

**Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования  
«Тольяттинский государственный университет»**

На правах рукописи



Линдеров Михаил Леонидович

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

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:  
к.ф.-м.н., Виноградов А.Ю.

Тольятти  
2017

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ОГЛАВЛЕНИЕ .....	2
ВВЕДЕНИЕ.....	3
ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР.....	10
1.1. Анализ особенностей деформации и разрушения в метастабильных аустенитных сталях.....	10
1.1.1. Особенности протекания мартенситного превращения в ТРИП сталях.....	16
1.1.2. Особенности двойникования в ТВИП сталях.....	23
1.1.3. Методы, используемые для изучения процессов, протекающих при деформации в метастабильных сталях.....	25
1.2. Акустическая эмиссия: источники и регистрируемые параметры .....	28
1.3. Связь процессов, протекающих при деформации ТРИП/ТВИП сталей с параметрами АЭ.....	37
1.3.1. АЭ при дислокационном скольжении.....	37
1.3.2. АЭ при двойниковании .....	38
1.3.3. АЭ при мартенситных превращениях.....	39
Выводы.....	40
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ .....	42
2.1. Материалы и образцы .....	42
2.2. Испытательное оборудование.....	46
2.3. Запись АЭ сигналов .....	50
2.4. Обработка данных АЭ.....	52
3. КИНЕТИКА ПРОЦЕССОВ РЕЛАКСАЦИИ НАПРЯЖЕНИЙ В ТРИП/ТВИП СТАЛЯХ ПРИ РАСТЯЖЕНИИ ПО ДАННЫМ АЭ .....	56
3.1. Сталь 16Cr6Mn9Ni .....	65
3.2. Сталь 16Cr6Mn6Ni .....	71
3.3. Сталь 16Cr6Mn3Ni .....	75
Выводы.....	82
4. КИНЕТИКА РОСТА УСТАЛОСТНОЙ ТРЕЩИНЫ В ТРИП/ТВИП СТАЛЯХ ПО ДАННЫМ АЭ .....	84
4.1. Сталь 16Cr6Mn9Ni .....	88
4.2. Сталь 16Cr6Mn6Ni .....	92
4.3. Сталь 16Cr6Mn3Ni .....	96
Выводы.....	99
ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ.....	101
БЛАГОДАРНОСТИ.....	104
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	105

## ВВЕДЕНИЕ

### 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 задач.

### **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  $16Cr6MnXNi$  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 безпороговом 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 16Cr6MnXNi 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 безпороговым 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 16Cr6MnXNi 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 металлосведов-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 чтениях 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.

## ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

В главе рассматриваются полезные физико-механические свойства, которыми обладают стали с пластичностью наведенной мартенситным превращением и пластичностью, наведенной двойникованием, так называемые ТРИП/ТВИП эффекты. Рассматриваются процессы, протекающие при деформации в ТРИП/ТВИП сталях, а также имеющиеся методы по их изучению с указанием достоинств и недостатков. Подробно изучается метод акустической эмиссии, предлагаемый для анализа кинетики релаксации напряжений при пластической деформации в метастабильных сталях.

### **1.1. Анализ особенностей деформации и разрушения в метастабильных аустенитных сталях**

Мартенситное превращение является одним из основных способов упрочнения металлов, поэтому изучению особенностей его протекания было уделено значительное внимание. Особо здесь можно выделить работы школы Г.В. Курдюмова, согласно которым в 40-х годах была заложена теория мартенситных превращений, на основе обобщения результатов многочисленных экспериментов. Также было установлено, что мартенситное превращение может протекать не только при охлаждении, но и в процессе пластической деформации, что приводит к возникновению ряда новых явлений, к которым можно отнести следующие [1]:

1. Расширение температурного интервала, т.е. появление таких фаз, которые при данной температуре не наблюдаются.
2. Изменение кинетики мартенситных превращений.
3. Возникновение новых фаз (например, так называемый  $\varepsilon$ -мартенсит, особенности появления которого будут рассмотрены далее).
4. Изменение механических свойств (сверхпластичность, эффект памяти формы).

Изучение эффектов, наблюдаемых при фазовых превращениях во время пластической деформации, позволило разработать новые классы сталей с пластичностью, наведенной бездиффузионным мартенситным превращением. Такие стали получили название ТРИП сталей (от английского TRansformation Induced Plasticity), и обладают одними из лучших показателей прочности при достаточно высокой пластичности. Дальнейшее исследование особенностей протекания

мартенситного превращения при разных температурах, позволило разработать еще один класс высокопрочных сталей с пластичностью, наведенной двойникованием, которые стали называться ТВИП сталями (от английского TWinning Induced Plasticity). Для них характерны высокие показатели пластичности при хороших прочностных характеристиках. Схематично их положение, указанное в значениях прочности и пластичности, по сравнению с другими классами сталей изображено на *рисунке 1*. В качестве примера достижимости подобных механических свойств можно привести работу [2], где авторами была получена ТРИП сталь с пределом прочности  $\sigma_{в} \approx 1000 \text{ МПа}$  и относительным удлинением в  $\epsilon \approx 60\%$ .

В последнее время отдельными авторами [3, 4] сообщается о создании нового класса высокопрочных сталей, названных МБИП-сталями (от Micro Band Induced Plasticity), сочетающих в себе комбинацию высоких прочностных свойств ТРИП сталей с отличными показателями пластичности, которые присущи сталям с ТВИП эффектом.

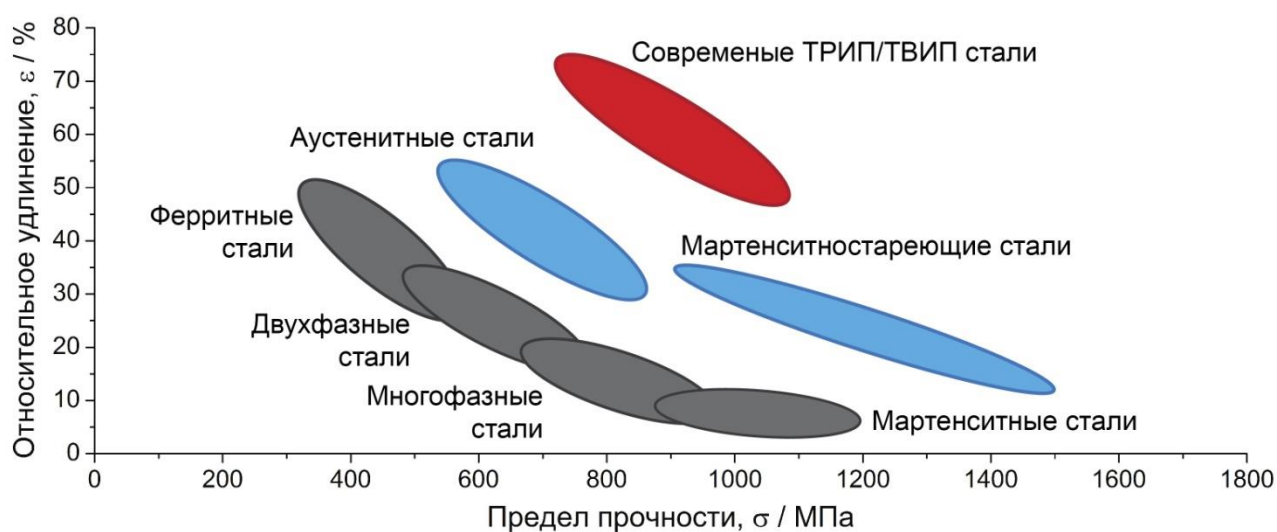


Рисунок 1 – Диапазон механических свойств для различных сталей (адапт. с [5])

Причины появления подобного удачного комплекса физико-механических свойств рассматривались во многих работах, к числу которых можно отнести недавние диссертации [6, 7]. Авторы указанных исследований связывают получение высоких показателей прочности и пластичности с дополнительным локальным упрочнением, которое обеспечивают процессы мартенситного превращения и двойникования. В результате наблюдается торможение макроскопической локализации пластической деформации, приводящей к утонению (образованию так называемой "шейки" на образце) с последующим разрушением.

Помимо высоких показателей по прочности и пластичности стали ТРИП/ТВИП класса обладают и другими важными свойствами:

1. Данные стали возможно прокатывать с большими степенями обжатия вплоть до 80-90%, что отмечалось как в отечественной<sup>1</sup> литературе [8, 9], так и в зарубежной [10, 11].
2. ТРИП стали обладают одними из самых высоких показателей по сопротивлению зарождению и распространению усталостных трещин [12, 13]. Схематически их положение по сравнению с другими сталями показано на *рисунке 2*.
3. Разработаны стали с метастабильным аустенитом, обладающие высокими коррозионными свойствами [14, 15].

Основной трудностью, с которой сталкиваются при разработке метастабильных сталей, обладающих заданными физико-механическими свойствами, является создание определенной стабильности аустенитной структуры.

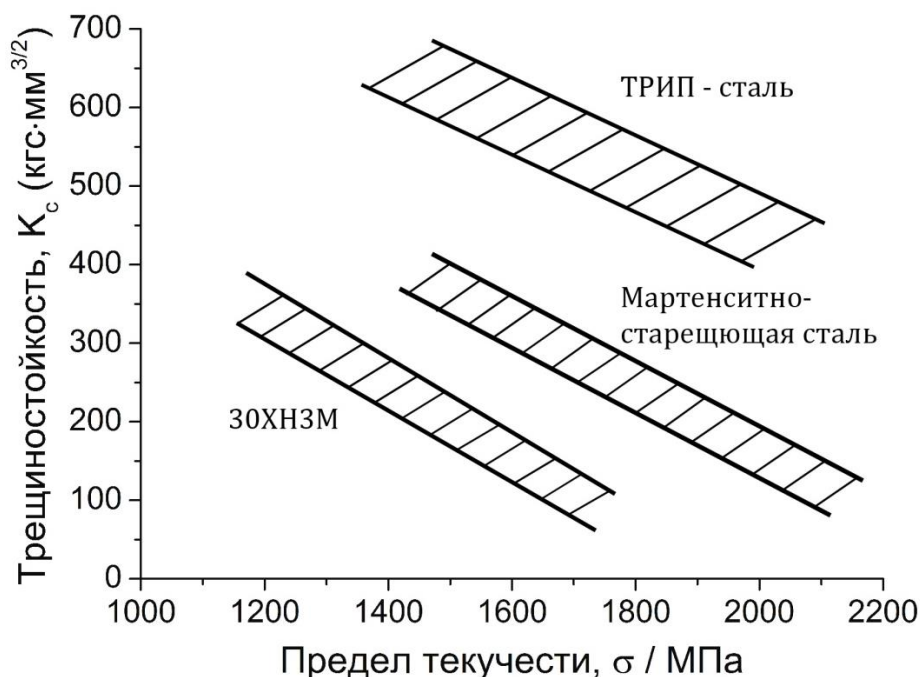


Рисунок 2 – Зависимость трещиностойкости  $K_c$  от предела текучести для различных сталей (адапт. по данным [12, 16])

<sup>1</sup> В указанных работах Л.А. Мальцевой исследовалась метастабильная сталь 03X14N11K5M2ЮТ для получения тонкой коррозионностойкой проволоки, используемой при производстве медицинского инструмента. Применение данной ТРИП стали, как указывал автор, позволило значительно упростить технологический процесс благодаря возможности использовать высокие степени обжатия, без проведения дополнительных отжигов.

Создание метастабильной структуры базируется на подборе легирующих элементов, способных расширять  $\gamma$  область [17] тем самым стабилизируя её при комнатной температуре (рисунок 3). Для практического применения наибольшее распространение получили стали, легированные *Mn* и *Ni*.

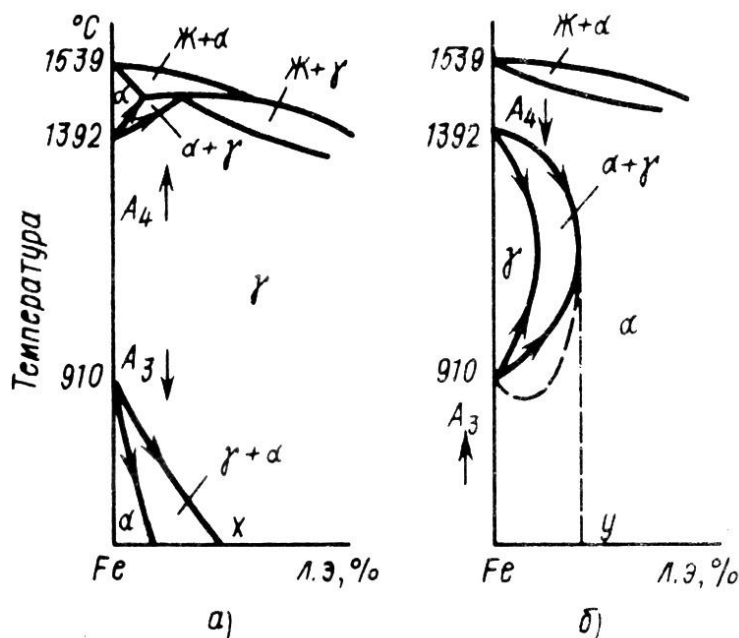


Рисунок 3 – Диаграммы состояния Fe – легирующий элемент: (а) *Mn*, *Ni*; (б) *Mo*, *V*, *Ti*, *Cr*, *W* [17 с. 165]

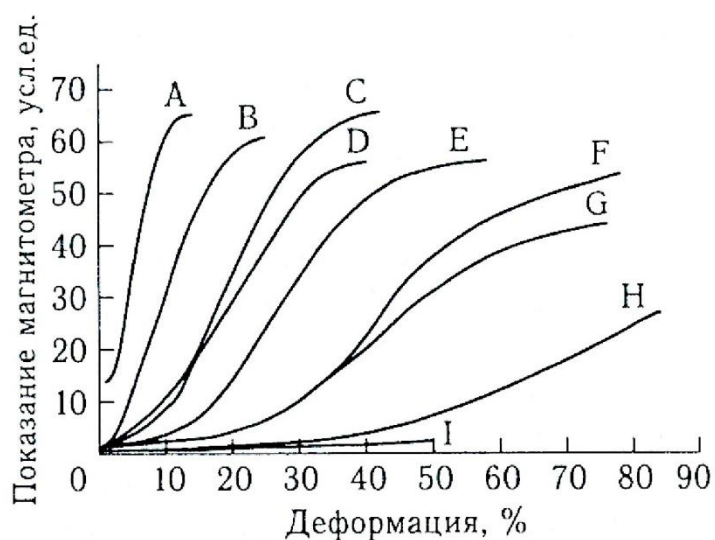
Один из принципов получения метастабильной структуры заключается в подборе такого химического состава, чтобы после закалки от 900-1200°C сталь имела устойчивую аустенитную структуру, с точкой начала мартенситного превращения, лежащей в криогенных температурах. Далее сталь подвергается пластической деформации с большими степенями обжатия, вплоть до 80%, при температурах 400-900°C. В процессе данной обработки аустенит обедняется углеродом, и точка начала мартенситного превращения повышается. При следующем нагружении возможно появление мартенсита деформации, обеспечивающего одновременно высокую прочность и пластичность. Главная трудность данного технологического процесса, для получения желаемых физико-механических свойств, заключается в подборе предварительной термообработки, во многом зависящей от используемого химического состава. В первом патенте на сталь с пластичностью, наведенной мартенситным превращением [18], указывался химический состав, приведенный в *таблице 1*, а для получения оптимального соотношения прочности и пластичности авторы предлагали

провести аустенизацию при 980-1200°C и прокатку со степенями деформации до 10% при температурах 600-980°C.

Таблица 1 – Химический состав, предложенный для ТРИП сталей в патенте *Zackay V.* и *Parker R.*, 1970 г.

№	Химически состав (%)					
	C	Cr	Mn	Ni	Si	Mo
№1	0,30	8	2	8	2	4
№2	0,25	н.д.	н.д.	24	н.д.	4
№3	0,24	н.д.	2	21	2	4

Подбор оптимального химического состава часто играет ключевую роль, так как от него во многом зависит, как количество образующегося при деформации мартенсита, так и интенсивность его образования, а значит и основной комплекс физико-механических свойств. Это было показано в работе [1], где исследовалась связь показаний магнитометра, помещенного на образец, с полученным относительным удлинением для Fe-Ni-Mn сплава, при плавном изменении содержания марганца от 3% до 6%. Из полученных данных следует, что оптимальные соотношения по пластичности наблюдается при содержании марганца в пределах от 4,8% до 5,0%



Сплав	C	Ni	Mn
A	0,03	22,8	3,34
B	0,03	22,8	3,70
C	0,03	22,8	3,98
D	0,02	22,8	4,00
E	0,03	22,65	4,63
F	0,025	22,9	4,86
G	0,03	22,9	4,91
H	0,01	22,7	5,05
I	0,01	22,8	6,05

Рисунок 4 – Влияние содержания марганца на количество образовавшегося мартенсита (по показаниям магнитометра) и на относительное удлинение [1, с. 170]

Другим важным критерием необходимым для получения оптимального комплекса физико-механических свойств в метастабильных сталях, является степень обжатия. Так в работе [19] рассматривалось влияние степени обжатия метастабильной стали на диаграмму растяжения (рисунок 5). Было установлено, что для получения оптимальных

механических характеристик требуется определенная степень обжатия, причем она, вероятнее всего, будет индивидуальной для каждого химического состава ТРИП/ТВИП сталей. Вероятнее всего, значительное изменение в физико-механических свойствах, представленных далее, связано с тем, что в углеродистых сталях при подобной деформации имеется возможность смещать интервал температур мартенситного превращения за счет выделения карбидов из аустенита [20].

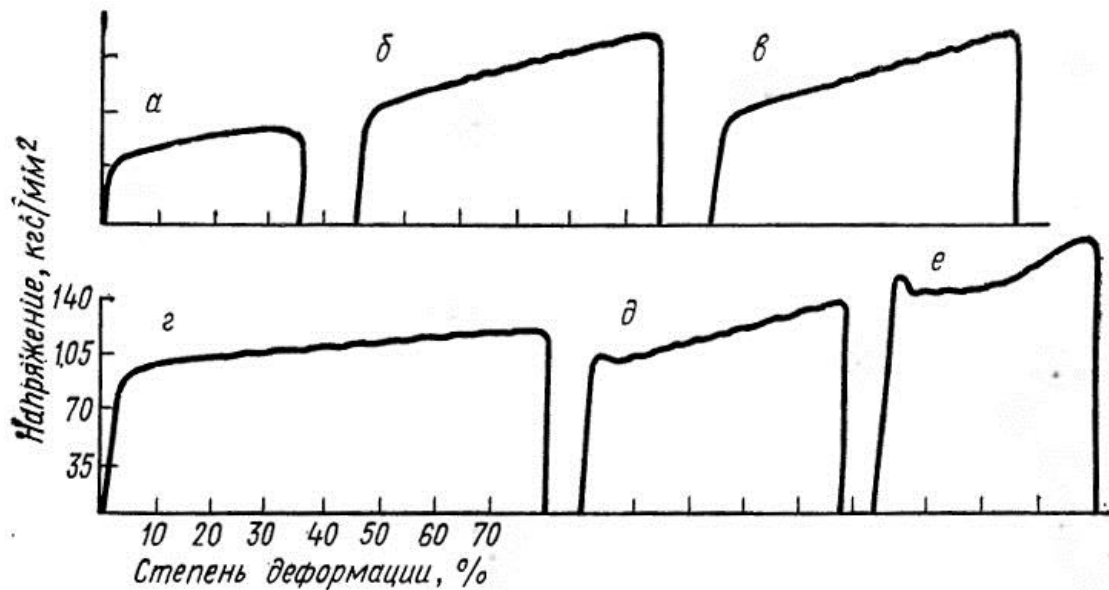


Рисунок 5 – Влияние степени обжатия при 450°C на вид кривой напряжения-деформация: а – 0%, б – 10%, в – 15%, г – 20%, д – 25%, е – 80% [19, с. 78]

Другой особенностью всех ТРИП/ТВИП сталей является высокая чувствительность их физико-механических свойств к температуре испытания. Экспериментально это было хорошо показано в работе [21] для ТРИП стали содержащей 0,3%С, 9%Cr, 8%Ni и 2%Mn, после предварительной деформации на 80% при 450°C (рисунок б). Из графиков следует, что для указанной марки стали существует узкий диапазон температур деформаций, порядка пятидесяти градусов, при котором она показывает максимальные значения пластичности при наличии достаточно высоких прочностных свойств.

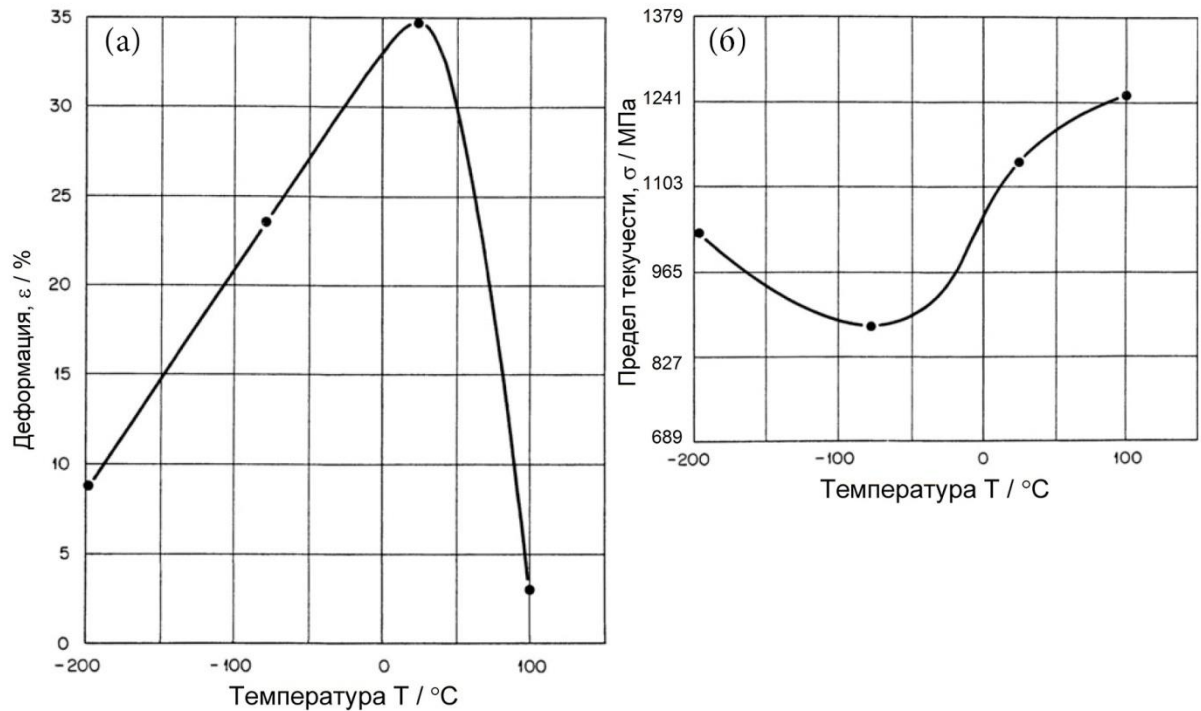


Рисунок 6 – Зависимость относительного удлинения (а) и предела текучести (б) от температуры испытания для метастабильной стали, содержащей 0,3% С, 9% Cr, 8% Ni и 2% Mn после деформации на 80% при температуре 450°C [21, с. 1888]

Далее подробно рассматриваются процессы, протекающие в ТРИП/ТВИП сталях, способствующие появлению высоких показателей, как по прочности, так и по пластичности.

### 1.1.1. Особенности протекания мартенситного превращения в ТРИП сталях

Мартенситное превращение, как уже отмечалось выше, является одним из широко исследуемых тем в современном материаловедении. Исторически оно стало изучаться как процесс, происходящий при скоростном охлаждении сталей, нагретых выше определенной температуры и приводящий к увеличению прочности изделия.

Фундаментальные исследования мартенситных превращений были проведены под руководством Г.В. Курдюмова. Им же было предложено следующее определение данного явления: «Мартенситным превращением называют полиморфное превращение, при котором изменение взаимного расположения составляющих кристалл атомов происходит путем их упорядоченного перемещения, причем относительные смещения соседних атомов малы по сравнению с межатомным расстоянием» [22]. Мартенсит в железоуглеродистых сталях представляет собой пересыщенный твердый раствор углерода в  $\alpha$ -железе [12].



Мартенситное превращение, протекающее при охлаждении, подчиняется общим законам фазовых превращений, происходящих в твердом состоянии. В качестве термодинамического стимула в данном случае выступает температура, при снижении которой становится энергетически выгоднее образование новой фазы. Процесс образования мартенситных кристаллов детально рассмотрен в работе [23], где исследовался их рост в отдельном аустенитном зерне при понижении температуры от 400°C до 360°C (рисунок 7).

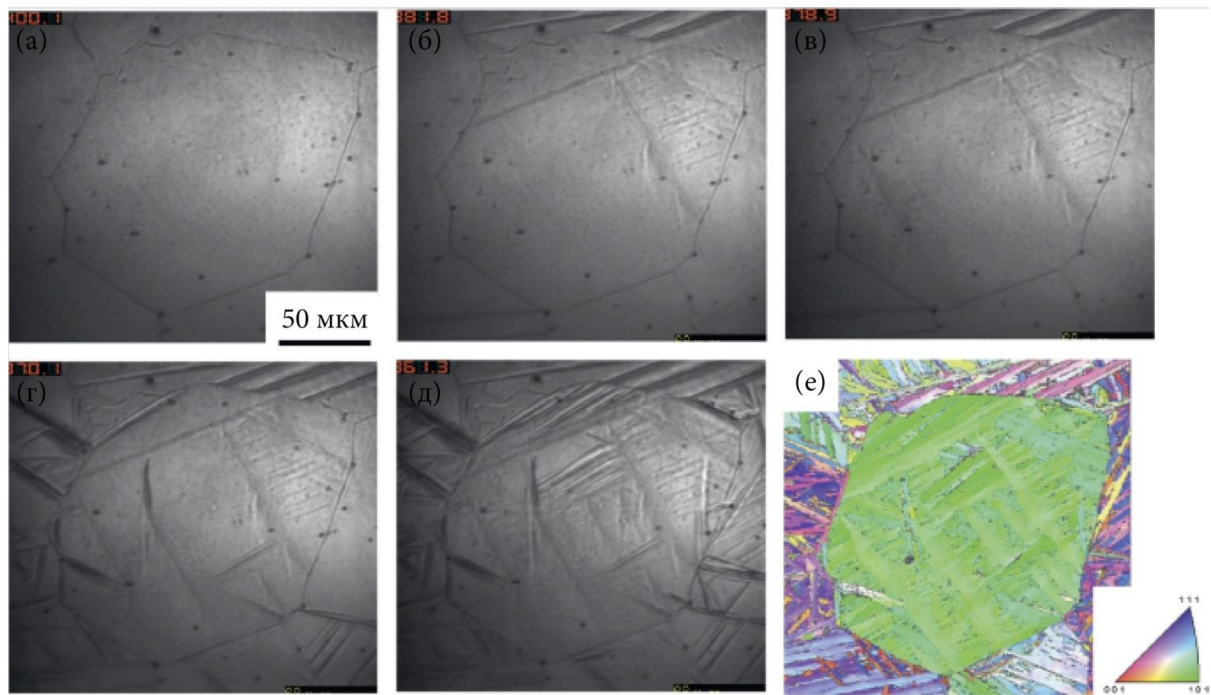


Рисунок 7 – Рост мартенситных кристаллов в зерне аустенита при снижении температуры от 400°C до 360°C и соответствующая карта в цветах обратной полюсной фигуры [23, с. 4835]

Исторически наибольшее количество исследований было посвящено мартенситному превращению, происходящему при охлаждении сталей, что рассмотрено в ряде монографий, например [24, 25]. Позже было экспериментально доказано, что данное превращение является одним из самых распространенных в твердых телах и наблюдается во множестве металлах и сплавах при разных условиях. Также было обнаружено, что для сталей возможно появление мартенсита не только при охлаждении. А.П. Гуляевым в работе [26] было предложено выделять следующие три вида мартенсита: мартенсит охлаждения, мартенсит напряжения и деформации. Таким образом, мартенситное превращение может выступать в двух видах: (I) в качестве фазового перехода I рода, инициируемого скоростным охлаждением и (II) как процесс, протекающий при деформации и инициируемый либо заданным уровнем напряжений

(мартенсит напряжения), либо заданным уровнем деформаций (мартенсит деформации). Как уже упоминалось, существует достаточно много работ, в которых исследуется образование мартенсита охлаждения, так как закалка на мартенсит является одной из самых важных технологических операций для увеличения прочности изготавливаемых изделий [27]. Исследований, посвященных образованию мартенсита в процессе деформации, проведено значительно меньше. Весомый вклад в изучение кинетики мартенситного превращения, протекающего при деформации, на территории постсоветского пространства внесли И.Н. Богачев и М.А. Филиппов, изучавшие поведение метастабильных сталей на марганцевой основе [28, 29], А.П. Гуляев и И.Я. Георгиева [30, 31], исследовавшие высокопрочные стали как с мартенситным превращением, так и с двойникованием, В.В. Сагарадзе и А.И. Уваров, в работах по изучению прочностных свойств аустенитных сталей [32, 33], В.Ф. Терентьев, детально изучавший проблемы усталости материалов, в том числе и метастабильных сталей [34, 35] и др. Из зарубежных авторов стоит выделить работы 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 др.

Впервые появление мартенсита при деформации было отмечено в работе [36], где указывалось, что при понижении температуры мартенситного превращения (точка  $M_n$  на диаграмме), ниже комнатной, пластическая деформация может инициировать переход из  $\gamma$ (ГЦК) в  $\alpha'$ (ОЦК) мартенсит. Причем количество образовавшегося мартенсита прямо пропорционально степени деформации.

Исследование микроструктуры мартенсита напряжения, образовавшегося под действием приложенной нагрузки, выявило значительные его сходства с мартенситом охлаждения, имеющего пластинчатую структуру. Отмечалось, что, в отличие от него, структура мартенсита деформации особенная: мелкая, реечная, высокодисперсная [37].

Условие образования мартенсита напряжения и деформации хорошо иллюстрирует схема Олсона-Коэна [38] (*рисунок 8*).

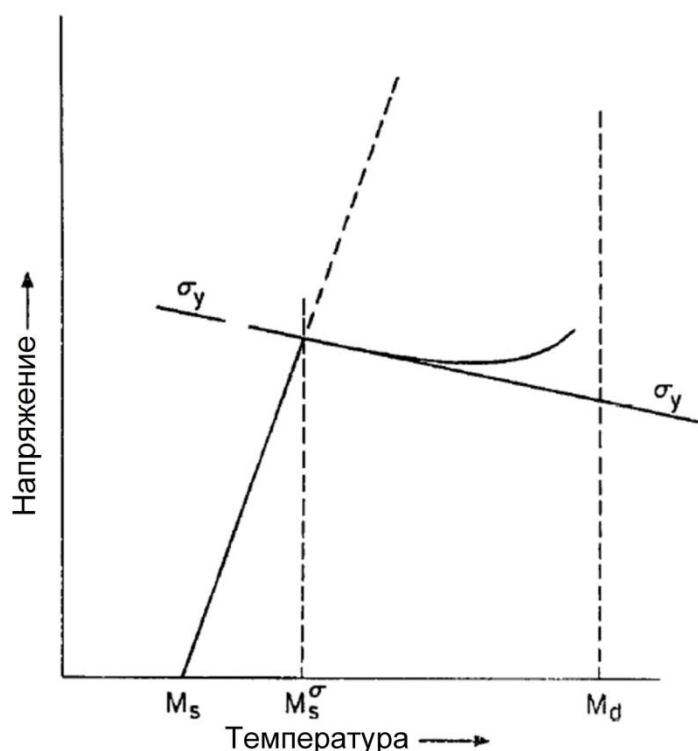


Рисунок 8 – Схема Олсона-Козна, иллюстрирующая условия образования мартенсита напряжения и деформации [38, с. 109]

По данной схеме видно, что при охлаждении ниже температуры  $M_s$  ( $M_n$ ) мартенситное превращение может протекать самопроизвольно, без какой-либо внешней нагрузки. Выше точки  $M_s$  ( $M_n$ ), но ниже  $M_s^\sigma$  ( $M_n^\sigma$ ) образуется мартенсит напряжения. При достижении точки  $M_s^\sigma$  ( $M_n^\sigma$ ) приложенная нагрузка становится сравнимой с пределом текучести аустенита, поэтому он начинает деформироваться первым. Образовавшийся в данном случае мартенсит, называют мартенситом деформации. Выше точке  $M_d$  ( $M_\delta$ ) мартенситного превращения не происходит.

Образовывающийся в процессе деформации мартенсит значительно улучшает механические свойства материала. Стали, претерпевающие данное превращение при деформации, показывают значительно большее удлинение при схожих прочностных характеристиках, чем аналогичные по химическому составу стали. Кроме того, такие стали при равном относительном удлинении имеют повышенную прочность на разрыв, по сравнению со сходными сталями без мартенситного превращения [39]. Это объясняют тем, что мартенсит деформации обладает повышенной плотностью дислокаций, по сравнению с мартенситом охлаждения. Он способствует дополнительному локальному упрочнению, препятствующему локализации пластической деформации в шейке, тем самым распределяя её по большей площади, что

приводит к замедлению разрушения. Именно по этой причине материалы с подобным эффектом значительно превосходят другие, например, по ударной вязкости.

Для получения высоких показателей прочности и пластичности необходимо, чтобы температура, при которой происходит деформация исследуемой метастабильной стали, находилась между точками  $M_n$  и  $M_d$ , что было показано для сплава, содержащего 29%Ni и 0,26C (рисунок 9) в работе [40].

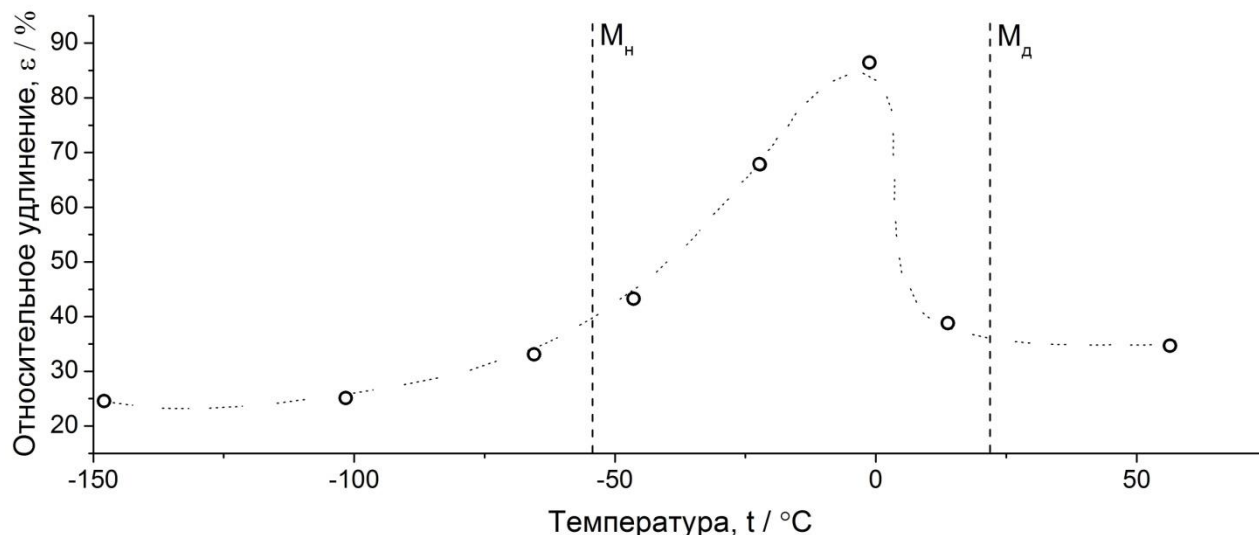


Рисунок 9 – Температурная зависимость относительного удлинения для сплава, содержащего 29%Ni, 0,26%С, остальное Fe, иллюстрирующая условия образования мартенсита деформации (адапт. по данным [40])

Также для получения оптимальных физико-механических свойств, важен размер зерна, так как от него зависит величина деформации, которую необходимо приложить, чтобы в нем образовались кристаллы мартенситной фазы. Так в работе [41] на стали содержащей 0,1%, 2% Mn, 1%Si аустенитные зерна размером 2...6 мкм превращались в мартенсит быстрее, чем более мелкие<sup>2</sup>.

Процесс превращения из  $\gamma$ (ГЦК) в  $\alpha'$ (ОЦК), часто может протекать через промежуточную фазу с ГПУ решеткой, так называемый  $\epsilon$ -мартенсит, что было замечено еще Шмидтом при рентгенографическом анализе Fe-Mn сплавов. Как рассчитывалось в работе [42], часто превращение ГЦК решетки в ГПУ является энергетически более выгодным, чем превращение сразу в ОЦК, так как в таком случае меняется лишь

<sup>2</sup> Таким образом, как было отмечено М.А. Штремелем, только «...строго дозированное образование мартенсита по мере деформации метастабильного аустенита обеспечивает максимум пластичности при некоторой температуре...» [42, с. 459].

«порядок укладки плотноупакованных слоев». Т.е. образование ГПУ решетки можно рассматривать как «ГЦК с дефектами упаковки в один слой».

Позже наличие данной фазы было также обнаружено и исследовано в работах других ученых [43, 44]. Таким образом, для метастабильных сталей процесс преобразования аустенита в другие структуры (фазы), может протекать по трем путям:  $\gamma \rightarrow \epsilon$ ,  $\gamma \rightarrow \alpha'$ ,  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ , что было хорошо показано для Fe-Mn сплавов с переменным содержанием марганца (рисунок 10).

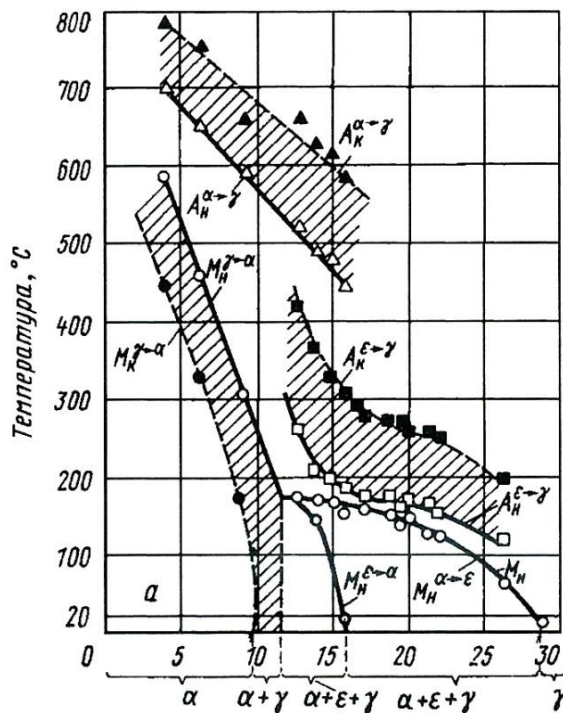


Рисунок 10 – Фазовая диаграмма сплавов Fe-Mn [12, с. 370]

Количественная оценка изменения каждой из фаз в зависимости от содержания углерода, проводилась для сплава с 12% Mn (рисунок 11), в работе [29]. Где видно, что содержание углерода значительно влияет на количество образовавшегося после пластической деформации  $\epsilon$  и  $\alpha'$ -фазы.

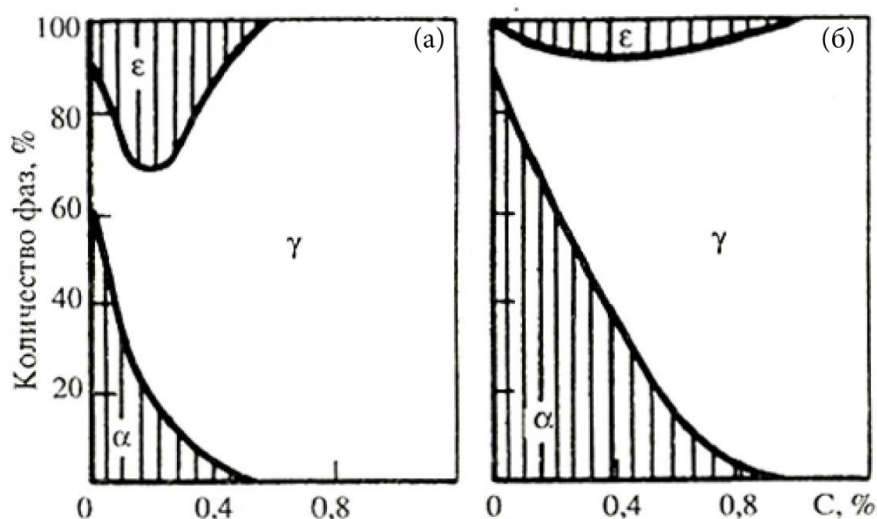


Рисунок 11 – Диаграмма фазового состава сталей, содержащих 12% Mn: (а) после закалки, (б) после закалки и пластической деформации [29, с. 154]

Исследования особенностей образования зародыша мартенситной фазы проводилось в работе [45], где на стали 18% Cr, 8% Ni было обнаружено, что зародыш  $\alpha'$  мартенситной фазы образуется у стыка двух серий дислокаций. В работе [46], проводимой на стали AISI 304, образование зародыша новой фазы было обнаружено при пересечении дефектов упаковки в полосе скольжения. Подобное же исследование процесса образования  $\epsilon$  и  $\alpha'$  фазы было проведено в колонне электронного микроскопа в работе под руководством Х. Бирмана [47] для исследуемых Fe-Ni метастабильных сталей (рисунок 12).

