

PACS numbers: 61.05.J-, 61.66.Dk, 62.20.mt, 68.35.Gy, 81.20.Vj

Локальные деформации в окрестности трещины сварочного шва никелевого сплава, определённые с помощью Фурье-преобразования картин Кикучи

М. Д. Борча, А. В. Звягинцева*, В. М. Ткач**, К. А. Ющенко*,
С. В. Баловсяк, И. М. Фодчук, В. Ю. Хоменко

*Черновицкий национальный университет имени Юрия Федьковича,
ул. Коцюбинского, 2,
50012 Черновцы, Украина*

**Институт электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины,
ул. Боженко, 11,
03680, ГСП, Киев-150, Украина*

***Институт сверхтвёрдых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины
ул. Автозаводская, 2,
04074 Киев, Украина*

В работе исследованы образцы сварных соединений никелевых сплавов NiCrFe, содержащих трещины. Используя картины дифракции обратно отражённых электронов, полученные в сканирующем электронном микроскопе, определены деформации в локальных участках каждого образца в зависимости от расстояния до трещины, а также от распределения химических элементов, полученного с помощью рентгеноспектрального микроанализа.

У роботі досліджено зразки зварних з'єднань нікелевих стопів NiCrFe, що містять тріщини. Використовуючи картини дифракції відбитих електронів, одержані в сканувальному електронному мікроскопі, визначено деформації у локальних ділянках кожного зразка в залежності від відстані до тріщини, а також від розподілу хімічних елементів, одержаного за допомогою рентгеноспектрального мікроаналізу.

Samples of welded NiCrFe-alloys' joints with cracks are investigated. Strains are determined in local regions for each sample, depending on the distance from crack, using patterns of electrons' back-scattering diffraction obtained by scanning electron microscope as well as on the distribution of chemical elements obtained by X-ray microanalysis.

Ключевые слова: деформации, трещина, сварной шов, никелевый сплав,

дифракция отражённых электронов, линии Кикучи, Фурье-преобразование.

(Получено 27 сентября 2013 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

Сварочные материалы на основе никеля широко используются в разных агрессивных средах, в частности, в ядерной сварочной индустрии, поскольку им свойственна очень высокая стойкость к коррозии в агрессивных средах при высоких температурах [1, 2]. Введение хрома в никелевые сплавы (больше 15%) используют для обеспечения стойкости к процессам окисления и образования карбидов при температурах выше 760°C [1]. Кроме того, увеличение содержания хрома до 30% предотвращает возникновение трещин вследствие коррозионного растрескивания, например, под напряжением в водном теплоносителе первого контура ядерного реактора [2]. Высокую прочность никелевому сплаву обеспечивает добавление железа [1]. Однако сплавы типа Ni–Cr–Fe оказались восприимчивыми к образованию трещин из-за провала пластичности (Ductility Dip Cracking—DDC) [2, 3]. Установление причин и механизмов возникновения таких пластических деформаций вызывают дискуссии до настоящего времени [3–6].

В предложенной работе исследовано участки образца сварного соединения никелевого сплава в окрестности трещин, которые возникли в зоне термического влияния, соответствующего температурному интервалу провала пластичности [7]. Задача заключалась в установлении влияния распределения химических элементов, в том числе, углерода и кислорода (соединения которых в большинстве случаев вызывают появление трещин) и распределения деформаций в локальных участках образца на склонность к образованию трещин в зоне термического влияния сварного соединения. Для определения значений деформаций в локальных участках образцов наиболее подходящим оказался метод дифракции обратно отраженных электронов — метод Кикучи [8, 9]. Одновременно с получением картин Кикучи с помощью сканирующего электронного микроскопа выполнялся также рентгеновский микроанализ.

Изменения межплоскостных расстояний, обусловленные структурными нарушениями решетки, проявляются на картине Кикучи посредством изменения как расстояний между осями зон [9, 10], так и углов между полосами Кикучи [8]. Эту же информацию можно также получить из анализа изменения ширины [12] и интегральной интенсивности [13] профилей полос Кикучи. В последних двух случаях необходимо обеспечить высокую точность считывания профиля [10, 11]. Однако для исследуемых образцов профили

