

КЛАСТЕРНЫЙ АНАЛИЗ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ВКЛЮЧЕНИЙ В СТАЛИ 42CRMO4 С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МНОГОЦИКЛОВЫХ УСТАЛОСТНЫХ ИСПЫТАНИЙ

Селезнев М.Н., Вонг К.Ю.

*Технический университет Фрайбергская горная академия, 09599 Фрайберг,
Германия,*

E-mail: Mikhail.Seleznev@iwt.tu-freiberg.de

Неметаллические включения (НМВ) в сталях и других сплавах являются концентраторами напряжения, инициирующими зарождение трещин, что приводит к существенному снижению механических и эксплуатационных свойств. Современные методы производства стали демонстрируют значительное сокращение количества НМВ. Однако, снижение общего объема НМВ вследствие рафинирования стали (раскисление, фильтрация [1]) может приводить к увеличению максимального размера включений [2] или образованию кластеров [3]. Эти эффекты снижают усталостную прочность стали, которая чувствительна не только к размеру единичных НМВ, но и к скоплениям (кластерам) мелких включений, пренебрежимо малых поодиночке.

Наиболее очевидный и существенный параметр кластеризации включений – расстояние между ними. В 1982 г. Мураками численно определил правило, согласно которому взаимодействием двух пустот (пор, включений) можно пренебречь, если расстояние между ними больше размера меньшей пустоты [4]. Применение многоцикловых ($>10^5$) усталостных испытаний позволяет экспериментально проверить данное правило, т.к. инициация трещины сопровождается формированием мелкозернистой области (МЗО) [5]. НМВ, находящиеся внутри МЗО, могут считаться принадлежащими к кластеру, т.е. к группе включений, инициировавших трещину. Измеренное таким образом критическое расстояние кластеризации может быть использовано для программных алгоритмов кластеризации при оптическом контроле на базе статистических функций.

Цель исследования – разработать физически-обоснованный статистический метод кластерного анализа НМВ в сплавах, который может быть полезен при оценке усталостной прочности сталей.

Сталь марки 42CrMo4 из нескольких промышленных отливок [6] была выбрана в качестве исследуемого материала вследствие большого объема данных по усталостным испытаниям и оптическому контролю. Образцы подвергались термообработке (закалка + низкий отпуск) и различным методам улучшения поверхности (полировка, дробеструйная обработка, азотирование) препятствующим поверхностному трещинообразованию [7]. Усталостные испытания проводились ультразвуковым резонансным методом (20 кГц) на симметричное растяжение-сжатие ($R = -1$). Поверхности разрушения образцов с внутренней трещиной (всего 40) анализировали с помощью сканирующего электронного микроскопа с использованием энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДРС).

Шлифы исследуемой стали (всего 91 шлиф площадью 10×10 мм² каждый) сканировались автоматизированной оптической системой с регистрацией размера, площади и координат каждого НМВ величиной более 1 мкм. Оба типа данных использовались для оценки критического расстояния кластеризации. Найденное значение использовалось для алгоритма кластеризации и сравнивалось с кластеризацией по правилу Мураками.

Все исследованные изломы обнаружили зону стабильного радиального роста усталостной трещины (т.н. рыбий глаз, рисунок 1а), инициированной внутри образца

НМВ (Al_2O_3 или MnS согласно ЭДРС), окруженных МЗО (рисунок 1б). Включения внутри МЗО рассматривались как входящие в кластер, инициирующий трещину. Расстояние между ближайшими частицами внутри кластера учитывалось как расстояние кластеризации. Частицы, близкие к центру, но вне МЗО рассматривались как не входящие в кластер и их расстояние до ближайшей кластерной частицы учитывалось как расстояние отсечения. Измерения показали, что значения расстояний кластеризации в основном меньше 10 мкм, тогда как значения расстояния отсечения показывают противоположное распределение более 10 мкм (рисунок 1в). Таким образом, независимо от химического состава включения (оксид алюминия или сульфид) величина критического расстояния кластеризации составляет около 10 мкм. При этом, кластеризация наблюдаемых НМВ подчиняется правилу Мураками.

