

Фрактографические исследования поверхности изломов стали 09Х16Н4БЛ с использованием прикладного мультифрактального анализа

Г. В. Встовский, Е. М. Гринберг, Е. В. Маркова, Н. Б. Фомичева

Представлены результаты фрактографического анализа и мультифрактальной параметризации (МФП) структуры поверхности разрушения стали 09Х16Н4БЛ после различных термических обработок. Получена корреляция МФП параметров с механическими характеристиками стали. Впервые применен метод анализа кривизны структурных функций для выявления иерархической структуры изломов и метод пересчета данных растровой электронной микроскопии в рельефы локальной площади для их последующей МФП.

Ключевые слова: фрактографический анализ, фрактальность, мультифрактальная параметризация, излом, термоциклическая обработка, ударная вязкость.

The results of fractal analysis and multifractal parameterization of the structure of the fracture surface 09Х16Н4БЛ steel after various heat treatments were showed. The correlation of MFR parameters with steel mechanical properties were obtained. The method of analysis of the curvature of the structure functions to determine the hierarchical structure of the fracture and the method of converting raster microscopy data relieves the local area for their subsequent multifractal parameterization were firstly applied.

Key words: fractal analysis, fractal, multifractal parameterization, fracture, thermocyclic treatment, impact elasticity.

Введение

Фрактографические исследования эффективны для изучения влияния термической обработки на поведение стали на этапе предразрушения. Сопротивление разрушению материала можно количественно описывать фрактальными характеристиками поверхности разрушения [1]. Применение фрактальных методов оправдано в данной работе сложностью строения иерархической многофазной структуры стали 09Х16Н4БЛ. Необходимость количественного описания иерархических структур коррозионно-стойких сталей в ходе термической обработки требует, кроме общепринятых структурных параметров и методик, использовать показатели, которые смогли бы учесть форму и особенности взаиморасположения компонентов изучаемых структур.

Методы МФП, основанные на теории фракталов, позволяют не только выявлять качественные отличия, неразличимые визуально, как при традиционном

изучении поверхностей разрушения, но и использовать для описания структуры изломов количественные параметры, характеризующие внутренние взаимосвязи компонентов структуры материала. Хотя разрушение является неравновесным процессом, структура поверхности разрушения однородна и может быть проанализирована с помощью фрактального и мультифрактального подхода [2, 3].

Цель работы — исследование влияния термообработок на структуру и свойства стали, в том числе ее сопротивление разрушению, методами фрактографического анализа и МФП.

Материалы и методики исследования

В работе исследована литая сталь 09Х16Н4БЛ (табл. 1), которая разработана для коррозионно-стойких деталей повышенной прочности, устойчивых против окисления в атмосферных условиях при температуре до 500°C. Спектр изделий из стали

Химический состав стали 09Х16Н4БЛ (ГОСТ 977-88)

Легирующие элементы, масс.%							
C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Nb
0,05 – 0,13	0,2 – 0,6	0,3 – 0,6	3,5 – 4,5	до 0,025	до 0,030	15 – 17	0,05 – 0,20

09Х16Н4БЛ достаточно широк: от мелкой фурнитуры до крупных деталей и корпусов оборудования, а также деталей специального машиностроения, от которых требуется высокая размерная стабильность при эксплуатации. Применение различных термообработок позволяет в определенной степени управлять структурой и свойствами этой стали, что дает возможность оптимизации свойств материала применительно к конкретному назначению изделий.

Исследования проводили на стали 09Х16Н4БЛ после различных видов термической обработки:

1) штатная термообработка: предварительная (диффузионный отжиг 1200°C, 5,5 ч; нормализация 1050°C, 1 ч; отпуск 620°C, 1 ч) и последующая окончательная термическая обработка, состоящая из двух циклов, повторяющихся термообработок, включающих закалку при 1050°C, обработку холодом (-70°C), высокий отпуск (600°C, 1 ч);

2) предлагаемый цикл термической обработки: предварительная (нормализация 950°C, 1 ч, термоциклический отжиг (ТЦО) 620°C (3 цикла)) и окончательная (закалка 950°C, обработка холодом (-70°C), высокий отпуск 500°C (1 ч)).

3) ТЦО 620°C (3 цикла);

4) провокационная термическая обработка на хрупкий излом (закалка 950°C, охлаждение в холоде -70°, низкий отпуск 300°C).

