

Глава 23. НАБЛЮДЕНИЕ И ИЗМЕРЕНИЕ РАЗРУШЕНИЯ МАТЕРИАЛОВ С НЕОДНОРОДНОЙ СТРУКТУРОЙ

Кудря А.В., Соколовская Э.А.

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва, Россия, E-mail: AVKudrya@misis.ru

Введение

Значительное разнообразие структур и дефектов в материалах затрудняет эмпирические прогнозы свойств материалов по аналогии. Высокая вероятность появления неоднородных структур в металле, как правило, является следствием протекания различных сценариев технологической наследственности в рамках широкого поля допуска технологии [1,2]. В этой связи определение причин провалов пластичности и вязкости, прогноз остаточного ресурса материалов в изделии невозможны без понимания механизмов разрушения разнообразных структур.

Разнородность структур определяет разномасштабность процессов разрушения и необходимость их наблюдения на разных масштабных уровнях измерения [3]: макро-, микро- и мезоуровнях. В настоящее время для описания изображений структур и изломов (с учетом скорости распространения трещины в металле обычно фактически наблюдается только конечный результат разрушения – излом) преобладают качественные подходы. Однако их сравнение с эталоном, картинкой или словесное описание ограничивает возможности объективного выявления критических элементов структуры, лимитирующих разрушение и выбор оптимальных управленческих решений, направленных на повышение качества материала. Отсюда интерес к методам количественного описания структур и разрушения. Сегодня – это важная составная часть физики деформации и разрушения, имеющая важное прикладное значение при создании новых инновационных материалов и технологических процессов их получения.

Масштабы структур и разрушения

Масштаб структур в материалах чрезвычайно широк [1]: мезоструктура слитка, где скелет дендритов обычно имеет размеры от 0,1...1 мм до 10 см, с шагом осей первого порядка 0,1...3 мм, второго – от 100 мкм и менее; неметаллические включения поперечником от 10^{-4} до 1...10 мм и микроструктура, являющаяся продуктом превращения высокотемпературной фазы при охлаждении. Например, в сталях это смесь феррита и цементита с шагом $\lambda \sim 0,1...1$ мкм – в эвтектоидах, или зерно (феррита либо аустенита) с диапазоном размеров $d \sim 1...100$ мкм.

В разрушении участвует весь масштаб структур. Так, наносегрегация фосфора по границам зерна аустенита в улучшаемой стали приводит к зернограничной хрупкости (гладкие фасетки $d \sim 10-30$ мкм с зеренной огранкой) [1]. Дендритная ликвация – к межосевым скоплениям сульфидов и ферритным полям (поперечником 60-120 мкм и выше) в микроструктуре, и изменению условий зарождения вязкого излома [4]. Грубые игольчатые карбиды мезомасштаба в твердых сплавах на железной основе – к отдельным вытянутым фрагментам в однородной квазикристаллической основе изломов [5], одному из признаков повышенной восприимчивости наплавов из твердых сплавов к преждевременному разрушению.

Неметаллические включения (НВ), определяемая типом технологии составная часть структуры стали, как правило, отличаются широким диапазоном размеров (от 10^{-6} до 1 см) при объемной доле (для всех способов выплавки) $c = 10^{-4} \sim 10^{-3}$ ($\sim 0,01-0,1$ % – по объему) [1]. Из них 88 % объема занимают НВ с $d > 1$ мкм и только 2 % – размером менее 1...0,2 мкм. Их наличие (во всем диапазоне размером) контролирует стадию распространения вязкой трещины.

Для разрушения обычно характерно кооперативное влияние разнородных структур на зарождение и развитие трещины. Так, например [3], дальние последствия ликвации в улучшаемой стали 38ХНЗМФА-Ш – причина транскристаллитного излома

по поверхности грубых пластин цементита (~100–500 мкм) в верхнем бейните, ослабленных сегрегацией серы (~10 нм), вытесняемой при их росте.

Оттеснение серы в межосья при кристаллизации слитка после прокатки даёт нитки сульфидов [1]. Прилегающий к ним слой металла обогащен марганцем и туда втягивается углерод. Это при охлаждении после горячей прокатки даёт здесь полосы перлита. Под напряжением на границе ниток сульфидов с перлитом последовательно образуются цилиндрические поры, (в различных плоскостях), они, сливаясь, приводят к шиферообразному строению излома (и снижению вязкости стали до 1,5 раз) [7].

Из разномасштабности разрушения вытекает необходимость его наблюдения на разных масштабных уровнях измерения [2-8]: макро-, микро- (измеряются элементарные акты разрушения – ямка, фасетка) и мезоуровне, когда измеряемые элементы излома на порядок больше микроплощадок и на один-два порядка меньше характеристик макрогеометрии излома.

Так, при испытании на ударную вязкость КСЧ плоское дно излома – «макрохрупкий квадрат» – окружен с трех сторон откосами среза – «выбега трещины». Различие в ширине откоса (радиус $r_{пл}$ пластической зоны) для разных материалов позволяет оценить анизотропию вязкости [6]. Измерение степени «плоскостности» dna чашки позволяет оценить возможный механизм разрушения: «благополучный» – после потери устойчивости течения в шейке, если дно плоское и преждевременное образование «внутренней шейки» от слияния микротрещин на группах включений.

Измерение изломов

Генезис разрушения – в последовательном его переходе от элементарных актов к их взаимодействию (мезоскопический уровень процесса) и далее, к конечному макроскопическому результату – трещине. Элементарный акт разрушения (образование новой поверхности в масштабах решетки, начиная от 1–100 нм) лежит в основе любого механизма разрушения, но на каждом следующем масштабном уровне реализуются принципиально иные сценарии.

С учётом геометрии кристаллической решётки реализуемы два элементарных механизма образования новых поверхностей (с последующим разделением тела на два): поочередной разрыв атомных связей (как правило, по некоторой кристаллографической плоскости) – скол и скольжение вдоль некоторой плоскости – пластический сдвиг (срез). Для скола при разрыве атомных связей расходятся и «берега» трещины, поскольку это возможно без участия пластической деформации, скол представляет собой хрупкое разрушение. При втором способе разрушения новые поверхности образуются вследствие скольжения, а разделению на части предшествует большой пластический сдвиг. Этому сопутствует большая работа пластической деформации, вследствие чего срез – разрушение вязкое. Для вязкого разрушения элементарные акты – вскрытие и слияние пор. Отсюда характерный признак вязкого разрушения в изломе – ямки (части слившихся пор), на их дне можно наблюдать включения. Чтобы на каждую ямку приходилось хотя бы одно НВ, их средний размер не может превышать $d=0,05–0,5$ мкм.

Минимальный поперечник ямки не может быть меньше размера включения, а соотношение между диаметрами ямки и включений в изломе обычно варьируется в диапазоне от 3 до 18 [6] в зависимости от пластичности матрицы, плотности НВ и особенностей их размещения в объеме металла (например, наличие 3D или 2D-кластеров частиц в материале). Это соотношение характеризует вклад микропластической деформации в разрушение. Однако как показывает существующая практика фрактографии, следует достаточно осторожно подходить к его применению. В частности, в наших исследованиях, при практически едином для изломов всех исследуемых сталей, диапазоне значений данного параметра (от 1,5 до 6) число ямок с включениями в изломе было различным (на сопоставимых площадях в масштабе образца). Очевидно, что оно зависит от общей загрязнённости стали включениями, и пластичности матрицы.

При оценке вклада включений в развитие вязкого разрушения, следует учитывать масштаб частиц и соотношение их различных размерных групп: более крупные

(«слабые») частицы могут принять участие в разрушении уже на расстояниях $r > r_s$, где r_s – глубина слоя пластической деформации, более мелкие – только в узком слое $r < r_s$ [6]. Таким образом, масштаб ямок (с учётом их распределения по размерам) в основном составляет 0,5...5 мкм. Их наблюдение обеспечивает сканирующая электронная микроскопия - полезное разрешение «в плоскости объекта» при работе во вторичных электронах (с энергией ~100 эВ) ограничено остротой первичного пучка: $\Delta \sim 5...50$ нм, в отраженных электронах (~30 кэВ) диаметр излучающего пятна $\Delta \sim 1$ мкм определяется глубиной их проникновения [3].

Слияние ямок в макроскопическую плоскую трещину происходит на поле, которое слишком велико по площади для электронного, а по необходимой глубине резкости ($h \sim 2$ мкм при увеличениях $M \sim 500$) – для светового микроскопов. Поэтому для перехода к наблюдению разрушения в мезомасштабе обычно либо «склеивают» необходимое количество кадров (полученных при больших увеличениях) в панораму, либо применяют лазерную профилометрию [8].

