

## Использование методов Фурье-оптики для количественного анализа эволюции структурного состояния металлов в условиях циклического нагружения

Т. Ю. Яковлева

Институт проблем прочности НАН Украины, Киев, Украина

*На примере алюминиевого сплава АМгб, испытанного в условиях симметричного растяжения–сжатия с частотой 100 Гц при комнатной температуре, рассмотрены возможности и основные методические положения использования Фурье-спектров для количественного анализа эволюции структурного состояния металлов. Показано, что в качестве интегральной характеристики структуры может быть использован параметр, получаемый из диаграмм интегральной анизотропии. Для проанализированных структурных состояний сплава АМгб он изменяется от 0,11 для 90%-ной остаточной долговечности до 0,31 для 10%-ной остаточной долговечности, т.е. для состояния предразрушения. Это означает, что даже в течение периода относительной стабильности процесса интегрального накопления усталостных повреждений изменение параметра структуры составляет 182%.*

**Введение.** Отличительной особенностью циклического нагружения является достаточно длительный период и неомогенный характер эволюции структурного состояния материала. Вид материала и условия циклического нагружения существенно влияют на размер и локализацию зон структурных изменений. Однако в любом случае эти зоны расположены на фоне практически неизменной структуры, а их размер в основном объеме материала на стадии, предшествующей появлению макротрещины, не превышает нескольких десятков микрон [1–3]. Указанные факторы значительно влияют на методы структурного анализа материала. С одной стороны, размер зон, анализ микромеханизмов пластической деформации и накопления усталостных повреждений обуславливают необходимость исследований на дислокационном уровне. С другой стороны, для того чтобы иметь представление о состоянии материала в целом, требуется не только сопоставить и проанализировать достаточно большое количество изображений дислокационной структуры, но и получить интегральную (предпочтительно количественную) характеристику структуры на зеренном уровне. Последнее условие, как правило, реализуется косвенными методами, так как использование прямых структурных исследований неэффективно. Это связано с малым размером зон структурных изменений, которые на металлографическом (зеренном) уровне визуально очень сложно идентифицировать.

В данной работе предложен один из фрагментов исследований в области разработки количественного метода оценки текущего структурного состояния металлов при циклическом нагружении. Исследования проводили на широко применяемых конструкционных сплавах на основе Ti, Al, Ni, Fe, обладающих разной степенью легирования и охватывающих практически весь диапазон классифицированных к настоящему времени структур на микро- и макроуровне.

**Основные методические положения.** Главные и первичные характеристики структуры любого уровня следующие: форма, распределение и размеры ее элементов (зерен, микротрещин, пор на макроуровне; субзерен, пластин, элементов ячеистой и полосовой структуры, точечных и линейных дефектов на микроуровне). Как морфологические, так и размерные параметры структуры могут быть количественно представлены векторным пространством, каждая точка которого характеризует размер и долю конкретных структурных элементов. Поэтому один из методов получения объективной и достоверной количественной информации о структурном состоянии материала – формирование и исследование Фурье-спектров [4].

Формирование Фурье-спектра возможно либо с использованием лазерно-дифрактометрического метода [5, 6], либо путем преобразования изображения непосредственно в колонне электронного микроскопа или с любого носителя в цифровую форму и вычисления Фурье-образа. В качестве дифракционной решетки в первом случае используется негативное изображение структуры на прозрачном носителе, во втором – обработка изображения осуществляется непосредственно в микроскопе либо путем ввода в ЭВМ. Обработке может подвергаться как изображение протравленного шлифа, так и его отпечатка, т.е. реплики. Последнее обстоятельство особенно важно для использования в условиях неразрушающего контроля и диагностики текущего состояния материала. Следует отметить, что дефекты носителя или изображения, дрейф объекта, эффекты дефокусировки, вносящие свой вклад в формирование Фурье-спектра, должны быть предварительно идентифицированы и учтены в процессе обработки результатов.

