

ФРАКТАЛЬНА ОЦІНКА РОЗГАЛУЖЕНОСТІ ГРАНИЦЬ ЗЕРЕН У СТРУКТУРІ МЕТАЛУ ЗВАРНИХ ШВІВ НИЗЬКОЛЕГОВАНИХ СТАЛЕЙ

В.В. Головка, О.О. Штофель, В.А. Костін

ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України. 03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: v_golovko@ukr.net

Неметалеві включення, які є невід'ємною складовою зварних швів, можуть сприяти зменшенню розмірів структурних зерен, як центри кристалізації металу зварювальної ванни. Це сприяє підвищенню показників міцності металу швів, з одного боку. З іншого боку, кристалічна решітка зерен по границях знаходиться під впливом силових полів решіток обох дотичних кристалітів, насичена неметалевими включеннями, домішковими атомами, дислокаціями, вакансіями, має підвищену енергію границь зерен. Ці обставини сприяють тому, що саме границі зерен є місцями найбільш високої вірогідності зародження та розвитку тріщин. Для числового опису дуалізму впливу неметалевих включень на структуру металу швів запропоновано використання методів фрактального аналізу та металографічного аналізу на базі штучного інтелекту. Бібліогр. 7, табл. 4, рис. 3.

Ключові слова: низьколегована сталь, зварювання, метал шва, мікроструктура, фрактальний аналіз, металографічний аналіз, програма MIPAR

Вступ. Структура сталей, що використовуються для виготовлення зварних металоконструкцій, характеризується полікристалічною будовою. У полікристалічних матеріалах зерна або субзерна різної орієнтації та/або складу відокремлені одна від одної інтерфейсами (границями). В залежності від кута нахилу один до одного у структурі металу визначають малокутові (до 15°) або великокутові (більше 60°) границі. У деяких випадках при співпадінні не всіх, а лише окремих граничних атомів формуються так звані «спеціальні» границі. Ці «внутрішні» інтерфейси грають важливу і найчастіше домінуючу роль у визначенні механічних властивостей матеріалів [1]. Відомо, що основними механічними властивостями металу зварних швів низьколегованих сталей є міцність на розтяг, пластичність та в'язкість руйнування, де подрібнення зерен є особливо важливим механізмом, що забезпечує необхідний рівень властивостей. Розгалуженість границь зерен забезпечує певні переваги з погляду показників міцності і в'язкості руйнування, як при кімнатній так і при від'ємних температурах [2].

Кристалічна структура низьколегованої сталі складається з безлічі окремих кристалітів, пов'язаних одне з одним границями зерен. На цих границях атомна структура двох кристалічних решіток, що з'єднуються, сильно пошкоджена, тому границі зерен зазвичай мають високу енергію, що значно впливає на механічні властивості матеріалу. Вплив границь зерен лежить, наприклад, в основі співвідношення Холла-Петча, яке встановлює залежність міцності металів від розміру зерен (що більше роз-

галуженість меж зерен, тим міцніше метал), але вони також визначають показники їх пластичності та тріщиностійкості.

$$\sigma_T = \sigma_0 + Kd^{-1/2}, \quad (1)$$

де σ_0 – певна напруга тертя, яка необхідна для ковзання дислокацій в монокристалі; K – індивідуальна для кожного матеріалу константа, також звана «коефіцієнтом Холла-Петча»; d – розмір зерен у структурі металу.

Весь технологічний процес зварювання сталей базується на розумінні механізмів керування структурою металу, що зварюється та параметрами структури (розміром зерен, фаз, включень) у структурі металу зварних з'єднань. Чим більший контроль над цим процесом, тим вище може бути отримано рівень їх механічних властивостей.

