

ТВЕРДЫЕ ТЕЛА В ЭКСТРЕМАЛЬНЫХ УСЛОВИЯХ

УДК 621.039.53: 620.179.118 (075)

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА СКАНИРУЮЩЕЙ КОНТАКТНОЙ ПОТЕНЦИОМЕТРИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДА В АУСТЕНИТНЫХ СТАЛЯХ

© 2021 г. М. И. Баранов^а, Р. Р. Гаптрахманов^а, И. П. Константинов^{а, *}, В. И. Сурин^а

^аНациональный исследовательский ядерный университет “МИФИ”, Каширское ш. 31, Москва, 115409 Россия

*E-mail: konstaniya@gmail.com

Поступила в редакцию 04.03.2021 г.

После доработки 11.05.2021 г.

Принята к публикации 12.05.2021 г.

При испытаниях на растяжение аустенитной стали *in situ* исследован процесс образования мартенситной фазы методом сканирующей контактной потенциометрии (СКП). Образец из стали ЭИ847 был испытан на растяжение при комнатной температуре в широком интервале нагрузок (50–650 МПа) в течение нескольких недель с интервалами от одного до пяти дней, когда образец находился в ненагруженном состоянии. Обнаружены три стадии формирования мартенситной фазы. Построены и проанализированы потенциограммы и спектрограммы в интервале напряжений от 150 до 650 МПа. Разработан метод спектрального анализа потенциограмм, улучшающий качество изображения рефлексов структурных неоднородностей.

Ключевые слова: аустенитная сталь, мартенситная фаза, сканирующая контактная потенциометрия, рефлекс структурных неоднородностей

DOI: 10.56304/S2079562920060093

ВВЕДЕНИЕ

На сегодняшний день метод СКП, находящийся в процессе апробации и внедрения, выходит на стадию сертификации с целью широкого практического применения на промышленных предприятиях. Результаты исследований показывают также высокую эффективность методов спектрального анализа при интерпретации данных электрического контроля [1, 2]. Одним из плановых этапов, предшествующих сертификации метода СКП, является этап верификации метода в различных специально выбранных условиях, в том числе и при решении ряда материаловедческих задач.

Одной из поставленных задач было определение соотношения фаз аустенита и мартенсита деформации при одноосном растяжении образцов из аустенитной стали. Явление образования мартенсита деформации в аустенитных сталях известно давно, а механизм перехода аустенита в мартенсит при холодной пластической деформации описан в работе [3]. Впервые процесс образования мартенсита деформации в аустенитной стали 12Х18Н10Т был совместно исследован методами СКП и дифракции тепловых нейтронов в ОИЯИ, г. Дубна, в лаборатории нейтронной физики на реакторе ИБР-2 [4]. На поверхностных потенциограммах были обнаружены рефлекс на

уровнях фиксации $SLS = (5-6)$, соответствующие мартенситу деформации. Потенциограммы были получены линейным сканированием с постоянной скоростью электрофизического датчика по поверхности образца, а фаза мартенсита однозначно идентифицирована по спектрам дифракции тепловых нейтронов.

Таким образом, для подтверждения ранее полученных результатов, была поставлена цель, заключающаяся в определении процентного фазового соотношения при растяжении другой аустенитной стали ЭИ 847 [5] по результатам применения метода СКП.

Первые признаки появления фазы мартенсита наблюдались в области упругой и микропластической деформации, что, вероятно, обусловлено наличием высоких локальных внутренних напряжений в отдельных или нескольких близко расположенных зернах. Первая стадия образования мартенсита протекает при напряжениях от 150 до 375 МПа и характеризуется крайне неустойчивым состоянием. При более высокой нагрузке, соответствующей условному пределу текучести и выше этого предела, указанный процесс стабилизируется, однако носит периодический или синусоидальный характер, когда количество образующейся мартенситной фазы изменяется в широком интервале от 18 до 60%.