Микрофотографии и изображения без указанных дефектов имеют радиально симметричный спектр шумов, интенсивность которых медленно уменьшается от центра пятна. Изображения поликристаллических структур без ярко выраженных по форме и упорядоченности элементов представляют собой круглые пятна, яркость которых экспоненциально уменьшается к периферии. В случае анизотропных структур наличие хорошо ограненных взаимно ориентированных кристаллов и блоков либо одинаково направленных элементов структуры приводит к перераспределению интенсивности по соответствующим направлениям дифракционной картины, имеющим реальную симметрию. Направления усиления интенсивности перпендикулярны к элементам структуры. Анизотропия структуры далеко не всегда различима визуально, особенно при отсутствии ярко выраженной огранки кристаллитов, однако хорошо видна на дифракционной картине, которая в этом случае имеет вид эллипсоидального пятна. Это свидетельствует о том, что даже визуальное рассмотрение дифракционной картины дает значительно больше информации об особенностях морфологии структуры, чем ее изображение. Последнее обстоятельство особенно важно при анализе структурных изменений материала элементов конструкций, подвергающихся различного вида циклическим нагрузкам. Это связано с тем, что накопление усталостных повреждений осуществляется в локальных микрообъемах [3, 7–12] и, как правило, на макроуровне визуально практически не фиксируется. Появление дополнительных по отношению к условно исходному состоянию материала максимумов интенсивности в дифракционной картине характеризует возникновение определенных регулярностей в исследуемом изображении структуры.

В качестве примера рассмотрим результаты применения Фурье-анализа для исследования структурного состояния конструкционного алюминиевого сплава АМг6, обладающего различными значениями остаточного ресурса. Структурные изменения материала, испытанного при симметричном растяжении–сжатии с частотой 100 Гц в условиях комнатной температуры, изучали поэтапно после числа циклов  $N$ , соответствующего 0,1; 0,5 и 0,9 от долговечности до появления макротрещины ( $N = N_p$ ) и в разрушенном состоянии.

Изображения структуры и соответствующие дифракционные картины представлены на рис. 1. Визуально практически неразличимые изображения структуры имеют существенно разные дифракционные спектры. Наличие признаков текстуры в исходном состоянии отражается в эллипсоидальности дифракционной картины. Для дифракционных картин, отражающих первую половину долговечности материала (рис. 1, б, в), характерно появление признаков упорядоченности в направлении, перпендикулярном к первичному. Дальнейшее нагружение вплоть до  $N = 0,9N_p$  (рис. 1, г) усиливает эту тенденцию. В разрушенном состоянии картина дифракции, имеющая в целом эллипсоидальную форму, сменяется на более близкую к круговой при наличии резко выраженной узкой радиальной вытянутости с размерами, которые близки к большему диаметру исходного эллипса. Последнее является признаком максимально возможной степени локальной деформированности, в результате чего наступает разрушение.