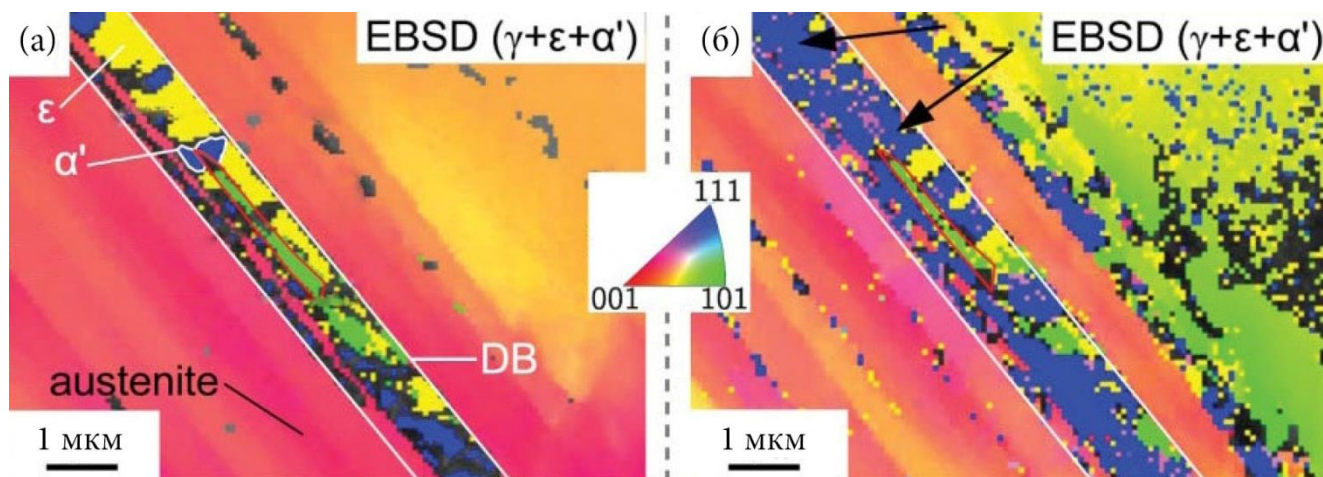


Рисунок 12 – Изменение микроструктуры по данным EBSD анализа для стали 16Cr6Mn6Ni, деформированной до относительного удлинения (а)  $\epsilon=9,9\%$  и (б)  $\epsilon=15,7\%$ :  $\gamma$  аустенит (ГЦК) показан в цветах обратной полюсной фигуры, желтым так называемый "ε-мартенсит" (ГПУ), синим  $\alpha'$  мартенсит и δ-феррит (ОЦК) [47. с. 519]

По данным представленной выше работы, пересечение деформационных линий после начала нагружения является зародышами для образования "ε-мартенсита" с ГПУ решеткой, который при дальнейшей деформации трансформируется в α'-мартенсит. При этом, используя технику высокого разрешения в сканирующем электронном микроскопе, теми же авторами было показано, что ГПУ структура "ε-мартенсита" образована плотной укладкой ламелей дефектов упаковки (*рисунок 13*).

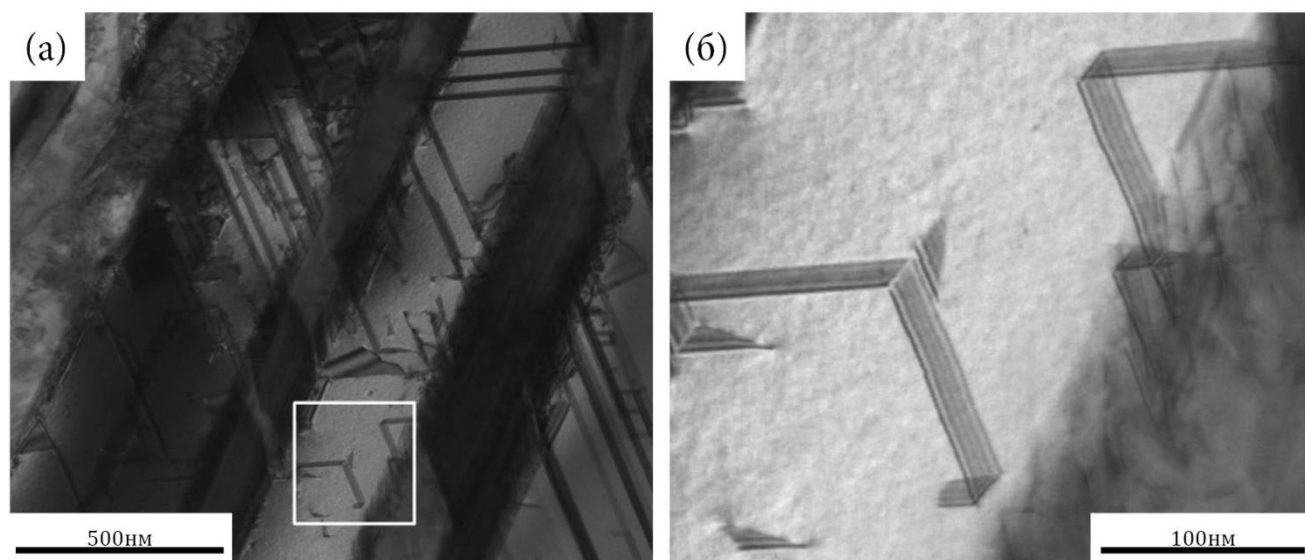


Рисунок 13 – Изображение, полученное на просвечивающем электронном микроскопе (STEM), подготовленной фольги из стали 16Cr6Mn6Ni после деформации до относительного удлинения  $\epsilon=8\%$ : (а) Деформационные полосы, состоящие из дефектов упаковки; (б) Отдельные дефекты упаковки от разных систем скольжения [47 с. 518]

### 1.1.2. Особенности двойникования в ТВИП сталях

Двойникованием называют образование областей с закономерным изменением ориентации кристаллографической структуры [48], при котором кристалл "делится" скачкообразно на две части и одна часть становится зеркальным отображением другой. Двойники (*рисунок 14*), как правило, наблюдаются при таких условиях, когда деформация скольжением затруднена, например, при растяжении металлов с ГПУ решеткой или при низких температурах.

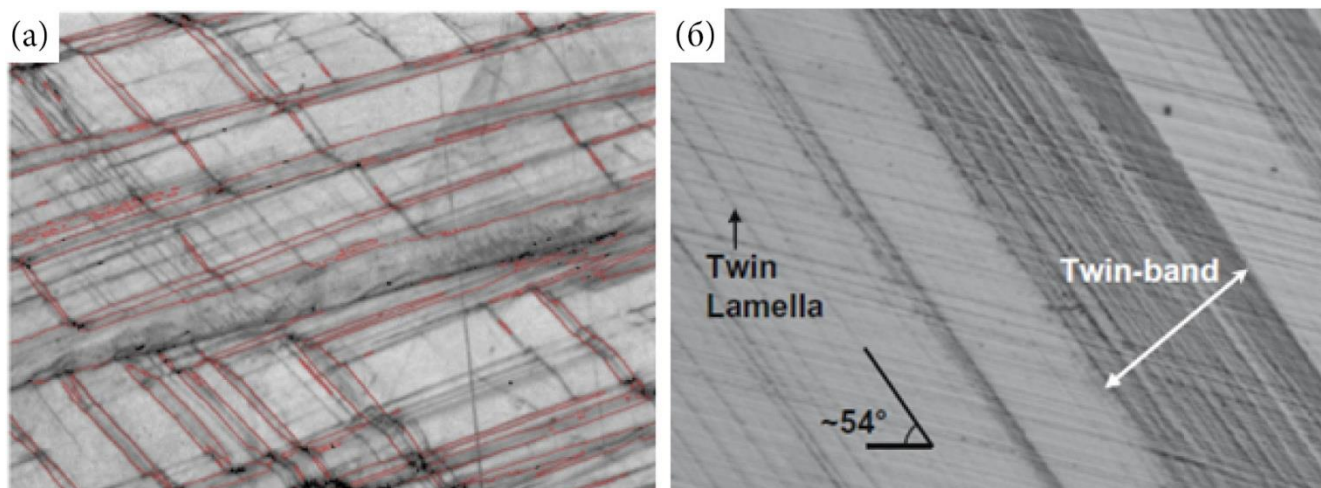


Рисунок 14 – Изображения двойников: (а) Двойниковые границы при деформации стали 16Cr-6Mn9Ni; (б) Отдельные двойники (twin lamella) и двойниковые линии (twin-band) [49, с. 1482]

Выделяют отдельные двойники, а также двойниковые полосы [49], состоящие из скоплений параллельных двойников, а также несколько систем двойникования: первичная, вторичная и т. д., различающиеся, как и системы дислокационного скольжения, критическим напряжением срабатывания той или иной системы. В работе [50] наличие разных систем двойникования показывалось на магниевом сплаве AZ31, а в работе [51] на ТВИП стали (Fe-22Mn-0,6C). Исследование их размеров, проводилось в работе [52], где было показано, что первичные двойники обладают значительно большей площадью, что также хорошо видно на *рисунке 14а*.

Явление повышения пластичности при интенсивном двойниковании во многом схоже с образованием мартенсита деформации. В обоих случаях наблюдаются: сдвиговый характер перестройки кристаллической решетки, тонкие протяженные двойникованные пластины, а также очень часто низкие температуры протекания. К особенностям можно отнести отсутствие объемных изменений при двойниковании, в отличие от мартенситного превращения.

Одно из первых систематических исследований, описывающее повышение пластических свойств, за счет двойникования было проведено на марганцевых сталях [53]. В нем с помощью просвечивающей электронной микроскопии было установлено, что максимальным показателям прочности и относительному удлинению (*рисунк 15*) соответствует наибольшая плотность двойников деформации.



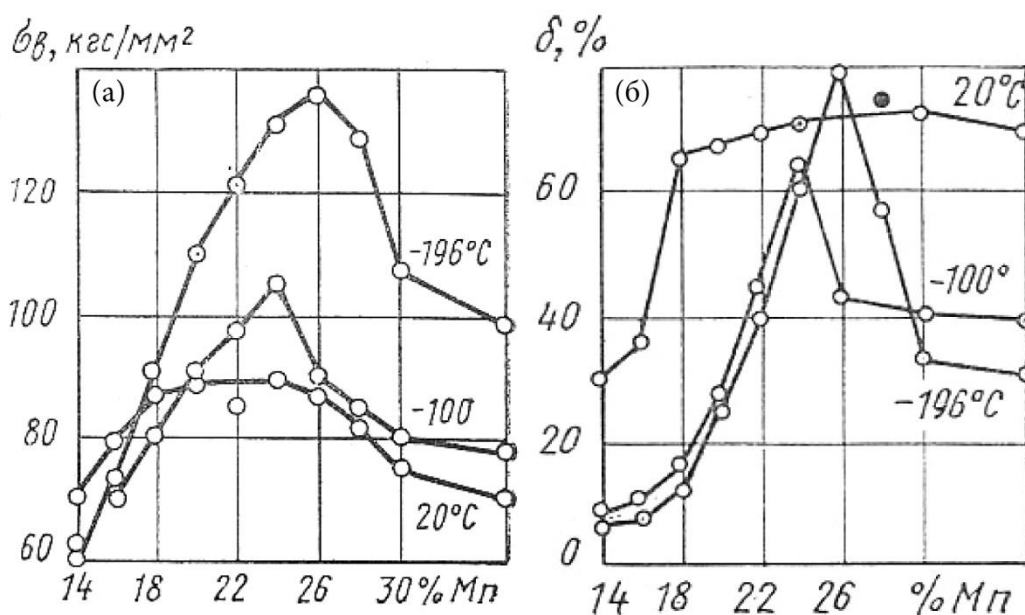


Рисунок 15 – Изменение относительного удлинения (а) и предела прочности (б) для Fe-Mn стали при различных температурах испытания и разном содержании марганца [53, с. 58]

Подобно появлению мартенсита деформации, двойникование обеспечивает равномерное распределение напряжений по длине образца, замедляя тем самым образование локализации деформации. Однако, для появления данного эффекта необходима определенная интенсивность двойников, иначе повышение пластических свойств не будет наблюдаться.

В настоящее время, во многих работах [49, 54], повышение пластичности при интенсивном двойниковании связывают с так называемым «динамическим эффектом Холла-Петча». Авторами указывается на схожесть между границами зерна и двойниковыми границами. Т. е. интенсивное образование двойников приводит к своеобразному измельчению зерен аустенита, в процессе деформации. Являясь барьерами для дислокационного скольжения, они, тем самым, обеспечивают равномерное распределение деформации по всей ширине образца.

### 1.1.3. Методы, используемые для изучения процессов, протекающих при деформации в метастабильных сталях

В ТРИП/ТВИП сталях наблюдается большой комплекс различных процессов, протекающих при деформации, к которым можно отнести: дислокационное скольжение, двойникование и мартенситное превращение (в том числе, образование в некоторых сталях так называемого "ε-мартенсита"). Для ускорения разработки и внедрения в производство новых марок ТРИП/ТВИП сталей требуется детальное изучение кинетики

этих процессов. Рассмотрим основные методы, используемые для этого в настоящее время.

Для идентификации процессов мартенситного превращения широкое распространение получили следующие методы: магнитометрический, рентгеновский анализ и высокоразрешающую электронную микроскопию с использованием технологии EBSD. Для магнитометрического метода идентификация мартенсита происходит по магнитной восприимчивости металла [55]. На основе этой технологии были сконструированы приборы, обеспечивающие возможность определения ферромагнитной фазы с достаточно для инженерных оценок точностью. Данные приборы отличаются компактностью и удобством использования, но позволяют производить измерения только в локальной области, на определенную глубину и не имеют возможности отличить  $\delta$ -феррит, который часто остается после охлаждения в нержавеющей сталях [56] от  $\alpha'$ -мартенсита, возникающего при деформации. В работе [57] было высказано предложение по определению содержания как  $\delta$ -феррита, так и  $\alpha'$ -мартенсита с помощью магнитных методов при нагревании, ввиду того, что  $\delta$ -феррит и  $\alpha'$ -мартенсит имеют разные точки Кюри:  $610^{\circ}\text{C}$  и  $650^{\circ}\text{C}$  соответственно, но данная процедура отличается большими затратами времени и не может быть использована в процессе проведения эксперимента.

Одними из самых важных и широко применяемых в материаловедении являются методы рентгеновской дифракции [58, 59]. Они нашли большое распространение, как для количественного, так и для качественного анализа и в обзорной статье по мартенситным превращениям [60] данные методы признаны основным для определения соотношения между мартенситной и аустенитной фазами. В работе [61] с его помощью изучалось поведение ТРИП стали после прокатки, в исследовании [62] рентгеновский метод использовался для обнаружения  $\varepsilon$ -фазы в метастабильном сплаве Fe-32%Ni после пластической деформации. Однако его применение весьма ограничено, так как для изучения толстых образцов требуется рентгеновское излучения высокой мощности<sup>3</sup>.

Одной из перспективных быстроразвивающихся технологий, используемой для идентификации отдельных составляющих структуры, является сканирующая электронная микроскопия с EBSD (Electron Back Scattered Diffraction – дифракция

---

<sup>3</sup> Средняя глубина проникновения рентгеновского луча для Co-пушки составляет 15-20 мкм, для Cr-излучения 75-80 мкм.

обратно отраженных электронов) анализом [63]. Данный метод обладает высокой точностью, но способен анализировать лишь небольшие участки, ограниченные несколькими миллиметрами (реально – субмиллиметрами) с малой глубиной проникновения<sup>4</sup>, т.е. характеризует двумерную структуру в сечении образца. Впрочем, максимальная область исследования образца, получаемая в сканирующем микроскопе с использованием данных техник обычно значительно больше той, что получается в просвечивающем электронном микроскопе.

Изучение двойникования проводится как с помощью оптических микроскопов, после обработки образцов специальными травителями для их выявления, так и с использованием сканирующей высокоразрешающей и просвечивающей электронной микроскопии. Данные методы при должной подготовке образцов позволяют детально исследовать двойники, появившиеся в материале после проведения эксперимента. Но для изучения кинетики их возникновения использование указанных способов связано с большими сложностями.

Изучение дислокационных структур традиционно проводится с использованием просвечивающей электронной микроскопии [64], что отличается большими трудозатратами, так как требует приготовления тонких фольг. Появление технологии ЕССИ (Electron Channelling Contrast Imaging) в сканирующей электронной микроскопии несколько упростило данную задачу, но также не позволяет изучать изменение их кинетики в реальном времени.

Общей проблемой всех указанных методов исследования микроструктуры, полученной после деформации, является то, что, обеспечивая различное, в том числе очень высокое пространственное разрешение, ни один из них не может быть применен в реальном времени или с удовлетворительным временным разрешением. Таким образом, ни один из указанных выше методов, в настоящее время, не способен определять кинетику развития процессов, протекающих при деформации в ТРИП/ТВИП сталях во время эксперимента.

В связи с развитием аппаратуры для высокоскоростной записи информации появилась возможность использовать неразрушающие методы контроля для изучения кинетики процессов в реальном времени. Одним из них, является использование метода

---

<sup>4</sup> Глубина проникновения зависит как от ускоряющего напряжения на электронной пушке, так и от изучаемого материала. Для чистого Al при мощности электронной пушки 40 кВ глубина проникновения составит порядка 100 нм.

акустической эмиссии. Ниже рассмотрим основные принципы метода АЭ, регистрируемые параметры и имеющиеся данные по их связи с процессами, протекающими при деформации в ТРИП/ТВИП сталях.

## **1.2. Акустическая эмиссия: источники и регистрируемые параметры**

Акустическую эмиссию определяют, как явление излучения материалом механических упругих волн, вызванных динамической локальной перестройкой его внутренней структуры [65]. В РФ данный термин утвержден в стандарте ГОСТ 27655 [66]. В зарубежном стандарте ASTM E1316 [67] к акустической эмиссии относят класс явлений, при которых переходные упругие волны порождаются быстрым высвобождением энергии от локальных источников внутри материала.

Первым, кто провел исследования АЭ для конструкционных сталей был Кайзер [68]. Также большой вклад в развитие метода АЭ внесли российские ученые В.А. Грешников, Ю.Б. Дробот, В.М. Баранов, А.М. Лексовский, Г.Б. Муравин, А.П. Брагинский и др. Из зарубежных ученых следует, прежде всего, отметить работы Х.Л. Данеган (H.L. Dunegan), С.Б. Скруби (C.B. Scruby), Х.Н.Г. Уадли (H.N.G Wadley), С.Х. Карпентер (S.H. Carpenter), Т. Киши (T. Kishi), Х. Хатано (H. Hatano), К. Оно (K. Ono), М. Отсу (M. Otsu) и др. В настоящее время акустическая эмиссия является одним из распространенных и широко развиваемых методов неразрушающего контроля.

К основным источникам сигналов хорошо регистрируемых методом АЭ относят [69]:

1. Пластическую деформацию (особенно за счет двойникования);
2. Образование и рост трещин;
3. Фазовые и структурные превращения.

АЭ получила широкое распространение в следующих областях [67]:

1. Поиск развивающихся трещин в материале;
2. Анализ развивающихся дефектов сварных соединений;
3. Поиск утечек.

Достаточно давно ведутся исследования связи АЭ со следующими областями:

1. Механика разрушения;
2. Коррозионная повреждаемость;
3. Мониторинг процессов термообработки.

### Ограничение и трудности в применении АЭ:

1. Данный метод является пассивным, поэтому необходимо создание напряженного состояния для активации движения дефектов, двойникования или фазовых превращений для регистрации АЭ.
2. Значительное влияние оказывают посторонние помехи: шумы и электрические наводки.
3. Сложность обработки, полученной информации, связанная в первую очередь с выделением слабого, особенно непрерывного, сигнала на фоне шума. Однако, в последнее время, с прогрессом вычислительной техники, наблюдается быстрое развитие цифровых методов обработки сигнала, предоставляющих новые инструменты для решения указанной проблемы, к которым можно отнести: применение кластерного анализ [70] и вейвлет анализов [71], а также использование Байесовского подхода [72].

Для регистрации и анализа сигналов АЭ производится различная аппаратура. Одними из лидеров в данной области являются фирмы Интерюнис и Диатон (Россия), Vallen Systeme (Германия) и Physical Acoustics Corporation, PAC (США). Блок-схема регистрации акустических волн представлена ниже (рисунок 16).

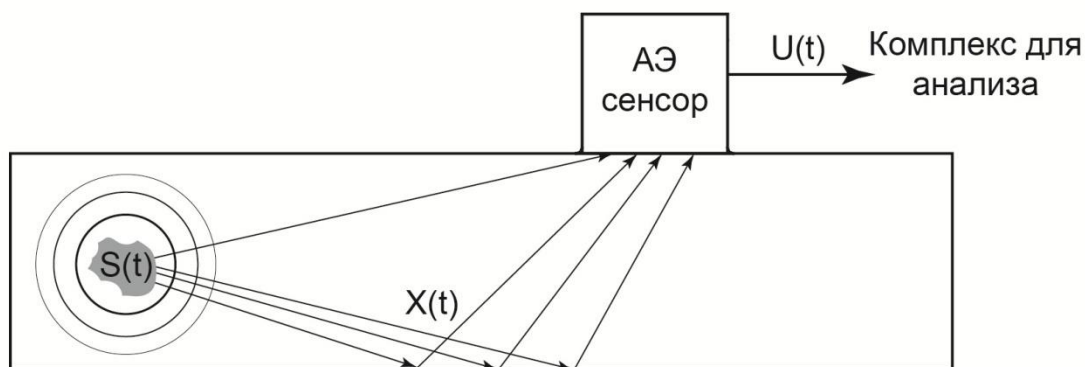


Рисунок 16 – Принципиальная схема распространения и регистрации сигналов АЭ

Главной сложностью в интерпретации акустических сигналов являются искажения, которые претерпевает акустическая волна, распространяясь внутри материала, отражаясь на внутренних и поверхностных неоднородностях и трансформируясь в электрический сигнал в датчике:  $S(t) \rightarrow X(t) \rightarrow U(t)$ . Основные виды искажений вносят:

1. Структурные свойства материала;
2. Отражения от границ, зависящие от размеров образца и наличия внутренних дефектов, таких как несплошности, сварные швы и т.д.;
3. Искажение сигнала при приеме пьезопреобразователем, зависящее от его АЧХ и ФЧХ характеристик;
4. Искажения, вносимые системой обработки сигналов, за счет применения различных фильтров.

Большой интерес для акустики представляется получение исходной функции источника  $S(t)$ , но данная задача очень сложна и в общем случае до конца еще не решена.

Основным инструментом, отвечающим за прием сигналов, является пьезодатчик, общее устройство которого показано ниже (рисунок 17).

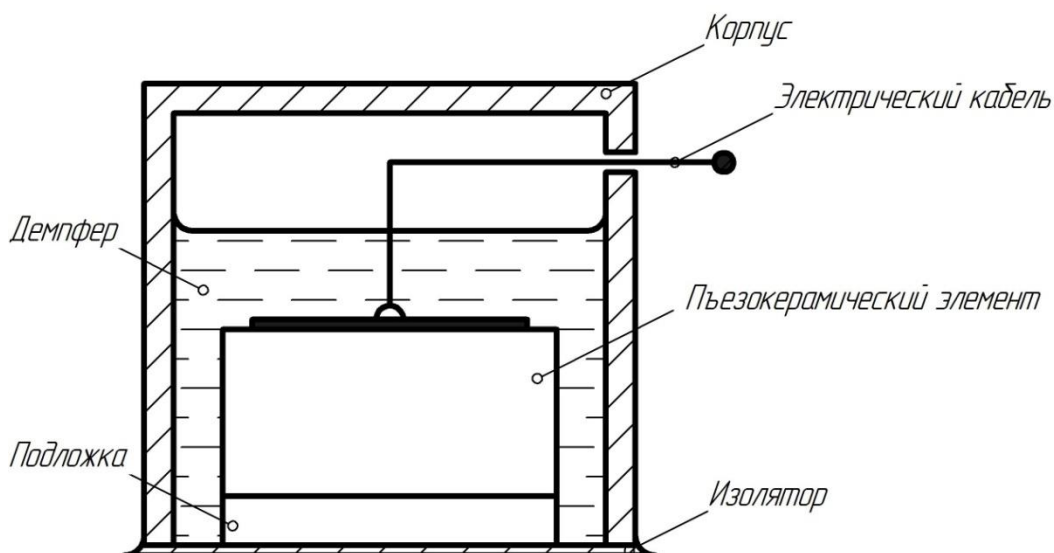


Рисунок 17 – Типичная конструкция резонансного датчика акустической эмиссии

Главными характеристиками АЭ датчика являются АЧХ (амплитудно-частотная характеристика) и ФЧХ (фазово-частотная характеристика). Для регистрации сигналов в широком диапазоне частот с наименьшими искажениями необходимо использовать широкополосные сенсоры, для которых желательно иметь АЧХ без значительных провалов в требуемом частотном диапазоне. С другой стороны, использование резонансных сенсоров, позволяет значительно увеличить чувствительность датчика, в полосе его рабочих частот. Поэтому поиск подходящего сенсора, является одной из

проблем метода, так как приходится выбирать либо высокую чувствительность, либо широкий частотный диапазон или искать компромисс между этими двумя величинами.

Другая сложность, связанная с акустической эмиссией, заключалась в записи, анализе и сравнении полученных данных. Исторически, при обработке АЭ сигналов сложился подход, в котором реальную форму сигналов пытались упростить для регистрации методами аналоговой электроники и свести к набору параметров, таких как максимальная амплитуда, длительность сигнала, количество импульсов и другие. Во многом это было обусловлено ограничениями, налагаемыми аппаратурой, так как использование подобного упрощения позволяло значительно сэкономить машинное время или упростить электронику. Но, с другой стороны, по этой причине появилось большое количество величин, которые призваны были характеризовать данный сигнал, но которые: (а) часто дублировали друг друга или сильно коррелировали друг с другом (например, АЭ энергия и напряжение RMS); (б) имели неоднозначную связь с процессами, генерирующими АЭ. Отсюда и появился достаточно широкий выбор в использовании АЭ параметров для описания процессов АЭ и возникла проблема “наиболее информативного параметра”. Это же являлось одной из причин появления значительной разницы в результатах обработки между экспериментами разных исследователей, использующих различные входные и выходные величины, характеризующие сигнал. Различие между множественными действующими процессами, в особенности, похожими и\или одновременно протекающими, вообще проводилось почти исключительно качественно по критериям, вводимым исследователями весьма произвольно.

В представленной работе применяется новый алгоритм кластерного анализа (подробнее он будет описан во второй главе), базирующийся на использовании функции спектральной плотности мощности, полученной из непрерывного сигнала “stream”, в качестве входной величины для разделения потока событий на группы (кластеры), соответствующие различным механизмам генерации АЭ. Как будет показано ниже, применение данного математически строгого алгоритма уменьшает неоднозначность в использовании параметров для АЭ. Однако для совместимости с предыдущими исследованиями и использование уже накопленной базы знаний по зависимости отдельных, вычисляемых из формы сигнала, АЭ параметров, от процессов,

протекающих в материале, из сигнала stream также возможно вычислить привычные параметры АЭ, как например, средневыпрямленное напряжение (RMS).

Принято все параметры разделить на две группы: рассчитанные исходя из временной области и из частотной области. Ниже приводятся наиболее общие параметры из названных областей, и указывается их связь с процессами, протекающими в материале.

Основным, наиболее полным, параметром АЭ, является *форма импульса*. Под ней понимают отклик пьезодатчика на единичное воздействие. В ней можно выделить стадию нарастания и спада, длительность и амплитуду сигнала. По форме импульса возможна классификация сигналов на группы, так как различным процессам, соответствуют разные по форме, амплитуде и длительности сигналы. На *рисунке 18* представлено схематичное изображение основных параметров сигнала и реальный сигнал, полученный при одноосном растяжении нержавеющей стали 316L.

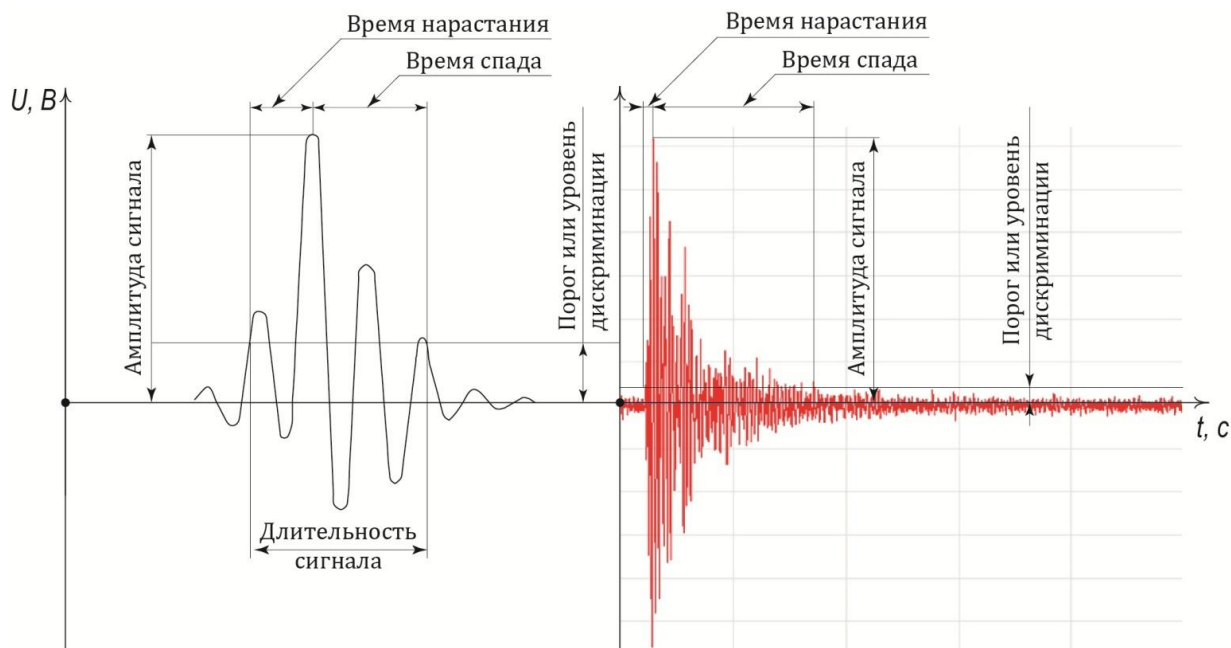


Рисунок 18 – Основные параметры АЭ сигнала, изображенные для схематического сигнала и реального сигнала, полученного при одноосном растяжении стали 316L

*Амплитуда сигнала* – это максимальное значение сигнала за определенный интервал времени. Характеризует величину сброса локальных напряжений в единицу времени в источнике акустических волн. Хорошо известно, что АЭ при деформации материалов с ГПУ решеткой протекает со значительно большей амплитудой, чем с ГЦК или ОЦК, так как происходит за счет двойникования. Также амплитуда АЭ сигналов при



хрупком разрушении значительно выше, чем при вязком. Комплекс факторов, оказывающих на неё влияние, показан далее (таблица 2).

Таблица 2 – Факторы, влияющие на амплитуду сигнала по данным [73]

<b>Факторы, повышающие амплитуду (Higher Amplitude Signals)</b>	<b>Факторы, снижающие амплитуду (Lower Amplitude Signals)</b>
Высокое напряжение ( <i>high strength</i> )	Низкое напряжение ( <i>low strength</i> )
Высокая скорость деформация ( <i>high strain rate</i> )	Низкая скорость деформации ( <i>low strain rate</i> )
Анизотропия свойств ( <i>anisotropy</i> )	Изотропность свойств ( <i>isotropy</i> )
Однородная структура ( <i>nonhomogeneity</i> )	Неоднородная структура ( <i>homogeneity</i> )
Большое сечение образца ( <i>thick section</i> )	Малое сечение образца ( <i>thin section</i> )
Двойникование ( <i>twinning materials</i> )	Без двойникования ( <i>nontwinning materials</i> )
Хрупкое разрушение ( <i>cleavage fracture</i> )	Деформация сдвигом ( <i>shear deformation</i> )
Низкая температура ( <i>low temperature</i> )	Высокая температура ( <i>high temperature</i> )
Материал с трещиной ( <i>flawed material</i> )	Материал без трещины ( <i>unflawed material</i> )
Мартенситное превращение ( <i>martensitic phase transformation</i> )	Трансформация без превращений за счет диффузии ( <i>diffusion controlled transformation</i> )
Движение трещины ( <i>crack propagation</i> )	Пластическая деформация ( <i>plastic deformation</i> )
Литая структура ( <i>cast structure</i> )	Структура после обработки ( <i>wrought structure</i> )
Большой размер зерна ( <i>large grain size</i> )	Малый размер зерна ( <i>small grain size</i> )

Амплитуда сигнала является одним из тех параметров, которые широко применяются при диагностике с использованием АЭ. Например, по амплитудам сигналов акустической эмиссии в работах, выполненных под руководством М.А. Штремеля, была предложена методика по оценке размеров внутренних трещин при растяжении образцов [74, 75]. Однако зависимость амплитуды АЭ от каждого из перечисленных в таблице 2 факторов достаточно сложна и во многом остается до конца не изученной.

Одним из широко используемых параметров АЭ является *энергия сигнала*, так как он часто имеет хорошую корреляцию с физическими процессами, протекающими в материале. По ГОСТ 27655 – это «энергия механических колебаний, выделяемая в месте локальной перестройке структуры». Вычислить её для отдельного источника акустической эмиссии не представляется возможным, поэтому под "энергией сигнала" понимается её электрический эквивалент, измеренный на выходе акустического преобразователя. К сожалению, из-за использования различного порога и также специальных процедур фильтрации, возникают сложности в интерпретации результатов между разными работами. В работе [76] рекомендуется в качестве энергетического эквивалента  $E$  использовать площадь под функцией кривой спектральной плотности мощности  $G(f)$  (1) (рисунок 19).

$$E = \int_{f_{min}}^{f_{max}} G(f) df \quad (1)$$

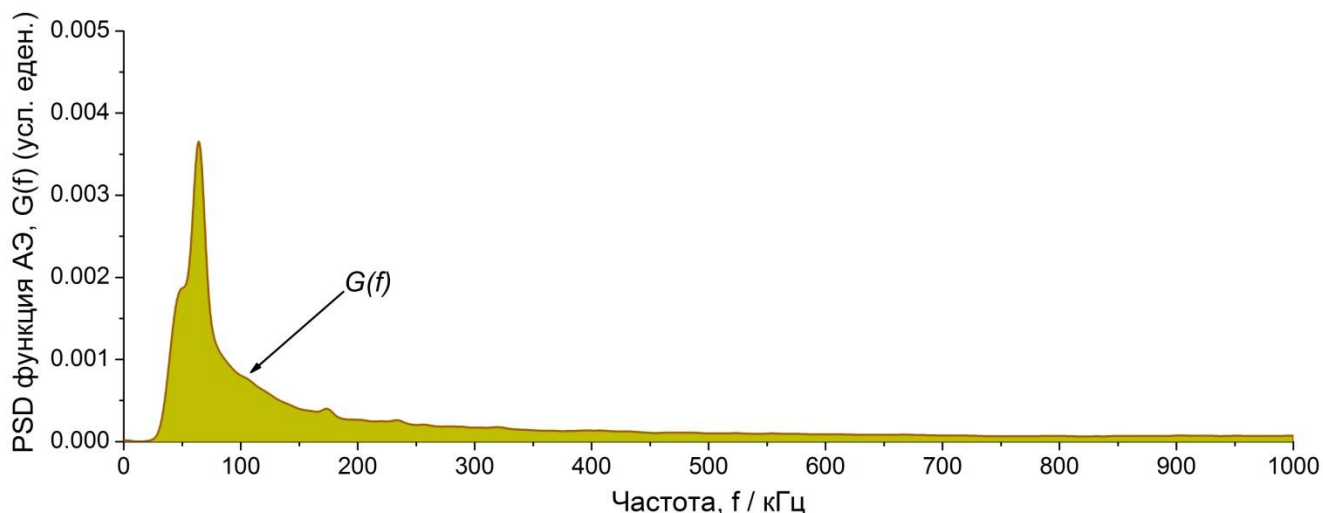


Рисунок 19 – Методика вычисления энергетического эквивалента сигналов АЭ

Использование в качестве источника для вычисления функции спектральной плотности необработанного непрерывно-записанного сигнала “stream” позволяет значительно сократить различия в энергетических параметрах между отдельными исследованиями. Однако это не поможет при использовании датчиков с сильно различающейся АЧХ характеристикой, а также при использовании разных фильтров высоких и низких частот.

*Мощность сигнала* – это энергия, выделяемая на нагрузке приемного преобразователя в единицу времени (2). По аналогии с энергией АЭ вычисляется её электрический эквивалент, выделяющийся под действием механических сигналов АЭ:

$$W = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \cdot \int_0^T u^2(t) \cdot dt \quad (2)$$

где  $W$  – мощность сигнала,  $T$  – интервал реализации,  $u$  – мгновенное значение сигнала.

Данный параметр имеет хорошую корреляцию с физикой явления. Например, связь этого параметра с содержанием примесей в металлах была рассмотрена в работах под руководством Д.Л. Мерсона [77, 78] на примере разбавленных растворов меди с цинком и кадмием. Было установлено, что с увеличением содержания примесей мощность АЭ сигналов падает, что автор связывал с уменьшением подвижности дислокаций.

*Число импульсов* – это «число зарегистрированных импульсов дискретной АЭ за интервал времени наблюдения» [66]. Данный параметр сигнализирует об активности источника, является исторически одним из первых регистрируемых параметров, который очень сильно подвержен всевозможным искажениям и проблемам, связанным с определением понятия единичного сигнала, часто не имеющего физического смысла. Поэтому, связь этого параметра с процессами, протекающими при деформации в материале, неоднозначна. Так для меди Cu 99,99% [79] и для Al [80] проводилось исследование размера зерна на суммарное число импульсов акустической эмиссии. Максимально количество импульсов для меди оказалось в области 70 мкм, а для алюминия 350 мкм, что свидетельствует о некой структурной чувствительности данного параметра. Как отмечалось в [81] данный параметр может быть применен только для описания потоков неперекрывающихся импульсов, да и то с большими оговорками, импульс большой амплитуды может быть сформирован потоком событий меньшей амплитуды и понятие сила импульсов является запутывающим и некорректным.

*Суммарная акустическая эмиссия* - это «число зарегистрированных превышений импульсами акустической эмиссии установленного уровня дискриминации (ограничения) за интервал времени наблюдения» [66]. Считается, что данный параметр несет информацию об интегральной повреждаемости объекта, например, изменение размеров или скорости развития трещины. Его использование позволяет сэкономить ресурс вычислительной системы при длительных испытаниях, но при этом возможна потеря части данных, имеющих амплитуду ниже порога дискриминации. Кроме того, возможность произвольного выбора порога делает этот параметр трудным для интерпретации результатов, полученных разными исследователями. К этому параметру применимы все замечания, сделанные для подсчета числа импульсов. Именно с принципиальной сложностью выбора параметров для вычисления числа импульсов и суммарной АЭ в отдельных работах сообщалось о невозможности идентификации процессов мартенситного превращения при деформации.

*Скорость счета* - это отношение суммарного счета АЭ к интервалу времени наблюдения.

*Огибающая* - это хорошо известная характеристика изменения амплитуды сигнала при постоянной частоте. Строго говоря, эта характеристика требует аккуратного вычисления с применением преобразования Гильберта, однако в акустической эмиссии

под огибающей подразумевается простая характеристика модуля электрического сигнала  $u(t)$ . Она позволяет оценивать тенденции в изменении сигнала АЭ. Для анализа широкое применение получила измеренная площадь под огибающей (MARSE – Measured Area of the Rectified Signal Envelope), так как данная величина чувствительна одновременно как к амплитуде, так и к длительности сигнала (3). Однако при наличии большого числа дискретных импульсов требуется аккуратная подборка времени осреднения, чтобы высокая АЭ энергия от отдельных дискретных импульсов не распределялась по излишне широкому временному интервалу.

$$MARSE = \frac{1}{T} \cdot \int_0^T |u(t)| \cdot dt \quad (3)$$

где  $T$  – время осреднения (величина плавающего окна),  $u$  – средневыврявленное значение электрического сигнала на выходе преобразователя.

*Активность АЭ* - общее число импульсов, отнесенное к единице времени. Указанный параметр позволяет оценить динамику процесса во времени.

*Амплитудное распределение сигналов* - это вероятностная характеристика, показывающая количество импульсов, которое попало в интервал от  $U$  до  $U + \Delta U$ . Формы подобного распределения указывает на процессы, протекающие в материале, хотя и не имеет явной, однозначно доказанной предсказательной связи с ними. Она качественно характеризует тип присутствующих в материале дефектов, а также характер разрушения: вязкое, хрупкое. По изменению наклона амплитудного распределения можно судить о смене механизма разрушения в процессе деформации.

*Амплитудно-временное распределение* показывает вероятность появления сигнала с амплитудой от  $U$  до  $U + \Delta U$ , за время от  $T$  до  $T + \Delta T$ . Данный параметр указывает на тип развивающихся дефектов.

*Спектральная плотность* – это кривая, описывающая распределение мощности сигнала в зависимости от частоты. Одной из важных величин, получаемых из данной функции, является *медианная частота*  $f_m$  [81]. Частота, делящая кривую спектральной плотности  $G(f)$  на две равные по площади части (4). Она является интегральной характеристикой всех процессов, протекающих в материале.

$$\int_0^{f_m} G(f) df = \int_{f_m}^{\infty} G(f) df \quad (4)$$

Данный список далеко не полный и отражает лишь наиболее часто встречающиеся характеристики АЭ. Таким образом, метод акустической эмиссии обладает широкими возможностями идентификации различных процессов, происходящих при нагружении материала. Техническая возможность записывать АЭ сигнал без порога, позволяет получить наиболее полную картину об исследуемых явлениях. Далее будут рассматриваться процессы, протекающие при деформации в ТРИП/ТВИП сталях по отдельности и их связь с параметрами акустической эмиссии.

### **1.3. Связь процессов, протекающих при деформации ТРИП/ТВИП сталей с параметрами АЭ**

При пластической деформации ТРИП/ТВИП сталей возможно протекание целого комплекса процессов, к которым можно отнести движения дислокаций и двойникование, мартенситное превращение и эффект Портевена – Ле-Шателье. Каждый из указанных процессов возбуждает в материале специфические ультразвуковые колебания, которые могут быть зарегистрированы датчиком акустической эмиссии. В данном подразделе обсуждаются теоретические и экспериментальные исследования указанных выше явлений в различных материалах с использованием метода АЭ. Также выделяются наиболее информативные параметры акустической эмиссии, характеризующие данные процессы.

#### **1.3.1. АЭ при дислокационном скольжении**

Основным механизмом пластической деформации, а соответственно, одним из основных источников сигналов АЭ является дислокационное скольжение. В работах [82, 83] теоретически было рассчитано, что появление сигнала акустической эмиссии возможно при выходе дислокаций на поверхность. Экспериментально было доказано появление звуковой волны при переходе дислокаций через границу раздела двух сред [84].

За возникновение сигналов акустической эмиссии могут быть ответственны следующие дислокационные механизмы:

1. Отрыв дислокационных петель от точек закрепления [85, 86].
2. Размножение дислокаций с помощью источника Франка-Рида, которое теоретически было рассчитано в работе [87] и экспериментально доказано в [88] на монокристаллах LiF и KCl.

