

На правах рукописи



Линдеров Михаил Леонидович

**ИДЕНТИФИКАЦИЯ МЕХАНИЗМОВ И КИНЕТИКИ РЕЛАКСАЦИИ
НАПРЯЖЕНИЙ ПРИ ДЕФОРМАЦИИ МОДЕЛЬНЫХ ТРИП/ТВИП
СТАЛЕЙ МЕТОДОМ КЛАСТЕРНОГО АНАЛИЗА АКУСТИЧЕСКОЙ
ЭМИССИИ**

Специальность 01.04.07 – Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени кандидата
физико-математических наук

Тольятти – 2017

Работа выполнена в НИО-2 «Физика прочности и интеллектуальные диагностические системы» Научно-исследовательского института прогрессивных технологий (НИИПТ) федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Тольяттинский государственный университет» (ФГБОУ ВО ТГУ), г. Тольятти.

Научный руководитель: кандидат физико-математических наук
Виноградов Алексей Юрьевич

Официальные оппоненты: **Гундеров Дмитрий Валерьевич**,
доктор физико-математических наук, ФГБУН Институт
физики молекул и кристаллов Уфимского научного центра
Российской академии наук, заведующий лабораторией

Барат Вера Александровна,
кандидат технических наук, ФГБОУ ВО «Национальный
исследовательский университет «МЭИ», доцент

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования «Алтайский
государственный университет», г. Барнаул

Защита состоится «29» июня 2017 г. в 15.30 на заседании диссертационного
совета Д 002.080.03 при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки
Институте проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук, расположенном
по адресу: 450001, Республика Башкортостан, г. Уфа, ул. Степана Халтурина, 39.

Отзывы на автореферат в 2-х экземплярах, заверенные печатью, просим высылать по адресу:
450001, Республика Башкортостан, г. Уфа, ул. Ст. Халтурина, 39, ученому секретарю
диссертационного совета.
Факс: + 7 (347) 282-37-59

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на официальном сайте ИПСМ РАН по
адресу <http://www.imsr.ru/>

Автореферат разослан « » _____ 2017 г.

Ученый секретарь диссертационного совета,
доктор физико-математических наук



Имаев М. Ф.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. В настоящее время во многих областях промышленности в связи с растущими требованиями к надежности конструкций, в частности, в автомобилестроении, наметилась устойчивая тенденция к внедрению материалов, обладающих высокими показателями, как по прочности, так и по пластичности. Традиционные способы повышения прочностных характеристик изделия: различные способы термообработки или деформационного упрочнения, в том числе методы интенсивной пластической деформации, - в большинстве случаев приводят к снижению пластических свойств материалов и изделий из них. Поэтому конструирование сталей, обладающих одновременно высокими прочностными и пластическими свойствами, относится к важнейшим трендам современной промышленности.

К числу таких материалов относятся стали с, так называемым, ТРИП/ТВИП эффектами, отличающиеся тем, что благоприятный комплекс физико-механических свойств формируется в них непосредственно в ходе деформирования за счет реализации, наряду с дислокационным скольжением, таких процессов, как двойникование, образование дефектов упаковки и деформационного мартенсита. Целенаправленное комбинирование и управление кинетикой указанных процессов позволяет получать на выходе чрезвычайно широкий диапазон физико-механических свойств.

Несмотря на обилие работ, посвященных изучению механизмов деформации, реализующихся в ТРИП/ТВИП сталях, которые были проведены И.Н. Богачевым, М.А. Филипповым, А.П. Гуляевым, И.Я. Георгиевой, В.В. Сагарадзе, А.И. Уваровым, В.Ф. Терентьевым (Россия), Х. Бирман (H. Biermann, Германия), А. Вайднер (A. Weidner, Германия), Д. Раабе (D. Raabe, Германия), Г. Фроммайер (G. Frommeyer, Германия), Ю. Хоубарт (Y. Houbaert, Бельгия), Т. Ивамото (T. Iwamoto, Япония), З.К. Лин (Z.Q. Lin, Китай) и другими авторами, многие аспекты в данной области изучены еще недостаточно хорошо. В частности, нет полного понимания о взаимосвязи различных релаксационных процессов, протекающих при деформации, их кинетике, условиях и механизмах перехода одних в другие. Основные методы, используемые для их анализа – просвечивающая и сканирующая электронная микроскопия – не могут быть использованы в реальном времени, тем более при различных температурах. Учитывая, что область применения ТРИП/ТВИП сталей с каждым годом расширяется, изучение в них кинетики релаксационных процессов, протекающих при деформации в реальном времени является актуальной для исследования задачей.

Гипотеза. Как уже было сказано, при деформировании ТРИП/ТВИП сталей возможно как отдельно, так и совместно протекание различных процессов, таких как дислокационное скольжение, двойникование, образование дефектов упаковки и мартенситное превращение. При этом в зависимости от химического состава и условий испытаний на разных стадиях деформирования возможны самые разные их сочетания, в том числе переход от доминирования одного процесса к другому. Так как каждое, из указанных явлений, сопровождается акустическим излучением со специфическими энерго-частотными характеристиками, т.е. обладает отличительными особенностями в функции спектральной плотности сигнала акустической эмиссии (АЭ), то появляется возможность с помощью различных математических алгоритмов, лежащих в основе методов распознавания образов и/или кластерного анализа, разделить весь массив фиксируемых сигналов по форме кривой мощности спектральной плотности на отдельные группы, и каждую из них соотнести с доминирующим механизмом релаксации напряжений при деформации. Тем самым, с помощью современного метода АЭ появляется возможность изучать кинетику основных механизмов релаксации напряжений при деформации по отдельности.

Глобальная цель: формирование заданных свойств ТРИП/ТВИП сталей путем управления процессом активации различных механизмов деформации и фазовых превращений в метастабильной аустенитной фазе.

Цель работы: расширить представления о кинетике механизмов релаксации напряжений при пластической деформации в материалах с ТРИП/ТВИП эффектами на основе исследования модельных сталей типа $16\text{Cr}6\text{MnXNi}$ с переменным содержанием Ni ($X=3\%$, 6% и 9%).

Для достижения указанной цели в представленной работе решались следующие исследовательские задачи:

1. Провести анализ литературных источников, на основании которого разработать подходы для решения поставленной цели.
2. Адаптировать методику кластерного анализа для обработки больших массивов АЭ информации, полученных при беспороговом способе регистрации статических и циклических испытаний модельных ТРИП/ТВИП сталей.
3. Провести статические испытания модельных ТРИП/ТВИП сталей при комнатной температуре и 100°C с широкополосной записью сигналов АЭ и установить временную зависимость основных механизмов релаксации напряжений.
4. Изучить микроструктуры образцов исследуемых материалов на сканирующем электронном микроскопе высокого разрешения с применением технологий EBSD и ECCI, и соотнести их результаты с результатами кластерного анализа сигналов АЭ.
5. Провести испытания ТРИП/ТВИП сталей на скорость роста усталостной трещины с широкополосной записью сигналов АЭ и установить кинетику основных процессов, протекающих при росте усталостной трещины.

Объект исследования: ТРИП/ТВИП стали типа $16\text{Cr}6\text{MnXNi}$ с разным содержанием Ni ($X=3\%$, 6% и 9%).

Предмет исследования: кинетика механизмов релаксации напряжений в сталях с ТРИП/ТВИП эффектами по данным кластерного спектрального анализа потока АЭ, регистрируемого беспороговым способом.

Научная новизна:

1. Экспериментально доказано, что при деформировании модельных ТРИП/ТВИП сталей разным релаксационным процессам, протекающим при деформации, соответствуют уникальные характерные для них функции спектральной плотности, что позволяет с помощью методов кластерного анализа их различать, а значит и идентифицировать соответствующие им процессы, доминирующие в данный момент времени, в том числе, исследовать их по отдельности.
2. Экспериментально установлена кинетика доминирующих механизмов релаксации напряжений в виде АЭ в метастабильных сталях типа $16\text{Cr}6\text{MnXNi}$ с разным содержанием Ni ($X=3\%$, 6% и 9%) при двух температурах испытания (комнатной и 100°C), а именно: для стали с 9% Ni при обеих температурах испытания ведущим механизмом релаксации напряжений является двойникование; для стали с 6% Ni при комнатной температуре ведущим механизмом релаксации напряжений является мартенситное превращение, а при 100°C – двойникование; для стали с 3% Ni мартенситное превращение является ведущим механизмом релаксации напряжений при обеих температурах.
3. Экспериментально доказано, что совокупная АЭ энергия кластера, отвечающего за мартенситное превращение, линейно коррелирует с количеством образовавшегося мартенсита, измеренного с помощью магнитных методов.
4. Экспериментально установлена кинетика ведущих механизмов релаксации напряжений, сопровождающих рост усталостной трещины для метастабильных

сталей типа $16Cr6MnXNi$ с разным содержанием Ni ($X=3\%$, 6% и 9%) при комнатной температуре, и показано, что сопротивление ее распространению существенно зависит от стабильности аустенитной структуры.

Практическая ценность:

- Усовершенствованная методика анализа непрерывного потока сигналов акустической эмиссии, позволяет изучать в реальном времени кинетику ведущих механизмов деформации, протекающих в ТРИП/ТВИП сталях, и может быть применима к другим классам материалов.
- Полученные данные о кинетике основных механизмов деформации в модельных ТРИП/ТВИП сталях могут оказать существенную помощь при разработке новых метастабильных сталей с заданным комплексом физико-механических свойств.
- Применяемые в диссертационном исследовании подходы к работе с большими массивами АЭ данных могут быть использованы в практике применения метода АЭ в качестве метода неразрушающего контроля.

Методология и методы исследования: работа включает в себя как теоретические, так и экспериментальные исследования различными методами, в том числе: испытание на одноосное растяжение, испытание на рост усталостной трещины с использованием компактных образцов, регистрацию и анализ сигналов акустической эмиссии, исследования изломов образцов с помощью конфокальной лазерной сканирующей микроскопии, определение количества образовавшегося мартенсита с помощью магнитных методов, а также изучение микроструктуры с использованием дифракции обратно-отраженных электронов.

Положения, выносимые на защиту:

1. Сравнительная оценка физико-механических свойств ТРИП/ТВИП сталей типа $16Cr6MnXNi$ с переменным содержанием Ni ($X=3$, 6 и 9%), при одноосном растяжении и росте усталостной трещины.
2. Способ идентификации основных механизмов релаксации напряжений в процессе одноосного растяжения и роста усталостной трещины, основанный на кластерном анализе сигналов широкополосной АЭ, записанной безпороговым способом.
3. Кинетика механизмов релаксации напряжений при деформации в модельных ТРИП/ТВИП сталях в процессе одноосного растяжения при комнатной температуре и $100^\circ C$.
4. Кинетика быстропротекающих механизмов релаксации напряжений и разрушения, сопровождающихся сигналами АЭ с дополнительной высокочастотной компонентой, в процессе роста усталостной трещины в модельных ТРИП/ТВИП сталях.

Связь работы с научными программами. Работа выполнена в Тольяттинском государственном университете на научно-исследовательской базе НИИ «Прогрессивных технологий» в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 - 2020 годы», соглашение № 14.586.21.0021, уникальный идентификатор RFMEFI58615X0021, а также при поддержке гранта на проведение работ по постановлению Правительства РФ от 09.04.2010 № 220 «О государственной поддержке научных исследований, проводимых под руководством ведущих ученых в российских образовательных учреждениях высшего профессионального образования» № 11.G34.31.0031 (первая очередь).

Достоверность полученных в работе данных обеспечивалась использованием методик испытания, соответствующих ГОСТ, поверенного оборудования, корректностью поставленных задач, а также обоснованностью сделанных приближений и проведением методических испытаний для проверки корректности их работы. Сопоставление полученных

результатов с имеющимися литературными источниками не выявило противоречий с известными данными.

Апробация работы. Основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на всероссийских и международных конференциях: IV Международной школе «Физическое материаловедение» (Тольятти, 2013), European Congress and Exhibition on Advanced Materials and Processes (Севилья, Испания, 2013), 12th International conference of the Slovenian society for non-destructive testing “Application of contemporary non-destructive testing in engineering” (Порторож, Словения, 2013), 54 Международной конференции «Актуальные проблемы прочности» (Екатеринбург, 2013), VII Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур ПРОСТ» (Москва, 2014), Fatigue design & Material defects FDMD II (Париж, Франция, 2014), 31st Conference of the European Working Group on Acoustic Emission (Дрезден, Германия, 2014), XV Международной научно-технической уральской школе-семинаре металловедов-молодых ученых (Екатеринбург, 2014), The 22nd International Acoustic Emission Symposium (Сендай, Япония, 2014) XIX Международной конференции «Физика прочности и пластичности материалов» (Самара, 2015), 17th International Conference on the Strength of Materials (Брно, Чехия, 2015), XXII Петербургских чтений по проблемам прочности (Санкт-Петербург, 2016), 32nd European Conference on Acoustic Emission Testing (Прага, Чехия, 2016).

Публикации: содержание диссертации опубликовано в 13 работах, из них 5 в рецензируемых изданиях, входящих в систему цитирования WoS и Scopus и рекомендованных ВАК РФ.