Есть несколько путей регистрации изображений изломов: синтез 3D-картины из нескольких 2D (стереофотограмметрия); косвенный анализ 3D-особенностей по 2D-кадру – «плоскому» снимку, также полезная информация содержится в траектории излома – линии $z(x)$ пересечения рельефа с нормальной (к поверхности излома) плоскостью. 2D-картина вязкого излома обычно состоит из однотипных объектов нескольких, вполне определенных, размеров и форм (проекции ямок различной геометрии). Отсюда интерес к их выделению в кадре, например, ретушированием (черные ямки на белом фоне или нанесение их центров) и последующему измерению их геометрии.

Оценка возможностей семантического анализа для выявления различий в микростроении вязких изломов ударных образцов стали 40X2H2MA, отпущенных при температуре 600 °С и разрушенных при комнатной температуре испытания, позволила установить ряд факторов, определяющих объективность результатов измерения [8].

Исследуемые варианты металла отличались чистотой по включениям, охрупчивающим примесям и уровнем ударной вязкости (KCU) соответственно. Изображения изломов были получены при увеличении $\times 2000$ (на дне макрохрупкого квадрата, при нулевом угле наклона предметного столика) на суммарной площади ~ 2 мм² (в масштабе каждого образца). После выделения контуров ямок были определены их средний размер $\langle d \rangle$, анизотропия $\langle A \rangle$ (отношение диаметров ямок в двух взаимно перпендикулярных направлениях), плотность ρ , средняя площадь ямок $\langle S \rangle$ и ширину перемычек между ямками $\langle t \rangle$ и их долю в кадре (табл. 1).

Таблица 1 – Статистика геометрии элементов 2D-картины вязких изломов, сталь 40X2H2MA

Вариант	Средний размер ямки $\langle d \rangle$, мкм	Анизотропия ямок $\langle A \rangle$	Плотность ямок, $\rho \cdot 10^3$, шт/мм ²	Средняя площадь ямок, мкм ² $\langle S \rangle$	Средняя ширина перемычки $\langle t \rangle$, мкм	Доля площади перемычек	Ударная вязкость, МДж/м ²
1	1,0 ± 0,7	1,2 ± 0,6	65,2	1,43 ± 5,48	0,53	0,67	0,9 ± 0,1
2	0,6 ± 0,3	1,3 ± 0,7	75,1	0,39 ± 1,25	0,48	0,71	1,4 ± 0,1
3	1,6 ± 0,9	1,3 ± 0,6	97,1	3,45 ± 0,10	0,10	0,67	1,6 ± 0,1

Полученная статистика геометрии проекций ямок и перемычек не выявила прямых связей с изменением ударной вязкости вследствие несколько причин. В частности, при большом числе промеров (~1000 элементов рельефа на вариант) существенную роль могут играть ошибки распознавания границ ямок. В частности, когда три наблюдателя трижды в разное время идентифицировали границы одних и тех же ямок, то среднеквадратичная ошибка воспроизводимости доходила до 10-12 % для каждого из них в разное время и еще примерно столько же – систематическое расхождение между ними. Совпадение проекции ямки с её «истинным» значением зависит от угла наклона мезоступени пилообразного излома по отношению к плоскости

макрохрупкого квадрата [9]. При средней ширине ступеней (шаг вдоль пути трещины) $\langle B \rangle = 20 \dots 25$ мкм они попеременно отклонены от макроплоскости излома, в среднем на угол $\pm \langle \alpha \rangle = 31 \dots 39^\circ$, а размах $\Delta = \alpha_{\max} - \alpha_{\min}$ порядка 80° . Простое моделирование (рис.1) показывает, что при таком размахе углов ямка истинным диаметром d (когда плоскости мезоступени рельефа и макрохрупкого квадрата совпадают) в предельном случае может быть измерена как $\sim 0,2d$ (при отклонении на 80°). На ширине одной ступени укладывается не менее чем $\langle B \rangle / \langle d \rangle \sim 20 \dots 25$ ямок вязкого излома, а весь путь излома состоит из сотен ступеней, отсюда вытекает возможный масштаб колебаний ямок одного и того же размера при измерениях на «плоской» картинке.

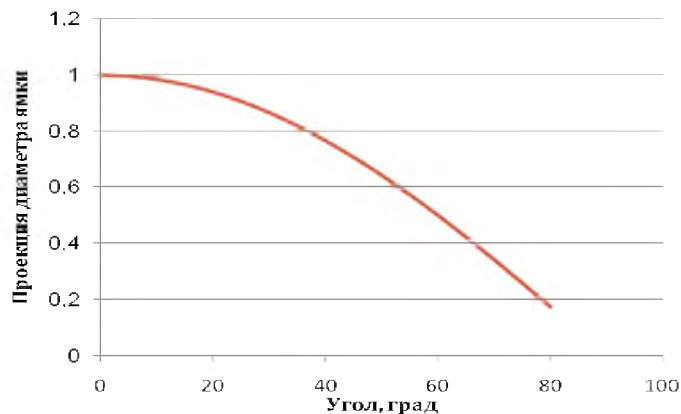


Рисунок 1 – Изменение проекции диаметра ямки при вариации угла наклона мезоступени излома (в пределах статистики наблюдений [9])

Для исследуемых сталей 38ХН3МФА, 40Х2Н2МА, и 15Х2НМФА зависимость диаметров проекций ямки d от размера НВ (рис.2) носила линейный характер (коэффициент корреляции $\sim 0,82 \dots 0,91$). Если их распределения соотносятся, то величины d_i должны быть наблюдаемы в диапазоне в несколько порядков (в масштабах образца). Когда величина x меняется на порядок и более, удобно взять за аргумент $u = \ln d$ и записать $\ln p(d)$ как функцию от u . Такое распределение «с тяжелым хвостом» не имеет среднего [10] (одна из причин обычно наблюдаемой неэффективности средних значений той же геометрии ямок для сопоставления различных выборок). Однако «хвосты» таких распределений, могут быть информативны для выявления различий между изломами, отличающимися уровнем вязкости.

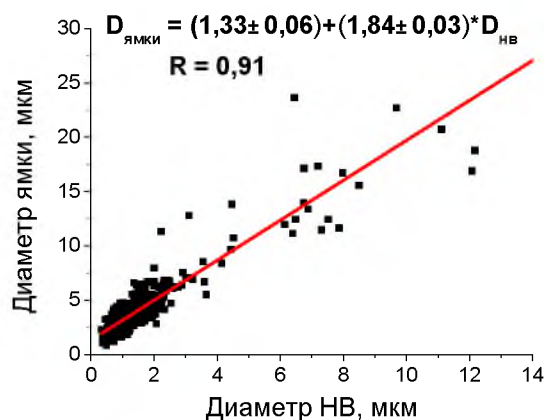


Рисунок 2 – Соотношение диаметров ямок и неметаллических включений, сталь 38ХН3МФА

Наиболее полную оценку строения изломов даёт реконструкция 3D-картины излома методами классической стереофотограмметрии по двум кадрам (с одного и того же поля зрения), различающимся относительно плоскости объекта на угол

$\alpha=5...10^0$. Если высота одной точки рельефа над другой z , то взаимное смещение их изображений на стереопаре (параллакс) $x=z \operatorname{tg} \alpha \approx z\alpha$. Тогда при разрешении δx в плоскости минимально различимая высота $\delta z \approx \delta x/\alpha$.

Точность преобразования стереопары в карту рельефа методами классической стереофотограмметрии в значительной мере зависит от степени надёжности указания «на глаз» на левом и правом снимке достаточного числа пар реперных точек, совпадающих на объекте, что предшествует измерению параллакса x . Накопленный нами опыт также указывает на другие возможные источники погрешностей: неравномерность контраста исходных изображений объекта, различное положение объекта и приёмника (при съёмке стереопары), дефокусировка изображений.

Для сопоставления результатов расчета z – координат по трехмерным изображениям, (и полям зрения), полезно использование эталон-объектов известной геометрии (измеренных независимым способом), например порошинок шарообразной формы размером от 10 до 25 мкм размещённых на изломе. В качестве реперных отрезков использовались пространственные хорды шара.

По одному плоскому сечению трудно разделить, попала ли в него округлая ямка или длинный гребень (например, элемент ступени ломаной лестницы, описывающей мезорельеф излома [9]). Если равноосную ямку в простейшем (квадратичном) приближении описывает параболоид вращения $y=c(x^2+z^2)$, то его сечение на расстоянии a от оси вращения $y=c(x^2+a^2)$. Для разных сечений геометрически подобных ямок глубина $h \sim B^2$ (чем шире сечение ямки, тем она относительно глубже). У подобных гребней все параллельные сечения подобны, поэтому распределение высот $h \sim B$.

Массовые измерения выявили [9,11] соответствие глубин ямок H и их диаметров D (коэффициенты корреляции 0,45; 0,64 и 0,85 – для вязких изломов ударных образцов из улучшаемых сталей 40X2H2МА, 38XH3МФА и 15X2НМФА соответственно, при объёмах выборки на вариант ~ 200 ямок).

