Владимиров А.П., Поносов Ю.С. Применение динамики спеклов и комбинационного рассеяния света для изучения особенностей разрушения трубной стали при многоцикловой усталости // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. – 2018. – № 3. – С. 138–146. DOI: 10.15593/perm.mech/2018.3.13

Vladimirov A.P., Ponosov Yu.S. Application of speckle dynamics and Raman light scattering to study the fracture features of pipe steel at high-cycle fatigue. *PNRPU Mechanics Bulletin*, 2018, no. 3, pp. 138-146. DOI: 10.15593/perm.mech/2018.3.13



ВЕСТНИК ПНИПУ. МЕХАНИКА № 3, 2018 PNRPU MECHANICS BULLETIN

http://vestnik.pstu.ru/mechanics/about/inf/



DOI: 10.15593/perm.mech/2018.3.13 УДК 620.169.1+535.415

ПРИМЕНЕНИЕ ДИНАМИКИ СПЕКЛОВ И КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ СВЕТА ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ОСОБЕННОСТЕЙ РАЗРУШЕНИЯ ТРУБНОЙ СТАЛИ ПРИ МНОГОЦИКЛОВОЙ УСТАЛОСТИ

А.П. Владимиров^{1,3}, Ю.С. Поносов^{2,3}

¹Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург, Россия ²Институт физики металлов Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург, Россия ³Уральский федеральный университет, Екатеринбург, Россия

О СТАТЬЕ

Получена: 03 июля 2018 г. Принята: 25 сентября 2018 г. Опубликована: 08 октября 2018 г.

Ключевые слова:

трубная сталь, многоцикловая усталость, зарождение трещины, спеклы, динамика спеклов, комбинационное рассеяние света, коагуляция карбидов, трещина, зона пластичности.

аннотация

Несмотря на длительную историю исследований и большое число публикаций, в настоящее время отсутствуют методы оценки и расчета остаточного ресурса элементов конструкций при их многоцикловой усталости, которые удовлетворяли бы требованиям инженерной практики. В связи с этим возрастает роль физических методов, позволяющих регистрировать особенности накопления локальных усталостных повреждений без остановки эксплуатации или испытания различных объектов на усталость. В статье для изучения зарождения усталостной трещины использованы два лазерных метода. Ранее, после испытания на многоцикловую усталость полированного стального образца с надрезом типа Шарпи, были обнаружены две зоны разных размеров с разной шероховатостью, расположенные вблизи надреза. Первая зона размером 50×100 мкм располагалась непосредственно на вершине надреза. Она состояла из неоднородностей диаметром до 10 мкм и высотой порядка 100 нм. В центре зоны была обнаружена макротрещина. Вторая зона диаметром 500-700 мкм имела вид ямки (утяжки) глубиной порядка 1 мкм. Ее центр располагался на расстоянии 250-300 мкм от вершины надреза. Целью работы являлись определение состава неоднородностей в малой зоне и последовательности возникновения двух зон. Методом микроскопии комбинационного рассеяния света показано, что неоднородности являются кусочками карбида железа. Особенности изменения спекловых изображений показали, что формирование двух зон начинается практически одновременно. После зарождения макротрещины длиной около 100 мкм начинает формироваться новая зона пластичности на ее вершине. Обсуждаются возможные механизмы формирования двух зон. Рассматриваются недостатки спеклового метода и направления дальнейших исследований.

© ПНИПУ

© Владимиров Александр Петрович – д.т.н., с.н.с., e-mail: vap52@bk.ru, ORCID: <u>0000-0003-1653-0738</u>. Поносов Юрий Сергеевич – к.ф.-м.н., с.н.с., e-mail: ponosov@imp.uran.ru, ORCID: <u>0000-0001-5643-966X</u>.

Aleksander P. Vladimirov – Doctor of Technical Sciences, Senior Researcher, e-mail: vap52@bk.ru, ORCID: 0000-0003-1653-0738.