Мультифрактальные параметры были получены обработкой изображений поверхностей излома при помощи программы MFRDrom [4, 5].

Для количественной оценки поверхности разрушения с помощью МФП использовали следующие критерии [2 – 4]: D_0 — размерность Хаусдорфа-Безиковича, характеризующая однородный фрактал; D_1 — информационная размерность, характеризующая скорость роста количества информации; D_2 — корреляционная размерность, характеризующая вероятность найти в одной и той же ячейке покрытия две точки множества; D_q — порог устойчивости; Δ_q — параметр скрытой периодичности структуры (упорядоченности) множества; f_q — степень однородности, q — параметр мультифрактального преобразования. В канонической интерпретации равны 1+ порядок момента обобщенной корреляционной функции меры [8].

Все представленные критерии отражают сложность и упорядоченность структуры излома и различаются своими значениями даже для визуально неразличимых изломов [4, 5].

Полученные при использовании растрового электронного микроскопа JSM-6390 фирмы “JEOL” фотографии, обрабатывали с помощью специальной компьютерной программы FCP (Formula for Chaos Processing) [5], которая позволяет методами дифференциальной геометрии представить их в виде пространственных рельефов распределения эффективных высот, пропорциональных цветовым числам пикселей, заданных в точках, соответствующих положениям пикселей на квадратной матрице точек с шагом по обеим осям 0,713 мкм. Градиенты яркости пикселей соответствуют отражательной способности поверхности, определяемой шероховатостью излома [6].

Градиент яркости пикселей оценивает масштаб неоднородностей излома. По “цветовым” значениям высот пикселей рассчитывали локальную площадь (для каждой четверки высот одно значение площади), по значениям которой был сгенерирован новый рельеф. Высоты таких рельефов соответствуют локальным величинам площади поверхности, связанным с градиентом высоты.

Новые рельефы были разделены на два слоя и превращены в чёрно-белые изображения. Чёрные пиксели — области с максимальной локальной площадью, то есть места наиболее крутых “склонов” на исходной фотографии образца. Физически это места на поверхности излома, в которых металл испытал наибольшую необратимую деформацию в процессе разрушения. Белые пиксели — места, где зарождались полосы скольжения и прочие дефекты, благодаря которым и произошло локальное предразрушение.

Из каждого исходного растрового изображения излома было извлечено 7 участков размером 482 × 482 пикселя, которые были преобразованы в черно-белые изображения размером 480 × 480 пикселей описанным выше способом. Результаты МФП были получены усреднением каждого параметра по 7 черно-белым изображениям, соответствующих участкам исходного изображения.