Устойчивый рост мартенситной фазы наблюдался при нагрузках, близких к пределу прочности вплоть до момента разрушения образца.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Методика проведения эксперимента на растяжение стали ЭИ847, аппаратура исследования и методы обработки результатов подробно описаны в указанных выше работах.

Потенциометрические измерения были выполнены на программно-аппаратном комплексе “ElphysLAB-ИДС” мобильной информационно-диагностической системы, размещенной на ноутбуке Asus X554L. Для проведения измерений в режиме ручного детектирования был разработан ПАД измерительных сигналов с регулируемой шкалой амплитудной дискриминации в диапазоне 40 дБ. Назначение дискриминатора заключается в отсечке тех значений амплитуды сигнала, которые выше установленного уровня, что позволяет исследовать распределение электрического потенциала на разных уровнях фиксации сигнала. Узкополосный фильтр позволяет настраивать ПАД по амплитуде, начиная с уровня десятых микровольт, с шагом 0.1 мкВ, широкополосный — от единиц и до десятков милливольт. Измерительная система управляется ОС Windows, частота дискретизации измерений составляет 1 Гц.

Плоские образцы из стали ЭИ847 размером $170 \times 50 \times 2$ мм были изготовлены фрезерованием из листового проката с последующей полировкой рабочей поверхности до шероховатости R_a не хуже 0.3 мкм. Механическое перемещение датчика (материал Ст-3) по поверхности образца осуществляли по восьми измерительным дорожкам (трекам), четыре из которых принадлежали левой части образца (относительно продольной оси симметрии) и четыре — правой. Длина трека составляла около 90 мм, а расстояние между треками примерно 3 мм. При средней скорости сканирования 5 мм/с, время одного сета измерений изменялось в пределах двухминутного интервала. В процессе испытаний при увеличении нагрузки на поверхностных потенциограммах наблюдали мозаичную картину изменения потенциалов, связанную с проявлением динамической волнистости и шероховатости [5].

Испытания на растяжение проводили на электромеханической разрывной машине INSTRON-5982. Во время испытаний записывали диаграмму растяжения в координатах “нагрузка-удлинение” образца. Нагрузку повышали ступенчато, при пересчете на напряжение, примерно, на ~ 30–50 МПа после каждого режима испытаний. Каждый цикл с заданными значениями нагрузки завершали полной разгрузкой образца и фиксировали изменение его формы, а также измеряли шероховатость рабочей поверхности. В течение од-

ной недели после испытаний образец выдерживали в разгруженном состоянии при нормальных условиях, после чего испытания возобновлялись, начиная, как правило, с более высокого уровня нагрузки. В процессе эксперимента на каждом режиме измеряли температуру поверхности образца термопарой, показания которой в пределах погрешности, как и температура неподвижного преобразователя, соответствовали комнатной температуре (22–24°C).

МЕТОД СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА ДАННЫХ

Разработан новый метод спектрального анализа поверхностных потенциограмм на основе быстрого преобразования Фурье (БПФ) и ранее представленных расчетов [6].

Введем следующие обозначения:

— для БПФ:

$$\Phi[k] = \sum_{n=0}^{N-1} \varphi[n] \exp\left(\frac{-i2\pi kn}{N}\right), \quad (1)$$

где $0 \leq k < N$ и $\varphi[n]$ — функция контактной разности потенциалов;

— для повторного БПФ

$$\Phi\Phi[k] = \sum_{n=0}^{N-1} \sum_{m=0}^{N-1} \left\{ \varphi[n] \exp\left(\frac{-i2\pi kn}{N}\right) \right\} \exp\left(\frac{-i2\pi km}{N}\right). \quad (2)$$

Алгоритм обработки поверхностных потенциограмм в частотной области заключался в следующем. После процедуры БПФ (1), выполненной для каждого трека измерений была построена новая функция Φ_j и получен вектор значений:

$$X_j = \Phi_j + i\Phi_j, \quad (3)$$

где $0 \leq j \leq 7$ и i — мнимая единица.