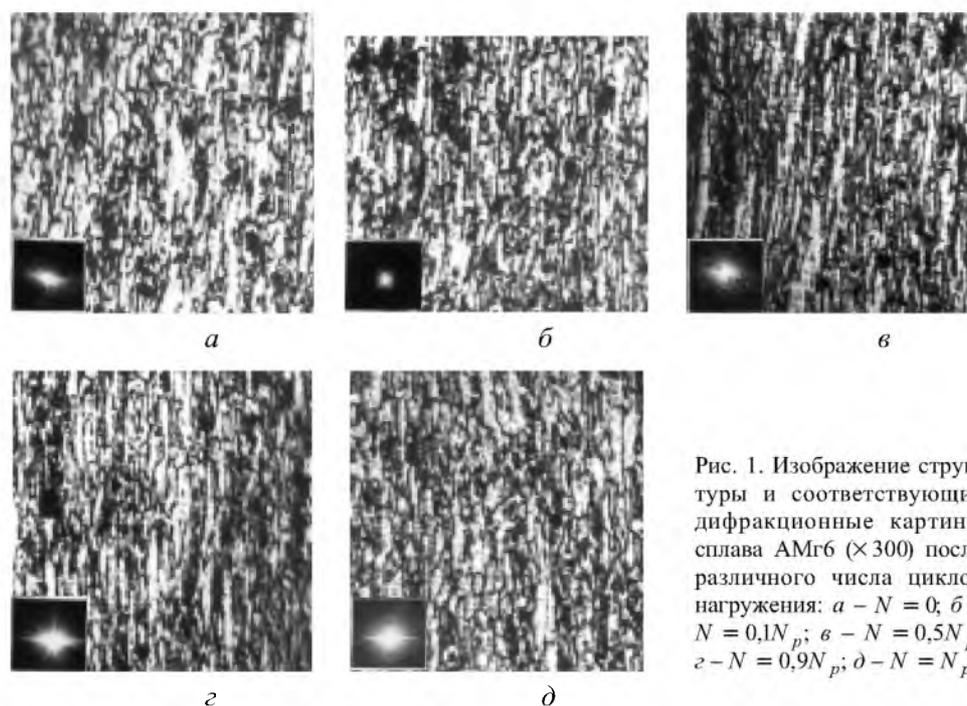


Рис. 1. Изображение структуры и соответствующие дифракционные картины сплава АМг6 ( $\times 300$ ) после различного числа циклов нагружения: а –  $N = 0$ ; б –  $N = 0,1N_p$ ; в –  $N = 0,5N_p$ ; г –  $N = 0,9N_p$ ; д –  $N = N_p$ .

Методика количественного анализа дифракционных картин заключается в построении и последующем анализе функционала  $I(\omega, \varphi)$ , где  $I$  – интенсивность дифракционного пятна, характеризующая количество периодичностей данного размера;  $\omega$  и  $\varphi$  – полярные координаты (частота и угол

соответственно). Переход от двумерного спектра интенсивности, достаточно сложного для интерпретации, к виду, удобному для дальнейшей обработки, в общем случае осуществляется по соотношениям [9]

$$I_{\omega}(\varphi) = S\Phi[D \subset (\omega, \varphi)]I(\omega, \varphi)d\varphi;$$

$$I_{\varphi}(\omega) = S\Phi[D \subset (\omega, \varphi)]I(\omega, \varphi)d\omega,$$

где  $\Phi$  – индикатор подобия  $D$  из области определения  $D \subset (\omega, \varphi)$ : при дискретизации с помощью кольцевых окон

$$\Phi[\circ] \equiv \Phi \left[ \int_0^{2\pi} \int_{\Delta\omega} d\varphi d\omega \right];$$

при дискретизации клинообразным окном

$$\Phi[\triangleleft] \equiv \Phi \left[ \int_0^{\omega_{\max}} \int_{\Delta\varphi} d\omega d\varphi \right];$$

при радиальной геометрии дискретизации (сечение точкой)

$$\Phi[\bullet] \equiv \Phi \left[ \int_{\Delta\omega_x} \int_{\Delta\omega_y} d\omega_x d\omega_y \right].$$

Выбор конкретного вида дискретизации зависит от поставленной задачи. Дискретизация кольцевыми окнами позволяет получить общие частотные характеристики, если исследуется группа объектов. Клинообразные окна используют для определения угловых соотношений и выбора направлений получения детальных профилей интенсивности. Использование радиального сечения точкой необходимо для получения графиков указанных профилей интенсивности  $I_{\varphi}(\omega)$ .