У кристалічних матеріалах розрізняють дві різні категорії внутрішніх інтерфейсів: гомофазні границі та гетерофазні границі. Перші зазвичай називають границями зерен, а останні часто позначають як гетерофазні границі. Границі зерен включають границі двійників та границі доменів. Гетерофазні границі, навпаки, поділяють кристаліти двох термодинамічно різних фаз. Для гетерофазних границь, на відміну від границь зерен, необхідно враховувати їхню схильність до хімічних реакцій та дифузійних процесів. Поведінка сталей при руйнуванні, наприклад, помітно змінюється, внаслідок сегрегації до границь зерен певних домішок (особливо сірки, фосфору), які змінюють адгезію між сусідніми кристалітами. Якщо підвищення розгалуженості границь зерен супроводжується поліпшенням показників міцності металу, то наяв-

ність ліквуючих елементів і неметалевих включень на границях, як правило, викликає зниження його стійкості проти крихкого руйнування [2].

Разом з тим, визначити ступінь ліквідації елементів по границях зерен та енергію зв'язку легованих границь достатньо складне завдання. Відомо, що границі зерен є тонким шаром товщиною близько одного нанометра з низьким рівнем упорядкованим розташуванням атомів [3, 4], який поділяє дві області кристалічної решітки з різною орієнтацією. При травленні зразків низьколегованих сталей межі зерен виявляються набагато ширші, що свідчить як про високий рівень щільності дислокацій у цих ділянках, так і про присутність елементів, що сегрегують, і неметалевих включень у цих областях структури [5]. Тобто здається можливо встановити зв'язок між шириною границь зерен та ступенем їх легуванням та енергією границь.

Добре відомо, що розгалуженість границь зерен, з одного боку, а також їх засміченість, з іншого, суттєво впливають на механічні властивості металу швів низьколегованих сталей [6]. Тобто властивості границь зерен безпосередньо визначають властивості як самих сталей, так їх зварних з'єднань, а подальші дослідження їхньої структури припускають перспективні можливості для розробки нових матеріалів. Сучасні методи металографічних досліджень дозволяють вирізнити особливості дуалізму такого впливу.

Ціль роботи полягала у дослідженні можливостей числового опису границь зерен, який дозволяє візуалізувати дуалістичний характер їх структури.

Методика та матеріали досліджень. Дослідження проводили на зразках металу швів, які були виконані за методикою [3] при дуговому зварюванні в середовищі захисного газу (82 % Ar, 18 % CO₂) порошковим дротом діаметром 1,6 мм типу «metalcog» на постійному струмі 200 ± 5 А, напрузі на дузі 30 ± 2 В з погонною енергією 21 ± 2 кДж/см. Для визначення характеру розподілу неметалевих включень в металі швів до «холодної» частини зварювальної ванни вводили порошок дріт діаметром 1,6 мм, осердя якого містило суміш з 10 % частинок тугоплавких сполук розміром 0,040...0,200 мм та 90 % залізного порошку марки ПЖВ за ДСТУ 9849. В якості інокулянтів були обрані з'єднання на основі титану: оксид титану (шов

TiO₂), карбід титану (шов TiC), нітрид титану (шов TiN), а також оксид алюмінію (шов Al₂O₃) та карбід кремнію (шов SiC). Отримані результати порівнювали з даними зразків металу шва, отриманих при зварюванні порошковим дротом, до складу осердя якого вводили феротитан (шов Base).

Відповідно до своїх фізико-хімічних показників неметалеві включення можуть впливати на формування зеренної структури в процесі охолодження металу як центри кристалізації (TiN), мікроохолодильники (TiO₂), фази що змінюють енергію на фронті кристалізації (Al₂O₃), або гальмують дифузію вуглецю при розпаді аустеніту (SiC, TiC). Відповідно до цього неметалеві включення справляють різний вплив на розгалуженість границь зерен в структурі металу зварних швів. Метою проведених досліджень було встановлення можливості оцінювання розгалуженості границь зерен металевій матриці за допомогою методів фрактальної параметризації.

Металографічні дослідження проводили на поперечних шліфах, вирізаних із зварних з'єднань. Структуру металу швів досліджували на оптичному мікроскопі «Neophot 32». Виявлення мікроструктури у зразках проводили методом хімічного травлення у 4%-му спиртовому розчині азотної кислоти. Зразки для досліджень виготовляли за стандартними методиками із застосуванням алмазних паст різної дисперсності. Розмір структурних складових визначали відповідно до ГОСТ 5639.

