора, относящего участки изображений к соответствующим классам – хрупкий излом, вязкий излом, надрез и фон необходимо иметь размеченный массив данных для обучения этого классификатора. Для получения из изображений в формате программы Photoshop (\*.psd) данных для обучения, были получены маски, в которых каждому пикселю на изображении присваивались метки класса соответствующие принадлежности пикселя к области, выделенной на изображении, обработанном вручную. Примеры масок различных областей изображения представлены на рис. 3.3.



Рисунок 3.3 – Изображение с выделенными областями хрупкого и вязкого излома (а) и маски, соответствующие фону (б), области вязкого излома(в) и области хрупкого излома (г)

Ограниченные ресурсы вычислительных устройств и соображения удобства обработки изображений лимитируют максимальный размер изображения, которое может быть проанализировано за 1 раз. Исходя из архитектуры нейронной сети, предполагаемой для использования в анализе, исходные изображения были разрезаны на квадраты 224\*224 пикселя методом скользящего окна [149]. Перемещение скользящего окна происходило с шагом в половину захватываемого изображения – 112 пикселей. Таким образом, из массива изображений изломов, обведенных вручную, было получено 81000 монохромных изображений меньшего размера размерностью 224\*224\*1 и такое же количество ярлыков, размерностью 224\*224\*3, где каждому пикселю соответствовал единичный вектор размерности 3, обозначающий метку класса, к которому принадлежит пиксель, например, [0,1,0] для области хрупкого излома.

#### 3.2 Исследование различий в системах признаков областей излома

Классификация изображений при помощи машинного обучения в настоящий момент в основном проводится с помощью свёрточных нейронных сетей [131]. Тем не менее, данный подход имеет свои ограничения. Свёрточные нейронные сети часто используются для анализа медицинских изображений, таких как сканы магнитно-резонансной томографии и компьютерной томографии [150]. Также, наряду со свёрточными сетями используется подход отдельного выделения признаков и классификации изображений с их использованием [151] при помощи полносвязных нейронных сетей прямого распространения (многослойных перцептронов, МЛП). Поскольку хрупкий и вязкий изломы на изображениях, полученных путём нарезки исходных изображений методом скользящего окна не имеют характерных признаков, расположенных на постоянных позициях на изображении (рис. 3.4 – 3.5), для их разделения необходимо использовать параметры текстуры изображения, т.е. статистические характеристики распределения цветов точек. Среди подходящих текстурных параметров можно выделить следующие: гистограмму распределения значений уровня серого, результат применения Фурьефильтра к изображению, локальные бинарные паттерны, матрицы сорасположения уровней серого.

Для определения возможности использовать тот или иной признак для классификации текстур хрупкого и вязкого изломов необходимо убедиться, что данные синтетические признаки, описывающие распределения ярких и тёмных пикселей на поле анализа имеют различия для вязкой и хрупкой составляющих изломов.



Рисунок 3.4 – Изображения областей хрупкого излома различных образцов



Рисунок 3.5 – Изображения областей вязкого излома различных образцов

Для различных признаков необходимо применять разные критерии оценки. Например, применение преобразования Фурье к изображению размером 224\*224 пикселей даёт на выходе также квадратное изображение с распределением пикселей по яркости. Причём, в отличие от исходного изображения, изображение его Фурьеобраза всегда расположено по центру кадра (рис. 3.6).



Рисунок 3.6 – Фурье-образы изображений вязкой (а) и хрупкой (б) составляющих излома

Таким образом, можно использовать значения яркости пикселей этого изображения в привязке к месту их расположения в качестве входных параметров для обучения т.к. они сохраняют своё положение при переходе от одного изображения к другому. Также, поскольку изображение является симметричным – можно использовать только его часть, например, правый нижний квадрант в качестве входных данных. При этом, существенно снизится размер вектора входного сигнала без потери информации.

Примеры таких изображений для вязкой и хрупкой составляющих излома приведены на рис. 3.7, 3.8.



Рисунок 3.7 – Части Фурье-образов изображений хрупкой составляющей излома различных образцов, используемые для обучения нейронной сети



Рисунок 3.8 – Части Фурье-образов изображений вязкой составляющей излома различных образцов, используемые для обучения нейронной сети

На представленных изображениях можно отметить различия между Фурьеобразами текстур вязких и хрупких участков изломов. Для подтверждения статистически значимых различий были построены гистограммы распределений уровней яркости пикселей на Фурье-образах (рис. 3.9).



Рисунок 3.9 – Распределение значений уровня серого на Фурье-образах изображений вязких и хрупких участков излома

В данном случае наблюдается статистическое отличие распределений уровней серого на Фурье-образах вязких и хрупких участков. При этом, аналогичное распределение уровней серого на исходных изображениях до Фурье-преобразования не даёт такого сильного разделения (рис. 3.10).



Рисунок 3.10 – Распределение значений уровня серого на изображениях вязких и хрупких участков излома

Использование Фурье-образов для анализа текстуры имеет существенное преимущество перед использованием значений уровня серого пикселей исходного изображения. Также, следует отметить, что поскольку диапазоны принимаемых значений уровня серого на Фурье-образах изображений вязкой и хрупкой составляющих сильно перекрываются, данная метрика не делает выборки линейно разделимыми и классификатор не может быть построен исключительно на этих параметрах изображений.

Альтернативным методом анализа текстур изображений является построение распределения локальных двоичных паттернов текстуры [152]. В этом методе для каждого пикселя сравнивается его значение уровня серого с уровнями серого пикселей вокруг него (рис. 3.11) и строится распределение принимаемых значений.



Рисунок 3.11 – Пример использования локальных бинарных паттернов в библиотеке scikit-image [153]

Для проверки возможности использовать локальные бинарные паттерны для отделения текстуры хрупкого излома от вязкого были построены соответствующие

распределения, вычисленные различными методами, реализованными в библиотеке scikit-image языка программирования Python (рис. 3.12).



Рисунок 3.12 – Распределения локальных бинарных паттернов для изображений вязких (синий цвет) и хрупких (красный цвет) областей излома

Приведенные распределения показывают, что наибольшее разделение выборок наблюдается при использовании метода «VAR», который показывает дисперсию уровней серого, инвариантную к вращению, но не инвариантную по отношению к уровням серого. Использование локальных бинарных паттернов также не делает выборки текстуры линейно разделимыми, хотя, в совокупности с другими метриками, данная метрика может быть использована для создания классификатора.

Ещё одним распространённым методом анализа текстур является построение матриц взаиморасположения уровней серого [154]. В этом методе для анализа текстур используется информация о частоте расположения на определенном расстоянии пикселей с определенным уровнем серого. Далее из такой матрицы взаиморасположения выделяют различные признаки (таблица 3.1):

Таблица 3.1 – Параметры матрицы сорасположения уровней серого, используемы для классификации текстур. Р – вероятность сорасположения пикселей с уровнями яркости і и ј

Параметр	Описание параметра
Contrast	$\sum_{i,j=0}^{levels-1} P_{i,j}(i-j)^2$
Dissimilarity	$\sum_{i,j=0}^{levels-1} P_{i,j}  i-j $

Для анализа применимости метрик матрицы взаиморасположения уровней серого были построены распределения параметров для изображений из областей вязкого и хрупкого изломов (рис. 3.13).



Рисунок 3.13 – Распределение признаков, выделенных из матрицы взаиморасположения уровней серого для текстур вязкого и хрупкого изломов

Распределения показывают, что параметры «Dissimilarity» и «Contrast» матрицы сорасположения уровней серого дают высокую степень разделения текстур хрупкого и вязкого изломов, но даже их совместное использование не делает выборки линейно разделимыми (рис. 3.14) в двумерном пространстве.



Рисунок 3.14 – Распределение значений «Dissimilarity» и «Contrast» для изображений вязких и хрупких участков излома

Тем не менее, использование этих метрик для разделения на ряду с другими метриками обосновано.

Сравнительный анализ текстур вязкого и хрупкого излома показывает, что текстуры хрупких участков отличаются от вязких наличием большого количества локальных максимумов, связанных с большим количеством плоских, отражающих свет фасеток. Соответственно, применение фильтров, выделяющих такие локальные максимумы, позволяет существенно изменить изображения текстур хрупких и вязких областей изломов. Например, применение фильтра Кэнни, обычно используемого как детектор границ [155], позволяет выделить контуры отражений фасеток на изображении хрупкой области излома. При правильном подборе параметров фильтрации можно достичь существенных отличий в представлении текстур различных областей излома (рис. 3.15).

Для получаемых применением фильтра Кэнни изображений в качестве метрики можно использовать сумму длин контуров на изображении. Для подтверждения возможности использования такого подхода к классификации текстур и подбора оптимальных параметров фильтра были построены распределения значений суммы интенсивности пикселей для различных параметров фильтра Кэнни (рис. 3.16).



Рис 3.15 – Изображения хрупкого (а), вязкого (в) участков излома и результаты применения фильтра Кэнни к этим участкам (в, г)

Использование фильтра Кэнни с подходящими параметрами позволяет с высокой степенью достоверности разделить текстуры хрупкого и вязкого излома, но не даёт возможности сделать их линейно разделимыми.

Таким образом, исследование признаков текстур вязкого и хрупкого изломов показало, что существуют признаки, отличие которых для текстуры изображения вязкого излома и изображения хрупкого излома проявляется достаточно сильно и несмотря на невозможность линейного разделения выборок на основе этих признаков, их использование для построения классификатора на основе нейронной сети обосновано. Эти признаки: гистограмма распределения значений уровня серого на Фурье-образе изображения, значения уровня серого на Фурье-образе изображения, значения значений локальных бинарных паттернов, параметры "contrast" и "dissimilarity" матрицы сорасположения уровней серого,

суммарное значение уровня серого поле применения к изображению фильтра Кэнни, всего – 8 параметров.





Также, само существование различий в признаках даёт основание полагать, что возможно также и построение классификатора на основе свёрточной нейронной сети, обучение которой возможно без предварительного выделения признаков из изображений.

# 3.3 Разработка алгоритма предварительной подготовки изображений изломов

Использование алгоритма выделения областей вязкого и хрупкого излома на изображении разрушенного образца подразумевает, что изображение может быть

получено различными операторами при помощи различных инструментов в различных условиях. В частности, отличаться может уровень освещённости, марка и модель фотоаппарата, параметры объектива, фон на котором производится съёмка. Для обеспечения возможности работы алгоритма в изменяющихся условиях предлагается подход, использующий стандартизацию входящих изображений.

Для стандартизации прежде всего необходимо обеспечить постоянство масштаба, поскольку отличие в масштабе может вызвать отличия в статистических параметрах описания текстуры и данные использованные для обучения перестанут быть релевантными по отношению к анализируемым. Для стандартизации масштаба удобно использовать тот факт, что образцы на ударный изгиб, выполненные по ГОСТ, имеют высоту 10 мм независимо от ширины, которая может меняться. Таким образом, для любого изображения имеется ориентир размера, для использования которого достаточно стандартизировать расположение излома на изображении. Удобным вариантом является расположение, при котором надрез находится сверху. При этом, с точки зрения анализа текстуры, изменения геометрии образца в ходе испытаний В следствие пластической деформации влияют на масштаб незначительно.

Ввиду того, что стандартный образец на ударный изгиб обычно имеет длину 55 мм, расстояние от края образца до середины надреза составляет 22,5 мм, что превышает доступную глубину резкости фотоаппаратов, существенно используемых для съёмки излома с достаточным увеличением. Таким образом, фон, на котором происходит съёмка всегда размыт и не имеет резких градиентов, характерных для контура образца, находящегося в фокусе. Это позволяет использовать градиент уровня серого на изображении для выделения на нём излома. Данная процедура необходима для приведения изображения излома на фотографии к постоянному размеру в пикселях. Пример выделения изображения излома с использованием фильтра Гаусса, отражающего градиент изменения уровня сигнала представлен на рис. 3.17.



Рисунок 3.17 Изображение излома стали 09Г2С ТУ и результат применения фильтра Гаусса к этому изображению

Далее происходит удаление рядов и колонок пикселей, в которых фильтр Гаусса не даёт сигнала. Такая операция по стандартизации, помимо приведения изломов к одному масштабу, позволяет существенно сократить время на обработку изображения, удаляя «мусорные» области.

Дальнейшие шаги стандартизации заключаются в нормализации гистограммы распределения уровней серого по изображению. Для некоторых изображений гистограмма распределения уровней серого лежит в середине динамического диапазона и не доходит до его краёв (рис. 3.18).





Рисунок 3.18 – Изображение излома и гистограмма распределения уровней серого на этом изображении

В этом случае смещением гистограммы путём увеличения контраста и яркости можно получить изображение с более выраженными деталями (рис. 3.19)





Рисунок 3.19 – Изображение излома и гистограмма распределения уровней серого на этом изображении

Некоторые изображения сняты так, что реальные уровни белого и чёрного выходят за границы динамического диапазона. В этом случае наблюдаются засвеченные или затемненные области (рис.3.20). Гистограмму такого изображения нельзя исправить, а само изображение не подлежит нормализации.





Рисунок 3.20 – Изображение излома и гистограмма распределения уровней серого на этом изображении

Таким образом, оптимальный алгоритм стандартизации изображения состоит из следующих шагов: поворот изображения надрезом вверх, удаление лишних деталей фона, стандартизация гистограммы.

3.4 Разработка базового алгоритма выделения областей с вязким и хрупким строением на изломе на основе нейронных сетей

В качестве первого варианта архитектуры нейронной сети для базового алгоритма выделения областей с вязким и хрупким строением на изломе была

использована полносвязная нейронная сеть прямого распространения сигнала с обратным распространением ошибки (МЛП). Реализация данной нейронной сети проводилась с использованием класса MLPClassifier библиотеки Scikit-learn языка программирования Python. Нейронная сеть состояла из входного слоя, двух скрытых слоёв и выходного слоя, содержащего 3 нейрона, значения на которых определяли вероятность принадлежности изображения к классу хрупкого излома, вязкого излома или фона.

Поскольку параметры, на которых строится классификатор статистические, классифицировать можно только всё изображение, из которого они извлечены, в целом. Данное ограничение снижает точность определения расположения границ областей, поскольку размер анализируемого изображения, выбираемый таким образом чтобы на нём были различимы текстурные параметры, является достаточно большим относительного полного изображения излома. Повышение разрешения, с которым строится изображение с выделенными областями разных классов возможно при помощи уменьшения шага, с которым сдвигается скользящее окно. При этом, с линейным уменьшением шага вычислительная ёмкость растёт квадратично. Таким образом, нецелесообразно увеличивать разрешение до максимума. При этом в результате экспериментов с выбором различных шагов, был найден оптимальный шаг, составляющий 16 пикселей, при котором на использованной для построения машине время обработки одного изображения составило 5 минут. Примеры изображений, на которых разделение областей выполнено с различным шагом приведены на рис. 3.21.

а



Г

Д



Рисунок 3.21 – Изображения изломов после выделения на них областей с вязким и хрупким изломом многослойным перцептроном с различным шагом. а – шаг 64 пикселя, б – 32 пикселя, в – 24 пикселя, г – 16 пикселей, д – 4 пикселя Для преодоления этих ограничений в качестве второго варианта архитектуры была использована свёрточная нейронная сеть кодировки-декодировки [132]. В данной сети использовались свёрточные слои, слои субдискретизации, и слои апсемплинга библиотеки Кегаз. Использование такого подхода позволяет получать чёткие границы областей, соответствующих различным классам на изображении. При этом, распознавание областей с наибольшей точностью происходит ближе к центру изображения размером 224\*224, вырезанного для анализа, и для наибольшей точности распознавания используются только центральные области анализируемых участков, отбираемых методом скользящего окна, которые в дальнейшем склеиваются в целое изображение. Качество анализа в данном случае также зависит от шага, с которым производится выделение областей для анализа. Изображения, полученные с различным шагом представлены на рис. 3.22.



Рисунок 3.22 – Изображения изломов после выделения на них областей с вязким и хрупким изломом свёрточной нейронной сетью с различным шагом. а – шаг 220 пикселей, б – 100 пикселей, в – 20 пикселей

В качестве оптимального был выбран шаг 100 пикселей, при котором на использованной для построения нейронной сети машине обработка изображения занимает 8 секунд.
Поскольку для построения полносвязной сети прямого распространения используется несколько статистических параметров, описывающих текстуру изображения, существует возможность проверить, как использование различных параметров будет влиять на точность конечной модели. Данный шаг можно использовать для оптимизации процесса обучения для исключения малозначимых факторов, снижения количества входных переменных и упрощения общей модели. Для проведения такого исследования было проведено обучение полносвязной нейронный сети с использованием только отдельных параметров исходной выборки. В качестве таких отдельных параметров использовались значения яркости на Фурьеобразе изображения, гистограмма распределения значений уровня серого на Фурьеобразе изображения, различные параметры матрицы сорасположения уровней серого, гистограмма локальных бинарных паттернов, сумма яркости пикселей на изображении после применения фильтра Кэнни. При этом для каждого случая обучения размер входного слоя нейронной сети менялся в соответствии с размерностью входных данных.

Результаты, полученные в ходе проведения обучения на различных отдельных параметрах представлены в таблице 3.2.

Таблица 3.2 – Значения категориальной точности модели для разных факторов, используемых для обучения

N⁰	Признак	Тестовая	Тренировочная выборка
		выборка	
1	Гистограмма Фурье	0.548	0.571
2	contrast	0.785	0.779
3	dissimilarity	0.782	0.781
4	Гистограмма ЛБП	0.792	0.802
5	Фурье-образ	0.740	0.765
6	Фильтр Кэнни	0.669	0.663
	Все вместе	0.855	0.877

Из представленных результатов следует, что наибольшую точность даёт использование параметров матрицы сорасположения уровней серого, извлечение

которых среди всех предложенных метрик обладает наибольшей вычислительной сложностью.

Далее была оценена точность модели, построенной с использованием архитектуры свёрточной сети кодировки-декодировки. На выборке, состоящей из 25 образцов металла всех исследованных типов, модель показывает значение категориальной точности 0.9802 на тестовой выборке и 0.9874 на тренировочной выборке. Данная модель показывает существенно большую точность определения принадлежности пикселей на изображении к хрупкой или вязкой составляющим излома, но ввиду большей сложности для её использования необходимо применять графические процессоры. Таким образом в дальнейшем имеет смысл использование обеих моделей, одна из которых пригодна для использования на компьютерах, оборудованных только обычными универсальными центральными процессорами, а вторая на компьютерах, дополнительно оборудованных графическими процессорами.

Поскольку использование архитектуры свёрточной нейронной сети кодировки-декодировки позволяет выделять на изображении участки хрупкого и вязкого излома с наибольшей точностью, для построение конечной модели, применение которой будет происходить на последующих этапах исследования, была выбрана именно эта архитектура.

При помощи нейронной сети, обученной на 25 изображениях, были выделены участки вязкого и хрупкого изломов на ещё 25 изображениях. На полученных размеченных снимках изломов были вручную исправлены ошибки, и нейронная сеть была обучена повторно на выборке из 50 изображений. Путём итераций обработка – исправление ошибок – переобучение нейронная сеть была обучена на выборке из 464 размеченных изображений изломов сварных соединений, стали 09Г2С ТУ, 09Г2С Н, стали 17Г1С ГК и околошовных зон сварных соединений.

Была оценена точность, с которой данная модель определяет принадлежность пикселей на изображении к вязкой или хрупкой составляющей излома, результаты этого анализа приведены в таблице 3.3.

Исследование точности модели проводилось только на образцах из тестовой выборки, не участвовавших в обучении нейронной сети.

Измерение доли вязкого или хрупкого излома образца проводится путём подсчёта количества пикселей, правильно отнесённых к требуемой категории на сумму количества пикселей, отнесённых к обеим этим категориям.

Примеры выделения областей изломов на образцах после испытаний на ударный изгиб представлены на рис. 3.23.

	Количество	Количество		
Образцы	образцов для	образцов для	Точность модели	
	обучения	валидации		
Сталь 09Г2С после	16	2	0.0701	
термического улучшения	10	5	0.9701	
Сталь 09Г2С	17	6	0.0888	
околошовная зона	47	0	0.9888	
Сталь 17Г1С после	72	Q	0.0528	
горячей прокатки	75	0	0.9328	
Сталь 17Г1С	29	1	0.0701	
околошовная зона	30	4	0.9791	
Сварной шов	290	30	0.9858	
Все вместе	464	51	0.9802	

Таблица 3.3 – Точность модели на основе свёрточной нейронной сети для образцов разных типов.







Рисунок 3.23 – Изображения изломов после выделения на них областей с вязким и хрупким изломом свёрточной нейронной сетью (а – образец сварного соединения, б – образец околошовной зоны стали 17Г1С, в – образец стали 09Г2С ТУ, г – образец стали 17Г1С)

## Выводы по Главе 3

1) Определены параметры текстуры изображения, отличающие области вязкого и хрупкого излома, с использованием которых можно разделять области излома в автоматическом режиме.