Yuri S. Ponosov – CSc in Physical and Mathematical Sciences, Senior Researcher, e-mail: ponosov@imp.uran.ru, ORCID: 0000-0001-5643-966X.





Эта статья доступна в соответствии с условиями лицензии Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License (СС ВУ-NC 4.0)

This work is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License (CC BY-NC 4.0)

APPLICATION OF SPECKLE DYNAMICS AND RAMAN LIGHT SCATTERING TO STUDY THE FRACTURE FEATURES OF PIPE STEEL AT HIGH-CYCLE FATIGUE

A.P. Vladimirov^{1,3}, Yu.S. Ponosov^{2,3}

 ¹Institute of Engineering Science of the Ural branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg, Russian Federation
 ²Institute of Metal Physics of the Ural branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg, Russian Federation
 ³Ural Federal University, Yekaterinburg, Russian Federation

ARTICLE INFO

ABSTRACT

Received: 03 July 2018 Accepted: 25 September 2018 Published: 08 October 2018

Keywords:

pipe steel, high cycle fatigue, crack nucleation, speckles, speckles dynamics, Raman scattering, coagulation of carbides, fracture, ductility zone.

Despite a long history of research and a large number of publications, currently there are no methods for assessing and calculating the residual life of structural elements with their multi-cycle fatigue that would meet the requirements of engineering practice. In this regard, the role of physical methods to record the features of accumulation of local fatigue damage without stopping the operation or testing of various objects for fatigue increases. In the article two laser methods are used to study the origin of fatigue crack. Earlier, after testing for high-cycle fatigue of polished steel specimen with a Charpy notch, two zones of different sizes with different roughness were found near the notch. The first zone of 50×100 µm was located directly on the top of the notch. It consisted of inhomogeneities up to 10 µm in diameter and about 100 nm in height. In the center of the zone a macro-crack was discovered. The second zone with a diameter of 500-700 microns had a form of a hole (tie) with a depth of about 1 micron. Its center was located at a distance of 250-300 microns from the top of the notch. The aim of the work was to determine the formulation of inhomogeneities in a small zone and the sequence of the two zones' occurrence. By using Raman microscopy, it is shown that the inhomogeneities are pieces of iron carbide. By the peculiarities of speckle image changes it is shown that the formation of two zones begins almost simultaneously. After the origination of a macro crack with a length of about 100 microns, a new plasticity zone at its top begins to form. Possible formation mechanisms of two zones are discussed. The disadvantages of the speckle method and the direction of further research are considered.

© PNRPU

Введение

Несмотря на длительную историю исследований [1-7] и большое число публикаций [8, 9], в настоящее время отсутствуют методы оценки и расчета остаточного ресурса элементов конструкций при их многоцикловой усталости, которые удовлетворяли бы требованиям инженерной практики [9, 10]. В связи с этим возрастает роль новых физических методов, позволяющих регистрировать особенности накопления локальных усталостных повреждений без остановки эксплуатации или испытания различных объектов на усталость. Анализ исследований [11–15], посвященных разработке таких методов, показывает, что при их использовании на практике возникают большие методические трудности. Сразу после создания лазеров и обнаружения пятнистой или спекловой структуры рассеянного излучения спеклы были использованы для изучения усталостных явлений [16-18]. Однако из-за большой трудоемкости методик и немонотонного изменения регистрируемых сигналов они не нашли широкого применения.