При относительно правильной форме ямок (при случайном расположения пор) их в первом приближении обычно разделяют на две категории: равноосные (сферические, W. Backofen) и параболические (С. Beacham). Реконструированные профили ямок удовлетворительно (с риском 0,05) аппроксимировались параболической зависимостью, однако с увеличением их диаметра наблюдалось их вырождение, ямки становились более плоскими, приобретали линзообразную форму, что следует из обратной зависимости коэффициента параболы «с» от диаметра. Ямки были преимущественно изотропными – доля ямок с соотношением двух взаимно перпендикулярных диаметров в диапазоне 0,5...2 была не менее 0,97, а с максимальным соотношением 2...3 было обнаружено всего 0,03 (при 940-1000 ямках, просмотренных на вариант).

Также наблюдались и ямки более сложной формы, например, когда иницирующие их включения исходно находились достаточно близко друг от друга.

Уменьшение величины коэффициента «с» в уравнении параболы, описывающей вертикальное сечение ямки, при переходе к более крупным ямкам отвечает отклонению от закона геометрического подобия. В этом случае также, чем шире сечение ямки, тем она относительно глубже, однако для всей выборки ямок зависимость их глубин H от диаметра D была ближе к линейной $H \sim D$. При этом, чем ямки глубже (больше отношение глубины к ширине) – больше раскрытие от среза их бортов, тем выше будет вязкость разрушения [12]. В предельном случае с понижением температуры отпуска стали совсем пологие ямки трансформируются в квазискот [13].

Наблюдаемое строение ямок, очевидно, определяется схемой вязкого разрушения в центральной части большого образца, которому предшествует пластическая деформация в достаточно толстом слое. Дальнейшая локализация сдвига перед фронтом трещины в двух тонких полосах приводит к образованию в той части полосы, где деформация достигает критической величины пор, соединяющихся в единую наклонную трещину пилообразного излома. Если поры растут от нормальных напряжений после окончания сдвига, то следует ожидать появления равноосных ямок. При этом в вертикальном сечении ямок, проходящем параллельно надрезу ударного

образца, их края будут примерно равноплечими. В сечениях же ямок, совпадающих с траекторией распространения трещины – асимметричными, что отражает их расположение на зубцах (выступах и впадинах) пилообразного мезорельефа. Поэтому равноосная ямка в простейшем (квадратичном) приближении представляет собой параболоид вращения $y=c(x^2+z^2)$, «обрезанный сверху» плоскостью мезоступени излома, под углом к макроплоскости излома $\alpha=\arctg(H/B)$, где H и B – высота и её ширина.

При локализации пластического течения в шейке Z-образцов на растяжение из стали 09Г2С наблюдалось изменение шага полосчатости феррито-перлитной структуры (рис.3). Изменение направления действия напряжений (для образца иной ориентации вырезки – совпадающей с направлением прокатки) дает другую последовательность протекания деформации и разрушения феррито-перлитной полосчатой конфигурации структуры. Вследствие этого, при сопоставлении геометрии изломов образцов из сталей 09Г2С различных схем вырезки и нагружения (продольные ударные и образцы на растяжение и Z-образцы на растяжение), было отмечено, что соотношение глубин и диаметров ямок изменяется в диапазоне от $0,60\pm 0,05$ до $1,34\pm 0,08$.

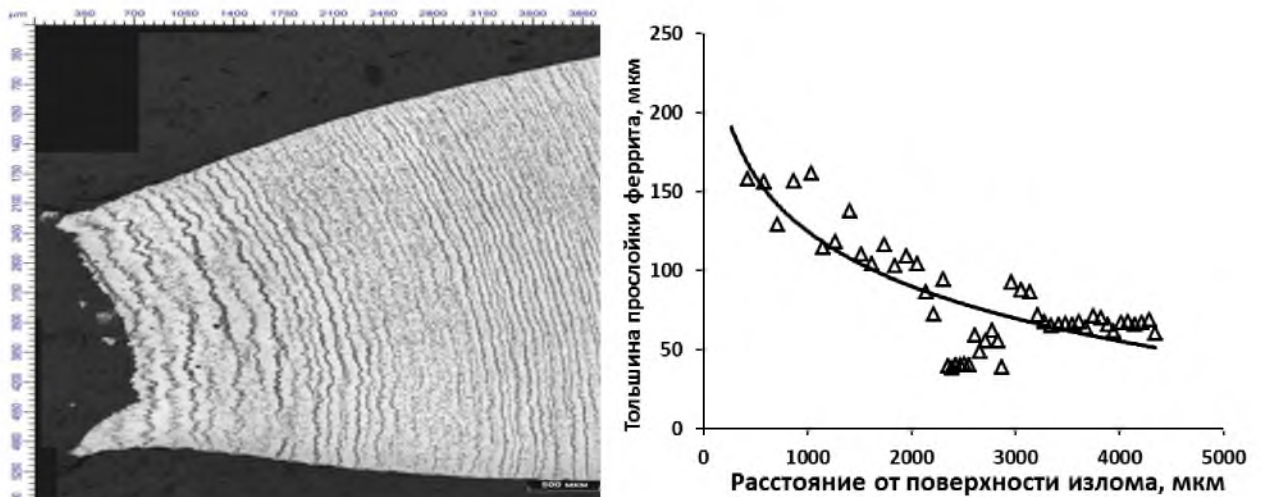


Рисунок 3 – Изменение шага ферритных прослоек в шейке Z-образца на растяжение, сталь 09Г2С с феррито-перлитной полосчатостью в микроструктуре

Это отражало особенности эволюции пор при повышении уровня напряжений. Расширение в шейке Z-образца ширины мягких ферритных прослоек (с 30...40 мкм до 100...170 мкм) при локализации пластического течения способствовало вытягиванию пор в направлении действия нормальных напряжений и увеличению глубины ямок. В долевых же образцах вследствие дробления хрупких полос перлита при деформации, смежные прослойки феррита объединяются, что делает предпочтительным вытягивание пор по толщине листа с образованием крупных неглубоких ямок поперечником от 8-10 мкм и более.

Строение перемычек помогает понять механизм образования и слияния пор (образования ямок). Многообразие перемычек можно свести к двум типам (рис.4), простой геометрии (вершина между двумя впадинами) – разрушение срезом или более сложной формы (с пологой вершиной и вторичными микроямками на плато) – разрушение мезоотрывом.

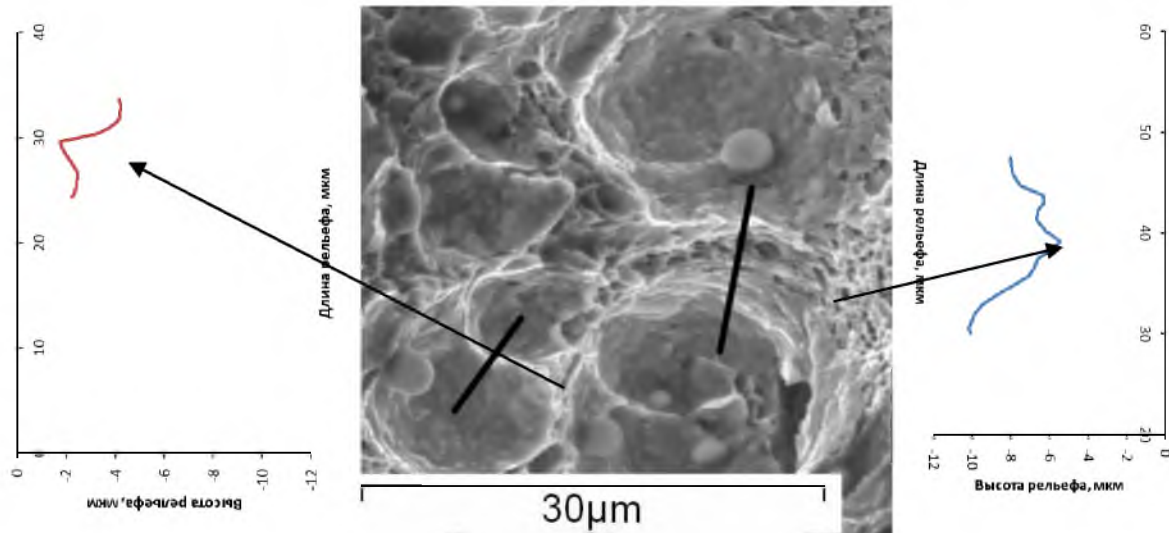
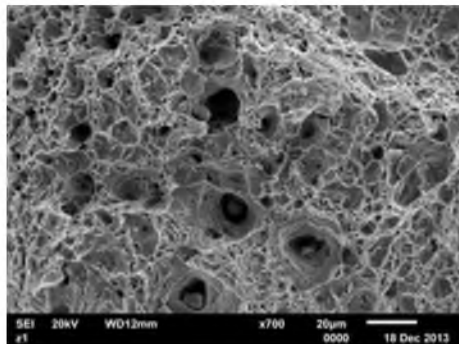