После чего к новой функции применяли повторное БПФ (2) и строили функцию $\Phi\Phi[k]$. Окончательный результат получали сдвигом спектральной функции по частотному индексу [6].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Первая стадия образования мартенситной фазы соответствует интервалу напряжений 150–375 МПа (рис. 1). Данной стадии предшествовала процедура начального упрочнения, которая связана с нагружением образца по прямоугольному профилю и полной разгрузкой перед выходом на более высокий уровень нагрузки. Кроме этого, интервалу нагрузок 150–375 МПа предшествовали два периода старения в течение одной недели каждый, после цикла испытаний при нагрузках 12–40 МПа и 46–150 МПа соответственно.

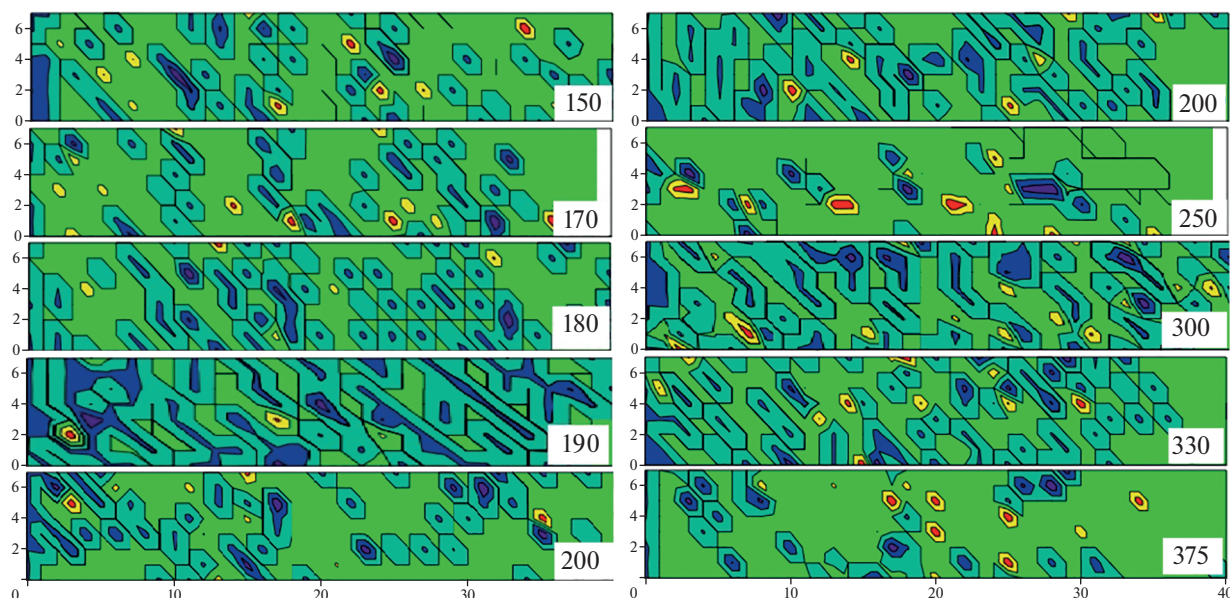


Рис. 1. Потенциограммы, полученные при растяжении стали ЭИ847 на уровне фиксации $SLS = 2.523$ в интервале напряжений 150–375 МПа.

Первые признаки мартенсита деформации появляются уже при напряжении 150 МПа на уровне фиксации $SLS = 2.456$ и 2.523 . При этой нагрузке шестиугольные концентрические рефлексy заполняют поле потенциограммы практически однородно. Амплитуда регистрируемого сигнала имеет достаточно высокое значение. Поскольку данная нагрузка соответствует упругой деформации, скольжение дислокаций начинается в только в отдельных зернах по первичным системам скольжения, которые предпочтительно ориентированы относительно направления нагрузки. Таким образом, уже на этой стадии запускается механизм деформационного упрочнения, приводящий к возникновению в отдельных зернах достаточного по величине напряжения для начала образования мартенсита деформации.