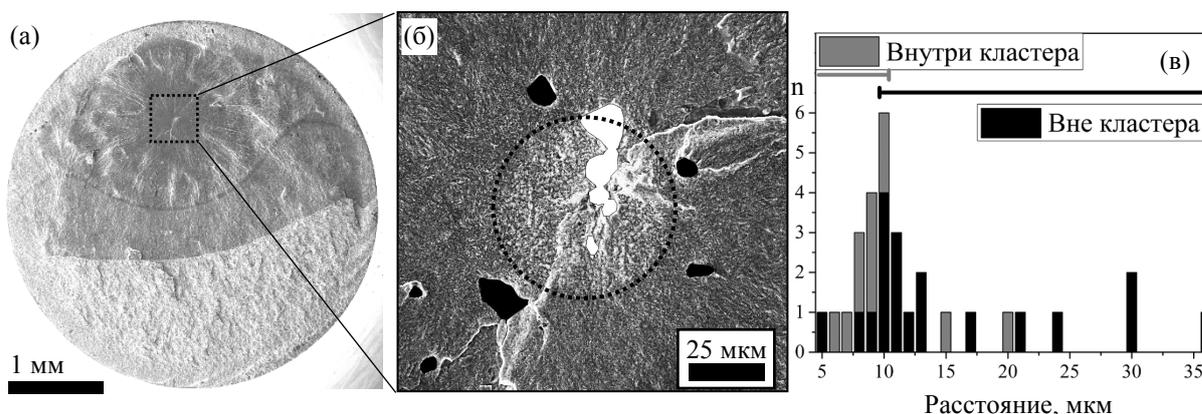


Рисунок 1 – Пример оценки критического расстояния кластеризации на изломе образца после испытания на усталость (а), с мелкозернистой областью в центре «рыбьего глаза» (б). МЗО разделяет включения на входящие (белый) и не входящие (черный) в кластер. Гистограмма обобщает результаты измерений всех исследуемых образцов (в)

Агломерационная иерархическая кластеризация – это процесс непрерывной кластеризации (слияния в один кластер) объектов (например, включений), которые ближе друг к другу, чем заданное расстояние «кластеризации» (максимальное попарное расстояние внутри кластера). Это расстояние непрерывно возрастает с нуля (в этот момент каждое включение является одиночным «кластером») до максимума (когда все включения сливаются в один кластер). В случае полностью случайного распределения (точечный процесс Пуассона) кривая зависимости будет колоколообразной (рисунок 2а, пунктирная линия), однако для исследуемых шлифов кривая обладает перегибом в районе 10 мкм (рисунок 2а, сплошная линия). Точка перегиба служит разделом между двумя типами расстояний: внутри-кластерных и межкластерных. Вычисление расстояний для всех исследуемых шлифов дает распределение с пиком около 10 мкм (рисунок 2б), что отлично согласуется с фрактографической оценкой.

Таким образом, агломерационная иерархическая кластеризация является эффективным методом экспресс-оценки критического расстояния кластеризации распределения включений. Сравнение кластеризации по критическому расстоянию с кластеризацией по правилу Мураками показало, что последнее менее чувствительно при анализе сложных распределений с более чем двумя близко взаимодействующими частицами.