2) На основе многослойного перцептрона построена модель, определяющая расположение участков вязкого и хрупкого разрушения на изображении изломов низколегированных сталей.

2) На основе свёрточной нейронной сети с архитектурой кодировкидекодировки построена модель, с высокой точностью определяющая расположение областей вязкого и хрупкого разрушения на изображении изломов низколегированных сталей.

# ГЛАВА 4. АНАЛИЗ ВЗАИМОСВЯЗИ МЕЖДУ ПАРАМЕТРАМИ ДИНАМИЧЕСКОЙ КРИВОЙ И МЕХАНИЗМОМ РАЗРУШЕНИЯ В ИНТЕРВАЛЕ ВЯЗКО-ХРУПКОГО ПЕРЕХОДА

Определённый интерес представляет определение доли вязкого излома (ДВИ) образца из параметров динамической кривой, записанной в ходе его разрушения, что позволит существенно сократить усилия на расчёт этого параметра вручную путём анализа излома. Также, автоматизация такого анализа может существенно снизить субъективность, всегда сопутствующую анализу изображений человеком.

В настоящий момент для расчёта ДВИ из параметров динамической кривой разрушения используются эмпирические формулы, включающие в себя усилия в характерных точках на динамической кривой [83, 86]. Такой подход не наличия сложных нелинейных связей между подразумевает вводимыми параметрами и ДВИ, что не позволяет проводить расчёт с точностью, достаточной для использования при проведении приёмо-сдаточных испытаний. Более точный учёт свойств материала осуществим путём использования большего количества параметров, извлекаемых из динамической кривой и построения нелинейных моделей на их основе. К таким параметрам можно отнести усилия в характерных точках динамической кривой, величину прогиба образца в этих точках и работу разрушения образца (площадь под динамической кривой). Также, в качестве дополнительного параметра, влияющего на разрушение, можно использовать температуру испытания. Подходящим методом построения модели, описывающей сложные зависимости между входными параметрами и ДВИ является метод машинного обучения с использованием искусственных нейронных сетей.

В случае динамических кривых использование машинного обучения особенно оправдано т.к. параметры, взаимоотношение которых необходимо описать, имеют чёткое численное выражение, а наличие, в нашем случае, дополнительных характеристик, полученных независимо, делает возможным применение подхода обучения «с учителем» [156]. При этом, сложность модели не позволяет путём её анализа прийти к пониманию реальной физической взаимосвязи между входными параметрами и выходом, что может привести к использованию избыточного набора данных для её построения.

Для анализа применимости нейронных сетей к описанию ДВИ по параметрам динамической кривой и сравнения такого подхода с имеющимися в настоящий момент была построена модель на основе нейронной сети, описывающая ДВИ образца по параметрам его динамической кривой разрушения, оценена точность с которой она предсказывает вид излома и найден минимальный набор параметров, описывающих зависимость ДВИ от параметров динамической кривой и исследован их вклад в полученную модель.

#### 4.1 Построение модели

Для 220 образцов стали 09Г2С ТУ и сварных соединений была в автоматическом режиме с применением метода, описанного в главе 3, рассчитана доля вязкого излома. Также, доля вязкой составляющей излома была измерена для 42 образцов стали 17Г1С.

Для исследования применимости рекомендаций стандарта ISO 14556 для определения ДВИ к образцам сварных соединений и получения материала для сравнения были получены значения ДВИ с использованием формулы (1).

$$\mathcal{I} \mathsf{B} \mathcal{I} = 1 - \sqrt{\frac{\left(\frac{F_a}{F_6} + 2\right)}{3}} * \left(\frac{\sqrt{F_B}}{\sqrt{F_6}} - \frac{\sqrt{F_F}}{\sqrt{F_6}}\right) \tag{1}$$

F<sub>a</sub>, F<sub>6</sub>, F<sub>в</sub>, F<sub>г</sub> – усилия в характерных точках динамической кривой (рис. 2.12)

Для получения модели, описывающей долю вязкого излома по параметрам динамической кривой, была построена многослойная нейронная сеть прямого распространения, содержащая 3 слоя – входной, скрытый, содержащий 9 нейронов, и выходной. В качестве входных параметров для обучения этой нейронной сети использовались параметры динамических кривых разрушения. В качестве выходного параметра для обучения использовалось значение доли вязкой составляющей, определенное экспериментально по фотографиям изломов.

В качестве параметров, описывающих динамическую кривую, были выбраны значения усилий (F) и перемещений мятника копра (X) в точках перехода от упругой к пластической деформации (A), максимальному усилию (Б), началу роста хрупкой трещины (B) и её остановке (Г), работа разрушения образца (W<sub>уд</sub>), вычисленная как площадь под динамической кривой, температура испытания и некоторые расстояния между характерными точками по осям усилия и перемещения: X<sub>г</sub>-X<sub>в</sub>, X<sub>г</sub>-X<sub>6</sub>, X<sub>в</sub>-X<sub>6</sub>, F<sub>в</sub>-F<sub>г</sub>, F<sub>6</sub>-F<sub>в</sub>, F<sub>6</sub>-F<sub>г</sub>, всего – 16 параметров. Рассеяние указанных параметров в

зависимости от ДВИ представлено на рисунке 4.1. Использование 16-мерного вектора на входе при 9 нейронах на скрытом слое и скалярном выходе даёт в сумме 153 значения весов между элементами нейронной сети, что позволяет провести обучение с использованием выборки из 220 образцов [119].

Для определённых параметров динамической кривой наблюдается некоторое рассеяние значений. Например, на зависимости Fa от температуры для сварного соединения 1 по результатам испытания 75 образцов, представленной на рис. 4.2, рассеяние в области объясняется как небольшими вариациями значения предела текучести материала, так и погрешностями в измерении этого параметра по сглаженной динамической кривой. Рассеяние при температуре -60 °C объясняется тем, что некоторые образцы разрушаются до возникновения существенной пластической деформации. При этом, на динамической кривой значение Fa определяется как последняя точка, соответствующая линейной зависимости усилия от перемещения, после которой происходит резкий спад усилия, соответствующий образованию хрупкой трещины.



Рис 4.1. Рассеяние параметров, используемых для обучения нейронной сети, в зависимости от ДВИ.



Рисунок 4.2 - Зависимость F<sub>a</sub> от температуры для сварного соединения 1.

Координаты характерных точек были получены для всех образцов на сглаженной динамической кривой в полуавтоматическом режиме.

Настройка параметров нейронной сети, таких как скорость обучения, функция активации и др. проводилась в автоматическом режиме путём перебора по сетке.

Для обучения была использована выборка, состоящая из 220 образцов стали 09Г2С и сварных соединений. Выборка была разделена на две – тренировочную и тестовую случайным образом так, что тестовая составляла 15% от исходной. Обучение модели проводилось на основе тренировочной выборки, а тестовая использовалась только для анализа корректности и генерализованности построенной модели.

Для проверки модели на адекватность представления сталей с другой микроструктурой было проведено предсказание доли вязкого излома для образцов стали 17Г1С. Затем, для проверки возможности перенастройки модели на использование более широкого ряда микроструктур в выборку для обучения был добавлен 31 образец стали 17Г1С, в то время как оставшиеся 11 образцов были использованы в качестве тестовых для проверки модели.

Для анализа входных данных на избыточность было проведено снижение размерности входных данных методом главных компонент (МГК), основанном на сингулярном разложении матрицы входных параметров [157] и методом анализа факторов (АФ), основанном на анализе ковариационных матриц [158]. Для входных

параметров сниженной размерности было проведено обучение модели аналогичной исходной с подбором оптимальных параметров обучения, для которой измерялось значение коэффициента детерминированности R<sup>2</sup> на тренировочной и тестовой выборках.

Для оценки существенности вкладов различных параметров было проведено обучение моделей с подбором оптимальных параметров на данных с исключёнными факторами. Изменение точности модели при удалении факторов говорит о обоснованности их использования. При этом, последовательно удалялись те факторы, исключение которых приводило к наименьшему падению точности модели. Последовательное удаление факторов проводилось до тех пор, пока не остался 1 последний фактор.

Для анализа различий между использованием линейных моделей и модели на основе нейронной сети был проведен регрессионный анализ зависимости ДВИ от параметров динамической кривой, имеющих наибольшее значение.

Обучение нейронной сети проводилось с использованием библиотеки машинного обучения Scikit-learn [159] и языка программирования Python версии 3.6.3.

### 4.2 Анализ качества модели

Результаты применения рекомендаций ISO 14556 представлены на рис. 4.3. Значения ДВИ, полученные с использованием рекомендаций стандарта, не описывают реальную ДВИ сварных соединений. При этом завышаются значения ДВИ для образцов с большой площадью хрупкого излома, для которых ошибка достигает 60% от площади излома.



Рисунок 4.3 – Соотношение значений доли вязкой составляющей излома сварных соединений, предсказанных в соответствии с рекомендациями ISO 14556, и реальных значений.

Модель, построенная на основе нейронной сети и обученная с использованием значений характерных точек динамических кривых и реальных значений доли вязкой составляющей излома показала  $R^2 = 0,9891$  для тренировочной выборки и  $R^2 = 0,9877$  для тестовой выборки. Близость значений  $R^2$  для двух выборок говорит об отсутствии переобучения и высокой генерализованности модели.

На рис. 4.4 приведена зависимость между реальными и предсказанными значениями доли вязкой составляющей излома для образцов 5 видов сварных соединений и основного металла на полной выборке. Аналогичные значения для образцов только тестовой выборки показаны на рис. 4.5. Ошибка в определении ДВИ для 95% образцов укладывается в 5% от площади излома (рис. 4.6).



Рисунок 4.4 – Соотношение реальных и предсказанных нейронной сетью значений ДВИ.



Рисунок 4.5 – Соотношение реальных и предсказанных нейронной сетью значений ДВИ для тестовой выборки.



Рисунок 4.6. Распределение ошибки предсказания ДВИ нейронной сетью для образцов сварных соединений

Полученный результат говорит о том, что динамическая кривая разрушения содержит исчерпывающую информацию о доле вязкого излома в образцах сварных соединений. Ошибки при определении ДВИ отдельных образцов можно объяснить погрешностями в измерении значений параметров динамических кривых, которые обусловлены шумами, наложенными на исходную динамическую кривую и погрешностью в определении ДВИ на изображении излома.

Предсказание доли вязкой составляющей излома на образцах стали 17Г1С моделью, обученной на образцах сварных соединений и стали 09Г2С ТУ показало, что модель неточно отражает взаимосвязь между параметрами динамической кривой и долей вязкой составляющей излома для стали 17Г1С. При этом, ошибка в предсказанных моделью значениях пропорциональна реальному значению доли вязкой составляющей в изломе (рис. 4.7).



Рисунок 4.7 - Соотношение реальных и предсказанных нейронной сетью, обученной на образцах сварных соединений, значений ДВИ образцов стали 17Г1С.

Добавление образцов стали 17Г1С к выборке для обучения позволило сильно уменьшить ошибку предсказания значения доли вязкой составляющей, что отразилось в коэффициенте детерминированности 0,9614 для тестовой выборки из образцов стали 17Г1С (рис. 4.8) и 0.9779 для объединённой тестовой выборки из образцов стали 17Г1С, сварных соединений и стали 09Г2С.



Рисунок 4.8 - Соотношение реальных и предсказанных нейронной сетью значений доли вязкой составляющей излома образцов стали 17Г1С после добавления образцов этой стали к тренировочной выборке.

Полученный результат говорит о гибкости предложенного подхода и возможности построения предсказательной модели, работающей в широком диапазоне различных микроструктур.

## 4.3 Анализ сложности модели

Оценка избыточности входных данных показала, что при уменьшении размерности методами МГК и АФ размерность входных данных снижается с 16 до 9 без существенного снижения точности модели (рис. 4.9)



Рисунок 4.9 - Коэффициенты R<sup>2</sup> для тренировочной и тестовой выборок в зависимости от размерности входных данных, полученных обработкой исходных данных алгоритмами МГК и АФ. Выборка – образцы сварных соединений и стали 09Г2С.

Полученный результат говорит о том, что не все используемые параметры являются необходимыми для расчёта ДВИ по параметрам динамической кривой.

Удаление переменных из исходного набора данных показало, что отсутствие некоторых факторов благоприятно влияет на точность модели (рис. 4.10). Это может быть объяснено неточностью определения некоторых параметров динамической кривой из-за наложения на неё шумов в процессе записи.



Рисунок 4.10 - Изменение точности модели при удалении параметров исходного 16-мерного вектора

Изменение точности модели при последовательном удалении наименее значимых факторов показано на рис. 4.11. Фактором, вклад которого в значение ДВИ наиболее существенен является  $W_{yd}$ . Параметрами, удаление одного из которых из конечного набора снижает точность модели, являются  $W_{yd}$ ,  $X_B$ , T,  $F_5 - F_B$ ,  $X_A$ . Коэффициент детерминированности, который модель показывает с такими входными параметрами  $R^2 = 0,9786$  для тренировочной выборки и 0,9775 для тестовой.



Рисунок 4.11 – Изменение точности модели при последовательном удалении параметров, используемых для обучения.

Построение модели на основе параметров, рекомендуемых ISO 14556 (F<sub>a</sub>, F<sub>6</sub>, F<sub>b</sub>, F<sub>r</sub>) даёт коэффициенты детерминированности 0.8607 и 0.7663 на тренировочной и тестовой выборке соответственно. Таким, образом использование предложенного набора параметров существенно повышает точность определения ДВИ по сравнению с рекомендациями ISO 14556

Построение модели на основе линейной регрессии, описывающей зависимость ДВИ от параметров динамической кривой переменными W<sub>УД</sub>, X<sub>B</sub>, T, F<sub>Б</sub> – F<sub>B</sub>, X<sub>A</sub> даёт коэффициенты детерминированности 0.9397 для тренировочной выборки и 0.9322 для тестовой. При этом точность определения ДВИ относительно модели на основе нейронной сети снижена. Результаты применения такой модели к образцам сварных соединений представлены на рис. 4.12.



Рисунок 4.12 – Соотношения реальных и предсказанных моделью значений доли вязкой составляющей излома. А – модель на основе линейной регрессии, Б – модель на основе нейронной сети.

Существенное снижение точности при переходе от нейронной сети к линейной модели демонстрирует наличие нелинейной взаимосвязи между значениями W<sub>УД</sub>, X<sub>B</sub>, T, F<sub>Б</sub> – F<sub>B</sub>, X<sub>A</sub> динамической кривой и ДВИ образца.

Приведенные результаты показывают, что метод машинного обучения с использованием нейронных сетей хорошо подходит для изучения динамических кривых разрушения т.к. в их случае имеются чёткие показатели, которые можно использовать для обучения. Также, дополнительная информация об образцах, обычно сопровождающая испытания на ударный изгиб, делает возможным применение подхода обучения «с учителем».

#### Выводы по Главе 4

1) Сопоставление ДВИ, получаемой путём анализа изображений и из динамических кривых показало, что параметры, выделяемые из динамической

кривой разрушения содержат в себе исчерпывающую информацию о соотношении площадей вязкого и хрупкого излома отдельного образца.

2) Возможно построение модели на основе нейронной сети, описывающей взаимоотношение между параметрами динамических кривых разрушения и ДВИ образцов для ряда микроструктур, существенно превосходящей по точности другие методы получения ДВИ из динамической кривой.

3) Применение нейронной сети, обученной на образцах с одной микроструктурой к образцам с другой микроструктурой, даёт существенную ошибку в определении ДВИ. Эту ошибку можно устранить, добавив к обучающей выборке образцы с новой микроструктурой.

4) Зависимость между видом динамической кривой и ДВИ образца может быть достаточно хорошо описана набором, состоящим из 5 переменных: работы удара, перемещения маятника в точке начала роста хрупкой трещины, температуры испытания, разницы между максимальным усилием и усилием в точке начала роста хрупкой трещины, перемещения маятника в точке начала пластической деформации.

5) Зависимость между приведенными параметрами динамической кривой и ДВИ образца нелинейная и плохо моделируется методом линейной регрессии.

## ГЛАВА 5 РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ЗАТРАТ ЭНЕРГИИ ПО СТАДИЯМ ДЕФОРМАЦИИ ОБРАЗЦА ПРИ ИСПЫТАНИИ НА УДАРНЫЙ ИЗГИБ И НАДЁЖНОСТЬ МАТЕРИАЛА

Надежность сварной металлоконструкции определяется надежностью основного металла, из которого она изготовлена, и надежностью металла сварных соединений. Разрушение металлоконструкций часто происходит из-за низкой надёжности металла сварных швов [160].

Для оценки сопротивляемости материала хрупкому разрушению при ударном нагружении предложено большое количество различных методов [161-163]. При этом наиболее используемым методом является испытание на ударный изгиб. При оценке надежности материала по результатам испытаний на ударный изгиб в качестве оцениваемых показателей чаще всего используют ударную вязкость и долю вязкого излома на образце [164, 165]. Возникновение хрупкого излома при испытаниях на ударный изгиб говорит о нахождении материала в критическом интервале температур хладноломкости. При этом, возникновение в процессе деформации трещины скола существенно снижает способность материала к дальнейшему сопротивлению разрушению как из-за резкого изменения сечения, так и за счёт образования сильного концентратора напряжений.

Энергию разрушения, измеряемую в испытаниях на ударный изгиб, обычно разделяют на составляющие упругой деформации, роста начальной вязкой трещины, макропластической деформации образца, энергию образования скола и энергию вязкого долома образца [166]. Из приведенных энергий наибольшее значение и величину имеют энергии роста вязкой трещины и макродеформации, при этом, доля энергии вязкого долома также может быть значительной. В некоторых работах показано, что образование боковых губ среза, составляющих существенную площадь излома, происходит после хрупкого разрушения [166] или после достижения максимального усилия [30]. Таким образом, при нахождении материала в критическом интервале температур хладноломкости его сопротивляемость ударным нагрузкам не может характеризоваться только значением ударной вязкости и доли вязкой составляющей излома. Критерием, представляющим особую важность в этом интервале, является момент образования скола. Таким образом, если разрушение начинается с образования участка хрупкого скола, за которым следует

вязкий долом образца, то полученное значение ударной вязкости и доли вязкого излома может приводить к неверной оценке уровня надежности материала. Например, НТД (ПБ 03-605-03 [167]) в некоторых случаях регламентирует значение ударной вязкости в 50 Дж/см2, что соответствует энергии разрушения стандартного образца с V-образным надрезом в 40 Дж. При этом, в случае, когда в критическом интервале температур хладноломкости образец, испытываемый на ударный изгиб, показывает значение ударной вязкости выше нормативного и имеет высокую энергию вязкого долома, возможна ситуация, при которой энергия, затраченная до возникновения трещины скола существенно ниже 40 Дж. Возможность возникновения такого исхода может различаться для металла с различной микроструктурой.

Для исследования склонности металла, имеющего различную микроструктуру, разрушаться с большой долей энергии долома, и оценки достоверности определения его надежности в испытаниях на ударный изгиб были проанализированы динамические кривые разрушения и изломы 1218 образцов металла, разрушенных в критическом интервале температур хладноломкости с образованием хрупких областей излома. Образцы были вырезаны из сталей 09Г2С в состоянии после горячей прокатки, термического улучшения и нормализации, 17Г1С в состоянии после горячей прокатки, сварных соединений и металла околошовной зоны (таблица 5.1).

### Таблица 5.1

Выборка образцов для исследования распределения энергии по стадиям разрушения

Материал	Кол-во образцов
Сварной шов №1	74
Сварной шов №2	75
Сварной шов №3	73
Сварной шов №4	73
Сварной шов №5	74

Сварной шов №6	89
ОШЗ 09Г2С Н	89
ОШЗ 09Г2С ТУ	372
17Г1С	60
09Г2С Н	90
09Г2С ТУ	149
Всего	1218

Наблюдение динамических кривых, полученных для образцов, находящихся в критическом интервале температур хладноломкости позволяет отметить, что рассеяние значений ударной вязкости в основном связано с изменением прогиба, при котором возникает трещина скола (рис. 5.1). Силовые параметры, такие как напряжение в точке перехода от упругой к пластической деформации, максимальное усилие от образца к образцу меняются слабо. Это согласуется с представлениями о том, что появление рассеяния связано с различиями в моменте образования хрупкого излома [169].



Рисунок 5.1 – Динамические кривые разрушения образцов сварного соединения №1, испытанных при температуре 0°С

Значения энергий разрушения образцов при испытаниях на ударный изгиб приведены на рис. 5.2.

Измерение зон первоначального роста вязкой трещины под надрезом и анализ динамических кривых показали, что в исследованных образцах наблюдается чёткая взаимосвязь между величиной перемещения маятника копра в точке перехода к хрупкому излому и расстоянием между надрезом и хрупкими фасетками. Данная зависимость представлена на рис. 5.3. Стоит отметить, что характер зависимости практически не меняется как при переходе между различными микроструктурами сварных соединений, так и при переходе к основному металлу.