Сравнение радиальных профилей интенсивности дифракционных картин алюминиевого сплава (рис. 2), характеризующих долю структурных составляющих данного размера  $\lambda$ , показывает, что по мере увеличения числа циклов нагружения возникают новые моды, кривые приобретают более изрезанный вид, что свидетельствует о протекании двух конкурирующих процессов: 1) появление новых структурных составляющих – полос скольжения, микротрещин, иных дефектов; 2) агрегация определенной части дефектов. Сравнение размеров вновь появившихся мод с таковыми в исходном состоянии позволяет идентифицировать и конкретизировать тип указанных дефектов. В данном случае речь идет о преимущественном выходе на поверхность групп линейных дефектов в теле зерна и их последующем слиянии.

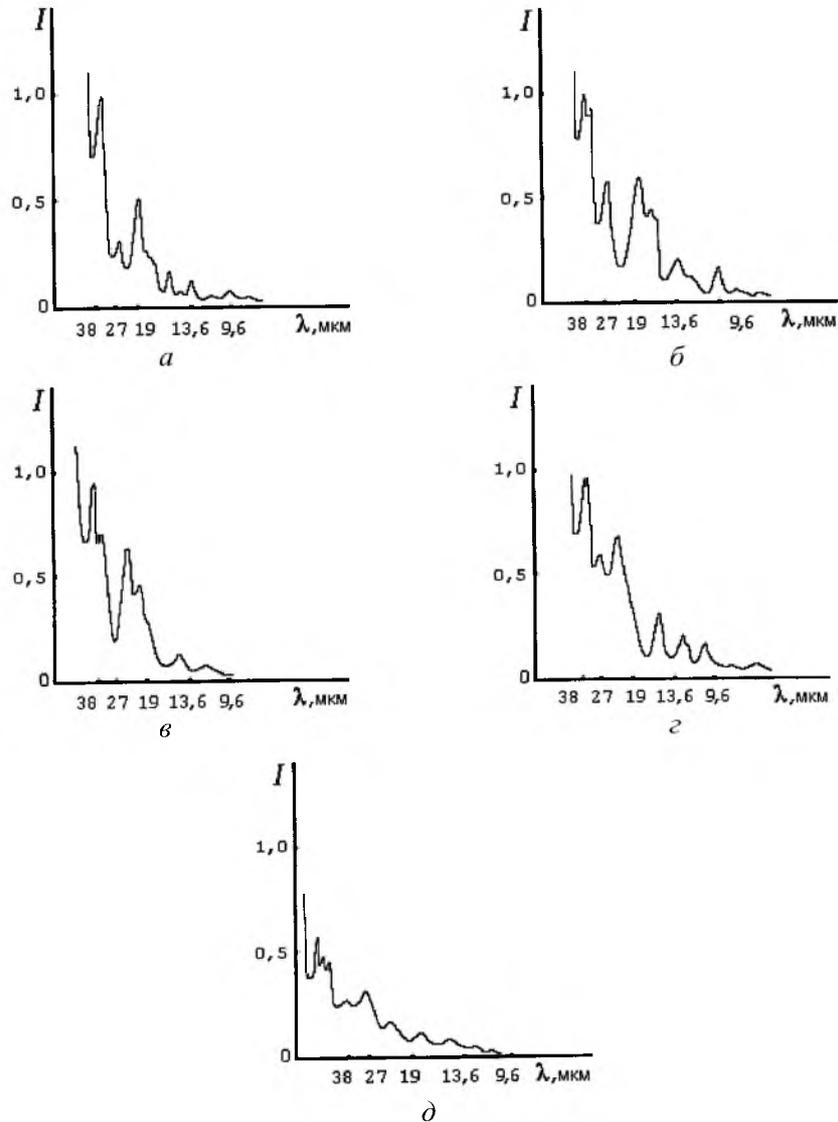


Рис. 2. Радиальные профили интенсивности дифракционных картин:  $a - N = 0$ ;  $б - N = 0,1N_p$ ;  $в - N = 0,5N_p$ ;  $г - N = 0,9N_p$ ;  $д - N = N_p$ .