3. Аннигиляция дислокация противоположного знака и выход дислокации на свободную поверхность (последнее интерпретируется как аннигиляция решеточной дислокации с дислокацией изображения на поверхности).
4. Кооперативное скольжение дислокаций и неоднородности пластического течения с ним связанные.

В ранних работах энергия акустической эмиссии сравнивалась с кривой Гилмана, описывающей зависимость плотности подвижных дислокаций от величины пластической деформации. Но, вероятно, по причине большого влияния как структуры материала, так и условий деформации на акустическую эмиссию, удалось найти хорошую корреляцию такого вида только для одного материала Al7075 [89].

Из анализа рассмотренных работ можно сделать вывод, что, несмотря на возросший уровень чувствительности АЭ аппаратуры, количественное описание дислокационного скольжения сопровождается большими трудностями, связанными с малой амплитудой генерируемого смещения поверхности. Существенным фактором, ограничивающим чувствительность метода, является шум испытательной установки (электрический и механический), маскирующий слабые дислокационные сигналы.

### 1.3.2. АЭ при двойниковании

Особенности поведения АЭ при двойниковании исследовалось достаточно интенсивно. В работе [90] при изучении деформации монокристаллов цинка, установлено, что каждому акту двойникования соответствует отчетливая вспышка АЭ<sup>5</sup>.

В работе [91] было установлено, что двойникам свойственна большая скорость, а мощность АЭ, которую они генерируют, значительно, на несколько порядков, превышает мощность АЭ от движения дислокаций, поэтому двойники при записи АЭ появляются в виде коротких импульсов большой амплитуды. Это было экспериментально подтверждено при растяжении и сжатии монокристаллов индия [92], а также при испытаниях материалов с эффектом Баушингера [93].

В работе [94], выполненной под руководством А.Ю. Виноградова на поликристалле чистого магния, была экспериментально установлена линейная зависимость пиковой амплитудой ( $U_p$ ) сигналов акустической эмиссии от размера (длины) образовавшегося двойника (рисунк 20).

---

<sup>5</sup> Это можно было еще предположить при двойниковании олова ("крик олова" по Чохральскому), но тогда не было соответствующей аппаратуры.

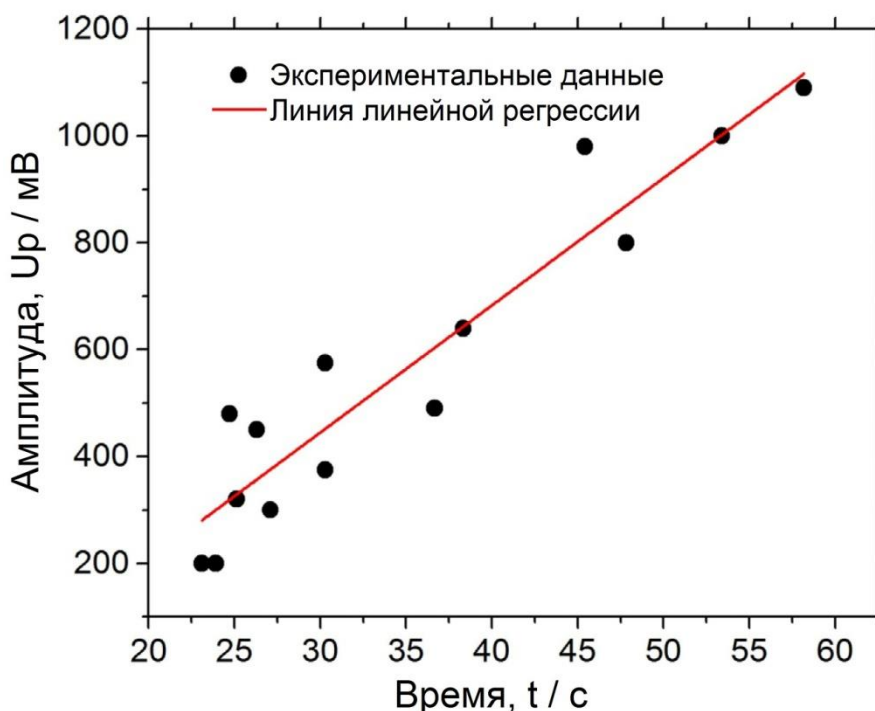


Рисунок 20 – Зависимость амплитуды АЭ от длины образовавшегося двойника [94, с. 419]

### 1.3.3. АЭ при мартенситных превращениях

Одной из первых работ по изучению звуковых волн при появлении мартенсита охлаждения является работа [95]. Позже стали разрабатываться методики по использованию метода АЭ для контроля термообработки, где он показал хорошую корреляцию с кривыми мартенситного превращения.

В работе [96] было установлено, что мартенситное превращение при охлаждении является очень мощным источником сигналов АЭ и может быть легко детектировано в отличие от перлитного и бейнитного. Исследование скорости мартенситного превращения проводилось в работе [97], где было показано, что она соизмерима со скоростью распространения звуковой волны в данном материале. Время образования отдельных мартенситных кристаллов по данным [98] составляет 0.1 мкс.

Изучение формы АЭ сигналов при мартенситных превращениях в работе [99] показало, что они имеют дискретный характер.

В отдельных работах исследовалась связь количества образовавшегося мартенсита охлаждения с числом АЭ импульсов, но к однозначному выводу авторы работ не пришли. Так в работе [100] сообщалось, что на один импульс приходится 15

пластинок мартенсита, а в работе [101] 60 пластинок. В более поздних работах [102, 103] авторы сделали предположение, что отдельный импульс АЭ связан с образованием отдельной мартенситной пластиной. Однако выделить сигнал акустической эмиссии, соответствующий образованию отдельного кристалла мартенсита, пока не удается. Вероятной же причиной такого расхождения между числом импульсов и количеством мартенситных пластин, является запись АЭ с использованием разного порога, в ходе чего могли быть потеряны полезные сигналы.

Исследование АЭ при появлении мартенсита деформации посвящено значительно меньшее количество работ. Основные источники АЭ были описаны в исследованиях [104, 105], где появление сигналов при данном превращении авторы связывали с выходом мартенситных линий из границы аустенитного зерна.

В отдельных работах, посвященных изучению АЭ в ТРИП/ТВИП сталях, указывается, что сигналы акустической эмиссии, ассоциированные с мартенситным превращением, как и в случае двойникования, имеют импульсный характер. Так в работе [106] изучалась АЭ при усталостных испытаниях нержавеющей стали 304L. Автором было установлено, что сигналы, ассоциированные с мартенситным превращением, обладали наименьшим значением времени нарастания и спада<sup>6</sup> при высокой частоте следования. В других работах [107, 108] также предпринимались попытки изучить кинетику мартенситного превращения в ТРИП сталях с помощью анализа сигналов акустической эмиссии, однако удавалось получить только совокупные характеристики всех процессов, протекающих при деформации.

## **Выводы**

(1) ТРИП/ТВИП стали обладают очень удачным комплексом физико-механических свойств, сочетающим в себе высокие показатели прочности при хороших пластических свойствах. Это обеспечивается за счет процессов, протекающих при деформации, к которым можно отнести: дислокационное скольжение и двойникование, движение дефектов упаковки и мартенситное превращение. Понимание кинетики

---

<sup>6</sup> По данным авторов [106], время нарастания сигналов, ассоциированных с мартенситным превращением, составляло  $\approx 1$  мкс, а продолжительность 102-133 мкс. Для сигналов от движения скоплений дислокаций теми же авторами были получены следующие значения: время нарастания 72-94 мкс, продолжительность 324-326 мкс. Средняя частота сигналов, ассоциированных с мартенситным превращением, составила 112-140 кГц, с дислокационным скольжением 61-63 кГц.



данных процессов является важным фактором для разработки новых сталей ТРИП/ТВИП класса.

(2) В настоящее время нет метода, способного идентифицировать и изучать кинетику процессов, протекающих при деформации в ТРИП/ТВИП сталях во время проведения эксперимента. По изменению магнитных свойств возможно изучение количества образовавшегося мартенсита деформации, но данный способ не позволяет идентифицировать дислокационное скольжение и двойникование. Для дательного изучения всех процессов, возможно применение высокоразрешающей электронной микроскопии и рентгеновского анализа, но возможности их применения в процессе испытания очень ограничены.

(3) Метод акустической эмиссии предоставляет уникальную техническую возможность регистрации каждого из процессов, протекающих при деформации ТРИП/ТВИП сталей. Использование современного оборудования, способного записывать полностью весь сигнал без порога, а также различных математических алгоритмов, лежащих в основе распознавания образов, может позволить изучить кинетику указанных выше процессов по отдельности.

## ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

### 2.1. Материалы и образцы

Для проведения исследований использовались экспериментальные ТРИП/ТВИП стали, выплавленные фирмой АСТech (Фрайберг, Германия) [109] с химическим составом, обеспечивающим различную стабильность аустенита путем значимых изменений содержания никеля: 3%, 6% и 9% (таблица 3).

Таблица 3 – Химический состав исследуемых ТРИП/ТВИП сталей

Материал	Химически состав (%)						
	C	Cr	Mn	Ni	Si	Al	N
16Cr6Mn3Ni	0,05	16,0	6,4	3,2	0,8	0,06	0,06
16Cr6Mn6Ni	0,08	16,0	6,0	6,1	1,0	0,05	0,05
16Cr6Mn9Ni	0,04	15,3	5,8	8,6	0,9	0,07	0,05

Определение ожидаемой исходной фазовой структуры нержавеющей сталей осуществлялось с использованием диаграммы, предложенной А. Шеффлером [110]. Положение на диаграмме исследуемых сталей находилось согласно эквивалентам по хрому и никелю по следующим формулам (5-6):

$$Ni_{\text{экв}} = \%Ni + 30\%C + 18\%N + 0,5\%Mn + 0,3\%Co + 0,2\%Cu - 0,2\%Al \quad (5)$$

$$Cr_{\text{экв}} = \%Cr + \%Mo + 1,5\%Si + 0,5\%W + 0,9\%Nb + 1,5\%V + 0,9\%Ta + 4\%Al + 4\%Ti \quad (6)$$

Исследуемые в работе материалы показаны соответствующими цветами: красным, для стали, содержащей 3% Ni, зеленым – 6% и синим – 9%, соответственно (рисунок 21).

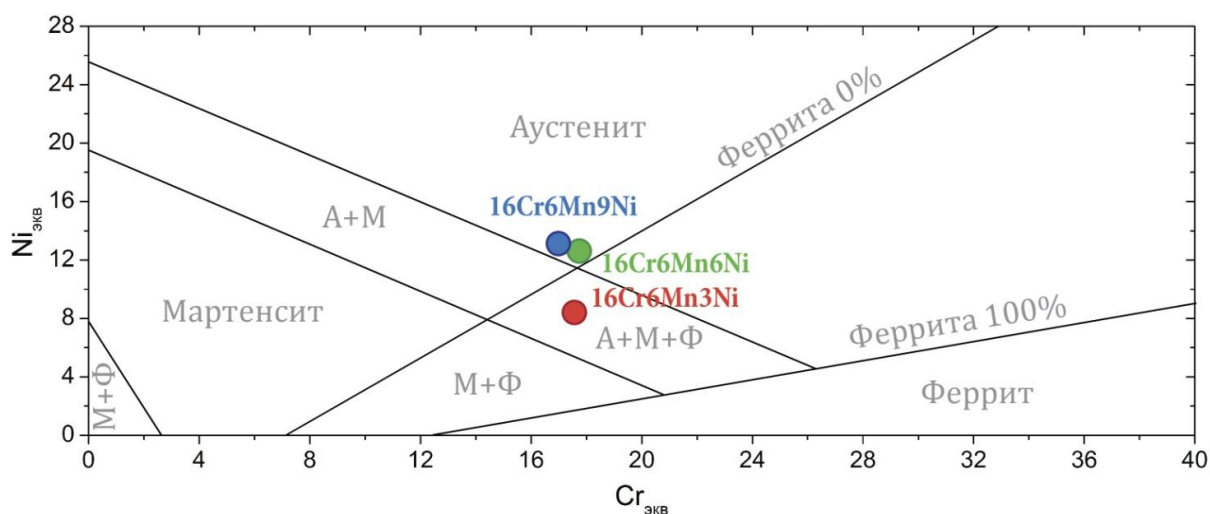


Рисунок 21 – Структурная диаграмма А. Шеффлера [110] с указанием положения исследуемых нержавеющей сталей: 16Cr6Mn3Ni – красным, 16Cr6Mn6Ni – зеленым, 16Cr6Mn9Ni – синим

Из диаграммы Шеффлера следует, что сталь 16Cr6Mn3Ni может иметь некоторое количество остаточного  $\delta$ -феррита, который наравне с мартенситом должен идентифицироваться ферритоскопом и EBSD анализом.

Важным показателем стабильности нержавеющей сталей является энергия дефекта упаковки (ЭДУ). Данная величина зависит от процентного содержания компонентов, входящих в материал. В текущей работе она оценивалась исходя из модели [111], базирующейся на энергии дефекта упаковки чистого железа с учетом влияния легирующих элементов, по формуле (7):

$$\gamma_{SF} = \gamma_{SF}^0 - 1,34\% \text{Mn} + 0,06\% \text{Mn}^2 - 1,75\% \text{Cr} + 0,01\% \text{Cr}^2 + 15,21\% \text{Mo} + 1,59\% \text{Ni} - 5,59\% \text{Si} - 60,69(\% \text{C} + 1,2\% \text{N})^{0,5} + 26,27(\% \text{C} + 1,2\% \text{N}) \times (\% \text{Cr} + \% \text{Mn} + \% \text{Mo})^{0,5} + 0,61(\% \text{Ni}(\% \text{Cr} + \% \text{Mn}))^2 \quad (7)$$

Оценка данной величины позволяет предсказать, какой механизм пластической деформации является наиболее энергетически выгодным. В сталях с низкой ЭДУ (низкая стабильность аустенита) наблюдается мартенситное превращение при деформации и, наоборот, в сталях с высокой ЭДУ (высокая стабильность аустенита) при деформации следует ожидать двойникование. Согласно модели [112], деформация стали 16Cr6Mn3Ni при комнатной температуре должна протекать с интенсивным образованием мартенсита, сталь 16Cr6Mn9Ni должна в значительной мере деформироваться с образованием двойников, а в стали, содержащей 6%Ni, возможно протекание как двойникования, так и мартенситного превращения.

Точка начала мартенситного превращения вычислялась по следующей эмпирической формуле (8), предложенной в работе [113]:

$$M_H = 685 - 108\text{Ni}_{\text{eq}} + 4\text{Ni}_{\text{eq}}^2 \quad (8)$$

Энергия дефекта упаковки и точка начала мартенситного превращения, для исследуемых ТРИП/ТВИП сталей занесены в *таблицу 5*.

Таблица 4 – Расчетные параметры исследуемых сталей ( $M_H$  – температура начала мартенситного превращения, по [113];  $\gamma_{SF}$  – ЭДУ по [111])

Материал	Свойства	
	$M_H$ (°C)	$\gamma_{SF}$ (мДж/м <sup>2</sup> )
16Cr6Mn3Ni	60	2,8 - 8,8
16Cr6Mn6Ni	-30	9,6 - 15,6
16Cr6Mn9Ni	-40	15,4 - 21,4

Для испытания на одноосное растяжение изготавливались специальные образцы, конструктивно предполагающие отсутствие пластической деформации в местах установки АЭ сенсора (рисунок 22). Это необходимо, чтобы исключить уменьшение площади акустического контакта из-за изменения геометрии образцов при деформации.

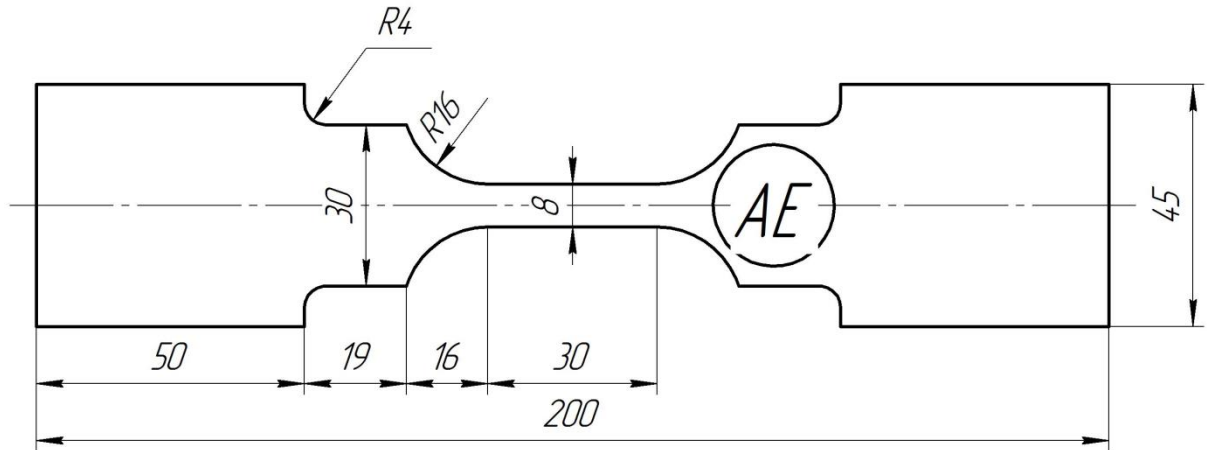


Рисунок 22 – Чертеж образца ТРИП/ТВИП сталей для испытания на одноосное растяжение; место расположения датчика АЭ обозначено «АЭ»

Внешний вид образца, изготовленного согласно чертежа (рисунок 22), с установленными на нем АЭ сенсором и термопарой представлен на рисунке 23.



Рисунок 23 – Образец для испытания на одноосное растяжение с установленными на нем АЭ сенсором и термопарой

Для испытания на сопротивление росту усталостной трещины в ТРИП/ТВИП сталях изготавливались компактные образцы, форма и размеры которых показаны на рисунке 24.

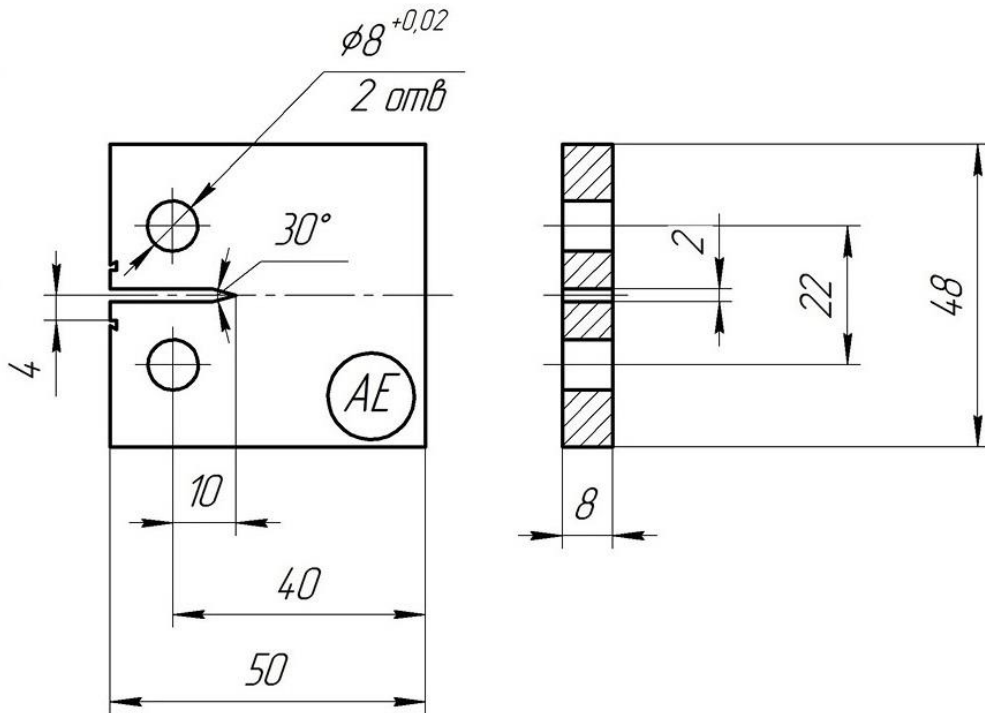


Рисунок 24 – Чертеж образца ТРИП/ТВИП стали для испытания на рост усталостной трещины; место расположения датчика АЭ обозначено «АЭ»

Изучение особенностей двойникования в отсутствии ТВИП эффекта с помощью метода АЭ осуществлялось на высоколегированной малоуглеродистой нержавеющей стали 316L, которая является стабильной. В ней интенсивное мартенситное превращение возможно только при температурах близких к криогенным. Химический состав для данной стали, соответствующий ASTM A 240 [114], представлен в *таблице 5*.

Таблица 5 – Химический состав стали 316L

Материал	Химический состав (%)							
	C	Cr	Mn	Ni	Si	P	Mo	S
316L	0,007	17,42	1,15	12,1	0,68	0,032	2,05	0,001

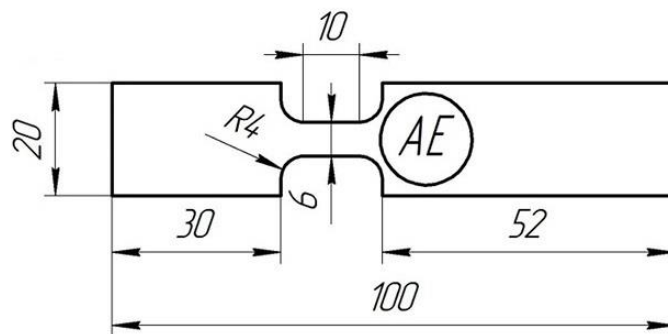


Рисунок 25 – Чертеж образца стали 316L для испытания на одноосное растяжение с указанием места расположения АЭ сенсора «АЭ»

Для проведения испытания этой стали на одноосное растяжение изготавливались образцы с площадью поперечного сечения  $6 \times 2 \text{ мм}^2$ . Их форма и размеры представлены на *рисунке 25*.

## 2.2. Испытательное оборудование

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. Внешний вид испытательной машины представлен на *рисунке 26*.

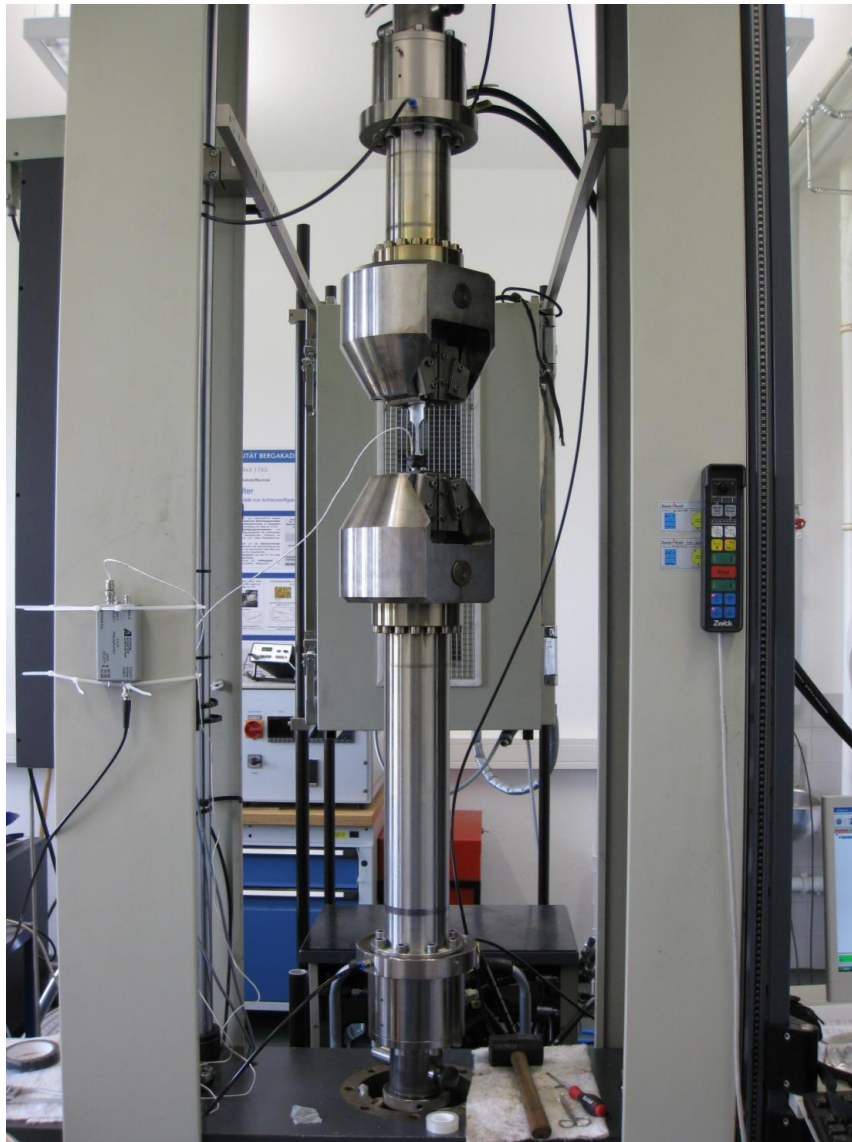


Рисунок 26 – Общий вид испытательной машины Zwick 1476 для испытания на одноосное растяжение с применением метода акустической эмиссии

Испытание на рост усталостной трещины осуществлялось на гидравлической машине Instron 8802 (общий вид установки изображен на *рисунке 27*). 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.



Рисунок 27 – Общий вид испытательной машины Instron 8802 для испытания на рост трещины при комнатных, повышенных и пониженных температурах с применением метода АЭ

Испытания при пониженных температурах проводилось в термокриокамере при температуре  $-40^{\circ}\text{C}$  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, которые

подвергались механической шлифовке и полировке. Полировка производилась в течение 24 часов на виброполировальной установке с использованием суспензии, содержащей частицы карбида кремния размером 0,02 мкм.

Исследование микроструктуры, сформировавшейся в результате процессов, протекающих при деформации ТРИП/ТВИП сталей, проводилось на сканирующем электронном микроскопе MIRA 3 XMU, TESCAN, (Чешская республика) с полевым катодом. Микроструктура исследовалась с использованием детектора вторичных (SE) и отраженных электронов (BSE). Анализ превращений, наблюдаемых в микроструктуре, проводился с использованием технологии EBSD и программного обеспечения OIM™ фирмы EDAX/TSL.

Определение количества образовавшегося мартенсита на поверхности образца проводилось с использованием магнитных методов прибором Feritscope MP30E-S, фирмы Fischer Technology.

Изучение поверхности образцов проводилось при помощи конфокального лазерного сканирующего микроскопа (КЛСМ), Olympus LEXT (рисунок 28).

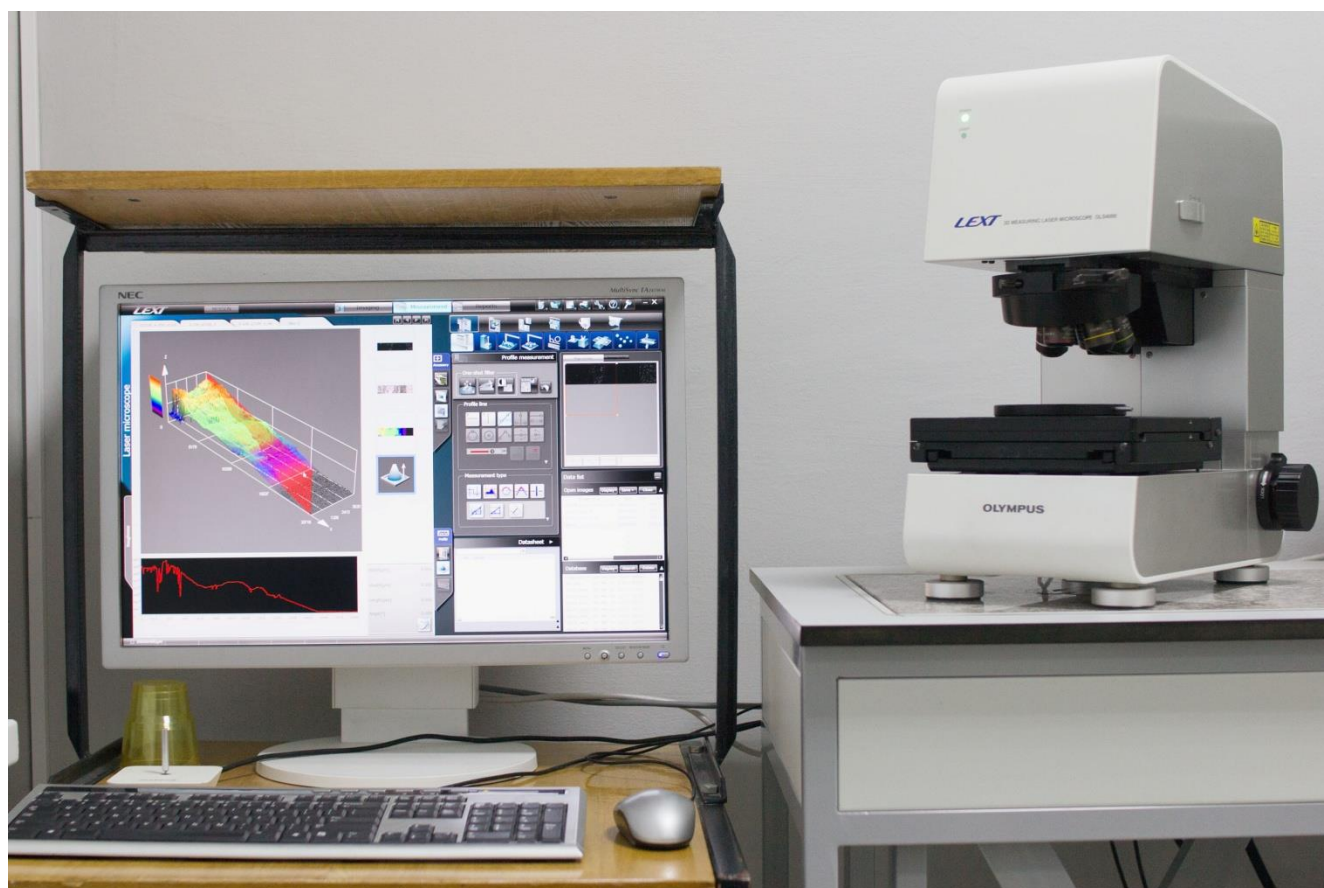


Рисунок 28 – Внешний вид конфокального лазерного сканирующего микроскопа (КЛСМ), LEXT фирмы Olympus (Япония)



Данный прибор позволяет получать как двухмерные, так и трехмерные изображения поверхности, причем для обоих видов изображений имеется возможность количественно оценивать размеры исследуемых объектов. Сам принцип работы основан на использовании конфокальной оптической схемы. Микроскоп имеет специальный диск с небольшим отверстием, пропускающим только те лучи, которые находятся в фокальной плоскости объектива. Источником излучения является полупроводниковый лазер с длиной волны 405 нм. Объект исследования устанавливается на столик, оснащенный пьезопроводом, позволяющим перемещать образец с высокой точностью, которая в совокупности с установленным лазером составляет до 120 нм по оси XY. Также в данном микроскопе имеется прецизионный пьезопровод, позволяющий производить перемещение объектива вдоль оси Z и обеспечивающий получение точности до 10 нм. Получение трехмерного изображения происходит следующим образом: вначале микроскоп производит сканирование поверхности объекта в плоскости XY с установленным шагом по оси Z. Полученный массив точек с координатами в трех плоскостях обрабатывается программным обеспечением, которое выбирает точки, обладающие максимальной интенсивностью, т.е. находящиеся в фокальной плоскости объектива. Их координаты используются для построения итогового изображения. Таким образом появляется возможность не только получить трехмерное изображение поверхности, но и с высокой точностью измерить его геометрические размеры.

На *рисунке 29* показана поверхность излома, полученная на данном конфокальном микроскопе для компактного образца (СТ) стали 16Cr6Mn9Ni в двух вариантах отображения: с использованием цвета объекта, полученного при сканировании, и в цветах, отображающих изменение высоты в зависимости от базовой поверхности. Область сканирования выбиралась таким образом, чтобы полностью заснять всю область роста усталостной трещины, включая поверхности предварительного надреза и зоны долома.

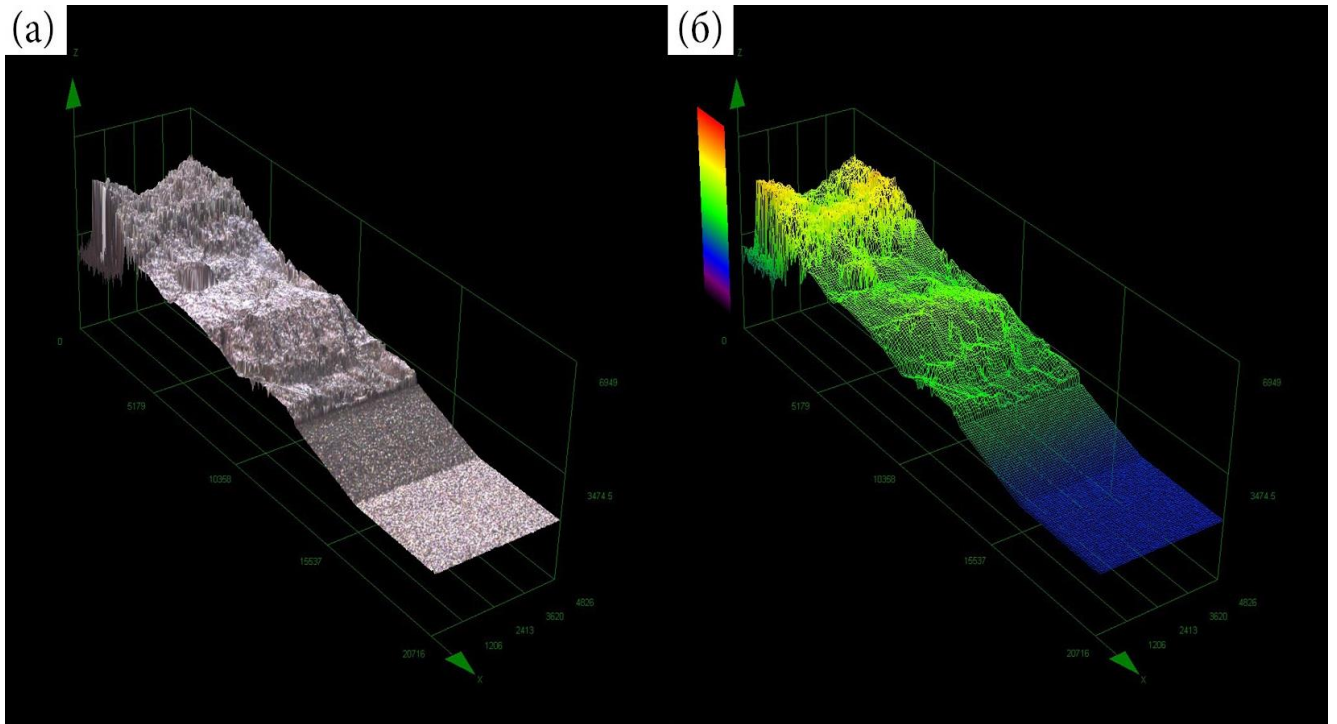


Рисунок 29 – Изменение профиля поверхности при росте усталостной трещины в двух вариантах отображения: с использованием цвета объекта (а) и в цветах, отображающих изменение высоты в зависимости от базовой плоскости (б)

### 2.3. Запись АЭ сигналов

Испытания на одноосное растяжение проводились с использованием АЭ датчиков PAC WD FQ42 и Fuji Ceramics 1045D. Их амплитудно-частотные характеристики по данным производителя показаны на *рисунках 30-31*. В качестве звукопроводящей смазки между АЭ сенсором и образцом использовалось машинное масло.

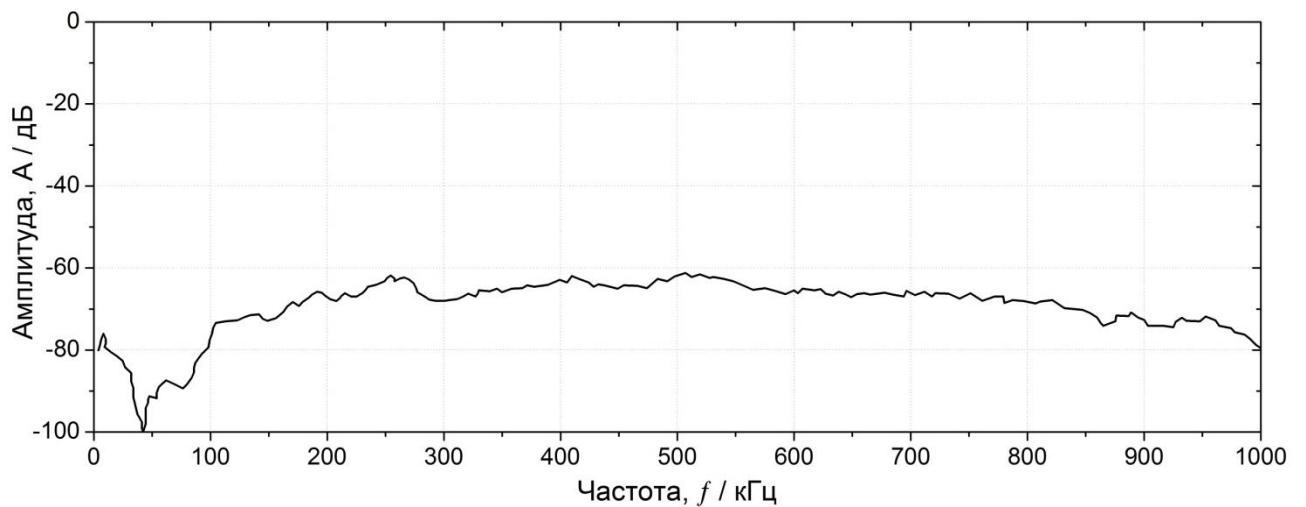


Рисунок 30 – Амплитудно-частотная характеристика АЭ сенсора PAC WD FQ42, 0дБ=1В/мкБар (по данным производителя)

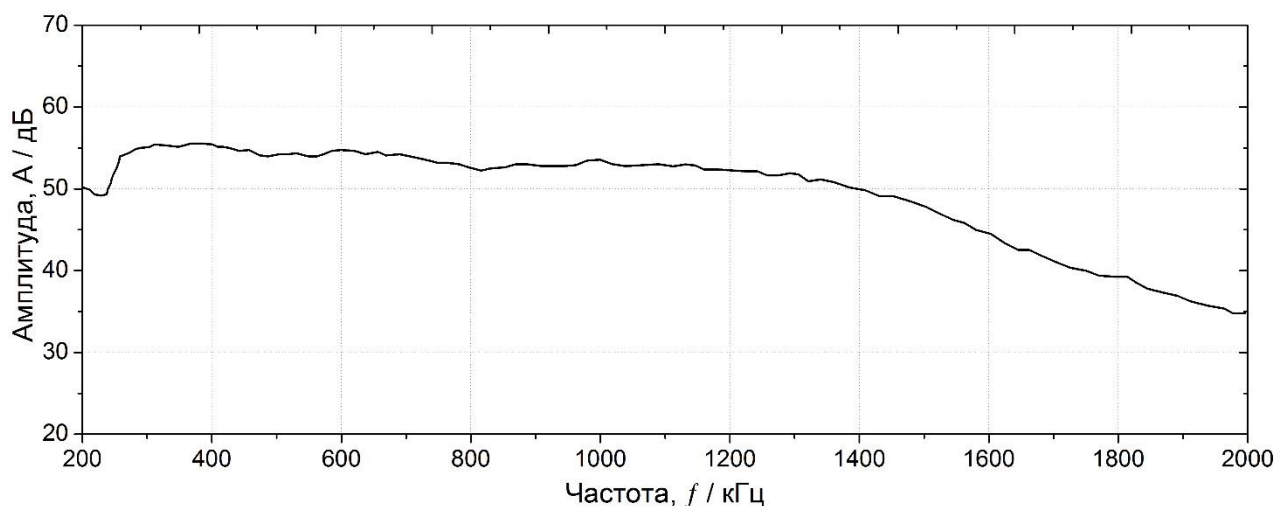


Рисунок 31 – Амплитудно-частотная характеристика АЭ сенсора Fuji Ceramics 1045D, 0дБ=1В/м/с (по данным производителя)

Для записи сигналов акустической эмиссии использовалась 18 битная плата PCI2 фирмы PAC. Регистрируемый сигнал усиливался на 60 дБ с помощью малошумящего предусилителя 20/40/60 той же фирмы и записывался без порога с частотой дискретизации 2 МГц в полосе частот 30÷1000 кГц.

Испытание на рост усталостной трещины проводилось с использованием пьезоэлектрического датчика MSAE WB-1300 со встроенным предусилителем на 27 дБ и усилителя MSAE-010 фирмы Microsensors. Общее усиление составило 60 дБ. АЧХ датчика, установленная с использованием калибратора MSAE UCA01, представлена на рисунке 32.

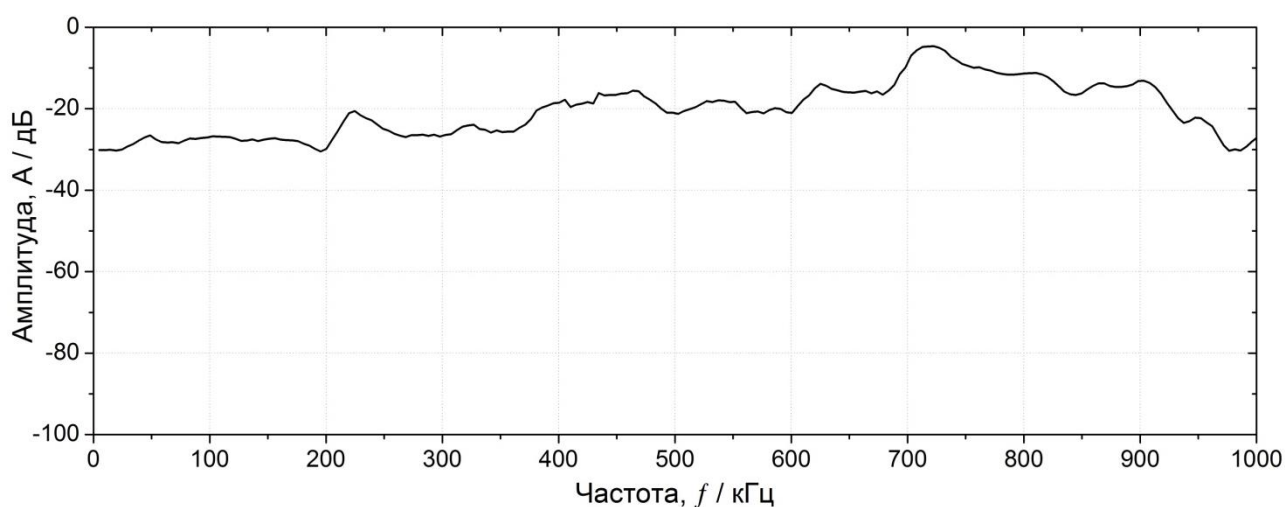


Рисунок 32 – Амплитудно-частотная характеристика АЭ сенсора MSAE WB-1300, 0дБ=1В/м (измерено на калибраторе MSAE UCA01)

Запись проводилась с использованием платы PCI2 без порога в полосе частот  $50 \div 1000$  кГц, продолжительностью по 10 с через каждые 300 с.