Личный вклад автора состоит в анализе литературных источников, текущего состояния проблемы, постановке целей и задач исследования, проведении 90% физико-механических испытаний и 90% анализа полученных результатов по обработке сигналов акустической эмиссии. Большинство результатов проведенных исследований, автором было лично представлено на указанных выше конференциях в форме устных и стендовых докладов. Обсуждение новых результатов проводилось совместно с научным руководителем и авторами совместных публикаций.

Структура и объем диссертации: диссертация изложена на 117 страницах, включает 68 рисунков и 8 таблиц. Диссертационная работа состоит из введения, 4 глав, заключения и списка используемой литературы, содержащего 138 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении описана актуальность работы, а также указаны её цели и задачи, отмечена научная новизна, практическая значимость проведенного исследования и перечислены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе приведен обзор литературных источников, касающихся особенностей производства и получения желательных свойств в ТРИП/ТВИП сталях. В **параграфе 1.1** проводится анализ особенностей деформации и разрушения в метастабильных сталях и процессов, протекающих при них, таких как: дислокационное скольжение, мартенситное превращение и двойникование. Также обсуждаются методы, применяемые для изучения указанных процессов. В **параграфе 1.2** описан метод акустической эмиссии (АЭ), его основные источники и регистрируемые параметры. В **параграфе 1.3** рассматривается связь процессов, протекающих при деформации ТРИП/ТВИП сталей, таких как дислокационное скольжение, двойникование и мартенситное превращение, с параметрами АЭ.

Во второй главе описываются исследуемые материалы и методы, используемые в диссертационной работе. В **параграфе 2.1** указано, что в качестве объекта исследования выбраны модельные высоколегированные нержавеющей стали с химическим составом, обеспечивающим различную стабильность аустенита путем значимых изменений

содержания никеля: 3%, 6% и 9%. Температура начала мартенситного превращения и энергия дефектов упаковки (ЭДУ) вычислялись по эмпирическим формулам (таблица 1).

Таблица 1. Химический состав исследуемых ТРИП/ТВИП сталей и их расчетные параметры

Материал	Химически состав (%)							Свойства	
	C	Cr	Mn	Ni	Si	Al	N	M_H^* (°C)	γ_{SF}^{**} (мДж/м ²)
16Cr6Mn3Ni	0,05	16,0	6,4	3,2	0,8	0,06	0,06	60	2,8 - 8,8
16Cr6Mn6Ni	0,08	16,0	6,0	6,1	1,0	0,05	0,05	-30	9,6 - 15,6
16Cr6Mn9Ni	0,04	15,3	5,8	8,6	0,9	0,07	0,05	-40	15,4 - 21,4

* M_H – температура начала мартенситного превращения; ** γ_{SF} – энергия дефектов упаковки

Согласно деформационно-температурным диаграммам, построенным для данных сталей, ТВИП сталь с 9% Ni в температурном диапазоне 20÷100°C должна деформироваться с протеканием двойникования. Напротив, при деформации ТРИП стали с 3% Ni в аналогичном температурном диапазоне будет наблюдаться появление мартенсита деформации. В стали с 6% Ni при повышении температуры до 100°C меняются механизмы релаксации напряжений при деформации от мартенситного превращения к двойникованию.

Полученные после литья заготовки отжигались при 1050°C в среде N₂ газа в течение 30 минут, после чего из них изготавливались образцы для проведения испытаний на растяжение и на рост усталостной трещины с геометрией, указанной на рисунке 1а, б.

Изучение особенностей двойникования в отсутствие ТВИП эффекта с помощью метода АЭ осуществлялось на стабильной нержавеющей стали 316L. В ней мартенситное превращение возможно только при температурах близких к криогенным. Химический состав для данной стали, и основные расчетные параметры занесены в таблицу 2. Из листов проката стали 316L вырезались образцы для испытания на одноосное растяжение с размерами, указанными на рисунке 1в.

Таблица 2. Химический состав стали 316L и её расчетные параметры

Материал	Химически состав (%)								Свойства	
	C	Cr	Mn	Ni	Si	P	Mo	S	M_H^* (°C)	γ_{SF}^{**} (мДж/м ²)
316L	0,007	17,42	1,15	12,1	0,68	0,032	2,05	0,001	<-196	30-64

* M_H – температура начала мартенситного превращения; ** γ_{SF} – энергия дефектов упаковки

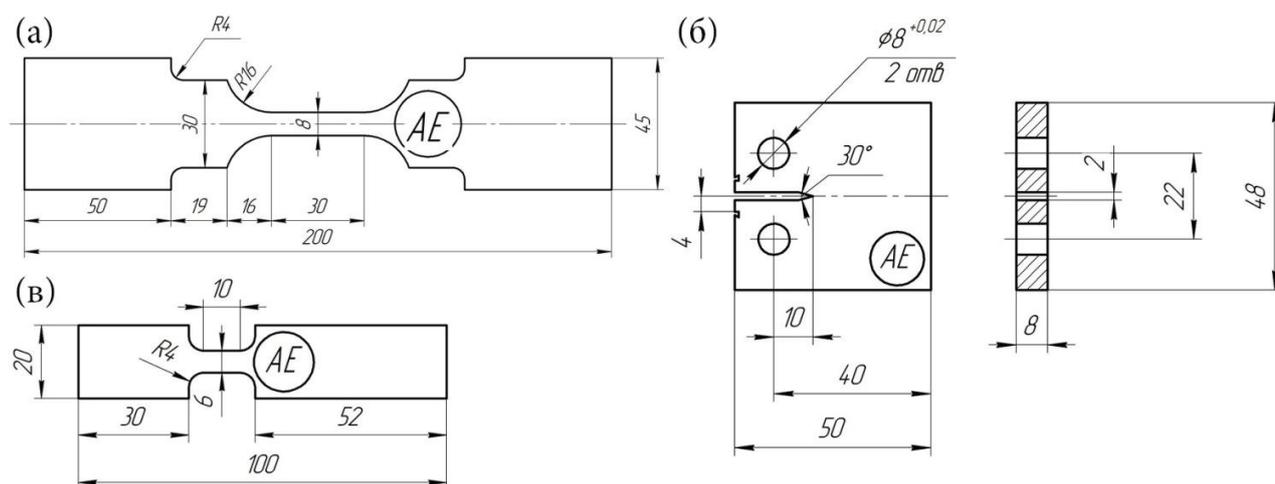


Рисунок 1 – Чертежи образцов из: (а) ТРИП/ТВИП сталей для испытания на одноосное растяжение, (б) ТРИП/ТВИП стали для испытания на рост усталостной трещины, (в) сталь 316L для испытания на одноосное растяжение. Место расположения датчика АЭ обозначено «АЭ»

В параграфе 2.2 описана методика механических испытаний, а также основные методы по исследованию макроструктуры и изломов образцов после разрушения. Испытания на одноосное растяжение проводились на гидравлической машине Zwick 1476 со скоростью

деформирования $3 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ для ТРИП/ТВИП сталей и $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ для стали 316L. При повышенных температурах проведение эксперимента осуществлялось в термокамере, при этом термопара закреплялась на образце с помощью контактной сварки. Испытание на рост усталостной трещины осуществлялось на гидравлической машине Instron 8802. Частота нагружения составляла 10 Гц при двух амплитудах: 7500 Н и 8000 Н, коэффициент асимметрии цикла был принят равным 0,1. Измерение длины трещины осуществлялось с использованием навесного экстензометра (CTOD) по податливости образца. Испытания при пониженных температурах проводились в термокриокамере при температуре -40°C с амплитудой 7500 Н и коэффициентом асимметрии цикла, равном 0,1. После проведения испытаний от рабочей части образцов на одноосное растяжение отрезались заготовки длиной 10 мм для изучения микроструктуры. Из этих образцов готовили шлифы: сначала осуществляли механическую шлифовку, а затем в течение 24 часов полировку на виброполировальной установке с использованием суспензии, содержащей частицы карбида кремния размером 0,02 мкм. Исследование микроструктуры проводилось на сканирующем электронном микроскопе MIRA 3 XMU, TESCAN, (Чешская республика) с полевым катодом с использованием детектора вторичных (SE) и отраженных электронов (BSE), а также технологии EBSD для анализа превращений, наблюдаемых в микроструктуре. Определение количества образовавшегося мартенсита проводилось с использованием магнитных методов прибором Feritscope MP30E-S, фирмы Fischer Technology. Изучение поверхности образцов в 3D-формате проводилось при помощи конфокального лазерного сканирующего микроскопа (КЛСМ), Olympus LEXT.

Методика регистрации АЭ описана в **параграфе 2.3**. При испытании на одноосное растяжение, непрерывную регистрацию АЭ сигнала (stream) вели датчиками PAC WD FQ42 и Fuji Ceramics 1045D с использованием 18 битной платы PCI2 (PAC). Регистрируемый сигнал усиливался на 60 дБ и записывался без порога с частотой дискретизации 2 МГц в полосе частот $30 \div 1000$ кГц. Испытание на рост усталостной трещины проводилось с использованием датчика MSAE WB-1300 (Microsensors) и платы PCI2. Сигнал усиливался на 60 дБ и записывался без порога в полосе частот $50 \div 1000$ кГц, продолжительностью по 10 с через каждые 300 с. Методика обработки полученных АЭ данных описана в **параграфе 2.4**. Первоначально записанный сигнал разделялся на “кадры” с размером окна в 4096 и 8192 точки при сглаживании в 64 и 128 точек соответственно, для каждого из которых проводилось быстрое Фурье преобразование и вычислялась функция спектральной плотности (PSD-функции) по методу Велча, а также вычислялись значения АЭ энергии E и медианной частоты f_m . Для разделения всех сигналов АЭ на кластеры и идентификации отдельных процессов, одновременно протекающих при нагружении образцов, полученные функции спектральной плотности последовательно сравнивались друг с другом и относились к той или иной группе (кластеру) сигналов АЭ в зависимости от двух расстояний – межкластерного (расстояние между центроидами кластеров) и внутри-кластерного (расстояние между членами одного кластера). Процедура кластеризации подразумевает уменьшение внутри-кластерных расстояний (построение компактного кластера) и увеличение межкластерных расстояний для наиболее явного различия между ними. В качестве меры сравнения использовалось расстояние Кульбака-Лейблера (KL).

В третьей главе метод АЭ с пакетом специализированных программ для кластерного анализа, используется для выделения и изучения кинетики отдельных процессов, протекающих при одноосном растяжении в CrMnNi ТРИП/ТВИП сталях с переменным содержанием Ni (3, 6 и 9%), испытанных при двух температурах: 20°C и 100°C . Данные температуры были выбраны исходя из знания того, что для стали, содержащей 6% Ni, при переходе от одной температуры к другой должна происходить полная смена ведущих механизмов релаксации напряжений при деформации, а для сталей, содержащих 3% и 9% Ni, должны происходить значимые изменения данных механизмов.

Исходные диаграммы растяжения исследуемых сталей при двух температурах испытания (20°C и 100°C) изображены на *рисунке 2*.

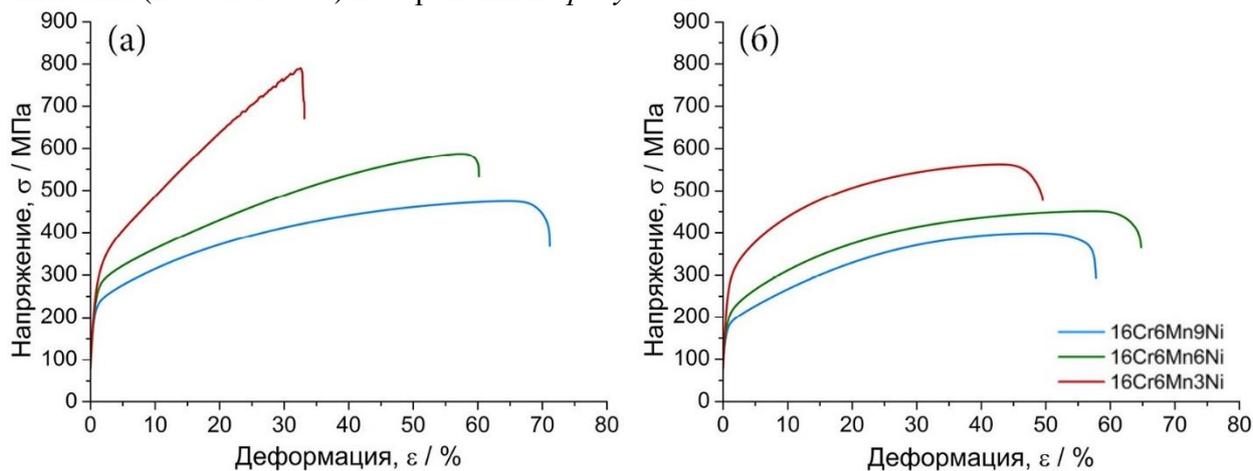


Рисунок 2 – Диаграммы растяжения для ТРИП/ТВИП сталей с различным содержанием Ni (3, 6 и 9% по массе) при 20°C (а) и 100°C (б), при скорости деформирования $3 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

Типичный график stream сигнала, синхронизированный с приложенной нагрузкой для стали, содержащей 3% Ni, представлен на *рисунке 3*. Графики изменения АЭ энергии E и медианной частоты f_m , используемые для изучения совокупной кинетики всех процессов, протекающих при деформации, показаны на *рисунке 4*.