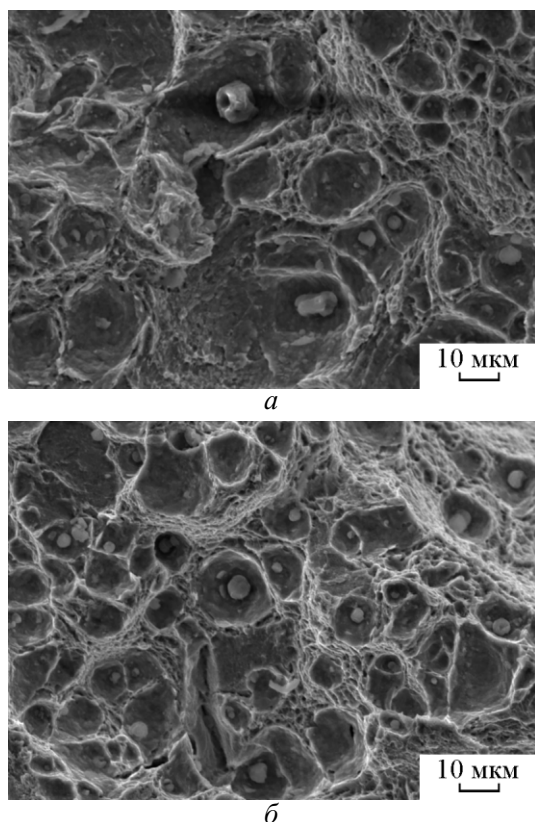


Рис. 1. Вид излома стали 09Х16Н4БЛ в состоянии после обработок: а – 1; б – 2

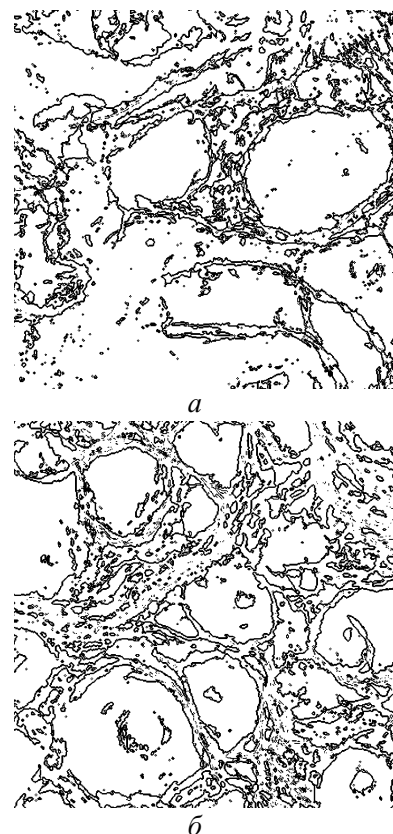


Рис. 2. Генерированные черно-белые изображения, полученные из исходных растровых изображений изломов представленных на рис. 1 методом пересчета через локальную площадь.

Обсуждение результатов

Общая картина изучаемых изломов для трёх случаев (обработки 1 – 3) соответствует вязкому механизму разрушения. Поверхность разрушения представляет собой совокупность разновеликих “чашек” вязкого излома. В центре наиболее крупных “чашек” обнаружены частицы неметаллических включений (рис. 1). При снижении размера “чашек” (рис. 1б) рельеф поверхности разрушения становится более сглаженным. Число неметаллических включений в “чашках” вязкого излома сокращается. Проведение обработки 4 приводит к хрупкому разрушению поверхности с фасетками скола.

Таблица 2

Мультифрактальные характеристики и значения ударной вязкости (KCU) стали 09Х16Н4БЛ после четырех типов термических обработок

№ обработки	f_{200}	D_{200}	α_{200}	Δ_{200}	KCU , кДж/м ²
1	0,151	1,527	1,634	0,054	900 – 920
2	0,144	1,641	1,705	0,073	970 – 990
3	0,007	1,406	1,521	0,112	260 – 280
4	0,092	1,112	1,469	0,092	3 – 5

α_{200} — один из обобщенных параметров Шенноновской формы информации [8].

Анализ мультифрактальных характеристик структур изломов, представленных в табл. 2 показывает, что параметры $\Delta_q, f_q, D_q, \alpha_q$ при $q = 200$ для изучаемых изломов различаются.

Сопоставление мультифрактальных характеристик структур изломов со значениями ударной вязкости соответствующих образцов (табл. 2) дало возможность провести качественный анализ изменений структуры материала в зависимости от условий проведения упрочняющей термической обработки.

Из табл. 2 и рис. 3 видно, что существует корреляция значений ударной вязкости и мультифрактальных параметров. Уменьшение ударной вязкости стали сопровождается заметным снижением мультифрактальных характеристик $f_{200}, D_{200}, \alpha_{200}$.

Самые низкие значения ударной вязкости для стали 09Х16Н4БЛ получены после обработки 3. Данная термическая обработка является предварительной для стали 09Х16Н4БЛ и направлена на формирование фазовой и химически однородной структуры, а также на получение достаточно высоких механических свойств, особенно ударной вязкости.