#### 2.4. Обработка данных АЭ

Обработка сигналов осуществлялась на персональном компьютере с использованием методик кластерного анализа, разработанных Э. Помпони и А. Виноградовым, математические аспекты которых рассматриваются в работе [70].

Первоначальная, обработка сигнала АЭ с непрерывной записью (stream) заключалась в разделении его на “кадры” с определенным количеством точек, в каждом из которых проводилось быстрое Фурье преобразование и вычислялась функция спектральной плотности  $G(f)$  (PSD-функции) по методу Велча. Далее, из полученных функций вычислялись значения АЭ энергии  $E$  и медианной частоты  $f_m$  по следующим формулам:

АЭ энергия  $E$  (9):

$$E = \int_{f_{min}}^{f_{max}} G(f) df \quad (9)$$

Медианная частота  $f_m$  (10):

$$\int_0^{f_m} G(f) df = \int_{f_m}^{\infty} G(f) df \quad (10)$$

Вычисленные значения синхронизировались с диаграммой нагружения для получения интегральной характеристики всех процессов, протекающих при деформации исследуемых сталей. Также, данные значения использовались для построения бивариантных распределений сигналов по энергии и медианной частоте, которые во многих случаях уже позволяют выделить отдельные группы сигналов, имеющие отличительные особенности по энергетическим и частотным характеристикам, что, как правило, свидетельствует о различной природе источников анализируемых АЭ сигналов (см., например, рисунки 41, 43 и др.). Однако нужно понимать, что как АЭ энергия  $E$ , так и медианная частота  $f_m$  являются лишь одними из возможных величин, которые могут быть вычислены из функции спектральной плотности, поэтому они не могут заключать в себе достаточный объем информации для разделения массива данных на отдельные кластеры.

Сама идея применения результатов кластерного анализа сигналов акустической эмиссии для более глубокого понимания процессов, протекающих в материале, базируется на индивидуальности частотно-энергетических характеристик источников АЭ разной природы происхождения. Использование такого подхода для ТРИП/ТВИП сталей возможно потому, что протекающие в них процессы при деформации, будь то дислокационное скольжение и двойникование, образование дефектов упаковки и мартенситное превращение имеют индивидуальные функции источника, представляющие собой локальные функции релаксации напряжения в точке срабатывания. В результате, различные источники генерируют сигналы с различными волновыми функциями в точке расположения приемника сигнала – датчика АЭ, который конвертирует их в электрический сигнал. Последний, соответственно, сохраняет особенности функции источника, которые проявляются в отличиях соответствующих функций спектральной плотности. Исходя из этого, они, в принципе, могут быть различимы с помощью различных математических методов, позволяющих количественно сравнивать различия в форме функций. В представленной работе для идентификации отдельных процессов использовался модифицированный метод последовательных  $k$ -средних (Adaptive Sequential  $k$ -means), применяемый к массиву функций спектральной плотности АЭ сигналов [70].

Используемый алгоритм кластерного анализа позволяет распределить отдельные события со схожей функцией спектральной плотности в разные группы, которые впоследствии могут быть соотнесены с одним из процессов, протекающих при деформации в исследуемых сталях.

Принципиально, обработка сигнала АЭ для проведения процедуры кластерного анализа начиналась также как в случае вычисления энергии  $E$  (медианной частоты  $f_m$ ) и заключалась в разделении сигнала с непрерывной записью (stream) на “кадры” с определенным количеством точек, в каждом из которых проводилось быстрое Фурье преобразование, и вычислялась функция спектральной плотности (PSD-функции) по методу Велча. Далее, полученные функции спектральной плотности последовательно сравнивались друг с другом и относились к одной из групп 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. Таким образом, разделение на кластеры происходит, не исходя из отдельных величин, вычисленным из функции спектральной плотности, а по всей кривой.

Алгоритм не зависит от выбора параметров вычисления PSD. Однако выбор этих параметров – длительность реализации (“кадра”), размер Фурье окна и сглаживание – определяется исследователем, так как зависит от характера сигнала и временного ряда, в частности, от скорости поступления сигналов, которая в свою очередь может меняться с изменением условий эксперимента. Использование слишком короткой реализации увеличивает вероятность попадания отдельных частей сигнала в разные окна, что затруднит их анализ и сопоставление между собой. В таком случае, есть вероятность получить большое количество ложных кластеров, в которые попадет счетное число сигналов. Использование широкого окна или излишнего сглаживания ведет к снижению различий между сигналами и невозможности обнаружить статистические отличия между ними. В таком случае есть опасность получить после проведения кластерного анализа один-два больших кластера, в которые попадут все сигналы. Некорректный подбор указанных выше параметров может привести к ложному пониманию физики протекающих процессов.

В проводимых экспериментах ширина окна подбиралась из предварительного анализа сигналов stream. Исходя из того, что размер окна не должен быть меньше ширины вероятного сигнала. Сглаживание подбиралось таким образом, чтобы не удалять наиболее информативные части функции спектральной плотности. Оптимальные результаты дал размер окна в 4096 и 8192 точки при сглаживании в 64 и 128 точек соответственно.

Одним из важнейших параметров для распределения фрагментов сигнала, ограниченных выбранным окном, на отдельные кластеры, является выбор меры сравнения, вычисленной из этого окна функций спектральной плотности. Учитывая, что существует достаточно большое количество типов объектов, требующих сравнения, то и мер, используемых для этого, было разработано достаточно много. Среди них можно выделить: Евклидово расстояние (EU), корреляционное расстояние (CR), расстояние Хеллингера (HL), Хеммингово расстояние (CB), дивергенция Кульбака-Лейблера (KL), дивергенция Дженсен-Шеннон (JSD) и др. Однако строгих методов по выбору меры

сравнения не существует, требуется отдельное исследование на определенных стандартных выборках, которое показало бы, какая из указанных мер будет наиболее эффективной при кластерном анализе сигналов акустической эмиссии с данного эксперимента. Подобное исследование было проделано коллективом авторов под руководством А.Ю. Винорова на типичном потоке АЭ сигналов, полученном при одноосном растяжении магниевого сплава ZK60 (Mg-5,8Zn-0,44Zr) с размером зерна 70 мкм и имеющим слабую кристаллографическую текстуру. В результате проделанной работы было установлено, что наибольшую эффективность в кластерном анализе показали: расстояние Кульбака-Лейблера (KL) [115] и корреляционная длина (CR). Для двух функций  $G$  и  $F$ , которые требуется сравнить, расстояние Кульбака-Лейблера  $d_{KL}$  находится по формуле (11):

$$d_{KL} = \sum_{i=1}^K (G_i - F_i) \log \left( \frac{G_i}{F_i} \right) \quad (11)$$

Для тех же функций корреляционная длина  $d_{CR}$  вычисляется по следующей формуле (12):

$$d_{CR} = \frac{1 - \left[ \sum_{m=1}^N (G_{im} - \langle G_{im} \rangle) (F_{jm} - \langle F_{jm} \rangle) \right]}{\sqrt{\sum_{m=1}^N (G_{im} - \langle G_{im} \rangle)^2 \sum_{m=1}^N (F_{jm} - \langle F_{jm} \rangle)^2}} \quad (12)$$

В представленной работе в качестве меры сходства между отдельными функциями спектральной плотности использовалось расстояние Кульбака-Лейблера, которое показало наилучшие результаты при использовании разных датчиков.

### 3. КИНЕТИКА ПРОЦЕССОВ РЕЛАКСАЦИИ НАПРЯЖЕНИЙ В ТРИП/ТВИП СТАЛЯХ ПРИ РАСТЯЖЕНИИ ПО ДАННЫМ АЭ

В предыдущих главах обсуждались особенности АЭ сигналов от различных процессов, протекающих при пластической деформации, таких как дислокационное скольжение, двойникование и мартенситное превращение. Указывалось, что функции спектральной плотности АЭ, соответствующие этим процессам, имеют отличительные особенности и, следовательно, они могут быть принципиально делимы математическими методами.

В данной главе метод АЭ с пакетом специализированных программ для кластерного анализа, будет использован для выделения и изучения кинетики отдельных процессов, протекающих при пластической деформации в высоколегированных нержавеющих CrMnNi ТРИП/ТВИП сталях с переменным содержанием Ni (3, 6 и 9%).

Кроме того, будет исследовано влияние температуры (20°C и 100°C) на кинетику процессов релаксации напряжений при одноосном растяжении. В следующей главе с помощью АЭ будет изучена кинетика роста усталостной трещины.

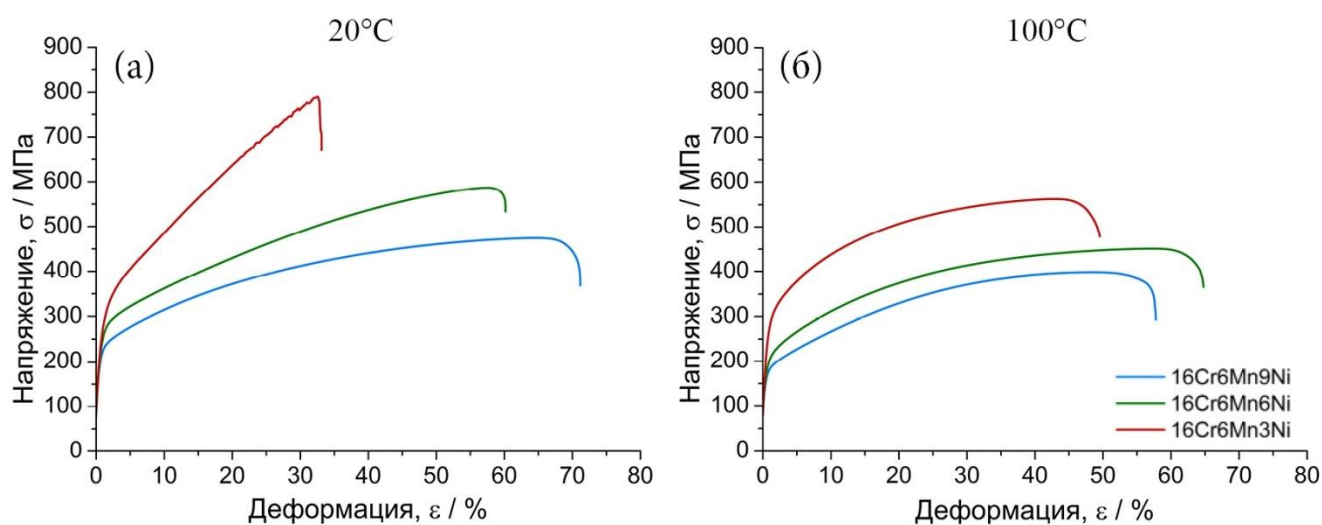


Рисунок 33 – Диаграммы растяжения для ТРИП/ТВИП сталей с различным содержанием Ni (3, 6 и 9% по массе) при 20°C (а) и 100°C (б), при скорости деформирования  $3 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

Изучение кинетики релаксаций напряжений при деформации для ТРИП/ТВИП сталей при разных температурах является актуальной задачей, так как процессы, протекающие в указанных материалах и обеспечивающие комплекс высоких свойств, будь то дислокационное скольжение, двойникование или мартенситное превращение очень чувствительны к изменению температуры, что необходимо учитывать при производстве и использовании данных сталей. На *рисунке 33* представлены диаграммы



зависимости приложенного напряжения от деформации для указанных сталей с различным содержанием Ni (3%, 6% и 9%) для двух температур: 20°C и 100°C.

Как и следовало ожидать, изменение процентного содержания никеля и температуры оказывает значительное влияние на свойства исследуемых сталей. Количественное изменение физико-механических свойств при испытании нескольких образцов одного и того же химического состава в значениях предела прочности  $\sigma_b$  и относительного удлинения  $\delta$ , обобщены в *таблице 6*.

Таблица 6 – Механические свойства исследуемых сталей

Материал	Предел прочности, $\sigma_b$ МПа		Относительное удлинение, $\delta$ %	
	20°C	100°C	20°C	100°C
16Cr6Mn9Ni	470-500	380-400	70-80	55-60
16Cr6Mn6Ni	560-580	440-460	60-65	60-65
16Cr6Mn3Ni	770-820	550-570	30-40	35-50

Сталь, содержащая 9% Ni, обладает наибольшим относительным удлинением при комнатной температуре и, соответственно, наименьшей прочностью. В противовес этому, сталь, содержащая минимальное значение никеля 3%, показала наибольшую прочность, как при комнатной, так и при повышенной температуре. Для неё при 20°C кривая нагружения имеет характерную сигмоидальную форму, что свидетельствует об интенсивном протекании мартенситного превращения [116]. Кроме того, для данной стали при комнатной температуре наблюдается характерное прерывистое течение, проявляющееся на диаграмме нагружения в виде зубцов. Однако природа данного явления в ТРИП стали явно отлична от традиционного эффекта Портвейна – Ле-Шателье [117], часто интерпретируемого как эффект динамического старения. Сталь с 6% Ni занимает промежуточное положение.

Изменение температуры оказывает значительное влияние на диаграмму растяжения, исследуемых сталей, чему способствует комплекс микроструктурных превращений, которые могут протекать в данных материалах, и к которым можно отнести: дислокационное скольжение, двойникование, образование дефектов упаковки и мартенситное превращение. Данные процессы очень чувствительны к температуре испытания, при изменении которой один вид деформации может сменяться другим. В цикле работ [118, 119] для данных сталей были построены деформационно-температурные диаграммы (ДТТ - deformation-temperature-transformation), позволяющие

определить при каких температурах и относительных удлинениях возможно протекание тех или иных деформационных релаксационных процессов. Согласно этим диаграммам ТВИП сталь с 9% Ni в температурном диапазоне  $20 \div 100^\circ\text{C}$  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  $100^\circ\text{C}$  меняются механизмы релаксации напряжений при деформации от мартенситного превращения к двойникованию (рисунк 34) [120].

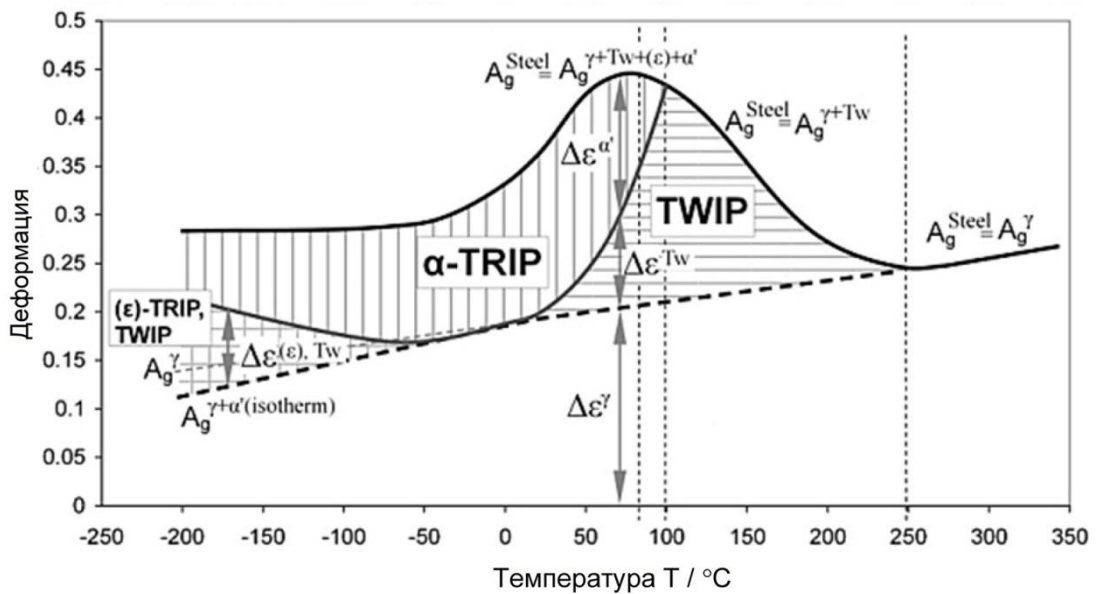


Рисунок 34 – Деформационно-температурная диаграмма для стали, содержащей 6% Ni [120, с. 1107]

Как обсуждалось в первой части работы, мартенситное превращение и двойникование являются мощными источниками сигналов акустической эмиссии. В этом легко можно убедиться, просмотрев записанные без порога АЭ stream сигналы, полученные при одноосном растяжении исследуемых ТРИП/ТВИП сталей. Далее (рисунк 35), для исследуемых сталей, представлены графики stream сигнала, синхронизованные с приложенной нагрузкой.

Для сталей, содержащих 6% и 9% Ni характерны отдельные дискретные всплески, которые, при ближайшем рассмотрении (рисунк 36), представляют собой мощные сигналы акустической эмиссии с малым временем нарастания и длительной стадией спада. Сигналы данного типа являются характерными для таких процессов как двойникование или мартенситное превращение. Их визуально можно отличить от АЭ

сигналов, полученных при дислокационном скольжении, которые не обладают крутым фронтом и больше напоминают шумовой сигнал.

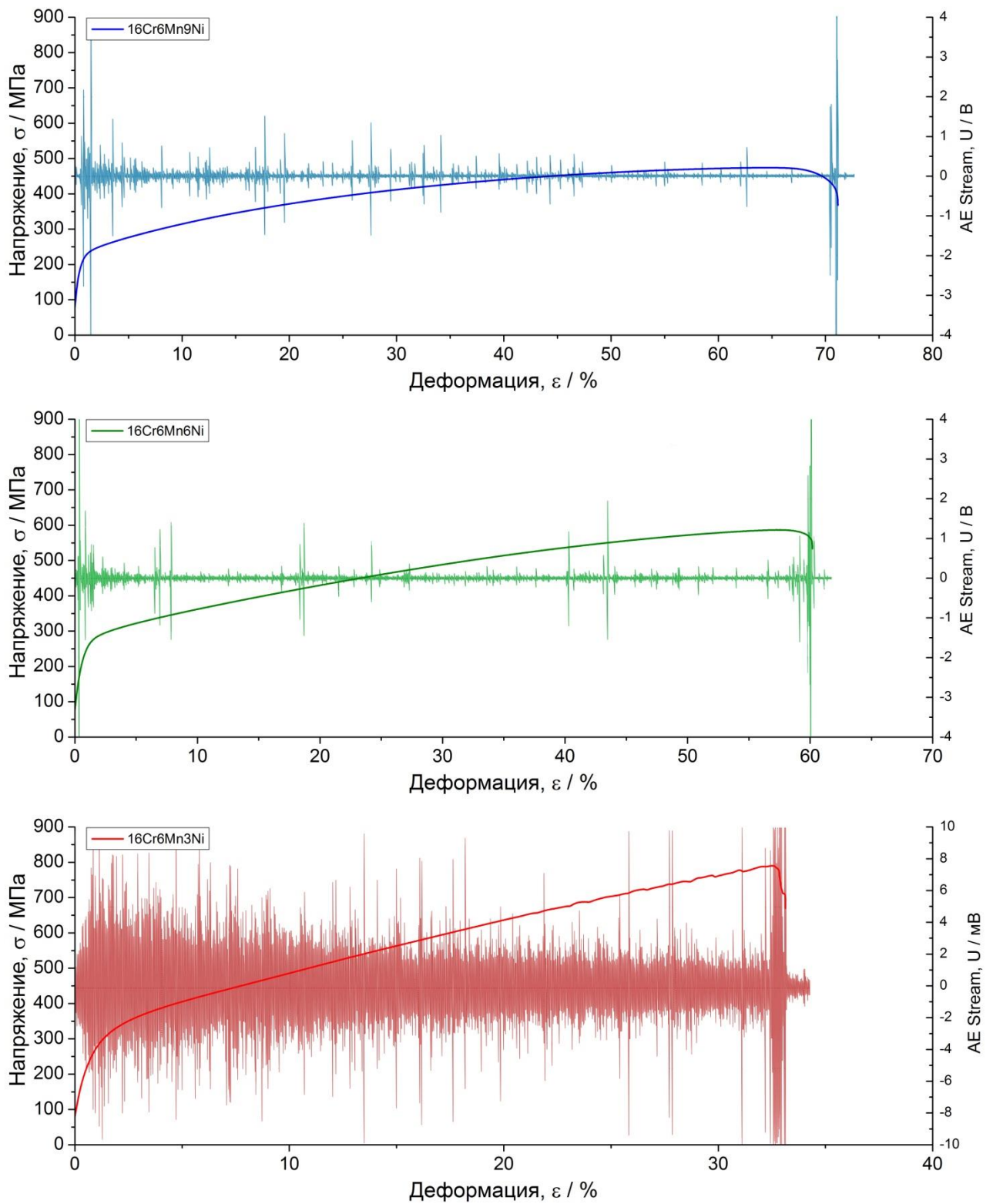


Рисунок 35 – Типичные диаграммы напряжение-деформация, синхронизированные с записанным stream сигналом, для ТРИП/ТВИП сталей с различным содержанием Ni (3, 6 и 9% по массе)

Для стали, содержащей 3% Ni, картина радикально отличается. Сразу же после приложения нагрузки наблюдается интенсивная АЭ, представляющая собой сплошной поток сигналов. При меньшей временной шкале (рисунок 37) можно увидеть, что он состоит из большого количества дискретных высокоамплитудных импульсов с малыми промежутками времени между ними. Такая интенсивность сигналов, скорее всего, связана с высокой температурой начала мартенситного превращения  $M_n$  и низкой энергией дефектов упаковки и указывает на то, что мартенситное превращение при комнатной температуре для данной стали начинается при малых напряжениях, практически, незамедлительно с приложением нагрузки.

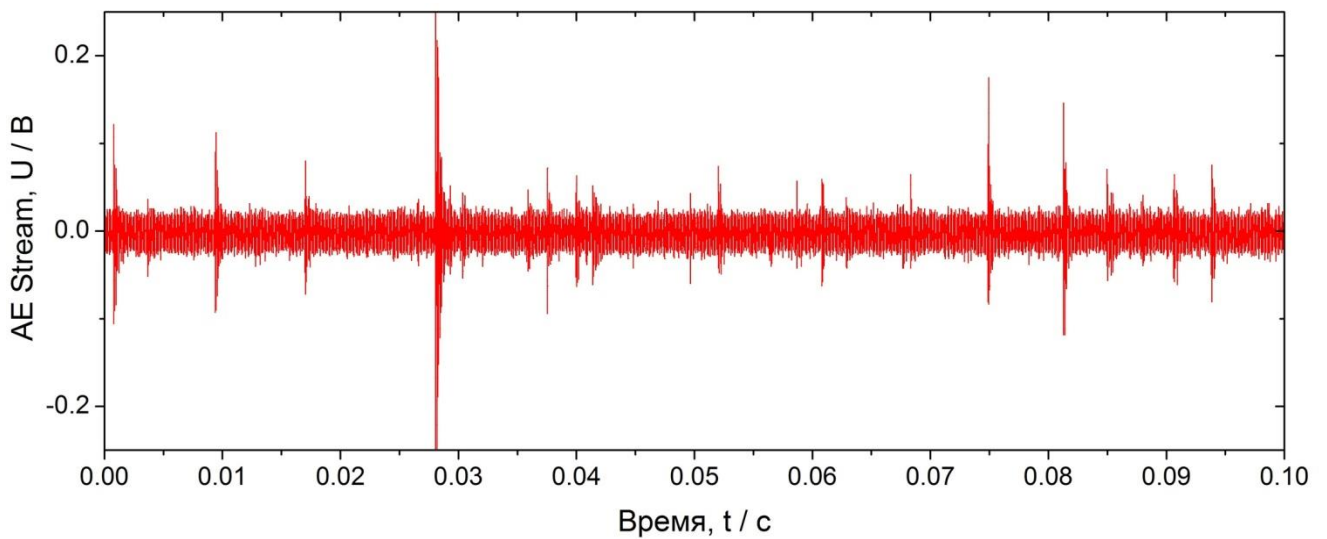


Рисунок 36 – Увеличенный фрагмент записанного без порога АЭ stream сигнала с импульсной АЭ, полученный при одноосном растяжении ТВИП стали 16Cr6Mn9Ni

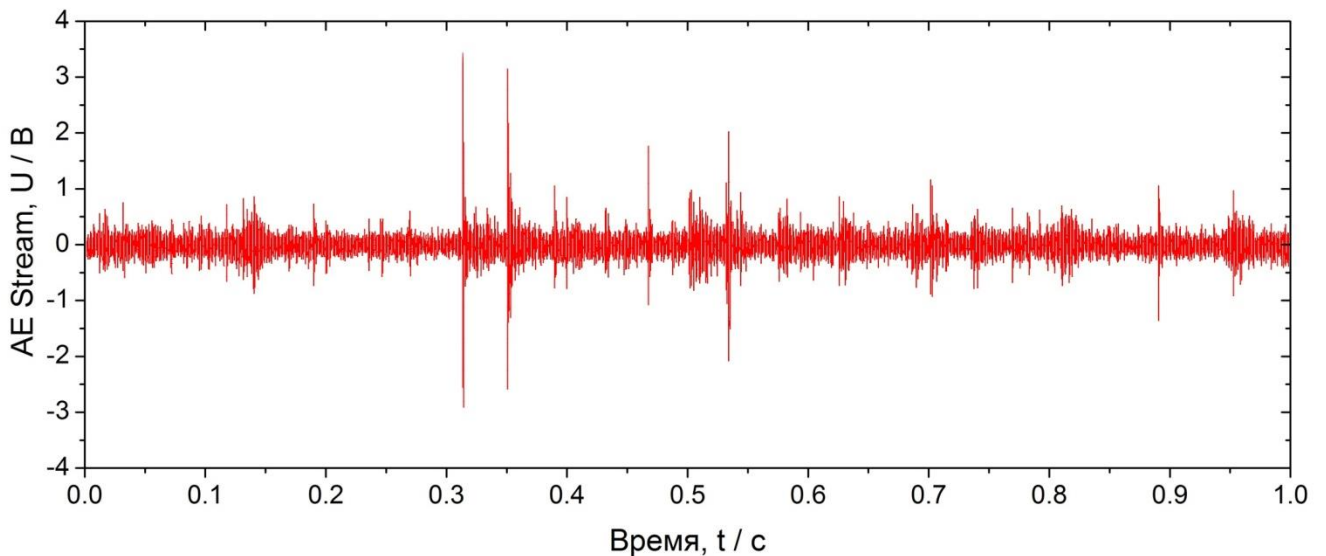


Рисунок 37 – Увеличенный фрагмент записанного без порога АЭ stream сигнала, полученного при одноосном растяжении ТРИП стали 16Cr6Mn3Ni

По форме сигналов, полученных при деформации в исследуемых ТРИП/ТВИП сталях, возможно лишь качественно судить о тех или иных процессах. Для изучения их совокупного вклада в общую кинетику, были построены графики зависимости АЭ энергии  $E$  и медианной частоты  $f_m$  от приложенной нагрузки, которые изображены ниже для стали с 6% и 9% Ni (рисунок 38) при двух температурах проведения испытания и для стали 316L (рисунок 39), являющейся из-за высокого содержания Cr и Ni стабильной в данном температурном диапазоне. Из данных литературы для стали 316L [121, 122] известно, что при комнатной температуре деформация данной стали протекает с интенсивным двойникованием, но без фазовых превращений, по этой причине она приводится здесь для сравнения с исследуемыми сталями.

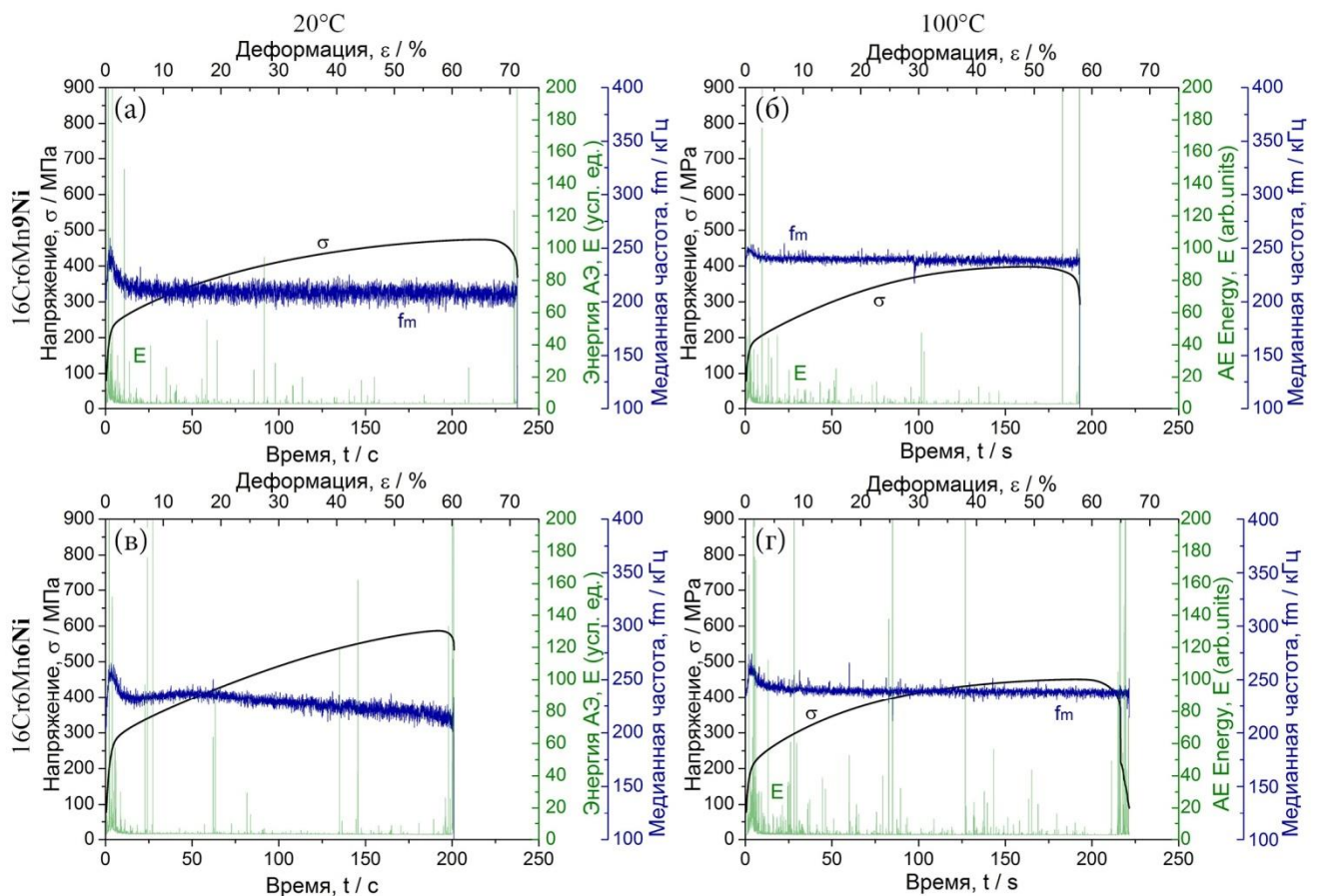


Рисунок 38 – Результаты вычисления АЭ энергии  $E$  (показана зеленым цветом) и медианной частоты  $f_m$  (показана синим цветом), синхронизированные с диаграммой нагружения для ТРИП/ТВИП сталей с различным содержанием Ni (9% - а, б и 6% - в, г), испытанных при 20°C (а, в) и 100°C (б, г) с номинальной скоростью деформирования  $3 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

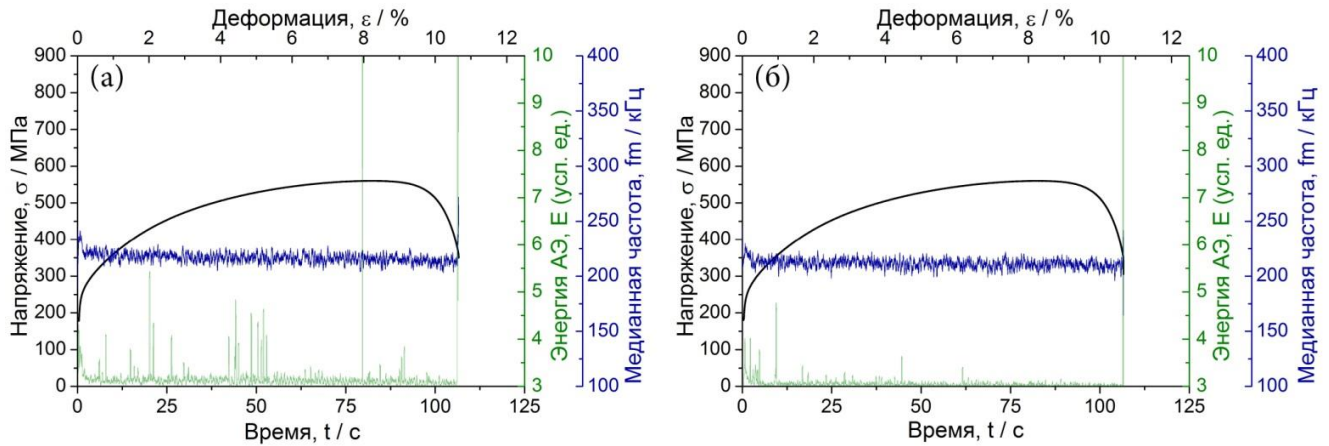


Рисунок 39 – Результаты вычисления АЭ энергии  $E$  (показана зеленым цветом) и медианной частоты  $f_m$  (показана синим цветом), синхронизированные с диаграммой нагружения, для двух образцов стали 316L (для демонстрации сходства результатов однотипных испытаний), испытанных при  $20^{\circ}\text{C}$  с номинальной скоростью деформирования  $10^{-2} \text{ c}^{-1}$

Анализ представленных графиков позволяет выделить некоторые отличительные особенности в поведении сигналов АЭ при деформации, исследуемых ТРИП/ТВИП сталей с 6% и 9% Ni, а также стали 316L, отличающейся значительно более высокой стабильностью аустенита. Для всех сталей разброс медианной частоты  $f_m$  после достижения предела текучести не претерпевал значительного изменения вплоть до разрушения. Это не характерно для чистых ГЦК металлов, например, Cu [123], где спектр сигналов АЭ при увеличении деформации, (после прохождения предела текучести) смещается в сторону более высоких частот за счет уменьшения длины свободного пробега дислокаций, из-за их взаимодействия друг с другом на равномерной стадии деформации. Это свидетельствует о том, что в образовании сигналов АЭ в исследуемых сталях участвуют механизмы, имеющие не дислокационную природу.

Среднее значение и стандартное отклонение медианной частоты  $f_m$  для двух типов сталей, содержащих 6% и 9% никеля при двух температурах испытания ( $20^{\circ}\text{C}$  и  $100^{\circ}\text{C}$ ) и стали 316L, испытанной при комнатной температуре, занесены в *таблицу 7*. Заметно, что значения медианной частоты  $f_m$  для 316L, испытанной при комнатной температуре, ближе к относительно стабильной ТВИП стали, содержащей 9% Ni, как по среднему значению, так и по стандартному отклонению.

Таблица 7 – Среднее значение медианной частоты  $\langle f_m \rangle$  и стандартное отклонение  $\sigma_{f_m}$  во время промежуточной стадии нагружения<sup>7</sup>:

Образец	20°C		100°C	
	$\langle f_m \rangle$ , кГц	$\sigma_{f_m}$ , кГц	$\langle f_m \rangle$ , кГц	$\sigma_{f_m}$ , кГц
16Cr6Mn9Ni	209	30	234	18
16Cr6Mn6Ni	232	18	239	15
316L	214	35		

Медианная частота для стали с 3% Ni значительно выше, чем в других, причем хорошо заметно, что  $f_m$  меняется как в процессе деформации, так и между отдельными образцами (рисунк 40), испытанными при разных температурах. Как следует из таблицы 7, для сталей, содержащих 6% и 9% Ni, основная частота (после достижения предела текучести) находится в диапазоне 200÷250 кГц, как при комнатной, так и при повышенной температурах. Напротив, для стали 16Cr6Mn3Ni эта величина находится в диапазоне 250÷500 кГц и обладает существенно большим разбросом по частотам между образцами разных партий, что, вероятнее всего, связано с особенностями выплавки и подготовки образцов к испытаниям. Данная марка стали очень чувствительна к внешним воздействиям, поэтому возможно протекание мартенситного превращения в поверхностных слоях образцов при их подготовке, которую технически сложно выполнить абсолютно идентично. Следовательно, несмотря на одинаковые геометрические размеры, количество образовавшегося мартенсита при деформации может значительно отличаться, что и сказывается на изменении медианной частоты. Косвенно это могут подтвердить данные по относительному удлинению, которые для данной стали имеют тоже больший разброс.

<sup>7</sup> Значения медианной частоты  $f_m$ , выбранные для вычисления указанных в таблице величин, начинались после достижения предела текучести и заканчивались до разрушения. Так, для образца стали с 9% Ni (рисунк 38а) промежуток выбранного времени для вычисления  $\langle f_m \rangle$  составил 25÷200 с.

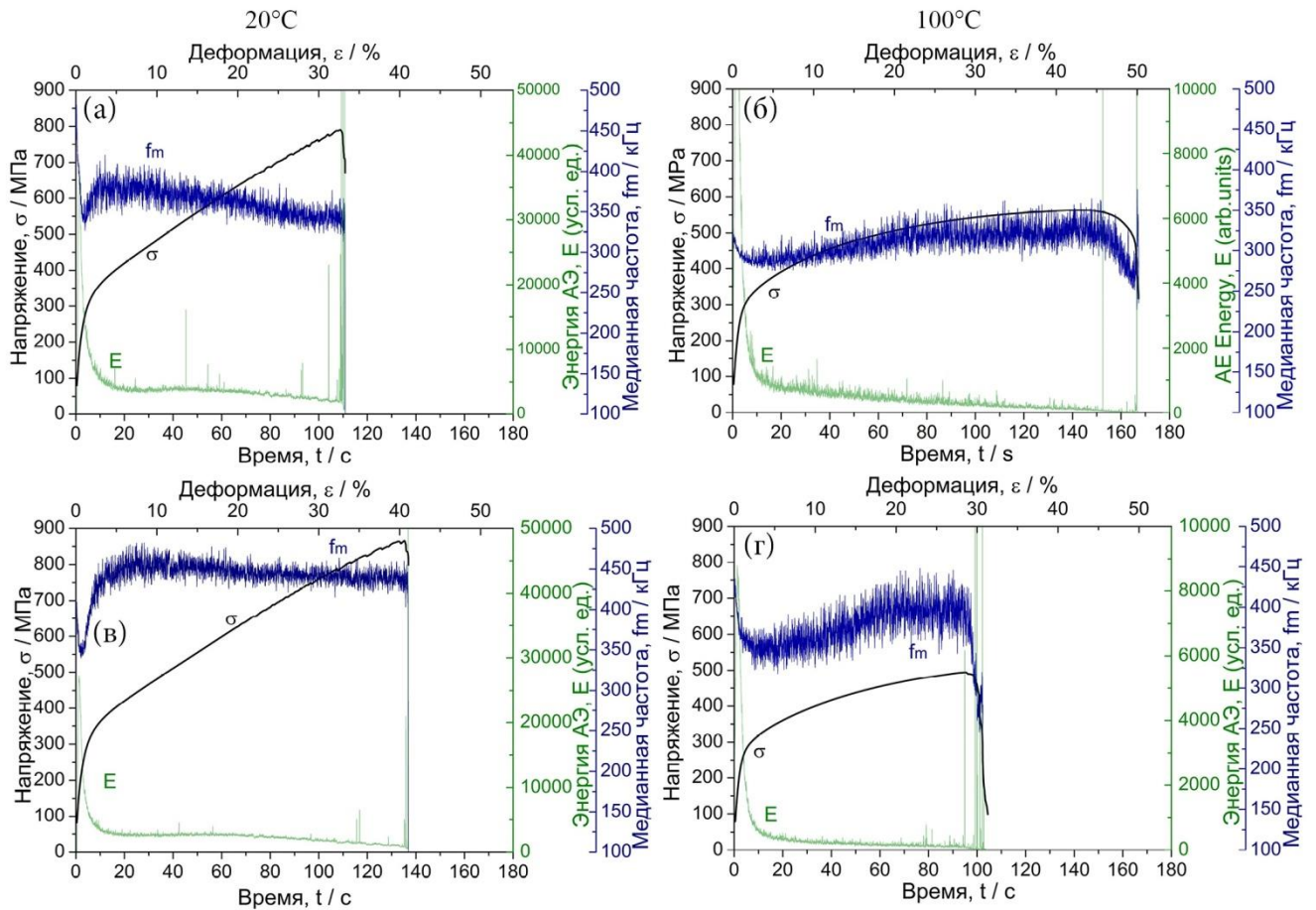


Рисунок 40 – Результаты вычисления АЭ энергии  $E$  (показана зеленым цветом) и медианной частоты  $f_m$  (показана синим цветом), синхронизированные с диаграммой нагружения, для образцов ТРИП стали 16Cr6Mn3Ni, испытанных при 20°C (а, в) и 100°C (б, г) со скоростью деформирования  $3 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

Изменение энергии АЭ сигналов при деформации также выявило ряд отличительных особенностей, присущих данным сталям. В начале деформации у них наблюдается всплеск АЭ энергии в области предела текучести, которая при увеличении удлинения начинает падать, но никогда не убывает до нуля (особенно это заметно для стали с 3% Ni). Это не характерно для деформации чистых ГЦК металлов [124], где АЭ сигналы вызываются преимущественно движением дислокаций. В них максимальная АЭ энергия, также, как и в изучаемых сталях, наблюдается при достижении предела текучести, после чего она быстро падает, и лишь в момент образования локализации деформации или "шейки" возможно её возрастание. Такое поведение АЭ энергии для ГЦК металлов в работе [125] связывается с тем, что основным источником акустической эмиссии при пластической деформации за счет дислокационного скольжения<sup>8</sup>, является выход дислокаций на поверхность кристалла. Таким образом, насыщение дислокациями

<sup>8</sup> В работе [125] исследовалась АЭ при одноосном растяжении высокоочищенной меди.