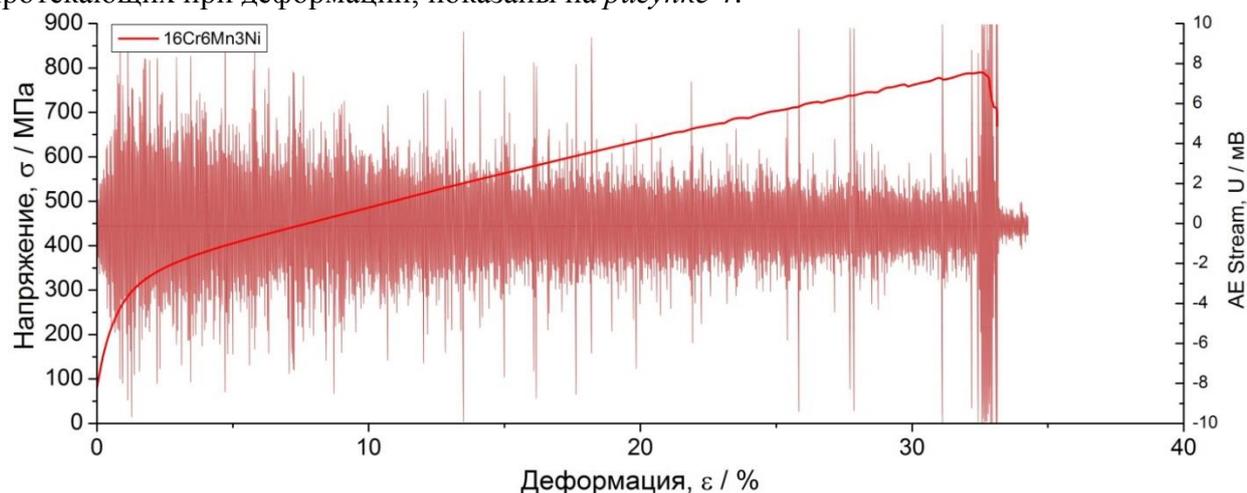


Рисунок 3 – Типичная диаграмма напряжение-деформация, синхронизированная с записанным stream сигналом, для ТРИП стали, содержащей 3% Ni

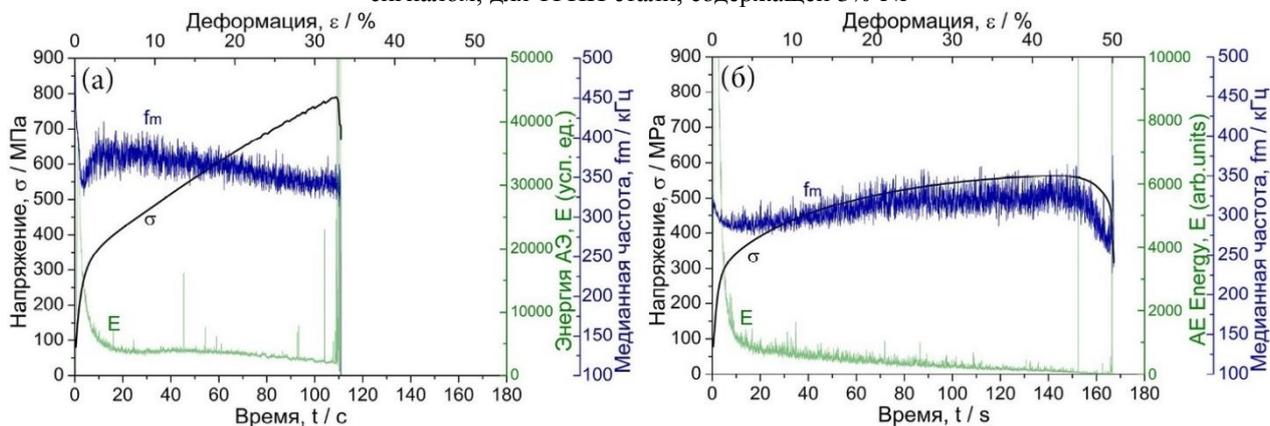


Рисунок 4 – Результаты вычисления АЭ энергии E (показана зеленым цветом) и медианной частоты f_m (показана синим цветом), синхронизированные с диаграммой нагружения для ТРИП стали, содержащей 3% Ni, испытанной при 20°C (а) и 100°C (б) с номинальной скоростью деформирования $3 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

По графикам (рисунок 4) для исследуемых сталей рассматривались отличия в поведении АЭ энергии E и медианной частоты f_m по сравнению с материалами, деформация которых протекает без двойникового и мартенситного превращения. Также был сделан вывод, что приведенные интегральные характеристики АЭ (E и f_m) позволяют сделать лишь качественные выводы о процессах, протекающих во время нагружения. Для определения кинетики каждого из них необходимо разделить вклады различных источников с использованием процедуры кластерного анализа.

В параграфе 3.1 алгоритм кластерного анализа применялся для изучения кинетики процессов, протекающих при деформации ТВИП стали, содержащей 9% Ni при температуре 20°C (рисунок 5а-в) и 100°C (рисунок 6), а также стали 316L при температуре 20°C (рисунок 5г-е).

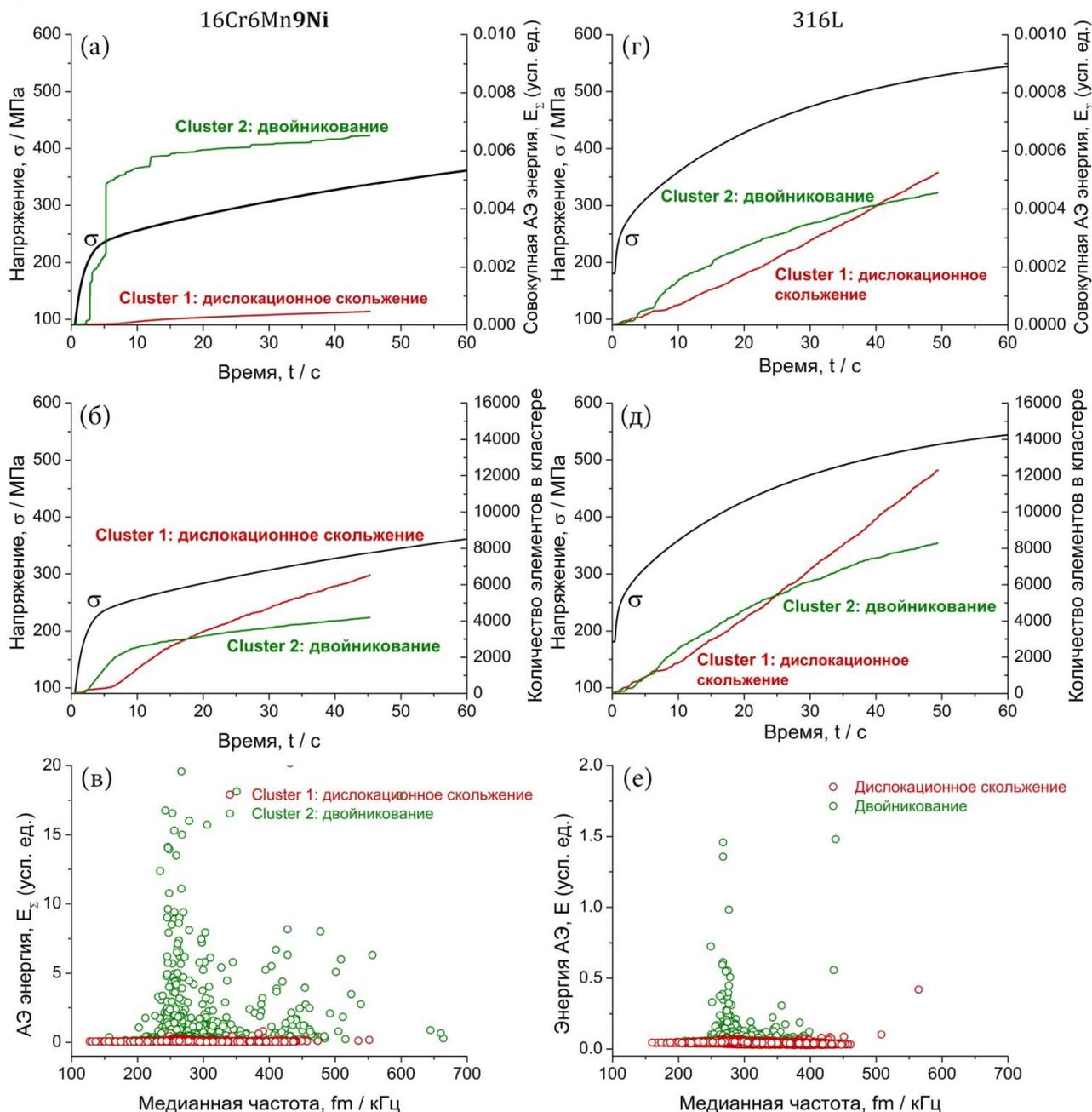


Рисунок 5 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы кластерного анализа, синхронизированная с диаграммой нагружения для образцов сталей 16Cr6Mn9Ni (а-б) и 316L (г-д), испытанных при 20°C, а также карты их бивариантного распределения сигналов АЭ по энергии E и медианной частоте f_m (в, е)

Процедура кластерного анализа выявила два кластера, которым, по спектральным особенностям функции спектральной плотности, были поставлены в соответствие процессы дислокационного скольжения и двойникового. Также были отмечены отличия в поведении стали с ТВИП эффектом и без него, которые заключаются в том, что для ТВИП стали характерно активное двойникование наибольшей интенсивностью при малых деформациях, а в стали без ТВИП эффекта наблюдаются двойники со значительно меньшей АЭ энергией с интенсивностью, растущей равномерно в течение всего эксперимента. Было отмечено, что данные кластерного анализа находятся в хорошем согласии с изменением микроструктуры, полученной с использованием высокоразрешающей электронной микроскопии и техники EBSD (Electron Back Scattered Diffraction). Микроструктурный анализ выявил значительное снижение интенсивности двойников с увеличением температуры, что отражалось в уменьшении занимаемой ими площади с 31% до 15% (рисунок 7).

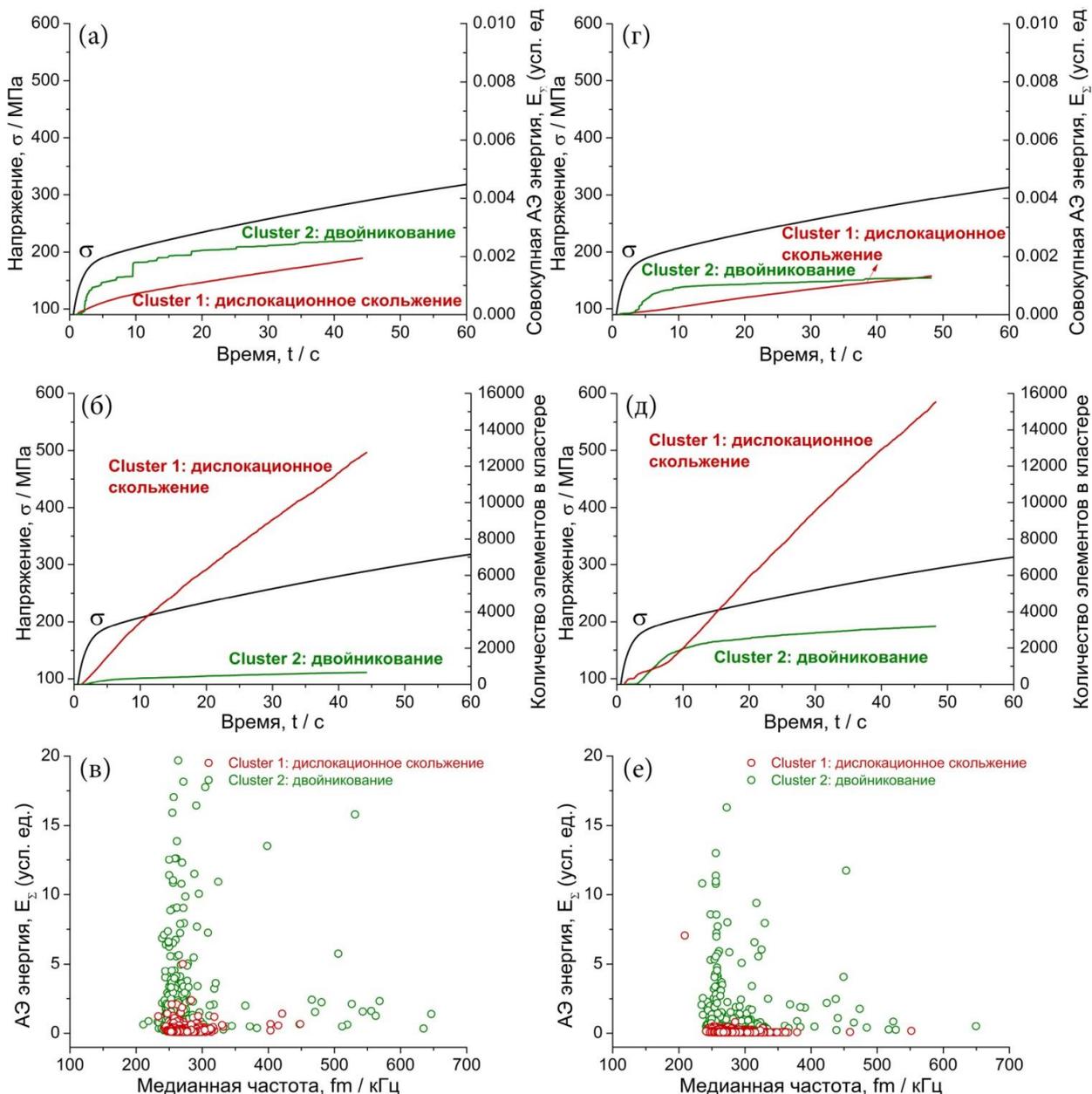


Рисунок 6 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы кластерного анализа, синхронизированная с диаграммой нагружения для образцов №1 (а-б) и №2 (г-д), а также карты бивариантного распределения сигналов АЭ по энергии E и медианной частоте f_m (в, е) для ТВИП стали 16Cr6Mn9Ni, испытанной при 100°C