Рисунок 4 – Виды перемычек между ямками и их профили, сталь 15Х2НМФА (Ле Хай Нинь)

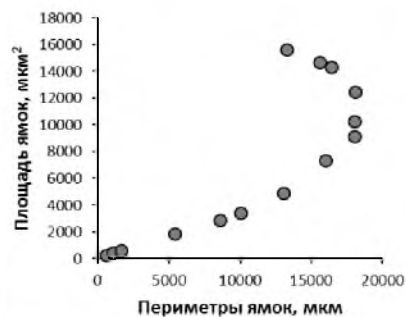
На вязкость стали (при прочих равных) должно влиять размещение ямок в изломе, в частности, наличие кучности («след» скоплений включений, инициировавших их образование). Неоднородность расположения ямок на плоскости можно определить на основе построения полиэдров Вороного (рис.5). Это – метод пересечения серединных перпендикуляров: если центры всех объектов (в данном случае центры тяжести ямок) соединить отрезками и через середину каждого провести перпендикуляр, то около каждого объекта будет построен многоугольник, в котором все точки ближе к центру «своего» объекта, чем «чужого» [11].

На первом этапе процедуры осуществлялся перевод исходного 2D-изображения излома (в оттенках серого) в черно-белое (матрица вида «0-1»). Порог бинаризации варьировали от 1 до 255. Для оптимального выбора порога была построена зависимость суммарной площади темных объектов (ямок) от суммы их периметров при изменении уровня бинаризации (рис.5,б). «Нос» S-образной кривой соответствовал оптимальному порогу бинаризации.

Далее выделяли границы ямок и замыкали при необходимости их контуры (в 5-7 % случаев, когда на линии контура ямки были разрывы, протяженностью в несколько пикселей). При выделении контуров на изображении на белом фоне присутствовали черные объекты (шум), площадью от одного до 3...4 пикселей малые, по сравнению с исследуемыми объектами. Их удаляли с помощью специальных фильтров. Анализ геометрии профилей (из трехмерных цифровых моделей) при необходимости позволил уточнить процедуру определения края ямки.



а)



б)

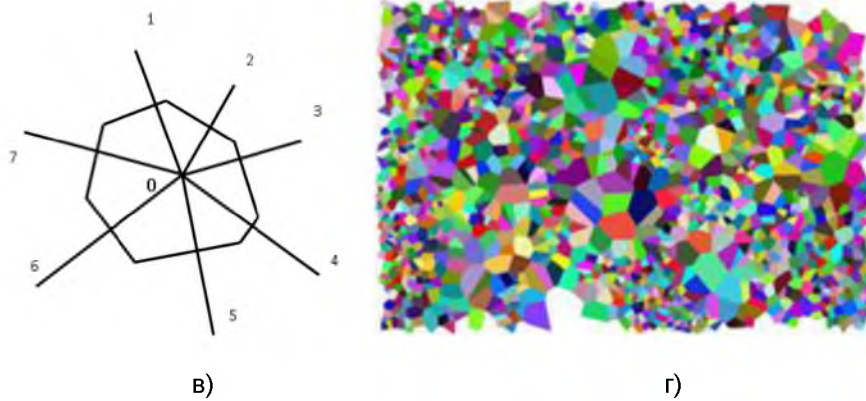


Рисунок 5 – Исходная панорама излома Z-образца на растяжение (а); соотношение суммарных площадей и периметров ямок в зависимости от уровня контраста (б); разбиение пространства на полиэдры Вороного (в, г), сталь 09Г2С

Из полученных изображений рельефа с использованием полиэдров Вороного описывали закономерности в расположении объектов (ямок вязкого излома). Разбиение изображения на полиэдры Вороного дает количественную информацию о размещении ямок в плоскости излома: по распределению значений площадей полиэдров, числе соседей, расстоянии между ближайшими объектами (полиэдрами) и смежными ямками.

Из двух хвостов гистограммы распределения величин отрезков L_{ij} , соединяющих центры смежных полиэдров Вороного i и j , можно оценить масштаб скученности и разреженности ямок, там, где будет облегчено вязкое разрушение и пластическое течение соответственно.

Измерение фрактальной размерности. О фрактальности рельефов разрушения (скейлинге) есть много противоречивой информации (см., например, обзор в работе [14]), так, её значения могут оказаться одинаковыми для различных механизмов разрушения и не совпасть для совершенно идентичных изломов. Представительная статистика измерений мезорельефа различных механизмов разрушения [15] объяснила наличие противоречивых результатов недостаточным объёмом измерений рельефа (из-за их трудоёмкости). Там же было показано, что при достижении определённого объёма измерений её значения стабилизируются, однако уровень фрактальной размерности практически одинаков для различных механизмов разрушения (не только вязких, но и хрупких).

Как и всякое представление в терминах бесконечно малых, фрактальная модель может быть справедлива в том интервале масштабов сглаживания δ , где оправданы её допущения – экспериментально подтверждена линейная зависимость $\ln L_k(\ln \delta_k)$, где L_k – длина профиля трещины, измеренной с шагом δ_k (при его изменении на несколько порядков). При измерении мезорельефа с шагом от 10 мкм (например, средствами лазерной профилометрии [15]) и выше и сечении макрохрупкого квадрата ударного образца площадью $\sim 20-70 \text{ мм}^2$, это условие не выполняется. При этом в большинстве случаев не учитывается морфология микросоставляющей рельефа. Очевидно, что для полной оценки явления диапазон измерений должен включать в себя все элементы строения излома (без опасений потери существенной информации).

Для снижения нижней границы диапазона изменения шага δ_k и учёта микротопографии поверхности разрушения эффективно измерение реконструированных 3D-изображений рельефа, по стереопарам, полученным в сканирующем электронном микроскопе HITACHI S-800 при увеличении $\times 300$ и объединённым в ленточную панораму длиной 7 и шириной 0,340 мм (в масштабе образца) [8, 11]. Таким образом, на поверхности каждого излома было снято 5 панорам, находящихся на расстоянии около 700 мкм друг от друга.

Далее из 3D-моделей были выделены профили, по 5 профилей на каждую ленточную панораму, отстоящих друг от друга на расстоянии 50-80 мкм (рис.6). Таким

образом, для каждой поверхности излома было реконструировано по 25 профилей длиной 5-7 мм.

Фрактальную размерность определяли по методу вертикальных сечений [14], как тангенс угла наклона зависимости $\ln L_k(\ln \delta_k)$, спрямленной по методу наименьших квадратов, когда шаг измерения варьировался в пределах от 0,46 до 60 мкм.

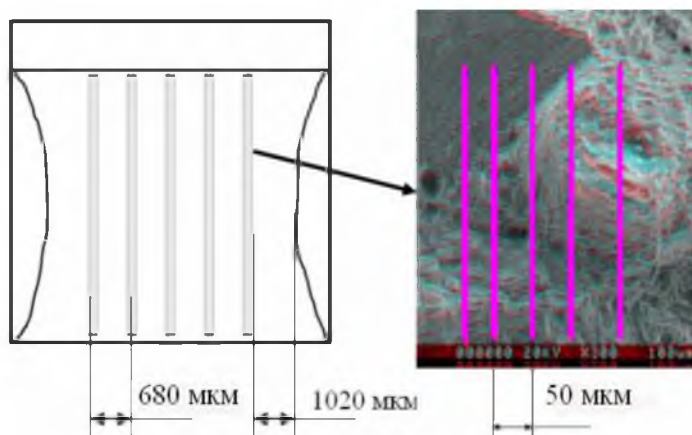


Рисунок 6 – Схема съемки для получения двумерных профилей поверхности изломов

Оказалось, что и в этом случае для получения воспроизводимых значений фрактальной размерности необходим определённый объём измерений мезогеометрии рельефа – не менее 10 профилей длиной от 4 мм и выше (рис.7, а,б), в противном случае получение противоречивых данных будет практически гарантировано.