линий оказались размытыми настолько, что невозможно было точно определить положения минимума и максимума интенсивности. Поэтому в работе деформации определялись из анализа степени размытия картины дифракции электронов [14, 15]. Учитывая, что картины Кикучи получены в одинаковых условиях, то считается, что их размытие вызвано исключительно присутствием деформаций кристаллической решетки. Для определения степени размытия картины дифракции наиболее подходящим является двумерное преобразование Фурье. Экспрессность такого подхода и его интегральный характер существенно дополняют существующие методики определения деформаций из картин Кикучи и позволяют минимизировать субъективные факторы, возникающие при обработке изображений.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Экспериментальные исследования поверхности двух областей (А и Б) сварного шва никелевого сплава, каждая из которых содержала трещину, проводились с помощью сканирующего растрового электронного микроскопа фирмы «Zeiss» EVO-50 с использованием ССD-детектора, что позволило одновременно провести микроанализ элементного состава, получить катодолюминесцентные топограммы (рис. 1), карты разориентации зерен (рис. 2) и локализации напряжений (рис. 3), а также картины дифракции обратно отраженных электронов (картины Кикучи) (рис. 4) в локальных участках для каждой исследуемой области образца.

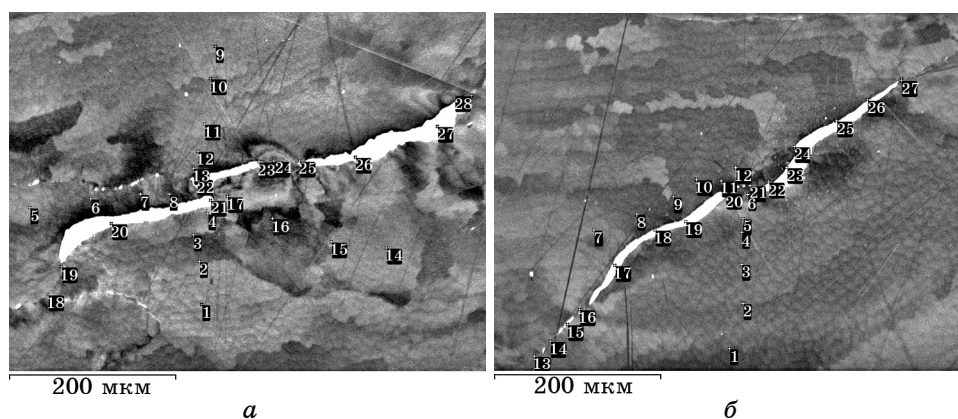


Рис. 1. Фрагменты (580×440 мкм) катодолюминесцентных изображений поверхности образца сварного шва никелевого сплава: область А (а), область Б (б). Маркерами указаны участки № 1–28, в которых получены картины Кикучи.

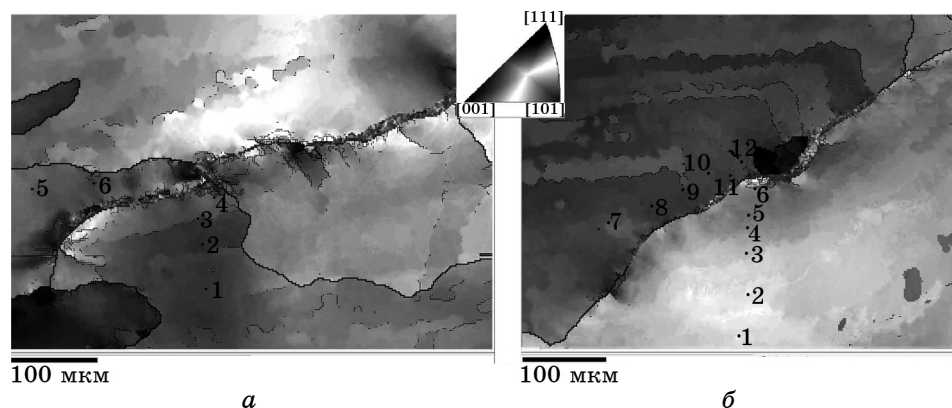


Рис. 2. Карта ориентации кристаллитов (обратная полюсная фигура): область А (а), область Б (б). Различная яркость соответствует различным ориентациям кристаллитов, схематически представленным на врезке посередине рисунка.