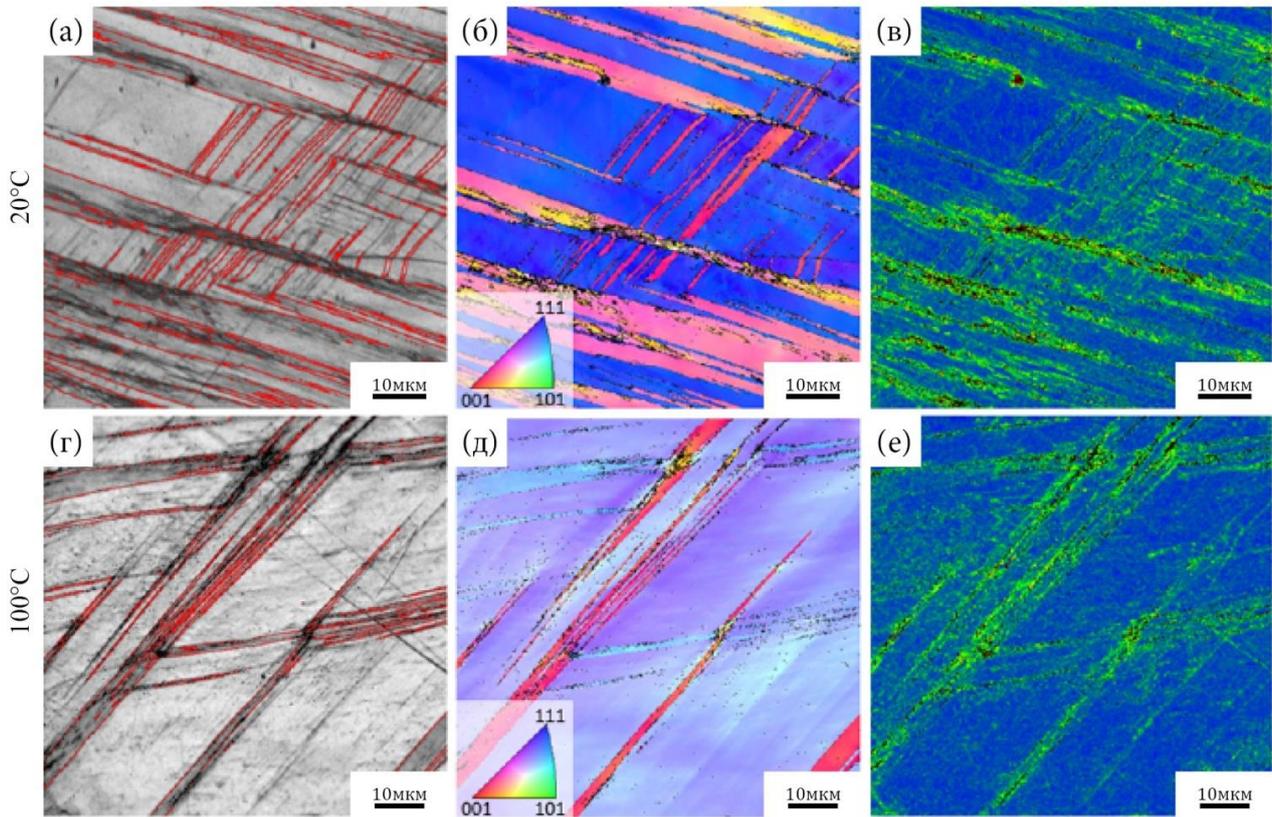


Рисунок 7 – Изменение микроструктуры для образцов ТВИП стали 16Cr6Mn9Ni, после испытания при 20°C (а-в) и 100°C (г-е): а, г – изображение поверхности, где двойниковые границы обозначены красными линиями; б, д – области разориентации в цветах обратной полюсной фигуры; в, е – их средняя разориентация. Ось напряжения располагается горизонтально

Это хорошо согласуется с изменением кинетики АЭ, полученной с использованием кластерного анализа, где показано, что с увеличением температуры интенсивность двойников также значительно снижается.

В параграфе 3.2 с помощью процедуры кластерного анализа изучались процессы, протекающие при растяжении образцов стали, содержащей 6% Ni при двух температурах: 20°C и 100°C (рисунок 8). Были выявлены четыре группы сигналов, имеющие существенные различия в функции спектральной плотности, которым были поставлены в соответствие следующие процессы: дислокационное скольжение, образование дефектов упаковки, α' -мартенситное превращение и двойникование. Установлено, что с повышением температуры испытания до 100°C наблюдается смена ведущих механизмов релаксации напряжений от мартенситного превращения к двойникованию. Данные со сканирующей электронной микроскопии с технологией EBSD подтвердили результаты кластерного анализа (рисунок 9). Так при изучении образцов стали, содержащих 6% Ni и испытанных при 20°C, была обнаружена как α' -мартенситная фаза, так и промежуточный ГПУ ϵ -мартенсит. Также (рисунок 9в) было найдено небольшое количество двойниковых границ. Заметно, что их вклад в процессы деформации является незначительным, что также отражается в малом количестве элементов, входящих в ассоциированный с ними кластер (рисунок 8б). Однако их совокупная АЭ энергия (рисунок 8а) достаточно высока и имеет неравномерный рост, что свидетельствует о локальном характере их появления, что хорошо видно по данным сканирующей электронной микроскопии (рисунок 9в).

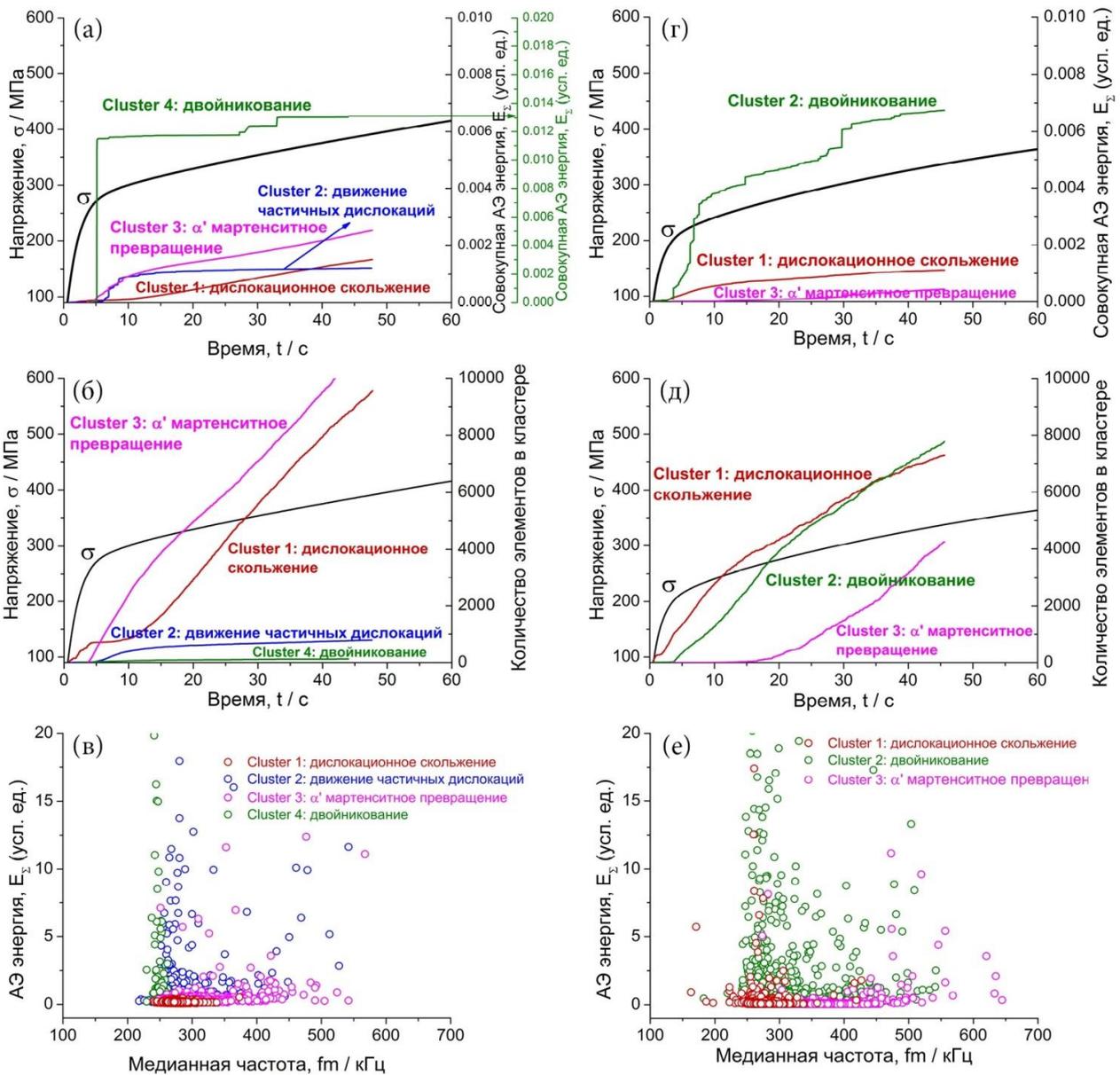


Рисунок 8 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы кластерного анализа, синхронизированная с диаграммой нагружения для образцов ТРИП стали 16Cr6Mn6Ni, испытанной при 20°C (а-б) и 100°C (г-д), а также карты бивариантного распределения сигналов АЭ по энергии E_z и медианной частоте f_m (в, е)

Повышение температуры радикально меняет основные механизмы релаксации напряжений при деформации. На *рисунке 9е* четко выделяются двойниковые границы разных систем скольжения, а образовавшийся мартенсит деформации (*рисунке 9г*) занимает незначительную площадь от всего изображения, что подтверждает полученную кинетику данных процессов, выявленную с помощью кластерного анализа.

Было установлено, что результаты кластерного анализа АЭ данных полученных от разных сенсоров хорошо согласуются между собой. Так на *рисунке 10* представлены результаты кластерного анализа, полученными для той же марки стали (16Cr6Mn6Ni), но с использованием другого АЭ сенсора Fuji Ceramics 1045D и при скорости деформирования $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$. Кроме того, было установлено, что совокупная АЭ энергия кластера соответствующий образованию α' мартенсита имеет хорошую корреляцию с его количеством, измеренным на стадии прерывания теста с помощью магнитных методов прибором Feritscope MP30E-S.