Для визначення параметрів структури застосували програму аналізу зображень MIPAR (США) v.4.2.1. У програмі MIPAR використовується технологія глибокого навчання штучного інтелекту, яка дозволяє навчити програмне забезпечення адаптуватися до отриманих мікрофотографій, які характеризуються різним контрастом, яркістю та особливостями текстури, а також технікою підготовки зразків для досліджень.

В останніх версіях програми MIPAR (вище v.4.2) використовується велика бібліотека процедур (ресіре) для визначення розмірів зерен, об'ємної частки та розподілу за розмірами фаз та включень, визначення орієнтації та неоднорідності структури, особливості текстури тощо. У роботі було використано стандартні процедури (ресіре) програми MIPAR визначення розміру та розгалуженості гра-

Таблиця 1. Хімічний склад металу швів

Шов	Хімічний елемент, мас. %										
	C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	Mo	Cu	Al	Ti
Base	0,050	0,290	1,32	0,024	0,014	0,16	2,19	0,27	0,36	0,039	0,019
TiC	0,054	0,263	1,28	0,025	0,011	0,13	2,22	0,26	0,49	0,035	0,009
TiN	0,035	0,317	1,40	0,019	0,009	0,14	2,29	0,26	0,56	0,036	0,011
SiC	0,066	0,370	0,92	0,016	0,024	0,14	1,72	0,23	0,54	0,021	0,005
TiO ₂	0,035	0,405	1,24	0,016	0,021	0,11	1,97	0,27	0,72	0,032	0,015
Al ₂ O ₃	0,034	0,424	1,40	0,017	0,023	0,12	2,15	0,29	0,60	0,023	0,030

Таблиця 2. Склад вторинної структури металу швів

Шов	Усереднена частка складових в мікроструктурі швів, об. %				Розмір структурних зерен, мкм
	Бейніт нижній	Бейніт верхній	Мартенсит	Ферит	
Base	50	30	10	10	15 ± 1
TiN	30	57	10	3	15 ± 0,7
SiC	30	50	10	10	19 ± 1
TiO ₂	25	45	10	10	20 ± 1
Al ₂ O ₃	15	50	15	15	16 ± 1
TiC	25	60	10	5	18 ± 1

ниць зерен у низьколегованих сталях.

Результати досліджень. В табл. 1 наведено результати визначення хімічного складу металу досліджених швів, а в табл. 3 вміст структурних складових в зразках зварних швів.

Дані оптичної мікроскопії показали, що вторинна мікроструктура металу швів складається з бейнітно-мартенситної суміші з незначною часткою феритної складової (рис. 1). Склад вторинної структури та розмір структурних зерен наведено в табл. 2. Бейніт представлений морфологічними формами верхнього, нижнього та внутрішньозеренного бейніту, ферит – розірваними полігональними виділеннями та феритом Відманштєдта за межами зерен. Мартенсит сформований як традиційна голчаста структура.

Для проведення фрактального аналізу були відібрані по п'ять оптичних зображень вторинної структури при збільшенні ×1000 для кожного металу шва (рис. 1). Після обробки за програмою ImageJ отримали бінарні зображення відповідних структур (рис. 2), для яких визначали фрактальний параметр. Таблиця 3. Фрактальний параметр D_{13} розгалуження границь зерен отримані в результаті аналізу оптичних зображень структури металу швів

Шов	Base	SiC	TiN	TiC	TiO ₂	Al ₂ O ₃
Фрактальний параметр (D_{13})	1,9069	1,8916	1,9387	1,8765	1,8149	1,8252

Результати фрактальної параметризації наведено в табл. 3.

Для обчислення фрактальної розмірності було використано клітинний метод. [7]. Згідно цього методу підготовлене зображення фракталу (рис. 1) покривають сітками з квадратними клітками («box counting method») із зменшенням кроку сітки d до $1\text{px} = 0,0377\text{ мкм}$ і підраховують кількість кліток $N(d)$, у які потрапила інформаційна границя (границя зерна) досліджуваного фрактального об'єкту – структури. Фрактальну розмірність зображення D визначають внаслідок апроксимації отриманого набору точок за допомогою методу найменших квадратів за виразом (2).

$$D = \lim_{d \rightarrow 0} \frac{\ln N(d)}{\ln \frac{1}{d}} \quad (2)$$

Результати аналізу оптичних зображень структури металу досліджених швів за програмою MIPAR (рис. 2), яка дозволила визначити загальну сумарну довжину границь зерен наведено в (табл. 4).