Полученные топографические карты и картины дифракции демонстрируют структурную неоднородность и кристаллическое несовершенство образца. Сравнение катодолюминесцентных топограмм и карт ориентации кристаллитов (рис. 2) показывает, что трещины сформированы вдоль границ раздела между кристаллитами. Существенную роль при этом играет степень текстурированности материала. Если для области Б трещина образована между зернами одной природы с почти одинаковой преобладающей ориентацией зерен, то для области А, наоборот, трещина образована между зернами разной кристаллографической ориентации. В первом случае картины Кикучи сняты в локальных областях образца, по сути, в пределах одного зерна (кристаллографическая ориентация которого близка к $[100]$) и, поэтому, здесь следует ждать меньшие по величине деформации. Для определения значений деформаций и их распределения по образцу, для каждого из пронумерованных участков получены картины Кикучи (рис. 2). В процессе получения дифракционных изображений использовался пучок электронов диаметром $\cong 40$ нм, падающий на поверхность кристалла под углом 70° [9, 10].

Экспериментальные картины Кикучи от разных участков одного и того же образца характеризуются разной степенью размытия дифракционных полос. Очевидно, что, чем больше деформации в определенном участке образца, тем более размытой является соответствующая картина Кикучи. Допускается, что сумма амплитуд пространственных частот двухмерного Фурье-преобразования картин Кикучи (степень размытия изображения) связана с распределением интенсивности по сечению полос Кикучи.

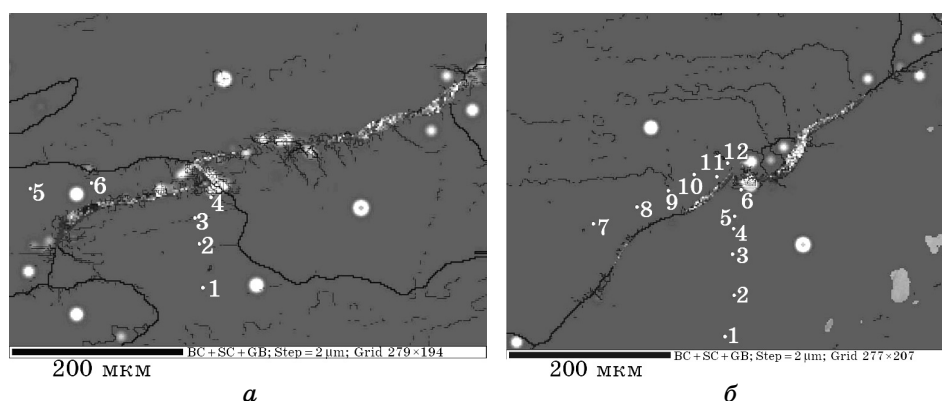


Рис. 3. Центры локализации напряжений: область А (а), область Б (б).

3. ФУРЬЕ-АНАЛИЗ КАРТИН КИКУЧИ

Различия картин Кикучи для разных участков образца (смещение и поворот одной относительно другой, масштаб, степень размытия линий и шумовая составляющая) (рис. 4) обусловлены не только структурной неоднородностью образца, но также инструментальной погрешностью. Для исключения последней, дифракционные картины проходили несколько этапов цифровой обработки изображений: для устранения высокочастотного шума на исходных изображениях проведено размытие (свертка) изображений по Гауссу со средним квадратичным отклонением $\sigma = 3$ пикселя; с целью нормирования всех изображений установлен одинаковый (максимальный) контраст (рис. 4).

Для количественного анализа степени размытия картин Кикучи в данной работе предлагается исследовать фурье-спектры соответствующих картин (рис. 3). Фурье-спектры изображений получены с помощью быстрого двумерного фурье-преобразования (FFT) в программной среде MatLab [16, 17].

Интенсивность каждого пикселя на картине Кикучи размером $M \times N$ пикселей описывается функцией $f(x, y)$, где $x = 0, 1, 2, \dots, M - 1$, $y = 0, 1, 2, \dots, N - 1$. Двухмерное прямое дискретное фурье-преобразование функции $f(x, y)$, которое обозначается выражением $F(u, v)$, описывается уравнением

$$F(u, v) = \sum_{x=0}^{M-1} \sum_{y=0}^{N-1} f(x, y) \exp\left(-2\pi i \left(\frac{ux}{M} + \frac{vy}{N}\right)\right), \quad (1)$$

где u, v — пространственные частоты, $F(u, v)$ — амплитуда соответствующей им гармоники, $u = -(M - 1)/2, \dots, -1, 0, 1, \dots, (M - 1)/2$ (для нечетных M), $u = -M/2, \dots, -1, 0, 1, \dots, M/2$ (для четных M), $v =$