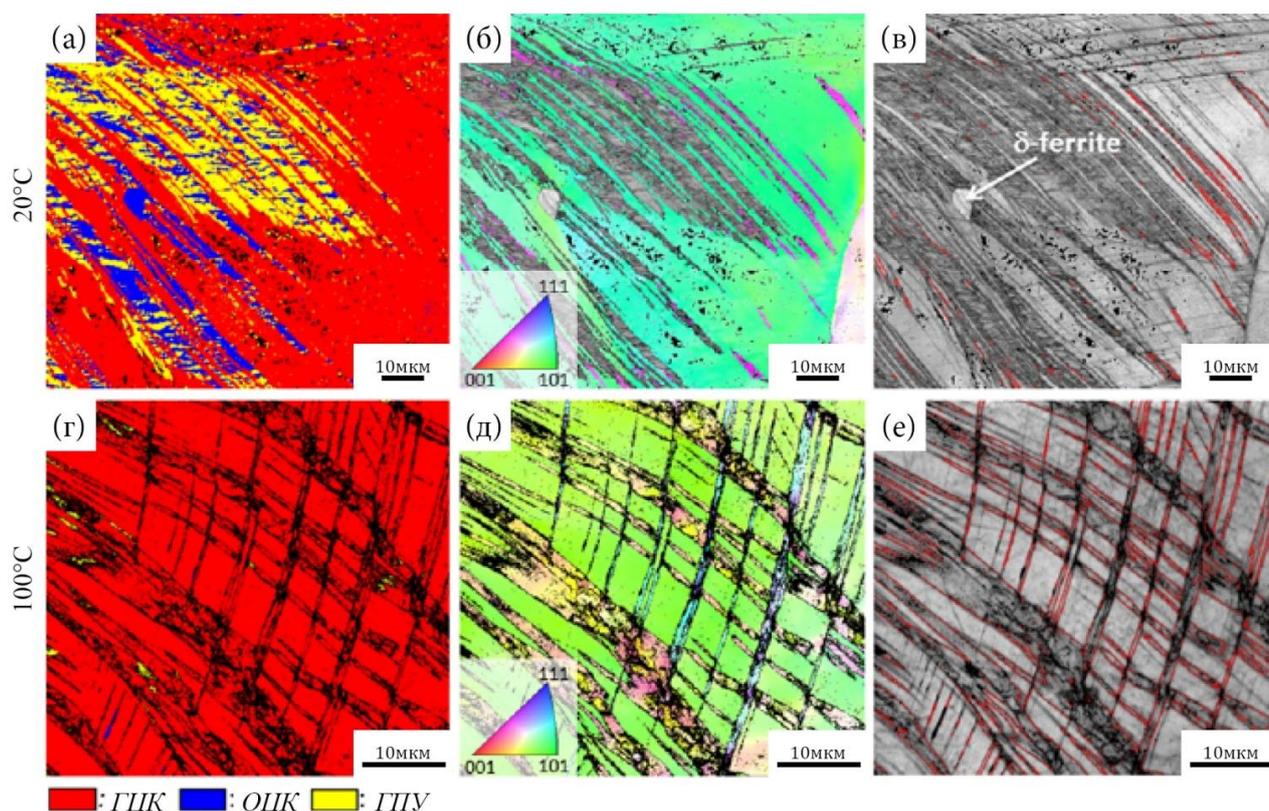


Рисунок 9 – Изменение микроструктуры для образцов ТРИП/ТВИП стали 16Cr6Mn6Ni, после испытания при 20°C (а-в) и 100°C (г-е): а, г – фазовая карта материала, где красным цветом отображается γ аустенит (ГЦК), желтым – ϵ -мартенсит (ГПУ) и синим – α' мартенсит (ОЦК); в, д – изображение поверхности в цветах обратной полусной фигуры; в, е – изображение поверхности с указанием двойниковых границ, обозначенных красными линиями. Ось напряжения располагается горизонтально

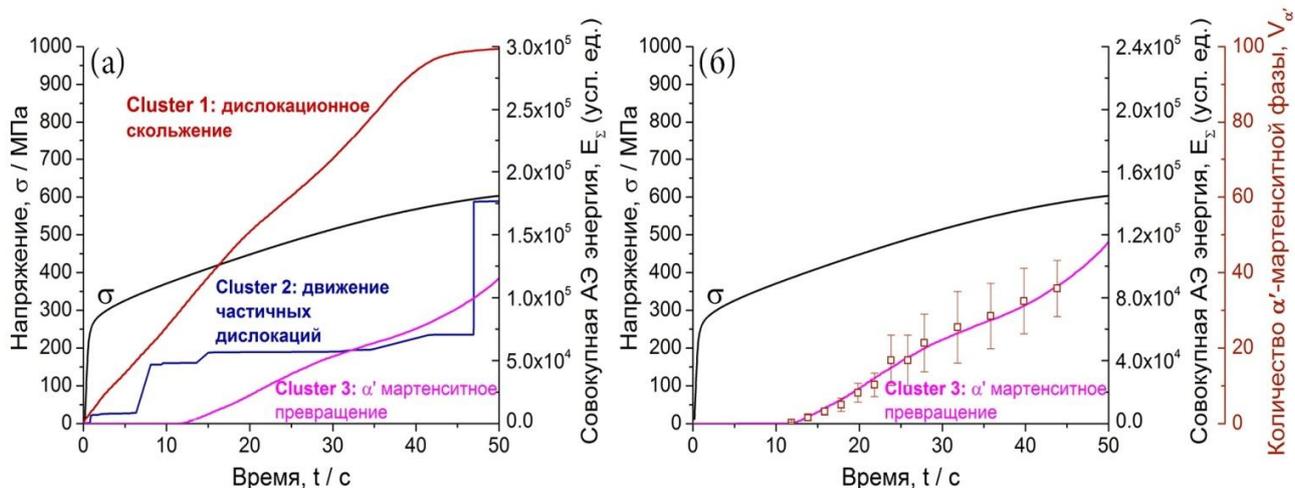


Рисунок 10 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы кластерного анализа, синхронизированная с диаграммой нагружения для образца ТРИП стали 16Cr6Mn6Ni, испытанной при 20°C (а), связь кластера, соответствующего мартенситному превращению, с количеством образовавшегося мартенсита, измеренного с помощью магнитных методов прибором Feritscope MP30E-S (б)

В параграфе 3.3 с помощью процедуры кластерного анализа изучались процессы, протекающие при растяжении образцов метастабильной стали, содержащей 3% Ni, при двух температурах: 20°C и 100°C (рисунок 11). С помощью кластерного анализа были выделены три группы сигналов со статистически значимыми отличиями в функции спектральной плотности, которым были поставлены в соответствие: образование дефектов упаковки, α' мартенситное превращение и дислокационное скольжение.

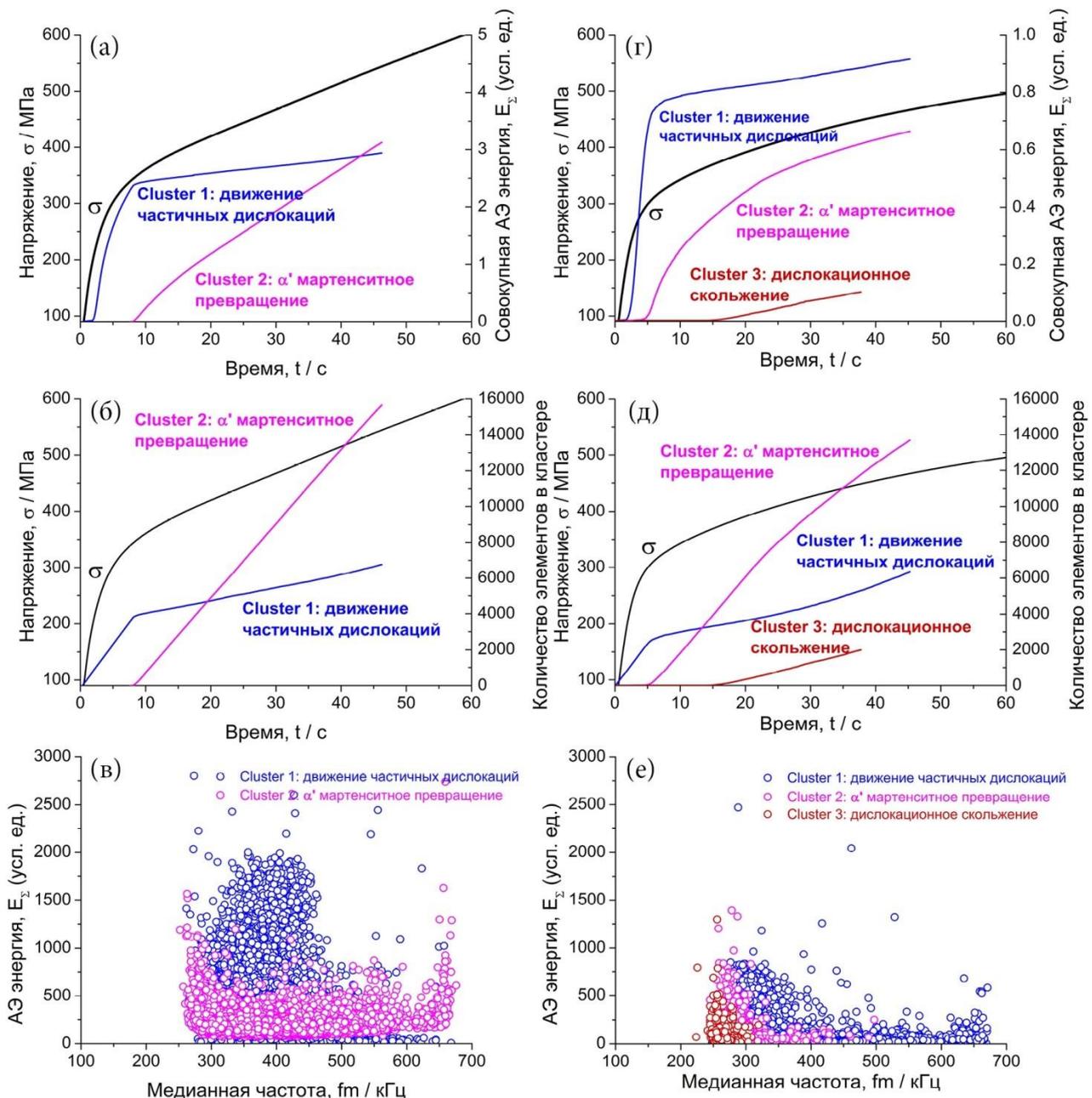


Рисунок 11 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы кластерного анализа, синхронизированная с диаграммой нагружения для образцов ТРИП стали 16Cr6Mn3Ni, испытанной при 20°C (а-б) и 100°C (г-д), а также карты бивариантного распределения сигналов АЭ по энергии E и медианной частоте f_m (в, е)

Полученные данные с электронной микроскопии подтвердили результаты кластерного анализа. Так EBSD анализ (рисунок 12) показал наличие мартенситного превращения как при 20°C, так и при 100°C. Также с его помощью было выявлено, что повышение температуры приводит к значительному снижению количества образовавшегося α' -мартенсита, которое составило, с учетом поправки на содержание δ -феррита в структуре: 28,7% (испытание при 20°C) и 8,8% (испытание при 100°C). Что подтверждает данные процедуры кластерного анализа, которая показала, что с повышением температуры наблюдается значительное снижение совокупной энергии кластера, соответствующего мартенситному превращению (рисунок 11а, г).

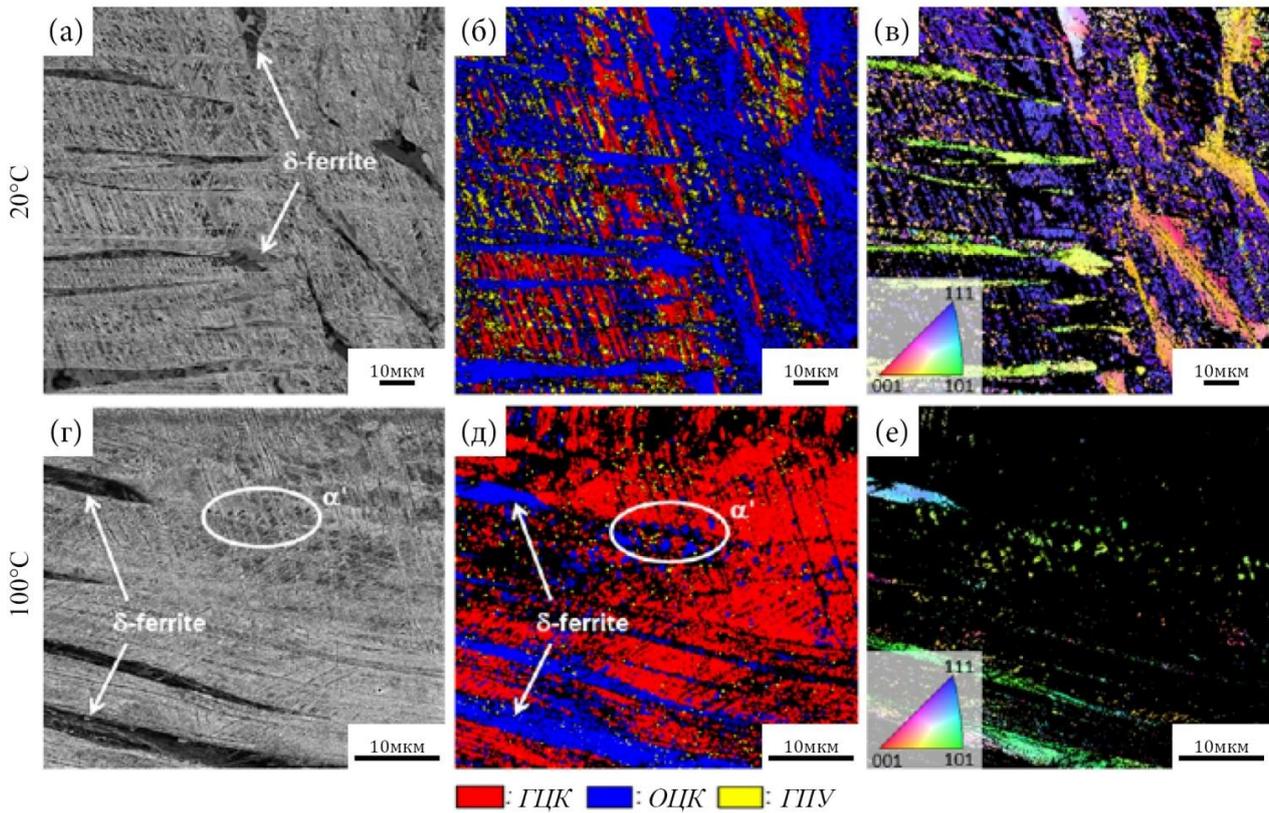


Рисунок 12 – Изменение микроструктуры для образцов ТРИП стали 16Cr6Mn3Ni после испытания при 20°C (а-в) и 100°C (г-е): а, г – поверхность образца с изображением деформационных линий от разных систем скольжения; в, д – фазовая карта материала, где красным показывается γ аустенит (ГЦК), желтым – ϵ -мартенсит (ГПУ) и синим – α' мартенсит (ОЦК); в, е – изображение поверхности в цветах обратной полюсной фигуры относительно ОЦК фазы. Ось нагружения располагается горизонтально