деформируемой поверхности приводит к постепенному ухудшению регистрации ультразвуковых колебаний от дислокационных источников, находящихся под ними.

Исходя из перечисленных особенностей энергии  $E$  и медианной частоты  $f_m$ , можно заключить, что дислокационное скольжение не является главным процессом, определяющим поведение АЭ в данных сталях. Это связано с протеканием двойникования и мартенситного превращения, доминирующими при деформации в исследуемых ТРИП/ТВМП сталях. Однако приведенные интегральные характеристики АЭ позволяют сделать лишь качественные выводы о процессах, протекающих во время деформации. Для определения кинетики каждого из них необходимо разделить вклады различных источников, что, как обсуждалось в главе 2, возможно с использованием кластерного анализа сигналов АЭ. Далее анализируются признаки, по которым каждому кластеру можно поставить в соответствие отдельный процесс, протекающий при деформации в исследуемых ТРИП/ТВМП сталях, с помощью чего появляется возможность изучить его кинетику на разных временных интервалах.

### 3.1. Сталь 16Cr6Mn9Ni

Сталь с 9% никеля относится к стабильной стали с относительно высокими значениями энергии дефекта упаковки. Как рассматривалось выше, для неё характерна пластическая деформация с интенсивным двойникованием. На *рисунке 41* представлены результаты работы алгоритма кластерного анализа сигналов акустической эмиссии, записанных без порога, для образца стали 16Cr6Mn9Ni (*a-e*) и, для сравнения, образца стабильной стали 316L (*z-e*), испытанных на одноосное растяжение при комнатной температуре в значениях совокупной (накопленной) АЭ энергии (*a, z*); количества, входящих в кластер элементов (*б, д*) и карты бивариантного распределения сигналов АЭ по энергии  $E$  и медианной частоте  $f_m$  (*в, е*).

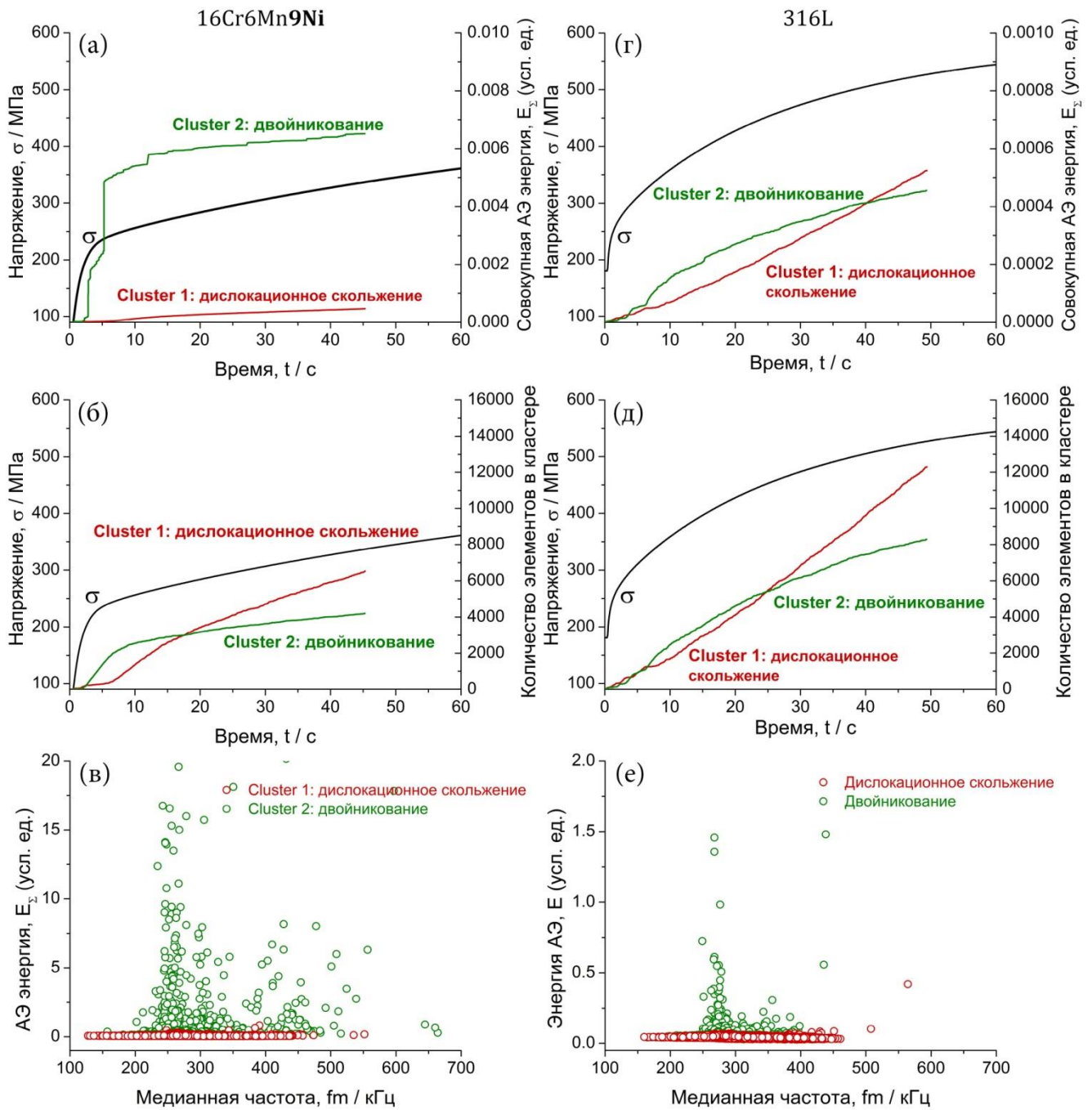


Рисунок 41 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы кластерного анализа, синхронизированная с диаграммой нагружения для образцов сталей 16Cr6Mn9Ni (а-б) и 316L (г-д), испытанных при 20°C, а также карты их бивариантного распределения сигналов АЭ по энергии  $E$  и медианной частоте  $f_m$  (в, е)

Функции спектральной плотности, центроидов кластеров, соответствующих ведущим механизмам релаксации напряжений при деформации для ТВИП стали показаны на *рисунке 42*. Однако необходимо понимать, что на функцию спектральной плотности оказывают значительное влияние не только источник и АЧХ датчика, но и особенности шума самой установки, на которой проводилось испытание. Это необходимо учитывать при сопоставлении данных, полученных на разных

экспериментальных установках. Как правило, характер шума и его вклад в результирующую PSD АЭ может быть оценен благодаря записи АЭ сигнала при холостом ходе работающей установки и (или) испытании образца-свидетеля, который заведомо не деформируется пластически при интересующих уровнях нагрузки и заданных скоростях нагружения.

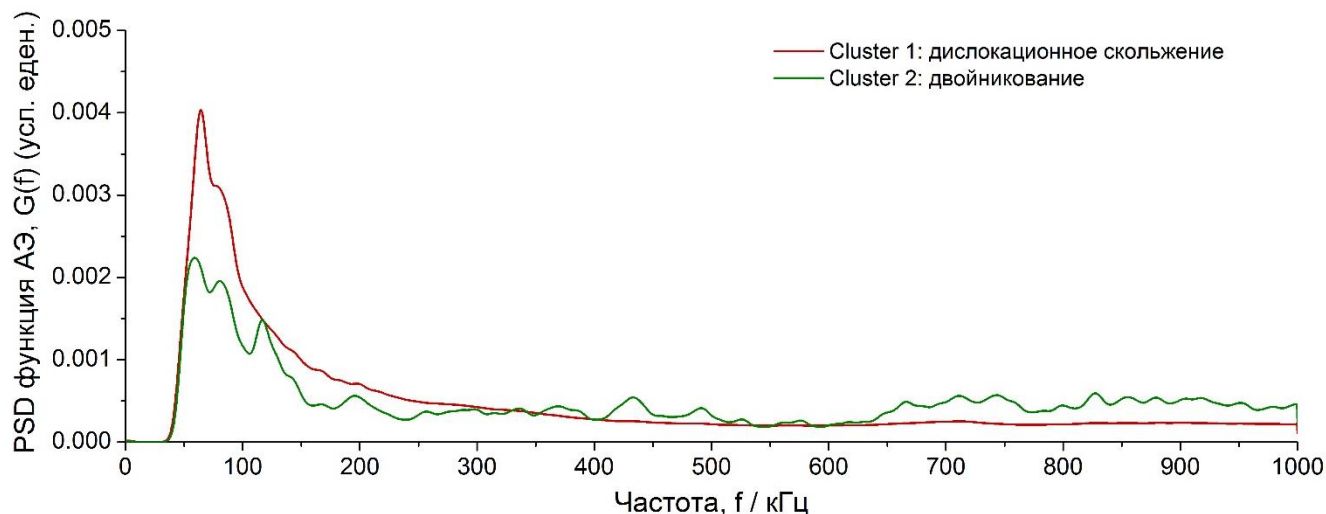


Рисунок 42 – Типичные средние по кластеру (центроиды) функции спектральной плотности (PSD), соответствующие, указанным процессам для стали, содержащей 9% Ni

Для стали с 9% Ni кластерный анализ выделил две группы сигналов, показанных на *рисунке 41* красным и зеленым цветами. Первый тип сигналов (красный) начинается незамедлительно с приложением нагрузки и характеризуется низкой АЭ энергией и низкой амплитудой сигналов. Такое поведение характерно для акустической эмиссии в материалах без каких-либо мартенситных превращений или двойникования [85, 126]. Источником сигналов подобного типа, вероятнее всего, является дислокационное скольжение.

Второй кластер характеризуется преимущественно высокой АЭ энергией и частотой, что особенно хорошо заметно на функции спектральной плотности (*рисунок 42*). При этом данному кластеру соответствуют события с явно выраженной импульсной волновой формой с коротким временем нарастания переднего фронта, как показано на *рисунке 36*. Подобное поведение, согласно [127], характерно для двойникования.

Как указывалось выше, деформация с протеканием двойникования подробно изучалась на нержавеющей стали 316L в работах [121, 122], было показано, что данная сталь, испытанная при комнатной температуре, деформируется с образованием большого количества двойников, которым в сигнале АЭ соответствуют дискретные

высокоамплитудные импульсы. На *рисунке 41г-е*, для сравнения, показаны результаты работы алгоритма кластерного анализа для АЭ сигнала, полученного при одноосном растяжении образца указанной стали. Здесь также алгоритмом было выделено два преобладающих типа кластеров, с характеристиками подобными исследуемой ТВИП стали. Распределения на кластеры в стали 316L и ТВИП стали с 9% Ni хорошо коррелируют друг с другом. Однако наблюдаются значительные различия как в энергии сигнала (*рисунок 41а, г*), которая на порядок больше в ТРИП стали, так и в кинетике соответствующих процессов. Для стали с 9% Ni наблюдается интенсивное двойникование в первые десять секунд эксперимента, после чего количество новых двойников значительно снижается. Для стали 316L количество двойников растет равномерно с дислокационным скольжением, и некоторое снижение активности начинается только после 30 секунды. Вероятнее всего, подобное отличие в кинетике связано с наличием ТВИП эффекта в стали с 9% Ni, когда интенсивное двойникование в начале эксперимента приводит к своеобразному измельчению зерна за счет двойниковых границ, что в литературе [128] часто называют "динамическим эффектом Холла-Петча". Отличия по АЭ энергии связаны с размерами образовавшихся двойников, которые в ТВИП стали значительно больше, чем в стали 316L, из-за изначально большего размера зерна, и, как было показано в работе [94], амплитуда, а значит и энергия АЭ сигнала, практически линейно зависит от размера образовавшегося двойника, который в своем развитии во многом лимитирован размерами зерен деформируемой структуры.

Повышение температуры испытания до 100°C не приводит к изменению основных механизмов релаксации напряжений при деформации, но их кинетика становится иной. Ниже (*рисунок 43*) показан результат работы алгоритма кластерного анализа для двух идентичных образцов ТВИП стали, испытанных при температуре 100°C. Здесь также алгоритм кластерного анализа выявил два ведущих процесса при деформации: дислокационное скольжение (выделен красным цветом) и двойникование (выделен зеленым). Оба указанных процесса, как и при комнатной температуре, остаются ведущими, однако заметно снижение интенсивности двойникования с ростом температуры, что хорошо прослеживается по снижению энергии АЭ сигналов, входящих в данный кластер (*рисунок 41а и рисунок 43а, г*), и возрастанию количества

элементов (рисунок 41б и рисунок 43б, д), соответствующих кластеру, ассоциированному с дислокационным скольжением.

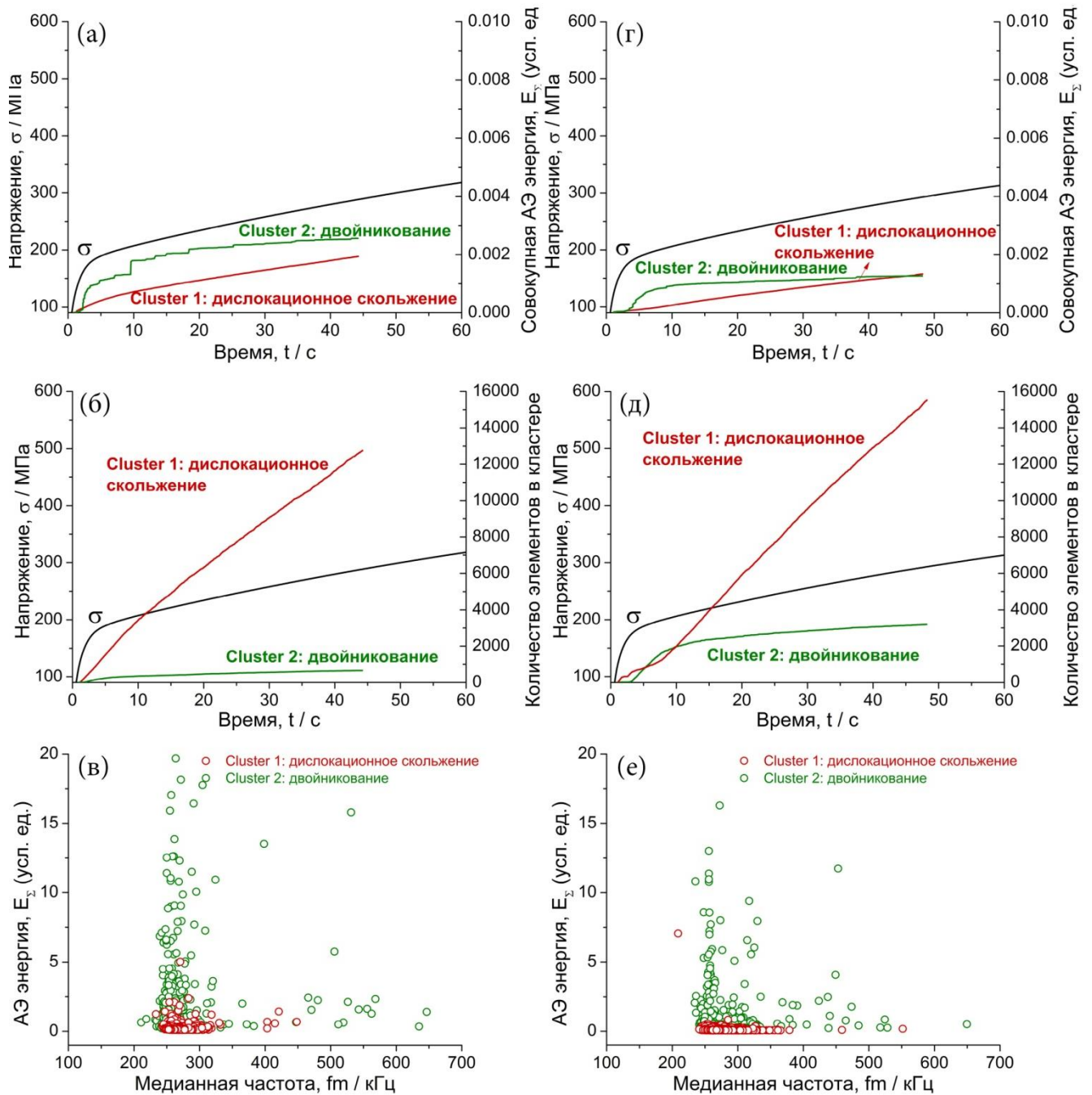


Рисунок 43 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы кластерного анализа, синхронизированная с диаграммой нагружения для образцов №1 (а-б) и №2 (г-д), а также карты бивариантного распределения сигналов АЭ по энергии  $E$  и медианной частоте  $f_m$  (в, е) для ТВИП стали 16Cr6Mn9Ni, испытанной при 100°C

Микроструктурный анализ, проведенный на сканирующем электронном микроскопе с использованием технологии EBSD на образцах ТВИП стали, содержащей 9% Ni, после испытаний при 20°C и 100°C показан на *рисунке 44*. Двойниковые границы

(рисунок 44а, з) выделены красным цветом по повороту на  $60^\circ$  относительно плоскости  $\langle 111 \rangle$ . Области разориентации (рисунок 44б, д) показаны в цветах обратной полюсной фигуры, а средняя разориентация изображена на (рисунок 44в, е).

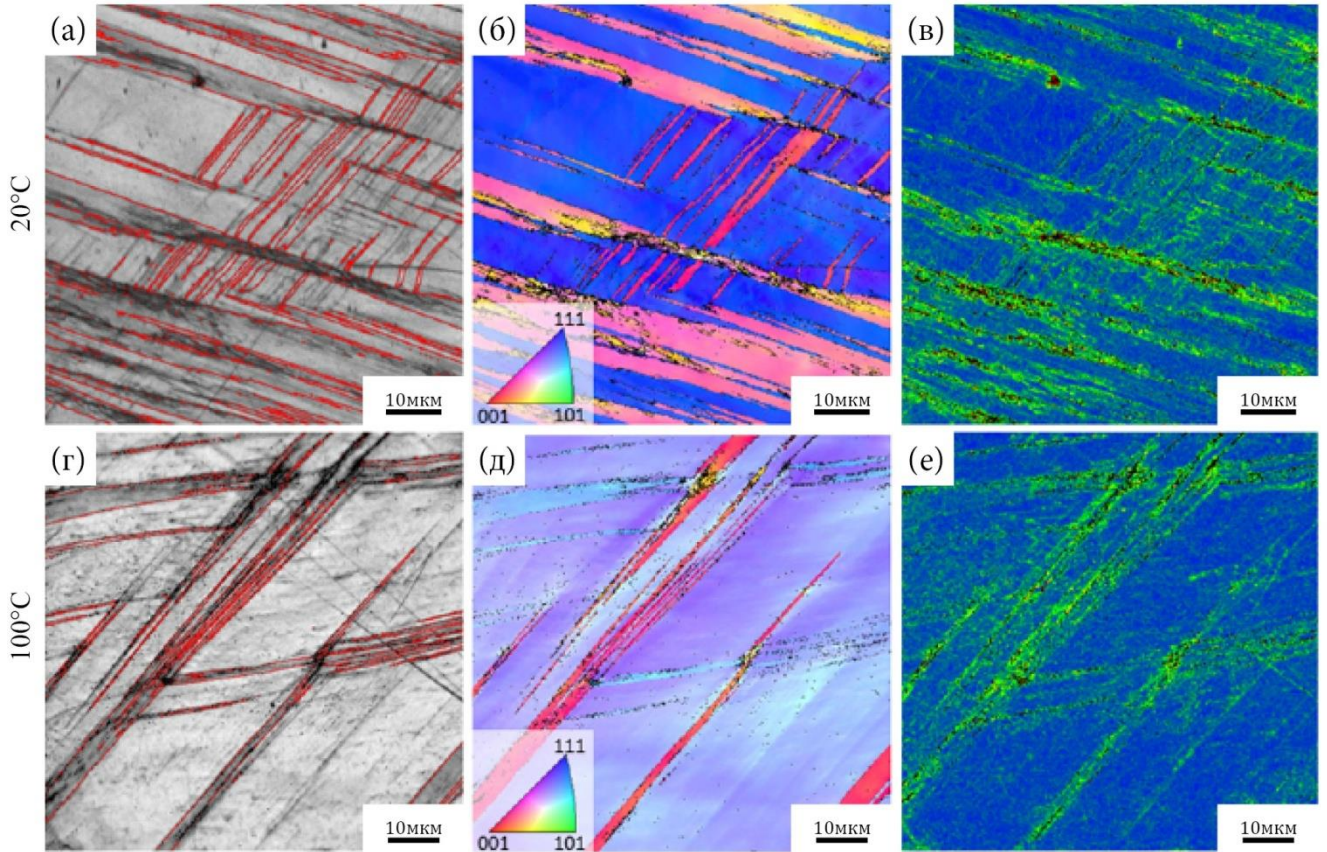


Рисунок 44 – Изменение микроструктуры для образцов ТВИП стали 16Cr6Mn9Ni, после испытания при 20°C (а-в) и 100°C (г-е): а, г – изображение поверхности, где двойниковые границы обозначены красными линиями; б, д – области разориентации в цветах обратной полюсной фигуры; в, е – их средняя разориентация. Ось напряжения располагается горизонтально

На образцах, испытанных при комнатной температуре, видны двойники двух систем: первичной и вторичной. Для первичных характерны большие размеры. При дальнейшем увеличении в электронном микроскопе можно заметить, что они состоят из отдельных пачек плотноупакованных двойников. Двойники вторичной системы скольжения значительно меньше и располагаются между первичными. Повышение температуры приводит к заметному уменьшению площади двойников обеих систем. Среднее значение площади, занимаемой ими, уменьшается с 31% при температуре 20°C до 15% при 100°C (таблица 8).

Таблица 8 – Площадь, занимаемая двойниками для стали 16Cr6Mn9Ni, испытанной при 20°C и 100°C

16Cr6Mn9Ni	Измерение, %			
	№1	№2	№3	Среднее
20°C	37	29	29	31,7
100°C	35	2	9	15,3

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

### 3.2. Сталь 16Cr6Mn6Ni

Сталь, содержащая 6% Ni относится к классу метастабильных, у которых наблюдается превращение аустенита  $\gamma$ -фазы (ГЦК) в  $\alpha'$  мартенсит деформации (ОЦК) через промежуточную фазу, называемую  $\varepsilon$ -мартенситом (ГПУ)<sup>9</sup>.

На *рисунке 45* представлены результаты работы алгоритма кластерного анализа сигналов акустической эмиссии, записанных без порога, для образцов данной стали, испытанных на одноосное растяжение со скоростью деформирования  $3 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  при двух температурах: 20°C (*a-b*) и 100°C (*z-e*), в значениях совокупной АЭ энергии (*a, z*), количества входящих в кластер элементов (*б, д*) и карты бивариантного распределения сигналов АЭ по энергии  $E$  и медианной частоте  $f_m$  (*в, e*).

Кластерный анализ образца, испытанного при 20°C, выявил четыре группы сигналов (*рисунк 45a-в*). Первый кластер, выделенный красным цветом, стартует незамедлительно с началом деформации и отличается низкой АЭ энергией и малой частотой. Он, аналогично со сталью, содержащей 9% Ni, ассоциируется с дислокационным скольжением.

Второй кластер также начинается сразу же с приложением нагрузки на образец, но имеет большую энергию, чем первый, ассоциируемый с дислокационным скольжением, и обладает широким диапазоном частот от 250 кГц до 550 кГц. Вероятным источником этого типа сигналов является образование дефектов упаковки. Данный кластер достигает максимума в области предела текучести, что хорошо согласуется с исследованиями образования  $\varepsilon$ -мартенсита во время теста [129], прерываемого на разных стадиях деформации для наблюдения микроструктуры. Также,

<sup>9</sup> Подробнее об особенностях этого превращения говорилось в первой главе, и также оно будет обсуждаться ниже при изучении стали, содержащей 3% Ni.

в указанной работе было показано, что дефекты упаковки образуются внутри полос деформации. При дальнейшей деформации происходит их превращение в  $\alpha'$  мартенситную фазу.

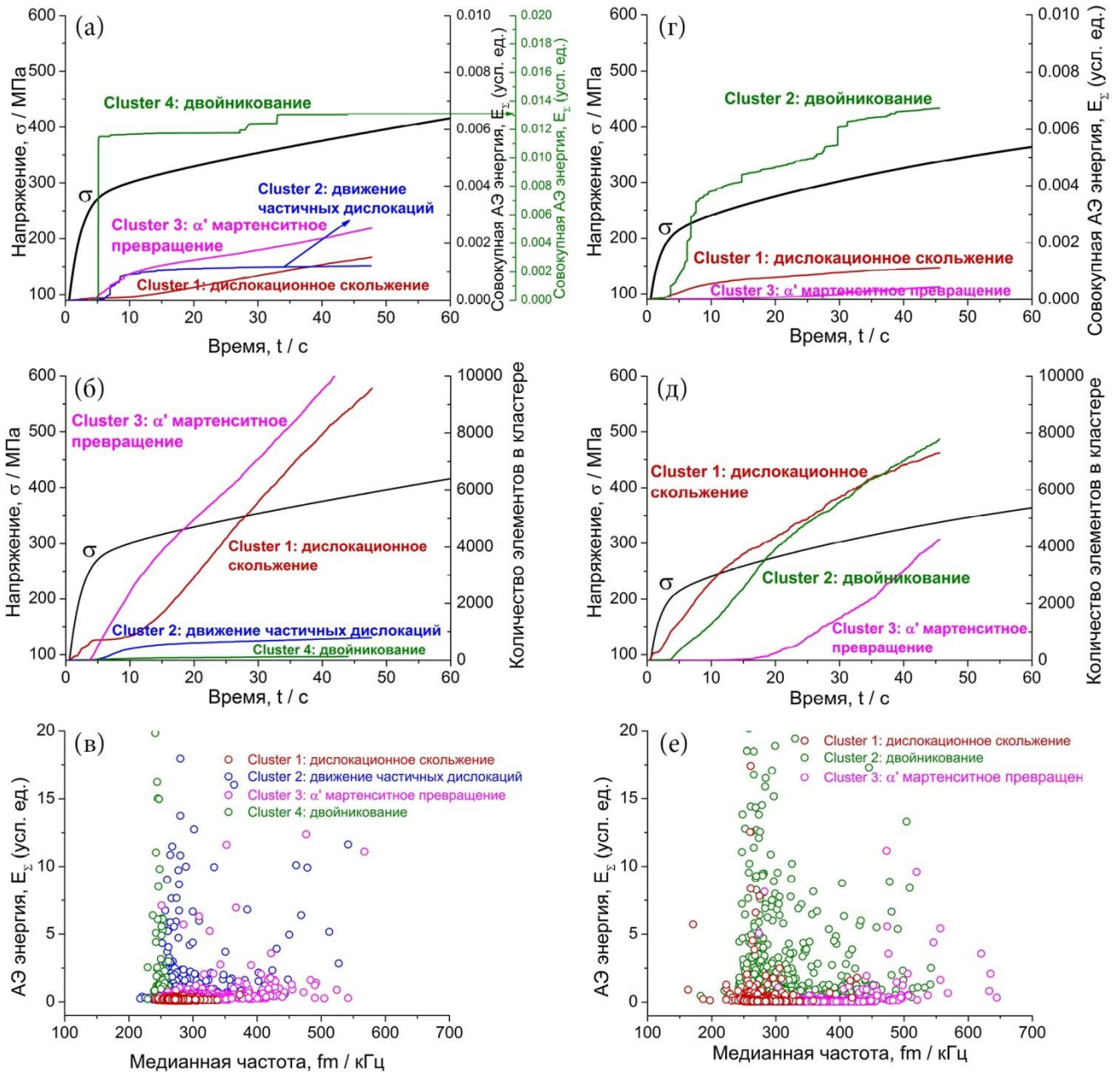


Рисунок 45 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы кластерного анализа, синхронизированная с диаграммой нагружения для образцов ТРИП стали 16Cr6Mn6Ni, испытанной при 20°C (а-б) и 100°C (г-д), а также карты бивариантного распределения сигналов АЭ по энергии  $E$  и медианной частоте  $f_m$  (в, е)

Третий кластер (выделенный розовым), соответственно, относится к акустической эмиссии, вызванной мартенситным  $\alpha'$  превращением. Также, для данного образца был обнаружен 4 кластер, имеющий высокоамплитудные импульсные сигналы, который по



аналогии со сталью, содержащей 9% Ni, ассоциируется с двойникованием. Но, учитывая, что количество элементов, входящих в него на несколько порядков меньше ( $<500$ ), чем для остальных процессов, можно заключить, что данный механизм релаксации напряжений не является преобладающим в данной стали в случае деформации при комнатной температуре, а появление отдельных сигналов, скорее всего, связано с двойниками, которые образуются на локальных неоднородностях химического состава.

Полученные данные кластерного анализа хорошо согласуются с результатами кинетики соответствующих процессов, протекающих при растяжении той же марки стали при скорости деформирования  $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ , но с использованием другого АЭ сенсора Fuji Ceramics 1045D (рисунок 46а). Здесь алгоритм кластерного анализа также выделил три группы сигналов, которым в соответствие были поставлены: дислокационное скольжение, образование дефектов упаковки и  $\alpha'$  мартенситное превращение. Это наблюдение является важным для понимания устойчивости алгоритма кластеризации, надежности и сопоставимости полученных результатов.

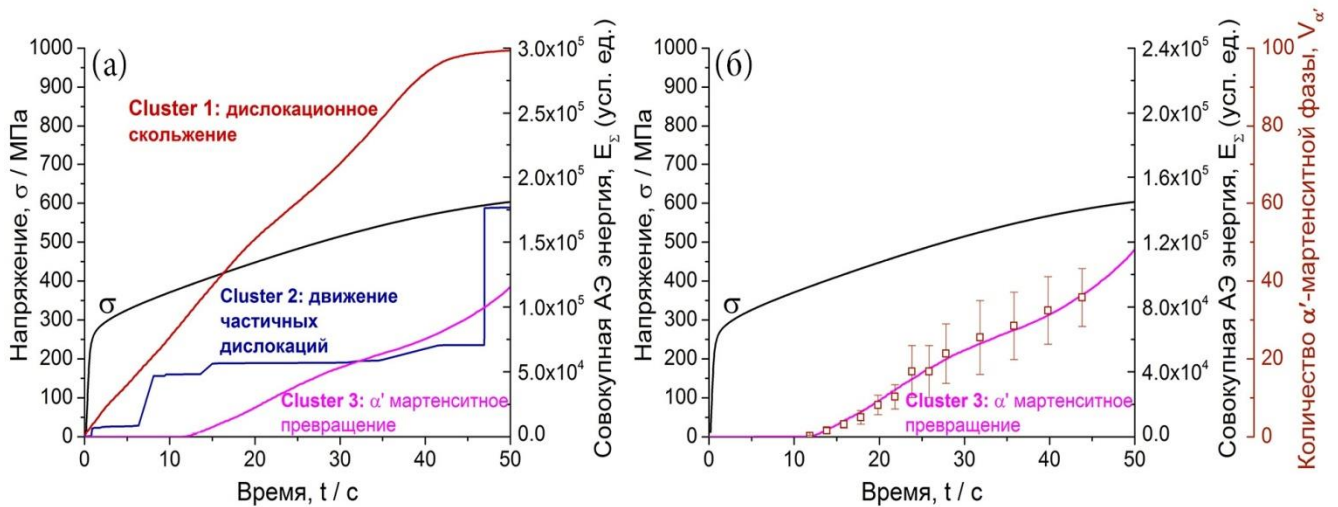


Рисунок 46 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы кластерного анализа, синхронизированная с диаграммой нагружения для образца ТРИП стали 16Cr6Mn6Ni, испытанной при 20°C (а), связь кластера, соответствующего мартенситному превращению, с количеством образовавшегося мартенсита, измеренного с помощью магнитных методов прибором Feritscope MP30E-S (б)

Исследование связи данных, полученных по результатам работы кластерного анализа, с количеством образовавшегося мартенсита, измеренного в ходе прерывистого теста с помощью магнитных методов прибором Feritscope MP30E-S, показало хорошую

корреляцию между совокупной АЭ энергией и количеством образовавшегося  $\alpha'$ -мартенсита (*рисунок 46б*), что свидетельствует о корректности полученных результатов.

Изменение температуры значительно сказывается на кинетике процессов, протекающих при пластической деформации в данной стали. Для образца, испытанного при 100°C, алгоритм кластерного анализа выявил три группы сигналов. Первый кластер, начинающийся незамедлительно с приложением нагрузки, соответствует дислокационному скольжению. Второй же, обладающий импульсными сигналами, высокой энергией и широким набором частот, относится к двойникованию. Третий кластер соответствует  $\alpha'$  мартенситному превращению. Учитывая, что в данной стали мартенситное превращение проходит через промежуточную фазу:  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  кластер, соответствующий образованию дефектов упаковки, также должен был быть обнаружен. Однако из-за высокой схожести его функции спектральной плотности с двойникованием, в силу динамической и кинетической схожести механизмов, разделить их в отдельные группы было невозможно при использовании тех датчиков, которые были применены в данной работе. Возможно, использование широкополосного сенсора с более равномерной АЧХ поможет решить данную проблему.

Результаты кластерного анализа убедительно подтверждается исследованиями, полученными с использованием сканирующей электронной микроскопии (*рисунок 47*). EBSD анализ образцов стали, содержащей 6% Ni, испытанных при 20°C, обнаружил как  $\alpha'$ -мартенситную фазу, так и промежуточный ГПУ  $\varepsilon$ -мартенсит. На *рисунке 47а* заметно, что значительную область занимает не претерпевший превращения ГЦК  $\gamma$ -аустенит (выделен красным цветом), где в процессе растяжения деформация протекала за счет скольжения дислокаций. Это хорошо соответствует кинетике накопления элементов, попадающих в кластеры 1 и 3 (на *рисунке 45*) и отвечающих соответственно за дислокационное скольжение и мартенситное превращение, когда после достижения предела текучести процесс их развития происходит синхронно. На *рисунке 47в* отмечено 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 45б*).

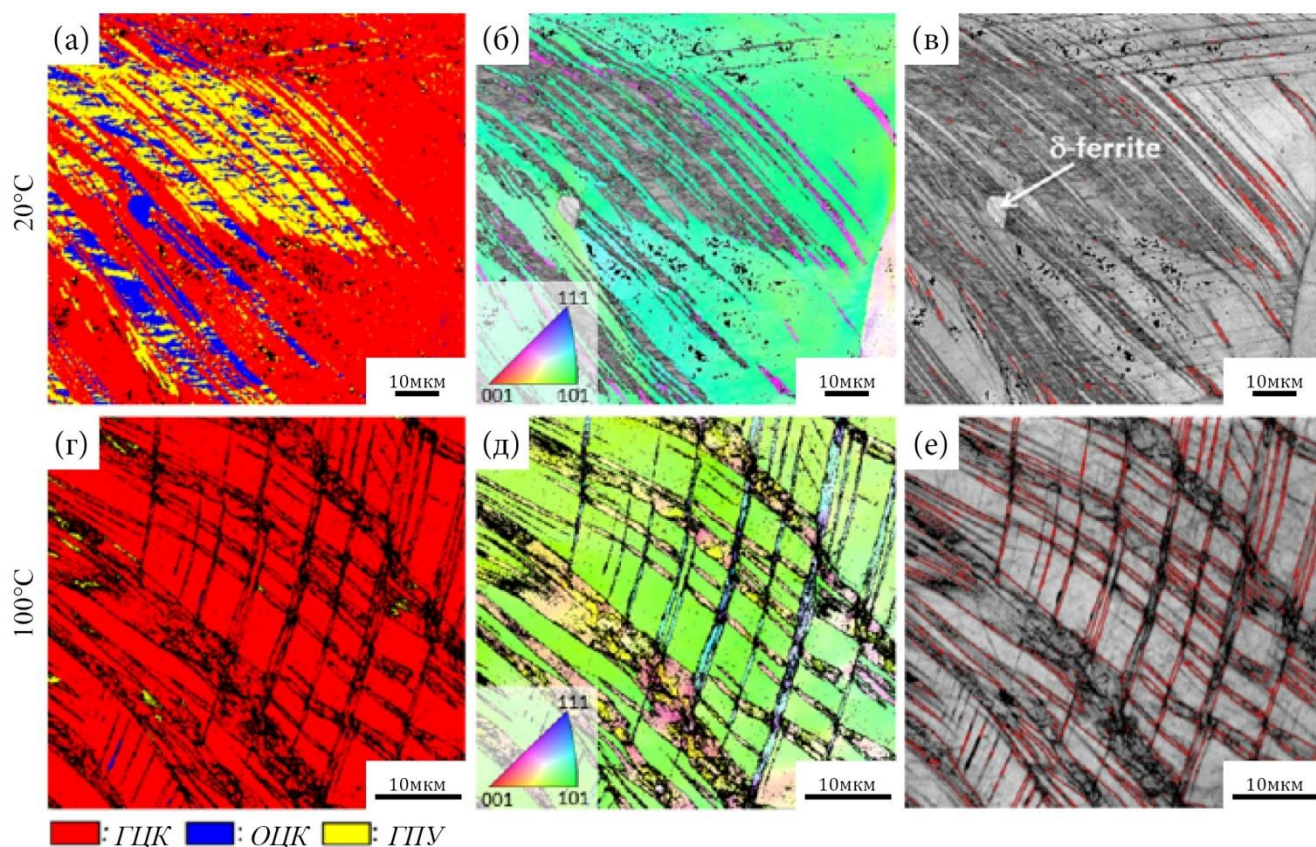


Рисунок 47 – Изменение микроструктуры для образцов ТРИП/ТВИП стали 16Cr6Mn6Ni, после испытания при 20°C (а-в) и 100°C (г-е): а, г – фазовая карта материала, где красным цветом отображается  $\gamma$  аустенит (ГЦК), желтым –  $\epsilon$ -мартенсит (ГПУ) и синим –  $\alpha'$  мартенсит (ОЦК); в, д – изображение поверхности в цветах обратной полюсной фигуры; в, е – изображение поверхности с указанием двойниковых границ, обозначенных красными линиями. Ось напряжения располагается горизонтально

Повышение температуры до 100°C настолько радикально меняет основные механизмы релаксации напряжений при деформации, что ТРИП эффект сменяется на ТВИП. На *рисунке 47д-е* четко выделяются двойниковые границы разных систем скольжения. Образование мартенсита деформации (*рисунк 47г*) занимает незначительную площадь от всего изображения, что хорошо согласуется с кинетикой АЭ, выявленной с помощью кластерного анализа. Так группа сигналов, отвечающих за мартенситное превращение при 100°C, обладает значительно меньшей энергией и количеством входящих элементов, чем для образца, испытанного при комнатной температуре.

### 3.3. Сталь 16Cr6Mn3Ni

Сталь, содержащая 3% Ni, также, как и предыдущая с 6% Ni, относится к классу метастабильных. Но, снижение энергии дефекта упаковки приводит к значительному

изменению физико-механических свойств при обеих температурах испытания (рисунк 33). Заметно, что для данной стали (рисунк 40) энергия сигналов акустической эмиссии на несколько порядков выше, чем для сталей с 6% и 9% Ni (рисунк 38). Кроме этого, протекание интенсивного мартенситного превращения при ее деформации приводит к значительному повышению медианной частоты по сравнению с двумя другими сталями.

Образование  $\alpha'$  (ОЦК) мартенсита в данной стали проходит через промежуточное  $\varepsilon$ -мартенситное превращение с ГПУ решеткой (рисунк 48). При нагружении в образовавшихся полосах деформации наблюдается зарождение  $\varepsilon$ -мартенсита (показан желтым), который при дальнейшей пластической деформации, трансформируется в  $\alpha'$ -мартенсит (показан синим).

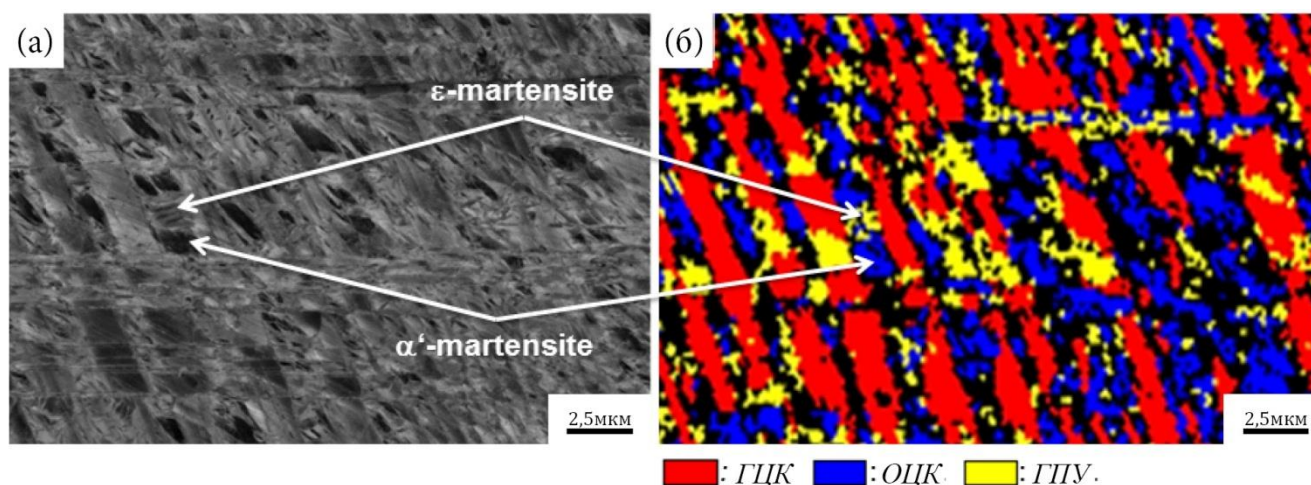


Рисунок 48 – SEM изображение, показывающее микроструктуру стали 16Cr6Mn3Ni, после деформации до 33% удлинения: а – BSD контраст, показывающий формирование деформационных линий в двух системах, б – EBSD анализ, показывающий фазовый состав микроструктуры, где красным отображается  $\gamma$  аустенит (ГЦК), желтым –  $\varepsilon$ -мартенсит (ГПУ) и синим –  $\alpha'$  мартенсит (ОЦК). Черным показаны не проиндексированные точки. Ось нагружения располагается горизонтально

Алгоритм кластерного анализа, для образцов стали с 3% Ni, испытанных при 20°C, выделил два преобладающих процесса, показанные на рисунке 49 в значениях совокупной АЭ энергии (а, г), количества входящих в кластер элементов (б, д) и карты бивариантного распределения сигналов АЭ по энергии  $E$  и медианной частоте  $f_m$  (в, е). Средние функции спектральной плотности (центроиды кластеров), указанных процессов показаны на рисунке 50.