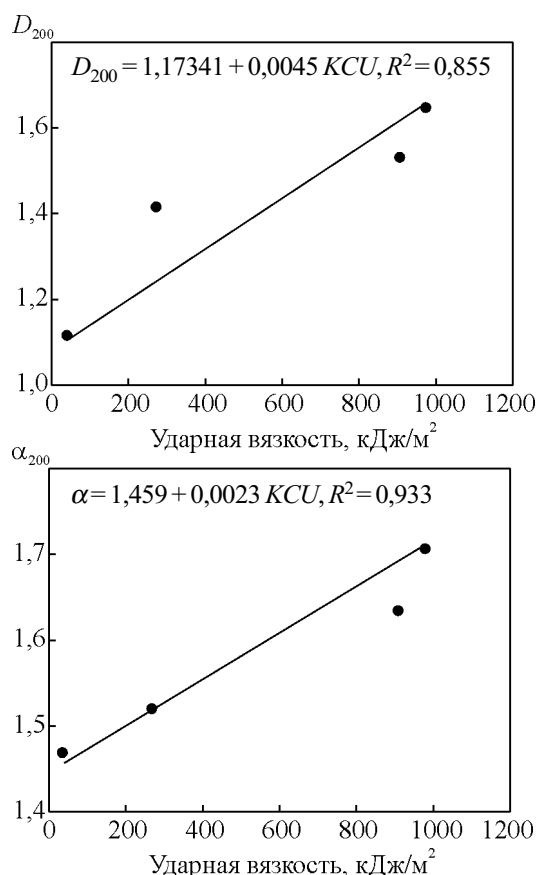


Рис. 3. Корреляция мультифрактальных параметров D_{200} , α_{200} и ударной вязкости KCU .

Однако, как видно из табл. 2 ударная вязкость стали после такой термической обработки ниже допустимой ТУ, то есть менее 400 кДж/м².

После обработки 3 формируется структура с большей степенью неравномерности и фрактальной асимметрии (максимальное значение Δ_{200}) и наименьшей степенью однородности (f_{200}). Повышение значений Δ_{200} показывает, что происходит возрастание степени нарушения симметрии в системе [4].

Более однородная и относительно регулярная структура поверхности излома с равномерным распределением фаз и структурных составляющих получена после предлагаемой термической обработки, включающей ТЦО (обработка 2) и штатной термической обработки (обработка 1).

Некоторое уменьшение значений ударной вязкости для стали после обработки 1 вероятно связано с наличием большего количества неметаллических включений (силикатов кремния), которые являются центрами трещинообразования. Объёмная доля таких включений, подсчитанная с помощью оптического микроскопа Axio Observer. Dlm, для образцов после обработки 2 равна 0,49, для обработки 1 — 1,36.

Практически все, представленные в табл. 2 мультифрактальные параметры кроме f_{200} изменяются одновременно со значением ударной вязкости, приобретая наибольшие значения после обработки 2. Наибольшее значение параметра D_{200} для обработки 2 говорит о формировании структуры, обладающей максимальными значениями энтропии, что может привести к повышению механических свойств системы.

Формирование структуры с большей степенью асимметрии (максимальное значение Δ_{200}) и наименьшей степенью однородности (f_{200}) характерно для обработки 3, ударная вязкость образца значительно меньше, чем после обработок 1 и 2.

Самые низкие значения параметров D_{200} и α_{200} характеризуют структуру стали обладающую наименьшей ударной вязкостью (обработка 4). Сталь после обработки 4 разрушается хрупко, в отличие от первых трёх обработок, где протекает вязкое разрушение стали 09Х16Н4БЛ.

Набор величин мультифрактальных характеристик определяет конкретное состояние структуры, поэтому можно утверждать, что разрушение, в результате которого возникли изучаемые изломы, проходило различно, а значит и самоорганизация структур перед окончательным разрушением также имела отличия.

Выявление пространственных масштабов иерархической структуры изломов, проводили методами МФП.

Применение данных методов параметризации может быть оправдано только в тех случаях, когда и сама структура и представляющий ее объект (изображение) наделены иерархической структурой. Для количественного выявления иерархии пространственной структуры изломов был применен метод анализа кривизны структурных функций (МАКСФ) [7]. Изображения изломов были обработаны специальной программой Sm2FNS, которая позволяет получать Фурье-спектры, структурные функции (СФ) и отрицательные вторые производные СФ профилей поверхности в заданном направлении, усредненные по всему рельефу. На рис. 4 представлены результаты вычислений указанных функций.

Вид Фурье-спектров (рис. 4, I) соответствует типичному фликкер-шуму, что говорит о наличии в структуре дальних корреляций на масштабах до 7–10 мкм.