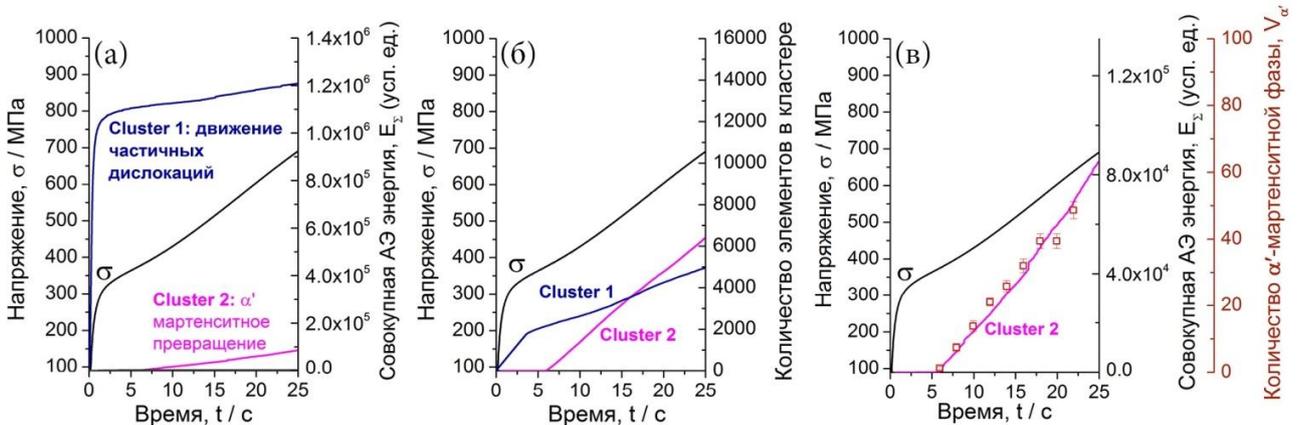


Рисунок 13 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы кластерного анализа, синхронизированная с диаграммой нагружения для образца ТРИП стали 16Cr6Mn3Ni, испытанной при 20°C (а, б), связь кластера, соответствующего мартенситному превращению, с количеством образовавшегося мартенсита, измеренного с помощью магнитных методов, показана на (в)

Было установлено, что результаты кластерного анализа хорошо согласуются с данными, полученными для той же марки стали, но с использованием другого АЭ сенсора Fuji Ceramics 1045D и испытанные при другой скорости деформирования $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (рисунки 13). Также было установлено, что совокупная АЭ энергия кластера, соответствующего образованию α' мартенсита, имеет хорошую корреляцию с его количеством, измеренным на стадии прерывания теста с помощью магнитных методов прибором Feritscope MP30E-S (ровно, как и для ТРИП стали, содержащей 6% Ni).

Четвертая глава посвящена исследованию кинетики роста усталостной трещины в ТРИП/ТВИП сталях с переменным содержанием Ni (3, 6 и 9%) с использованием метода акустической эмиссии и процедуры кластерного анализа. Первичные характеристики, измеряемые при испытаниях на рост усталостной трещины, показаны на *рисунке 14*.

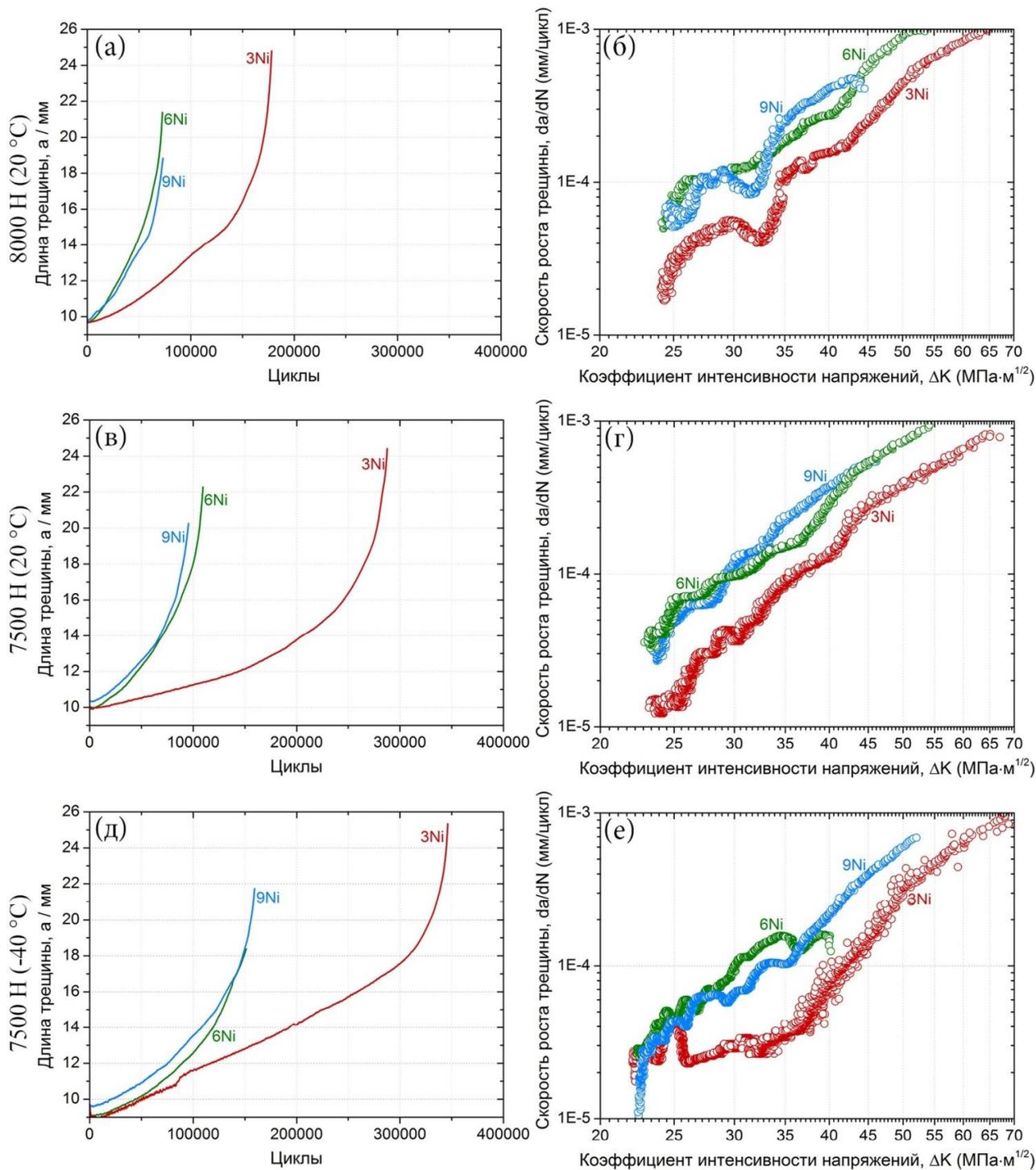


Рисунок 14 – Зависимости длины трещины от количества циклов нагружения и скорости роста трещины от размаха коэффициента интенсивности напряжений для ТРИП/ТВИП сталей с различным содержанием Ni (3, 6 и 9%), испытанных при двух амплитудах нагружения: а, б – 8000 Н; в, г, д, е – 7500 Н и двух температурах: а, б, в, г – 20 °С; д, е – -40 °С

Было установлено, что сталь, содержащая 3% Ni, значительно превосходит две другие по сопротивлению росту усталостной трещины. В то же время ТРИП сталь, содержащая 6% Ni, и ТВИП сталь, содержащая 9% Ni, по скорости роста трещины показали во многом схожие результаты.

В параграфе 4.1 с помощью процедуры кластерного анализа изучались процессы, протекающие при росте усталостной трещины в ТВИП стали, содержащей 9% Ni. Было выделено две группы сигналов, которым было поставлено в соответствие скачки вязкой трещины и двойникование в пластической зоне перед её вершиной (рисунк 15).

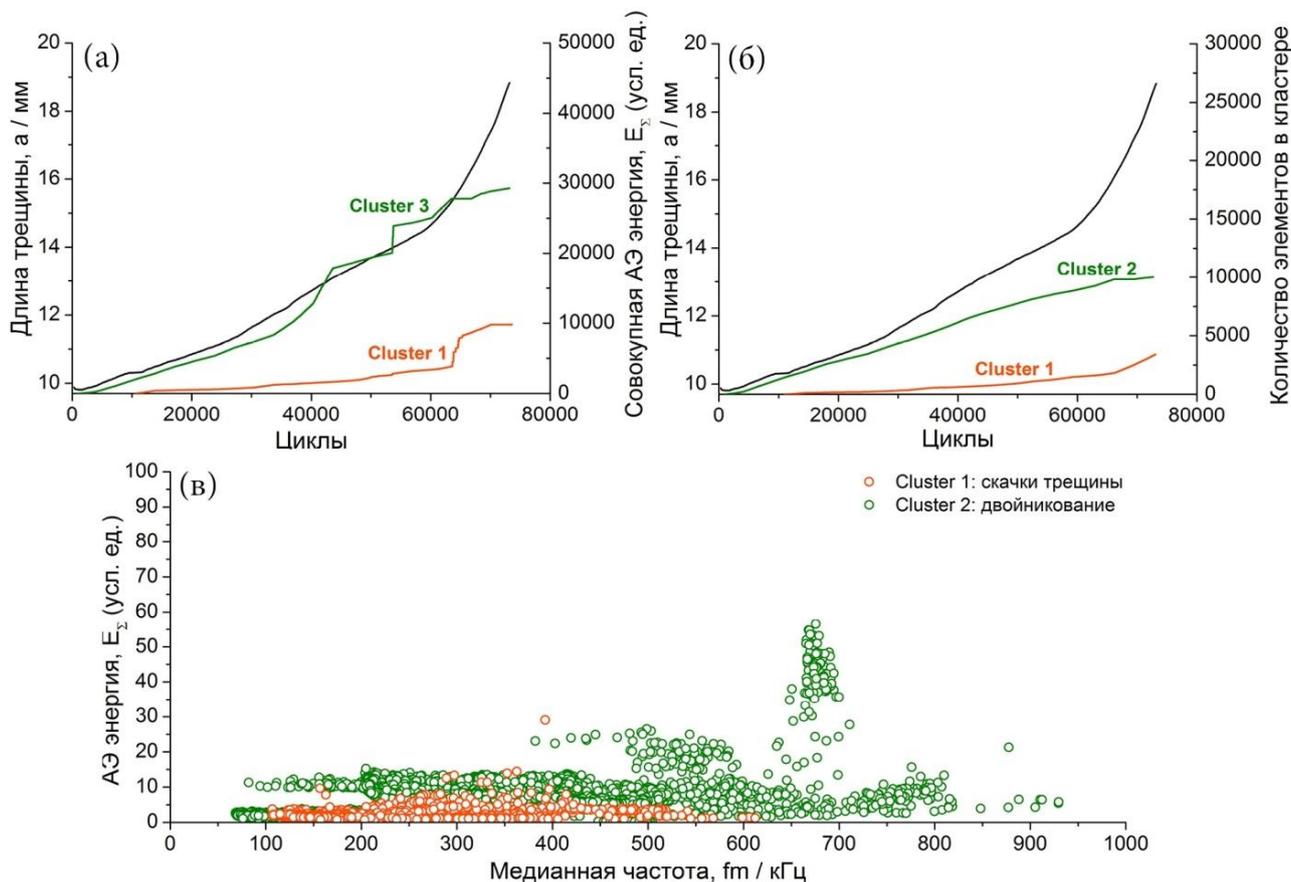


Рисунок 15 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы алгоритма кластерного анализа в числах совокупной АЭ энергии (а) и количества элементов (б), входящих в кластер, синхронизированных с длиной выращенной трещины, а также бивариантное распределение по энергии E и медианной f_m частоте (в) для образца ТВИП стали, содержащего 16% Cr 6% Mn и 9% Ni и испытанного при амплитуде нагрузки 8000 Н

Сопоставление кривой скорости роста трещины с изображением её боковой поверхности, полученным с помощью конфокальной лазерной сканирующей микроскопии (рисунк 16), позволило заметить, что отклонение от равномерного роста начинается одновременно с заметным ветвлением усталостной трещины и увеличением размера пластической зоны перед её вершиной, а значит и увеличением объемной доли зерен, где возможно протекание двойникования, что также подтверждает корректность полученных результатов.