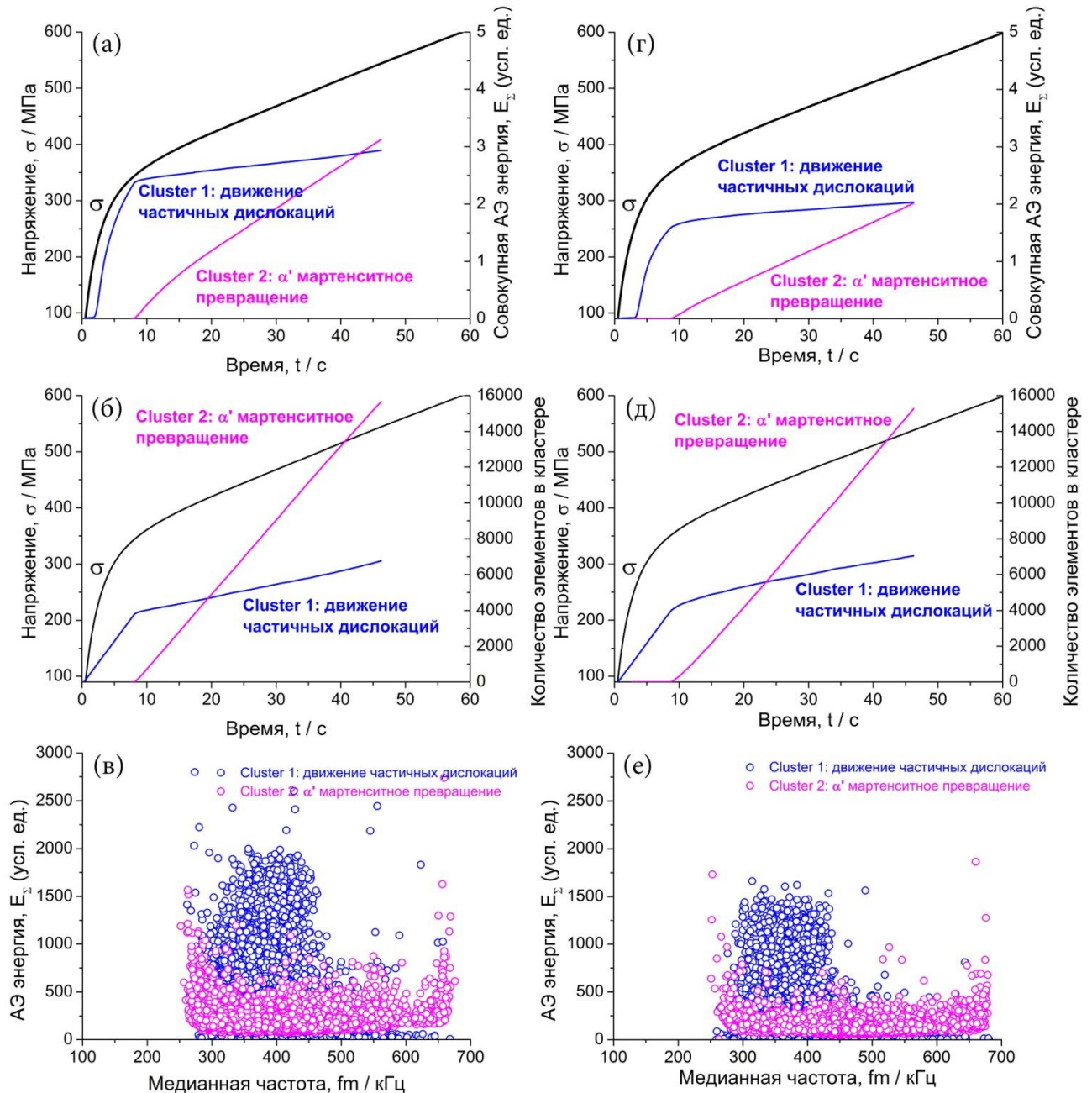


Рисунок 49 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы кластерного анализа, синхронизированная с диаграммой нагружения для двух образцов ТРИП стали 16Cr6Mn3Ni, испытанных при 20°C (а-д), а также соответствующее им, бивариантное распределение сигналов АЭ по энергии  $E$  и медианной  $f_m$  частоте (в, е)

Первый кластер начинается одновременно с приложением нагрузки и имеет высокие значения АЭ энергии. Через несколько секунд после начала эксперимента в области условного предела текучести количество сигналов выходит на насыщение и далее растет медленно. Это хорошо соответствует движению частичных дислокаций, приводящих к образованию ламелей дефектов упаковки, которые индексируются в EBSD методе как ГПУ  $\epsilon$ -мартенсит. Данный процесс, как показано в работе [113], для данной стали идет через промежуточный максимум концентрации.

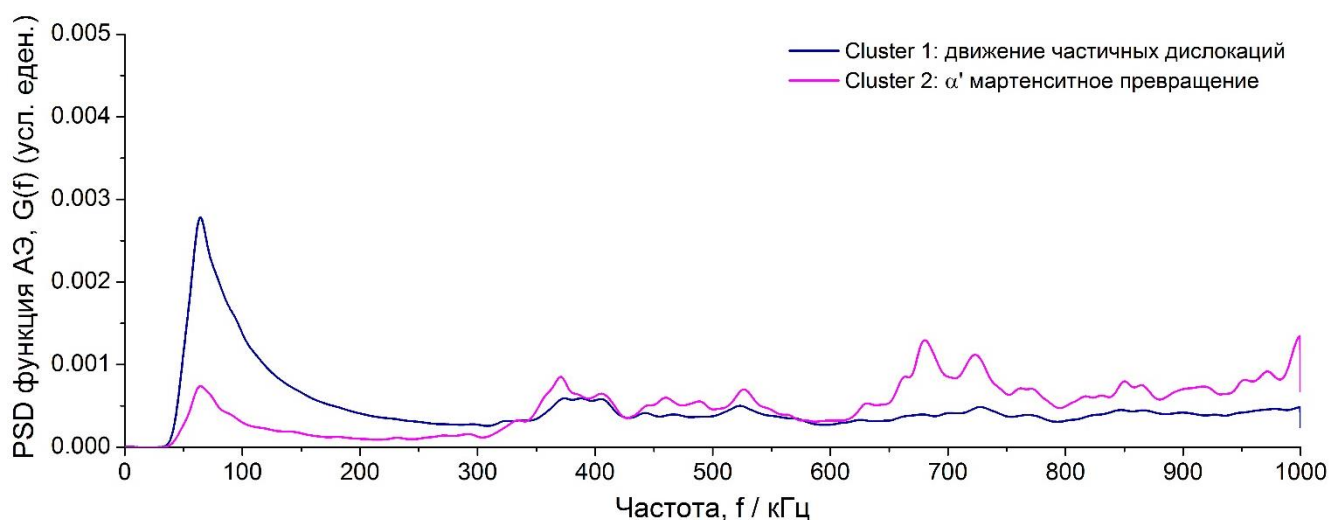


Рисунок 50 – Типичные средние по кластеру (центроиды) функции спектральной плотности (PSD), соответствующие, указанным процессам для стали, содержащей 3% Ni

Второй кластер, показан розовым цветом, очевидно, соответствует образованию  $\alpha'$ -мартенсита. Действительно, он обладает значительной АЭ энергией в высокочастотной области (*рисунок 50*) и растет равномерно за время наблюдения. Также второй кластер начинает активно проявляться только через 7-9 с. после начала нагружения, когда нагрузка доходит до условного предела текучести и рост кластера, отвечающего за движение частичных дислокаций, образующих пластины дефектов упаковки, замедляется. Схожую картину наблюдали авторы работы [130], в которой они отметили, что наиболее интенсивное образование мартенсита деформации происходит после прохождения площадки текучести.

Полученные данные хорошо согласуются с результатами исследования кинетики механизмов релаксации при растяжении той же марки стали при скорости деформирования  $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ , но с использованием другого АЭ сенсора Fuji Ceramics 1045D (*рисунок 51а-б*). Здесь алгоритм кластерного анализа также выделил две группы сигналов, которым в соответствие были поставлены: образование дефектов упаковки и  $\alpha'$  мартенситное превращение.

Исследование связи данных, полученных с использованием кластерного анализа, с количеством образовавшегося мартенсита, измеренного на стадии прерывания теста с помощью магнитных методов прибором Feritscope MP30E-S также, как и для стали, содержащей 6%Ni, показало хорошую корреляцию между совокупной АЭ энергией и количеством образовавшегося  $\alpha'$ -мартенсита (*рисунок 51в*), что свидетельствует о корректности полученных результатов [131].

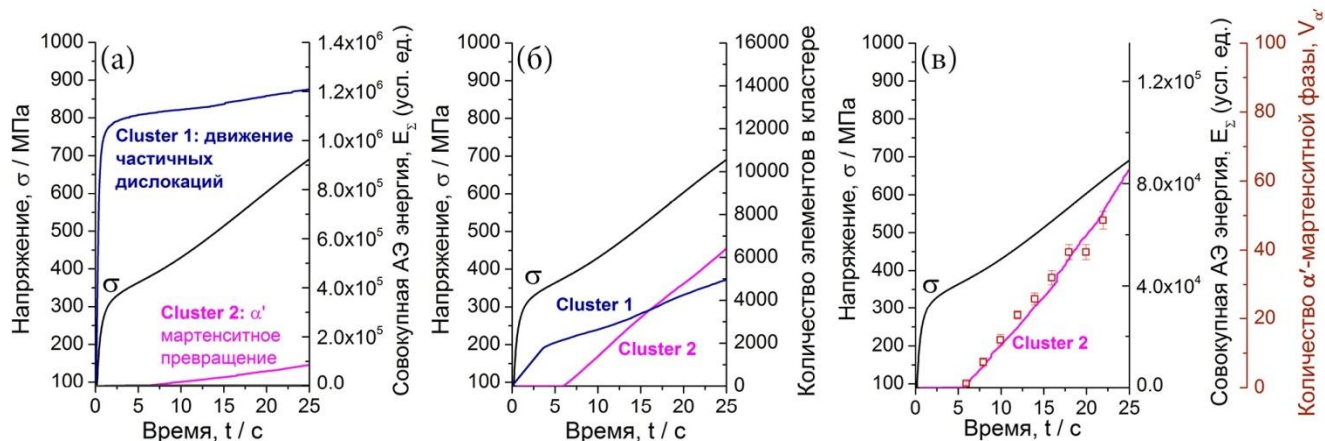


Рисунок 51 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы кластерного анализа, синхронизированная с диаграммой нагружения для образца ТРИП стали 16Cr6Mn3Ni, испытанной при 20°C (а, б), связь кластера, соответствующего мартенситному превращению, с количеством образовавшегося мартенсита, измеренного с помощью магнитных методов, показана на (в)

Повышение температуры эксперимента до 100°C приводит к значительному снижению энергии сигналов АЭ (рисунок 52), а также к пропаданию эффекта прерывистой текучести, который подробнее для данной стали исследовался в работе [132].

Алгоритм кластерного анализа, для стали с 3%Ni, испытанной при 100°C, выделил три группы сигналов. Первый кластер начинает заполняться незамедлительно с приложением нагрузки, а в области условного предела текучести процесс накопления сигналов, относящихся к нему, резко снижается. По аналогии с испытаниями, проведенными при комнатной температуре, можно считать, что он соответствует движению частичных дислокаций. Следовательно, второй кластер, значительно возрастающий после условного предела текучести и обладающий высокими показателями по АЭ энергии относится к образованию α'-мартенсита. В отличие от образцов, испытанных при комнатной температуре, при её повышении обнаруживается третий кластер, обладающий низкой энергией АЭ и малой частотой. По аналогии с предыдущими результатами для других исследованных сталей, наиболее вероятным источником сигналов для него является дислокационное скольжение, которое начинает играть большую роль, из-за снижения интенсивности мартенситного превращения, чему способствует увеличение температуры проведения испытания. Снижение интенсивности мартенситного превращения хорошо заметно по совокупной энергии АЭ сигналов, которая с повышением температуры до 100°C, уменьшилась 2-2,5 раза

(рисунок 49а, г, 52а). Именно поэтому третий кластер становится заметным лишь по достижению некоторой величины пластической деформации.

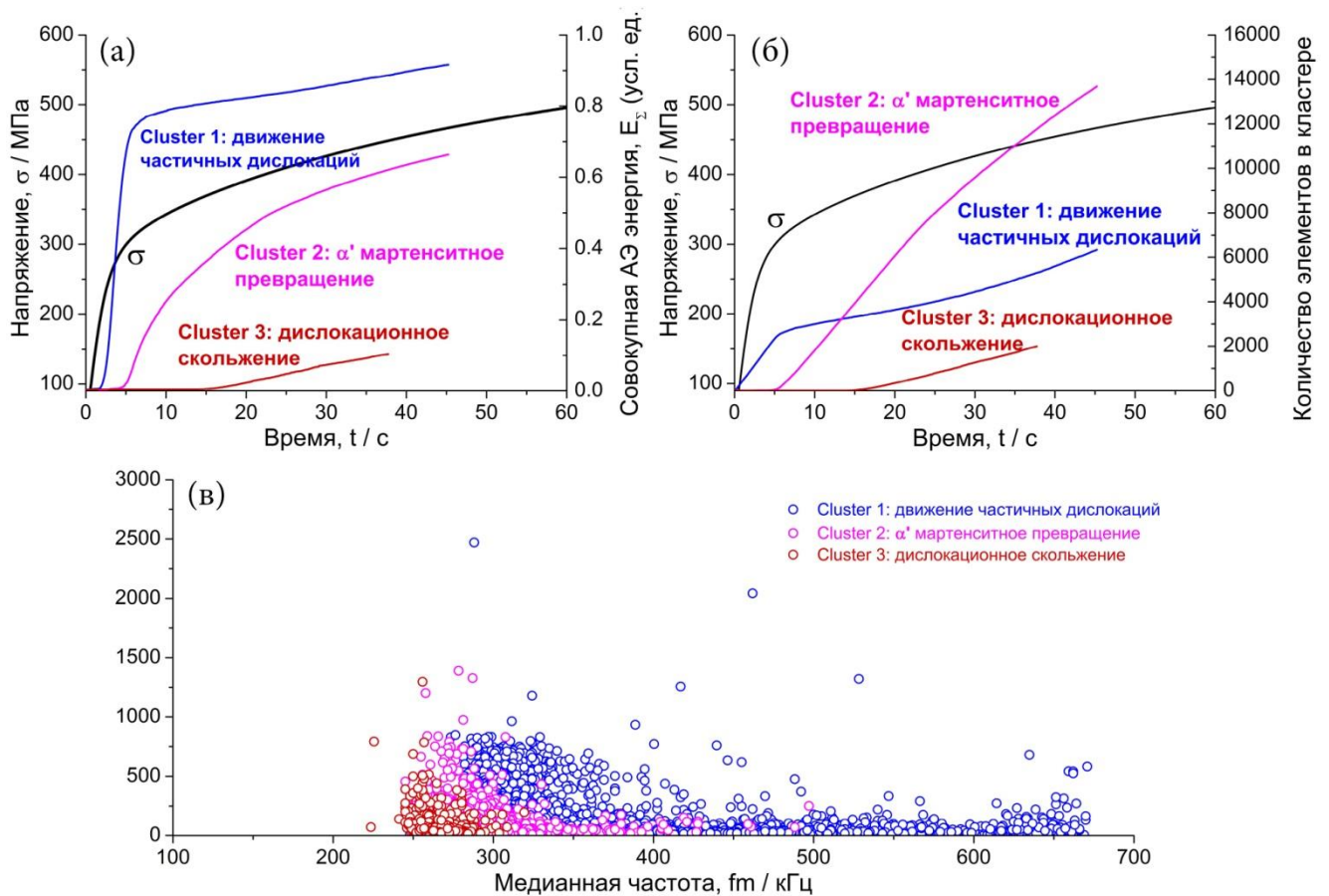


Рисунок 52 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы кластерного анализа, синхронизированная с диаграммой нагружения (а, б) и бивариантное распределение сигналов АЭ по энергии  $E$  и медианной  $f_m$  частоте (в) образца ТРИП стали 16Cr6Mn3Ni, испытанной при 100°C

Результаты работы алгоритмов кластерного анализа были сопоставлены с данными изучения микроструктуры с использованием метода EBSD для идентификации отдельных фаз (рисунок 53). Необходимо отметить, что исследование микроструктуры в стали с 3%Ni сопряжено с некоторыми трудностями, так как после термообработки в ней всегда присутствует некоторое количество  $\delta$ -феррита<sup>10</sup>, что соответствует её положение на диаграмме Шеффлера (рисунок 21). Наличие  $\delta$ -феррита затрудняет количественную оценку содержания мартенситной фазы с помощью EBSD анализа, так как он имеет ту же кристаллографическую структуру, что и  $\alpha'$ -мартенсит. Принципиальная возможность различения их друг от друга базируется на том, что после

<sup>10</sup> Для исследуемого образца его количество составило порядка 12%



испытания  $\delta$ -феррит является менее деформированной структурной составляющей, что позволяет визуально отличить его от мартенсита, образовавшегося при деформации.

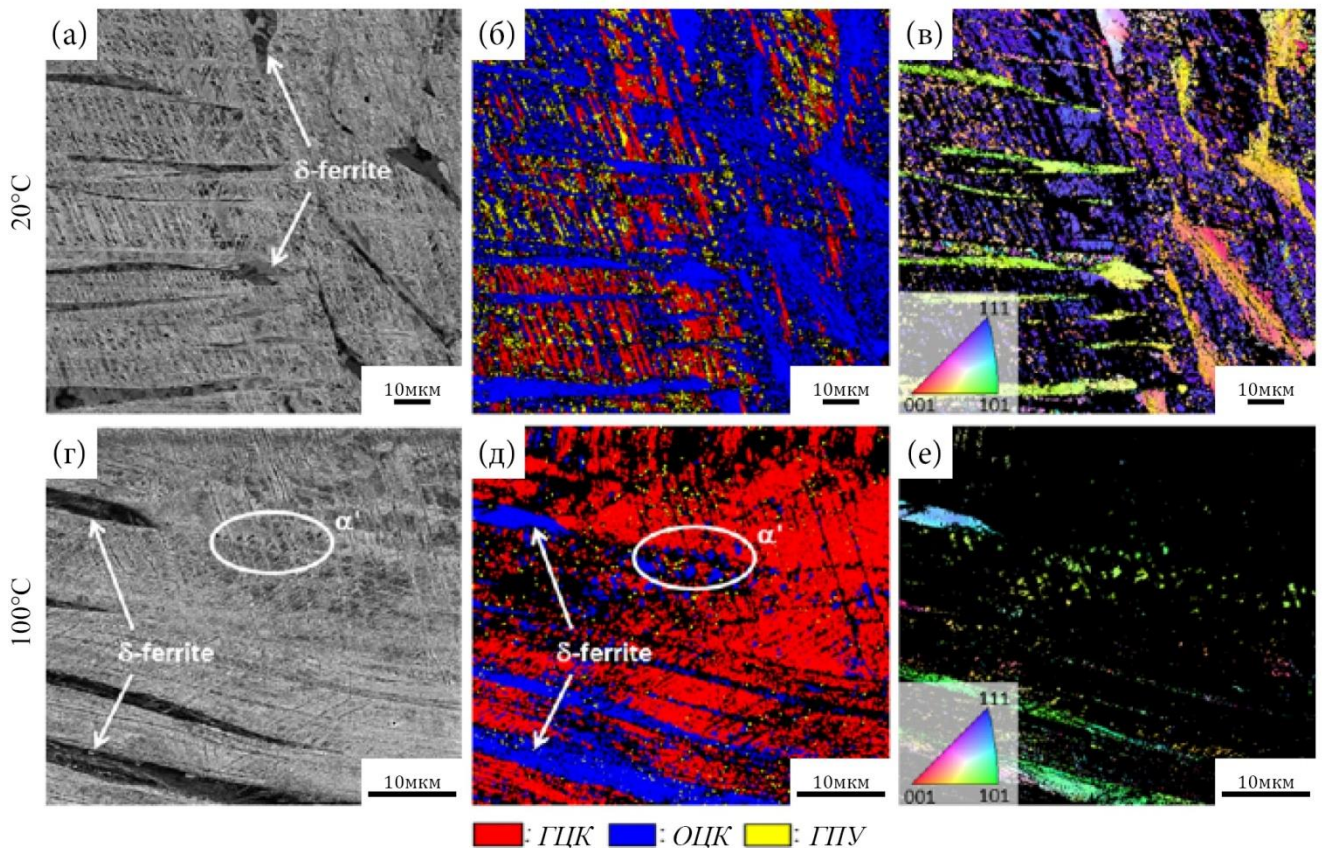


Рисунок 53 – Изменение микроструктуры для образцов ТРИП стали 16Cr6Mn3Ni после испытания при 20°C (а-в) и 100°C (г-е): а, г – поверхность образца с изображением деформационных линий от разных систем скольжения; в, д – фазовая карта материала, где красным показывается  $\gamma$  аустенит (ГЦК), желтым –  $\epsilon$ -мартенсит (ГПУ) и синим –  $\alpha'$  мартенсит (ОЦК); в, е – изображение поверхности в цветах обратной полюсной фигуры относительно ОЦК фазы. Ось нагружения располагается горизонтально

EBSD анализ, проведенный для стали с 3% Ni, показал наличие мартенситного превращения как при 20°C, так и при 100°C. Однако повышение температуры приводит к значительному снижению количества образовавшегося  $\alpha'$ -мартенсита (рисунок 53б, д). Оно составило, с учетом поправки на содержание  $\delta$ -феррита в структуре: 28,7% (испытание при 20°C) и 8,8% (испытание при 100°C). Несмотря на это снижение, мартенситное превращение все еще остается основным механизмом релаксации напряжений при деформации в данной стали и при 100°C.

## Выводы

(1) ТРИП/ТВИП стали сочетают в себе удачный комплекс физико-механических свойств, как по прочности, так и по пластичности за счет процессов, протекающих при деформации, к которым можно отнести: дислокационное скольжение и двойникование, образование дефектов упаковки и мартенситное превращение. Все указанные процессы очень чувствительны к температуре и могут сменять друг друга, тем самым, изменяя физико-механические свойства в широких пределах.

(2) Использование метода акустической эмиссии с применением математических алгоритмов кластерного анализа позволяет проводить сортировку сигналов на отдельные группы, исходя из подобия функции их спектральной плотности и сопоставлять сигналы из каждой таким образом сформированной группы с конкретными процессами, протекающим при деформации в ТРИП/ТВИП сталях. Тем самым, появляется возможность изучать кинетику каждого процесса в реальном времени по отдельности.

(3) Результаты кластерного анализа сигналов АЭ хорошо согласуются с исследованиями микроструктуры, проведенными на испытанных образцах.

(4) Использование широкополосных АЭ сенсоров с различными амплитудно-частотными характеристиками не приводит к расхождению разбиения сигналов АЭ на кластеры и кинетики накопления сигналов в каждом кластере для одних и тех же сталей [131, 133].

(5) Для стабильной стали с 9% Ni, испытанной при 20°C и 100°C, двойникование является ведущим механизмом деформации, однако при увеличении температуры наблюдается снижение плотности двойников, что на АЭ отображается в уменьшении количества сигналов в соответствующем кластере и в увеличении числа сигналов в кластере, ассоциируемым с дислокационным скольжением.

(6) Отличия в деформационном поведении сталей, проявляющих ТВИП эффект (16Cr6Mn9Ni), и сталей без него (316L), хорошо прослеживаются с помощью кластерного анализа сигналов АЭ. Для ТВИП стали характерно активное механическое двойникование, сопровождающееся высокоамплитудной АЭ с наибольшей интенсивностью при малых деформациях в начале эксперимента. В стали без ТВИП эффекта (316L) наблюдаются двойники со значительно меньшей АЭ энергией, а

интенсивность процесса двойникования растет монотонно в течение всего эксперимента.

(7) Для стали с 6% Ni повышение температуры деформации с 20°C до 100°C приводит к замещению ведущего механизма релаксации напряжений с мартенситного превращения на двойникование.

(8) Для 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 ведущим механизмом релаксаций напряжений при деформации.

#### 4. КИНЕТИКА РОСТА УСТАЛОСТНОЙ ТРЕЩИНЫ В ТРИП/ТВИП СТАЛЯХ ПО ДАННЫМ АЭ

Как отмечалось в первой главе, стали с ТРИП эффектом обладают одними из самых высоких показателей сопротивления росту усталостной трещины, по причине сильного упрочнения материала за счет образования мартенсита в её вершине<sup>11</sup>. Данная глава посвящена исследованию кинетики роста усталостной трещины в ТРИП/ТВИП сталях с переменным содержанием Ni с использованием метода акустической эмиссии.

Первичными характеристиками, измеряемыми при испытаниях на рост усталостной трещины, является её длина и количество циклов до разрушения, по которым рассчитывается скорость роста трещины и, с учетом геометрии образца, коэффициент интенсивности напряжений  $K_I$  (КИН). КИН является основным фактором, определяющим скорость роста усталостной трещины. Физически  $K_I$  является характеристикой распределения напряжений в вершине трещины отрыва. В условиях усталостных испытаний для компактных образцов (СТ) с острой трещиной он вычислялся согласно хорошо известной в механике разрушения формуле (13-15):

$$K = \frac{P}{\sqrt{B \times B_{net} \times W}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (13)$$

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{\left[2 + \frac{a}{W}\right] \left[0,886 + 4,64 \frac{a}{W} - 13,32 \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 14,72 \left(\frac{a}{W}\right)^3 - 5,6 \left(\frac{a}{W}\right)^4\right]}{\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{\frac{3}{2}}} \quad (14)$$

$$\Delta K = K_{max} - K_{min} \quad (15)$$

где:  $a$  – длина трещины,  $W$  – ширина образца,  $B$  и  $B_{net}$  – толщина (в нашем случае  $B = B_{net}$ ),  $P$  – приложенная нагрузка и  $\Delta K$  – размах коэффициента интенсивности напряжений между максимальным и минимальным значениями, соответственно.

На *рисунке 54* представлена зависимость количества циклов до разрушения от длины трещины и скорость роста трещины от коэффициента интенсивности напряжений для образцов ТРИП/ТВИП сталей, испытанных при двух амплитудах нагружения (7500 Н, 8000 Н) и двух температурах окружающей среды (20°C и -40°C) с коэффициентом асимметрии цикла 0,1 при частоте 10 Гц.

<sup>11</sup> В переизданной в 2012 г. книге А.П. Гуляева «Металловедение» отмечено, что данные стали в настоящий момент, по-видимому, являются «материалом с самым высоким сочетанием прочности и вязкости, т.е. самым надежным конструкционным материалом» [12, с. 410]

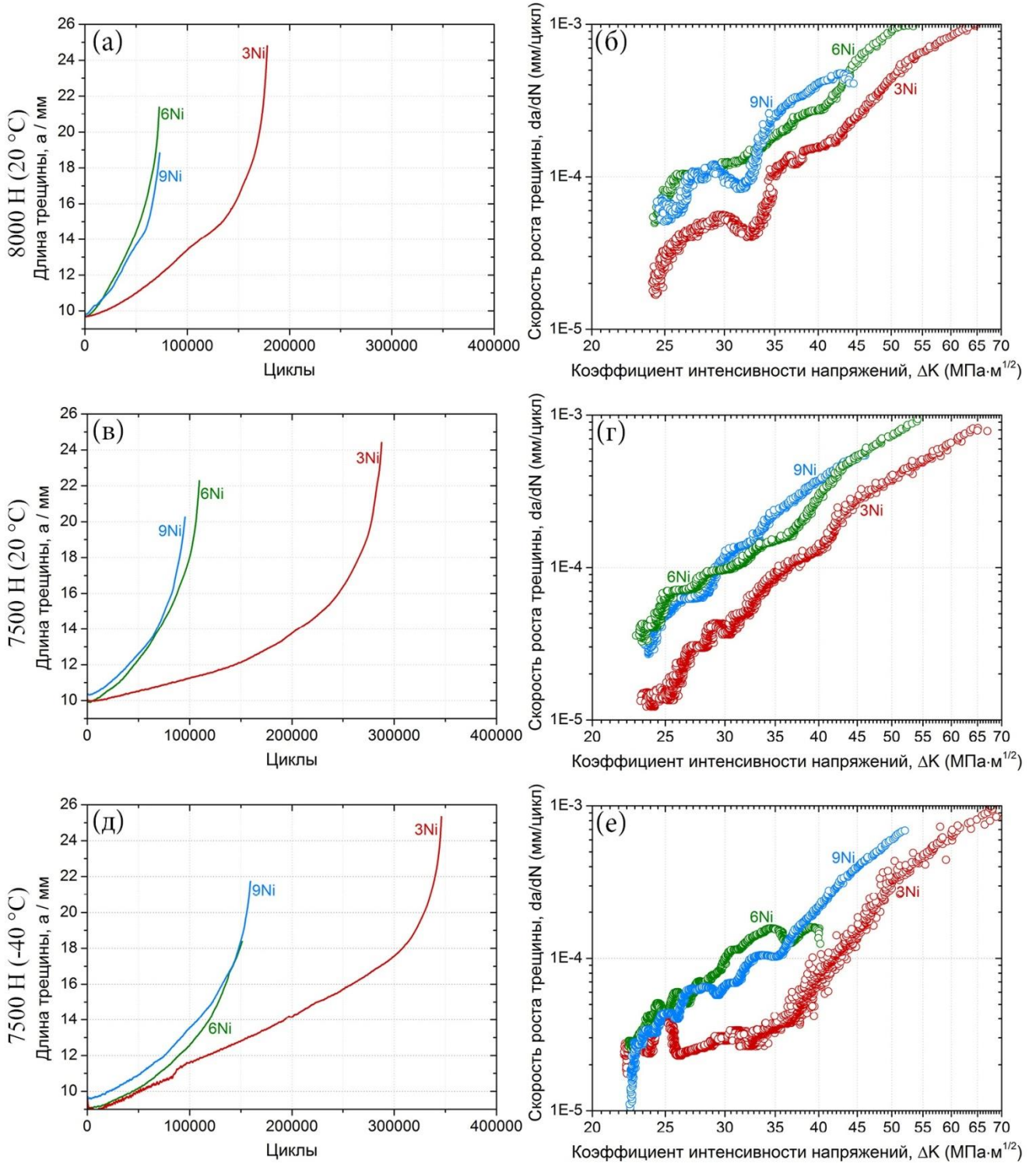


Рисунок 54 – Зависимости длины трещины от количества циклов нагружения и скорости роста трещины от размаха коэффициента интенсивности напряжений для ТРИП/ТВИП сталей с различным содержанием Ni (3, 6 и 9%), испытанных при двух амплитудах нагружения: а, б – 8000 Н; в, г, д, е – 7500 Н и двух температурах: а, б, в, г – 20°С; д, е – -40°С

Сталь, содержащая 3% Ni, значительно превосходит две другие по сопротивлению росту усталостной трещины при всех режимах испытания. С другой стороны, при увеличении нагрузки с 7500 Н до 8000 Н в ней наблюдается большее

снижение количества циклов до разрушения при комнатной температуре, о чем свидетельствует угол наклона диаграмм, представленных на *рисунке 55*.

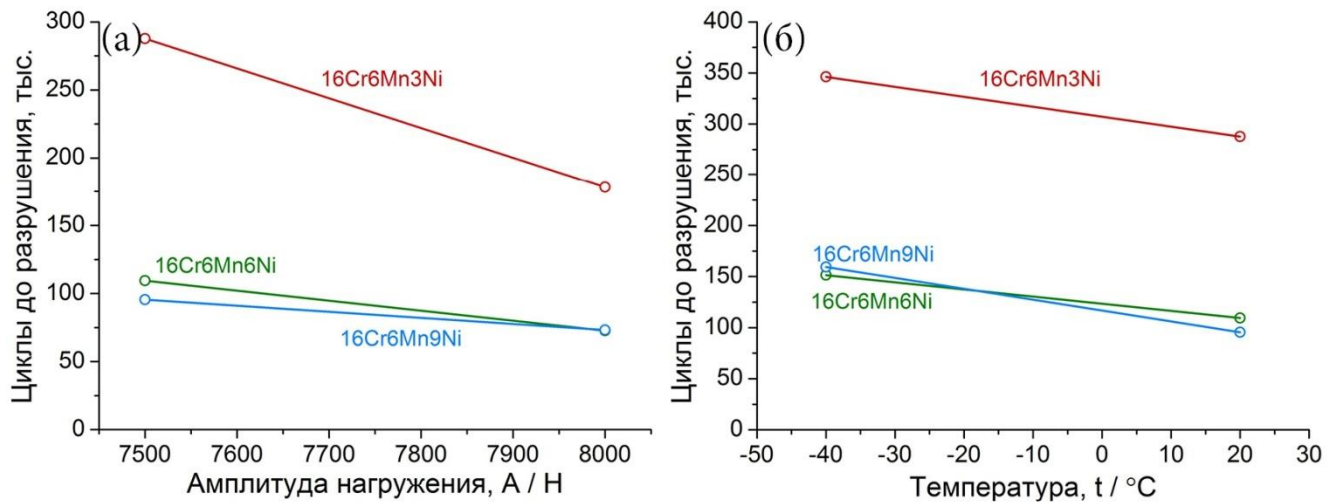


Рисунок 55 – Изменение количества циклов до разрушения для ТРИП/ТВИП сталей с различным содержанием Ni (3, 6 и 9%) при изменении амплитуды нагружения (а) и температуры (б)

ТРИП сталь, содержащая 6% Ni, и ТВИП сталь, содержащая 9% Ni, по скорости роста трещины показали во многом схожие результаты (*рисунк 54*).

Изучение различий в сопротивлении росту усталостной трещины в ТРИП/ТВИП сталях проводилось в работах [134, 135]. Авторы работы [135] сделали вывод, что при сравнимых  $\Delta K$  стали ТВИП класса на стадии стабильного распространения трещины обладают лучшим сопротивлением росту усталостной трещины, чем ТРИП стали, что выражается в меньшей скорости распространения усталостной трещины. Причину такого различия они связали с характером разрушения на том основании, что для ТРИП сталей наблюдаются признаки хрупкого разрушения, а для ТВИП – типично вязкого. В исследуемых ТРИП/ТВИП сталях с переменным содержанием Ni тоже наблюдается значительное возрастание вязкости излома с увеличением содержания легирующего элемента, что видно по изменению рельефа поверхности (*рисунк 56*), и связано с переходом ведущего механизма релаксации напряжений при деформации с ТРИП эффекта на ТВИП. Однако сопротивление росту усталостной трещины в ТРИП стали, содержащей 3% Ni, значительно превосходит ТВИП сталь с 9% Ni. В то же время, ТРИП сталь с 6% Ni не показала особого превосходства свойств в данных экспериментах по сравнению с ТВИП сталью, а при увеличении амплитуды нагрузки с 7500 Н до 8000 Н даже стала незначительно уступать ей. Вероятнее всего, авторы исследовали ТРИП

стали с такой стабильностью аустенитной структуры (как это наблюдается у исследуемой ТРИП стали с 6% Ni), которая не позволяла обеспечить достаточное локальное упрочнение для торможения трещины. Другой возможной причиной, было использование неподходящей термообработки, которая, как было показано в работе [136], часто приводит к увеличению прочностных характеристик, одновременно способствуя значительному снижению сопротивления роста трещины, что выражалось в увеличении коэффициента  $n$  в 2-3 раза в известной формуле Периса  $\frac{da}{dN} = A(\Delta K)^n$ , где  $A$  и  $n$  – константы материала, описывающей стабильный участок роста трещины.

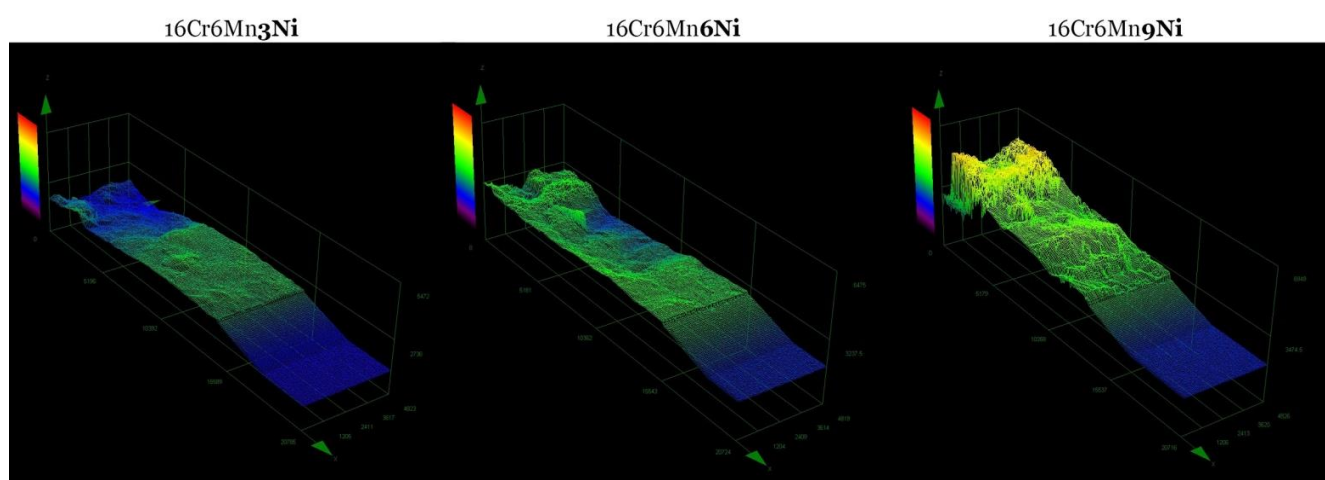


Рисунок 56 – Изменение профиля поверхности при росте усталостной трещины для ТРИП/ТВИП сталей с различным содержанием Ni (3, 6 и 9%), испытанных при амплитудах нагружения 7500 Н. (3D профили, полученные при помощи КЛСМ, Olympus LEXT)

Для некоторых исследуемых сталей наблюдалось локальное уменьшение скорости роста трещины при увеличении коэффициента интенсивности напряжений (см. *рисунок 54б*, например), что не характерно для большинства материалов. Однако, изучив изначально плоскую поверхность образца после эксперимента при помощи конфокальной лазерной сканирующей микроскопии (КЛСМ) (*рисунок 57*), можно заметить значительное ветвление трещины для стали, содержащей 9% Ni. Для двух других марок отклонение трещины от прямолинейного характера является незначительным и чаще наблюдается ближе к концу испытания с развитием пластической зоны в вершине трещины.

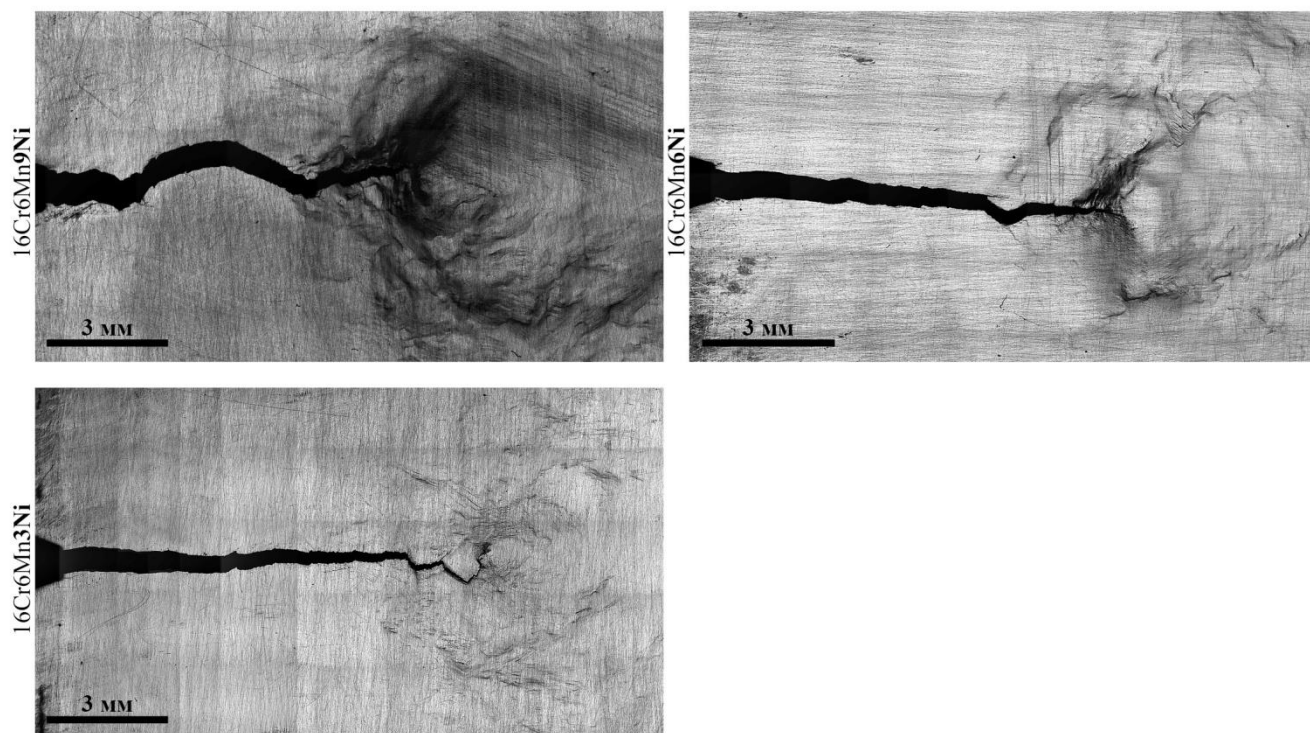


Рисунок 57 – Поверхности образцов ТРИП/ТВИП сталей с переменным содержанием Ni (3, 6 и 9%) после испытаний на рост усталостной трещины, проводимых при амплитуде нагружения 8000 Н, полученная при помощи КЛСМ, Olympus LEXT

Вероятно, кажущееся замедление скорости роста трещины на некоторых её участках (для стали с 9% Ni), на самом деле, связано с особенностями её измерения<sup>12</sup>. В то же время замедление скорости роста трещины для ТРИП сталей, (особенно для наиболее нестабильной, содержащей 3%Ni), исходя из данных работы [137], может быть связано с интенсивным образованием мартенсита и вызванным им локальным упрочнением образца.