Рисунок 5.2 – Значения энергии разрушения образцов сварных соединений и основного металла в зависимости от температуры.

Измерение расстояний от надреза до хрупких фасеток методом растровой электронной микроскопии показало, что описанная зависимость выполняется и для очень малых перемещений маятника до 0,5 мм, при которых глубина первоначальной вязкой трещины составляет 200 – 300 мкм (рис. 5.4).



Рисунок 5.3 - Зависимость координаты точки перехода к хрупкому излому от глубины вязкой трещины под надрезом



Рисунок 5.4 - Зависимость координаты точки перехода к хрупкому излому от глубины вязкой трещины под надрезом по результатам сканирующей электронной микроскопии.

Изучение динамических кривых разрушения показало, что в некоторых случаях за образованием хрупкого излома, сопровождающимся резким спадом усилия, следует протяженная область вязкого разрушения, сопровождающаяся большими затратами энергии (рис. 5.5). В ходе испытаний на ударный изгиб эта энергия учитывается в результирующем значении работы разрушения наравне с работой, совершенной до образования хрупкой трещины.



Рисунок 5.5 – А - Динамическая кривая разрушения образца, имеющего, большую энергию долома после образования хрупкой трещины. Серым закрашена область, соответствующая энергии разрушения до образования хрупкого излома. Б – излом образца, соответствующего динамической кривой.

При измерении энергии, затраченной на разрушение до образования хрупкой трещины, было обнаружено, что для некоторых образцов эта энергия до двух раз ниже общей энергии разрушения. При этом, возможна ситуация, при которой значение общей работы разрушения будет составлять величину, превышающую значение, требуемое для признания материала годным к эксплуатации по результатам испытаний, в то время как значительная часть совершённой работы приходится на образование долома, а энергия, затраченная до образования скола, меньше, чем требуемая нормативами.

Диаграмма на рис. 5.6. показывает зависимость отношения работы, совершенной до образования скола отнесённой к общей работе разрушения от общей работы разрушения. В выделенной области находятся результаты, для которых общая работа разрушения больше 40 Дж, а энергия, затраченная до образования скола – меньше 40 Дж. При этом, образцы, находящиеся слева от выделенной области, признаются достоверно неуспешными, а находящиеся справа – достоверно успешными.



Рисунок 5.6 – Доля энергии, затраченной до скола от общей энергии разрушения. Серая область – результаты, в которых общая работа >40 Дж, а работа до скола <40 Дж.

Оценка частоты с которой происходит испытание в котором образец имеет значение работы разрушения до образования скола менее 40 Дж при полной работе разрушения более 40 Дж показала, (таблица 5.2) что наиболее вероятен такой исход для образцов сварного соединения, выполненного методом №4, для которого 24.6% образцов, имеющих хрупкий участок излома, показывают такой тип разрушения. При этом, металл сварных швов, выполненных методами 2, 3 и 5 также склонен к данному типу разрушения, но с меньшей вероятностью. Из образцов основного металла и околошовной зоны склонность к раннему хрупкому разрушению демонстрируют только образцы стали 17Г1С. Описанный тип разрушения возникает из-за высокой энергии затрачиваемой на долом образца после возникновения хрупкой трещины. Наибольшей долей энергии долома в общей энергии разрушения обладает металл сварных соединений 3, 4 и сталь 17Г1С.

### Таблица 5.2

п	0	~	~
Ποπαπαμμέ περυπετάτος μεπείταυ	ии ца упари	ігій изгир в	
Tionadanne pesyntratob nentran	ии па ударь	idin nji no d	
			-

Металл	Образцов в критическо м интервале	Образцо в в опасной области	Доля образцов в опасной области, %	Средняя доля энергии, долома, в полной энергии разрушения, %
СШ №1	74	1	1.4	13.8
СШ №2	66	9	13.6	19.9
CIII №3	72	8	11.1	32.2
СШ №4	61	15	24.6	39.6
СШ №5	72	4	5.6	21.3
СШ №6	81	0	0.0	5.9
ОШЗ 09Г2С ТУ	203	1	0.5	7.2
ОШЗ 09Г2С Н	83	0	0.0	10.8
17Г1С	42	3	7.1	29.3
09Г2С Н	39	0	0.0	2.8
09Г2С ТУ	20	0	0.0	7.2

Анализ динамических кривых разрушения образцов, испытанных при интервала температуре выше критического температур хладноломкости, показывает, что для исследованных материалов максимальное усилие достигается при прогибе образца порядка 4 мм, что соответствует глубине вязкой трещины порядка 1,3 мм (рис. 5.4.). Таким образом, основная работа по сопротивлению разрушению совершается при небольшом первоначальном продвижении вязкой трещины. Этот первоначальный участок вносит небольшой вклад в площадь вязкого излома образца, но представляет первостепенную важность для обеспечения надежности материала. В свою очередь, вязкий долом и область боковых губ среза, образующаяся после достижения максимума на динамической кривой [30], вносят большой вклад в долю вязкого излома образца, но на их образование в критическом интервале температур хладноломкости затрачивается сравнительно небольшое количество энергии – до 30 % в случае основного металла и до 40 % в случае металла сварных швов (таблица 5.2).

Данное наблюдение объясняется тем, что на начальном этапе разрушения продвижение маятника копра сопровождается пластической деформацией образца исходного сечения. По мере развития трещины сечение образца уменьшается, что приводит к спаду усилия. При образовании хрупкого излома сечение образца резко уменьшается и значение удельной работы образования вязкого долома также снижается за счёт уменьшения объёма материала, подвергаемого пластической деформации при изгибе. Таким образом в момент образования хрупкого скола происходит значительное снижение удельной энергии распространения вязкой трещины.

Наличие вязкой трещины под надрезом при перемещениях маятника порядка 0,5 мм свидетельствует о старте её роста сразу после достижения образцом напряжения, соответствующего пределу текучести на динамической кривой, что также отмечалось в других работах [83].

Причиной различий в процессах разрушения металла с различной микроструктурой может являться существенное отличие систем триггеров скола [168]. В частности, в сварных соединениях в качестве основных триггеров могут выступать крупные неметаллические включения – хрупкие частицы силикатов и алюмосиликатов в то время, как для современной высоковязкой стали, содержащей низкое количество вредных примесей, основными триггерами могут быть крупные зерна α-железа, находящиеся в окружении мелких зерен [169].

Раннее образование хрупкого излома может существенно снижать надежность сварных соединений не только за счёт снижения ударной вязкости как таковой, но и за счёт неверной оценки их реальной способности противостоять хрупкому разрушению. В условиях нагружения образца с надрезом при испытаниях на маятниковом копре возможной причиной остановки хрупкой трещины является исчерпание энергии маятника копра и снижение скорости нагружения наряду с высокой деформацией у края образца противоположного надрезу и повышением температуры образца [30]. При этом, в реальных конструкциях запас энергии на несколько порядков превосходит таковой в испытаниях на ударный изгиб и зарождение хрупкой трещины в процессе нагружения с большой вероятностью приведет к разрушению конструкции в виду отличающегося напряженно-деформированного состояния.

Для регистрации раннего образования хрупкой трещины не обязательно анализировать динамические кривые разрушения, получение которых может быть осложнено необходимостью использования инструментированного копра. Показанная зависимость между перемещением маятника копра до образования хрупкого излома и расстоянием от надреза до фасеток скола может быть использована для оценки энергии, затраченной на первоначальный рост вязкой трещины (рис. 5.7). С использованием приведённой зависимости работа роста первоначальной вязкой трещины может быть оценена фрактографически, а глубина трещины выступать в роли дополнительной нормативной величины.



Рисунок 5.7 – Зависимость энергии, затраченной до хрупкого разрушения от глубины первоначальной вязкой трещины.

При этом, замена измерения глубины вязкой трещины измерением доли вязкого излома невозможна ввиду низкой корреляции значений доли вязкого излома и глубины вязкой трещины для образцов с большой энергией долома, например, для образцов сварных соединений 4 и 5, и стали 17Г1С, показывающих коэффициент корреляции Пирсона менее 0,85 (рис 5.8).



Глубина вязкой трещины

Рисунок 5.8 – Корреляция значений доли вязкого излома образца и глубины вязкой трещины

## Выводы по Главе 5

1) При испытаниях на ударный изгиб образцов низколегированных сталей и их сварных соединений в интервале вязко-хрупкого перехода возможно получение значений ударной вязкости, при которых образец признаётся годным по уровню энергии, затраченной на разрушение, хотя работа, совершенная до образования хрупкой трещины, имеет значение существенно меньшее, чем нормативный уровень общей энергии разрушения.

2) Вероятность возникновения таких результатов различается для металла с разной микроструктурой. Для металла сварных швов она существенно выше, чем для основного металла низколегированных сталей.

3) Существует зависимость между перемещением маятника копра до образования хрупкого участка излома в ходе испытаний на ударный изгиб и

расстоянием от надреза до области фасеток на поверхности разрушения образца, близкая для образцов с различной микроструктурой.

4) Раннее возникновение хрупкого излома, сопровождающееся большой энергией расходуемой на долом образца, может возникать достаточно часто в сварных соединениях низколегированных сталей, и может представлять опасность для целостности сварных металлоконструкций.

5) Контроль раннего зарождения хрупкой трещины возможен путём измерения расстояния от надреза до области хрупких фасеток на изображении излома с применение показанной зависимости между прогибом образца до образования хрупкого участка излома и расстоянием от надреза до области хрупких фасеток. Замена параметра глубины вязкой трещины на долю вязкого излома невозможна.

## ГЛАВА 6. ДИССИПАТИВНЫЕ ПРОЦЕССЫ, СОПРОВОЖДАЮЩИЕ РАСПРОСТРАНЕНИЕ ТРЕЩИНЫ СКОЛА В ФЕРРИТНО-ПЕРЛИТНОЙ МИКРОСТРУКТУРЕ

### 6.1. Деформация при росте трещины скола в пределах одного зерна

Деформационные процессы, приводящие к затратам энергии в ходе распространения трещины скола определяют сопротивляемость материала её продвижению. Для исследования механизмов и степени деформации материала в ходе роста трещины скола было проведено исследование областей, прилегающих к поверхности разрушения образцов стали 09Г2С ГК, испытанных на ударный изгиб в критическом интервале температур хладноломкости.

Значения ударной вязкости образцов, отобранных для исследования приведены в таблице 6.1.

Таблица 6.1. Значения ударной вязкости и параметры геометрии излома испытанных образцов.

Температура	Ударная	Уширение	Расстояние от
испытаний, °С	вязкость,	образца, %	поверхности до
	Дж/см²		хрупкого участка, мм
-196	6	0	0
-90	25	4,5	2,2
-60	105	13,7	3,7
-40	92	12,9	3,4
0	223	24,2	4,7
+20	192	22,3	4,4

Наличие уширения напротив надреза говорит о том, что при испытаниях на ударный изгиб образцы подверглись пластической деформации.

Исследование тонких фольг, полученных на образце, испытанном при -60 °C, методом просвечивающей электронной микроскопии показало, что наблюдаемые на поверхности фасеток линии речного узора являются фрагментами разрушенных сочленений трещин скола, распространяющихся в параллельных плоскостях в пределах одного кристаллита.

На рис. 6.1 показаны области двух различных типов характерных линий речного узора. Первый тип образован уступом, оставшимся после отделения перемычки от поверхности образца. Второй тип образован отогнутым фрагментом перемычки.

Наблюдения показывают, что разрыв перемычек сопровождается появлением областей пластической деформации, которые на изображении представляются в виде темных участков на поверхности уступов и в вершинах трещин, образующихся при отгибе фрагментов перемычек.



Рисунок 6.1 – Детали речного узора излома. а – отогнутый фрагмент полосы, б - ступенька. Стрелками отмечены области повышенной пластической деформации.

Наблюдение металла перемычки методом просвечивающей Кикучи дифракции показывает, что угол кристаллографической разориентации между отогнутым фрагментом и основной частью кристаллита соответствует углу наклона фрагмента к поверхности фасетки (рис. 6.2). Разориентация на 52 градуса при этом происходит относительно оси (110). Соответствие разориентации кристаллических решеток углу отгиба детали речного узора говорит о её образовании путём разворота фрагмента относительно зерна, а не путём пластической деформации всего фрагмента.



Рисунок 6.2 - А – отогнутый фрагмент полосы речного узора, Б – ориентационная карта того же участка.

Распространение трещины скола в пределах одной плоскости при -60°С не сопровождается пластической деформацией материала. На рис. 6.3 приведены карты в координатах локальных ядерных разориентаций (ЛР, КАМ), разориентаций относительно средней ориентации (POC, GROD) и координатах обратных полюсных фигур (ОПФ, IPF) участка фасетки скола, полученные методом просвечивающей Кикучи дифракции.

Карта РОС, отражающая внутреннюю субструктуру зерна, показывает наличие областей деформации вблизи пересечения плоскости фольги с деталями речного узора фасетки (рис. 6.3 б). Такие области идентифицируются по более резким границам, относительно прочих ориентационных градиентов на карте. При этом, разориентация в данных областях происходит вокруг одной оси, закодированной цветом на изображении. Так, разориентация между средней ориентацией деформированных областей, обведенных на рис. 6.3 б и средней ориентацией остальной части зерна, составляет 0,05 градусов для меньшей области и 0,09 градусов для большей и происходит вокруг оси (110) для обеих областей. Одинаковая ось разориентации решеток, совпадающая при этом с осью разориентации отогнутого фрагмента может говорить о похожей схеме нагружения деформированных участков.

В областях, примыкающих к излому, не находящихся в непосредственной близости от деталей речного узора пластическая деформация на карте РОС не регистрируется.

Участков с высокой локальной разориентацией, не связанных с точками пересечения с речным узором, не наблюдается и на карте ЛР (рис. 6.3 а). Причина отсутствия таких деталей на карте ЛР в том, что ориентация внутри зерна изменяется плавно, без образования малоугловых границ.

Профили разориентации от точки к точке по линиям, отмеченным на рис. 6.3 в, показывают одинаковый ориентационный градиент как вдоль поверхности излома на различном расстоянии от неё, так и поперек поверхности излома (рис. 6.3 г), что также указывает на отсутствие пластической деформации, связанной с ростом хрупкой трещины в пределах одной плоскости распространения. Само наличие ориентационного градиента в зерне может быть связано с пластической деформацией образца в испытаниях на ударный изгиб, предшествующей хрупкому разрушению.



Рисунок 6.3 - а– ориентационная карта участка фольги (рисунок 3 б) в координатах ЛР. б – ориентационная карта в координатах РОС с отмеченными участками образования речного узора, для которых была измерена разориентация относительно средней ориентации зерна. в – ориентационная карта в координатах обратных полюсных фигур с отмеченными траекториями профилей разориентации. г – профили разориентации относительно начальной точки.

В случае прохождения трещины скола через колонию перлита следов пластической деформации, связанной с её распространением в пределах одной плоскости, также не наблюдается. Пересечение трещиной цементитных ламелей при этом не вызывает значимого отклонения от прямолинейного пути распространения (рис. 6.4).



Рисунок 6.4 - а – ориентационная карта участка фольги, показанного на рисунке 3 а. б – изображение фрагмента того же участка в ПЭМ.

Деформация, наблюдаемая под поверхностью излома на картах ЛР (рис. 6.56) при этом обусловлена как несовершенством зёрен феррита, возникающим в процессе γ-α превращения так и пластической деформацией образца в испытаниях на ударный изгиб, предшествующей хрупкому разрушению.


Рисунок 6.5 - а – ориентационная карта участка на рисунке 7 в координатах РОС. б – ориентационная карта того же участка в координатах ЛР, стрелками показаны траектории ориентационных профилей. в – профили разориентации относительно начальной точки.

Субструктура зерна, наблюдаемая на картах РСО (рис. 6.5 а) не выявляет областей деформации вблизи поверхности разрушения как в участке роста трещины через перлитую область, так и в соседнем ферритном зерне, превышающих по интенсивности внутренние ориентационные градиенты зерна.

Профили разориентации от точки к точке показывают, что градиент разориентации вдоль поверхности излома выше, чем поперёк, что также указывает на отсутствие значимой пластической деформации, связанной с ростом трещины.

На рис. 6.6а приведены карты ЛР и ОПФ, полученные методом просвечивающей Кикучи дифракции на фольге, вырезанной ИЗ участка, -90°C. межзеренную трещину В образце, испытанном содержащего при Распространение трещины проходит по границе ферритного зерна и мартенситной

области (рис. 6.6б). Мартенсит на картах качества картин Кикучи (Band Slope) представлен в виде тёмных областей.

Ориентационные градиенты, наблюдаемые в ферритном зерне вблизи поверхности трещины на карте ЛР, по всей видимости связаны с процессами, происходящими при формировании мартенсита, поскольку аналогичные области с высокой локальной разориентацией наблюдаются и в других ферритных зернах, граничащих с мартенситом, но не участвующих в росте трещины.



Рисунок 6.6 - А – Межзеренная трещина на фольге, вырезанной с поверхности шлифа. Вверху справа – снимок во вторичных электронах, вверху слева – Ориентационная карта в координатах качества картин Кикучи (Band Slope), внизу слева – ориентационная карта в координатах ОПФ, внизу справа – ориентационная карта в координатах ОПФ, внизу справа – ориентационная карта в координатах ЛР. Б – ориентационная карта участка шлифа, из которого была вырезана фольга с межзеренной трещиной (отмечена белым), М-мартенсит, Ф-феррит.

## 6.2. Деформация при разрыве сочленений между трещинами скола

Исследование деформационных особенностей роста вторичных трещин скола под поверхностью разрушения образца, испытанного при 0°C показывает, что механизмы деформации перемычек, объединяющих участки роста трещин в разных плоскостях, отличаются. В некоторых случая между краями трещин скола образуются области, развёрнутые относительно исходного зерна на углы от 20 до 45 градусов, имеющие при этом чётко очерченные границы - рейки (рис. 6.7, 6.8, 6.9). Разориентация реек относительно исходной ориентации зерна на рис. 6.8 происходит вокруг осей (21-2), (501), (0,-1,-2) для 1, 2, и 3 участков, соответственно. Область с очерченными границами окружена участком пластической деформации с углами разориентации до 10 градусов, относительно исходной ориентации зерна. Такие деформационные рейки наблюдаются как при переходе трещины через границу зерна (рис. 6.7, 6.9), так и в пределах зерна. Другой механизм деформации подразумевает образование областей с разориентацией до 10 градусов между перекрывающимися в параллельных плоскостях трещинами скола (рис. 6.9, профиль 2 и рис. 6.10). Исследованные сочленения вторичных трещин скола позволяют предположить, что деформация в таких областях сначала проходит с образованием диффузных областей деформации, а выделение реек происходит на следующих этапах. Это предположение основано на близости интенсивности ориентационных градиентов, наблюдающихся вокруг реек и в деформированных областях между накладывающимися трещинами (рис. 6.10)



Рисунок 6.7 - Участок сочленения трещин скола на границе зерна. а – карта в координатах качества картин Кикучи (BS) с отмеченной траекторией ориентационного профиля, б – ориентационная карта того же участка в координатах ЛР. в - ориентационная карта того же участка в координатах ОПФ, г - профиль разориентации относительно начальной точки.



Рисунок 6.8 - Участки сочленения трещин скола внутри зерен. а – карта в координатах качества картин Кикучи (BS) с отмеченными траекториями ориентационных профилей, б – ориентационная карта того же участка в координатах ЛР. в - ориентационная карта того же участка в координатах ОПФ, г - профили разориентации относительно начальной точки.



Рисунок 6.9 - Участки сочленения трещин скола с малым (1) и большим (2) перекрытием поверхностей трещин. а – карта в координатах качества картин Кикучи (BS), б – ориентационная карта того же участка в координатах ЛР с отмеченными траекториями ориентационных профилей. в - ориентационная карта того же участка в координатах ОПФ, г - профили разориентации относительно начальной точки.



Рисунок 6.10 - Участки сочленения трещин скола с большим перекрытием поверхностей трещин. а – карта в координатах качества картин Кикучи (BS) с отмеченной траекторией ориентационного профиля, б – ориентационная карта того же участка в координатах ЛР. в - ориентационная карта того же участка в координатах ОПФ, г - профиль разориентации относительно начальной точки.