При напряжении 150 МПа на потенциограмме видны рефлексy в виде правильных шестиугольников, большая диагональ которых ориентирована в направлении действующего напряжения, что является следствием суперпозиции нормального и касательного напряжений. В центре шестиугольников располагается область высокой деформации (синий цвет), которую окружает область с меньшим значением деформации (салатовый цвет). Процесс образования смешанной (негомогенной) деформации носит эстафетный характер. В соседнюю область деформационные сдвиги проникают через границу двух областей. На потенциограммах (рис. 1) участки с образующимся мартенситом деформации окрашены в салатовый цвет (шестиугольники).

Когда шестиугольников на потенциограмме становится много, происходит их объединение в полосы, начало данного процесса соответствует напряжению 170 МПа. При дальнейшем увеличении нагрузки продолжается рост числа шестиугольников, а также их объединение в полосы (180 МПа).

Сформированная полосовая структура мартенсита особенно заметна при напряжении 190 МПа. Полосы ориентированы под углом 45 градусов относительно направления приложенной нагрузки. Механизм образования пластической деформации и мартенситной фазы тесно взаимосвязаны, что отмечается в работе [3]. Мартенситное превращение происходит под действием упругой деформации. Зародышами мартенсита служат области дислокационных ядер, в которых по величине напряжения близки к теоретическому пределу прочности. Мартенситное превращение чувствительно к изменению внешнего напряжения: резкое изменение нагрузки в сторону повышения или ее уменьшения может остановить данный процесс, привести к распаду образующейся структуры, что и представлено на рис. 1 при напряжениях 250 и 375 МПа.

Другие стадии формирования мартенсита деформации наблюдаются при более высокой нагрузке от 420 МПа до разрушения образца, которое произошло при напряжении 630 МПа (рис. 2).

Вторая стадия начинается с напряжений 500–520 МПа, что соответствует условному пределу текучести. По изменению цветовой гаммы на потенциограммах можно видеть заметный рост компоненты мартенсита (салатовый цвет).

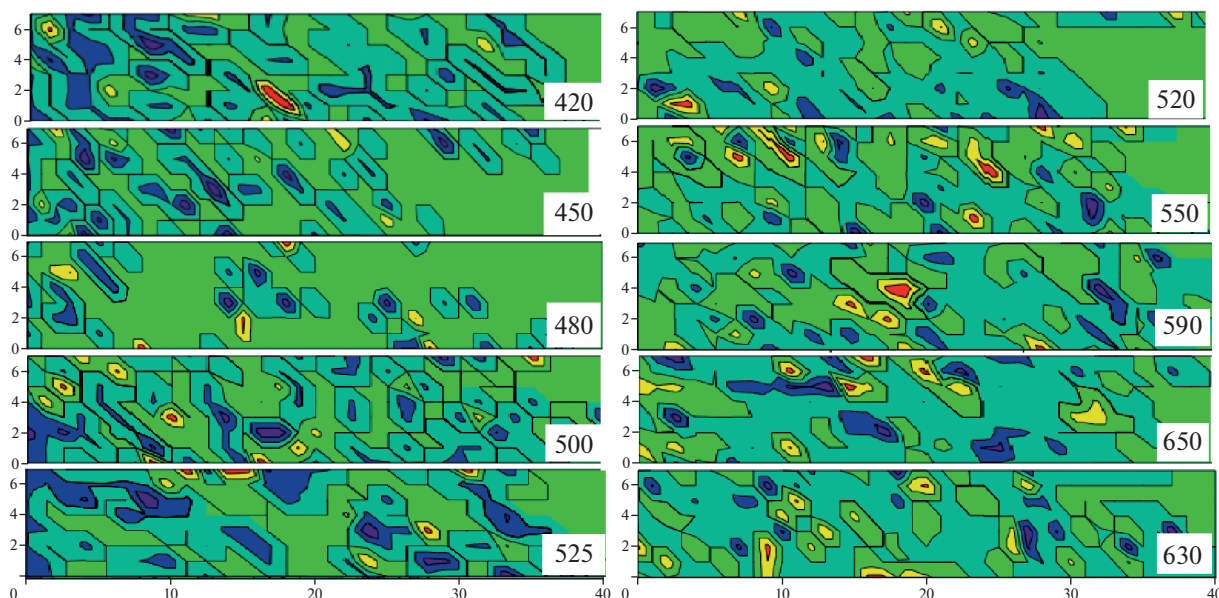


Рис. 2. Потенциограммы, полученные при растяжении стали ЭИ847 на уровне фиксации $SLS = 2.523$ в интервале напряжений 420–630 МПа.