Физический смысл СФ (рис. 4, II) состоит в том, что её рост при малых изменениях, означает наличие в структуре корреляционных связей. Прекращение роста СФ при больших значениях Δ говорит о разрушении (потери) связей. Условная граница масштабов этих областей, определенная по тому или

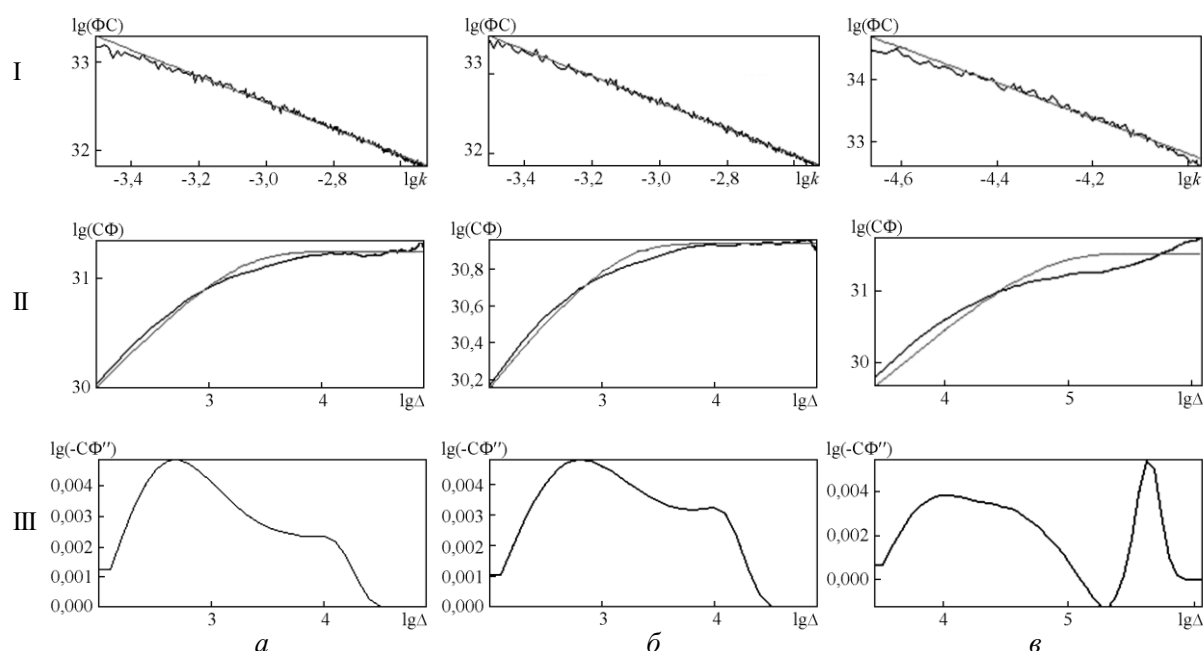


Рис. 4. I – средние Фурье-спектры, II – СФ, III – отрицательные вторые производные СФ-функции для стали 09Х16Н4БЛ после различных термических обработок: а – обработка 2, б – обработка 1, в – обработка 4.

иному алгоритму, называется корреляционной длиной (КД). При дальнейшем увеличении лага рост СФ может возобновиться (появится следующая “ступенька”), что говорит о наличии корреляционных связей еще большего масштаба, и т.д. В данном методе величины КД оцениваются по положениям максимумов отрицательной второй производной СФ (рис. 4, III). Численный алгоритм вычисления КД довольно сложный и состоит из нескольких стадий [7], но его однообразное применение в обработке исходных данных, полученных одним и тем же методом, действительно позволяет различать объекты исследования, в данном случае поверхности разрушения стали после различных термообработок, на основе иерархии корреляционных длин. Результаты вычисления КД приведены в табл. 3.

Самые малые КД L1 (0,222 – 0,8 мкм) соответствуют самым мелким компонентам структуры сплава и мельчайшим кратерам на поверхности излома. Они определяют прочность, так как именно на малых масштабах зарождаются полосы скольжения, дефекты и другие несплошности материала.

Таблица 3

Корреляционные длины поверхности излома			
№ обработки	L1, мкм	L2, мкм	L3, мкм
1	0,504	6,4	31,21
2	0,8	7,066	34,46
3	0,635	9,51	42
4	0,222	1,84	6,7

Средние КД L2 (1,84 – 9,5 мкм) характерны для блочной структуры материала (разрушение идёт по границам блоков, при этом выпадают мелкие блоки размером 7 мкм и выявляется структура более крупных 9,5 мкм).