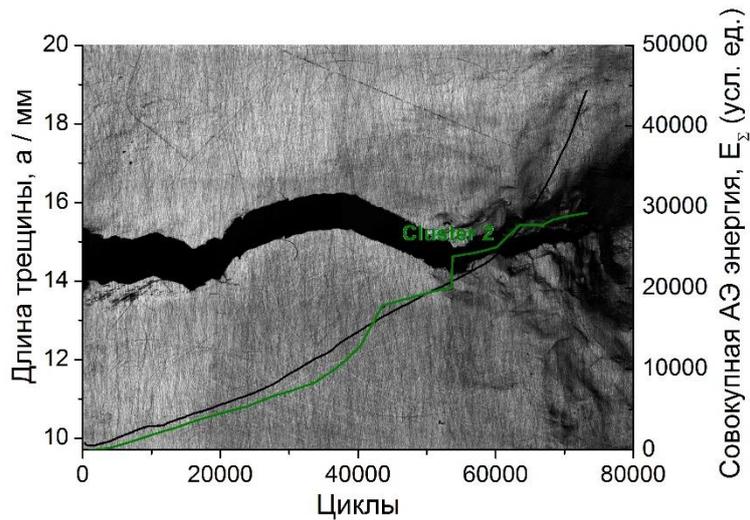


Рисунок 16 – Накопление энергии в кластере, соответствующем двойникованию, установленное по результатам работы алгоритма кластерного анализа, синхронизированное с длиной выращенной трещины и сопоставленное с изображением поверхности образца после разрушения (полученного при помощи КЛСМ, Olympus LEXT), для образца ТВИП стали, содержащего 16% Cr 6% Mn и 9% Ni, испытанного при температуре 20°C при амплитуде нагрузки 8000 Н

В параграфе 4.2 изучалась кинетика ведущих процессов, протекающих при росте усталостной трещины в ТРИП стали с 6% Ni, как при 20°C (рисунок 17), так и при -40°C (рисунок 18).

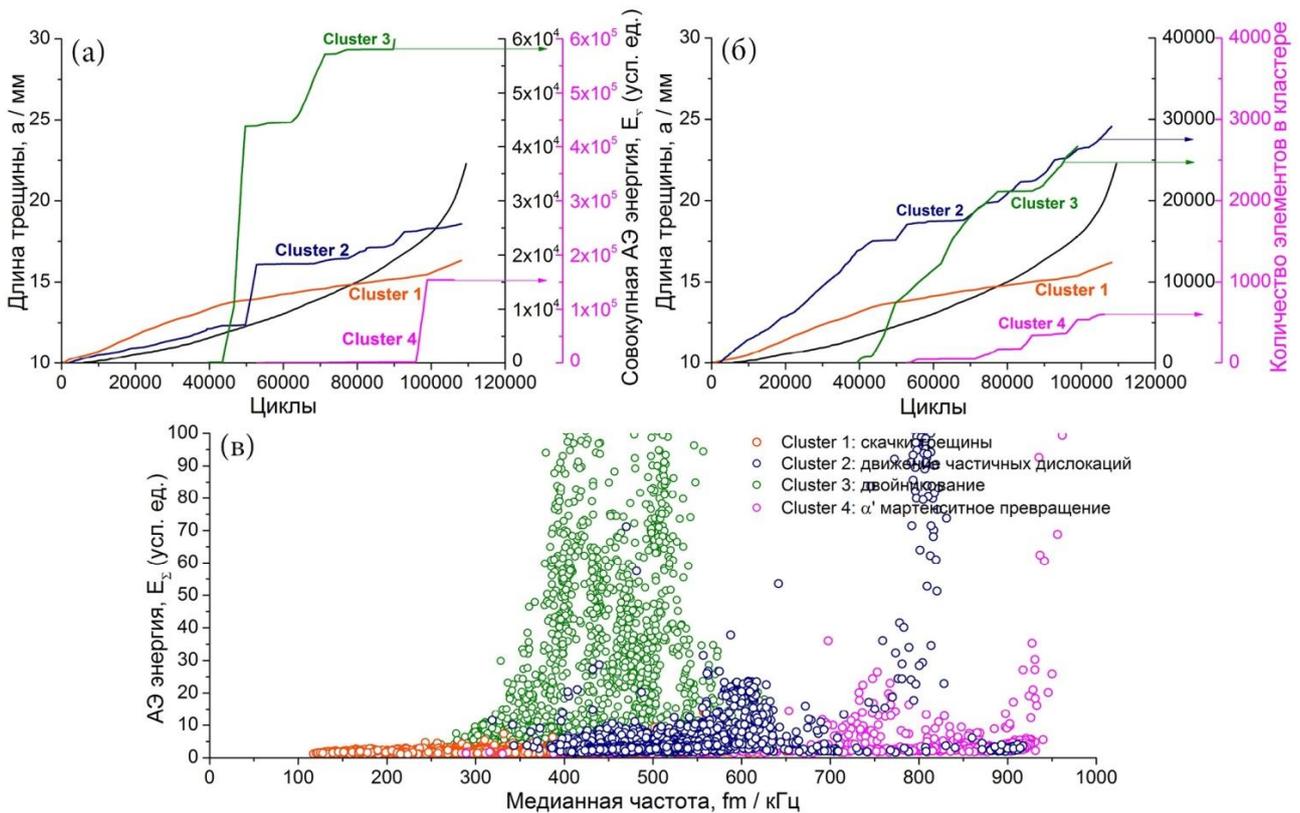


Рисунок 17 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы алгоритма кластерного анализа в числах совокупной АЭ энергии (а) и количества элементов, входящих в кластер (б), синхронизированных с длиной выращенной трещины, а также бивариантное распределение по энергии E и медианной f_m частоте (в) для образца ТРИП стали, содержащего 16% Cr 6% Mn и 6% Ni и испытанного при амплитуде нагрузки 7500 Н

Алгоритм кластерного анализа позволил выделить четыре группы сигналов, которым были поставлены в соответствие скачки трещины, движение частичных дислокаций, α' мартенситное превращение и двойникование. Было обнаружено, что снижение температуры ведет к изменению ведущих процессов, протекающих при росте усталостной трещины. Необходимо отметить, что снижение температуры сдвигает начало образования третьего кластера в сторону меньших значений коэффициента интенсивности напряжений, а значит и напряжения в устье трещины, что хорошо согласуется с общей кинетикой образования мартенсита деформации для данной стали. Также для данной стали можно заметить значительное возрастание АЭ энергии, соответствующей интенсивному образованию контролируемого напряжением α' -мартенсита, что явно связано с увеличением коэффициента интенсивности напряжений в вершине трещины.

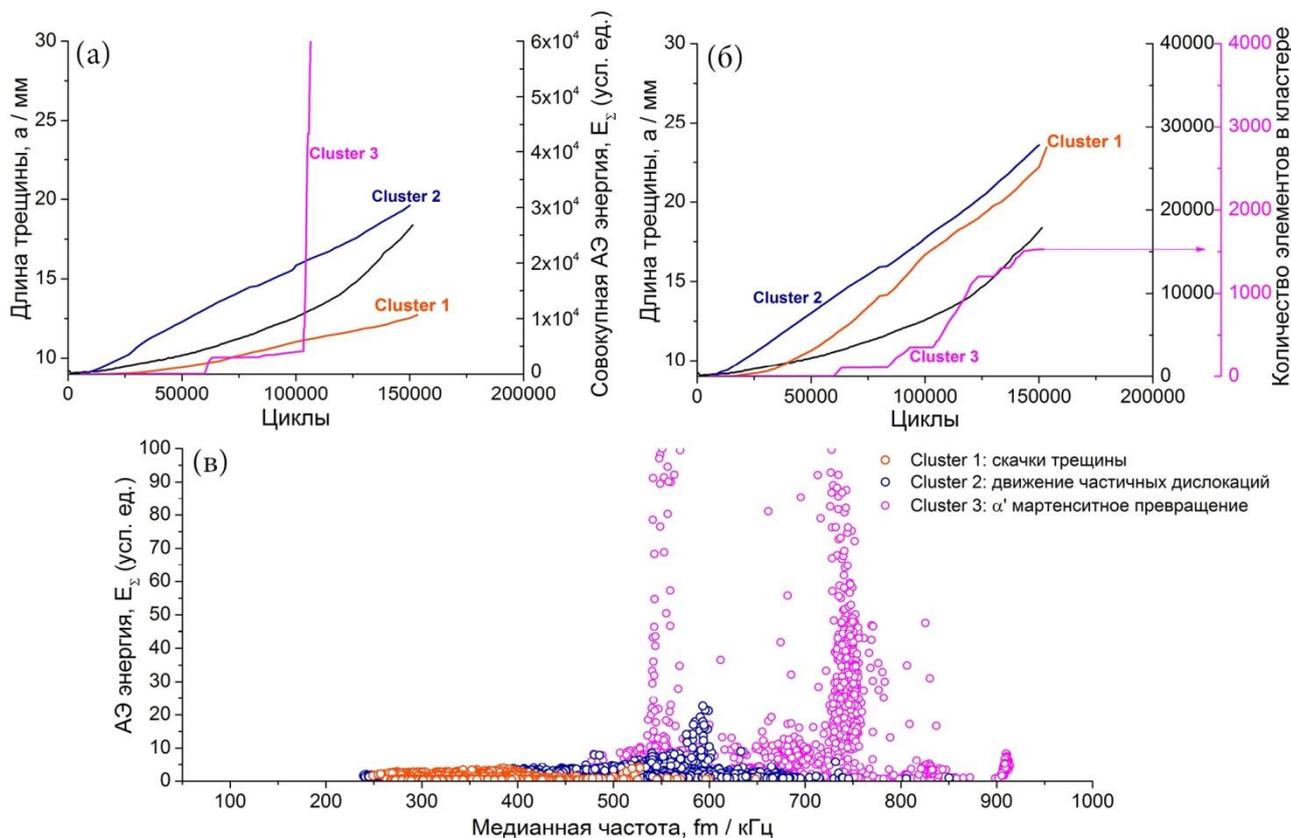


Рисунок 18 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы алгоритма кластерного анализа в числах совокупной АЭ энергии (а) и количества элементов (б), входящих в кластер, синхронизированных с длиной выращенной трещины, а также бивариантное распределение по энергии E и медианной f_m частоте (в) для образца ТРИП стали, содержащего 16% Сг 6% Мп и 6% Ni, испытанного при амплитуде нагрузки 7500 Н и температуре -40°C

В параграфе 4.3 с помощью процедуры кластерного анализа изучалась кинетика процессов, протекающих при росте усталостной трещины в ТРИП стали, содержащей 3% Ni (рисунок 19). Были выявлены три группы сигналов со статистически различной функцией спектральной плотности, которым поставлены в соответствие скачки трещины, движение частичных дислокаций и α' мартенситное превращение. Также, было установлено, что функция спектральной плотности кластера, соответствующего α' мартенситному превращению, во многом схожа с PSD функцией, полученной на основе кластерного анализа данных АЭ, записанных при понижении температуры до -40°C (рисунок 20), т.е. когда для данного класса сталей за счет охлаждения наверняка реализуется механизм превращения $\gamma(\text{ГЦК}) \rightarrow \alpha'(\text{ОЦК})$ без промежуточного $\gamma(\text{ГЦК}) \rightarrow \varepsilon(\text{ГПУ})$ превращения.