Анализ совокупности кривых  $I(\varphi, \omega)$ , представленных в виде изочастотных диаграмм рассеяния [10] (рис. 3), осуществляется следующим образом [11].

Для каждой диаграммы рассчитывается математическое ожидание – среднее значение интенсивности диаграммы ( $\bar{x}_1$ ) и эллипса ( $\bar{x}_2$ ):

$$(\bar{x}_1) = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m x_i; \quad (\bar{x}_2) = \frac{1}{m} \sum_{j=1}^m x_j,$$

где  $m$  – количество профилей интенсивности  $I(\varphi, \omega)$ , полученных по разным направлениям из дифракционной картины,  $m = 8$ .

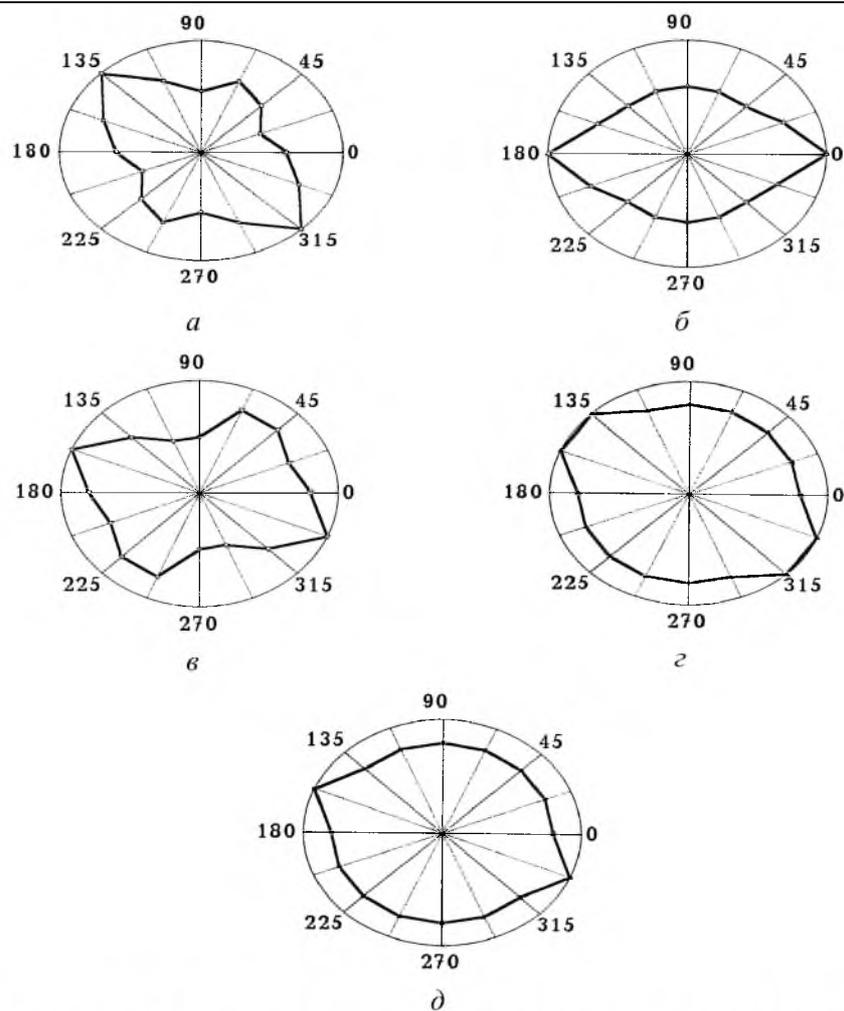


Рис. 3. Изочастотные диаграммы рассеяния: а -  $N = 0$ ; б -  $N = 0,1N_p$ ; в -  $N = 0,5N_p$ ; г -  $N = 0,9N_p$ ; д -  $N = N_p$ .