Приведенные результаты показывают, что в испытаниях на ударный изгиб в критическом интервале температур хладноломкости распространение трещины скола в ферритном зерне в пределах одной плоскости не сопровождается повышением степени пластической деформации вдоль её берегов. Данное наблюдение распространяется как на трещины, проходящие транскристаллитно через чистый феррит, так и межзеренные и распространяющиеся в перлитных колониях. При распространении трещин скола в соседних плоскостях образуются перемычки, разрыв которых необходим для раскрытия трещины. Разрыв таких перемычек, образующихся в пределах одного зерна, приводит к образованию на поверхности излома речного узора. При этом, такой разрыв протекает по механизму вязкого разрушения и сопровождается пластической деформацией материала. Области пластической деформации при этом имеют размер близкий к размеру сочленения. Таким образом, работа, затрачиваемая разорванного на распространение трещины, включает в себя не только энергию образования новых поверхностей, но также и энергию пластической деформации областей сочленений, что приводит к её существенному увеличению. При этом, полученный результат не противоречит сделанным ранее наблюдениям областей с повышенной плотностью дислокаций вблизи скола в феррите [21, 22], поскольку деформация происходит не за счёт взаимодействия имеющихся дислокаций с фронтом трещины, а за счёт разрыва перемычек.

Образование более частого речного узора на поверхности фасеток говорит о более высокой пластической деформации, появляющейся в процессе разрушения кристаллита. При этом, поскольку переход трещин из плоскости в плоскость в одном зерне связан с компенсацией локальных ориентационных градиентов, то следует ожидать большей сопротивляемости её росту в деформированных ферритных зернах и в колониях перлита. По всей видимости, энергия, затрачиваемая на рост трещины в поликристаллическом материале, мало зависит от деформации при образовании речного узора, поскольку деформация, связанная с переходом трещины через границы зерен, существенно превышает её.

Разрыв сочленений трещин скола происходит по смешанной схеме нагружения отрывом (мода I) и сдвигом (мода II, III). Контроль долей каждой моды происходит через глубину перекрывания трещин в соседних плоскостях (рис. 6.11).



Рисунок 6.11 - Схемы образования зон пластической деформации при различных способах нагружения сочленений трещин скола по результатам экспериментальных наблюдений.

Наблюдаемое образование реек сдвига в случае преобладания мод II и III в разрушении представлениям полностью соответствует 0 расположении пластической зоны в направлении усилия от вершины трещины [170] (рис. 6.9, профиль 1). При этом, в случае перекрывания трещин направление наибольшей пластической деформации отклоняется от оси приложения нагрузки (рис. 6.9, профиль 2), что соответствует увеличению доли моды отрыва в схеме нагружения. Образование более узкой зоны пластической деформации, ограниченной высокоугловыми границами, может объяснять снижение трещиностойкости при переходе от отрыва к сдвигу, наблюдаемое в ходе механических испытаний [171, 172].

Образование речного узора путём отгиба фрагментов сочленений происходит в смешанном режиме нагружения с преимуществом моды отрыва, поскольку образование сочленения происходит с перекрыванием трещин скола в соседних плоскостях. На это указывают вытянутая форма перемычки, подразумевающая образование трещины скола на обеих её поверхностях, не соединённых с остальным зерном (рис. 6.1) и совпадение её кристаллографической разориентации относительно зерна с углом наклона длинной стороны относительно поверхности фасетки.

Разориентация в кристалле при образовании реек сдвига происходит вокруг случайных осей. При этом, относительно системы координат образца эти оси ориентированы также случайным образом. Данное наблюдение показывает, что выбор плоскости сдвига по всей видимости не связан с расположением плоскостей, вдоль которых сдвиг происходит наиболее легко, {110}, а контролируется только ориентацией одной из возможных плоскостей скола.

## 6.3 Пути диссипации энергии при переходе трещины скола через барьеры

Рост трещины скола в поликристаллическом материале подразумевает её переход через границы зёрен. Переход реализуется за счёт скола соседнего зерна в поле напряжений вершины трещины [10]. Объединение поверхностей скола соседних зёрен при разориентации решеток с компонентой вращения проходит с образованием перемычек неразрушенного металла [173]. Разрыв этих перемычек необходим для обеспечения раскрытия растущей трещины.

На поверхности разрушения разрыв перемычек между фасетками скола оставляет характерные гребни, покрытые ямками, что подразумевает механизм вязкого течения при прохождении такого процесса. Поскольку пластическая деформация металла, сопровождающая скол мала по сравнению с пластической деформацией при вязком разрушении перемычек, этот процесс вносит основной вклад в сопротивляемость металла распространению трещины скола. Это утверждение было экспериментально подтверждено в исследовании [174], где на примере низколегированной феррито-перлитной стали было показано увеличение сопротивляемости росту хрупкой трещины с увеличением размера зерна, происходящее из-за повышения размеров перемычек между трещинами в соседних зернах.

Измерение сопротивляемости росту трещины скола в интервале вязкохрупкого перехода классическими методами механики разрушения осложнено, поскольку при смешанном механизме разрушения существенный вклад в измерения будут вносить макроскопические участки вязкого роста трещины. При этом, зависимость энергии роста трещины от температуры можно установить, измерив степень пластической деформации, сопутствующей её росту. Поскольку основным источником такой деформации является разрыв перемычек между трещинами скола в соседних зёрнах, то осуществить это можно, исследовав тонкий слой вблизи

поверхности разрушения. Подходящим методом измерения пластической деформации в таких условиях является дифракция отраженных электронов (ДОЭ).

Микрофрактографическое исследование поверхности разрушения позволило выделить 4 типа перехода трещины скола через барьеры, образованные границами зёрен. Первый тип характеризуется образованием ступенек, компенсирующих разворот решеток в соседних зернах друг относительно друга (рис. 6.12). Такое распространение обычно описывают в терминах устойчивых локальных участков границ и связывают с небольшим углом вращения решёток в соседних зёрнах [175]. При этом, подобный переход между зёрнами образует фасетки, лежащие под небольшим углом, друг относительно друга. Поскольку в α-железе существуют предпочтительные плоскости скола [176], такое расположение фасеток, свидетельствующее о низкой разориентации плоскостей скола, по которым произошло разрушение, может говорить и о низкой разориентации кристаллитов друг относительно друга.



Рисунок 6.12 Поверхность разрушения образца стали 09Г2С ГК, испытанного при температуре -90°С. Стрелкой отмечен переход трещины скола между зёрнами с образованием ступенек.

Второй тип перехода характеризуется образованием гребней ямочного излома, в результате вязкого разрушения областей, находящихся между трещинами скола в соседних зернах (рис. 6.13).



Рисунок 6.13 – Гребни вязкого ямочного излома между фасетками скола. А – вид сверху, Б – вид сбоку. Образец стали 09Г2С ГК, температура испытания -90°С.

Переход трещины в данном случае связан с независимым самостоятельным сколом соседнего зерна в поле напряжений вершины трещины в отличие от предыдущего типа, при котором скол зарождается на линии пересечения поверхности трещины с поверхностью границы зерна. Вытянутая форма ямок вязкого излома (рис. 6.13 б) свидетельствует о высокой доле моды сдвига в нагружении разорванной перемычки.

Разрушение перемычек, образованных на границах из-за несовпадения плоскостей скола в соседних зёрнах, не всегда подразумевает вязкое течение образующего их металла. В некоторых случаях поверхность такой перемычки гладкая, не содержащая следов значительной пластической деформации (рис. 6.14). Такая морфология поверхности разрушения перемычек позволяет предположить, что основным механизмом в данном случае было хрупкое межзёренное разрушение. Относительная частота реализации такого механизма разрыва перемычки невелика.



Рисунок 6.14 – Участки хрупкого межзёренного излома между фасетками скола. А – вид сверху, Б – вид сбоку. Образец стали 09Г2С ГК, температура испытания - 90°С.

Величина гребней и участков межзеренного разрушения, объединяющих отдельные фасетки меньше размера зерна и для ГК стали 09Г2С составляет 1-10 мкм.

Четвёртый тип характеризуется образованием гребней вязкого ямочного излома, объединяющих отдельные плоские террасы фасеток скола (рис. 6.15). Такие детали рельефа появляются при разрыве областей металла меду трещинами скола, находящимися на расстоянии более одного зерна друг от друга.



Рисунок 6.15 – Высокий гребень ямочного излома между макротеррасами фасеток скола. Образец стали 17Г1С, температура испытания -20°С.

Гребни имеют вязкое ямочное строение. Их высота превышает средний размер зерна и доходит до 50-100 мкм.

Проследив за направлением речного узора фасеток, лежащих на одной террасе, можно обнаружить очаги скола, которые обычно лежат вблизи гребня, что свидетельствует о зарождении хрупкого скола на удалении от вершины трещины с последующим разрывом перемычек, как основного механизма образования таких гребней (рис. 6.16)

A

Б



Рисунок 6.16 – А – стрелкой отмечен высокий гребень вязкого излома между макротеррасами фасеток. Прямоугольником выделен очаг скола, показанный на рисунке Б. Б – очаг скола, содержащий включение нитрида титана. Сталь К60-А, температура испытания -20°С.

Распространение трещины скола в ферритной микроструктуре возможно без разрыва межфасеточных перемычек на протяженном участке. На рис. 6.17 показана остановленная трещина скола, в вершине которой наблюдается участок с неразорванными сочленениями разного рода протяженностью 90 мкм. Тем не менее, для последующего роста трещины, необходимо её раскрытие, которое возможно только с разрывом перемычек.



Рисунок 6.17 – Нераскрытая трещина скола в образце, испытанном при температуре – 196 °С. а – вершина магистральной трещины, б – одиночная трещина скола на удалении от вершины магистральной трещины, в – сохранившиеся перемычки между фасетками, г – разорванные перемычки между фасетками.

Исследование шлифов поперечных сечений методом ДОЭ показало, что пластическая деформация, соответствующая четырём фрактографически описанным механизмам распространения трещины скола, существенно отличается. Наименьшая деформация сопровождает переход трещины между зёрнами с образованием ступенек. На картах локальных разориентаций такие сочленения представлены в виде линий соседних фасеток скола, образованных пересечением плоскости фасетки с плоскостью шлифа, выходящих из одной точки. Деформация, сопровождающая переход в таком случае незначительна, и находится на уровне деформации, образующейся при формировании речного узора. На карте локальных разориентаций (рис. 6.18) такие сочленения практически не отличаются от участков скола в пределах зерна.



Рисунок 6.18 – Области сочленения фасеток с совпадением пересечения плоскостей скола с границей зёрен.

Измерение зависимости угла разориентировки следов фасеток на шлифе от угла разориентировки зёрен показало наличие корреляции между этими параметрами (рис. 6.19).



Рисунок 6.19 – Зависимость угла отклонения трещины скола на границе зерна в стали 09Г2С ГК от угла разориентировки между зёрнами.

Существенно большая деформация сопутствует переходу трещины через границу в соседнее зерно с образованием гребня. При этом на сечении наблюдаются ступени, высотой до 10 мкм (рис. 6.20), отгибы фрагментов зерна и зоны пластической деформации, сопровождающие образование таких деталей рельефа.



Рисунок 6.20 – Области образования гребней на сочленениях фасеток на картах ДОЭ в координатах обратных полюсных фигур и локальных разориентаций. Стрелками отмечены зоны деформации.

Наблюдение сечений нераскрытых трещин скола показывает, что деформация, возникающая при переходе второго типа, существенно превышает деформацию при переходах 1 и 3 типа (рис. 6.21, 6.22).



Рисунок 6.21 – Остановленная трещина скола в стали 09Г2С ГК. Номера на стрелках обозначают тип перехода трещины через границу зерна



Рисунок 6.22 – Остановленная трещина скола в стали 09Г2С ГК. Номера на стрелках обозначают тип перехода трещины через границу зерна

Наблюдение нераскрытой остановленной трещины скола показывает, что помимо участков перехода с незначительным отклонением между плоскостями скола в соседних зернах наблюдаются и области, в которых трещина образуется в зерне, непосредственно не контактирующем с тем, в котором находится вершина исходной трещины. Таким образом, возникает прерывание сплошной поверхности объединенных транскристаллитных фасеток. На такой остановленной трещине, показанной на рис. 6.23, при её раскрытии ожидается появление гребня высотой порядка 60 мкм, соответствующей расстоянию между двумя протяженными трещинами.



Рисунок 6.23 – Перемычка, образованная при переходе трещины скола через несколько зёрен в стали 09Г2С ГК.

Переход трещины через зерно, с образование больших гребней, разделяющих террасы фасеток скола, вызывает образование областей пластической деформации существенно большей интенсивности и размера, чем наблюдаются при образовании гребней между соседними зёрнами (рис. 6.24).





Рисунок 6.24 – Разорванная перемычка, образованная при переходе трещины скола через несколько зёрен в стали 09Г2С ГК. А – ориентационная карта, Б – карта локальных разориентаций.

Несмотря на то, что кристаллографические условия такого перехода определить сложно, ввиду невозможности идентификации на шлифе фасетки, ставшей очагом скола, вывод о зарождении такого перехода на локально хрупком участке микроструктуры можно сделать по наблюдениям неметаллических включений, часто располагающихся в очагах террас фасеток.

Деформация материала на удалении в 10-50 мкм от поверхности разрушения коррелирует с прогибом образца до образования трещины скола, измеренным по динамической кривой разрушения (рис. 6.25).



Рисунок 6.25 – Зависимость рассеяния ориентаций зёрен под хрупкой составляющей излома (10-50 мкм от поверхности) от прогиба образца до момента образования скола.

Поскольку рост трещины скола сопровождается образованием деформации только в тонком приповерхностном слое, измеренная пластическая деформация на удалении от поверхности хрупкой трещины может быть использована для оценки деформации, сопутствующей макроскопическому изгибу образца и для отделения работы, связанной с этой деформацией от работы, связанной с микродеформацией при росте трещины.

Измерение деформации в тонком слое вблизи поверхности разрушения в критическом интервале температур хладноломкости проводилось с учётом поправки на макроскопическую деформацию образца в процессе изгиба. Полученное значение уменьшается с понижением температуры испытания. При этом, снижение температуры до -196°C не приводит к снижению деформаций до значений неразрушенного образца несмотря на то, что при данной температуре не наблюдается предварительной пластической деформации и образец разрушается на

стадии линейного роста усилия по динамической кривой (рис. 6.26). Основным источником деформации в этом случае являются сочленения фасеток с образованием гребней между соседними зёрнами (рис. 6.27).



Рисунок 6.26 – Зависимость деформации в тонком слое с поправкой на макродеформацию образца от температуры испытания для стали 09Г2С ГК.



Рисунок 6.27 – Карта локальных разориентаций сечения хрупкой составляющей излома образца стали 09Г2С, разрушенного при -196°С.

Области неразрушенных сочленений на границах за вершиной трещины, наблюдающиеся на расстоянии порядка 100 мкм на рис. 6.16, 6.21, подтверждают механизм образования деформации под хрупкой составляющей излома путём разрыва перемычек, остающихся между фасетками скола в соседних зёрнах. При этом, во многих случаях наблюдается переход без образования заметных гребней. Конкуренция этих двух механизмов деформации по всей видимости связана с кристаллографическими факторами и склонностью отдельных ферритных зёрен к хрупкому сколу. Наличие корреляции между углом разориентации соседних зёрен и углом поворота трещины на границе при переходе без образования перемычки показывает важность кристаллографического фактора для образования такого перехода. Поскольку такой переход подразумевает разориентацию плоскостей фасеток путём наклона, можно предположить, что разориентация кристаллографических плоскостей скола внутри зерна также происходит преимущественно путём наклона решёток, с малой компонентой вращения.

Образование гребней вязкого излома вносит основной вклад в деформацию материала, происходящую при распространении трещины скола. Такой вывод можно сделать на основе сравнения областей пластической деформации, соответствующих переходу с образованием гребня и без его образования. В случае сочленения фасеток ступеньками, деформированная область имеет размеры сопоставимые с размерами области деформирующейся при образовании речного узора. При образовании гребня размер деформированной зоны определяется углом разориентации плоскостей скола и размером зерна. В случае большого зерна даже трещина, возникающая под небольшим углом к плоскости трещины в соседнем зерне, имеет возможность набрать существенное расхождение с ней на границе зерна. Эти наблюдения соответствуют экспериментальному измерению работы роста трещины скола в ферритных сталях с разным размером зерна [174].

Образование гребней высотой в несколько десятков микрометров приводит к ещё большим затратам энергии на рост трещины скола. Для осуществления перехода, приводящего к их образованию необходимо наличие негомогенной микроструктуры, в которой будут соседствовать участки высокой локальной вязкости, например, мелкозернистые области и участки склонные к сколу, например, зёрна с неметаллическими включениями.

В низколегированной феррито-перлитной стали в качестве источника неоднородности, приводящего к такому механизму роста трещины может быть рассмотрена перлитная полосчатость, поскольку наблюдения сечений шлифов показывают, что остановка трещины скола часто происходит внутри колонии перлита (рис. 6.28).



Рисунок 6.28 – Трещины скола, остановившиеся внутри колоний перлита в стали 09Г2С ГК.

По всей видимости, такую способность к остановке трещин скола определяет наличие интенсивных ориентационных градиентов в перлитных зёрнах, приводящих к необходимости постоянного разворота плоскости скола и соответствующим затратам энергии на образование ступенек речного узора. Тем не менее в стали 09Г2С после горячей прокатки образование высоких гребней, отделяющих террасы фасеток скола является достаточно редким явлением. Возможно, из-за малого количества локально хрупких участков, являющихся вторым фактором, определяющим такой процесс. Предположить высокий вклад в сопротивляемость разрушению процесса образования таких гребней хрупкому можно ЛЛЯ микроструктур сварных соединений, отличающихся высокой неоднородностью и наличием большого числа неметаллических включений, способных стать источником зарождения скола.

## Выводы по Главе 6

1) Показано, что при распространении трещины скола в зерне феррита возникает пластическая деформация, связанная с разрывом сочленений, образующихся при переходе трещины между параллельными плоскостями распространения. Распространение трещины скола в пределах одной плоскости внутри зерна не сопровождается повышением степени пластической деформации вдоль её берегов.

2) Переход через цементитные ламели в колонии перлита не является источником пластической деформации в процессе роста трещины транскристаллитного скола.

3) Нагружение перемычек между трещинами происходит по смешанной схеме отрыва и сдвига. Увеличение доли отрыва происходит при наложении трещин, распространяющихся в параллельных плоскостях, и сопровождается повышением пластической деформации. Разрушение путём сдвига приводит к образованию узких реек с измененной ориентацией, отделённых высокоугловыми границами от исходного зерна

4) Транскристаллитный рост трещины скола в ферритно-перлитной микроструктуре сопровождается деформацией, возникающей из-за несовпадения плоскостей скола на границе зёрен.

5) Показано наличие четырёх механизмов образования деформации при транскристаллитном росте трещины скола. Первый механизм – образование микроступенек, приводит к наименьшей деформации. Второй механизм – образование гребней на месте разрыва перемычек между трещинами скола в соседних зёрна, плоскости распространения которых не сходятся на границе зерна – приводит к образованию областей высокой пластической деформации с характерным размером в половину ферритного зерна. Третий механизм – межзёренное разрушение, протекает практически без деформации материала. Четвёртый - образование крупных гребней при разрыве перемычек между фасетками, возникшими из-за остановки трещины скола в локально вязком участке и её возникновении в локально хрупком участке на удалении от вершины – приводит к образованию зон пластической деформации характерным размером в несколько ферритных зёрен.

6) В микроструктуре стали 09Г2С ГК локально вязкими участками микроструктуры, способными останавливать рост трещины скола являются зёрна перлита.

## ГЛАВА 7. ВЛИЯНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ НА РАССЕЯНИЕ ЗНАЧЕНИЙ УДАРНОЙ ВЯЗКОСТИ ОКОЛОШОВНОЙ ЗОНЫ ТРУБ КЛАССА ПРОЧНОСТИ К60

Наличие корреляции между глубиной первоначальной вязкой трещины и прогибом образца в момент образования скола, показанной в главе 5 для ряда микроструктур, в то числе околошовной зоны, свидетельствует о том, что рассеяние ударной вязкости связано с положением в микроструктуре локально хрупких участков, становящихся очагами скола.

При этом, факторы влияющие на величину рассеяния и форму частотного распределения значений ударной вязкости остаются не вполне понятны.

В ряде работ [53-55] моделирование процесса разрушения образца на ударный изгиб, показало, что при распространении вязкой трещины напряжение перед вершиной увеличивается с её ростом. При этом, пластическая деформация материала может видоизменять локально хрупкие участки микроструктуры, становящиеся очагами скола, тригтеры скола. В работе [177] показано, что пластическая деформация может приводить к отслоению включений на основе нитрида титана, становящихся источником трещин скола в металле ОШЗ, от ферритной матрицы. Исследование влияния пластической деформации на строение и поведение таких триггеров возможно путём предварительной пластической деформации.