Для детального изучения кинетики процессов, протекающих при росте усталостной трещины, был использован кластерный анализ АЭ сигналов. Далее обсуждаются результаты его работы для исследуемых ТРИП/ТВИП сталей.

#### 4.1. Сталь 16Cr6Mn9Ni

Сталь с 9% Ni относится к стабильным. Основные процессы, протекающие при её деформации, как было показано в экспериментах на одноосное растяжение, это дислокационное скольжение и двойникование. Кроме них, при росте усталостной

<sup>12</sup> Как обсуждалось во второй главе, для вычисления длины трещины использовался метод податливости, который дает наиболее точные результаты только при прямолинейном распространении трещины, так как её длина вычисляется по податливости исходя из изменения расстояния между лапками экстензометра, закрепленного на образце.



трещины наблюдаются [69] такие процессы, как подрастание трещины и трение ее берегов, непосредственно оказывающее влияние, как на скорость роста трещины, так и на сопровождающую ее АЭ. Все указанные процессы обладают своей уникальной функцией спектральной плотности мощности, однако, для данного эксперимента выделение их в отдельные кластеры было сопряжено со значительными трудностями в связи с длительностью самого эксперимента<sup>13</sup> и шума испытательной машины. Поэтому в данной работе будут рассматриваться только те кластеры, в функции спектральной плотности сигналов АЭ которых наряду с ярко выраженной низкочастотной присутствует высокочастотная компонента.

Алгоритм кластерного анализа (ASK) выделил два процесса, протекающих в высокочастотной области для стали, содержащей 9% Ni. Их типичные функции спектральной плотности показаны на *рисунке 58*.

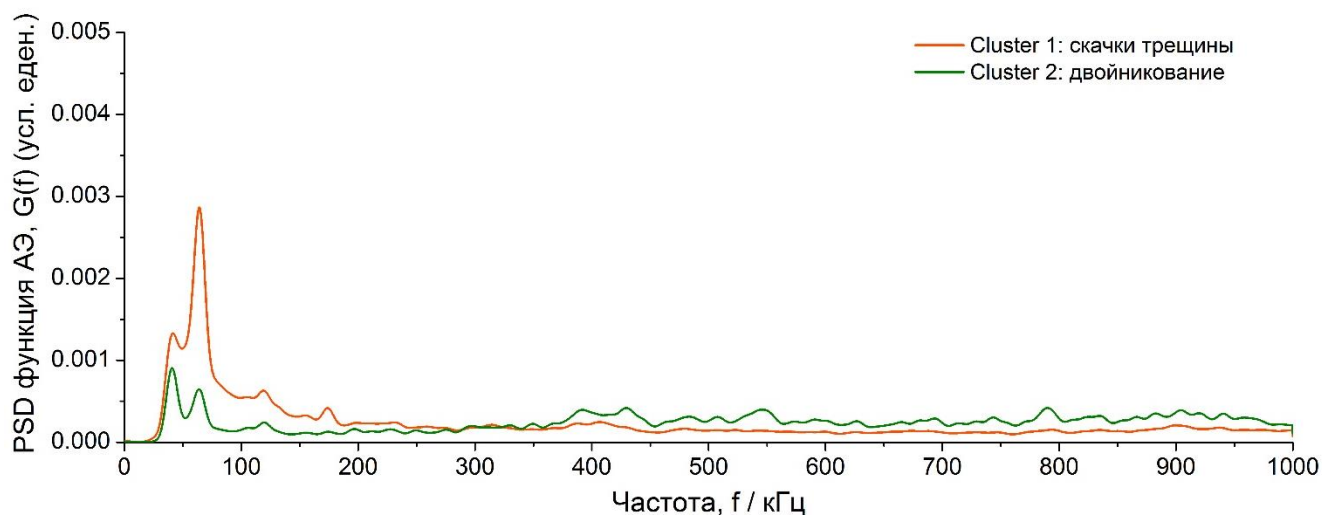


Рисунок 58 – Типичные средние по кластеру (центроиды) функции спектральной плотности (PSD), соответствующие, указанным процессам для стали, содержащей 9% Ni

Результаты работы алгоритма кластерного анализа для образца, испытанного при комнатной температуре с амплитудой 7500 Н, показаны на *рисунке 59*. Первая группа сигналов стартует одновременно с началом заметного роста трещины, имеет значительный диапазон медианных частот от 100 кГц до 600 кГц и на этом основании идентифицирована нами со скачками трещины. Второй кластер обладает более высокой энергией АЭ в высокочастотной области по сравнению с другими группами сигналов, и

<sup>13</sup> Продолжительность эксперимента могла достигать до 10 часов.

демонстрирует неравномерный рост накопления событий. Такое поведение характерно для образования двойников [131, 133].

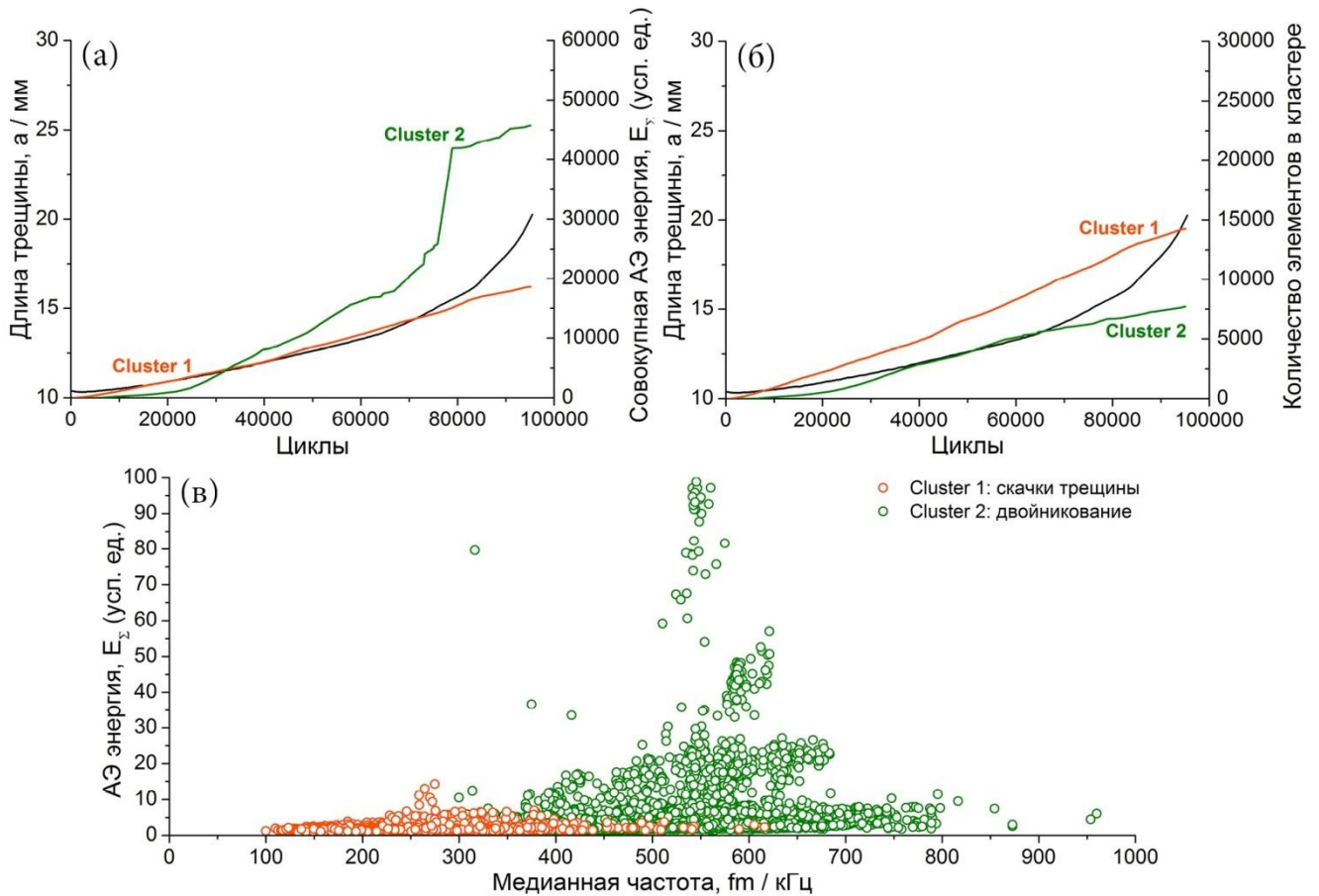


Рисунок 59 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы алгоритма кластерного анализа в числах совокупной АЭ энергии (а) и количества элементов (б), входящих в кластер, синхронизированных с длиной выращенной трещины, а также бивариантное распределение по энергии  $E$  и медианной  $f_m$  частоте (в) для образца ТВИП стали, содержащего 16% Сг 6% Мп и 9% Ni и испытанного при амплитуде нагрузки 7500 Н

Необходимо отметить, что все исследуемые стали вязкие и обладают большим запасом пластичности, поэтому рост усталостной трещины происходит по вязкому механизму, что подтверждается соответствующим рельефом поверхности разрушения, показанным на *рисунке 56*. Таким образом, рост усталостной трещины происходит с доминирующим вкладом пластической деформации в энергию разрушения и, следовательно, подобно дислокационному скольжению, он должен характеризоваться низкоамплитудной, преимущественно низкочастотной АЭ, что и наблюдается в эксперименте.

Результаты работы алгоритма кластерного анализа для образца той же стали, испытанного при амплитуде нагружения 8000 Н (*рисунк 60*), также выявили два кластера с высокочастотной компонентой, кинетика накопления сигналов в которых

хорошо согласуется с предыдущим случаем, т.е. им можно поставить в соответствие скачки трещины и образование двойников.

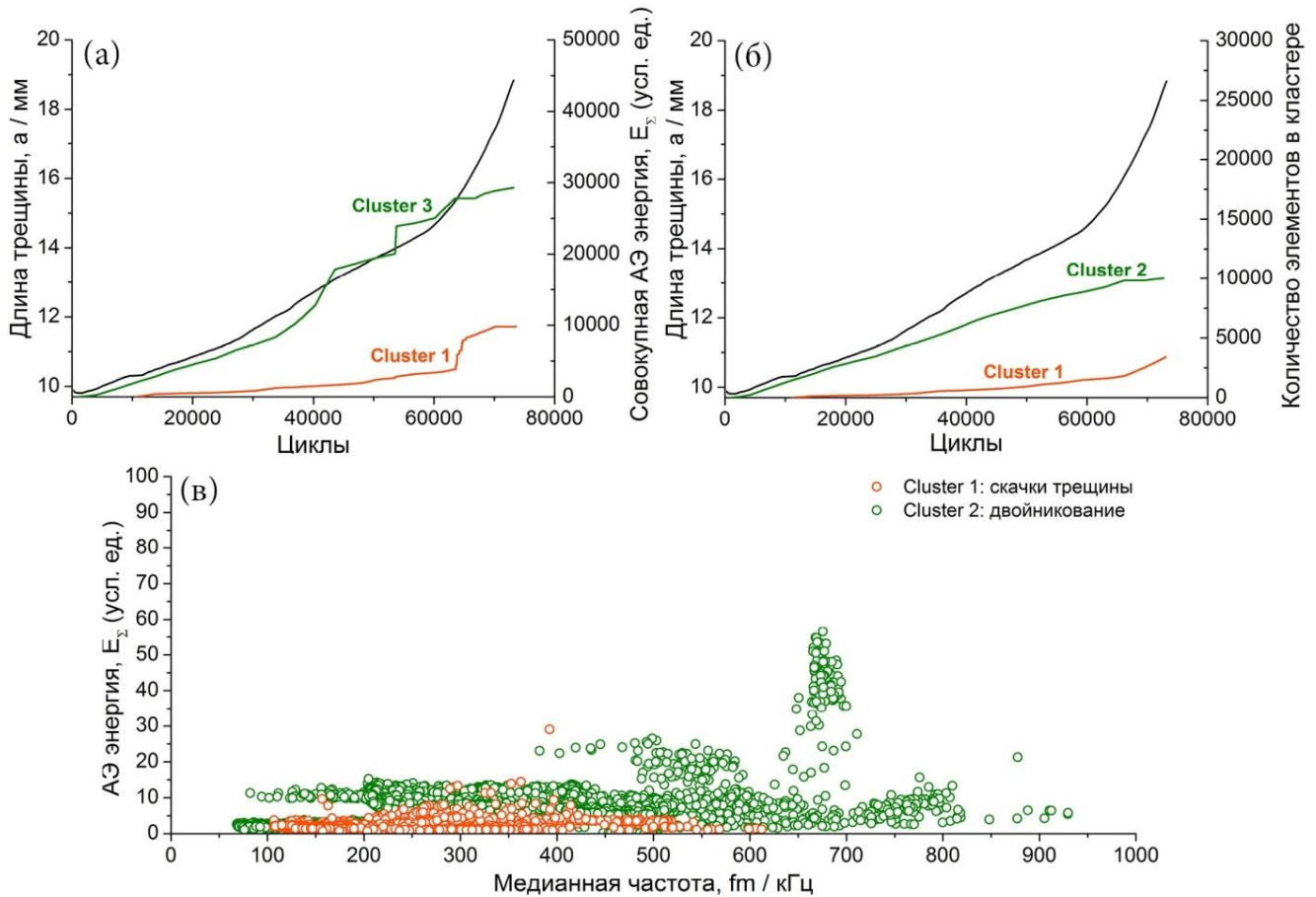


Рисунок 60 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы алгоритма кластерного анализа в числах совокупной АЭ энергии (а) и количества элементов (б), входящих в кластер, синхронизированных с длиной выращенной трещины, а также бивариантное распределение по энергии  $E$  и медианной  $f_m$  частоте (в) для образца ТВИП стали, содержащего 16% Сг 6% Мп и 9% Ni и испытанного при амплитуде нагрузки 8000 Н

Для образца ТВИП стали, испытанного с амплитудой 7500 Н (рисунок 59), кластер, отвечающий за скачки трещины, растет равномерно за время всего эксперимента, что характерно для этого процесса, по крайней мере, на стадии стабильного роста трещины. Напротив, для образца, испытанного при амплитуде нагружения 8000 Н, в конце эксперимента наблюдается неравномерный рост сигналов в кластере, связанном со скачками трещины, что свидетельствует о значительном вкладе пластической деформации при повышении нагрузки и образовании более обширной пластической зоны перед разрушением, по сравнению с испытанием при меньшей нагрузке, что и отражается на рельефе поверхности испытанных образцов (рисунок 57). Также, для данного кластера можно отметить хорошую корреляцию накопления АЭ

сигналов с длиной трещины вплоть до начала интенсивного образования пластической зоны в вершине (см. рисунок 59б и рисунок 60б).

Для обоих экспериментов можно заметить, что кластер, сопоставленный с образованием двойников, вначале растет равномерно (подобно скачкам трещины), но затем начинают наблюдаться значимые отклонения от этой тенденции. Если сопоставить кривую скорости роста трещины с изображением её боковой поверхности, полученной с помощью конфокальной лазерной сканирующей микроскопии (рисунок 61), то можно заметить, что отклонение от равномерного роста начинается одновременно с заметным ветвлением усталостной трещины и увеличением размера пластической зоны перед её вершиной, а значит и объемной доли зерен, где возможно протекание двойникования, что подтверждает корректность полученных результатов.

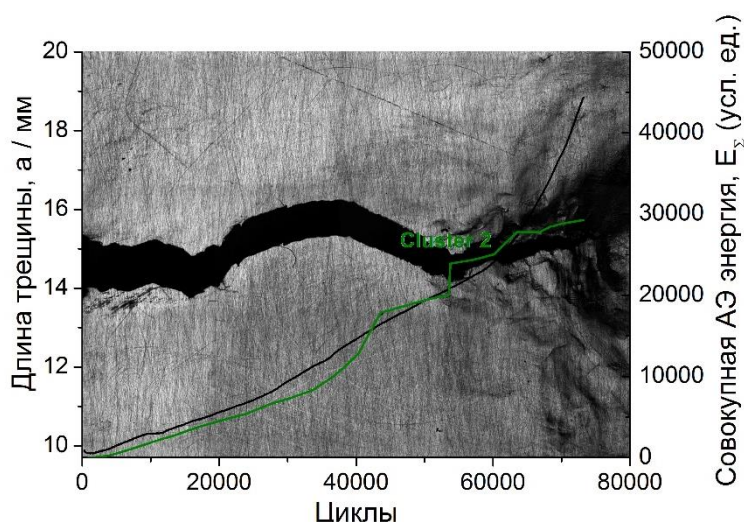


Рисунок 61 – Накопление энергии в кластере, соответствующем двойникованию, установленное по результатам работы алгоритма кластерного анализа, синхронизированное с длиной выращенной трещины и сопоставленное с изображением поверхности образца после разрушения (полученного при помощи КЛСМ, Olympus LEXT), для образца ТВИП стали, содержащего 16% Cr 6% Mn и 9% Ni, испытанного при температуре 20°C при амплитуде нагрузки 8000 Н

#### 4.2. Сталь 16Cr6Mn6Ni

Сталь, содержащая 6% Ni, относится к классу метастабильных. Пластическая деформация в ней протекает с образованием мартенсита, однако, как было показано выше, двойникование в ней при комнатной температуре тоже возможно. Далее, показаны результаты работы алгоритма кластерного анализа, синхронизированные с графиком зависимости длины трещины от количества циклов до разрушения, а также бивариантное распределение по энергии  $E$  и медианной  $f_m$  частоте, для испытаний,

проведенных при температуре 20°C с амплитудами 8000 Н (рисунк 62) и 7500 Н (рисунк 63).

Алгоритм кластерного анализа выделил четыре группы сигналов, имеющих уникальные функции спектральной плотности. Первые кластер начинается сразу после зарождения усталостной трещины, характеризуется сигналами АЭ с небольшими значениями энергии и широким диапазоном медианных частот, при этом растет достаточно равномерно за время всего эксперимента. Такое поведение характерно для скачков растущей трещины, как уже обсуждалось выше.

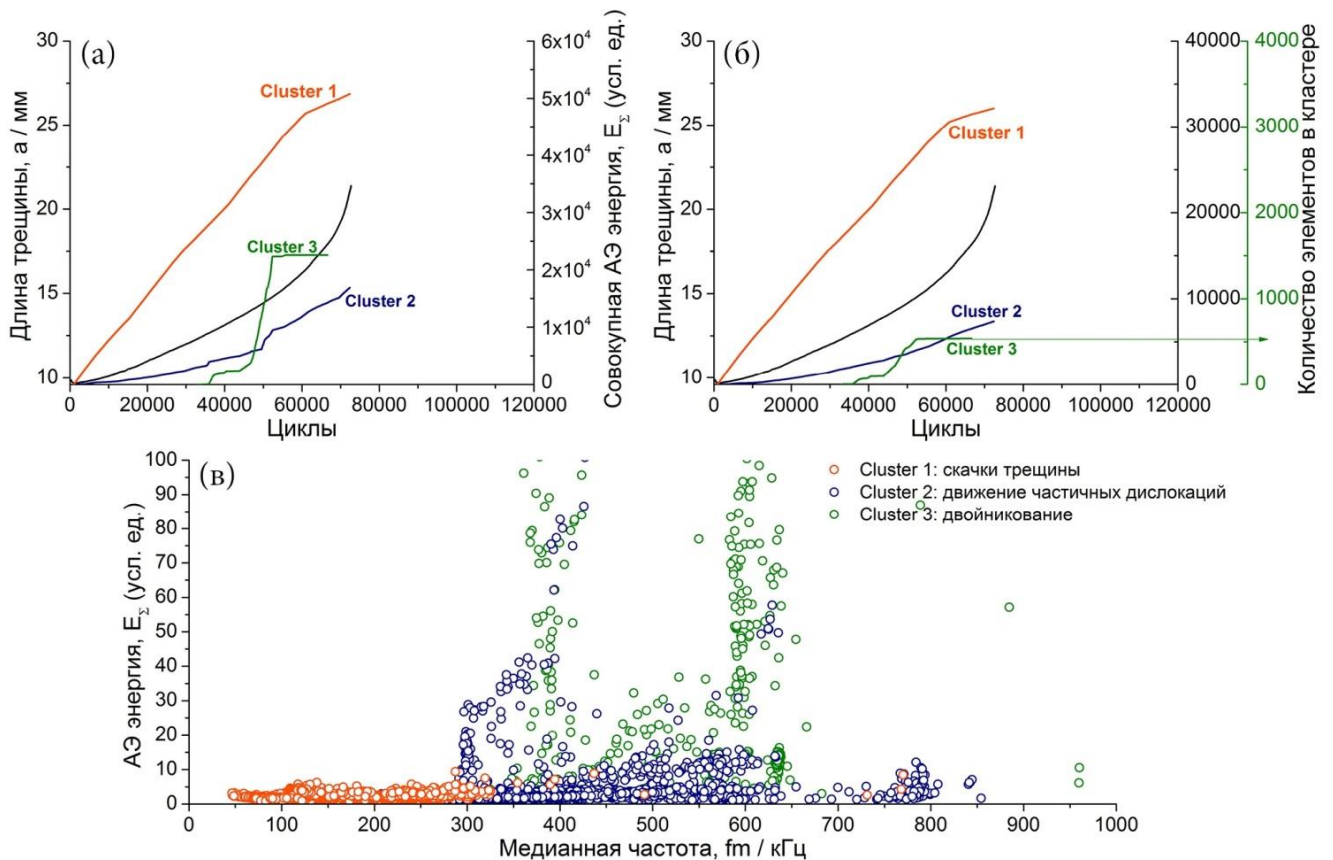


Рисунок 62 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы алгоритма кластерного анализа в числах совокупной АЭ энергии (а) и количества элементов (б), входящих в кластер, синхронизированных с длиной выращенной трещины, а также бивариантное распределение по энергии  $E$  и медианной  $f_m$  частоте (в) для образца ТРИП стали, содержащего 16% Cr 6% Mn и 6% Ni и испытанного при амплитуде нагрузки 8000 Н

Второй кластер для образцов, испытанных при комнатной температуре, обладает высокими значениями АЭ энергии и неравномерной кинетикой роста, что характерно для кластера, соответствующего образованию дефектов упаковки.

Кластер 3 в испытаниях при комнатной температуре начинает проявлять себя значительно позже после начала эксперимента, входящие в него сигналы обладают

очень высокой АЭ энергией в широком диапазоне медианных частот, а его накопление происходит неравномерным образом. Данный кластер нами сопоставлен с образованием двойников, что, как показано в работе [133], вполне возможно в указанной стали. Также, для образца, испытанного при амплитуде нагружения 7500Н (рисунок 63), был обнаружен кластер со значительной АЭ энергией в высокочастотной области, который начинает проявлять себя в конце эксперимента и, вероятнее всего, соответствуют образованию  $\alpha'$  мартенсита деформации. Он не был обнаружен в образце, испытанном при большей амплитуде нагружения, что, скорее всего, связано с локальным разогревом образца, который препятствует образованию мартенсита деформации.

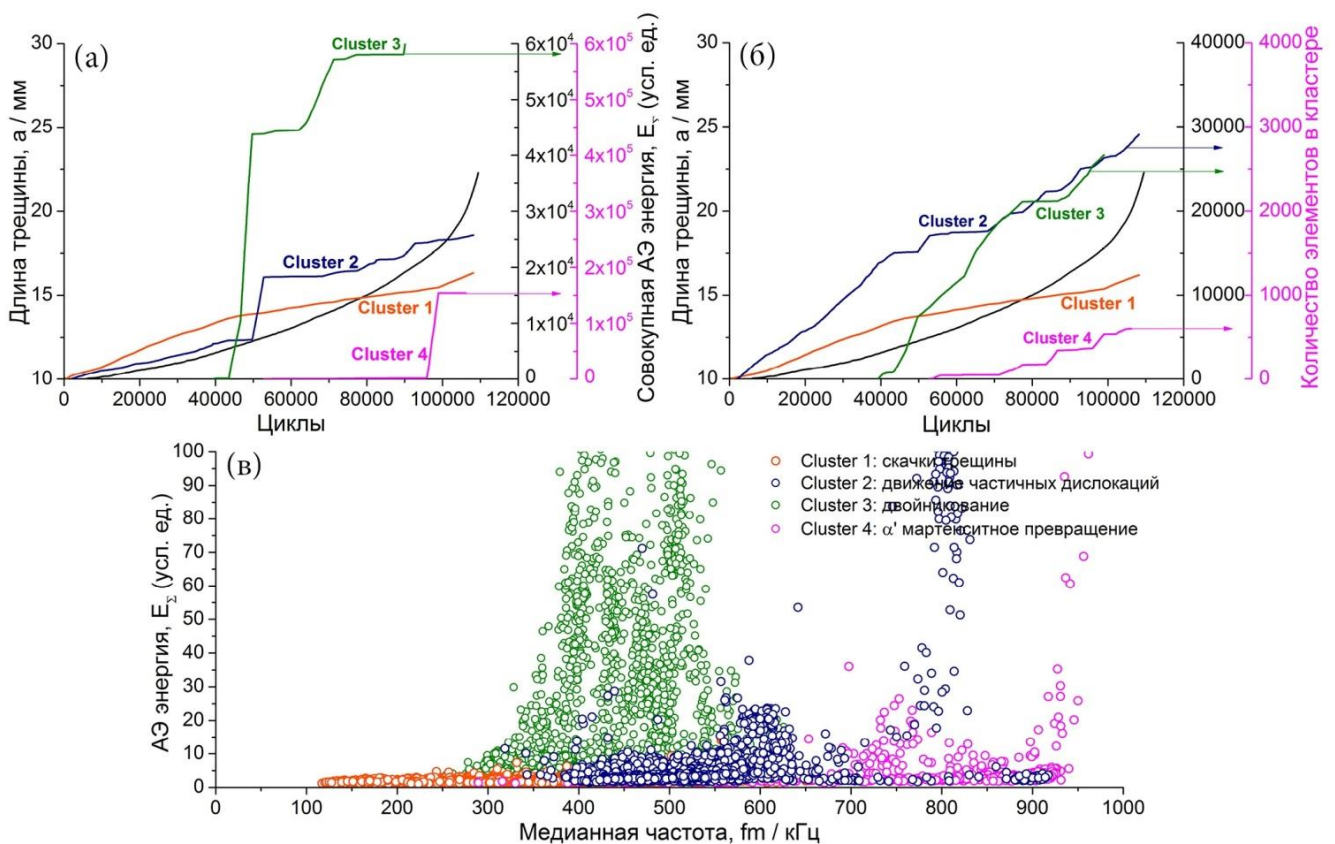


Рисунок 63 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы алгоритма кластерного анализа в числах совокупной АЭ энергии (а) и количества элементов, входящих в кластер (б), синхронизированных с длиной выращенной трещины, а также бивариантное распределение по энергии  $E$  и медианной  $f_m$  частоте (в) для образца ТРИП стали, содержащего 16% Сг 6% Мп и 6% Ni и испытанного при амплитуде нагрузки 7500 Н

Понижение температуры до  $-40^\circ\text{C}$  значительно меняет ведущие процессы, протекающие при деформации для исследуемой стали. При данной температуре мартенситное превращение становится уже более термодинамически выгодным механизмов релаксации напряжений (рисунок 64), что подтверждается работой [120], где

авторами было обнаружено, что при температуре ниже  $0^{\circ}\text{C}$  в данной стали наблюдается полная смена механизмов релаксации напряжений при деформации с двойникования на мартенситное превращение.

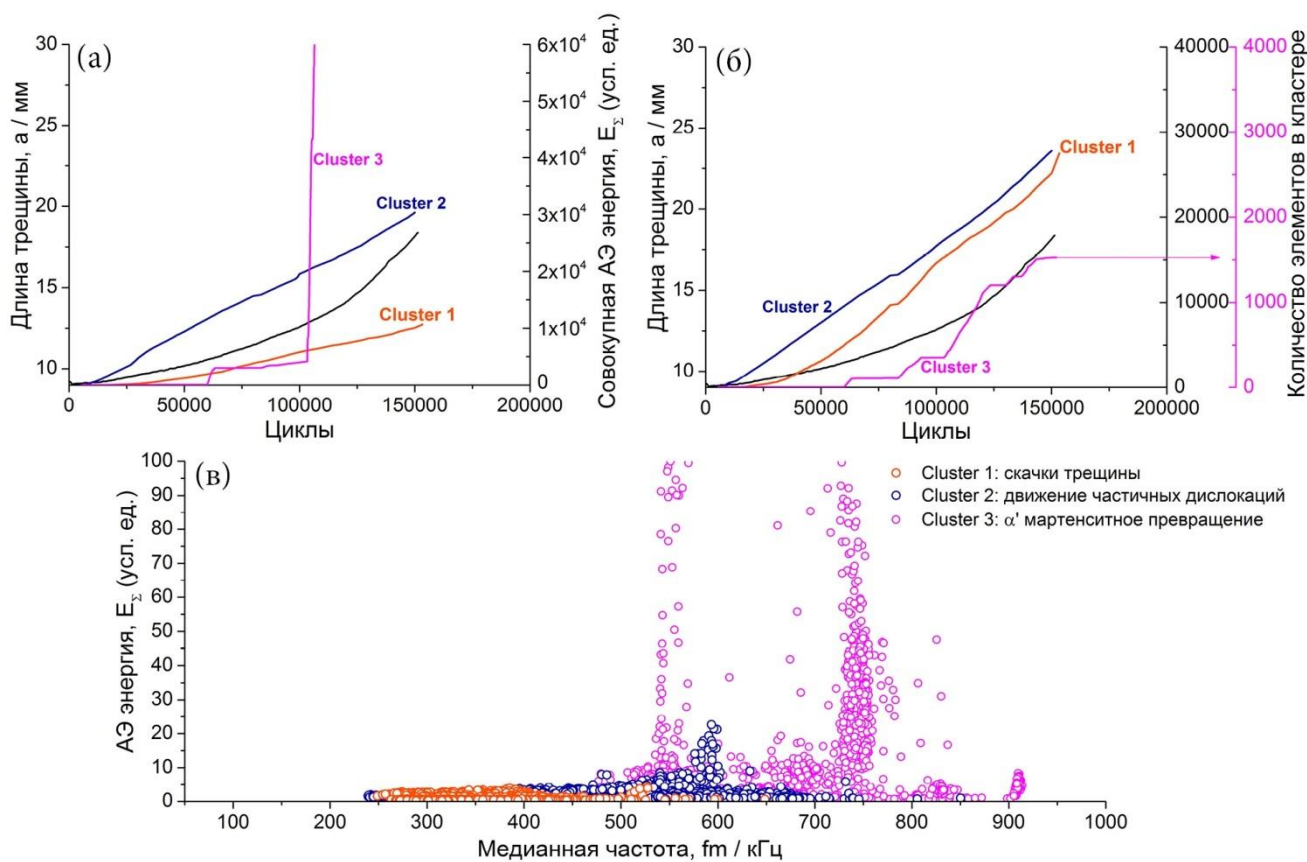


Рисунок 64 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы алгоритма кластерного анализа в числах совокупной АЭ энергии (а) и количества элементов (б), входящих в кластер, синхронизированных с длиной выращенной трещины, а также бивариантное распределение по энергии  $E$  и медианной  $f_m$  частоте (в) для образца ТРИП стали, содержащего 16% Cr 6% Mn и 6% Ni, испытанного при амплитуде нагрузки 7500 Н и температуре  $-40^{\circ}\text{C}$

В результате работы алгоритма кластерного анализа выделено три группы сигналов. Первый по аналогии с испытаниями при комнатной температуре соответствует скачкам трещин. Сигналы из второго кластера появляются сразу с приложением нагрузки, характеризуются высокой АЭ энергией и соответствуют движению частичных дислокаций, интенсивному образованию которых способствует снижение температуры. Третий кластер, вероятнее всего, соответствует образованию  $\alpha'$  мартенсита деформации. 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,

когда понижение температуры приводит к снижению требуемых напряжений для образования  $\alpha'$ -мартенсита.

### 4.3. Сталь 16Cr6Mn3Ni

Сталь, содержащая 3% Ni, относится к наиболее нестабильным (температура начала мартенситного превращения для неё находится в положительной области), в которой сразу же после приложения нагрузки наблюдается интенсивное мартенситное превращение по следующей схеме:  $\gamma$ (ГЦК)  $\rightarrow$   $\varepsilon$ (ГПУ)  $\rightarrow$   $\alpha'$ (ОЦК).

Далее показаны результаты работы алгоритма кластерного анализа, синхронизированные с графиком зависимости длины трещины от количества циклов нагружения, а также бивариантное распределение по энергии  $E$  и медианной  $f_m$  частоте, для образцов данной стали, испытанных при двух амплитудах нагружения: 8000 Н (рисунок 65) и 7500 Н (рисунок 66).

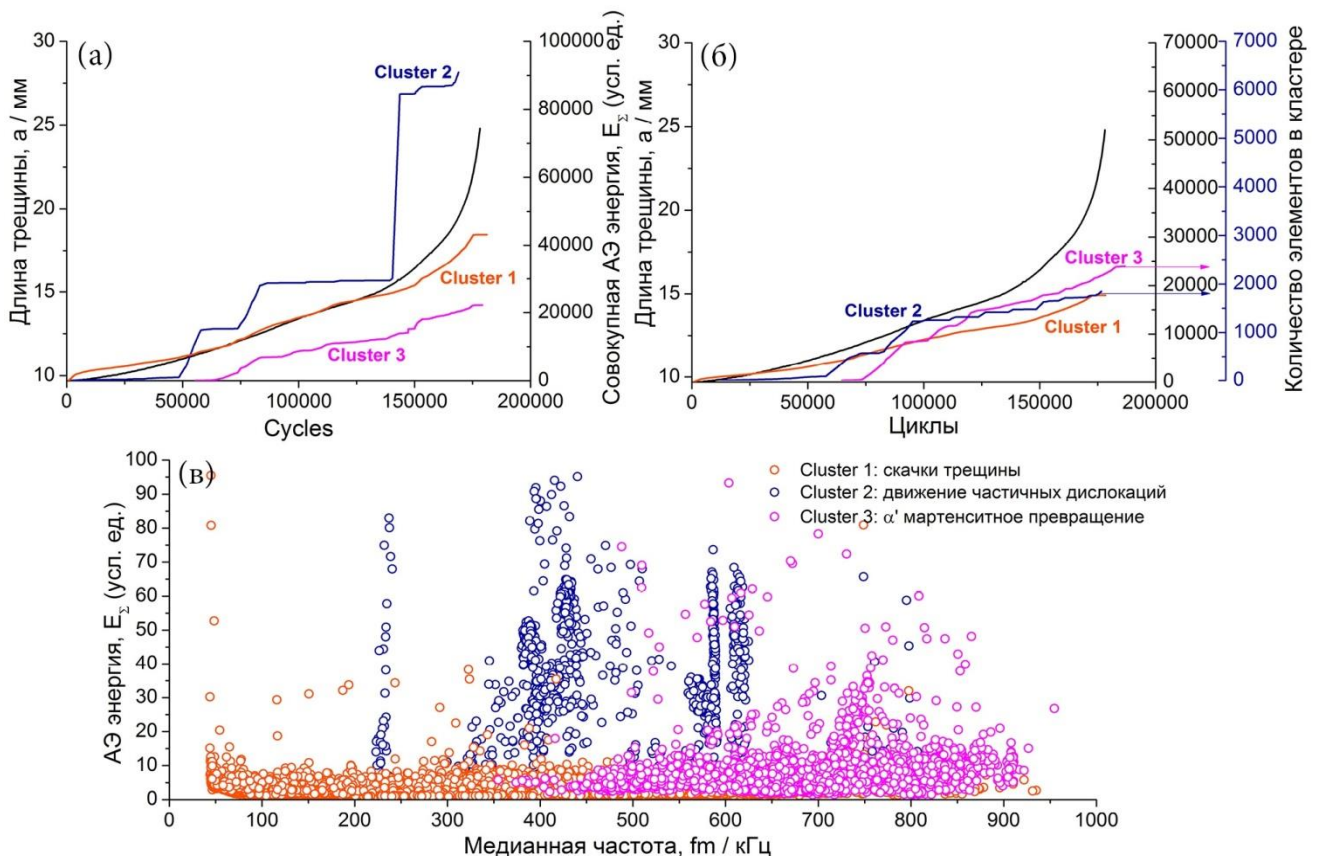


Рисунок 65 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы алгоритма кластерного анализа в числах совокупной АЭ энергии (а) и количества элементов (б), входящих в кластер, синхронизированных с длиной выращенной трещины, а также бивариантное распределение по энергии  $E$  и медианной  $f_m$  частоте (в) для образца ТРИП стали, содержащего 16% Cr 6% Mn и 3% Ni и испытанного при амплитуде нагрузки 8000 Н



Кластерный анализ потока АЭ в стали, содержащей 3% Ni, выделил три группы сигналов. Их типичные функции спектральной плотности показаны на *рисунке 67*. Первая группа сигналов АЭ начинает активно проявлять себя сразу после нагружения, обладает широким диапазоном медианных частот, а при увеличении амплитуды нагружения их энергия заметно возрастает. Можно заключить, что источником сигналов АЭ данного кластера, по аналогии с двумя другими сталями, являются скачки трещины.

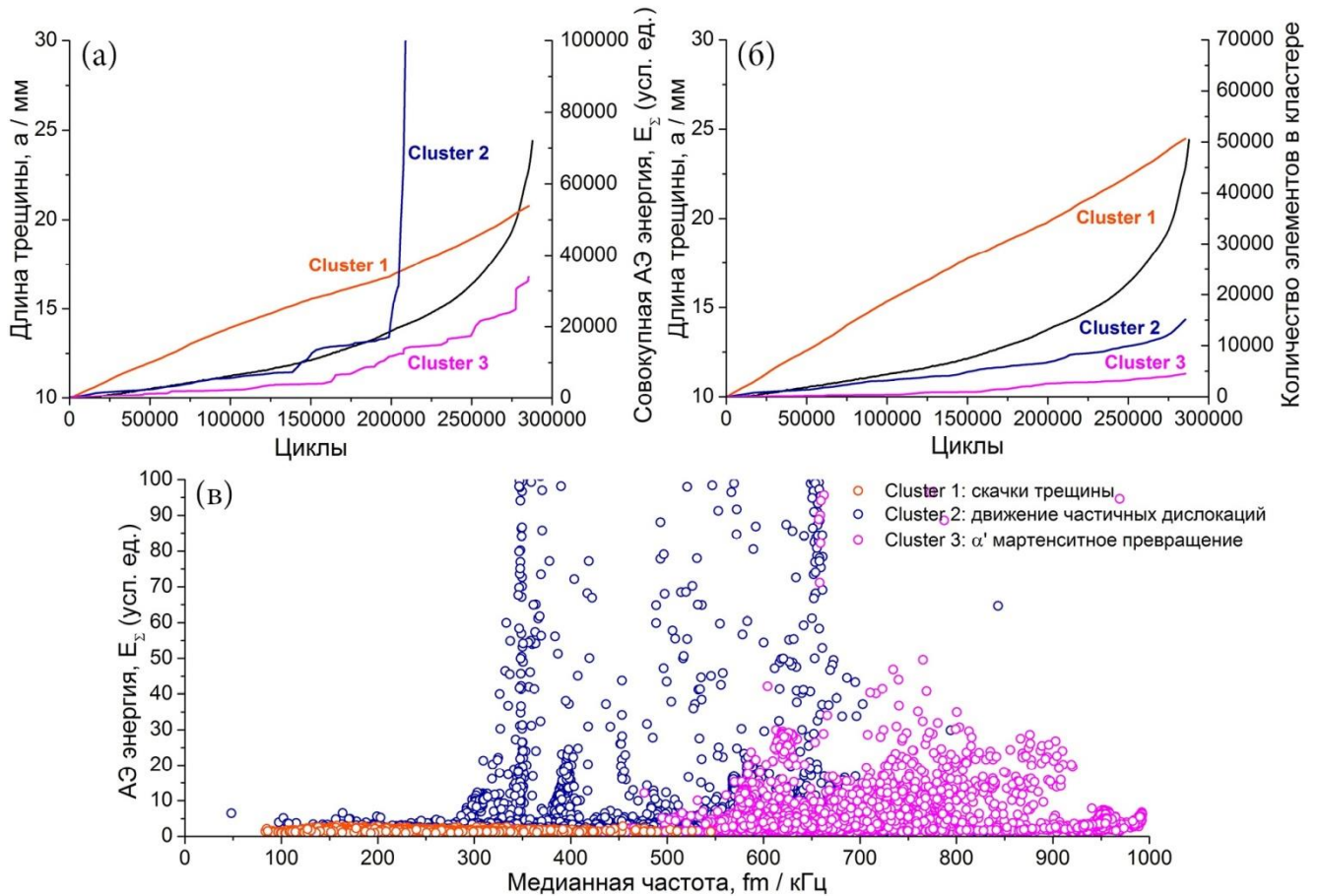


Рисунок 66 – Кинетика отдельных процессов по результатам работы алгоритма кластерного анализа в числах совокупной АЭ энергии (а) и количества элементов (б), входящих в кластер, синхронизированных с длиной выращенной трещины, а также бивариантное распределение по энергии  $E$  и медианной  $f_m$  частоте (в), для образца ТРИП стали, содержащего 16% Cr 6% Mn и 3% Ni и испытанного при амплитуде нагрузки 7500 Н

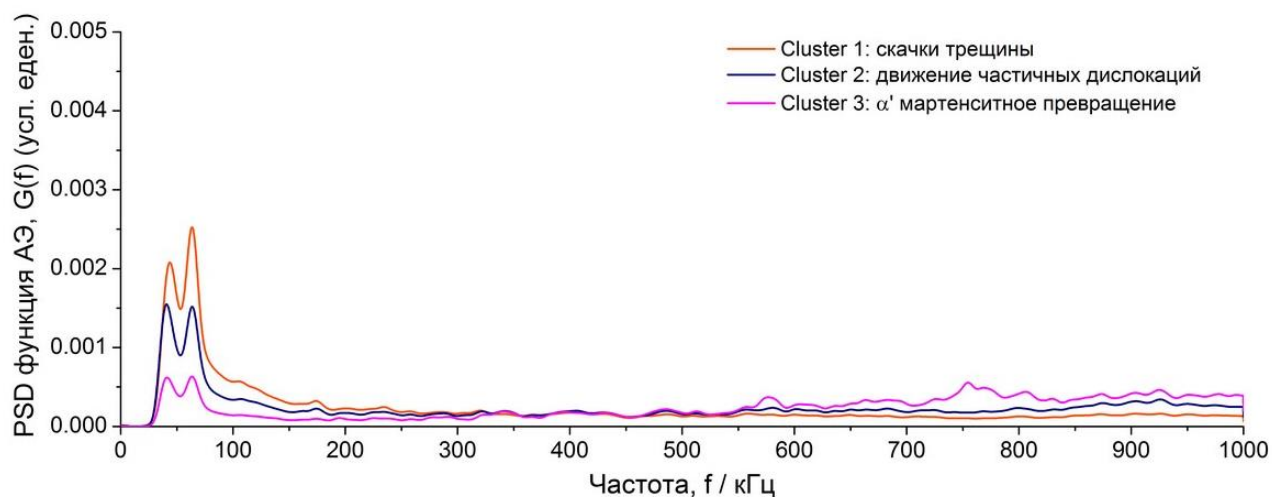


Рисунок 67 – Типичные средние функции спектральной плотности (PSD) (центроиды кластеров), соответствующие, указанным на легенде процессам для стали, содержащей 3% Ni

Процесс, характеризующийся вторым кластером стартует также вскоре после начала нагружения. Учитывая, что входящие в него сигналы АЭ обладают очень высокой энергией в высокочастотной области, его можно связать с образованием дефектов упаковки. Очевидно, что третий кластер соответствует образованию  $\alpha'$ -мартенсита деформации по аналогии с работами [131, 133]. Действительно, его функция спектральной плотности во многом схожа с PSD функцией, полученной на основе кластерного анализа данных АЭ, записанных при понижении температуры до  $-40^{\circ}\text{C}$  (рисунок 68в), 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, как отмечалось в работе [138].