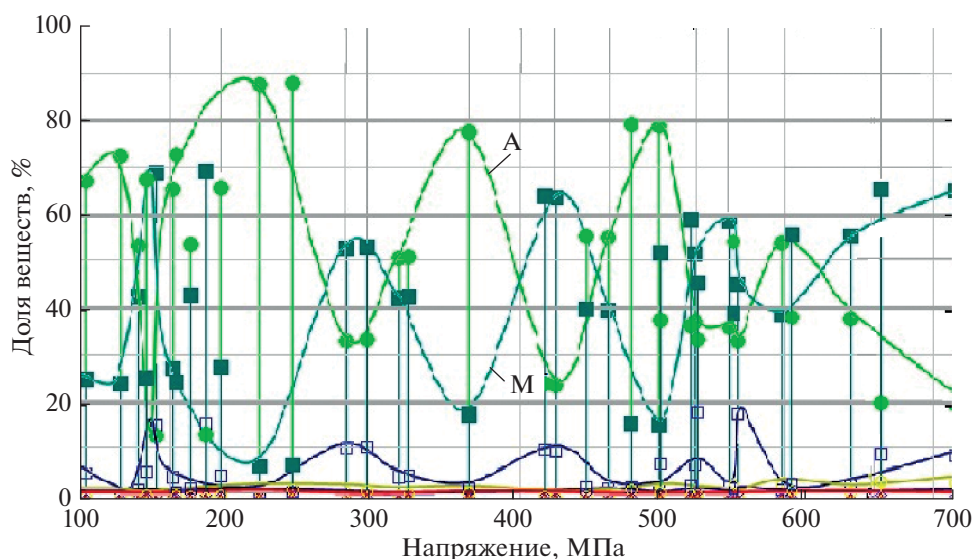


Рис. 3. Процентное содержание структурных фаз в стали ЭИ847 при растяжении в зависимости от напряжения (А — аустенитная и М — мартенситная фазы).

На языке Python была написана компьютерная программа, позволяющая определить процентное соотношение различных фаз или соответствующих оттенков цвета на потенциограммах (рис. 3).

Из рис. 3 видно, что пиковое значение содержания фазы мартенсита в стали соответствует нагрузке, примерно 450 МПа, и составляет более 60%. Виден также синусоидальный характер изменения аустенитной и мартенситной фаз в процессе эксперимента. Следует отметить синхронный и

противоположный (зеркальный) характер изменения цветов на потенциограмме: когда количество аустенита уменьшается (светло-зеленый цвет, кривая А), количество мартенсита начинает возрастать (салатовый цвет, кривая М) и наоборот, что свидетельствует об обратимом характере фазового перехода.

При напряжении 590 МПа в центре потенциограммы (рис. 2) видны участки красного цвета, которые показывают область образующейся за-