Результаты испытания образцов на ударный изгиб, описанные в главе 5, показали, что наибольшее рассеяние характерно для металла околошовной зоны сварных соединений. При этом, помимо вариаций ударной вязкости в этой зоне, связанных с точностью нанесения надреза, возможно наличие особенностей микроструктуры, повышающих рассеяние, связанных с воздействием термического цикла сварки на основной металл. Для исследования особенностей микроструктуры околошовной зоны, связанных с повышенным рассеянием и поведения триггеров скола при пластической деформации образца, было проведено испытание на ударный изгиб образцов металла сталей класса прочности К60 (К60-А и К60-В) с имитированной микроструктурой околошовной зоны, а также испытание на

статическое растяжение образцов с корсетным надрезом с предварительной пластической деформацией и без.

Значения ударной вязкости, полученные в испытаниях на ударный изгиб приведены на рис. 7.1.



Рисунок 7.1 – Значения ударной вязкости, полученные в ходе испытаний на ударный изгиб при температуре -20°С

Испытания показали, что образцы стали K60-A, подвергшиеся имитации воздействия термического цикла сварки со скоростью охлаждения в интервале 800- $500^{\circ}$ C ( $W_{8/5}$ ) от 2 до 64°C/c находятся при температуре испытания -20°C в критическом интервале температур хладноломкости, что сопровождается существенным рассеянием значений ударной вязкости. Рассеяние значений ударной вязкости для образцов, охлажденных со скоростью  $W_{8/5}$  от 2 до 32°C/c можно представить как расслоение результатов на 2 группы, между которыми средние значения отличаются более чем в 4 раза.

Образцы стали K60-B, подвергшиеся термоциклированию со скоростью  $W_{8/5}$  от 2 до 8°С/с находятся при температуре испытания -20°С в критическом интервале температур хладноломкости, что сопровождается существенным рассеянием значений ударной вязкости. При этом, повышенное рассеяние наблюдается только для образцов, охлажденных со скоростью  $W_{8/5}$  2°С/с. Для образцов стали K60-58, охлажденных со скоростью  $W_{8/5}$  32°С/с температура испытания -20°С находится

выше критического интервала температур хладноломкости т.к. всего 1 образец из 10 показывает наличие хрупкой составляющей в изломе.

Динамические кривые разрушения образцов стали K60-B с  $W_{8/5} = 2^{\circ}$ C/с в координатах усилие-прогиб образца представлены на рис. 7.2. Среди характерных особенностей разрушения образцов можно отметить следующие:

Разделение образцов на группы с высокой и низкой ударной вязкостью обусловлено образованием в них хрупкой трещины после максимума нагрузки на динамической кривой (для вязких) и до предполагаемого максимума на динамической кривой (для хрупких).



Рисунок 7.2 – Динамические кривые образцов стали К60-В,  $W_{8/5} = 2^{\circ}$ С/с

Также, анализ динамических кривых позволяет сделать выводы о зависимости механических свойств образцов от скорости охлаждения. На рис. 7.3 представлена зависимость нагрузки в точке текучести от скорости охлаждения для образцов группы высокой вязкости. На данной зависимости можно отметить как то, что усилие в этой точке для стали К60-А выше, чем для стали К60-В при всех скоростях охлаждения, так и возрастание усилия текучести с увеличением скорости охлаждения.

Аналогичная зависимость наблюдается и для максимального усилия на динамической кривой (рис. 7.4), что отражает увеличение с ростом скорости охлаждения предела прочности материала.

Зависимость прогиба образца в точке достижения максимума усилия на динамической кривой можно использовать для сравнения пластичности материала (рис.7.5). При всех скоростях охлаждения прогиб образца в максимуме усилия для стали К60-В выше, чем для стали К60-А. Это отражает свойство стали К60-В сопротивляться росту вязкой трещины при более высоких степенях деформации.



Рисунок 7.3 – Усилие текучести на динамической кривой в зависимости от скорости охлаждения *W*<sub>8/5</sub> для сталей К60-А и К60-В



Рисунок 7.4 – Максимальное усилие на динамической кривой в зависимости от скорости охлаждения *W*<sub>8/5</sub> для сталей К60-А и К60-В



Рисунок 7.5 – Прогиб в максимуме усилия на динамической кривой в зависимости от скорости охлаждения *W*<sub>8/5</sub> для сталей К60-А и К60-В

Вид изломов образцов, испытанных на ударный изгиб, относящихся к группам с высокой и с низкой ударной вязкостью отличается. Для образцов с высокой ударной вязкостью характерно образование фасеток скола после распространения вязкой трещины до середины образца, что сопровождается значительным уширением напротив надреза и сужением под надрезом (рис. 7.6)



Рисунок 7.6 – Вид излома образца из группы с высокой ударной вязкостью после испытаний на ударный изгиб. а – сталь К60-А, б – сталь К60-В

Для образцов, относящихся к группам с низкой ударной вязкостью характерно образование хрупкого излома непосредственно под надрезом без существенной пластической деформации образца (рис. 7.7).



Рисунок 7.7 – Вид излома образца стали К60-А из группы с низкой ударной вязкостью после испытаний на ударный изгиб

Выделение областей вязкого и хрупкого разрушения на изломах позволило построить зависимость работы разрушения от площадей участков образца, занятых фасетками транскристаллитного скола и вязким ямочным изломом. Эти зависимости приведены на рис. 7.8.

Анализ приведенных зависимостей показывает, что существует сильная корреляция между значениями работы разрушения и площадью излома, занятой фасетками транскристаллитного скола, что указывает на то, что причиной снижения значений ударной вязкости является повышение доли хрупкого излома, а не вариации силовых параметров образцов, что согласуется с результатами анализа динамических кривых разрушения.

Также, следует отметить, что в пределах стали одного химического состава, удельная работа при образовании вязкого излома не зависит от скорости охлаждения образца в термическом цикле.

Типичные изображения микроструктуры сталей, полученные посредством ориентационного картирования, представлены на рис. 7.9, 7.10.



Рисунок 7.8 – Зависимости работы разрушения от площадей хрупкой (А) и вязкой (Б) составляющих излома.

Образцы с корсетным надрезом, испытанные на статическое растяжение при температуре -196 °C, разрушились хрупко, хрупкие фасетки занимают 100% излома в каждом из образцов. Предварительная деформация образцов растяжением приводит к повышению напряжения скола, рассчитанному как отношение нагрузки в момент скола к сечению образца в изломе. Результаты определения параметров разрушения образцов приведены в таблице 7.1.



Рисунок 7.9 – Ориентационная карта образцов стали К60-А, цветовая кодировка в координатах качества картин Кикучи. Скорость охлаждения *W*<sub>8/5</sub>, 8°C/с – А, 32°C/с - Б



Рисунок 7.10 – Ориентационная карта образцов стали К60-А цветовая кодировка в координатах обратных полюсных фигур. Скорость охлаждения *W*<sub>8/5</sub>, 8°C/с – А, 32°C/с - Б

Испытания показывают, что прочностные характеристики стали К60-А (предел текучести, предел прочности) при комнатной температуре выше соответствующих характеристик стали К60-В. При этом, напряжение, при котором происходит хрупкое разрушение при температуре -196 для стали К60-58 выше, чем для стали К60-А, что отражает её повышенную сопротивляемость сколу.

Таблица 7.1 – Результаты испытания на статическое растяжение образцов с корсетным надрезом сталей К60-А и К60-В.

dəwoH K60-A	Диаметр шейки, мм	Площадь шейки, мм <sup>2</sup>	Усилие разрушения, Кг	Предел текучести при +20°C, МПа	Предел прочности при +20°C, МПа	Предварительн ое нагружение,	Предварительн ая деформация,	Напряжение разрушения,
385	5.09	20.33	2114.69	-	-	0	0	1019
389	4.78	17.96	2369.8	813	892	1786	1.3	1293
388	4.80	18.08	2499.01	834	938	1877	2.5	1354
387	4.53	16.15	2424.35	819	971	1943	12.14	1471
386	4.38	15.04	2321.3	821	956	1914	14.84	1512
К60-В								
952	5.00	19.67	2328	-	-	0	0	1159
960	4.99	19.54	2703.41	790	926	1854	4.38	1355
958	4.50	15.88	2202.77	784	938	1878	10.25	1359
961	4.74	17.62	2504.52	755	943	1888	10.55	1393
956	4.28	14.38	-	806	951	1905	21.97	-

Предварительная пластическая деформация образцов при комнатной температуре повышает напряжение хрупкого разрушения для всех образцов обеих сталей. С увеличением степени пластической деформации повышается напряжение хрупкого разрушения во всём диапазоне исследованных значений. При этом, максимальное удельное увеличение напряжения скола наблюдается для величин пластической деформации до 5% (рис. 7.11).



Рисунок 7.11 – Зависимость напряжения хрупкого разрушения образца при T=-196°С от величины предварительной деформации при T=20°С стали К60-А (А) и стали К60-В (Б)

Микрофрактографическое исследование изломов разрушенных образцов показало существенные отличия, как между образцами разных сталей, так и между образцами с различной степенью предварительной пластической деформации.

Характерные очаги зарождения скола для стали К60-А представляют собой включения нитрида титана-ниобия прямоугольной формы содержащие внутри сферические частицы сульфида кальция и оксида алюминия (рисунок 7.12 а, б). Присутствие титана именно в форме нитрида титана-ниобия подтверждается их совместным расположением на картах химического состава (рисунок 7.12 в, г, д).



Рисунок 7.12 – А – Характерный очаг скола образца стали К60-А в испытаниях на статическую трещиностойкость при температуре -196. Б – неметаллическое включение в фокусе очага скола. В-К – карты химического состава неметаллического включения.

Примеры других очагов скола приведены на рис. 7.13-7.15



Рисунок 7.13 – Очаг хрупкого скола в образце стали К60-А без предварительной деформации и неметаллическое включение в фокусе этого очага.



Рисунок 7.14– Очаг хрупкого скола в образце стали К60-А без предварительной деформации и неметаллическое включение в фокусе этого очага.



Рисунок 7.15 – Очаг хрупкого скола в образце стали К60-А без предварительной деформации и неметаллическое включение в фокусе этого очага.

Для образца стали К60-В, разрушенного при температуре -196°С без предварительной деформации типичным является очаг, содержащий в себе неметаллическое включение, состоящее в основном из оксида алюминия и сульфида кальция, имеющее на своей поверхности частицу нитрида титана (рис. 7.16). Количество очагов скола на изломе образца стали К60-В существенно ниже, чем в образце стали К60-А. На образце стали К60-В, разрушенном без предварительной пластической деформации удалось обнаружить 5 очагов, в то время как на аналогичном образце стали К60-А описано 11.



Рисунок 7.16 – А – Характерный очаг скола образца стали К60-В в испытаниях на статическую трещиностойкость при температуре -196. Б – неметаллическое включение в фокусе очага скола. В-К – карты химического состава неметаллического включения.

Примеры других очагов скола приведены на рис. 7.17, 7.18.



Рисунок 7.17 – Очаг хрупкого скола в образце стали К60-В без предварительной деформации с неметаллическое включение в фокусе этого очага.



Рисунок 7.18 – Очаг хрупкого скола в образце стали К60-В без предварительной деформации с неметаллическое включение в фокусе этого очага.

В стали К60-В предварительная пластическая деформация сильно меняет картину разрушения. В случае образца, испытанного с предварительной деформацией 22 % наблюдается разрушение от единственного очага, представляющего собой квазискол (рис. 7.19, 7.20) без возникновения вторичных очагов скола.


Рисунок 7.19 – Очаг хрупкого скола в образце стали К60-В с предварительной деформацией 22%, образовавшийся путём квазискола



Рисунок 7.20 – Очаг хрупкого скола в образце стали К60-В с предварительной деформацией 22%, образовавшийся путём квазискола

Образцы стали К60-В с более низкой степенью предварительной пластической деформации (10,25% и 10,55% соответственно) разрушаются с образованием очагов, не связанных с неметаллическими включениями. Типичным очагом в данном случае является фасетка, на которой линии речного узора расходятся от границы зерен, образующей характерный угол изгиба (рис. 7.21)



Рисунок 7.21 – Очаг хрупкого скола в образце стали К60-В с предварительной деформацией 10,25%.

Также, встречаются очаги, фокус которых находится на включении размером менее 0,3 мкм (рис. 7.22)



Рисунок 7.22 – Очаг хрупкого скола в образце стали К60-В с предварительной деформацией 10,25% и неметаллическое включение в фокусе этого очага.

Суммарное количество обнаруженных очагов скола для каждого из этих образцов 5-7.

На изломе образца стали К60-В, разрушенного при температуре -196°С после предварительной пластической деформации на 4,38% наблюдается два типа очагов, как связанные с крупными неметаллическими включениями, так и происходящие от включений размером менее 0,3 мкм (рис. 7.23, 7.24).



Рисунок 7.23 – Очаг хрупкого скола в образце стали К60-В с предварительной деформацией 4,38% и неметаллическое включение в фокусе этого очага.



Рисунок 7.24 – Очаг хрупкого скола в образце стали К60-В с предварительной деформацией 4,38% и неметаллическое включение в фокусе этого очага.

Предварительная пластическая деформация образцов стали К60-А привела к существенно меньшему изменению вида очагов скола. Так, для образца, со степенью предварительной пластической деформации 14,84% основным типом очагов являются фасетки с линиями речного узора, расходящимися от неметаллического включения состоящего из нитрида титана прямоугольной формы со сферическим включением сульфида кальция и оксида алюминия внутри (рис. 7.25). При этом, также появляются фасетки, на которых не обнаруживается неметаллических включений и линии речного узора распространяются от границы зёрен (рис. 7.26). Количество очагов в этом случае, как и в образце без предварительной пластической деформации – более 10.



Рисунок 7.25 – Неметаллическое включение в фокусе очага скола в образце стали К60-А с предварительной деформацией 14,84%.



Рисунок 7.26 –. Очаг скола на границе зерна в образце стали К60-А с предварительной деформацией 14,84%.

Снижение степени предварительной пластической деформации до 12% приводит к аналогичной картине разрушения, в которой присутствуют как очаги с включениями на основе нитрида титана, так и очаги без неметаллических включений.

Дальнейшее снижение степени предварительной пластической деформации до 2,5 и 1,3% приводит к образованию излома по виду аналогичного излому образца без предварительной пластической деформации. В этом случае обнаруживается более 10 очагов скола на изломе, в каждом из которых находится неметаллическое включение на основе нитрида титана (рис. 7.27).



Рисунок 7.27 – Неметаллическое включение в фокусе очага скола в образце стали К60-А с предварительной деформацией 1,3%.

Помимо влияния, оказываемого на строение очага скола в плане наличия в нём включений, следы предварительной деформации отмечаются вокруг некоторых типов неметаллических включений. Например, сравнение неметаллических включений, соприкасающихся с ферритной матрицей областью, состоящей из оксида алюминия и сульфида кальция, показывает, что в образцах с предварительной пластической деформацией в таких точках соприкосновения с этими фазами происходит отслоение включения (рис. 7.28). Такое отслоение наблюдается как в стали К60-А, так и в стали К60-В (рис. 7.29) с той разницей, что в стали К60-А большая часть включений контактирует с матрицей только через нитрид титана. При этом, отслоения нитрида титана от матрицы не наблюдалось ни на одном образце.



Предварительная пластическая деформация

Рисунок 7.28 – Включения в фокусе очагов скола, контактирующие с матрицей участками сульфидов кальция и оксидов алюминия в стали К60-А.



0% 4,38% Предварительная пластическая деформация

Рисунок 7.29 – Включения в фокусе очагов скола, контактирующие с матрицей участками сульфидов кальция и оксидов алюминия в стали К60-В.

Измерение ударной вязкости образцов показало бимодальность её распределения. При этом, различие в ударной вязкости связано с различиями в прогибе образцов до момента образования скола, что согласуется с результатами, показанными в главе 5. Силовые параметры образцов, такие как напряжение в точке перехода от упругой к пластической деформации и максимальное усилие для исследованных образцов одной микроструктуры отличаются незначительно и не описывают различия ударной вязкости. С этими наблюдениями также согласуется и линейная зависимость между площадью образованного хрупкого излома и работой разрушения, показывающая, что снижение ударной вязкости связано с образованием хрупкого излома.

Испытание на статическое растяжение образцов с корсетным надрезом, проведенное при температуре -196°С показало, что строение очагов скола при таком нагружении соответствует строению очагов, наблюдаемых при испытаниях на ударный изгиб в критическом интервале температур хладноломкости [178].

Предположение о изменении параметров триггеров скола при пластической деформации образцов в ходе испытаний на ударный изгиб подтверждается, повышением напряжения скола, возникающего при температуре -196°С после предварительной пластической деформации при комнатной температуре для обеих сталей. Смена механизма зарождения скола подтверждается изменением строения очагов скола. При этом, подтверждается роль включений нитрида титана как наиболее опасных источников скола, поскольку повышение напряжения скола сопровождается переходом строения очага от фасетки, содержащей нитрид титана к фасетке квазискола или скола, возникающего в других деталях микроструктуры.

Изменение строения наиболее опасных триггеров скола, содержащих включения нитридов, происходящее путём отслоения включений от матрицы с одной стороны объясняет различия в ударной вязкости между сталями, с различным строением таких нитридов, показанное в [178], а с другой стороны даёт представление о причинах бимодальности рассеяния значений ударной вязкости.

В ходе испытаний на ударный изгиб, пластическая деформация в области под надрезом развивается в основном путём растяжения металла, а в области напротив надреза – в основном за счёт сжатия, что легко наблюдать по форме сильно деформированных образцов, показавших высокую ударную вязкость, имеющих

сужение под надрезом и уширение напротив надреза. Моделирование такой деформации в испытании на статическое растяжение образцов с корсетным надрезом показало, что с повышением степени деформации растёт напряжение скола и происходит отслоение неметаллических включений, контактирующих с матрицей участком сульфида или оксида. Таким образом, с развитием первоначальной вязкой трещины, происходит отслоение неметаллических включений в области под надрезом и повышение напряжения скола, связанное с невозможностью перехода трещины скола из включения в матрицу. При этом, если на начальной стадии роста трещины в поле напряжений её вершины не сработал триггер скола, приводящий к образованию макроскопического хрупкого излома, то вероятность его срабатывания снижается за счёт большей деформации материала и повышения напряжения скола. При распространении вязкой трещины в область образца, деформированную сжатием, скол возникает на деталях микроструктуры, напряжение скола которых не было увеличено при пластической деформации образца. В испытаниях на ударный изгиб и статическое растяжение это представляется в виде изменения очага разрушения на квазискол, скол на границах зёрен и от включений размером менее 0,3 мкм. Таким образом, «выключение» наиболее опасных триггеров скола на основе нитрида титана в области под надрезом приводит к исчезновению средних значений ударной вязкости и разбиению результатов на две существенно отличающихся группы.

Похожим образом можно объяснить и различия в ударной вязкости. В имитированной микроструктуре ОШЗ стали К60-В, обладающей большей вязкостью, включения нитрида титана в основном располагаются на поверхности крупных оксидных или сульфидных частиц. При этом, отслоение таких включений от матрицы происходит легче, чем включений, контактирующих с матрицей через нитрид титана почти по всей поверхности, характерных для стали К60-А [178]. Дополнительно имитированная микроструктура ОШЗ, стали К60-В имеет пониженную прочность и повышенную пластичность, показанную по результатам анализа динамических кривых разрушения, что также может облегчать отслоение частиц. Таким образом, лёгкое разрушение триггеров скола на ранних этапах деформации образца может приводить к исчезновению группы значений низкой ударной вязкости в ОШЗ стали К60-В.

### Выводы по Главе 7

1) Значения ударной вязкости металла околошовной зоны низколегированных трубных сталей класса прочности К60 в критическом интервале температур хладноломкости могут иметь бимодальное частотное распределение в следствии изменения структуры локально хрупких участков при пластической деформации, развивающейся по ходу разрушения образца.

2) Пластическая деформация растяжением металла околошовной зоны, зарождение скола в котором происходит от включений нитрида титана, может повышать напряжение скола и приводить к «выключению» триггеров скола такого типа.

3) «Выключение» триггеров скола на основе включений, содержащих нитрид титана, происходит из-за отслоения включения от матрицы по границе контакта с ней его сульфидной или оксидной части.

## ГЛАВА 8. МИКРОСТРУКТУРНЫЕ АСПЕКТЫ ХЛАДНОЛОМКОСТИ СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

Триггерами скола в низколегированных малоуглеродистых сталях и их сварных соединениях, в зависимости от химического состава и метода получения могут становиться различные детали микроструктуры. Например, в ряде работ показано, что неметаллические включения в сварных швах могут становиться триггерами скола [42, 104-108]. В околошовной зоне в качестве триггеров скола зачастую выступают включения нитрида титана или карбонитрида титана-ниобия [31-36]. При этом, возможно появление скола на частицах карбидов [38, 40], сульфида марганца [37-39], мартенсита [41, 42], в крупных зернах бейнита [169].