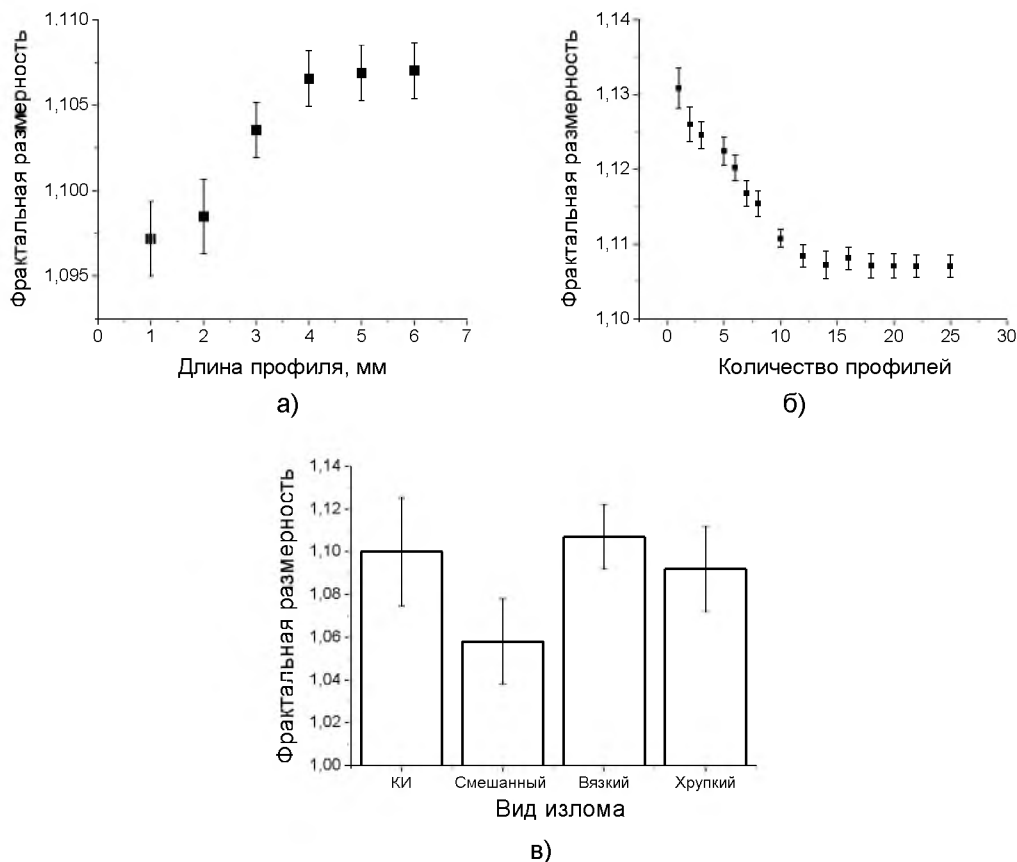


Рисунок 7 – Изменение значений фрактальной размерности в зависимости от длины траектории трещины (а), количества профилей на вариант (б) и вида излома (в)

Однако варьирование шага измерения в интервале от 0,46 до 60 мкм (более двух порядков) также не выявило существенных различий в значениях фрактальной размерности изломов различной природы: вязкого, хрупкого, смешанного и камневидного (рис.9,в). Нет оснований ожидать дополнительных положительных эффектов от дальнейшего дробления шага измерения, интенсивность снижения остаточной дисперсии функций, описывающих сечение элементарных актов разрушения (ямка, фасетка), как меры качества их аппроксимации, начиная с некоторого числа точек, становится не существенной. Дальнейшее увеличение шага ограничено сверху габаритами стандартного образца. Таким образом, фактически уже по способу регистрации поверхность разрушения измерима в диапазоне, как правило, менее двух порядков. Из геометрического определения фрактальной кривой на плоскости следует, что ее проекция на любую прямую покрывает некоторый отрезок многократно [16], а каждая траектория излома есть функция однозначная, следовательно, нет объективных оснований для утверждения, что излом является фракталом, а величина D его размерностью. Получаемые значения тангенса угла наклона зависимости $\ln L_k(\ln \delta_k)$ похоже, не имеют практического смысла, они могут совпадать (при условии достоверного их определения), но из этого не вытекает идентичность механизмов разрушения.

Техника измерения хладноломкости

Склонность к хрупкому разрушению – важная характеристика сталей при сопоставлении их составов и технологий получения. Для её оценки на основе результатов сериальных ударных испытаний строят кривые температурной зависимости ударной вязкости. Процедура определения ударной вязкости при пониженных (до -100 °С) температурах регламентируется ГОСТ 9454, но при этом определение числа образцов на точку, диапазона температур испытания и способ построения сериальной кривой принимается по усмотрению экспериментатора. В этой связи задача объективной оценки небольших смещений сериальных кривых в зависимости от неоднородности разномасштабных структур или влияния эксплуатационных факторов, например, радиационного воздействия остаётся весьма актуальной.

Рассеяние значений ударной вязкости обычно повышается вблизи порога хладноломкости, в связи с неоднородностью структур от плавки (партии) к плавке. В пределах одной плавки рассеяние значений вязкости не всегда можно скорректировать статистикой наблюдений, например, для стали 09Г2С оно сохранилось, даже когда при каждой выбранной температуре из интервала от $+20$ до -80 °С испытывали 80 образцов [17].

Взаимодействие разномасштабных структур в сталях при разрушении неизбежно обусловит существенный разброс вязкости от образца к образцу. Это, в частности, одна из причин нередко наблюдаемого монотонного снижения ударной вязкости («размывания» порога хладноломкости) сталей с сохранившейся литой структурой, например, как в крупных поковках из улучшаемой стали 38ХНЗМФА-Ш [9]. При монотонном снижении ударной вязкости, хладноломкость нередко определяют по доле (процентному содержанию) хрупкой и вязкой составляющих в изломе. Ее измерение регламентируют ГОСТ 4543 и 30456.

При неизменной доле хрупкого излома на разброс вязкости в переходном интервале температур (между верхней и нижней полками сериальной кривой) существенное влияние оказывает его морфология. Степень охрупчивания будет выше, если это не случайным образом распределенные по излому отдельные хрупкие фасетки, а их скопления. Этот фактор определил, например, немонотонный характер температурной зависимости доли зернограницной составляющей в изломах ударных образцов стали 15Х2НМФА, не связанный непосредственно с падением ударной вязкости при понижении температуры испытания [18].

Другой фактор неоднородности хладноломкости стали – размер зерна. Его неоднородность приводит к асимметричному распределению фасеток по размерам с максимумом в левой части гистограммы. Из простых геометрических соображений

следует, что при различии в размерах фасеток на порядок, одной фасетке размером 100 мкм по площади будет соответствовать около ста мелких (размером около 10 мкм) фасеток суммарной площадью 10^4 мкм². Иными словами, вклад отдельных крупных зерен в охрупчивание и появление разброса вязкости при серийных испытаниях может быть весьма существенен даже при номинально небольшом среднем размере зерна. Поэтому, учет только среднего размера зерна для объективной оценки его влияния на хладноломкость стали в некоторых случаях может быть недостаточным. В этой связи полезным может быть, например, дополнительное определение величины размаха размеров зерна.

Если результаты испытаний дают основания предполагать наличие некоторой зависимости между исследуемыми параметрами, то её обычно аппроксимируют некоторым выражением. Использование полиномов при сравнении S-образных кривых серийных испытаний на ударную вязкость неэффективно [19].

При построении в общем виде зависимости $z(t_i)$ (z – ударная вязкость для серии температур t_i), измеренной в n точках ($i = 1, 2, \dots, n$), ее представляют кривой заданного вида $Z(a, t)$ с m взаимно независимыми параметрами $a_1, a_2, a_3, \dots, a_m$. Определение вектора параметров a из взаимно независимых и равноточных измерений $z(t_i)$ относится к задачам нелинейной регрессии. Ее решение исходя из принципа максимума правдоподобия [20] обеспечивается минимумом нормированной суммы квадратов отклонений $Z(a, t_i)$ от измеренных $z(t_i)$:

$$M \mathbf{a} = 1/n \sum_{i=1}^n [Z(\mathbf{a}, t_i) - z(t_i)]^2. \quad (1)$$

Степень аппроксимации в целом оценивает остаточная дисперсия:

$$\sigma_{II}^2 = M_{\min} \mathbf{a} / n - m. \quad (2)$$

Ошибки σ_{kk} параметров a_k вычисляют, задавая поочередно каждому из a_k такое приращение σ_{kk} , чтобы сумма квадратов (1) достигла уровня

$$M(\mathbf{a}, \sigma_{kk}) / M_{\min} \mathbf{a}, 0 = 1 + 1/n - m. \quad (3)$$

Такие оценки эффективны, так как имеют наименьшую дисперсию из всех возможных при любых способах решения [20]. Для всех видов распределения различие двух функций по параметру a_k определяется сопоставлением разности

$\Delta_k = |a_k^1 - a_k^2|$ и ее дисперсии $\sigma_{\Delta}^2 = (\sigma_{kk}^1)^2 + (\sigma_{kk}^2)^2$. Если $\tau = (\Delta_k / \sigma_{\Delta}) > 1$, то Δ_k отлично от нуля с вероятностью (неравенство Чебышева)

$$p \geq (1 - 1/\tau^2). \quad (4)$$

Достоверность различия повышается с увеличением числа образцов n в (4): $\tau^2 \sim n$.