В работах [19–21] было показано, что указанные недостатки спекловых методов можно преодолеть при использовании усредненных во времени спеклов. Теоретическое и метрологическое обоснование метода

опубликовано в статьях [22, 23]. Суть метода заключается в выборе времени экспонирования телекамеры, формирующей изображение, кратного периоду циклических деформаций. Если на поверхности отражающего или внутри прозрачного объекта отсутствуют необратимые процессы, то картина усредненных спекловых изображений остается постоянной. Если же в области размером порядка 10 мкм возникают необратимые процессы, изменяющие разность оптических путей зондирующих волн на 1 нм и более, то в сопряженной области в результате интерференции многих волн картина спеклов меняется. Метод позволяет визуализировать области, где возникают необратимые процессы, контролировать изменение их размера, фиксировать старт макротрещины, а по приращению зоны пластических деформаций определять скорость ее движения. Согласно [22, 23], количественные измерения можно проводить по формуле, связывающей коэффициент корреляции фрагмента спеклового изображения η со средним значением $\langle \Delta u \rangle$, дисперсией $\sigma_{\Delta u}^2$ и временем корреляции (релаксации) $\tau_{\Lambda u}$ разности оптических путей Δu пар волн, возникшей в результате необратимых процессов. Для отражающего объекта $\Delta u = \Delta \vec{u} \left(l_s + l \right),$ где $\Delta \vec{u} (\Delta u_x, \Delta u_y, \Delta u_z)$ – вектор относительного перемещения двух точек, расположенных на противоположных концах области диаметром Δx . Величина Δx равна линейному разрешению линзы, а единичные векторы \vec{l}_s и \vec{l} направлены от центра области к источнику когерентного излучения и к центру объектива телекамеры соответственно. Отметим, что величины $\langle \Delta u \rangle$, $\sigma_{\Delta u}^2$, $\tau_{\Delta u}$ определяются усреднением как по времени, так и по области, сопряженной с фрагментом спеклового изображения. Для одновременного определения указанных величин нужно проводить эксперимент с многоракурсным освещением (наблюдением) объекта или использовать несколько лазеров с разными длинами волн.

В указанных выше работах [19–21, 23] объектами исследования были призматические образцы из трубной стали 09Г2С с надрезом типа Шарпи, которые испытывали трехточечным изгибом в условиях многоцикловой усталости. При сопоставлении величины η с трехмерными профилями полированных образцов было обнаружено, что в процессе инициирования трещины вблизи вершины надреза возникают две зоны. Первая меньшая зона размером около 50–100 мкм состояла из неоднородностей диаметром до 10 мкм и высотой в сотни нм. В центре этой зоны была обнаружена макроскопическая трещина. Вторая зона большего диаметра (сотни мкм) имела вид ямки глубиной порядка 1 мкм. Было неясно, что представляют собой указанные неоднородности, а также в какой последовательности возникают две зоны. Целью данной работы было выявление вещества, из которого состоят неоднородности, а также определение последовательности возникновения двух зон вблизи надреза при испытании образца на многоцикловую усталость. Получение указанных сведений актуально для разработки физических моделей усталостного разрушения материалов.

1. Образцы и техника эксперимента

Объектами исследования были призматические образцы с надрезом типа Шарпи (рис. 1), изготовленные из трубной стали 09Г2С. Ниже дан химический состав стали:

Химический элемент	Количество, %
Азот (N)	не более 0,008
Кремний (Si)	0,5–0,8
Марганец (Мп)	1,3–1,7
Медь (Cu)	не более 0,30
Мышьяк (As)	не более 0,08
Никель (Ni)	не более 0,30
Cepa (S)	не более 0,040
Углерод (С)	не более 0,12
Фосфор (Р)	не более 0,035
Хром (Сг)	не более 0,30



Рис. 1. Форма образца, его размеры и схема нагружения Fig. 1. The shape of the specimen, its sizes and loading scheme

После тонкой шлифовки образцы отжигались в вакууме при температуре 400 °С, затем освещаемая лазером поверхность подвергалась полировке. Параметр шероховатости R_a после полировки равнялся 1–50 нм. После отжига образцы имели следующие механические свойства: модуль Юнга 2,1×10⁵ МПа, плотность 7850 кг/м³, предел текучести $\sigma_{0,2} = 205$ МПа, $\sigma_{\rm B} = 410$ МПа.