В главе 5 было показано, что в некоторых микроструктурах сварных соединений наблюдается раннее образование хрупкого скола. Часто такое разрушение приводит к недостоверной оценке надёжности в испытаниях на ударный изгиб, когда после образования хрупкого излома на начальной стадии нагружения хрупкая трещина останавливает своё развитие и образец доламывается вязко. В некоторых случаях энергия вязкого долома составляет значительную часть общей энергии разрушения, что не позволяет достоверно оценить надежность такого материала в испытаниях на ударный изгиб пользуясь только интегральным энергетическим критерием. Важнейшим аспектом зарождения хрупкой трещины является тип триггеров скола. При том, что само явление зарождения скола на неметаллических включениях сварных швов известно давно, в настоящий момент не изучено влияние типов триггера скола на распределение энергии по стадиям разрушения в испытаниях на ударный изгиб.

Изучение влияния триггеров скола в сварных соединениях прямыми фрактографическими методами, и анализ их строения на поведение металла сварных соединений в испытаниях на ударный изгиб в критическом интервале температур хладноломкости даст представление о их влиянии на достоверность оценки надёжности материала.

В качестве объекта исследования были выбраны сварные соединения, полученные тремя различными методами: Ручная дуговая сварка (Метод №1), Автоматическая односторонняя сварка под флюсом (Метод №3), Механизированная сварка порошковой проволокой в среде активных газов и смесях (Метод №4).

Измерение глубины первоначальной вязкой трещины показало значительное рассеяние этого параметра, аналогичное рассеянию значений ударной вязкости (рис. 8.1). При этом, поскольку существует корреляция между прогибом образца в момент скола и глубиной первоначальной вязкой трещины, показанная в главе 5, представленные зависимости отражают способность материала деформироваться на изгиб без образования скола. Таким образом, наибольшей способностью к деформации обладает металл сварного соединения, выполненного методом №1. Для металла сварного соединения №4 наблюдается наибольшее рассеяние значений глубины первоначальной вязкой трещины. При этом, даже при положительных температурах наблюдаются как очень низкие значения (порядка 0,5 мм), так и высокие (3,6 мм). Метод сварки №3 обладает более низкой способностью к изгибу без образования скола чем метод №1, но результаты измерения глубины первоначальной вязкой трещины для этого метода сварки обладают существенно меньшим рассеянием, чем для метода №4.



Рисунок 8.1 - Зависимость глубины первоначальной вязкой трещины от температуры испытаний для металла сварных соединений №1, №3, №4

Микроструктура кристаллизационной зоны металла сварных швов №1 и №3 состоит из смеси игольчатого феррита, расположенного внутри областей, очерченных границами исходного аустенита, а также полигонального и видманштеттова феррита, расположенных по границам этих областей (рис. 8.2). Кристаллизационная зона сварного шва №4 полностью состоит из игольчатого феррита.



Рисунок 8.2 – Микроструктура металла литой зоны сварных соединений. А – сварной шов №1, Б – сварной шов №3, В – сварной шов №4.

Фрактографическое исследование поверхности разрушения показало, что для метода сварки №4, обладающего наибольшей склонностью к раннему зарождению хрупкой трещины, характерно образование большого количества очагов зарождения скола – десятки на излом (рис. 8.3).



Рисунок 8.3 – Участок излома образца метода 4, содержащий несколько очагов скола. Очаги выделены стрелками.

Характерный очаг скола сварного шва №4 имеет вид фасетки с речным узором, расходящимся от её центра к краям во все стороны с неметаллическим включением в точке пересечения линий речного узора. При этом, такие неметаллические включения представляют собой оксид титана в смеси с алюмосиликатом марганца (рис. 8.4). Очаги располагаются непосредственно на границе вязкой и хрупкой составляющих излома.

Разрушение сколом металла сварного шва №1 происходит с образованием очагов на границах зёрен. При этом либо очаговая фасетка имеет переломленный пополам вид с речным узором, расходящимся от точки перелома в две стороны (рис. 8.5), либо зарождение транскристаллитного скола происходит от участка хрупкого межзеренного разрушения (рис. 8.6). При этом, очаг скола обычно находится на расстоянии 200-300 мкм от границы вязкой и хрупкой областей. Характерное количество очагов на изломе 1-2. Детали макрорельефа в этом случае обычно позволяют идентифицировать первичный очаг скола, разрушение из которого распространилось на весь образец (рис. 8.7).



Рисунок 8.4 – А - Очаг скола, образованный вокруг неметаллического включения в металле сварного шва, выполненного методом №4. Б-Е – карты химического состава неметаллического включения.



Рисунок 8.5 – Очаг скола, образованный на границе зёрен в металле сварного шва, выполненного методом №1. Белая стрелка указывает на очаг, красные показывают направление расхождения линий речного узора.



Рисунок 8.6 – Очаг скола, образованный вокруг фасетки хрупкого межзёренного разрушения в металле сварного шва, выполненного методом №1. Белая стрелка указывает на межзёренную фасетку, красные показывают направление расхождения линий речного узора.



Рисунок 8.7 – Первичный очаг скола в металле сварного шва, выполненного методом №1. Белая стрелка указывает на очаг, красные показывают направление расхождения линий макрорельефа излома.

В методе сварки №3 характерным очагом является фасетка с неметаллическим включением внутри неё, от которого во все стороны расходится речной узор (рис. 8.8), аналогичная очагам скола, наблюдаемым в металле сварного шва №4, а также, помимо этого очаги, в которых транскристаллитный скол распространяется от участка межзеренного разрушения (рис. 8.9). Неметаллические включения в фасетках крупные алюмосиликаты марганца с небольшой \_ примесью растворённого титана (рис. 8.8 Б-Д). Характерное количество очагов – около 10, расстояние от границы с вязким изломом – порядка 100-200 мкм.

А



Б



Мп, вес. %

В



Si, вес. %

Аl, вес. %

Ті, вес. %

Рисунок 8.8 – А - Очаг скола, образованный вокруг неметаллического включения в металле сварного шва, выполненного методом №3. Б-Е – карты химического состава неметаллического включения.



Рисунок 8.9 – Очаг скола, образованный вокруг фасетки хрупкого межзёренного разрушения в металле сварного шва, выполненного методом №3. Белая стрелка указывает на межзёренную фасетку, красные показывают направление расхождения линий речного узора.

Образованию макрохрупкого участка излома предшествует образование хрупкой микротрещины. При этом, макроскопический хрупкий излом образуется при достижении микродефектом размера, необходимого для свободного распространения через барьеры, которые представляют собой границы зерен [65]. Развитие хрупкого разрушения обычно описывают тремя этапами [43]:

1) зарождение трещины в хрупкой частице

2) переход трещины в матрицу через межфазную границу

3) переход трещины через границу зерна

По всей события, приводящего образованию видимости, тип к макроскопического излома, хрупкого зависит от механизма зарождения микротрещины. Такие критические события, в исследованных микростуктурах Для микроструктуры шва <u>№</u>4 основным путём отличаются. образования микротрещины является скол неметаллического включения. Переход трещины из включения в матрицу при этом не является критическим событием, поскольку в образцах наблюдается образование единичных некоторых фасеток скола, окруженных вязким ямочным изломом, что говорит об остановке трещины после её распространения в пределах одного зерна (рис. 8.10).



Рисунок 8.10 – Фасетки скола в области первоначальной вязкой трещины образца сварного шва №4.

В микроструктуре металла шва №3 критическое событие варьируется в зависимости от механизма образования микротрещины. В случае зарождения скола в неметаллическом включении, образование макрохрупкого участка, по всей видимости, контролируется переходом через границу с соседним зерном, поскольку в этом случае также наблюдаются отдельные фасетки, образованные вокруг неметаллических включений, лежащие в области вязкого излома (рис. 8.11).



Рисунок 8.11 – Фасетка скола в области первоначальной вязкой трещины образца сварного шва №3.

Помимо скола неметаллического включения, наблюдается и другой тип зарождения микротрещин – межзёренный. По всей видимости, различие в критическом событии в данном случае определяется размером зарождающегося дефекта. В случае межзёренного хрупкого разрушения размер дефекта больше чем в случае скола неметаллического включения и достаточен для перехода к транскристаллитному распространению. Причём, поскольку такой дефект образуется на границе зерен, то последующий рост трещины происходит с образованием нескольких фасеток в соседних зернах, что снижает возможность остановки трещины в таком случае (рис. 8.9). Данный механизм согласуется с представлениями о роли критического события в хрупком разрушении сталей [179, 180] и выражением для напряжения, необходимого для распространения трещины через барьер:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\pi E \gamma}{(1 - \upsilon^2)D}},$$

Где γ – поверхностная энергия границы, υ – коэффициент Пуассона, а D – размер трещиноподобного дефекта.

В случае, когда на поверхности излома возможно обнаружить первичный очаг скола – этот очаг ассоциирован с образованием микротрещины посредством межзеренного разрушения. Очаги, связанные с неметаллическими включениями, в этом случае являются вторичными.

Для микроструктуры шва №1 критическим событием является образование межзеренной трещины скола. Поскольку, очаги, связанные с неметаллическими включениями, здесь практически отсутствуют, первичный очаг можно обнаружить на всех изломах. Дополнительным аргументом в пользу контроля хрупкого разрушения этапом зарождения трещины является отсутствие отдельных фасеток скола в области первоначальной вязкой трещины.

Приведенные наблюдения позволяют сделать вывод о том, что в случае образования микротрещины путём зернограничного хрупкого разрушения – такое событие является критическим и приводит к образованию макрохрупкого излома. При этом, образование трещины в неметаллическом включении не является критическим событием. В случае такого механизма зарождения микротрещины

критическим является переход трещины через границу ферритного зерна. Тем не менее, в шве 4 разрушение неметаллического включения является необходимым условием макрохрупкого разрушения. Такие различия, по всей видимости, обусловлены размерами образующихся дефектов.

В работе [181] показано, что напряжение перед растущей вязкой трещиной имеет максимум на расстоянии около 1 мм от вершины. Механические свойства металла, исследованного в [181] близки к механическим свойствам сварных соединений 1 - 4, что позволяет предположить близкое распределение напряжений в вершине. При этом, в случае конкуренции механизмов зарождения скола между межзеренным разрушением и сколом включения, скол включения происходит на меньшем расстоянии от вершины вязкой трещины. В случае наличия явного первичного очага скола в некоторых случаях отдельные вторичные очаги, связанные с неметаллическими включениями, находятся между ним и областью вязкого излома. Это, а также наличие отдельных хрупких фасеток, связанных с неметаллическими включениями в области первоначальной вязкой трещины, позволяет предположить, что напряжение скола для триггеров, ассоциированных с неметаллическими включениями ниже, чем для триггеров, связанных С межзеренным разрушением. При этом, вероятность развития макроскопического хрупкого излома после срабатывания триггера, связанного с неметаллическим включением, ниже т.к. зарождение скола в нём не является критическим событием.

Различия в глубине первоначальной вязкой трещины в образцах, испытанных при температуре -60 °C для сварного шва №4 в основном объясняются распределением размеров зерен и нахождением в микроструктуре крупного зерна, содержащего хрупкое неметаллическое включение, образование трещины в котором способно привести к её переходу через границу. Исследование металлографических шлифов, плоскость которых проходит через единичную фасетку скола в области вязкого разрушения показывает, что скол возникает в крупном зерне, окруженном микроструктурой игольчатого феррита (рис. 8.12).



В



Рисунок 8.12 – Фасетка скола в области первоначальной вязкой трещины образца сварного шва №4. А – до изготовления шлифа, Б – после изготовления шлифа, В – сечение плоскостью шлифа, стрелкой указано расположение фасетки.

При этом, контроль макрохрупкого разрушения очагами связанными с зернограничным сколом приводит к более стабильному значению глубины первоначальной вязкой трещины, по всей видимости, за счёт более равномерного распределения подверженных такому типу разрушения границ зерен.

Неметаллические включения в сварных соединениях всегда присутствуют в больших количествах. При этом, различия в строении триггеров скола в сварных соединениях по всей видимости, связано со строением неметаллических включений. Известно, что неметаллические включения, содержащие титан и алюминий, являются активными центрами образования игольчатого феррита в процессе  $\gamma$ - $\alpha$ 

превращения в сварном шве [108, 182, 183]. Такое поведение связано с пониженной энергией границы неметаллического включения и феррита [184], что также приводит к облегчению распространения трещины через межфазную границу.

В случае сварного соединения №4 неметаллические включения представляют собой силикат титана-марганца с выделениями оксида титана (рис. 8.4).

Снижение роли включений в контроле хрупкого разрушения при переходе к металлу шва №3 сопровождается изменением строения включений. В шве №3 включения представляют собой алюмосиликат марганца, содержащий небольшое количество растворенного титана. В металле шва №1, низкотемпературное разрушение которого не связано с неметаллическими включениями они представлены в виде силиката марганца.

Таким образом, снижение способности включений к зарождению игольчатого феррита в процессе γ-α превращения коррелирует с способностью к зарождению трещин скола на таких включениях при пониженных температурах.

Помимо отличия в строении включений микроструктура металла швов 1 и 3 содержит крупные зерна зернограничного феррита. Размеры очаговых фасеток в изломах образцов этих сварных соединений показывают, что зарождение трещин происходит именно этой межзеренных хрупких В структурной составляющей сварного шва. По всей видимости это связано с размером дефекта, образующегося как на стадии зарождения, так и на стадии распространения трещины через первый барьер. В случае зарождения межзеренного скола внутри структурной составляющей игольчатого феррита размер микротрещины будет мал и распространение её на соседние зерна также не приведет к образованию дефекта, размер которого достаточен для макроскопического хрупкого разрушения.

При этом, распространение трещины из зернограничного феррита в игольчатый, осложнено и при возможности трещина распространяется по сетке зернограничного феррита, что можно наблюдать на сечении вблизи поверхности хрупкого излома (рис. 8.13).



Рисунок 8.13 – Сечение поверхности хрупкой трещины сварного шва №3. Трещина скола распространяется по зёрнам зернограничного феррита.

Большое количество хрупких неметаллических включений, трещина скола из которых легко переходит в ферритную матрицу, в металле шва №4 приводит к образованию макроскопического хрупкого излома, на ранних стадиях изгиба. При этом, повышенная склонность этого металла к остановке хрупкой трещины, связанная с мелкозернистой структурой игольчатого феррита, приводит к переходу механизма вязкому трещины OT хрупкого транскристаллитного к ДО распространения хрупкой трещины на всё сечение образца и существенному повышению доли работы образования долома в общей работе разрушения. Такой механизм разрушения приводит к неверной оценке надежности металла в испытаниях на ударный изгиб. Металл шва №1, низкотемпературное хрупкое разрушение которого не связано с неметаллическими включениями, также содержащий большое количество зернограничного феррита, имеющего низкое сопротивление росту хрупкой трещины скалывается с образованием макрохрупкого участка, распространяющегося практически на всё сечение образца. При этом, доля работы образования долома в общей работе разрушения мала и результаты испытаний на ударный изгиб адекватно описывают надежность материала.

Склонность к хрупкому разрушению на ранней стадии деформации и высокая способность к остановке хрупкой трещины являются следствием одних и тех же металлургических факторов. Неметаллические включения, способствующие образованию мелкозернистой структуры игольчатого феррита, также способствуют

зарождению хрупких трещин, что согласуется с наблюдениями работы [108]. Оба описанных эффекта по всей видимости связаны со строением межфазной границы включения и феррита. Другой важной особенностью, объясняющей повышенную сопротивляемость росту трещины скола, является тип её перехода через границы зёрен. В случае металла шва №4 большое количество триггеров скола, отделённых друг от друга высоковязкой структурой игольчатого феррита, благоприятствует образованию высоких гребней вязкого ямочного излома между макротеррасами фасеток, возникающими при перескоке трещины скола через несколько зёрен (рис. 8.14), что соответствует четвёртому, наиболее энергозатратному механизму перехода, описанному в главе 6.



Рисунок 8.14 – Участок хрупкого излома образца сварного соединения №4, содержащий большое количество гребней вязкого излома, отделяющих макротеррасы фасеток скола.

### Выводы по Главе 8

1) Существуют различия между системами триггеров скола сварных соединений, выполненных различными методами

2) Наличие большого количества неметаллических включений, способных выступать в роли триггеров скола приводит к образованию хрупкой трещины на ранней стадии ударного изгиба образца.

3) Высокая сопротивляемость росту хрупкой трещины способствует повышению доли энергии долома в общей энергии разрушения и приводит к недостоверной оценке надежности металла в испытаниях на ударный изгиб.

4) Для метода сварки №4 образование хрупкого скола на ранних этапах ударного изгиба образца и высокая сопротивляемость росту хрупкой трещины являются следствием одного и того же металлургического фактора – наличия в микроструктуре титансодержащих неметаллических включений, имеющих низкоэнергетичную границу с ферритной матрицей.

# ГЛАВА 9. ВЛИЯНИЕ ХАРАКТЕРА ГРАНИЦ ЗЁРЕН НА РАСПРОСТРАНЕНИЕ ТРЕЩИН КРН

Поскольку граница зерна является дефектом кристаллической решетки, её растворение происходит быстрее, чем растворение внутренней части зерна. Это явление предполагает возможность замедления роста трещины при переходе от межзеренного к транскристаллитному пути роста.

С увеличением глубины трещины соотношение факторов доступности коррозионной среды и механических напряжений должно смещаться в сторону большего вклада напряжений, что в итоге на конечной стадии процесса приводит к разрушению через рост трещины по усталостному механизму или через однократное превышение выдерживаемой нагрузки. Изменение вкладов коррозионного и механического факторов, должно также приводить со временем к переходу от межзеренного к транскристаллитному разрушению.

При исследовании близких к внешней поверхности трубы областей сечений колонии трещин КРН было обнаружено множество микротрещин, длиной до 10 мкм. В результате их исследования с использованием ориентационных карт было установлено, что они образовались на границах зерен, или на границах фаз ферритцементит в колониях перлита (рис. 9.1).



Рисунок 9.1 – Электронные микрофотографии коротких трещин КРН и ориентационные карты в координатах обратных полюсных фигур тех же участков.

Также, были обнаружены скопления связанных трещин по границам зерен на поверхности трубы (рис. 9.2). Глубина таких дефектов также не превышала 10 мкм.



Рисунок 9.2 – Электронная микрофотография сетки разрушенных границ (а) и ориентационная карта в координатах обратных полюсных фигур этого же участка (б).

Таким образом, механизм зарождения трещин КРН в околонейтральной среде, обычно описываемых как транскристаллитные, является межзеренным. При этом, образование не только направленных перпендикулярно оси напряжений трещин, но и сетки разрушенных границ в момент зарождения трещин КРН позволяет предположить, что в виду меньшей коррозионной стойкости границ зерен по сравнению с объёмом зерна, преобладающим фактором в зарождении трещин является коррозионное воздействие среды.

При увеличении глубины трещины происходит переход к транскристаллитному росту (рис. 9.3).



Рисунок 9.3 – Ориентационная карта трещины КРН. Стрелкой указана точка перехода к транскристаллитному росту.

Появление участков транскристаллитного роста может говорить о снижении влияния коррозионного фактора в росте трещины, что может быть следствием снижения доступности коррозионной среды в узком устье трещины около её вершины. При увеличении глубины трещины нарастание механических напряжений происходит постепенно, поэтому, переход от межзеренного к транскристаллитному росту трещины должен быть обусловлен кристаллографическими или геометрическими параметрами зерен или их границ.

Длинные трещины переходят к транскристаллитному пути распространения уже на глубине 30 мкм от поверхности трубы (рис. 9.3). При этом, трещина может переходить обратно к межзеренному разрушению при встрече на её пути малоустойчивых границ зерен и отклоняться на таких границах от прямолинейного пути распространения, обусловленного приложенными напряжениями. Например, на рис. 9.4 – трещина переходит сначала к транскристаллитному росту на границе 1, которая является специальной границей Σ13а, а затем возвращается к межзеренному пути прохождения, выбрав из двух границ ту, которая не является специальной

несмотря на то, что специальная граница 2 (Σ11) расположена под более благоприятным углом к направлению распространения трещины. Дальнейший переход к транскристаллитному росту происходит на стыке границ 3 и 4. При этом, граница 4 является специальной (Σ15), а граница 3 – чистой границей наклона. Аналогичные отклонения от прямолинейного распространения наблюдаются в случае специальных границ 5, 6 и 7.



20 µm

Рисунок 9.4 – Трещина КРН. Специальные границы отмечены желтыми линиями.

В некоторых случаях, переход к транскристаллитному росту может быть обусловлен геометрической конфигурацией не специальных границ на тройном стыке (рис. 9.3).

Частотное распределение двугранных углов между границей и трещиной показывает существенные различия между разрушенными и неразрушенными границами. Разрушенные границы преобладают над сохранившимися при углах



менее 30 градусов, а неразрушенные преобладают при углах больше 90 градусов (рис. 9.5).