Обговорення результатів досліджень. Фрактальній параметризації структури передують бінаризація її чорно-білих зображень, що базується на визначенні певного рівня чорного кольору як носія інформації. Тому наведені на рис. 1 зображення треба розглядати як інформаційні границі зерен.

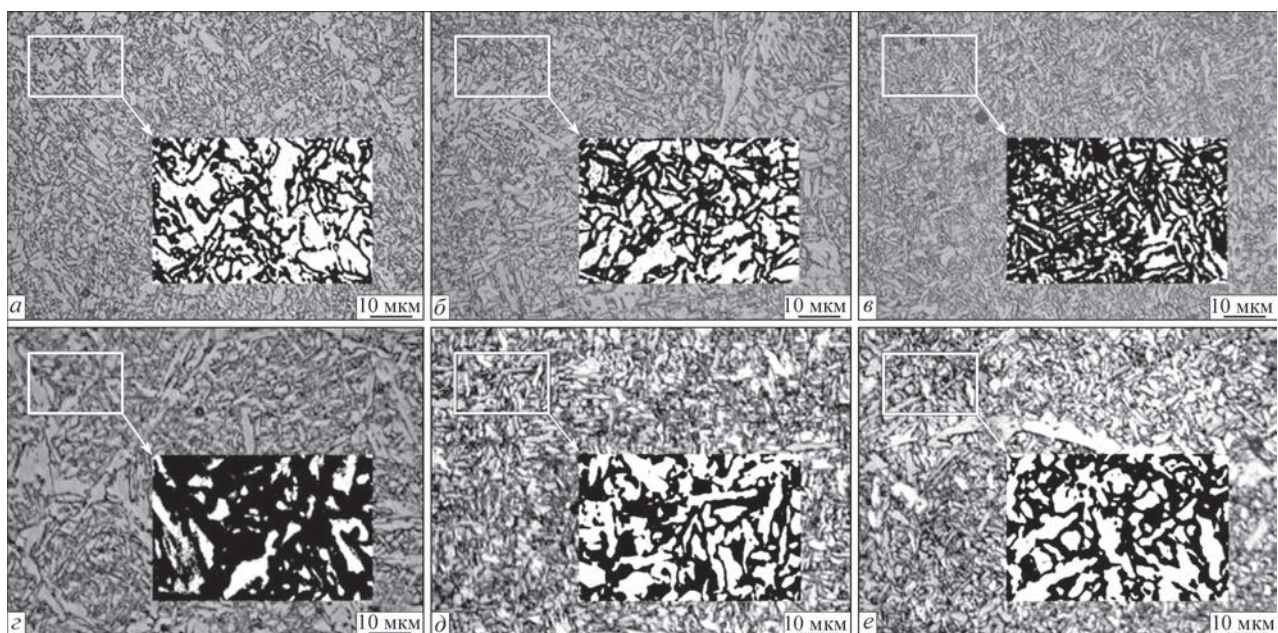


Рис. 1. Мікроструктура металу та бінаризована мікроструктура швів: а – Base; б – SiC; в – TiN; г – TiC; д – TiO₂; е – Al₂O₃