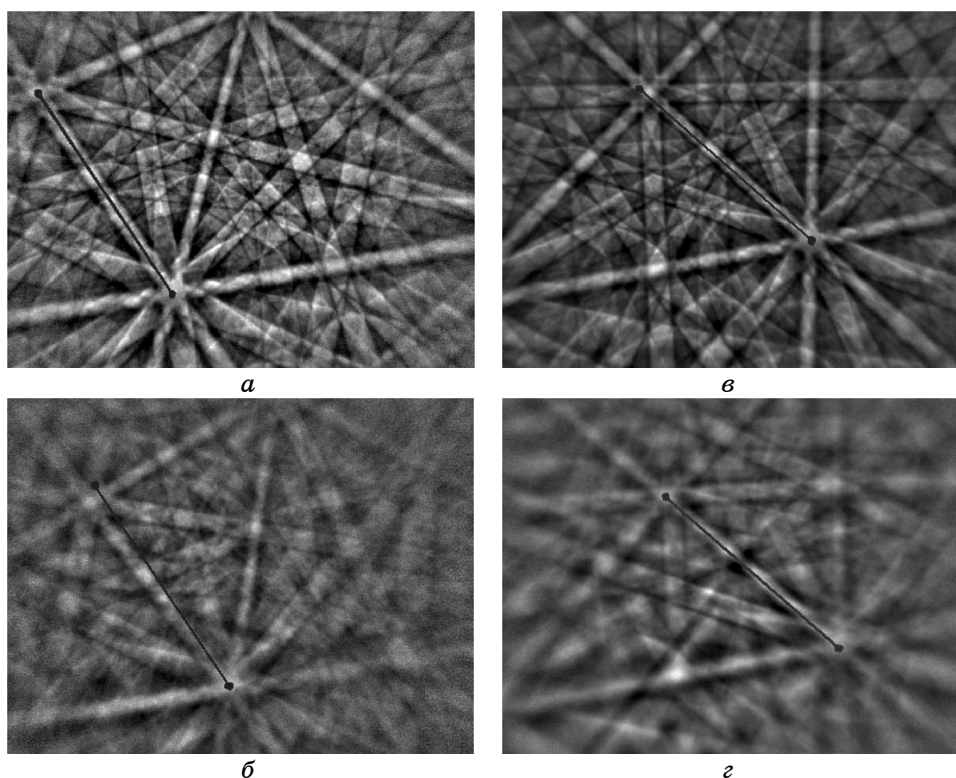


Рис. 4. Картины Кикучи, полученные от областей А (*а, б*) и Б (*в, г*): от участка № 1 (*а, в*), от участка № 5 (*б, г*), два одинаковых отрезка на разных картинах Кикучи демонстрируют относительное изменение масштаба и поворота картин для каждого образца.

$= -(N-1)/2, \dots, -1, 0, 1, \dots, (N-1)/2$ (для нечетных N), $v = -N/2, \dots, -1, 0, 1, \dots, N/2$ (для четных N).

Таким образом, на основании значений функции $f(x, y)$ в виде прямоугольной матрицы размером $M \times N$ вычисляются значения Фурье-спектра $F(u, v)$ в виде матрицы размером также $M \times N$. Для дальнейшей обработки фурье-спектры картин Кикучи представлены в логарифмическом масштабе, что позволяет обрабатывать составляющие спектра с незначительной амплитудой. Действительная составляющая амплитуды фурье-спектра получена по формуле:

$$F_R(u, v) = |\ln(F(u, v))|. \quad (2)$$

Рассчитанный спектр $F_R(u, v)$ можно визуализировать в виде изображения (рис. 5, *а*).

Центру фурье-спектра $F_R(u, v)$ соответствуют нулевые простран-

ственные частоты: $u = 0$, $v = 0$. Распределение интенсивности по сечениям линий Кикучи соответствует определенному диапазону частот (u, v) фурье-спектров, а значения интегральной интенсивности по сечению линии Кикучи — сумме амплитуд гармоник с соответствующими пространственными частотами. Чем больше размыта картина Кикучи, тем более слабой является центральная часть спектра, которая соответствует низким частотам и, соответственно, линиям Кикучи (а не шумовой составляющей).

Анализ параметров, характеризующих степень размытия S_F разных картин Кикучи, позволил установить зависимость S_F от величины ε на каждом участке образца. Очевидно, что чем больше ε , тем более размытой будет соответствующая картина Кикучи.