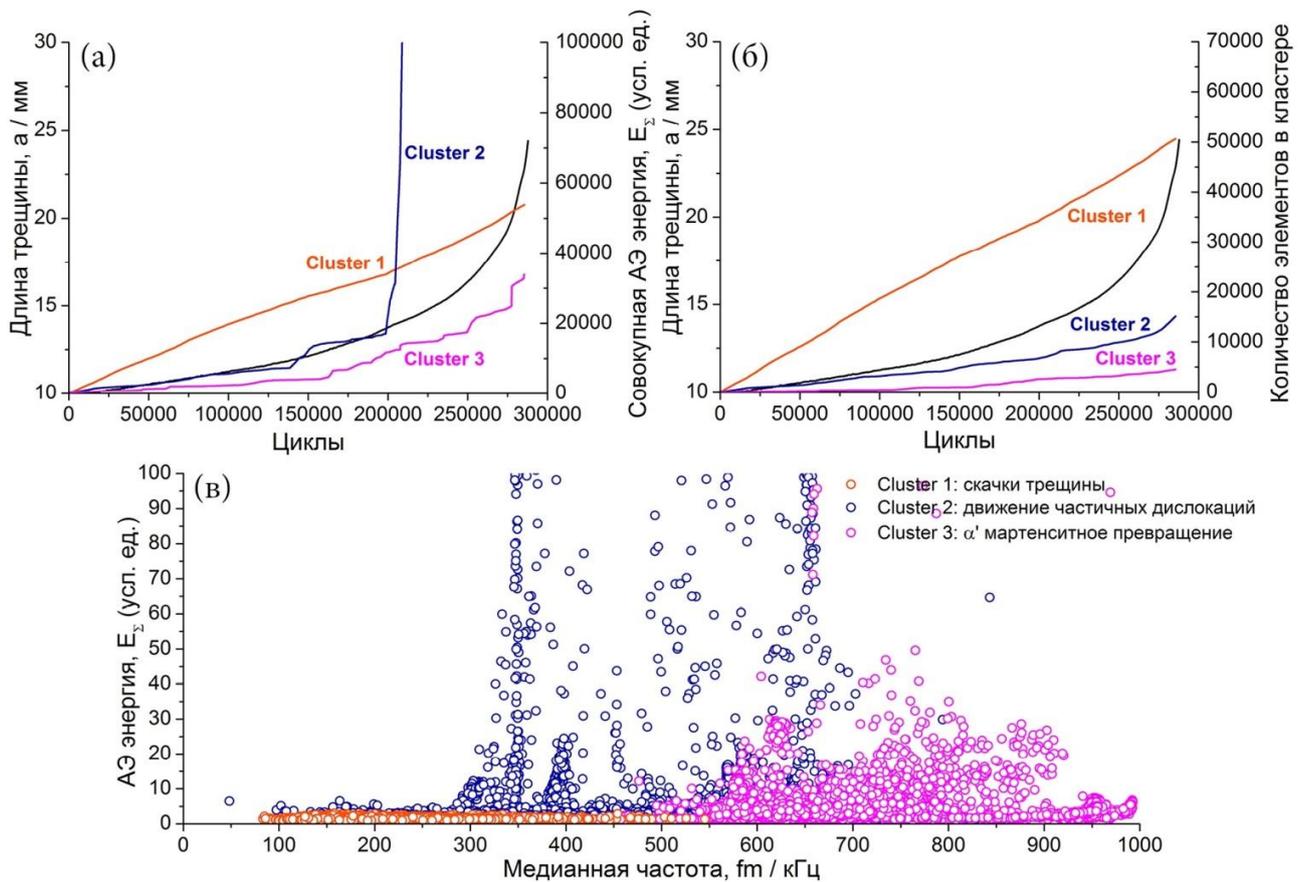


Рисунок 19 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы алгоритма кластерного анализа в числах совокупной АЭ энергии (а) и количества элементов (б), входящих в кластер, синхронизированных с длиной выращенной трещины, а также бивариантное распределение по энергии E и медианной f_m частоте (в), для образца ТРИП стали, содержащего 16% Cr 6% Mn и 3% Ni и испытанного при амплитуде нагрузки 7500 Н

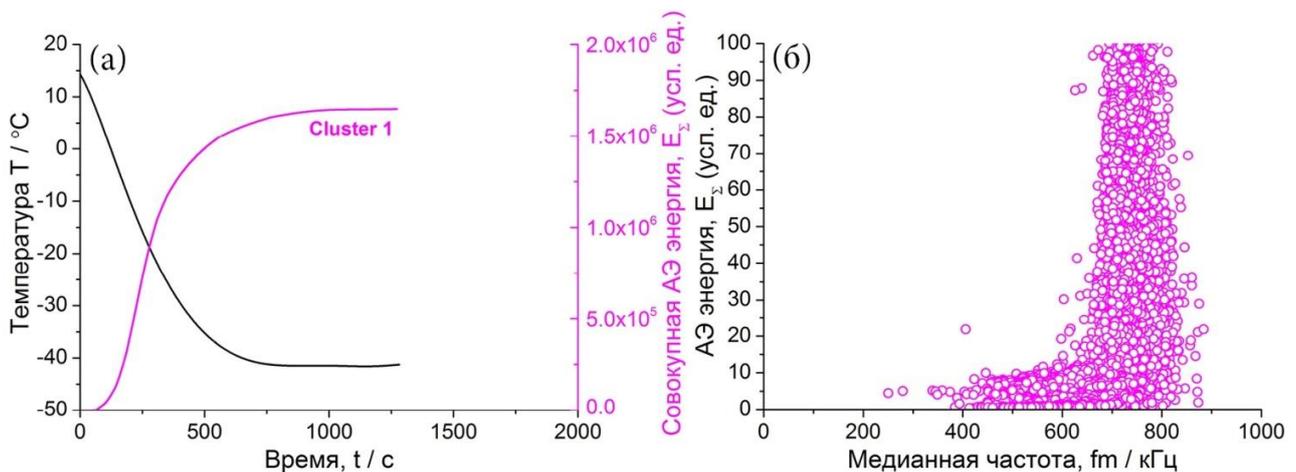


Рисунок 20 – Кинетика накопления сигналов АЭ в кластере, соответствующему мартенситному превращению, по результатам работы алгоритма кластерного анализа в числах совокупной АЭ энергии, синхронизированная с температурой, измеренной на образец (а), бивариантное распределение по энергии E и медианной f_m частоте (б), для ТРИП стали, содержащей 16% Cr 6% Mn и 3% Ni

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

(1) На модельных ТРИП/ТВИП сталях типа $16\text{Cr}6\text{MnXNi}$ с переменным содержанием Ni ($X=3\%$, 6% и 9%) показано, что уникальный комплекс их физико-механических свойств зависит от процессов, протекающих при деформации, управление которыми позволяет менять физико-механические характеристики в широком интервале.

(2) Современный метод акустической эмиссии, использующий производительную технику анализа сигналов и случайных процессов, является эффективным инструментом исследования процессов, протекающих при деформации и разрушении, в реальном времени. Применение математических алгоритмов кластерного анализа позволяет разделять сигналы АЭ от различных источников на группы в соответствии с их функциями спектральной плотности и сопоставлять каждую из установленных групп сигналов с одним из механизмов релаксации напряжений, протекающих одновременно при нагружении ТРИП/ТВИП сталей. В число этих механизмов входят: дислокационное скольжение, двойникование и серия мартенситных превращений $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$. Показана возможность ранжирования вкладов этих механизмов в итоговый сигнал акустической эмиссии и изучение их кинетики в реальном времени по отдельности. Полученные при помощи кластерного анализа данные поведения различных механизмов при одноосном растяжении в модельных ТРИП/ТВИП сталях типа $16\text{Cr}6\text{MnXNi}$ с различным содержанием Ni ($X=3\%$, 6% и 9%) находятся в хорошем согласии с исследованиями микроструктуры, проведенными после испытания образцов.

(3) Для стабильной стали с 9% Ni, испытанной на одноосное растяжение при 20°C и 100°C , ведущим механизмом релаксации напряжений при деформации является двойникование, роль которого при увеличении температуры снижается, что на АЭ отображается в уменьшении количества сигналов в соответствующем кластере, и их замещением сигналами, связанными с дислокационным скольжением, что в явном виде выявлено в структуре временного ряда акустической эмиссии. При росте усталостной трещины в этой стали при комнатной температуре, основными источниками акустической эмиссии являются скачки вязкой трещины и двойникование в пластической зоне в вершине трещины.

(4) Отличия поведения сталей с ТВИП эффектом ($16\text{Cr}6\text{Mn}9\text{Ni}$) и без него (316L) в процессе их деформирования хорошо прослеживаются с помощью кластерного анализа сигналов АЭ. Для ТВИП стали характерно рождение двойников с высокой АЭ энергией и наибольшей интенсивностью их появления в первые секунды эксперимента, тогда как для стали без ТВИП эффекта (316L), двойники наблюдаются со значительно меньшей АЭ энергией, а интенсивность их появления равномерна в течение всего эксперимента.

(5) Для стали с 6% Ni при одноосном растяжении повышение температуры с 20°C до 100°C приводит к существенному изменению ведущих механизмов релаксации напряжений при пластической деформации от образования деформационного мартенсита к двойникованию. Стабильный рост усталостной трещины в режиме Пэриса в данной стали при 20°C протекает с проявлением как ТРИП, так и ТВИП эффекта. Однако интенсивное образование мартенсита деформации наблюдается лишь в области ветвления усталостной трещины в связи с резким расширением пластической зоны в ее вершине. Снижение температуры до -40°C приводит к изменению ведущих процессов, протекающих при деформации, от ТРИП/ТВИП эффектов в сторону доминирования ТРИП эффекта, который полностью вытесняет ТВИП эффект при данных условиях.

(6) Для метастабильной стали с 3% Ni при повышении температуры с 20°C до 100°C , наблюдается снижение интенсивности мартенситного превращения, но, несмотря на это, оно все ещё остается доминирующим механизмом релаксации напряжений при пластической деформации. Рост усталостной трещины при комнатной температуре для данной стали протекает с интенсивным образованием мартенсита деформации. При этом, кластерный

анализ выявил три группы сигналов, которым были поставлены в соответствие скачки подрастающей вязкой трещины, образование дефектов упаковки и α' мартенситное превращение.

(7) Показано, что совокупная АЭ энергия кластера, отвечающего за мартенситное превращение, коррелирует с количеством образовавшегося мартенсита, измеренного с помощью магнитных методов.

СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи по теме диссертации, опубликованные в рецензируемых научных журналах, входящих в список ВАК и системы цитирования Web of Science и Scopus:

1. Müller A. The Portevin-Le Châtelier effect in a metastable austenitic stain-less steel / A. Müller, C. Segel, **M. Linderov**, A. Vinogradov, A. Weidner, H. Biermann // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2016. – Vol. 47. – №1. – P. 59-74.

2. **Linderov M.** Deformation mechanisms in austenitic TRIP/TWIP steels at room and elevated temperature investigated by acoustic emission and scanning electron microscopy / M. Linderov, C. Segel, A. Weidner, H. Biermann, A. Vinogradov // Materials Science and Engineering: A. – 2014. – Vol. 597. – P. 183-193.

3. **Линдеров М.** Особенности деформации ТРИП/ТВИП сталей при различных температурах по данным акустической эмиссии / М. Линдеров, К. Зигель, А. Виноградов, А. Вайднер, Х. Бирман // Вектор науки. – 2013. – №3 (25). – С. 208-212.

4. **Linderov M.** Effect of temperature on microstructure evolution in TRIP/TWIP steels during tensile deformation / M. Linderov, C. Segel, A. Vinogradov, A. Weidner, H. Biermann // The 12-th International Conference of the Slovenian Society for Non-Destructive Tasting. – Slovenia. – 2013. – P. 665-672.

5. Vinogradov A. Kinetics of deformation processes in high-alloyed cast transformation-induced plasticity/twinning-induced plasticity steels determined by acoustic emission and scanning electron microscopy: Influence of austenite stability on deformation mechanisms / A. Vinogradov, A. Lazarev, **M. Linderov**, A. Weidner, H. Biermann // Acta Materialia. – 2013. – Vol. 61. – №7. P. 2434-2449.

Публикации в других изданиях:

1. **Linderov M.** Monitoring of fatigue crack growth in austenitic TRIP/TWIP steels by acoustic emission techniques / M. Linderov, C. Segel, A. Weidner, H. Biermann, A. Vinogradov // 32nd European Conference on Acoustic Emission Testing. – Prague, Czech Republic. – 2016.

2. **Линдеров М.Л.** Кластерный анализ как одно из направлений развития метода АЭ для исследования деградации материалов / М.Л. Линдеров, Д.Л. Мерсон, А.Ю. Виноградов // XXII Петербургские чтения по проблемам прочности. – Санкт-Петербург. – 2016. – С. 29-32.

3. **Линдеров М.** Особенности роста усталостной трещины в метастабильных сталях при разных температурах / М. Линдеров, C. Segel, A. Weidner, H. Biermann, A. Виноградов // XIX Физика прочности и пластичности материалов. – Самара. – 2015. – С. 17.

4. Мюллер А. Кинетика механизмов пластической деформации в Cr-Mn-Ni ТРИП стали по данным акустической эмиссии / А. Мюллер, К. Зигель, **М. Линдеров**, А. Вайднер, Х. Бирман // XV международная научно-техническая Уральская школа-семинар молодых ученых-металловедов. – Екатеринбург. – 2014. – С. 171-173.

5. Biermann H. In Situ Acoustic Emission Measurements as a Possibility to Investigate the Kinetics of Deformation Mechanisms / H. Biermann, **M. Linderov**, C. Segel, A. Vinogradov, A. Weidner // 31st Conference of the European Working Group on Acoustic Emission - Dresden, Germany. – 2014. – P. 18.

6. **Линдеров М.** Изучение двойникования в ТВИП сталях с использованием метода акустической эмиссии / М. Линдеров, К. Зигель, А. Виноградов, А. Вайднер, Х. Бирман // VII евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур» - Москва. – 2014. – С. 133.

7. **Линдеров М.** Особенности деформации ТРИП/ТВИП сталей при комнатной температуре по данным акустической эмиссии / М. Линдеров, К. Зигель, А. Виноградов, А. Вайднер, Х. Бирман // 54 Международная конф. «Актуальные проблемы прочности» – Екатеринбург. – 2013. – С. 269-270.

8. **Линдеров М.** Особенности деформации ТРИП/ТВИП сталей при различных температурах по данным акустической эмиссии / М. Линдеров, К. Зигель, А. Виноградов, А. Вайднер, Х. Бирман // Физическое материаловедение VI Международная школа. – Тольятти: ТГУ. – 2013. – С. 14-16.