Рисунок 9.5 – Распределения углов кручения решеток, наклона решеток и углов между границей и трещиной. Черными линиями отмечены случайные распределения соответствующих углов.

Для угла наклона решеток наблюдаются различия в распределении при углах менее 30 градусов, для которых наблюдается преобладание устойчивых границ. Распределение углов кручения решеток для неразрушенных границ при углах кручения меньше 2 градусов преобладает над распределением для разрушенных, что говорит о большей сопротивляемости КРН границ чистого наклона (рис. 9.5).

Построение карт специальных границ показало, что границы с большой долей узлов совпадения решеток, встречаясь перед фронтом распространения трещины, геометрической проявляют устойчивость КРН часто К И трещина при прямолинейного необходимости прохождения через такую границу ДЛЯ

распространения может отклоняться и изменять свою траекторию (рис. 9.4). При этом, боковое развитие происходит по границе зерна, имеющей подходящую геометрическую ориентацию и не являющейся специальной.

Высокая доступность коррозионной среды на этапе зарождения трещин КРН совместно с пониженной устойчивостью границ зерен к растворению приводит к образованию трещин по межзеренному механизму как в случае щелочной, так и в случае околонейтральной среды. При этом, дальнейшее распространение трещины в случае околонейтральной среды имеет общие черты с хрупким разрушением путём транскристаллитного скола в том смысле, что возникновение межзеренных участков обусловлено геометрическими параметрами, а не энергетическими критериями разрушения [185]. При этом, существенное отличие между разрушением сколом и КРН в околонейтральной среде заключается в значимом влиянии специальных границ на протекание процесса и отклонение трещины в последнем случае

### Выводы по Главе 9

1) Трещины КРН, развивающиеся в околонейтральной среде и описываемые в литературе, как имеющие транскристаллитный путь распространения, зарождаются на границах зерен и на границах фаз феррит-цементит в колониях перлита. При этом, для зарождения трещин ключевым является фактор наличия коррозионной среды, а не механических напряжений.

2) Впервые экспериментально обнаружен переход от межзеренного к транскристаллитному разрушению, обусловленный кристаллографическими или геометрическими параметрами границ зерен.

3) Стойкость границ зерен к разрушению при КРН в околонейтральной среде в большой степени зависит от пространственного расположения границы зерна относительно плоскости распространения трещины. Границы, параллельные этой плоскости разрушаются чаще остальных.

4) Тип границы зерна (углы наклона и кручения решеток) и разориентация кристаллитов на границе в меньшей степени влияет на её устойчивость в условиях КРН в околонейтральной среде. При этом, более устойчивыми являются границы с углами наклона меньше 30 градусов, в особенности, границы чистого наклона. Специальные границы с большой долей узлов совпадения решеток устойчивы к

разрушению даже при геометрическом расположении, благоприятствующем прохождению по ним трещины.

5) Переход от межзеренного к транскристаллитному росту трещин КРН происходит в тройных стыках зерен, в которых нет случайно ориентированных границ, благоприятно расположенных относительно плоскости роста трещины.

### ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1) Разрушение металла сварных швов низколегированных сталей в интервале вязко-хрупкого перехода отличается от разрушения основного металла тем, что часто происходит с большими затратами энергии на вязкий долом образца после образования трещины скола. Разрушение с высокой энергией долома может приводить к недостоверной оценке надежности материала путём испытаний на ударный изгиб при использовании интегральных характеристик разрушения. Повышение достоверности такой оценки возможно с применением энергетических и фрактографических критериев анализа стадийности разрушения.

2) Рост трещины скола в пределах одной плоскости ферритного зерна в критическом интервале температур хладноломкости не сопровождается пластической деформацией материала. Пластическая деформация при распространении трещины скола связана с вязким разрывом перемычек, образующихся при переходе трещины между плоскостями распространения, выражающемся в виде образования линий речного узора внутри фасетки скола и гребней вязкого ямочного излома между фасетками.

3) Локально хрупкие участки микроструктуры околошовной зоны исследованных трубных сталей класса прочности К60, содержащие нитриды титана, могут видоизменяться в ходе пластической деформации образца с повышением напряжения скола. Такое изменение обусловлено отслоением сульфидных и оксидных участков неметаллических включений от матрицы и может приводить к бимодальному частотному распределению значений ударной вязкости.

4) В сварных соединения низколегированных сталей образование трещин скола на раннем этапе деформации образца в испытаниях на ударный изгиб обусловлено наличием большого количества хрупких титансодержащих неметаллических включений, легко передающих трещину скола в матрицу. Эти же включения ответственны за высокую сопротивляемость металла сварного шва распространению трещины скола за счёт зарождения на них мелких зёрен игольчатого феррита. Такая комбинация свойств приводит к перераспределению энергии разрушения в сторону большой энергии вязкого долома после образования трещины скола и может приводить к недостоверной оценке надёжности материала в испытаниях на ударный изгиб

5) Разработан метод автоматического анализа изломов образцов низколегированных сталей, испытанных на ударный изгиб в критическом интервале температур хладноломкости с использованием искусственных нейронных сетей и глубокого машинного обучения. Предложенный метод, обладает высокой точностью и применим для широкого диапазона микроструктур низколегированных сталей, включая сварные соединения

6) Показано, что динамические кривые разрушения образцов низколегированных сталей, записанные в ходе испытаний на ударный изгиб в критическом интервале температур хладноломкости, содержат исчерпывающую информацию о строении излома образца и могут быть использованы для определения доли вязкого и хрупкого излома образцов в широком диапазоне микроструктур.

7) В оклонейтральной среде зарождение трещин КРН в низколегированных сталях происходит межзёренно с переходом к транскристаллитному росту на глубине порядка 50 мкм. Такой переход происходит при нахождении в тройном стыке зёрен устойчивых к КРН границ, представляющих собой границы с малым углом наклона решеток, малым углом вращения решеток, границы с высоким количеством узлов совпадения решеток и границы, лежащие под высоким углом к направлению роста трещины.

### СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

- 1 Кантор М. М., Боженов В. А. Рассеяние значений ударной вязкости низколегированной стали в критическом интервале хладноломкости //Материаловедение. 2013. №. 11. С. 03-14.
- 2 Orowan E. Fracture and strength of solids //Reports on progress in physics.  $-1949. T. 12. N_{\odot}. 1. C. 185.$
- 3 Plateau J. About the meaning of the griffith condition and the practical application of fracture mechanics to metals //International Journal of Fracture Mechanics. 1968. T. 4. №. 1. C. 35-36.
- 4 Stroh A. N. The formation of cracks as a result of plastic flow //Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences. 1954. T. 223. №. 1154. C. 404-414.
- 5 Cottrell A. H. Theory of brittle fracture in steel and similar metals //Trans. Met. Soc. AIME. 1958. T. 212.
- 6 Фридель Ж. Дислокации: Пер. с англ. Мир, 1967.
- 7 Hall, E.O., 1951. The deformation and ageing of mild steel: III—Discussion of results. Proc. Phys. Soc. B 64, 747.
- 8 Petch N. J. The cleavage strength of polycrystals //Journal of the Iron and Steel Institute. – 1953. – T. 174. – C. 25-28.
- 9 Штремель М. А., Беляков Б. Г., Беломытцев М. Ю. Диссипативная структура скола //Докл. АН СССР. 1991. Т. 318. №. 1. С. 105-111.
- 10 Qiao Y., Argon A. S. Cleavage crack-growth-resistance of grain boundaries in polycrystalline Fe–2% Si alloy: experiments and modeling //Mechanics of materials. – 2003. – T. 35. – №. 1-2. – C. 129-154.
- 11 Беломытцев М. Ю., Беляков Б. Г., Штремель М. А. // Изв. АН Металлы, 1992, №. 2. С. 200
- 12 Naylor J. P., Krahe P. R. Cleavage planes in lath type bainite and martensite //Metallurgical Transactions A. – 1975. – T. 6. – №. 3. – C. 594.
- Nohava J. et al. Electron backscattering diffraction analysis of secondary cleavage cracks in a reactor pressure vessel steel //Materials Characterization. 2002. T. 49. №. 3. C. 211-217.
- 14 Mohseni P. et al. Application of combined EBSD and 3D-SEM technique on crystallographic facet analysis of steel at low temperature //Journal of microscopy. – 2013. – T. 251. – №. 1. – C. 45-56.
- 15 Pineau A., Benzerga A. A., Pardoen T. Failure of metals I: Brittle and ductile fracture //Acta Materialia. 2016. T. 107. C. 424-483.
- Qiao Y., Argon A. S. Cleavage cracking resistance of high angle grain boundaries in Fe–3% Si alloy //Mechanics of materials. 2003. T. 35. №. 3-6. C. 313-331.
- Kong X., Qiao Y. Crack trapping effect of persistent grain boundary islands
  //Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures. 2005. T. 28. –
  №. 9. C. 753-758.
- 18 Клевцов Г. В. Пластические зоны и диагностика разрушения металлических материалов. 1999.
- 19 Alexander D. J., Bernstein I. M. The cleavage plane of pearlite //Metallurgical Transactions A. – 1982. – T. 13. – №. 10. – C. 1865-1868.

- 20 Imamura S. et al. Crystallographic orientation analysis of cleavage facets adjacent to a fracture trigger in low carbon steel //International Journal of Fracture. 2015. T. 192. №. 2. C. 253-257.
- Karlík M. et al. Microstructure of low alloyed steel close to the fracture surface //Materials Science and Engineering: A. 2007. T. 462. №. 1-2. C. 183-188.
- 22 Беломытцев М. Ю. Структуры и механизмы скола ОЦК-монокристаллов по наблюдениям в ПЭМ //Физика металлов и металловедение. – 2005. – Т. 100. – №. 5. – С. 85-93.
- 23 Trimby P. W. Orientation mapping of nanostructured materials using transmission Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope //Ultramicroscopy. 2012. T. 120. C. 16-24.
- 24 Liang X. Z. et al. Using transmission Kikuchi diffraction in a scanning electron microscope to quantify geometrically necessary dislocation density at the nanoscale //Ultramicroscopy. 2019. T. 197. C. 39-45.
- 25 Crussard, C., Borione, R., Plateau, J., Morillon, Y., Maratray, F. A study of impact tests and the mechanism of brittle fracture //J. Iron Steel Inst. – 1956. – T. 183. – C. 146-177.
- Watanabe J., Iwadate T., Tanaka Y., Yokobori T., Ando K. Fracture toughness in the transition region // Engineering Fracture Mechanics. 1987. Vol. 28, №5-6.
   P. 589–600.
- 27 Владимирский Т. А. Хрупкость сталей. Машгиз, 1959.
- 28 Chaouadi R., Fabry A. On the utilization of the instrumented Charpy impact test for characterizing the flow and fracture behavior of reactor pressure vessel steels //European Structural Integrity Society. – Elsevier, 2002. – T. 30. – C. 103-117.
- 29 Server W. L. Instrumented Charpy test review and application to structural integrity //European Structural Integrity Society. 2002. T. 30. C. 205-212.
- 30 Tanguy, B., Besson, J., Piques, R., & Pineau, A. Ductile to brittle transition of an A508 steel characterized by Charpy impact test: Part I: Experimental results //Engineering fracture mechanics. – 2005. – T. 72. – №. 1. – C. 49-72.
- 31 Linaza, M. A., Romero, J. L., Rodriguez-Ibabe, J. M., Urcola, J. J. Cleavage fracture of microalloyed forging steels //Scripta metallurgica et materialia. – 1995. – T. 32. – №. 3.
- 32 San Martin J. I., Rodriguez-Ibabe J. M. Determination of energetic parameters controlling cleavage fracture in a Ti-V microalloyed ferrite-pearlite steel //Scripta materialia. – 1999. – T. 40. – №. 4.
- Zhang L. P., Davis C. L., Strangwood M. Effect of TiN particles and microstructure on fracture toughness in simulated heat-affected zones of a structural steel //Metallurgical and materials transactions A. 1999. T. 30. №. 8. C. 2089-2096.
- 34 Fairchild D. P., Howden D. G., Clark W. A. T. The mechanism of brittle fracture in a microalloyed steel: Part I. Inclusion-induced cleavage //Metallurgical and Materials Transactions A. – 2000. – T. 31. – №. 3. – C. 641-652.
- 35 Balart M. J., Davis C. L., Strangwood M. Observations of cleavage initiation at (Ti, V)(C, N) particles of heterogeneous composition in microalloyed steels //Scripta materialia. – 2004. – T. 50. – №. 3. – C. 371-375.
- 36 Lan L. et al. Correlation of martensite–austenite constituent and cleavage crack initiation in welding heat affected zone of low carbon bainitic steel //Materials Letters. – 2014. – T. 125. – C. 86-88.
- 37 Baker T. J., Kavishe F. P. L., Wilson J. Effect of non-metallic inclusions on cleavage fracture //Materials science and technology. – 1986. – T. 2. – №. 6. – C. 576-582.
- 38 Wang G. Z., Liu Y. G., Chen J. H. Investigation of cleavage fracture initiation in notched specimens of a C–Mn steel with carbides and inclusions //Materials Science and Engineering: A. – 2004. – T. 369. – №. 1-2. – C. 181-191.
- Chakrabarti D., Strangwood M., Davis C. Effect of bimodal grain size distribution on scatter in toughness //Metallurgical and Materials Transactions A. 2009. T. 40. №. 4. C. 780-795.
- 40 Curry D. A., Knott J. F. The relationship between fracture toughness and microstructure in the cleavage fracture of mild steel //Metal Science. – 1976. – T. 10. – №. 1. – C. 1-6.
- 41 Ohya K. et al. Microstructures relevant to brittle fracture initiation at the heataffected zone of weldment of a low carbon steel //Metallurgical and Materials Transactions A. – 1996. – T. 27. – №. 9. – C. 2574-2582.
- 42 Bose Filho W. W., Carvalho A. L. M., Bowen P. Micromechanisms of cleavage fracture initiation from inclusions in ferritic welds: Part I. Quantification of local fracture behaviour observed in notched testpieces //Materials Science and Engineering: A. – 2007. – T. 460. – C. 436-452.
- 43 Curry D. A., Knott J. F. Effect of microstructure on cleavage fracture toughness of quenched and tempered steels //Metal Science. – 1979. – T. 13. – №. 6. – C. 341-345.
- 44 Beremin F. M. et al. A local criterion for cleavage fracture of a nuclear pressure vessel steel //Metallurgical transactions A. – 1983. – T. 14. – №. 11. – C. 2277-2287.
- 45 Wallin K., Saario T., Törrönen K. Statistical model for carbide induced brittle fracture in steel //Metal Science. 1984. T. 18. №. 1. C. 13-16.
- Lin T., Evans A. G., Ritchie R. O. A statistical model of brittle fracture by transgranular cleavage //Journal of the Mechanics and Physics of Solids. 1986.
   T. 34. №. 5. C. 477-497.
- Bates R. C. Micromechanical modeling for prediction of lower shelf, transition region, and upper shelf fracture properties //Fracture Mechanics: Microstructure and Micromechanics, ASM Material Science Seminar, Cincinnati, OH. 1987. C. 131-167.
- 48 Godse R., Gurland J. A statistical model for low temperature cleavage fracture in mild steels //Acta Metallurgica. 1989. T. 37. №. 2. C. 541-548.
- Zhang X. Z., Knott J. F. The statistical modelling of brittle fracture in homogeneous and heterogeneous steel microstructures //Acta materialia. 2000.
  T. 48. №. 9. C. 2135-2146.
- 50 Amar E., Pineau A. Application of a local approach to ductile-brittle transition in a low-alloyed steel //Nuclear engineering and design. – 1987. – T. 105. – №. 1. – C. 89-96.
- 51 Koers R. W. J., Krom A. H. M., Bakker A. Prediction of cleavage fracture in the brittle to ductile transition region of a ferritic steel //Constraint Effects in Fracture Theory and Applicatons: Second Volume. – ASTM International, 1995.

- 52 Curry D. A. Cleavage micromechanisms of crack extension in steels //Metal science. 1980. T. 14. №. 8-9. C. 319-326.
- 53 Xia L., Shih C. F. Ductile crack growth-I. A numerical study using computational cells with microstructurally-based length scales //Journal of the Mechanics and Physics of Solids. – 1995. – T. 43. – №. 2. – C. 233-259.
- 54 Xia L., Shih C. F. Ductile crack growth—II. Void nucleation and geometry effects on macroscopic fracture behavior //Journal of the Mechanics and Physics of Solids. – 1995. – T. 43. – №. 12. – C. 1953-1981.
- Xia L., Shih C. F. Ductile crack growth—III. Transition to cleavage fracture incorporating statistics //Journal of the Mechanics and Physics of Solids. 1996.
   T. 44. №. 4. C. 603-639.
- 56 Xia L., Cheng L. Transition from ductile tearing to cleavage fracture: a cellmodel approach //International Journal of Fracture. – 1997. – T. 87. – №. 3. – C. 289-305.
- 57 Dodds R. H., Ruggieri C., Koppenhoefer K. C. 3-D constraint effects on models for transferability of cleavage fracture toughness //Fatigue and Fracture Mechanics: 28th volume. – 1997.
- 58 Tanguy B. Modélisation de l'essai Charpy par l'approche locale de la rupture: application au cas de l'acier 16MND5 dans le domaine de transition: дис. – Paris, ENMP, 2001.
- 59 Tanguy B. et al. Ductile brittle transition in Charpy and CT tests/experiments and modelling //ECF. 2002. T. 14. C. 391-398.
- 60 Tanguy B. et al. Numerical modeling of Charpy V—notch tests // From Charpy to present impact testing. Elsevier and ESIS, pp 461–468
- 61 Thompson A. W., Knott J. F. Micromechanisms of brittle fracture //Metallurgical Transactions A. 1993. T. 24. №. 3. C. 523-534.
- Curry D. A. Predicting the temperature and strain rate dependence of the cleavage fracture toughness of ferritic steels //Materials Science and Engineering.
   1980. T. 43. №. 2. C. 135-144.
- 63 Knott J. F. Fundamentals of fracture mechanics. Gruppo Italiano Frattura, 1973.
- 64 Pineau A., Pardoen T. Failure mechanisms of metals //Comprehensive structural integrity encyclopedia. 2007. T. 2. C. 684-797.
- 65 Martin-Meizoso A. et al. Modelling cleavage fracture of bainitic steels //Acta Metallurgica et Materialia. 1994. T. 42. №. 6. C. 2057-2068.
- 66 Lambert-Perlade A. et al. Mechanisms and modeling of cleavage fracture in simulated heat-affected zone microstructures of a high-strength low alloy steel //Metallurgical and Materials Transactions A. 2004. T. 35. №. 13. C. 1039-1053.
- 67 Pineau A. Practical application of local approach methods. 2003. Comprehensive structural integrity: Vol. 7. (pp. 177-225). Oxford: Elsevier, Chapter 7.05.
- 68 Pineau A. Development of the local approach to fracture over the past 25 years: theory and applications //International Journal of Fracture. – 2006. – T. 138. – №. 1-4. – C. 139-166.
- 69 Chen J. H., Zhu L., Ma H. On the scattering of the local fracture stress σf\* //Acta metallurgica et materialia. 1990. T. 38. №. 12. C. 2527-2535.

- 70 Wallin K. et al. Evolution of the Charpy-V test from a quality control test to a materials evaluation tool for structural integrity assessment //European Structural Integrity Society. – Elsevier, 2002. – T. 30. – C. 57-68.
- Lebey J., Roche R. L. Determination of JR curve from only one experimental test on one sample //International journal of pressure vessels and piping. 1983. T. 13. №. 1. C. 33-49.
- Fearnehough G. D., Nichols R. W. Fracture mechanics considerations in the Charpy impact test //International Journal of Fracture Mechanics. – 1968. – T. 4.
   - №. 3. – C. 245-256.
- Van Walle E. Evaluating Materials Properties by Dynamic Testing (ESIS 20). –
   1996. C. 256.
- 74 Norris D. M., Reaugh J. E., Server W. L. A fracture-toughness correlation based on Charpy initiation energy //Fracture Mechanics. – ASTM International, 1981.
- 75 Toshiro K., Isamu Y., Mitsuo N. Evaluation of dynamic fracture toughness parameters by instrumented Charpy impact test //Engineering Fracture Mechanics. – 1986. – T. 24. – №. 5. – C. 773-782.
- Schmitt W. et al. Evaluation of fracture toughness based on results of instrumented Charpy tests //International journal of pressure vessels and piping. 1994. T. 59. №. 1-3. C. 21-29.
- 77 Tani T., Nagumo M. Fracture process of a low carbon low alloy steel relevant to charpy toughness at ductile-brittle fracture transition region //Metallurgical and Materials Transactions A. 1995. T. 26. №. 2. C. 391-399.
- 78 Rossoll A., Berdin C., Prioul C. Determination of the fracture toughness of a low alloy steel by the instrumented Charpy impact test //International Journal of Fracture. 2002. T. 115. №. 3. C. 205-226.
- Jian F., Fulian D., Chengzhong W. Experimental study on the material dynamic fracture properties by Instrumented Charpy Impact test with single specimen method //Journal de Physique IV (Proceedings). EDP sciences, 2003. T. 110. C. 551-557.
- 80 Panin S. V. et al. Effect of temperature-force factors and concentrator shape on impact fracture mechanisms of 17Mn1Si steel //Advances in Materials Science and Engineering. 2017. T. 2017.
- 81 Tanguy B. et al. Notch stress strain distribution in Charpy V specimen/ experiments and modelling //ECF 13--13 th European Conference on Fracture. – 2000. – C. 2000.
- Wilshaw T. R., Pratt P. L. On the plastic deformation of Charpy specimens prior to general yield //Journal of the Mechanics and Physics of Solids. 1966. T. 14. №. 1. C. 7-19.
- 83 Fabry A. et al. RPV steel embrittlement: Damage modeling and micro-mechanics in an engineering perspective. 1993. №. NEA-CSNI-R--94-1.
- 84 Server W. L. General yielding of Charpy V-notch and precracked Charpy specimens. 1978.
- 85 Wullaert R. A. Applications of the instrumented Charpy impact test //Impact Testing of Metals. – ASTM International, 1970.
- 86 ISO 14556 Metallic materials Charpy V-notch pendulum impact test Instrumented test method
- 87 National Energy Board, 1996. Stress Corrosion Cracking on Canadian Oil and Gas Pipelines. Report of the enquiry. Calgary. MH-2-95.