Сначала из двумерного фурье-спектра $F_R(u, v)$ получено угловое распределение амплитуды спектра $I(\alpha)$ (рис. 5, б) с помощью программы «Image_Indicatrix», разработанной в программной среде Borland Delphi. Алгоритм программы предусматривает визуализацию разных этапов цифровой обработки изображений и расчет параметров спектра. Далее радиальный спектр $A(r)$ рассчитывался как сумма значений амплитуд $F_R(u, v)$ для равноудаленных от центра фурье-спектра кругов радиусом $r = \text{int}([u^2 + v^2]^{1/2})$ [18]. Радиус r является радиальной пространственной частотой и принимает целочисленные значения $r = 0, 1, 2, \dots, Q$, где $Q = \min(u_{\max}, v_{\max})$. Суммарная амплитуда радиального спектра $A(r)$ определяется из соотношения:

$$A(r) = \sum_{k=0}^{4Q-1} F_R(u_k, v_k) = \sum_{k=0}^{4Q-1} F_R\left(\text{int}\left(r \cos\left(\frac{2\pi k}{4Q-1}\right)\right), \text{int}\left(r \sin\left(\frac{2\pi k}{4Q-1}\right)\right)\right). \quad (3)$$

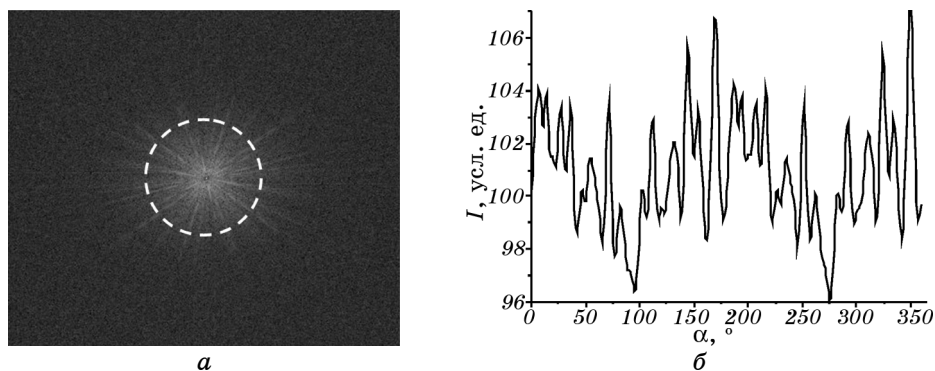


Рис. 5. Изображение фурье-преобразования картины Кикучи от участка 1 области А и угловое распределение (индикатриса) $I(\alpha)$ интенсивности фурье-спектра $F_R(u, v)$ по выделенной окружности.

Для исследования степени размытия картин Кикучи выбраны пространственные частоты r в интервале от 1 до 150, поскольку более высокие частоты соответствуют шуму.

На рисунке 6 приведены характерные радиальные спектры $A(r)$ для трех участков каждой области. Распределение интенсивности радиального спектра зависит от распределения интенсивности линий Кикучи, а соответственно, и от структурных параметров исследованной области кристалла. Диапазон пространственных частот от r_{\min} до r_{\max} , соответствующий именно линии Кикучи, определялся с учетом того, что пространственная частота r обратна периоду гармоник T в пространственной области

$$r = Q / T. \quad (4)$$

Минимальная пространственная частота r_{\min} соответствует максимальной ширине линии Кикучи T_{\max} , а максимальная r_{\max} — ширине экстремума линии T_{\min} :

$$r_{\min} = Q / T_{\max}, \quad (5)$$

$$r_{\max} = Q / T_{\min}, \quad (6)$$

T_{\max} и T_{\min} определялись из профилей интенсивности полос Кикучи. Картины Кикучи для всех участков имеют близкие значения пространственных частот:

$$T_{\max} = 77 \text{ пикселей}, r_{\min} \cong 10; T_{\min} = 8 \text{ пикселей}, r_{\max} \cong 100.$$

Степень размытия картин Кикучи S_F рассчитывалась как сумма амплитуд $A(r)$ гармоник для соответствующего диапазона про-