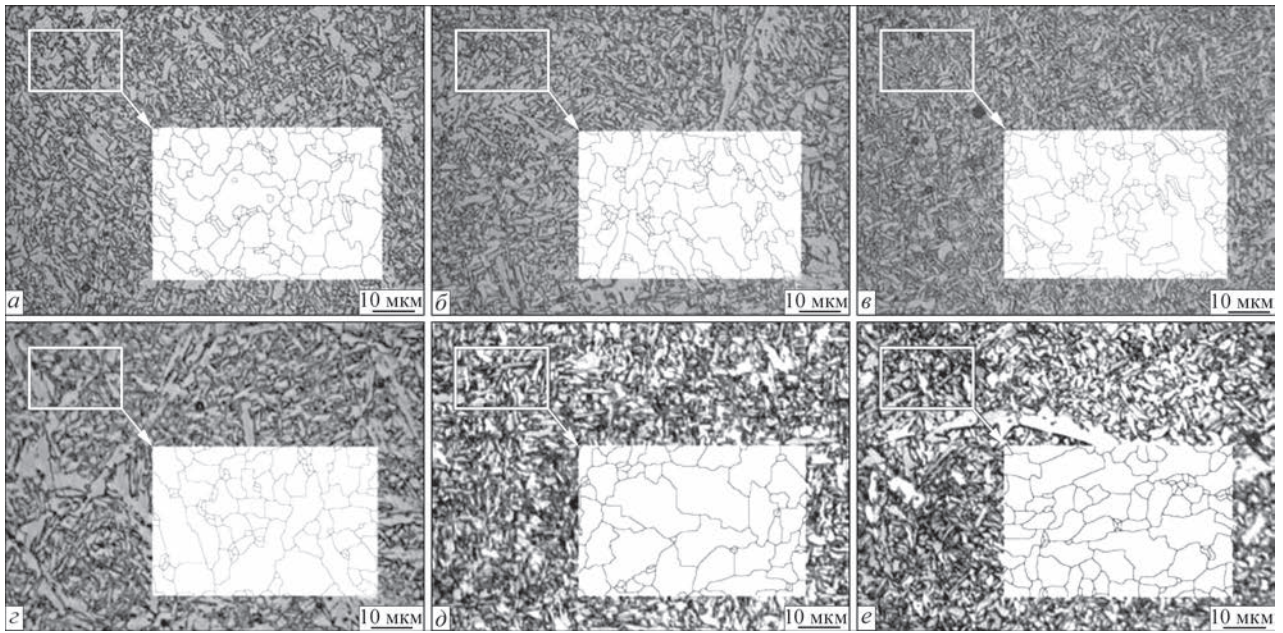


Рис. 2. Мікроструктура та границі зерен металу швів, модифікованих сполуками: а – Base; б – SiC; в – TiN; г – TiC; д – TiO₂; е – Al₂O₃

Таблиця 4. Сумарна довжина границь зерен ($L_{г3}$) в ділянках металу швів

Шов	Base	SiC	TiN	TiC	TiO ₂	Al ₂ O ₃
$L_{г3}$, мкм	16112,14	14226,94	17078,15	13893,75	13174,61	12949,53

Чорним кольором на зображеннях показано області підвищеної інтенсивності корозії металу в процесі травлення. В зв'язку з тим, що ямки травлення співпадають з місцями підвищеної концентрації дислокацій та ліквуючих елементів, виділені границі можливо розглядати як області, що мають підвищену схильність до крихкого руйнування металу.

Програма MIPAR виявляє «чисті» ідеалізовані границі зерен. Розрахована за цією програмою сумарна довжина границь зерен може бути використана для встановлення середнього розміру зерен (d) в формулі (1) для визначення показників міцності металу.

Аналіз отриманих результатів показав (рис. 3), що між фрактальним параметром $D_{г3}$ розгалуження границь зерен та сумарною довжиною границь зерен $L_{г3}$ існує досить проста залежність (коефіцієнт

кореляції $R^2 = 0,93$) яку можна описати квадратичним виразом. Тобто при відносно низькому рівні фрактального параметру $D_{г3} \leq 1,86$ його зміна майже не впливає на сумарний периметр границь зерен, тоді як при наближенні цього параметру до $D_{г3} = 2,0$ сумарний периметр границь різко підвищується.

Результати аналізу, які наведено на рис. 3, дозволяють візуалізувати дуалізм впливу неметалевих включень на показники границь зерен в структурі металу швів. Так, наприклад, при інокулюванні до зварювальної ванни частин TiO₂ та Al₂O₃ помітно знижується у порівнянні з варіантом Base як сумарний периметр границь, так і розмір області з підвищеною схильністю до крихкого руйнування. Введення до зварювальної ванни частинок TiN приводить до зростання цих двох показників відносно до варіанту Base. Присутність в зварювальній ванні частинок SiC та TiC дають можливість підвищити показник $L_{г3}$ без суттєвого зростання показника $D_{г3}$.