- Fang B. Y. et al. Review of Stress Corrosion Cracking of Pipeline Steels in
  "Low" and "High" Ph Solutions //Journal of materials science. 2003. V. 38. No. 1. P. 127-132.
- 89 В. Г. Антонов, А. Б. Арабей, В. Н. Воронин и др. Коррозионное растрескивание под напряжением труб магистральных трубопроводов: атлас М.: Наука, 2006. - 105 с
- 90 Marchenko L. G. et al. Production of Tempered Spiral Welded Pipes for Oil and Gas Pipelines //Сталь. 2004. №. 11. Р. 68-73.
- 91 Штремель М. А. Разрушение. Кн. 2. Разрушение структур. 2015. С.732
- 92 Spencer D. T. et al. The Initiation and Propagation of Chloride-Induced Transgranular Stress-Corrosion Cracking (TGSCC) of 304L Austenitic Stainless Steel Under Atmospheric Conditions //Corrosion Science. – 2014. – V. 88. – P. 76-88.
- 93 Chu R. et al. Microstructure Dependence of Stress Corrosion Cracking Initiation in X-65 Pipeline Steel Exposed to a Near-Neutral Ph Soil Environment //Corrosion. – 2004. – V. 60. – №. 3. – P. 275-283. doi: 10.5006/1.3287732
- 94 Crawford D. C., Was G. S. The Role of Grain Boundary Misorientation in Intergranular Cracking of Ni-16Cr-9Fe in 360 C Argon and High-Purity Water //Metallurgical Transactions A. – 1992. – V. 23. – №. 4. – P. 1195-1206.
- 95 Pan Y. et al. Grain-Boundary Structure Effects on Intergranular Stress Corrosion Cracking of Alloy X-750 //Acta Materialia. – 1996. – V. 44. – №. 12. – P. 4685-4695.
- 96 Gertsman V. Y., Bruemmer S. M. Study of Grain Boundary Character Along Intergranular Stress Corrosion Crack Paths in Austenitic Alloys //Acta Materialia. – 2001. – V. 49. – №. 9. – P. 1589-1598
- 97 Arafin M. A., Szpunar J. A. A New Understanding of Intergranular Stress Corrosion Cracking Resistance of Pipeline Steel Through Grain Boundary Character and Crystallographic Texture Studies //Corrosion Science. – 2009. – V. 51. – №. 1. – P. 119-128.
- 98 Palumbo G., Aust K. T. Structure-Dependence of Intergranular Corrosion in High Purity Nickel //Acta Metallurgica et Materialia. – 1990. – V. 38. – №. 11. – P. 2343-2352.
- 99 Штремель М.А. Конкуренция двух механизмов хрупкого разрушения в поликристалле // ФММ, 1982, Т. 53, вып. 4, С. 807 813
- 100 Field D. P., Adams B. L. Interface Cavitation Damage in Polycrystalline Copper //Acta metallurgica et materialia. – 1992. – V. 40. – №. 6. – P. 1145-1157.
- 101 Lange F. F. Mathematical characterization of a general bicrystal //Acta Metallurgica. 1967. T. 15. №. 2. C. 311-318.
- 102 Wolf U. et al. Incoherent Σ3 Grain Boundaries in FCC Metals: The Influence of Inclination on The Boundary Structure and Energy //Le Journal de Physique Colloques. – 1990. – V. 51. – №. C1. – P. C1-359-C1-366.
- 103 Dunn C. G., Daniels F. W., Bolton M. J. Relative Energies of Grain Boundaries in Silicon Iron //JOM. 1950. V. 2. №. 10. P. 1245-1248.
- 104 Tweed J. H., Knott J. F. Effect of reheating on microstructure and toughness of C–Mn weld metal //Metal science. 1983. T. 17. №. 2. C. 45-54.
- 105 McRobie D. E., Knott J. F. Effects of strain and strain aging on fracture toughness of C–Mn weld metal //Materials Science and Technology. – 1985. – T. 1. – №. 5. – C. 357-365.

- 106 Chen J. H., Wang G. Z., Ma H. Fracture behavior of C-Mn steel and weld metal in notched and precracked specimens: Part II. micromechanism of fracture //Metallurgical Transactions A. – 1990. – T. 21. – №. 1. – C. 321-330.
- Miao P., Knott J. F. Effects of Inclusions and Their Surface Chemistry on Cleavage Fracture in a C-Mn Steel Weld Metal //HSLA Steels 2015, Microalloying 2015 & Offshore Engineering Steels 2015. – Springer, Cham, 2016. – C. 1149-1161.
- 108 Lan L. et al. Influence of microstructural aspects on impact toughness of multipass submerged arc welded HSLA steel joints //Materials & Design. – 2016. – T. 90. – C. 488-498.
- 109 Schwarzer R.A., Field D.P., Adams B.L., Kumar M., Schwartz A.J. Present State of Electron Backscatter Diffraction and Prospective Developments / Electron Backscatter Diffraction in Material Science // ed. Schwartz A.J., Kumar M., Adams B.L., Field D.P. - Second Edition. – NY: Springer Science + Business Media, 2009. - P. 1-20.
- 110 Maitland T., Sitzman S. Electron backscatter diffraction (EBSD) technique and materials characterization examples. Berlin : Springer, 2007. T. 14. C. 522.
- 111 Kamaya M., Wilkinson A. J., Titchmarsh J. M. Measurement of plastic strain of polycrystalline material by electron backscatter diffraction //Nuclear engineering and design. – 2005. – T. 235. – №. 6. – C. 713-725.
- 112 ISO 13067:2020 Microbeam analysis Electron backscatter diffraction Measurement of average grain size
- 113 Miyamoto G. et al. Mapping the parent austenite orientation reconstructed from the orientation of martensite by EBSD and its application to ausformed martensite //Acta Materialia. – 2010. – T. 58. – №. 19. – C. 6393-6403.
- A. Zisman, N. Zolotorevsky, S. Petrov, E. Hlusova, E. Yashina Panoramic Crystallographic Analysis of Structure Evolution in Low-Carbon Martensitic Steel under Tempering // Metal Science and Heat Treatment. – 2018. – Vol. 60. – № 3–4. – P. 142–149.
- Shen Z. et al. Characterization of the crack initiation and propagation in Alloy 600 with a cold-worked surface //Corrosion Science. 2019. T. 152. C. 82-92.
- 116 Chang L., Burke M. G., Scenini F. Understanding the effect of surface finish on stress corrosion crack initiation in warm-forged stainless steel 304L in high-temperature water //Scripta Materialia. 2019. T. 164. C. 1-5.
- Cho L. et al. Characteristics and mechanisms of hydrogen-induced quasicleavage fracture of lath martensitic steel //Acta Materialia. – 2021. – T. 206. – C. 116635.
- 118 Wang X. et al. Understanding the High-Temperature Fatigue Crack Growth from Exceptional Nano-α Phases and {1012} Deformation Twins in Hot Deformed Titanium Alloy //Metallurgical and Materials Transactions A. – 2021. – C. 1-20.
- 119 Raschka S. Python machine learning. Packt Publishing Ltd, 2015
- 120 Рудой Г. И. Выбор функции активации при прогнозировании нейронными сетями //Машинное обучение и анализ данных. – 2011. – Т. 1. – №. 1. – С. 16-39.
- Adhikary B. B., Mutsuyoshi H. Prediction of shear strength of steel fiber RC beams using neural networks //Construction and Building Materials. 2006. T. 20. №. 9. C. 801-811.

- 122 Ashrafi H. R., Jalal M., Garmsiri K. Prediction of load–displacement curve of concrete reinforced by composite fibers (steel and polymeric) using artificial neural network //Expert Systems with Applications. – 2010. – T. 37. – №. 12. – C. 7663-7668.
- 123 Bhadeshia H., MacKay D. J. C., Svensson L. E. Impact toughness of C–Mn steel arc welds–Bayesian neural network analysis //Materials Science and Technology. - 1995. - T. 11. - №. 10. - C. 1046-1051.
- 124 Cool T., Bhadeshia H., MacKay D. J. C. The yield and ultimate tensile strength of steel welds //Materials Science and Engineering: A. – 1997. – T. 223. – №. 1-2. – C. 186-200.
- 125 Lalam S. H., Bhadeshia H., MacKay D. J. C. Estimation of mechanical properties of ferritic steel welds. Part 1: Yield and tensile strength //Science and technology of welding and joining. 2000. T. 5. №. 3. C. 135-147.
- Sourmail T., Bhadeshia H., MacKay D. J. C. Neural network model of creep strength of austenitic stainless steels //Materials Science and Technology. – 2002.
   T. 18. – №. 6. – C. 655-663.
- 127 Yescas M. A., Bhadeshia H., MacKay D. J. Estimation of the amount of retained austenite in austempered ductile irons using neural networks //Materials Science and Engineering: A. – 2001. – T. 311. – №. 1-2. – C. 162-173.
- 128 Kusiak J., Kuziak R. Modelling of microstructure and mechanical properties of steel using the artificial neural network //Journal of materials processing technology. – 2002. – T. 127. – №. 1. – C. 115-121.
- Hkdh B. Neural networks in materials science //ISIJ international. 1999. T. 39. №. 10. C. 966-979.
- Bhadeshia H. K. D. H., Dimitriu R. C., Forsik S.et al. Performance of neural networks in materials science //Materials Science and Technology 2009. V 25. № 4. P. 504-510
- 131 LeCun Y. et al. Convolutional networks for images, speech, and time series //The handbook of brain theory and neural networks. 1995. T. 3361. №. 10. C. 1995.
- 132 Long J., Shelhamer E., Darrell T. Fully convolutional networks for semantic segmentation //Proceedings of the IEEE conference on computer vision and pattern recognition. 2015. C. 3431-3440.
- 133 Peng M. et al. Nirfacenet: A convolutional neural network for near-infrared face identification //Information. 2016. T. 7. №. 4. C. 61.
- 134 DeCost B. L. et al. High throughput quantitative metallography for complex microstructures using deep learning: a case study in ultrahigh carbon steel //Microscopy and Microanalysis. 2019. T. 25. №. 1. C. 21-29.
- 135 Azimi S. M. et al. Advanced steel microstructural classification by deep learning methods //Scientific reports. 2018. T. 8. №. 1. C. 1-14.
- Marin F. B. et al. Automatic Grain Size Determination in Microstructures Using Computer Vision Algorithm Based on Support Vector Machine (SVM)
   //Advanced Materials Research. – Trans Tech Publications Ltd, 2017. – T. 1143.
   – C. 194-199.
- Bulgarevich D. S. et al. Pattern recognition with machine learning on optical microscopy images of typical metallurgical microstructures //Scientific reports. 2018. T. 8. №. 1. C. 1-8.

- Huang T., Yang G., Tang G. A fast two-dimensional median filtering algorithm // IEEE Transactions on Acoustics, Speech, and Signal Processing. –1979. – T.27. –№ 1. – C. 13-18.
- 139 Savitzky A., Golay M. J. E. Smoothing and differentiation of data by simplified least squares procedures // Analytical chemistry. –1964. – T.36. – №8. – C. 1627-1639.
- 140 Schayes C. et al. A comparison of EBSD based strain indicators for the study of Fe-3Si steel subjected to cyclic loading //Materials Characterization. – 2016. – T. 115. – C. 61-70.
- I41 Zhai T., Wilkinson A.J., Martin J.W. A Crystallographic Mechanism for Fatigue Crack Propagation Through Grain Boundaries // Acta Mater. 2000. V. 48. № 20. P. 4917–4927. doi 10.1016/S1359-6454(00)00214-7
- 142 Seita M., Volpi M., Patala S. et al. A High-Throughput Technique for Determining Grain Boundary Character Non-Destructively in Microstructures with Through- Thickness Grains // npj Computat. Mater. 2016. V. 2. P. 16016. doi 10.1038/npjcompumats.2016.16
- 143 Bollmann W. Crystal defects and crystalline interfaces. Springer Science & Business Media, 2012.
- 144 ГОСТ 4543-2016 Металлопродукция из конструкционной легированной стали. Технические условия
- 145 ASTM E23 18 Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials
- 146 Manahan M. P., McCowan C. N. Percent shear area determination in Charpy impact testing //Journal of ASTM International. 2008. V. 5. №. 7. P. 1-15.
- 147 Garcia-Garcia A. et al. A review on deep learning techniques applied to semantic segmentation //arXiv preprint arXiv:1704.06857. 2017.
- 148 ОСТ Р ИСО 148-1-2013 Материалы металлические. Испытание на ударный изгиб на маятниковом копре по Шарпи. Часть 1. Метод испытания
- 149 Lampert C. H., Blaschko M. B., Hofmann T. Beyond sliding windows: Object localization by efficient subwindow search //2008 IEEE conference on computer vision and pattern recognition. – IEEE, 2008. – C. 1-8.
- 150 Anthimopoulos M. et al. Lung pattern classification for interstitial lung diseases using a deep convolutional neural network //IEEE transaction on medical imaging. – 2016. – T. 35. – №. 5. – C. 1207-1216.
- Sharma N. et al. Segmentation and classification of medical images using texture-primitive features: Application of BAM-type artificial neural network //Journal of medical physics/Association of Medical Physicists of India. 2008.
   T. 33. №. 3. C. 119.
- 152 Maenpaa T. I. The local binary pattern approach to texture analysis: Extensions and applications. 2004
- 153 https://scikitimage.org/docs/dev/auto\_examples/features\_detection/plot\_local\_bin ary\_pattern.html
- Haralick R. M., Shanmugam K., Dinstein I. H. Textural features for image classification //IEEE Transactions on systems, man, and cybernetics. 1973. No. 6. C. 610-621.
- 155 Canny J. A computational approach to edge detection //IEEE Transactions on pattern analysis and machine intelligence. 1986. №. 6. С. 679-698.

- 156 Russell S. J., Norvig P. Artificial intelligence: a modern approach. Malaysia; Pearson Education Limited, 2016. 1151 P.
- 157 Sha W., Edwards K. L. The use of artificial neural networks in materials science based research //Materials & design. 2007. V. 28. №. 6. P. 1747-1752.
- Halko N., Martinsson P. G., Tropp J. A. Finding structure with randomness: Probabilistic algorithms for constructing approximate matrix decompositions // SIAM review. 2011. V. 53. №. 2. P. 217-288.
- 159 Pedregosa, F., Varoquaux, G., Gramfort, A. et al. Scikit-learn: Machine learning in Python //Journal of machine learning research. 2011.V. 12. №. Oct, P. 2825-2830.
- 160 Easterling K. Introduction to the physical metallurgy of welding. Elsevier, 2013.
- 161 Лившиц Л. С., Рахманов А. С. Об определении ударной вязкости при низких температурах //Заводская лаборатория. 1958. №. 5.
- 162 Otani M. Study of sensitivity of welded joints to cut at dynamic tests of double strike/J //Railway Engineering Research. 1957. T. 14. №. 11. C. 503-529.
- 163 Hartbower C. E., Orner G. M. Metallurgical variables affecting fracture toughness in high-strength sheet alloys. Manlabs inc. Cambridge mass, 1963
- 164 Дроздовский Б. А., Фридман Я. Б. Влияние трещин на механические свойства конструкционных сталей. Металлургиздат, 1960
- 165 Штремель М. А. Разрушение. М.: «МИСиС». 2015
- 166 Gerard, R., Fabry, A., Van de Velde, J., Puzzolante, J. L., Verstrepen, A., Van Ransbeeck, T., and van Walle, E., "In-Service Embrittlement of the Pressure Vessel Welds at the Doel I and H Nuclear Power Plants," Effects of Radiation on Materials: 17th International Symposium, ASTM STP 1270
- 167 ПБ 03-605-03 Правила устройства вертикальных цилиндрических стальных резервуаров для нефти и нефтепродуктов
- 168 Chen J. H. et al. Advances in the mechanism of cleavage fracture of low alloy steel at low temperature. Part I: Critical event //International Journal of Fracture. 1997. T. 83. №. 2. C. 105-120.
- 169 Cao R. et al. Investigation of Microstructural Features Determining the Toughness of 980 MPa Bainitic Weld Metal //Metallurgical and Materials Transactions A. – 2014. – T. 45. – №. 2. – C. 815-834.
- 170 Wang Y. et al. A review on mixed mode fracture of metals //Engineering Fracture Mechanics. 2020. C. 107126.
- 171 Zhang X. P., Dorn L., Shi Y. W. Correlation of the microshear toughness and fracture toughness for pressure vessel steels and structural steels //International journal of pressure vessels and piping. – 2002. – T. 79. – №. 6. – C. 445-450.
- 172 Novak J. Ductile Fracture of Ferritic Steels: Correlation of KIIc/KIc Ratio and Strain Hardening Curve //ASME Pressure Vessels and Piping Conference. – 2002. – T. 46547. – C. 131-135.
- 173 Haušild P. et al. The influence of ductile tearing on fracture energy in the ductileto-brittle transition temperature range //Materials Science and Engineering: A. – 2002. – T. 335. – №. 1-2. – C. 164-174.
- 174 Yanagimoto F. et al. Contribution of grain size to resistance against cleavage crack propagation in ferritic steel //Acta Materialia. – 2019. – T. 177. – C. 96-106.

- Qiao Y. Modeling of resistance curve of high-angle grain boundary in Fe–3 wt.% Si alloy //Materials Science and Engineering: A. – 2003. – T. 361. – №. 1-2. – C. 350-357.
- 176 Bouyne E. et al. Use of EBSD technique to examine microstructure and cracking in a bainitic steel //Scripta materialia. 1998. T. 39. №. 3.
- 177 León-García O., Petrov R., Kestens L. A. I. Void initiation at TiN precipitates in IF steels during tensile deformation //Materials Science and Engineering: A. – 2010. – T. 527. – №. 16-17. – C. 4202-4209.
- 178 Судьин В.В., Степанов П.П., Кантор М.М. Эфрон Л.Э. Жарков С.В. Частухин А.В. Рингинен Д.А. Микроструктурные особенности низколегированных трубных сталей, определяющие ударную вязкость околошовной зоны сварных соединений// Металлург. – 2020. – №. 4. В печати
- 179 Chen J H, Cao R. Micromechanism of Cleavage Fracture of Metals. London: Elsevier, 2014
- 180 Echeverria A., Rodriguez-Ibabe J. M. The role of grain size in brittle particle induced fracture of steels //Materials Science and Engineering: A. – 2003. – T. 346. – №. 1-2. – C. 149-158.
- 181 Shi K. et al. Impact toughness scattering of bainitic steel in the ductile-brittle transition temperature region //Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed. – 2016. – T. 31. – №. 3. – C. 636-643.
- 182 Liu S., Olson D. L. The influence of inclusion chemical composition on weld metal microstructure //Journal of materials engineering. – 1987. – T. 9. – №. 3. – C. 237-251.
- 183 Homma H. et al. Improvement of HAZ toughness in HSLA steel by introducing finely dispersed Ti-oxide //Weld J. 1987. T. 66. №. 10. C. 301-305.
- 184 Bhadeshia H., Svensson L. E. Modelling the evolution of microstructure in steel weld metal //Mathematical modelling of weld phenomena. – 1993. – T. 1. – C. 109.182.
- Hahn G. T. The Influence of Microstructure on Brittle Fracture Toughness
   //Metallurgical and Materials Transactions A. 1984. V. 15. №. 6. P. 947-959.