Простейшее описание серийных кривых ударной вязкости имеет вид [21]:

$$Z(t) = A + B / 2 + [B - A / 2] \text{th} [t - T / C] \quad (5)$$

и содержит четыре независимых параметра: A – нижняя полка серийной кривой (предел при $t \rightarrow -\infty$); B – верхняя полка (предел при $t \rightarrow +\infty$), коэффициент C , определяющий крутизну подъема; T – температура середины перехода, где вязкость $Z(T) = (A+B)/2$. Параметр T – наиболее чувствительный к сдвигу серийных кривых по температуре, ошибка определения порога хладноломкости по любому иному признаку всегда будет выше.

Построение серийных кривых, используя принцип максимума правдоподобия, позволяет внести в их описание количественные меры. Эффективность такого подхода была оценена при сопоставлении хладноломкости сталей широкого сортамента: крупных поковок из улучшаемой стали 38ХНЗМФА, проката из стали 40Х2Н2МА, корпусной стали 15Х2НМФА для атомного реакторов, листа из трубных сталей [22].

В частности, при оценке значимости различий серийных кривых восьми вариантов выплавки трубных сталей класса прочности Х80 было выявлено существенное влияние интервала температур испытаний (и числа испытанных образцов) на характеристики хладноломкости. Например, если ограничиться снизу температурой испытания -90 °С вместо -196 °С, то это может существенно изменить

параметры сериальной кривой, в том числе «повысить» значение температуры вязко-хрупкого перехода на 7-30 °С.

При повышении минимальной температуры испытаний, возможно, также увеличение среднего уровня нижней полки или значительного (в несколько раз) увеличения ошибки его определения. Очевидно, что сужению диапазона температур испытаний сопутствует, при прочих равных условиях, изменение количества испытанных образцов, масштаба разброса вязкости, размаха ее значений, соответствующих верхней и нижней полкам сериальной кривой. Все эти факторы наряду с шириной диапазона температур определяют степень адекватности сериальной кривой, построенной исходя из принципа максимума правдоподобия и риск прогноза хладноломкости, в т.ч. при сопоставлении различных вариантов, например, уровня хладостойкости трубных сталей различных производителей.

Из полученных результатов следует, что для прогноза склонности современных трубных сталей к хрупкому разрушению необходимо понижение температур испытания до -196°C (в сравнении с существующими нормами, ограничивающими температуру испытания наименьшим возможным ее значением при эксплуатации, т.е. -60°C). В случаях несопоставимости масштабов структурной неоднородности и габаритов стандартных образцов, например в сварных соединениях, и при наличии аномалий структур может быть полезно измерение хладноломкости на малом объеме экспериментального материала (2 см^3) с использованием набора неразрезных микрообразцов и измерений пиковой амплитуды акустической эмиссии [23]. Оценка хладноломкости с привязкой к структуре позволит выявить структурные элементы, обуславливающие разброс вязкости и смоделировать поведение материалов с различной конфигурацией структур при пониженных температурах испытания.

Использование акустической эмиссии для измерения разрушения

Акустическая эмиссия (АЭ) позволяет по величине и темпу высвобождения упругой энергии при вскрытии трещины наблюдать разрушение в микроструктуре *in situ* задолго до наступления макроразрушения [23]. С учетом механизмов влияния структуры на разрушение, для прикладных задач АЭ, по-видимому, нет оснований регистрировать элементарные акты хрупкого и вязкого разрушения и, соответственно, необходимости в использовании сверхчувствительной измерительной аппаратуры.

Микротрещина – импульсный излучатель звуковых волн длиной $\lambda_0 \leq d$. Неизбежные отражения волны от стенок (боковых и торцов) объекта (реверберация) возбуждают широкий спектр его собственных частот. Отсюда в регистрируемом сигнале есть избыточная информация о «хвосте» реверберации, зависящем от схемы испытания и затухания в материале. Это определяет подходы к измерению эмиссии от трещины в масштабах образца и изделия, в т.ч. в зависимости от типа решаемой задачи: либо это классификация источников разрушения, например для оценки влияния различий в геометрии микроструктуры на вязкость материалов, либо для мониторинга трещин в конструкции с целью прогноза их риска.

В любом случае прямые измерения разрушения по АЭ возможны при условии калибровки электроакустического тракта (образец – контактный слой – пьезопреобразователь – регистрирующая аппаратура) с целью учета потерь и контроля воспроизводимости. Например, в масштабах образца это позволило прямым сопоставлением эмиссии и измерением хрупких трещин показать, что если в одном скачке трещины разгружается площадка поперечником d , то амплитуда смещения в первичном упругом импульсе пропорциональна ее площади: $A \sim d^2$ [23]. И хотя регистрируемый сигнал АЭ представляет собой интегральную свертку этого импульса с динамическим тензором Грина объекта и передаточной функций измерительного тракта, есть принципиальная возможность выделить первичный импульс и по нему оценить геометрию единичной трещины [23,24].

Эффективность использования метода АЭ в значительной мере базируется на понимании физики явления относящейся к объекту. Так, например, при образовании вязкой трещины (по сравнению с вскрытием хрупкой) энергия высвобождается за много скачков с пластической деформацией между ними, поэтому при том же размере

трещины получается цуг упругих импульсов, из которых метод пиковых амплитуд /25,26/ регистрирует одну, наибольшую (обычно первую). Аналоговый пиковый детектор использует то обстоятельство, что импульсы реверберации слабее первичного. После регистрации первого импульса, он прекращает приём новых сигналов, пока не затухнет реверберация. Это оправдывает себя, если первичные импульсы поступают достаточно редко, в частности, при регистрации одиночных трещин. Когда регистрируется различие в величине пиковых амплитуд АЭ от таких трещин более чем на порядок, при сходных их размерах, это указывает на переход от вязкого разрушения к хрупкому. Использование в этих целях компактного неразрезного пакета из 50-60 микрообразцов [27] позволяет сопоставлять абсолютные амплитуды сигналов при неизменных переходных потерях для локального (в масштабах менее 1 мм²) измерения хладноломкости разных классов сталей с привязкой к микроструктуре в том же порядке и с теми же расстояниями между вариантами, что и «классические» сериальные кривые ударной вязкости (по Н.Н. Давиденкову) стандартных образцов (тип I, ГОСТ 9454).

В более простых случаях, когда можно ограничиться только измерением последовательности развития событий однородной природы, и отсутствуют дополнительные шумы внешней и внутренней природы, возможно использование метода АЭ в качестве индикаторного, и нет необходимости в нахождении динамической функции Грина. Так, например [28], по интенсивности АЭ прямо измеряли кинетику роста флокенов (когда каждый скачок трещины сопровождается импульсом акустической эмиссии). Такая схема измерения АЭ может быть реализована и при наличии выраженных технологических шумов, как это было сделано с целью обеспечения контроля обрывов волокон в процессе приготовления высокотемпературных сверхпроводников [29].

Исторически получившие распространение параметры АЭ, такие как плотность потока импульсов, превышающих уровень дискриминации (скорость счета), накопленная сумма импульсов (суммарный счет), подтвердили свою эффективность (как и всего метода АЭ в целом), когда решались задачи, связанные с наблюдением каких-либо переходных процессов, например [30], при переходе разрушения от критического к закритическому. Абсолютные измерения пиковой амплитуды импульса АЭ с крутым фронтом с помощью демпфированного пьезопреобразователя и широкополосной аппаратуры пикового детектирования при прямой калибровке электроакустического тракта дают количественную информацию либо о площади хрупкой трещины – при неизменном напряжении, либо при независимом измерении площади, о плотности упругой энергии и напряжении в месте образования трещины [23,26]. Эффективность такого подхода реализована для широкого класса материалов: от сталей разных классов до циркониевых сплавов и высокотемпературных полупроводников [24,31].

С увеличением габаритов контролируемого объекта и расстояния между дефектом и пьезопреобразователем соответственно (задачи триангуляции и прогноза риска трещин) сложности регистрации сигнала, обусловленные наличием реверберации, дополняются затуханием сигнала. Для объективной ранжировки актов излучения по длительности (на основе сравнения спектральных параметров) следует учитывать тип, ориентировку и глубину расположения источника. Оценка источников эмиссии не только по прямому сопоставлению формы их спектров, но и по отношениям парциальных энергий (даже при «недостаточно крутом» первичном сигнале по различиям в цугах реверберации на разных датчиках) с помощью вейвлет-анализа может быть эффективна для триангуляции [32]. В целом, это может повысить надежность прогноза риска аварийного разрушения конструкции по измерениям акустической эмиссии.