Таким чином, наведений приклад системного аналізу свідчить про можливість розширення бази знань щодо особливостей впливу неметалевих включень на границі зерен в структурі металу швів і проведенні більш обґрунтованого вибору зварювальних матеріалів при виготовленні металоконструкцій з низьколегованих високоміцних сталей.

Висновки

Проведено дослідження з візуалізації дуалізму впливу неметалевих включень на показники границь зерен в структурі металу зварних швів низьколегованих сталей. Для аналізу впливу неметалевих включень TiO₂, TiC, TiN, SiC, Al₂O₃ TiO₂ були залучені методика фрактального аналізу та програма MIPAR. У результаті проведених досліджень було встановлено:

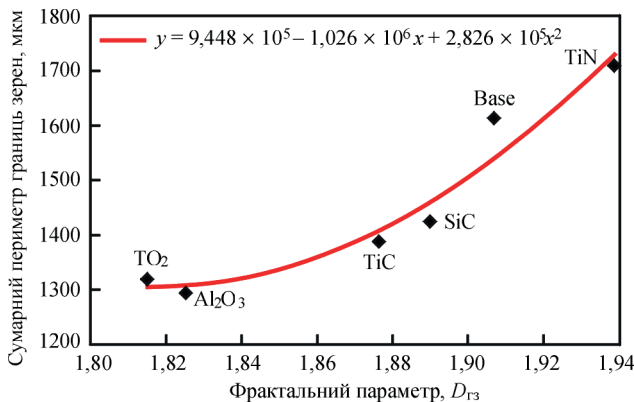


Рис. 3. Вплив фрактального параметру на сумарний периметр границь зерен

1. Залучення програми MIPAR для аналізу оптичних зображень структури дозволяє виконати числовий опис границь структурних зерен через встановлення показника сумарного периметру границь $L_{г3}$.
2. Методами фрактального аналізу можливо виконати числовий опис границь зерен через фрактальний параметр $D_{г3}$.
3. Параметр $L_{г3}$ описує ідеалізований («чистий») розмір границь зерен.
4. Параметр $D_{г3}$ описує інформаційні границі зерен.
5. Системний аналіз показників $L_{г3}$ і $D_{г3}$ дозволяє розширити уявлення про дуалізм впливу неметалевих включень на структуру границь зерен.

Список літератури

1. Priester, L. (2012) *Grain Boundaries: From Theory to Engineering* Springer Science & Business Media, Dordrecht.
2. Reiser, J., Hartmaier, A. (2020) Elucidating the dual role of grain boundaries as dislocation sources and obstacles and its impact on toughness and brittle-to-ductile transition. *Scientific Reports*, **10**, 2739.
3. Sinha, S., Kim, D-I., Fleury, E. et al. (2015) Effect of grain boundary engineering on the microstructure and mechanical properties of copper containing austenitic steel. *Mater. Sci. Eng.*, 626, 175–185.
4. Zhang, I., Lu, C., Tieu, K. (2016) A review on atomistic simulation of grain boundary behaviors in face-centered cubic metals. *Computer Mater. Sci.*, 118, 180–191.
5. Погребна Н.Е., Кудова В.З., Котова Т.В. (2021) *Механічна стабільність матеріалів: навчальний посібник*. Дніпро, НметАУ.
6. Васильєв О.Д., Бродніковська І.В., Бродніковський Є.М. та ін. (2018) Межі поділу та їх вплив на властивості полікристалів. Частина 1 (огляд). *Металознавство та обробка металів*, **1**, 44–51.
7. Усов В.В., Рабікіна М.Д., Шкатуляк Н.М. та ін. (2014) Фрактальна розмірність меж зерен і механічні властивості металу кисневих балонів. *Фізико-хімічна механіка матеріалів*, **4**, 117–124.