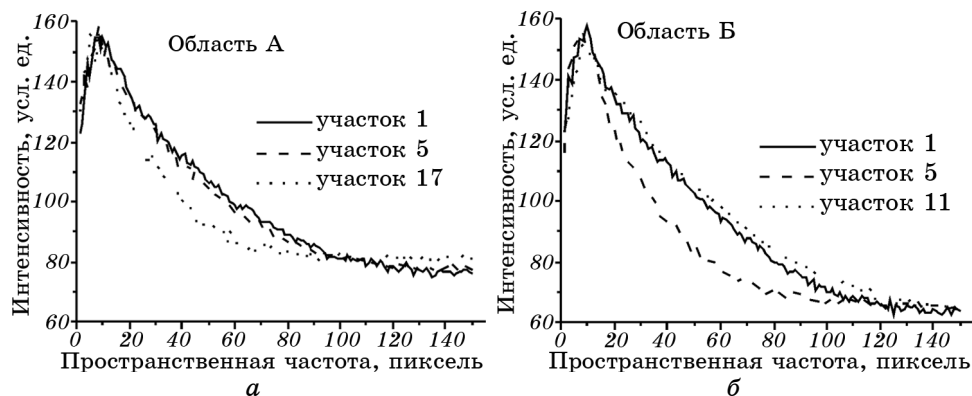


Рис. 6. Радиальное распределение амплитуд пространственных частот $A(r)$.

странственных частот ($r = 10-100$). Полученные значения S_F нормированы по амплитуде первой гармоники $A_N(1)$ N -го участка относительно амплитуды первой гармоники 1-го участка, что позволяет учитывать форму распределения амплитуд $A(r)$, а не их абсолютные значения:

$$S_F(N) = \frac{A_1(1)}{A_N(1)} \sum_{r=r_{\min}}^{r_{\max}} A_N(r), \quad (7)$$

где N — номер участка кристалла.

4. РЕЗУЛЬТАТЫ

В работах [13, 19] локальная деформация $\varepsilon_{hkl} = \Delta d_{hkl} / d_{hkl}$ (относительное изменение межплоскостного расстояния d_{hkl}) оценивалась с помощью площади под профилем интенсивности линии Кикучи и определялась соотношением $\ln(S_0/S)$, где S_0 — площадь под кривой распределения интенсивности по профилю линии Кикучи в области без деформации, а S — в деформированной области. Поскольку сумма S_F амплитуд гармоник для соответствующего диапазона пространственных частот фурье-преобразования картины Кикучи является аналогией площади S под кривой профиля интенсивности линии Кикучи, то деформацию можно определить с помощью такого же соотношения, как и в работе [19]:

$$\varepsilon = k \ln \left(\frac{S_{F0}}{S_F} \right), \quad (8)$$

где ε — среднее значение деформации для всех плоскостей hkl , которым соответствуют линии Кикучи, $k = 4,33 \cdot 10^{-3}$ — коэффициент, определенный из экспериментальной зависимости ε_{hkl} от $\ln(S_0/S)$ в работе [19], S_{F0} — среднее значение суммы амплитуд гармоник, S_F — в локальном участке образца. На рисунке 7 приведены значения ε в каждом участке обеих областей. В области Б величины ε существенно больше, чем в области А, что, по-видимому, связано с ее большей текстурированностью.

Простой функциональной связи между деформацией и расстоянием к трещине не наблюдается. Хотя для области А можно указать на выраженный экспоненциальный характер зависимости деформации от расстояния до трещины. Это можно объяснить тем, что по обе стороны трещины, выбранные участки принадлежат крупным зернам с определенной кристаллографической ориентацией, имеющим в зависимости от ориентации различные характеристики упругости и прочности при температурах провала (падения) пластичности [20] (рис.2).

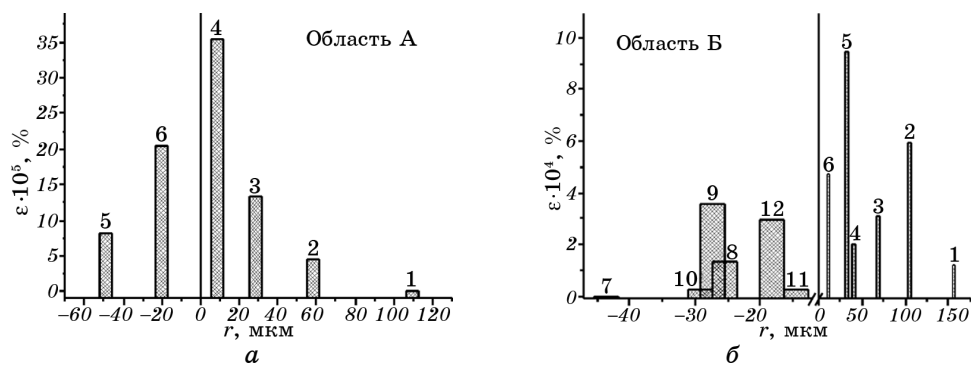


Рис. 7. Зависимость деформации от расстояния до трещины. Число над столбцом диаграммы соответствует номеру участка.