Границы эффективного применения статистики и метрологическое обеспечение при измерении изображений в материаловедении

Сдаточные характеристики (зерно, неметаллические включения, изломы, тип структуры и т.п.) в соответствии с отечественными и зарубежными стандартами

оцениваются по баллу – на основе визуального сопоставления изображения с некоторой шкалой (картинкой). Это вносит неопределённость в их оценку. Общеизвестность цифровой техники позволяет проводить измерения структур и изломов, сделав их массовыми и документированными, используя для обработки измерений геометрических элементов изображений пакеты быстродействующих программ. На основе накопленной статистики данных можно оценить параметры распределения, ошибки воспроизводимости, согласие с моделью (гипотезой).

Однако, наличие широкой номенклатуры имеющихся средств наблюдений и измерений, соответствующих программных продуктов для обработки изображений делает актуальной проблему воспроизводимости и сопоставимости получаемых результатов. Так, при измерении многих структур, получаемый результат будет сопоставим лишь при едином алгоритме и параметрах настройки для опознавания границы «элемент структуры – фон». Поэтому, например, при переходе от одной модификации автоматического анализатора изображений «Квантимет» к другой, на одних и тех же шлифах получали различие в объёмной доле мелких включений в 2–3 раза, а вытянутых включений до 4–5 раз [33]. Это определяет актуальность метрологического обеспечения такого рода компьютеризированных процедур.

Один цикл решаемых при этом вопросов связан с получением цифровой модели, второй – с её объективным описанием. Возможны метрологически разнородные источники информации, например, загрязненность стали сульфидами может быть оценена по серному отпечатку от темплета (по Бауману) в масштабе 1:1, нетравленному шлифу (для ранжировки по визуально опознаваемому баллу сульфидов – шкалы ГОСТ 1778) и построению гистограмм распределения частиц сульфидов по размерам (при увеличениях до $\times 1000$). Отсюда возможны различные носители информации об изображении: бумажные, плёночные, непосредственно фиксируемые на матрице (цифрового фотоаппарата). Полученное цифровой камерой изображение состоит из отдельных точек – пикселей (при фотосъёмке ту же роль играет «зерно» фотоэмульсии негатива). Если L – поперечник наблюдаемого в микроскопе поля, то при N пикселях в строке размер пикселя $\delta x = L/N$ (и L , и x – в масштабе образца). Это определяет разрешение и накладывает ограничения на применение цифрового увеличения для рассмотрения мелких деталей.

Получение цифровой модели связано с выбором корректных алгоритмов бинаризации первичного изображения (выбор порогового значения интенсивности, переводящего изображение в черно-белое вида «0-1», где «0» – соответствует темным точкам, с интенсивностью ниже границы контраста, а «1» – светлым участкам). Это даёт возможность однозначно опознавать границы отдельных структурных составляющих, например, неметаллических включений в стали, упрочняющих частиц в твёрдых сплавах [1,5].

Многие программные продукты для анализа изображений предоставляют (по умолчанию) выбор контраста пользователю (наиболее распространена схема бинаризации «на глаз»). Однако среднеквадратичная ошибка воспроизводимости результатов измерений различными исследователями составляет 5–12 % для одного из них в разное время и еще столько же – систематическое расхождение между ними [8,34]. Это делает оправданным усилия по разработке алгоритмов автоматической идентификации границ отдельных составляющих структуры.

Точность преобразования стереопары в карту рельефа методами классической стереофотограмметрии в значительной мере зависит от степени надежности предварительного визуального опознавания и выделения на обеих снимках достаточного числа достоверно совпадающих точек. При «невыразительном пейзаже», например, транскристаллитное разрушение (скол и квазискол) это может быть недостаточно надежно. Возможны другие источники погрешностей [8]: неравномерность контраста исходных изображений объекта, различное положение объекта и приемника (при съёмке стереопары), дефокусировка изображений.

Для сопоставления результатов расчета z-координат по трехмерным изображениям, полученным на различных изломах (и полях зрения) целесообразно

использовать эталон-объекты известной геометрии (соизмеримые с масштабом элементов излома), измеренные независимым способом [8].

Важную роль для воспроизводимости полученных результатов играет масштаб статистики измерений. Показано, в частности, что при наблюдении закономерностей формирования дендритного рисунка в улучшаемой стали размер кадра, начиная с которого обеспечивается воспроизводимость характеристик геометрии структуры (толщина дендритов, шаг дендритов), зачастую превышает габариты стандартного образца для ударных испытаний. Это означает, что при меньшей площади анализируемого кадра возможны случайные флуктуации числовых значений характеристик структуры, из этого также вытекает неизбежность разброса значений, например ударной вязкости, от образца к образцу.

Схожая картина наблюдается и при измерении геометрии изломов, когда на разных масштабных уровнях наблюдения, есть свой минимальный объем первичных данных, который даёт воспроизводимые значения параметров изломов [8,34].

Важно и сам выбор характеристик и их представление. Так, например, только накопление представительной статистики данных дало возможность обнаружить причины противоречивых результатов при определении фрактальной размерности различных изломов – недостаточный объем экспериментальных данных [8,34]. При необходимой статистике измерений оказалось, что значения фрактальной размерности различных видов изломов значимо не отличаются.

Следует внимательно подходить к традиционному использованию средних значений X_{cp} характеристик параметров геометрии изображений для оценки различий морфологии разномасштабных структур. Обычно здесь преобладают мелкие элементы и, например, характер распределения неметаллических включений по размерам имеет асимметричный характер, поэтому в ряде случаев более эффективным для описания различий в строении могут быть значения размахов ($X_{max}-X_{min}$) характеристик. Аналогичная ситуация – и при измерениях изломов [8].

Любой прогноз свойств по структуре или разрушения по виду излома в явной или неявной форме использует дальнюю экстраполяцию распределения $p(x)$ в область редких (не всегда наблюдаемых на практике) больших значений x – «выбросов». В таком случае качество прогноза зависит от выбора вида функции $p(x)$, выбранной для аппроксимации наблюдений, и от погрешностей найденных ее параметров. Для этого распределение большого числа отсчетов обычно изображают в виде гистограммы. Гистограммы полезны и там, где их смысл не очевиден заранее, например, при выявлении неоднородности микроструктуры (по измерениям твердости), возникающей при неравномерности нагрева образцов в большой садке. Очевидно, что объем выборки должен быть каким-то образом связан с числом разрядов гистограммы. На практике при их выборе существуют различные подходы, не всегда такие рекомендации бывают обоснованы [например, 35]. Многие из них переходят из публикации в публикацию без ссылки, на основании чего они получены, так что для многих рекомендаций такая «кочевая» жизнь приводит к тому, что забываются условия их применимости, заложенные исходно в их основу. Нередко соотношение отсчетов в разрядах даётся в долях (или %) без указания суммарного числа n , что не позволяет оценить надёжность оценок (и способ построения гистограммы).

Однако, например, известно [36], что при равномерной разбивке измеряемой величины x на разряды наименьшее среднеквадратичное найденного распределения $p(x)$ от истинного достигается при числе разрядов $k \approx n^{1/3}$ и убывает с числом всех отсчетов как $1/n^{1/3}$. Отсюда, в частности, понятно, что при $n \leq 27$ нет смысла строить гистограмму в принципе. Это также позволяет получить оценки границ объема выборки «снизу».

Для оценки распределения «размера частиц» d (а также площадей, периметров, расстояний между объектами, высот рельефов и т.п.) эффективен в принципе тот же алгоритм максимума правдоподобия [19]. В таком случае масштабирование удобнее проводить по отношению к аппаратному порогу d_0 обнаружения и распознавания частиц, так что их безразмерная величина $z=d/d_0$ и $z \geq 1$. Нормировка числа частиц $P(z)$, размер которых превышает $d=zd_0$, к числу P_0 всех частиц (крупнее d_0) дает

кумулятивную плотность распределения $\Phi(z) = P(z)/P_0$. При этом плотность $0 \leq \Phi(z) \leq 1$; $p(1)=1$ и $p(\infty) \rightarrow 0$. Если частицы уже сгруппированы по разрядам «внутри программы», $\Phi(z)$ известна в точках границ разрядов. Хотя функция распределения $\Phi(z)$ отличается способом нормировки, различие между структурами измеряется сравнением кумулятивных плотностей по той же схеме.

Если размер d изменяется на порядки, удобно записать $\ln \Phi(z)$ как функцию от $u = \ln z$. Тогда простейшее представление линейное: $\ln \Phi(z) = -\alpha u$. Это распределение Парето:

$$\Phi(z)=0; \text{ при } z < 1; \Phi(z)=z^{-\alpha}; \text{ при } z \geq 1.$$

Если ввести следующий член ряда по степеням u , положив $\ln \Phi(z) = -(\alpha u + \beta u^2)$, получим

$$\Phi(z) = \exp[-(\alpha u + \beta u^2)].$$

По статистически независимым «числам заполнения» разрядов находят из критерия максимума правдоподобия параметры α и β и ошибки их определения [37].