Для регистрации усредненных во времени спекловых изображений использовали оптическую систему, показанную на рис. 2, которая располагалась либо на платформе испытательной машины, либо на столике рядом с ней. Направления освещения и наблюдения были симметричными относительно нормали поверхности. Объект освещали пучком от лазерного модуля типа KLM-H650-40-5 с длиной волны $\lambda = 0,65$ мкм и мощностью 40 мВт. Увеличение, создаваемое линзой, равнялось 0,51, а линейное разрешение линзы Δx составляло 16 мкм. В экспериментах использовалась монохромная телекамера ВИДЕОСКАН-415М-USB с матрицей, содержащей 782×582 фотоэлемента размером 8,3×8,3 мкм. Для периодических деформаций применялась машина резонансного типа MIKROTRON фирмы RUMUL. Время усреднения спеклов to равнялось 50 циклам нагружения. По кадрам спекловых изображений, взятым в разные моменты времени, с помощью специального программного обеспечения [24] по методике, изложенной в работах [20-23], находили коэффициенты корреляции η выделенных фрагментов спекловых изображений. Профили поверхности до и после испытания объектов регистрировали оптическим профилометром WYKO NT-1100. Для изучения структурных изменений в стали использовали микроскопию комбинационного рассеяния света. Спектры комбинационного рассеяния были сформированы лазерной линией 532 нм (2.33 eV) со средней мощностью 5 мВт, путем фокусировки на образец 50 кратным объективом с численной апертурой 0,55. Рассеянное излучение регистрировали микроспектрометром RM1000 фирмы Renishaw, снабженным термоохлаждаемым ПЗС детектором.



Рис. 2. Схема оптической установки: 1 – лазерный модуль; 2 – освещающее излучение; 3 – матовое стекло; 4 – образец; 5 – линза с диафрагмой; 6 – матрица фотоэлементов телекамеры

Fig. 2. The scheme of the optical setup: 1 – is a laser module;
2 – is an illuminating radiation; 3 – is a mat glass;
4 – is a specimen; 5 – is a lens with a diaphragm;
6 – is a matrix of the camera's photoelectric cell







Испытание на усталость было проведено при амплитуде цикла, равной 0,9 кН, коэффициент ассиметрии цикла был равен 0,1, частота усталостного нагружения была около 100 Гц. После 62729 циклов опыт был остановлен для регистрации профилей поверхности и спектров комбинационного рассеяния света. Затем испытания были продолжены до зарождения и старта трещины при 115431 циклах. Старт макротрещины контролировали по изменению резонансной частоты системы машина-образец. На рис. 3 приведены три трехмерных профиля поверхности вблизи надреза: а) до испытания на усталость, б) при 62729 циклах нагружения и в) после завершения испытания (115431 циклов). На рис. 3, в хорошо видны игольчатые выступы высотой порядка 100 нм и утяжка размером около 200 мкм. В центре участка, содержащего выступы, располагалась макротрещина. На рис. 4 приведены типичные спектры комбинационного рассеяния света. Спектры типа 1 (см. рис. 4) были получены нами до испытания на усталость на месте появления трещины, там же при 62729 циклах нагружения и после 115431 циклов вдали от трещины. Спектры типа 2 (см. рис. 4) соответствовали участкам с шипами рядом с трещиной. Данный спектр с фотонной линией на частоте 670 см⁻¹ совпадает со спектром карбида Fe₃C, который был подтвержден измерениями на синтезированном образце этого карбида.