Для области Б распределение деформаций носит хаотический характер, что указывает на влияние особенностей структуры (рис. 8, б): небольшая разориентация кристаллических зерен, наличие малолугловых границ, которые могут способствовать скоплению при-

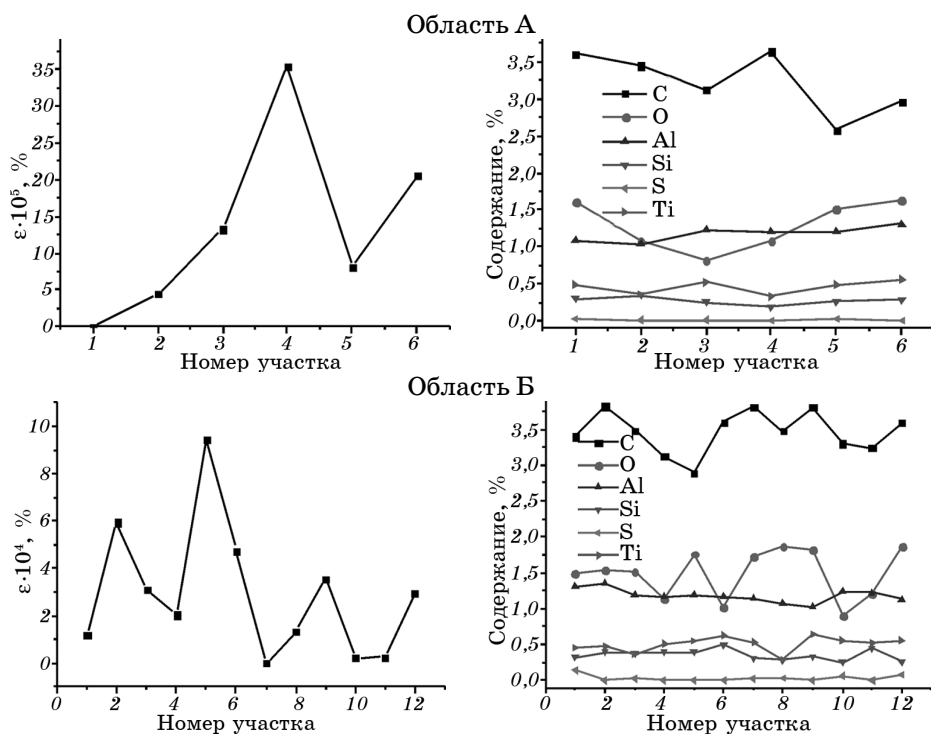


Рис. 8. Соответствие между деформацией и элементарным составом образца.

месей, особенно углерода и кислорода, и которые способствуют образованию преципитатов. Возможно, тут также играет роль степень аустенитности сплава (по аналогии к стали), которая в нашем случае определяется соотношением $K_a = (Cr + 1,5Si + 3Ti) / (Ni + 22C)$ [21], где Cr, Ni, и др. химические элементы входят в % (рис. 8). Для исследуемых участков степень аустенитности составляет от 0,21 до 0,25, а потенциальная склонность к образованию трещин проявляется при $K_a < 1,5$. Наибольшие значения деформаций соответствуют участкам, через которые проходят малоугловые границы: участки 3, 4, 6 для области А (рис.1, а и 2, а) и участки 2, 5, 9 и 12 для области Б (рис.1, б и 2, б).

Следует отметить, что для выяснения истинных причин образования трещин в исследуемом образце сварного шва никелевого сплава NiCrFe требуются дополнительные исследования.