У такого распределения могут быть «тяжелые хвосты»: при $\alpha < 2$ бесконечная дисперсия, а при $\alpha < 1$ бесконечно и «среднее» $\langle x \rangle \rightarrow \infty$ (в данном случае с увеличением объема измерений всегда найдется размер фасетки, больший даже суммы всех предыдущих). Это, в частности, и определяет необходимость повышения точности их измерения, в т.ч. для обеспечения необходимой надежности прогноза выбросов.

В этой связи сопоставление двух массивов результатов измерений n_1 и n_2 некоторого параметра ξ , как обычно принято, по его средним значениям $\langle \xi \rangle_1$ и $\langle \xi \rangle_2$ и среднеквадратичным отклонениям – по критерию Стьюдента, не будет корректным, поскольку данная процедура предполагает если не нормальное, то, по крайней мере, симметричное распределение результатов. В этой связи эффективным будет использование непараметрической статистики, в частности, критерия Колмогорова-Смирнова, более нейтрального к виду распределения [19].

Таким образом, имеющаяся практика работы с изображениями в материаловедении указывает на настоятельную необходимость метрологического обеспечения компьютеризированных процедур измерения структур и изломов для обеспечения воспроизводимости и повторяемости результатов, неформального применения статистических процедур с учетом природы наблюдаемых объектов. Это в итоге позволит стандартизировать требования к ним.

Список литературы:

1. Сталь на рубеже столетий / Под ред. Ю.С. Карабасова. – М.: МИСиС, 2001. С. 445-543.
2. Кудря А.В., Соколовская Э.А. Информационные технологии в обеспечении качества металлопродукции // Электromеталлургия. –2010. –№ 12. –С. 29-31.
3. Разрушение. В 2 кн. Кн. 2. Разрушение структур : моногр. / М.А. Штремель.–М.: Изд. Дом МИСиС, 2015. 976 с.
4. Кудря А.В., Соколовская Э.А. Неоднородность разномасштабных структур и вязкость конструкционных сталей // Известия РАН. Серия "Физическая".–2004.–Т. 68.–№ 10.–С. 1495-1502.
5. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Пережогин В.Ю., Ахмедова Т.Ш., Васильев С.Г. Использование компьютеризированных процедур для оценки неоднородности структур твердых сплавов // Металлург. –2016. –№ 12. –С. 82-85.
6. Разрушение. В 2 кн. Кн. 1. Разрушение материала : моногр. / М.А. Штремель.–М.: Изд. Дом МИСиС. 2014.–670 с.
7. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Салихов Т.Ш., Пономарёва М.В., Скородумов С.В., Глухов М.Г. Оценка неоднородности качества листовых сталей // Изв. вузов. Черная металлургия. –2008. –№ 11. –С. 30-36.
8. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Арсенкин А.М. Эффективность применения средств наблюдения различной размерности для анализа морфологии вязкого излома улучшаемых сталей // Деформация и разрушение материалов. –2010. –№ 1. –С. 38-45.

9. Штремель М.А., Кудря А.В., Бочарова М.А., Пантелеев Г.В. К происхождению пилообразного мезорельефа вязких изломов // Физика металлов и металловедение. – 2000. –Т.90. –№ 3. –С. 102-112.
10. Малинецкий Г.Г. Управление риском. Риск, устойчивое развитие, синергетика. М.: Наука. 2000. –432с.
11. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Траченко В.А., Ле Хай Нинь, Скородумов С.В., Папина К.Б. Измерение неоднородности разрушения в конструкционных сталях с разнородной структурой // Металловедение и термическая обработка металлов. –2015. – № 4. –С. 12-18.
12. Штремель М.А. Вязкость разрушения структур с разномасштабными включениями // Физика металлов и металловедение. –2005. –Т. 99. –№ 4. – С. 16-25.
13. Thompson A.W., Ashby M.F. Fracture surface micro-roughness // Scripta Met. – 1984. –V.18. –№2. –P.127-134.
14. Иванова В.С., Баланкин А.С., Бунин И.Ж., Оксогоев А.А. Синергетика и фракталы в материаловедении. –М.: Наука. 1994. –383 с.
15. Кудря А.В., Бочарова М.А., Лаговская Г.Ю. // Сб. трудов "Механизмы деформации и разрушения перспективных материалов" XXXV семинара "Актуальные проблемы прочности". –Псков. –1999. –Т. 2. –С. 523-528.
16. Мандельброт Б. Фрактальная геометрия природы. Пер. с англ. – М.: ИКИ, 2002. – 656 с.
17. Ревель-Мороз П.А., Ильин Е.Г., Ченцов А.Н. и др. Материаловедческие условия надежности резервуаров для хранения нефти нефтетранспортной системы Заполярье–Пур-Пе // Наука и технологии трубопроводного транспорта нефти и нефтепродуктов. –2012. –№ 2. –С. 14-21.
18. Кудря А.В., Никулин С.А., Николаев Ю.А. и др. Факторы неоднородности вязкости низколегированной стали 15Х2НМФА // Изв. вузов. Черная металлургия. – 2009. –№ 9. – С. 23-28.
19. Кудря А.В., Штремель М.А. О достоверности анализа данных в управлении качеством // МиТОМ. –2010. –№ 7. –С. 50-55.
20. Клепиков Н.П., Соколов С.Н. Анализ и планирование экспериментов методом максимума правдоподобия. –М.: Наука, 1964, –184с.
21. Штремель М.А. Информативность измерений ударной вязкости // МиТОМ. – 2008. –№ 11. – С. 37-51.
22. Кудря А.В., Кузько Е.И., Соколовская Э.А. Об оценке хладноломкости конструкционных сталей по результатам серийных ударных испытаний // Деформация и разрушение материалов. –2013. –№ 12. –С. 36-45.
23. Алексеев И.Г., Кудря А.В., Штремель М.А. Параметры акустической эмиссии, несущие информацию об одиночной хрупкой трещине // Дефектоскопия. –1994. –№ 12. – С. 29-34.
24. Ханжин В.Г., Штремель М.А. Количественная информация о процессах разрушения, получаемая при измерениях акустической эмиссии // Металловедение и термическая обработка металлов. –2009. –№ 5. –С. 53-59.
25. Чекуров В.В., Кудря А.В., Ханжин В.Г., Применение пикового детектирования сигналов акустической эмиссии для классификации источников разрушения. В кн.: Акустическая эмиссия и разрушение композиционных материалов. Душанбе: "Дониш". – 1987. –С. 119-124.
26. Ханжин В.Г., Штремель М.А., Никулин С.А., Калиниченко А.И. Оценка размеров внутренних трещин по пиковым амплитудам акустической эмиссии // Дефектоскопия. –1990. –№4. –С.35–40.
27. Штремель М.А., Алексеев И.Г., Кудря А.В., Мочалов Б.В. Определение температуры перехода от вязкого к хрупкому разрушению образца по измерениям акустической эмиссии // Заводская лаборатория. –1991. –№ 8. –С. 66-69.
28. Штремель М.А., Князев А.А., Либинсон А.Г. Кинетика роста флокенов // Физика металлов и металловедение. –1982. –Т. 54. –вып. 4. –С. 804.

29. Никулин С.А., Ханжин В.Г. Мониторинг материалов, процессов и технологий с использованием метода акустической эмиссии // *Металловедение и термическая обработка металлов.* –1999. – N4. – С. 40-48.
30. Иванов В. И. Применение метода АЭ для неразрушающего контроля и исследования материалов // *Дефектоскопия.* –1980. –N5. –С. 65-84.
31. Кудря А.В., Марков Е.А. Количественная оценка разрушения по акустической эмиссии в различных масштабах измерения // *Материаловедение.*–2007.–№ 1.–С. 13-18.
32. Кудря А.В., Марков Е.А. Классификация источников акустической эмиссии в тонкой пластине по различиям структуры сигналов // *Деформация и разрушение материалов.* –2008. –№ 6. –С. 32-38.
33. Штремель М.А., Фадеев Ю.И., Максимова О.В., Чернуха Л.Г., Анисимова Н.И. О взаимном соответствии характеристик загрязненности стали неметаллическими включениями // *Заводская лаборатория.* –1987. –№7. –С.23 - 28.
34. Соколовская Э.А. О воспроизводимости результатов измерений структур и изломов с использованием компьютеризированных процедур // *Вопросы материаловедения.*–2013.–4 (76).–С. 143-153.
35. Кумэ Х. Статистические методы повышения качества –М.: Финансы и статистика. 1990. –301 с.
36. Ченцов Н.Н. Статистические решающие правила и оптимальные выводы. – М.: Наука. 1972. –520с.
37. Штремель М.А. Обобщение распределения Парето в задачах статистической металлографии. // *Заводская лаборатория.* –2005. –№8. –С.25-31.