Для стали, содержащей 3% Ni также характерно замедление скорости роста трещины в процессе эксперимента, что особенно хорошо заметно на образце, испытанном при амплитуде нагружения 8000 Н (рисунок 54б). Проведенный кластерный анализ позволяет заметить, что торможение трещины начинается в момент начала интенсивного образования мартенсита. Это хорошо согласуется с кинетикой образования деформационного мартенсита, установленной для данной стали при одноосном растяжении, когда было обнаружено, что интенсивное образование мартенсита деформации начинается только при достижении определенного уровня напряжений. Также, можно заметить, что сталь, содержащая 6% Ni, не показала значительный прирост количества циклов до разрушения по сравнению с ТВИП сталью с 9Ni% по причине недостаточного образования мартенсита деформации, а,

следовательно, и локального упрочнения, приводящего к торможению усталостной трещины, что также было подтверждено кластерным анализом АЭ сигнала. Данный анализ показал, что кластер, соответствующий образованию  $\alpha'$ -мартенсита деформации, либо не был обнаружен (рисунк б2), либо был обнаружен в самом конце эксперимента (рисунк б3), когда рост трещины переходил уже в критическую стадию с образованием большой зоны пластической деформации вокруг вершины трещины.

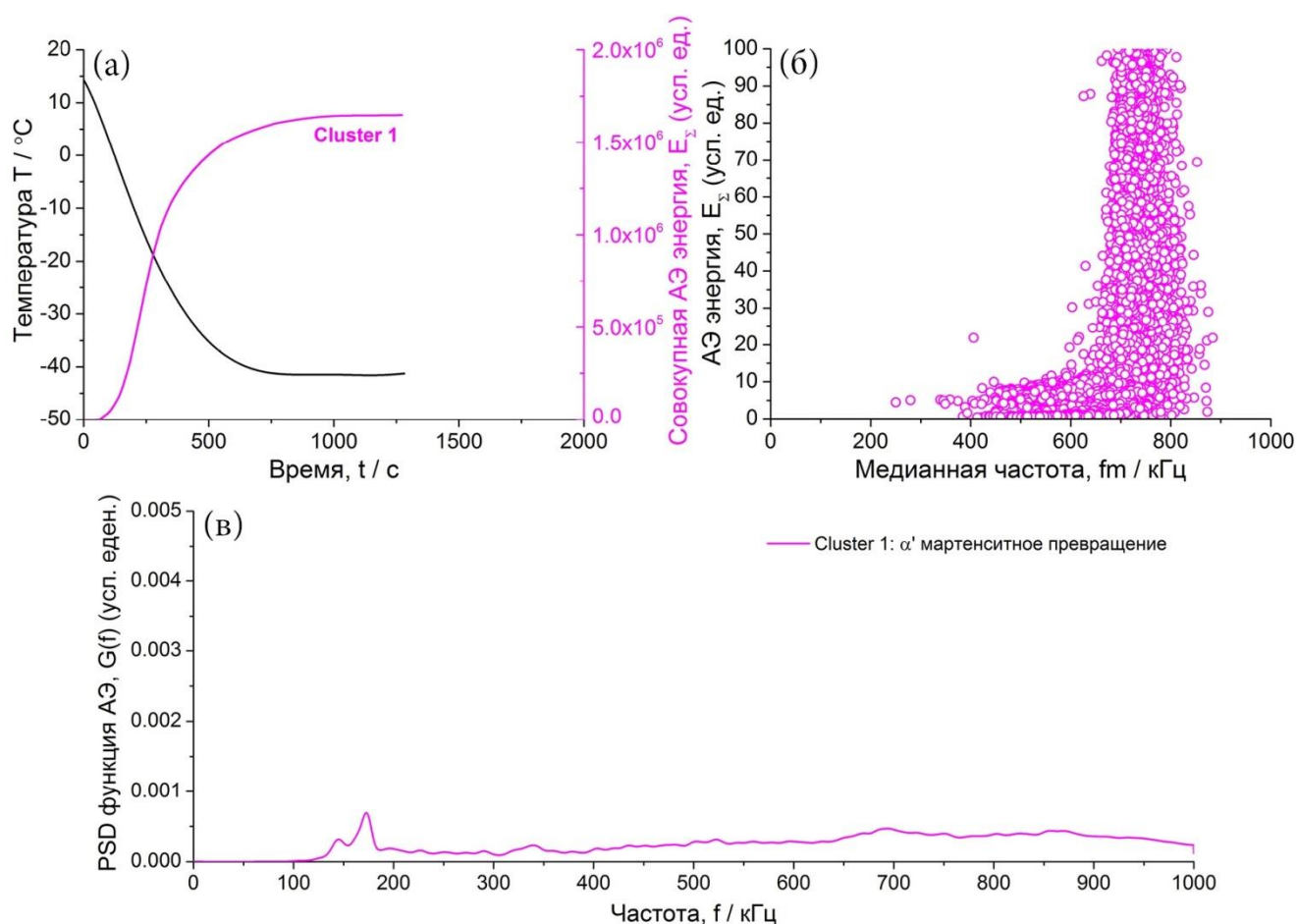


Рисунок 68 – Кинетика накопления сигналов АЭ в кластере, соответствующему мартенситному превращению, по результатам работы алгоритма кластерного анализа в числах совокупной АЭ энергии, синхронизированная с температурой, измеренной на образец (а), бивариантное распределение по энергии  $E$  и медианной  $f_m$  частоте (б), типичная средняя функция спектральной плотности (PSD) (центроид кластера) (в), для ТРИП стали, содержащей 16% Cr 6% Mn и 3% Ni

## Выводы

(1) Использование метода акустической эмиссии с применением статистического метода кластерного анализа спектральной плотности позволяет выделить отдельные группы сигналов и сопоставить их с процессами, протекающим при росте усталостной

трещины в ТРИП/ТВИП сталях. Тем самым, появляется возможность разделять и изучать кинетику отдельных процессов в реальном времени.

(2) Для стали с 9% Ni, при испытании на рост усталостной трещины кластерный анализ выделил две существенно статистически различные группы сигналов, которым были поставлены в соответствие скачки вязкой трещины и двойникование.

(3) Для стали с 6% Ni, кластерный анализ выявил изменение процессов, протекающих при росте усталостной трещины, с ТРИП/ТВИП эффекта при 20°C до полностью ТРИП эффекта при понижении температуре до -40°C.

(4) Наиболее нестабильная сталь, содержащая 3% Ni, деформация которой протекает с ТРИП эффектом, показала наилучшие результаты по сопротивлению росту усталостной трещины. Для неё кластерный анализ выявил три группы сигналов, которым были поставлены в соответствие: скачки вязкой трещины, образование дефектов упаковки и  $\alpha'$  мартенситное превращение.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ И ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ

Полученные результаты углубляют представления о процессах, протекающих при различных видах нагружения метастабильных аустенитных сталей с ТРИП/ТВИП эффектами. Данные стали обладают выдающимися характеристиками прочности и пластичности, однако получение требуемого комплекса свойств сопряжено с большими трудностями, так как они зависят от реализации определенных структурно-чувствительных процессов при нагружении. Понимание их кинетики является ключом к разработке сталей, обладающих требуемыми физико-механическими свойствами. Именно изучению кинетики процессов, протекающих при деформации в модельных ТРИП/ТВИП сталях типа  $16\text{Cr}6\text{MnXNi}$  с переменным содержанием Ni ( $X=3\%$ ,  $6\%$  и  $9\%$ ), в данной работе было уделено центральное место. В качестве основного инструмента исследования впервые предложено использовать метод акустической эмиссии, оснащенный современным математическим аппаратом статистического кластерного анализа непрерывных временных рядов данных. Данные механизмы, включающие дислокационное скольжение, двойникование и мартенситные превращения в различных комбинациях, были изучены как при разных видах нагружения (одноосное растяжение, рост усталостной трещины), так и при различных температурах испытаний ( $-40^\circ\text{C}$ ,  $20^\circ\text{C}$ ,  $100^\circ\text{C}$ ). Было обнаружено хорошее согласие данных кластерного анализа АЭ, сигнализирующих об изменениях поведения процессов, протекающих при деформации, с данными микроструктурных исследований методами электронной микроскопии образцов после разрушения. Также было установлено, что обеспечение отличного комплекса физико-механических свойств при одноосном растяжении может не гарантировать получение аналогичных характеристик при росте усталостной трещины, что было показано на стали  $16\text{Cr}6\text{Mn}6\text{Ni}$ . Для неё образовавшегося при одноосном растяжении мартенсита деформации было достаточно для локального упрочнения и получения высокой прочности и пластичности, однако, при росте усталостной трещины, образование мартенсита деформации в исследуемом температурном диапазоне было выявлено в сигнале АЭ лишь перед самым разрушением.

Важным результатом, полученным для дальнейшего практического применения, является развитие самой методики кластерного анализа и соответствующих алгоритмов, применение которых возможно без ограничений для других материалов и сплавов, где

требуется понимание кинетики доминирующих механизмов релаксации напряжений при деформации. Это открывает новые возможности не только для расширения современного метода АЭ в физическом материаловедении, но и представляет последнему мощный инструмент исследования процессов локальных перестроений структуры в реальном времени и *in-situ*.

Общие выводы по работе суммированы в следующих пунктах:

(1) На модельных ТРИП/ТВИП сталях типа  $16Cr6MnXNi$  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  $16Cr6MnXNi$  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  $20^\circ C$  и  $100^\circ C$ , 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 (16Cr6Mn9Ni) 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  $\alpha'$  мартенситное превращение.

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

## БЛАГОДАРНОСТИ

Автор выражает огромную благодарность научному руководителю А.Ю. Виноградову за всеобъемлющую помощь, как в подготовке экспериментов, так и анализу результатов. Х. Бирману (H. Biermann) за предоставленные материалы и возможность проведения некоторых исследований в Институте материаловедения г. Фрайберг (Institute of Materials Engineering, Technische Universität Bergakademie Freiberg).

Глубокую благодарность автор выражает А. Вайднер (A. Weidner) за гостеприимство и помощь в написании научных статей и Д.Л. Мерсону за многочисленные полезные консультации.

Особая благодарность выражается К. Зигелю (C. Segel) за помощь в проведении исследований микроструктуры.

Большую благодарность автор выражает М.А. Вагапову за техническую поддержку и Г. Шаде (G. Schade) за помощь в проведении статических испытаний в ТУ Фрайберга.

Также автор благодарит Научно-исследовательский институт прогрессивных технологий за возможность использования его экспериментальной базы.



**СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Лободюк В. А. Мартенситные превращения / В. А. Лободюк, Э. И. Эстрин. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2009. – 352 с.
2. Herrera C. Design of a novel Mn-based 1GPa duplex stainless TRIP steel with 60% ductility by a reduction of austenite stability / C. Herrera, D. Ponge, D. Raabe // *Acta Materialia*. – Vol. 59. – №11. – P. 4653-4664.
3. Yoo Je Doo. Microband-induced plasticity in a high Mn–Al–C light steel / Je Doo Yoo, Kyung-Tae Park // *Materials Science and Engineering: A*. – 2008. – Vol. 496. – №1-2. – P. 417-424.
4. Yoo J. D. Origin of extended tensile ductility of a Fe-28Mn-10Al-1C steel / J. D. Yoo, S. W. Hwang, K. T. Park // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2009. – Vol. 40. – №10. – P. 1520-1523.
5. Hickel T. Advancing density functional theory to finite temperatures: methods and applications in steel design / T. Hickel, B. Grabowski, F. Körmann, J. Neugebauer // *Journal of Physics: Condensed Matter*. – 2012. – Vol. 24. – 053202.
6. Гладковский С. В. Деформирование и разрушение конструкционных материалов с метастабильной структурой дис. док. техн. наук. 05.02.01 / Гладковский Сергей Викторович. – Екатеринбург, 2001. – 266 с.
7. Ишина Е. А. Формирование комплекса механических свойств и характеристик сопротивления разрушению Fe-Cr-Ni и Fe-Ni-Mo сталей с метастабильным аустенитом: дис. канд. техн. наук: 05.16.01 / Ишина Елена Александровна. – Екатеринбург, 2009. – 140 с.
8. Мальцева Л. А. Научные основы и технологические решения получения высокопрочных алюминийсодержащих коррозионностойких сталей для медицинструмента: дис. док. техн. наук. 05.16.01 / Мальцева Людмила Алексеевна. – Екатеринбург, 2008. – 403 с.
9. Мальцева Л. А. Свойства метастабильной стали 03X14H11K5M2ЮТ после термопластической обработки / Л. А. Мальцева, В. А. Завалишин, С. Б. Михайлов, Н. Н. Озерец, Т. В. Мальцева, В. А. Шарапова // *МиТОМ*. – 2009. – №11. – С. 45-50.

10. Weidner A. Ultrafine grained high-alloyed austenitic TRIP steel / A. Weidner, A. Müller, A. Weiss, H. Biermann // *Materials Science and Engineering: A*. – 2013. – Vol. 571. – P. 68-76.
11. Ofei K. Study of the Combined TWIP/TRIP Effect in a High Mn Steel During Cold Rolling / K. Ofei, L. Zhao, J. Sietsma // *Steel Research International*. – 2012. – Vol. 83. – №4. – P. 363-367.
12. Гуляев А. П. *Металловедение* / А. П. Гуляев, А. А. Гуляев. – М.: Альянс, 2012. – 644 с.
13. Терентьев В. Ф. *Усталость металлических материалов* / В. Ф. Терентьев. – М.: Наука, 2002. – 248 с.
14. Roncery L. M. Mechanical Properties of (20–30) Mn12Cr (0.56–0.7) CN Corrosion Resistant Austenitic TWIP Steels / L. M. Roncery // *Steel Research International*. – 2012. – Vol. 83. – №4. – P. 307-314.
15. Roncery L. Development of Mn-Cr-(CN) Corrosion Resistant Twinning Induced Plasticity Steels: Thermodynamic and Diffusion Calculations, Production, and Characterization / L. Roncery, S. Weber, W. Theisen // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 201
16. Zackay V. F. The application of materials science to the design of engineering alloys. A review / V. F. Zackay, E. R. Parker, J. W. Morris, G. Thomas // *Material Science and Engineering*. – 1974. – Vol. 16. – №3. – P. 201-2
17. Мозберг Р. К. *Материаловедение* / Р. К. Мозберг. – М.: Высшая школа, 1991. – 448 с.
18. Zackay V., Parker R. Treatment of steel US 3488231 A 06.01.1970.
19. Георгиева И. Я. Высокопрочные стали с пластичностью, наведенной мартенситным превращением / И. Я. Георгиева // *Итоги науки и техники. Metallovedenie i termicheskaya obrabotka*. – 1982. – Т. 16. – С. 61-105.
20. Бернштейн М. Л. Термомеханическая обработка стали. / М. Л. Бернштейн, В. А. Займовский, Л. М. Капуткина. – М.: Металлургия, 1983. – 480 с.

21. Fahr D. Stress- and strain-induced formation of martensite and its effects on strength and ductility of metastable austenitic stainless steels / D. Fahr // Metallurgical Transactions. – 1971. – Vol.2. – №7. P. 1883-1892.
22. Курдюмов Г. В. Явления закалки и отпуска стали / Г. В. Курдюмов. – М.: Metallurgizdat, 1960. – 64 с.
23. Nambu S. In situ observations and crystallographic analysis of martensitic transformation in steel / S Nambu, N Shibuta, M Ojima, J Inoue, T Koseki, H.K.D.H Bhadeshia // Acta Materialia. – 2013. – Vol. 61. – № 13. P. 4831-4839.
24. Курдюмов Г. В. Превращения в железе и стали / Г. В. Курдюмов, Л. М. Утевский, Р. И. Энтин. – М.: Наука, 1977. – 238 с.
25. Nishiyama Z. Martensitic Transformation / Z. Nishiyama. – Academic Press, New York, 1978. – 471 p.
26. Гуляев А. П. Специальные стали и сплавы. / А. П. Гуляев, Н. А. Козлова. – М., Metallurgia, 1966 (ЦНИИЧМ. Сб. 46). – с. 58-66.
27. Новиков И. И. Теория термической обработки металлов / И. И. Новиков. – М. Metallurgia, 1978. – 392 с.
28. Филиппов М. А. Стали с метастабильным аустенитом. / М. А. Филиппов, В. С. Литвинов, Ю. Р. Немировский. – М.: Metallurgia, 1988. – 256 с.
29. Филиппов М. А. Износостойкие стали для отливок / М. А. Филиппов, А. А. Филиппенков, Г. Н. Плотников. – Екатеринбург. УГТУ-УПИ. 2009. – 358 с.
30. Георгиева И. Я. О взаимосвязи между кинетикой и структурой при мартенситных превращениях / И. Я. Георгиева, О. П. Максимова // ФММ. – 1971. – Т. 32. – №2. – С.364-376.
31. Георгиева И. Я. Трип-стали новый класс высокопрочных сталей с повышенной пластичностью / И. Я. Георгиева // МиТОМ. – 1976. – №3. – С.18-26.
32. Сагарадзе В. В. Упрочнение аустенитных сталей / В. В. Сагарадзе, А. И. Уваров. – М.: Наука. 1989. – 270 с.
33. Сагарадзе В. В. Упрочнение и свойства аустенитных сталей / В. В. Сагарадзе, А. И. Уваров. – Екатеринбург. РИО УрО РАН, 2013. – 720с.

34. Терентьев В. Ф. Усталостная прочность металлов и сплавов / В. Ф. Терентьев. – М.: Интермет Инжиниринг, 2002. – 288 с.
35. Терентьев В. Ф. Усталость высокопрочных металлических материалов / В. Ф. Терентьев, А. Н. Петухов. – М.: ИМЕТ РАН – ЦИАМ, 2013. – 515 с.
36. Scheil E. Z. Über die Umwandlung des Austenits in Martensit in Eisen-Nickellegierungen unter Belastung // Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie. – 1932. Vol. 207. – №1. – P. 21-40.
37. Смирнов М. А. Основы термической обработки стали / М. А. Смирнов, В. М. Счастливец, Л. Г. Журавлев. – М. Наука и технологии, 2002. – 494с.
38. Olson G. B. A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations / G. B. Olson, M. Cohen // Journal of the Less Common Metals. – 1972. – Vol. 28. – №1. – P. 107-118.
39. Banerjee B. Fracture Mechanics of Extra Work-Hardened Type 301 Stainless in Application of Fracture Toughness Parameters to Structural Metal / B. Banerjee, J. Capenos, J. Hauser. – Gordon and Breach 1966.
40. Tamura J. On the Plasticity Induced by Martensitic Transformation in Fe–Ni Alloys and Fe–Ni–Cr Alloys / J. Tamura, T. Maki, H. Hato, K. Aburai // Journal of the Japan Institute of Metals and Materials. – 1969. – Vol. 33. – №12. – P. 1383–1389.
41. Rao B. Direct Observations of Deformation-Induced Retained Austenite Transformation in a Vanadium-Containing Dual-Phase Steel / B. Rao, M. Rashid // Materials Characterization. – 1997. – Vol. 39. – №2–5. – P. 435-453.
42. Штремель М. А. Прочность сплавов. Ч.2. / М. А. Штремель. – М.: МИСИС. 1997. – 527 с.
43. Лысак Л. И. Физические основы термической обработки стали / Л. И. Лысак, Б. И. Николин . – Киев Техника. 1975. – 303 с.
44. Лысак Л. И. Изучение рельефа при  $\gamma \rightarrow \epsilon$  превращении на монокристаллах стали Fe-Mn-C / Л. И. Лысак, Б. И. Николин // ФММ. – 1964. – Т. 17. – №5. – С. 703-707.
45. Suzuki T. An experimental study of the martensite nucleation and growth in 18/8 stainless steel / T. Suzuki, H. Kojima, K. Suzuki, T. Hashimoto, M. Ichihara // Acta

- Metallurgica. – 1977. – Vol. 25. – №10. – P. 1151-1162.
46. Staudhammer K. P. Nucleation and evolution of strain-induced martensitic (b.c.c.) embryos and substructure in stainless steel: A transmission electron microscope study / K. P. Staudhammer, L. E. Murr, S. S. Hecker // *Acta Metallurgica*. – 1983. – Vol. 31. –
  47. Biermann H. SEM investigation of high-alloyed austenitic stainless cast steels with varying austenite stability at room temperature and 100°C. / H. Biermann, J. Solarek, A. Weidner // *Steel Research International*. – 2012. – Vol. 83. – №6. – P. 512-520.
  48. Гогоберидзе Д. Б. О механическом двойниковании кристаллов / Д. Б. Гогоберидзе // *Успехи физических наук*. – 1936. – Т. 8. – С. 1104-1109.
  49. Efstathiou C. Strain hardening and heterogeneous deformation during twinning in Hadfield steel / C. Efstathiou, H. Sehitoglu // *Acta Materialia*. – 2010. – Vol. 58. – №5. – P. 1479-1488.
  50. Sijia Mu. Variant selection of primary, secondary and tertiary twins in a deformed Mg alloy / Mu Sijia, J. John, G. Günter // *Acta Materialia*. – Vol. 60. – №5. – P. 2043-2053.
  51. Jin J. Effects of Al on microstructure and tensile properties of C-bearing high Mn TWIP steel / J. Jin, Y. Lee // *Acta Materialia*. – 2012. – Vol. 60. – №4. – P. 1680-1688.
  52. Yuan F. Size effects of primary/secondary twins on the atomistic deformation mechanisms in hierarchically nanotwinned metals / F. Yuan, X. Wu // *Journal of Applied Physics*. – 2013. – Vol. 113. – №20. – P. 23516.
  53. Георгиева И. Я. Деформационное двойникование и механические свойства аустенитных марганцевых сталей / И. Я. Георгиева, А. А. Гуляев, Е. Ю. Кондратьева // *МиТОМ*. – 1976. – №8. – С. 56-58.
  54. Dini G. Effect of Grain Size and Grain Orientation on Dislocations Structure in Tensile Strained TWIP Steel During Initial Stages of Deformation / G. Dini, R. Ueji // *Steel Research International*. – 2012. – Vol. 83. – №4. – P. 374-378.
  55. Энтин С. Д. Анализ фазовых превращений по магнитной восприимчивости / С. Д. Энтин, А. В. Бариленко // *Тр. ЦНИИТМАШ*. – 1964. – № 41. – С. 67-72.
  56. Гольдштейн М. И. Специальные стали: учебник для вузов / М. И. Гольдштейн, С. В. Грачев, Ю. Г. Векслер. – М.: Металлургия, 1985. – 408 с.

57. Снежной Г. В. Идентификация низких содержаний феррита и мартенсита в аустенитных хромоникелевых сталях / Г. В. Снежной // *Авиационно-космическая техника и технология*. – 2011. – №7. – С. 76-79.
58. Горолеик С. С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ / С. С. Горолеик, Ю. А. Скаков, Л. Н. Расторгуев. – М.: МИСИС. 1994. – 328 с.
59. Китайгородский А. И. Рентгеноструктурный анализ / А. И. Китайгородский. – М.: Гос. изд-во техн.-теорет. лит. 1950. – 650 с.
60. Максимова О. П. Мартенситные превращения: история и закономерности / О.П. Максимова // *МиТОМ*. – 1999. – №8. – С. 4-22.
61. Van Dijk N. Thermal stability of retained austenite in TRIP steels studied by synchrotron X-ray diffraction during cooling / N. Van Dijk, A. Butt, L. Zhao, J. Sietsma, S. Offerman, J. Wright, S. Vanderzwaag // *Acta Materialia*. – 2005. – Vol. 53. – №20. – P. 5439–5447.
62. Кабанова И. Г. Обнаружение  $\epsilon$ -фазы и ориентационных соотношений Хэдли-Брукса при  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращении в сплаве Fe – 32 % Ni / И. Г. Кабанова, В. В. Сагарадзе, Н. В. Катаева, В. Е. Данильченко // *ФММ*. – 2011. – Т. 112. – №4. – С. 404-411.
63. Schwartz A. J. Electron Backscatter Diffraction in Materials Science / A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams, D. Field. – Springer 2nd ed. 2009. – 403 p.
64. Криштал М. А. Дефекты кристаллического строения металлов и сплавов / М. А. Криштал, Ж. Л. Евменова. – Куйбышев. КуАИ, 1980. – 88с..
65. Ключев В. В. Неразрушающий контроль и диагностика: Справочник / В. В. Ключев, Ф. Р. Соснин, А. В. Ковалев и др.; под ред. В. В. Ключева. – М.: Машиностроение, 2003. – 656 с.
66. ГОСТ 27655–88 Акустическая эмиссия. Термины, определения и обозначения
67. ASTM E1316–11b Standard Terminology for Nondestructive Examinations.
68. Kaiser J. Untersuchung uber das auftreten Gerauschen beim Zugversuch: PhD thesis. / J. Kaiser // *Arkiv fur das Eisenhüttenwesen, AREIA*. – 1953. – Vol. 24. – №1-2. – P. 43-45.

69. Грешников В. А. Акустическая эмиссия / В. А. Грешников, Ю. Б. Дроботов. – М.: Издательство стандартов, 1976. – 272 с.
70. Pomponi E. A real-time approach to acoustic emission clustering / E. Pomponi, A. Vinogradov // *Mechanical Systems and Signal Processing*. – 2013. – Vol. 40. – №2. – P. 791-804.
71. Pomponi E. Wavelet based approach to signal activity detection and phase picking: Application to acoustic emission / E. Pomponi, A. Vinogradov, A. Danyuk // *Mechanical Systems and Signal Processing*. – 2015. – Vol. 115. – P. 110-119..
72. Agletdinov E. A novel Bayesian approach to acoustic emission data analysis / E. Agletdinov, E. Pomponi, D. Merson, A. Vinogradov // *Ultrasonics*. – 2016. – №72. – P. 89-94..
73. Green A. T. Fifty Years in the Technology of Acoustic Emission 1961 – 2011 / A. T. Green // *World Conference on Acoustic Emission, Beijing, China*. – 2011.
74. Ханжин В. Г. Оценка размеров внутренних трещин по пиковым амплитудам акустической эмиссии / В. Г. Ханжин, М. А. Штремель, С. А. Никулин, А. И. Калиниченко // *Дефектоскопия*. – 1990. – № 4. – С. 35-40.
75. Алексеев И. Г. Параметры акустической эмиссии, несущие информацию об одиночной хрупкой трещине / И. Г. Алексеев, А. В. Кудря, М. А. Штремель // *Дефектоскопия*. – 1994. – № 12. – С. 29-33.
76. Овчарук В. Н. Информационно-измерительный комплекс для исследования и контроля материалов и изделий методом акустической эмиссии // дис. канд. техн. наук. 05.11.16 / Овчарук Валерий Николаевич. – Хабаровск, 2004. – 146 с.
77. Криштал М. А. Влияние примесей на акустическую эмиссию при деформировании высокочистой меди / М. А. Криштал, Д. Л. Мерсон, А. В. Кацман, М. А. Выбойщик // *ФММ*. – 1988. – Т. 66. – №3. – С. 599-604.
78. Vinogradov A. Effect of Solid Solution Hardening and Stacking Fault Energy on Plastic Flow and Acoustic Emission in Cu-Ge Alloys / A. Vinogradov, D. Merson, V. Patlan and S. Hashimoto // *Materials Science and Engineering: A*. – 2003. – Vol. 341. – №1-2. – P. 57-73.

79. Baram J. Effect of grain size on the acoustic emission generated during plastic deformation of copper / J. Baram, M. Rosen // *Materials Science and Engineering*. – 1981. – Vol. 47. – №3. – P. 243-246.
80. Frederick J. R. Dislocation Motion as a Source of Acoustic Emission / J. R. Frederick, D. K. Felbeck // *ASTM STP 505*. – 1972. – P. 129-139.
81. Мерсон Д. Л. Перспективные материалы Структура и методы исследования: учебное пособие / Д. Л. Мерсон и др.; под. ред Д. Л. Мерсона. – ТГУ. МИСиС, 2006. – 536 с.
82. Нацик В. Д. Излучение звука дислокацией, выходящей на поверхность кристалла / В. Д. Нацик // *Письма в журнал экспериментальной и теоретической физики*. – 1968. – Т. 8. №6. – С. 324-328.
83. Чишко К. А. Изучение релеевский волн при выходе краевой дислокации на поверхность палстины / К. А. Чишко // *Физика твердого тела*. – 1992. – Т. 34. – №7. – С. 2236-2243
84. Бойко В. С. Переходное излучение звука дислкациями / В. С. Бойко, Р. И. Грабер, Л. Ф. Кривенко, С. С. Кривуля // *ФТТ*. – 1973. – Т. 15. №1. – С. 321-323.
85. Frank P. Sources of acoustic emission generated during the tensile deformation of pure iron / P. Frank, H. Steve // *Acta Metallurgica*. – 1978. – Vol. 26. – №1. P. 133-139
86. James D. R. Relationship between acoustic emission and dislocation kinetics in crystalline solids / D. R. James, S. N. Carpenter // *Journal of Applied Physics*. – 1971. – Vol. 42. – №12. – P. 4685-4697.
87. Нацик В. Д. Динамика и звуковое излучение дислокационного источника Франка-Рида / В. Д. Нацик, К. А. Чишко // *Физика твердого тела*. – 1975. – Т. 17. №1. – С. 342-345.
88. Sedgwick R. T. Acoustic Emission from Single Crystals of LiF and KCl / R. T. Sedgwick // *Journal of Applied Physics*. – 1968. Vol. 39. – №3. – P. 1728.
89. Hamstad M. A. The dependence of acoustic emission on strain rate in 7075-T6 aluminum / M. A. Hamstad, A. K. Mukherjee // *Experimental Mechanics*. – Vol.14. – №1. – P. 33-41.



90. Schofield B. H. Research on the sources and characteristics of acoustic emission. / B. H. Schofield // ASTM STP 505. – 1972. – P. 11-19.
91. Бойко В. С. Звуковое излучение двойникующих дислокаций при их выходе из кристалла / В. С. Бойко, Р. И. Гарбер, Л. Ф. Кривенко, С. С. Кривуля // Физика твердого тела. – 1969. – Т. 11. – Вып. 12. – С. 3621-3626.
92. Van Doren S. L. Acoustic characteristics of twinning in indium / S. L. Van Doren, R. B. Pond, R. E. Green // Journal of Applied Physics. – 1976. – Vol. 47. – №10. – P. 4343-4348.
93. Siegel E. Burst Acoustic-Emission during Bauschinger Effect in Fcc and Hcp Metals and Alloys / E. Siegel // Acta Metallurgica. – 1977. – Vol. 25. – №4. – P. 383-394.
94. Vinogradov A. On the limits of acoustic emission detectability for twinning / A. Vinogradov, E. Vasilev, M. Seleznev, K. Máthis, D. Orlov, D. Merson // Materials Letters. – 2016. – Vol. 183. – P. 417-419.
95. Förster F. Akustische Untersuchung der Bildung von Martensitnadeln. Zeitschrift für / F. Förster, E. Scheil // Metallkunde. – 1936. – Vol. 29. – №9. – P. 245-247.
96. Wadley H.N.G. Acoustic emission for materials processing: a review / H.N.G. Wadley, R. Mehrabian // Materials Science and Engineering. – 1984. – Vol. 65. – №2. – P. 245-263..
97. Hallberg H. A constitutive model for the formation of martensite in austenitic steels under large strain plasticity / H. Hallberg, P. Hakansson, M. Ristinmaa // International Journal of Plasticity. – 2007. – Vol. 23. – №7. – P. 1213-1239.
98. Алфимов А. И. О скорости роста мартенситного кристалла / А.И. Алфимов, А.П. Гуляев // Известия АН СССР. Отд. технических наук. – 1954. – №3. – С. 88-90.
99. Baram J. Acoustic emission generated during a single-interface movement in the martensitic transformation of Au-47.5% Cd alloy / J. Baram, Y. Gefen, M. Rosen // Scripta Metallurgica. – 1981. – Vol. 15. – №8. – P. 835-838.
100. Speich G. R. Acoustic Emission during martensite formation / G. R. Speich, R. M. Fisher // ASTM STP 505. – 1972. – P. 140–151.
101. Speich G. R. Acoustic emission during phase transformation in steel / G. R. Speich, A.

- J. Schwoeble // ASTM STP 571. – 1975. – P. 40-58.
102. Pascual R. Acoustic emission and the martensitic transformation of  $\beta$  brass / R. Pascual, M. Ahlers, R. Rapacioli, W. Arneodo // Scripta Metallurgica. – 1975. – Vol. 9. – №1. P. 79-84.
103. Cáceres C. H. Acoustic emission related to stress induced martensitic transformation in  $\beta$  CuZn / C. Cáceres, W. Arneodo, R. Pascual, H. Bertorello // Scripta Metallurgica. 1980. Vol. 14. – №3. – P. 293-297.
104. Takashima K. Identification of acoustic emission during the martensite transformation of 304 stainless steel / K. Takashima, Y. Higo, S. Nunomura // Scripta Metallurgica. – 1980. – Vol. 14. – №5. – P. 489-491.
105. Takashima K. Determination of the duration of transient phenomena by frequency-domain analysis of acoustic emission / K. Takashima, Y. Higo, S. Nunomura // Philosophical Magazine A. – 1984. – Vol. 49. – №2. – P. 37–41.
106. Shaira M. Evaluation of the strain-induced martensitic transformation by acoustic emission monitoring in 304L austenitic stainless steel: Identification of the AE signature of the martensitic transformation and power-law statistics / M. Shaira, N. Godin, P. Guy, L. Vanel, J. Courbon // Materials Science and Engineering: A. – 2008. – Vol. 492. – №1–2. – P. 392-399.
107. Van Bohemen S.M.C. Kinetics of the martensitic transformation in low-alloy steel studied by means of acoustic emission / S.M.C. Van Bohemen, J. Sietsma, M.J.M. Hermans, I.M. Richardson // Acta Materialia. – 2003. – Vol. 51. – №14. – P. 4183-4196.
108. Mukherjee M. Acoustic emission technique to study the effect of strain rate on the deformation behaviour of TRIP aided steels with different matrix microstructures / M. Mukherjee, O. Mohanty, S. Hashimoto // ISIJ International. – 2006. – Vol. 46. – №8. – P. 1241–1250.
109. Weiß A. Nichtrostender austenitischer Stahlformguss, Verfahren zu dessen Herstellung, und seine Verwendung. / A. Weiß, H. Gutte, M. Radke, P. R. Scheller. – International Patent Registration WO 002008009722A1.
110. Schaeffer A. // Welding Journal. – Vol.26. –1947. – P. 601-620.

111. Dai Qi-Xun. Stacking fault energy of cryogenic austenitic steels. / Qi-Xun Dai, An-Dong Wang, Xiao-Nong Cheng, Xin-Min Luo // Chinese Physics B. – 2002. – Vol. 11. – №6. – P. 596-600.
112. Allain S. Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe–Mn–C alloys / S. Allain, J.-P. Chateau, O. Bouaziz, S. Migot, N. Guelton // Materials Science and Engineering: A. – 2004. – Vol. 387–389. – P. 158-162.
113. Jahn A. Temperature Depending Influence of the Martensite Formation on the Mechanical Properties of High-Alloyed Cr-Mn-Ni As-Cast Steels / A. Jahn, A. Kovalev, A. Weiß, S. Wolf, L. Krüger, P. R. Scheller // Steel Research International. – 2011. – V. 82. – №1. – P. 39-44.
114. ASTM A240 Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications.
115. Kullback S. On information and sufficiency / S. Kullback, R. A. Leibler // The Annals of Mathematical Statistics. – 1951. – Vol. 22. – №1. – P. 79-86.
116. Azrin M. Inhomogeneous Deformation and Strain-Rate Effects in High Strength Trip Steels. / M. Azrin, G. Olson, R. Gagne // Material Science and Engineering. – 1976. – Vol. 23. – P. 33–41.
117. Chihab K. The kinetics of the Portevin-Le Chatelier bands in an Al-5at%Mg alloy / K. Chihab, Y. Estrin, L. Kubin, J. Vergnol // Scripta Metallurgica. – 1987. – Vol. 21. – №2. – P. 203-208.
118. Jahn A. Mechanical properties of high alloyed cast and rolled CrMnNi TRIP steels with varying Ni contents / A. Jahn, A. Kovalev, A. Weiß, P. Scheller, S. Wolf, L. Kruger, S. Martin, U. Martin // Proc. 8th ESOMAT. – 2009. – 05013.
119. Kovalev A. STT and DTT Diagrams of Austenitic Cr–Mn–Ni As-Cast Steels and Crucial Thermodynamic Aspects of  $\gamma \rightarrow \alpha'$  Transformation / A. Kovalev, A. Jahn, A. Weiß, S. Wolf, P. R. Scheller // Steel Research International. – 2012. – Vol. 83. – №6. – P. 576-583
120. Kovalev A. Stress-Temperature-Transformation and Deformation-Temperature-Transformation Diagrams for an Austenitic CrMnNi as-cast Steel / A. Kovalev, A. Jahn, A. Weiß, S. Wolf, P. R. Scheller // Steel Research International. – 2011. – Vol. 82. –

- №9. – P. 1101-1107.
121. Takeda R. Cluster Analysis of Acoustic Emissions Measured during Deformation of Duplex Stainless Steels / R. Takeda, Y. Kaneko, D. Merson, A. Vinogradov // *Materials Transactions*. – 2013. – Vol. 54. – №4. – P. 532–539.
122. Xue Q. Microstructural characteristics of post-shear localization in cold-rolled 316L stainless steel / Q. Xue, E. Cerreta, G. Grayiii // *Acta Materialia*. – 2007. – Vol. 55. – №2. – P. 691-704.
123. Vinogradov A. Spectral analysis of acoustic emission during cyclic deformation of copper single crystals / A. Vinogradov, V. Patlan, S. Hashimoto // *Philosophical Magazine A*. – 2001. – №81. – №6. – P. 1427-1446.
124. Vinogradov A. Correlation between Spectral Parameters of Acoustic Emission / A. Vinogradov, M. Nadtochij, S. Hashimoto, S. Miura // *Materials Transactions JIM*. – 1995. – Vol. 36. – №3. – P. 426-431.
125. Криштал М. А. Распространение пластической деформации по сечению образца и акустическая эмиссия при одноосном растяжении меди / М. А. Криштал, Д. Л. Мерсон, В. П. Алехин, В. А. Зайцев // *ФММ*. – 1987. – Т. 63. – №5. – С. 1011-1016.
126. Higgens F. Sources of acoustic emission generated during the tensile deformation of pure iron / F. Higgens, S. Carpenter // *Acta Metallurgica*. – 1978. – Vol. 26. – P. 133-139.
127. Vinogradov A. Effect of grain size on the mechanisms of plastic deformation in wrought Mg–Zn–Zr alloy revealed by acoustic emission measurements / A. Vinogradov, D. Orlov, A. Danyuk, Y. Estrin // *Acta Materialia*. – 2013. – Vol. 61. – №6. P. 2044-2056.
128. Saleh A. On the evolution and modelling of lattice strains during the cyclic loading of TWIP steel / A. Saleh, E. Perelomaa, B Clausenc, D. Brownd, C. Toméd, A. Gazdera // *Acta Materialia*. – 2013. – Vol. 61. – № 14. – P. 5247-5262.
129. Weidner A. In-situ Characterization of the Microstructure Evolution during Cyclic Deformation of Novel Cast TRIP Steel / A. Weidner, A. Glage, H. Biermann // *Fatigue 2010 Prague Proc. Eng*. – Vol. 2. – №1. – P. 1961-1971.
130. Пенкин А. Г. Анализ стадийности деформации трип-стали методом акустической

- эмиссии / А. Г. Пенкин, В. Ф. Терентьев, В. В. Рощупкин, А. К. Слизов, В. П. Сиротинкин // Деформация и разрушение. – 2016. – №10.
131. 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.
132. 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.
133. 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.
134. Терентьев В. Ф. Сопротивление усталости высокопластичных ТРИП-ТВИП сталей / В. Ф. Терентьев, С. А. Кораблева // Деформация и разрушение. – 2012. – №2. – С. 2-8.
135. Niendorf T. Fatigue crack growth-Microstructure relationships in a high-manganese austenitic TWIP steel / Niendorf T., F. Rubitschek, H. J. Maier, J. Niendorf, H. A. Richard, A. Frehn // *Materials Science and Engineering: A*. – 2010. – Vol. 527. – №9. – P. 2412-2417.
136. Cheng X. Fatigue crack growth in TRIP steel under positive R-ratios / X. Cheng, R. Petrov, L. Zhao, M. Janssen // *Engineering Fracture Mechanics* 2008. – Vol.75. – №3-4. – P. 739-749.
137. Hornbogex E. Martensitic transformation at a propagating crack / E. Hornbogex // *Acta Metallurgica* 1977. – Vol. 26. – P. 147-152.
138. Martin S. Deformation Mechanisms in Austenitic TRIP/TWIP Steel as a Function of Temperature / S. Martin, S. Wolf, U. Martin, L. Krüger, D. Rafaja // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2016. – Vol. 47. – №1. – P. 49-58.