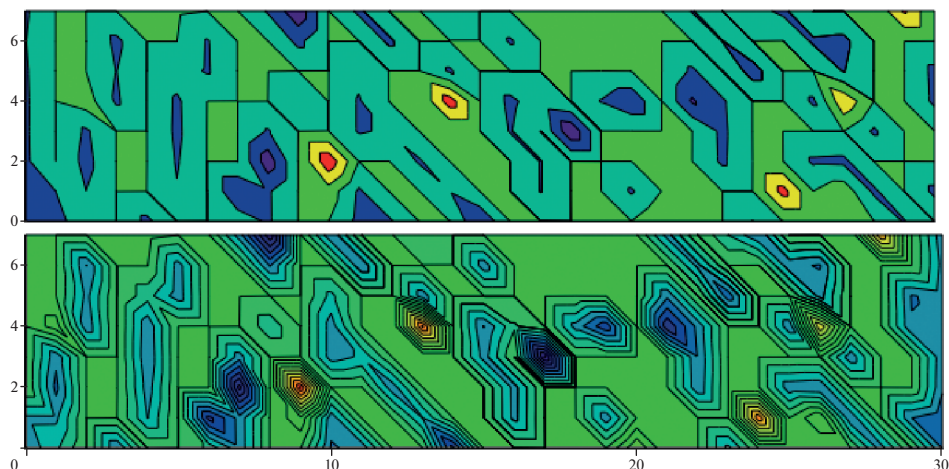


Рис. 4. Потенциграмма (верхний рисунок) и спектрограмма (нижний рисунок) образующейся фазы мартенсита в стали ЭИ 847 при напряжении 200 МПа. По оси “х” отложены отсчеты, по оси “у” — номера измерительных треков.

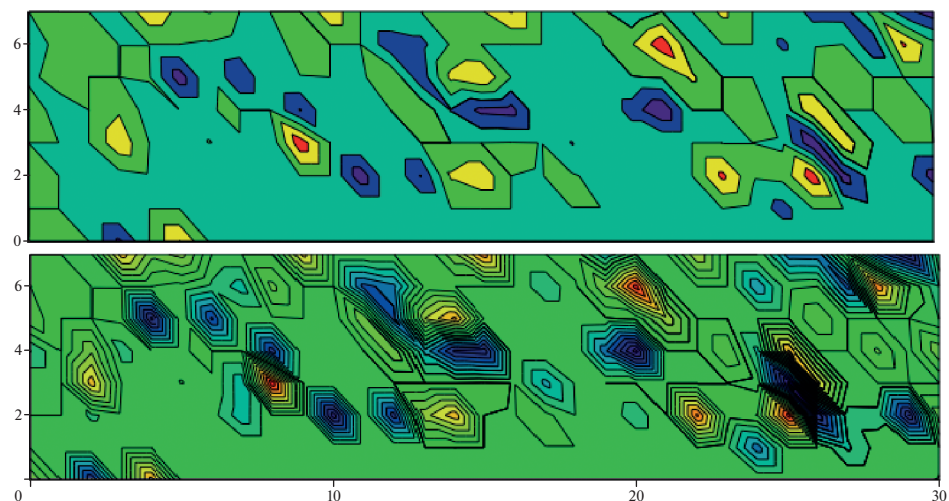


Рис. 5. Потенциграмма (верхний рисунок) и спектрограмма (нижний рисунок) образующейся фазы мартенсита в стали ЭИ 847 при напряжении 650 МПа. По оси “х” отложены отсчеты, по оси “у” — номера измерительных треков.

родышевой трещины. На рис. 3 соответствующая линия окрашена в красный цвет и близка к нулевой отметке.

Третья стадия, при 650 МПа и более низких значениях приложенного напряжения, связана с потерей устойчивости и интенсивным процессом образования пластической деформации. Подтверждается результат работы [7] в том, что количество образующегося мартенсита в аустенитной стали растет с увеличением степени деформации. Это особенно заметно на рис. 2: выше напряжения 600 МПа количество мартенситной фазы начинает расти и при деформации 12% достигает значения 65%. По данным работы [3] при деформации 45% доля мартенсита в деформированной стали 12X18H10T составила 46%.

На рис. 4 и 5 показаны потенциграммы при напряжениях 200 и 650 МПа и соответствующие им спектрограммы. Видно, что разработанный метод спектрального анализа позволяет детализировать, или улучшать качество изображений, наблюдающихся на потенциграммах структурных неоднородностей. Подчеркнем, что результаты спектрального анализа получены без применения оконных функций и *FIR*-фильтра.