Из соотношений

$$\sigma_1^2 = \frac{1}{m^2} \sum_{i=1}^m (x_i - \bar{x}_1)^2; \quad \sigma_2^2 = \frac{1}{m^2} \sum_{j=1}^m (x_j - \bar{x}_2)^2$$

определяем дисперсию для каждой частотной составляющей эллипса.

Далее определяем корреляционную функцию вращения отдельной изочастотной диаграммы относительно эллипса (эксцентриситет 8), который является эталоном анизотропии. Коэффициент корреляции изочастотной диаграммы и эталона при повороте на угол  $\varphi$  находим в виде

$$I = \frac{1}{m} \sum_{i,j} \frac{(x_i - \bar{x}_1)(x_j - \bar{x}_2)}{\sqrt{\sigma_1^2 \sigma_2^2}}$$

Коэффициенты корреляции имеют максимумы на дискретных значениях  $m$  при совпадении форм эллипса и изочастотной диаграммы в случае анизотропии исследуемых структурных изображений.

Затем находим максимальные значения коэффициентов корреляции  $\rho_{\max}$  для каждого  $\varphi$  и строим зависимость  $\rho_{\max}(\varphi)$  – диаграмму интегральной анизотропии, из которой определяем величину

$$A = 1 - \varepsilon.$$

Здесь

$$\varepsilon = \frac{\frac{1}{M} \sum_i^M \rho_{i \min}}{\frac{1}{N} \sum_j^N \rho_{j \max}},$$

где  $\rho_{i \min}$  и  $\rho_{j \max}$  – соответственно минимальные и максимальные значения коэффициентов корреляции, полученные из диаграмм интегральной анизотропии;  $M$  и  $N$  – число минимальных и максимальных значений коэффициентов корреляции в диаграмме интегральной анизотропии. Данная оценка ( $A$ ) является одной из интегральных характеристик исследуемого изображения структуры.

**Анализ результатов.** Для анализируемых структурных состояний сплава АМг6 значение параметра  $A$  изменяется от 0,11 при  $N = 0,1N_p$  до 0,31 в состоянии предразрушения при  $N = 0,9N_p$ , т.е.  $\Delta A_{0,9-0,1} = 0,2$ . Это означает, что количественная интегральная структурная характеристика изменяется на 182%. Мы не случайно особо остановились на сопоставлении структурного состояния материала с остаточным ресурсом 90 и 10%, а не материала в исходном состоянии и разрушенного. Основанием для этого послужило то, что с точки зрения физики интегрального накопления повреждений этот процесс наиболее интенсивно протекает в течение первых и последних 10% долговечности и в общем случае описывается кривой, типа представленной на рис. 4 [12]. Поэтому отслеживание структурных изменений в интервале  $(0,1...0,9)N_p$ , т.е. в течение периода относительной стабильности, наиболее сложный и трудоемкий процесс.

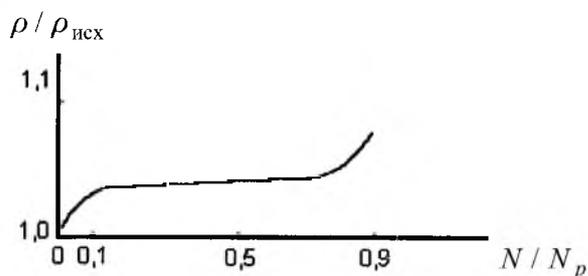


Рис. 4. Кинетика интегрального накопления дефектов в титановых сплавах в условиях циклического нагружения:  $\rho / \rho_{\text{исх}}$  – относительное удельное остаточное электросопротивление (характеристика относительного изменения интегральной плотности дефектов).

Неслучаен и выбор материала, рассмотренного в качестве иллюстрации возможностей метода. Многофазный упрочненный текстурированный материал, подвергающийся многоциклового нагружению, – хороший пример многофакторной задачи, когда выделить и исследовать влияние каждого конкретного параметра чрезвычайно сложно. Лишь интегральный количественный параметр, отражающий суммарное воздействие всех факторов, может служить адекватной характеристикой текущего состояния материала.