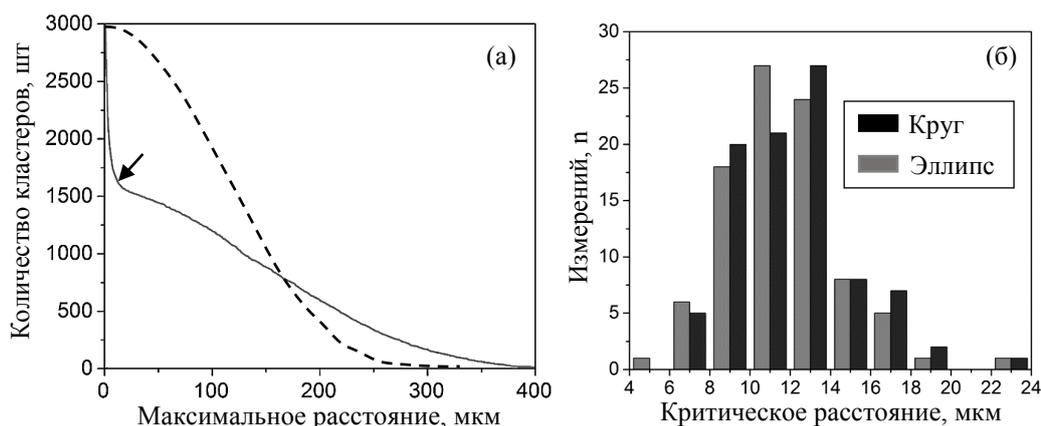


Рисунок 2 – Зависимость количества кластеров от максимального попарного расстояния (шкала слева) для «бескластерного» распределения Пуассона (пунктирная линия) и для исследуемого шлифа (сплошная линия), обнаруживающая перегиб (отмечен стрелкой). Гистограмма на вставке обобщает результаты измерений всех исследуемых шлифов при круговой и эллиптической аппроксимации НМВ

Выводы:

1. Критическое расстояние кластеризации НМВ в стали 42CrMo4 определено:
 - 1.1 как точка перегиба кривой на графике «количество кластеров от расстояния кластеризации» (метод агломерационной иерархической кластеризации) по картам распределения НМВ на шлифах;
 - 1.2 как расстояние между НМВ внутри и снаружи МЗО на изломах образцов после испытаний на усталость.
2. Оба независимых подхода дали аналогичное распределение с пиком около 10 мкм. Таким образом, метод агломерационной иерархической кластеризации применительно к НМВ экспериментально подтвержден и рекомендован к использованию при оптическом контроле шлифов.
3. Правило Мураками по определению дистанции кластеризации эмпирически подтверждено результатами фрактографии, однако, для оптического анализа шлифов менее чувствительно, чем кластеризация по критическому расстоянию.

Список литературы

1. Storti E. et al. Calcium Aluminate Reactive Coatings on Carbon-Bonded Alumina Filters for Clean Steel Approaches // *Steel Res. Int.* 2017. Vol. 87, № 9999. P. 1700247.
2. Henschel S. et al. Effect of Crucible Material for Ingot Casting on Detrimental Non-Metallic Inclusions and the Resulting Mechanical Properties of 18CrNiMo7-6 Steel // *Adv. Eng. Mater.* 2017. P. 1–12.
3. Yin H.B. et al. “In-situ” Observation of Collision, Agglomeration and Cluster Formation of Alumina Inclusion Particles on Steel Melts // *ISIJ Int.* 1997. Vol. 37, № 10. P. 936–945.
4. Murakami Y., Nemat-Nasser S. Interacting dissimilar semi-elliptical surface flaws under tension and bending // *Eng. Fract. Mech.* 1982. Vol. 16, № 3. P. 373–386.
5. Sakai T. Review and Prospects for Current Studies on Very High Cycle Fatigue of Metallic Materials for Machine Structural Use // *J. Solid Mech. Mater. Eng.* 2009. Vol. 3, № 3. P. 425–439.
6. Krewerth D. et al. Influence of non-metallic inclusions on fatigue life in the very high cycle fatigue regime // *Int. J. Fatigue.* Elsevier Ltd, 2016. Vol. 84. P. 40–52.
7. Weidner A., Lippmann T., Biermann H. Crack initiation in the very high cycle fatigue regime of nitrided 42CrMo4 steel // *J. Mater. Res.* 2017. P. 1–12.