References

1. Priester, L. (2012) *Grain Boundaries: From Theory to Engineering*. Springer Science & Business Media, Dordrecht.
2. Reiser, J., Hartmaier, A. (2020) Elucidating the dual role of grain boundaries as dislocation sources and obstacles and its impact on toughness and brittle-to-ductile transition. *Scientific Reports*, **10**, 2739.
3. Sinha, S., Kim, D-I., Fleury, E. et al. (2015) Effect of grain boundary engineering on the microstructure and mechanical properties of copper containing austenitic steel. *Mater. Sci. Eng.*, 626, 175–185.
4. Zhang, I., Lu, C., Tieu, K. (2016) A review on atomistic simulation of grain boundary behaviors in face-centered cubic metals. *Computer Mater. Sci.*, 118, 180–191.
5. Pogrebna, N.E., Kutsova, V.Z., Kotova, T.V. (2021) *Mechanical stability of materials: Tutorial*. Dnipro, NmetAU [in Ukrainian].
6. Vasyliiev, O.D., Brodnikovska, I.V., Brodnikovskiyi, Ie.M. et al. (2018) Interfaces and their influence on properties of polycrystals. Pt 1 (Review). *Metaloznavstvo ta Obrobka Metaliv*, **1**, 44–51 [in Ukrainian].
7. Usov, V.V., Rakkina, M.D., Shkatulyak, N.M. et al. (2014) Fractal dimension of grain boundaries and mechanical properties of oxygen containers. *Fiz.-Khimich. Mekhanika Materialiv*, **4**, 117–124 [in Ukrainian].

FRactal Evaluation of Grain Boundaries Branching in the Structure of Weld Metal of Low-Alloy Steels

V.V. Holovko, O.O. Shtofel, V.A. Kostin

E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine. 11 Kazymyr Malevych Str., 03150, Kyiv, Ukraine.
E-mail: v_golovko@ukr.net

Non-metallic inclusions, which are an integral part of welds, can facilitate the reduction in the sizes of structural grains, playing the role of crystallization centers of the weld pool metal. This helps to increase the strength values of the weld metal on the one hand. On the other hand, the crystalline lattice of grains on the grain boundaries is influenced by the force fields of both tangent crystallites, saturated with non-metallic inclusions, impurity atoms, dislocations, vacancies, has an increased energy of grain boundaries. These circumstances contribute to the fact that namely grain boundaries are the places of the highest probability of cracks origination and propagation. For the numerical description of the dualism of the influence of non-metallic inclusions on the weld metal structure, it is proposed to use methods of fractal analysis and metallographic analysis based on artificial intelligence. 7 Ref., 4 Tabl., 3 Fig.

Keywords: low-alloy steel, welding, weld metal, microstructure, fractal analysis, metallographic analysis, MIPAR software

Надійшла до редакції 31.05.2023



7-а Міжнародна конференція «Пошкодження матеріалів під час експлуатації, методи діагностування і прогнозування»

18–20 жовтня 2023 року на базі Тернопільського національного технічного університету ім. І. Пулюя відбудеться 7-а Міжнародна конференція «Пошкодження матеріалів під час експлуатації, методи діагностування і прогнозування» (VII International Conference «In-service Damage of Materials: Diagnostics and Prediction»).

Організатори заходу — Європейське товариство з цілісності конструкцій (ESIS), Українське товариство з механіки руйнування матеріалів, Тернопільський національний технічний університет ім. Івана Пулюя, Фізико-механічний інститут ім. Г.В. Карпенка НАН України та Інститут проблем міцності ім. Г.С. Писаренка НАН України.

Наукові напрями конференції: методи оцінювання, прогнозування та виявлення пошкодження матеріалів, неруйнівний контроль, методи оцінювання деградації та запобігання руйнуванню, проблеми впливу середовища на руйнування і міцність матеріалів, довговічність, цілісність та подовження терміну служби конструкцій. Робоча мова: англійська. Форма участі у конференції: очна, онлайн. Кінцевий термін реєстрації учасників — 1 вересня 2023 року. Тези доповідей приймаються до 1 вересня 2023 року. Виголошені доповіді після рецензування буде опубліковано у спецвипуску «Procedia Structural Integrity», що індексується базами «Scopus» і «WoS».