ВЫВОДЫ

1. Результаты проведенного исследования процесса образования мартенсита деформации при растяжении аустенитной стали ЭИ 847 методом сканирующей контактной потенциометрии под-

тверждают ранее полученные нами данные по обнаружению мартенсита деформации в стали 12X18H10T электрическим методом контроля.

2. Начальная стадия образования мартенсита начинается в упругой области и протекает при напряжениях от 150 до 375 МПа, а также характеризуется крайне неустойчивым состоянием. При более высокой нагрузке, соответствующей условному пределу текучести и выше, указанный процесс носит периодический или синусоидальный характер, когда количество образующейся мартенситной фазы изменяется в широком интервале от 18 до 60%.

3. В упругой области мартенситное превращение чувствительно к изменению внешнего напряжения: резкое изменение нагрузки в сторону повышения или ее уменьшения может остановить данный процесс и привести к распаду образующейся структуры. Процесс образования смешанной (неоднородной) деформации носит эстафетный характер. В соседние микрообъемы деформационные сдвиги проникают через границу двух областей.

4. Формирование структуры мартенсита деформации происходит в условиях интенсивного сброса внутренних напряжений и образования на поверхности макроскопических полос скольжения.

5. Разработанный метод спектрального анализа позволяет детализировать и улучшать качество изображений структурных неоднородностей на потенциограммах без применения оконных функций и FIR-фильтра.

БЛАГОДАРНОСТИ

Данная работа поддержана Российским фондом фундаментальных исследований и выделенным грантом по договору №19-08-00266/19 от 10.01.2019.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ/REFERENCES

1. Alwaheba A.I., Surin V.I., Ivanova T.E., Ivanov O.V., Beketov V.G., Goshkoderov V.A. // *Nondestruct. Test. Eval.* 2020. 21. V. 36. P. 261–277. <https://doi.org/10.1080/10589759.2020.1740702>
2. Абу Газал А.А., Сурин В.И., Шеф Е.А., Бокучава Г.Д., Папушкин И.В. // *Автоматизация в промышленности.* 2019. № 2. С. 48–51.
3. Бубнов В.А. // *Известия высших учебных заведений. Машиностроение.* 2018. № 11. С. 14–19.
4. Абу Газал А.А., Сурин В.И., Бокучава Г.Д., Папушкин И.В. Исследование структурных превращений в сталях с помощью методов сканирующей контактной потенциометрии и дифракции тепловых нейтронов // *VII Международная научная школа-конференция (Современные проблемы физики и технологии). Тезисы докладов.* Ч. 2. 2018. Москва: НИЯУ МИФИ. С. 179–180.
5. Абу Газал А.А., Джумаев П.С., Осинцев А.В., Польский В.И., Сурин В.И. // *Письма о материалах.* 2019. № 9. Вып. 1. С. 33–38.
6. Сурин В.И., Волкова З.С. // *Информационные технологии в проектировании и производстве.* 2020. № 4. С. 25–29.
7. Штремель М.А. Прочность сплавов. Часть II. 1997. Москва: МИСИС.

Application of the Scanning Contact Potentiometry Method in the Study of Phase Transition in Austenitic Steels

M. I. Baranov¹, R. R. Gaptrakhmanov¹, I. P. Konstantinov^{1, *}, and V. I. Surin¹

¹*National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Kashirskoye sh. 31, Moscow, 115409 Russia*

**e-mail: konstaniliya@gmail.com*

Received March 3, 2021; revised May 11, 2021; accepted May 12, 2021

The process of the formation of the martensite phase in tensile tests of austenitic steel was studied by the scanning contact potentiometry method (SCP). Steel sample, that was produced from “E1847” steel, was tensile tested at room temperature over a wide range of loads (50–60 MPa) for several weeks at intervals of one to five days when the sample was unloaded. Three stages of formation of the martensite phase have been found. Potentiograms and spectrograms were constructed and analyzed in the stress range from 150 to 650 MPa. The method for spectral analysis of potentiograms has been developed, which improves the image quality of reflections of structural inhomogeneities.

Keywords: austenitic steel, martensitic phase, scanning contact potentiometry, reflections of structural inhomogeneities