Самые большие КД L3 (6,7 – 42 мкм) соответствуют кратерам (следам) вязких вытяжек на поверхности разрушения, размер которых слабо зависит от структуры самого материала, а определяется в большей степени условиями процесса разрушения в экспериментах.

Анализ КД показал взаимосвязь данных характеристик со значениями ударной вязкости. Самые малые КД L1 имеют максимальные значения для стали после обработки 2, то есть для структуры, обладающей наибольшими значениями ударной вязкости.

Заключение

В настоящей работе впервые была использована процедура МФП применительно к данным растровой электронной микроскопии по поверхностям излома, представленным в виде оптических изображений, пересчитанных в рельефы локальной площади. Для регистрации наличия иерархической структуры изломов впервые был использован метод анализа кривизны структурных функций, что позволило подтвердить количественно адекватность применения методов прикладного мультифрактального анализа к исследуемым объектам.

МФП может использоваться для оценки ударной вязкости стали 09Х16Н4БЛ по изломам при наличии соответствующей калибровки. Сопоставление мультифрактальных характеристик структур изломов изучаемой стали со значениями ударной вязкости соответствующих образцов, дало возможность качественно и количественно проанализировать изменения структуры стали в зависимости от применяемой термообработки, в результате чего была получена корреляционная связь мультифрактальных параметров с величиной ударной вязкости. Обнаружена линейная взаимосвязь значений ударной вязкости и характеристик D_{200} и α_{200} , несущих количественную информацию о термодинамических условиях формирования структур. Расчёт корреляционных длин поверхности излома подтвердил правильность выбора обработки 2 в качестве оптимальной для получения высоких значений ударной вязкости при наименьших энергозатратах и трудозатратах при проведении термообработки. На основе МФП структур изломов были сделаны конкретные рекомендации по оптимизации технологии предварительной термической обработки стали 09Х16Н4БЛ.

Литература

1. Иванова В.С. Синергетика. Прочность и разрушение металлических материалов. М.: Наука, 1992, 160 с.
2. Встовский Г.В., Бунин И.Ж., Колмаков А.Г., Танитовский И.Ю. Мультифрактальный анализ поверхностей разрушения твёрдых тел. Докл. РАН, 1995, № 5, с. 613 – 615.
3. Встовский Г.В., Колмаков А.Г., Терентьев В.Ф. Мультифрактальный анализ особенностей разрушения приповерхностных слоёв молибдена. Металлы, 1993, № 3, с. 164 – 177.
4. Встовский Г.В., Колмаков А.Г., Бунин И.Ж. Введение в мультифрактальную параметризацию структур материалов. Москва – Ижевск: Научно-издательский центр “Регулярная и хаотическая динамика”, 2001, 116 с.
5. Встовский Г.В. и др. Мультифрактальный анализ поверхностей разрушения твёрдых тел. Доклады Российской академии наук, 1995, т. 343, № 5, с. 613 – 615.
6. Встовский Г.В., Соловьёва А.Б., Тимашев С.Ф. и другие. Выявление иерархической структуры механохимических полимерных покрытий металлических шаров по данным оптической микроскопии. Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2006, т. 72, № 12, с. 24 – 28.
7. Vstovsky G.V. Factual revelation of correlation lengths hierarchy in micro- and nanostructures by scanning probe microscopy data. Materials Science (medziagtyra), 2006, v. 12, no. 3, p. 262 – 270.
8. Встовский Г.В. Элементы информационной физики. М.: МГИУ, 2002, 260 с.

Статья поступила в редакцию 21.02.2012 г.

Встовский Григорий Валентинович — ООО “Энергоавтоматика” (г. Москва), доктор физико-математических наук, начальник отдела инновационных технологий. Специалист в области мультифрактальной параметризации структур материалов.

Гринберг Евгений Маркусович — Тульский Государственный Университет (г. Тула), доктор технических наук, профессор. Специалист в области упрочнения металлов и сплавов.

Маркова Екатерина Витальевна — Тульский Государственный Университет (г. Тула), аспирант. Специализируется в области исследования коррозионных свойств сталей и методов их упрочнения. E-mail: nbf62@yandex.ru.

Фомичёва Наталия Борисовна — Тульский Государственный Университет (г. Тула), кандидат технических наук, доцент. Специалист в области исследования коррозионных свойств сталей.