Фурье-метод является одним из путей, позволяющих получить указанный параметр.

## Резюме

На прикладі алюмінієвого сплаву АМг6, який був випробуваний при симетричному розтязі–стиску з частотою 100 Гц за кімнатної температури, розглянуто можливості та основні методичні положення використання Фурьє-спектрів для кількісного аналізу еволюції структурного стану металів. Показано, що параметр, отриманий з діаграм інтегральної анізотропії, може бути використаний як інтегральна характеристика структури. Для проаналізованих структурних станів сплаву АМг6 він змінюється від 0,11 для 90%-ного залишкового ресурсу до 0,31 для 10%-ного залишкового ресурсу, тобто для стану передруйнування. Це означає, що навіть під час періоду відносної стабільності процесу інтегрального накопичення втомних пошкоджень зміна параметра структури становить 182%.

1. *Kocanda. Zmecenione niszenie metali.* – Warszawa: Wydawnictwa naukowotechniczne, 1972. – 451 s.
2. *Иванова В. С., Терентьев В. Ф.* Природа усталости металлов. – М.: Металлургия, 1975. – 456 с.
3. *Яковлева Т. Ю.* Влияние частоты нагружения на механизмы деформации и разрушения титановых сплавов: Автореф. дис. ... канд. техн. наук. – Киев, 1987. – 17 с.
4. *Applications of Optical Fourier Transforms / Ed. by H. Stark.* – New York: Academic Press, 1982. – 527 p.
5. *Матохин А. В., Юдин В. В., Матохин Г. В. и др.* Лазерная дифрактометрия поверхности усталостных изломов при наложении циклических нагрузок // Пробл. прочности. – 1988. – № 7. – С. 107 – 110.
6. *Матохин А. В., Науменко Л. Ф., Матохин Г. В. и др.* Автоматизированный диагностический комплекс в анализе РЭМ-информации. – VI Всесоюзн. симп. по растровой микроскопии и аналитическим методам исследований твердых тел: Тез. докл. – Звенигород, 1989. – С. 155.
7. *Yakovleva T. Yu.* Micromodel presentation of the fatigue crack propagation process in  $\alpha$ -titanium // Механическая усталость металлов: Тр. Международ. коллокви. (Киев, 13 – 17 мая, 1991). – Киев: Ин-т пробл. прочности НАН Украины, 1992. – Т. 2. – С. 132 – 139.

8. *Матокхнюк Л. Е.* Ускоренные усталостные испытания высокочастотным нагружением. – Киев: Наук. думка, 1988. – 200 с.
9. *Лендарис Г., Стенли Г.* Метод дискретизации дифракционных картин для автоматического распознавания образов: Тр. Ин-та инж. по электронике и радиоэлектронике. – М., 1970. – Вып. 2. – С. 22.
10. *Коварский Н. Я., Юдина Л. А., Рудик Е. И. и др.* Исследование морфологии, структурных особенностей анизотропии микрорельефа поликристаллических электролитических осадков методами когерентной оптики // *Электрохимия*. – 1981. – Т. 27, вып. 4. – С. 569.
11. *Должиков С. В., Антонова Л. М., Ветрова Т. В.* Радиооптические методы исследования анизотропии высокодисперсных аморфных сред // *Стохастические методы исследования на физико-машинных комплексах магнитных пленок и фольг*. – Дальневосточный гос. ун-т, 1981. – С. 17 – 39.
12. *Yakovleva T. Yu., Matokhnyuk L. E.* Accumulation of fatigue damages in titanium alloys // *EUROMAT 97: 5th European Conf. on Advanced Materials Processes and Applications: Abstracts of papers*. – Maastricht, Netherland. – 1997. – P. 85.

Поступила 08. 06. 99