5. ВЫВОДЫ

1. Использование комплекса экспериментальных методов исследования (дифракция обратно отраженных электронов, рентгеноспектральный микроанализ), реализуемых в сканирующем растровом электронном микроскопе «Zeiss» EVO-50 с использованием CCD-детектора, и методов цифровой обработки изображений, в т. ч. двумерного прямого дискретного Фурье-преобразования картин Кикучи, позволило определить деформации в локальных участках сварного шва никелевого сплава NiCrFe в окрестности двух трещин, которые возникли в зоне термического влияния.

2. Полученные экспериментальные картины Кикучи от разных участков одного и того же образца характеризуются разной степенью размытия дифракционных полос и чем больше деформации, тем более размытой является соответствующая картина Кикучи.

3. Определено распределение деформаций в нескольких участках зоны термического влияния образца в местах образования трещин. В области А зависимость деформации от расстояния имеет выраженный экспоненциальный характер, тогда как для области Б такая закономерность не прослеживается, что указывает на влияние особенностей структуры и наличие примесей, особенно углерода и кислорода, которые могут способствовать образованию преципитатов. Для исследуемых участков степень аустенитности составляет от 0,21 до 0,25. Наибольшие значения деформаций соответствуют локальным участкам, через которые проходят малоугловые границы.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. <http://www.nickel-alloys.net/>

2. J. N. DuPont, J. C. Lippold, and S. D. Kiser, *Welding Metallurgy and Weldability of Nickel-Base Alloys* (New Jersey: John Wiley & Sons: 2009).
3. К. А. Ющенко, В. С. Савченко, Н. О. Червяков, А. В. Звягинцева, *Автоматическая сварка*, № 5: 10 (2010).
4. N. E. Nissley and J. C. Lippold, *Welding Journal*, **87**, No. 10: 257 (2008).
5. J. C. Lippold and N. E. Nissley, *Hot Cracking Phenomena in Welds II* (Springer: 2008), p. 409.
6. N. E. Nissley and J. C. Lippold, *Welding Journal*, **88**, No. 6: 131 (2009).
7. К. А. Ющенко, В. С. Савченко, Н. О. Червяков, А. В. Звягинцева, В. Ю. Завидонов, *Надійність і довговічність машин і споруд*, **36**: 36 (2012).
8. T. B. Britton and A. J. Wilkinson, *Ultramicroscopy*, **114**: 82 (2012).
9. A. Wilkinson and B. Britton, *Materials Today*, **15**, No. 9: 366 (2012).
10. I. M. Fodchuk, V. M. Tkach, V. G. Ralchenko, A. P. Bolshakov, E. E. Ashkinazi, I. I. Vlasov, Y. D. Garabazhiv, S. V. Balovsyak, S. V. Tkach, and O. M. Kutsay, *Diamond and Related Materials*, **19**: 409 (2010).
11. I. Fodchuk, S. Balovsyak, M. Borcha, Ya. Garabazhiv, and V. Tkach, *Phys. Status Solidi A*, **208**, No. 11: 2591 (2011).
12. I. Fodchuk, S. Balovsyak, M. Borcha, Ya. Garabazhiv, and V. Tkach, *Semiconductor Physics, Quantum Electronics Optoelectronics*, **13**, No. 3: 262 (2010).
13. M. D. Borcha, S. V. Balovsyak, I. M. Fodchuk, V. Yu. Khomenko, and V. N. Tkach, *Journal of Superhard Materials*, **35**, Iss. 4: 220.
14. D. L. Davidson, *J. Mater. Sci. Lett.*, **1**, No. 6: 236 (1982).
15. Y. Yoshitomi, K. Ohta, J. Harase, and Y. Suga, *Textures and Microstructures*, **22**: 199 (1994).
16. Р. Гонсалес, Р. Вудс, *Цифровая обработка изображений* (Москва: Техносфера: 2005).
17. Р. Гонсалес, Р. Вудс, С. Эддинс, *Цифровая обработка изображений в среде MatLab* (Москва: Техносфера: 2006).
18. SPIP (Scanning Probe Image Processor, Процессор сканирования зондового изображения), www.ImageMet.com
19. Y. Sasaki, M. Igushi, and M. Hino, *Key Engineering Materials*, **326–328**: 237 (2006).
20. Е. Р. Голубовский, И. Л. Светлов, *Доклады международной научно-технической конференции «Динамика, прочность и ресурс машин и конструкций» (1–4 ноября 2005 г.)* (Киев: 2005), т. 1, с. 96.
21. *Европейский стандарт EN 1011-2: 2001 «Рекомендации по сварке металлических материалов».*