Рис. 3. Трехмерные профили поверхности: а – перед испытанием на усталость; б – после 62 729 циклов нагружения; в – после испытания на усталость Fig. 3. 3D profiles of the surface: a – is before fatigue tests; b – is after 62 729 loading cycles; c – is after fatigue tests







Рис. 5. Изображение участка поверхности с трещиной: а – изображение под микроскопом; б – картина с наложенными значениями пиков комбинационного рассеяния Fig. 5. The image of the surface with a crack: the left image shows an image under the microscope, the right image shows the overlapped values of Raman scattering peaks



Рис. 6. Зависимости $\eta(N)$ для четырех фрагментов спекловых изображений, соответствующих: 1 - центру утяжки; 2 - склону утяжки; 3 – вершине надреза; 4 – участку вдали от надреза

Fig. 6. Relations of $\eta(N)$ for four fragments of speckle images corresponding to: 1 – the contraction center; 2 – the contraction slope; 3 - the top of the notch; 4 - the section far from the notch

На рис. 5, а приведено увеличенное изображение участка с усталостной трещиной, более темные места соответствуют неоднородностям высотой порядка 100 нм. На рис. 5, б справа показан тот же участок, на который наложены значения пиков комбинационного рассеяния в относительных единицах. Более ярким участкам соответствует более сильное рассеяние. Как видно из рисунка, наиболее сильное рассеяние приходится на выступы поверхности.

На рис. 6 приведены зависимости η от числа циклов нагружения N для разных фрагментов изображения поверхности. Величину η находили по фрагменту в 3×3 пикселей. График 1 соответствует центру утяжки, где впоследствии возникли игольчатые шипы, зависимость 2 соответствует участку утяжки вне зоны, содержащей шипы, график 3 соответствует участку непосредственно на вершине надреза. Этот участок находился вне утяжки, но в зоне, содержащей кусочки карбида железа.

3. Обсуждение

В принятой нами системе координат (см. рис. 1) для компонентов единичных векторов \vec{l}_s и \vec{l} имеем $l_{sx} = -l_x$, $l_{sy} = l_y = 0$, $l_{sz} = l_z = 0,98$. Тогда по формуле $\Delta u = \Delta \vec{u} \left(\vec{l}_s + \vec{l} \right)^{\dagger}$ для величины Δu получаем, что $\Delta u = 1,96 \times \Delta u_z$. Таким образом, в общем случае зависимость η от числа циклов N в интегральной форме характеризует изменение фрагмента спеклового изображения при изменении среднего значения, дисперсии и времени релаксации относительных перемещений Δu_z на базе $\Delta x = 16$ мкм. Время усреднения спеклового изображения (≅ 0,5 с) было взято большим времени релаксации $\tau_{\Delta u}$ величины Δu_z для стали (0,1–0,3 с), найденной ранее [25]. В этом случае η зависит только от двух параметров – среднего значения $\langle \Delta u_z \rangle$ и дисперсии $\sigma_{\Delta u}^2$ величины Δu_z , изменившихся в результате необратимых процессов на стадии зарождения трещины.

Ранее в работе [23] были выявлены два участка размером около 50 мкм в окрестности надреза типа Шарпи, в которых значения $\langle \Delta u_z \rangle$ были равны нулю. Первый участок располагался вне утяжки на самой вершине надреза, а второй – в центре надреза. На этих участках в работе [20] и в настоящей работе после остановки опыта были обнаружены выступы из кусочков карбида железа. На рис. 6 зависимости 1 и 3 соответствуют участкам в центре утяжки и на вершине надреза. Таким образом, они характеризуют изменения яркости спеклов, обусловленные постепенным хаотическим изменением рельефа в процессе коагуляции частиц карбида железа. Согласно [23], при $\langle \Delta u_z \rangle = 0$ связь между изменением параметра шероховатости R_a и коэффициентом η определяется формулой $R_a \simeq 0.8\lambda \sqrt{-2\ln \eta} / \left[2\pi (l_{sz} + l_z) \right].$ Отметим, что было найдено хорошее совпадение значений *R*_a, найденных по величине η и профилометром.

Зависимость 2 на рис. 6 соответствует участку, расположенному на склоне утяжки вне зоны, содержащей частички карбида железа. Измерения на сканирующем атомно-силовом микроскопе показали, что на подобных участках изменения параметра R_a (следовательно, и значения $\sigma_{\Delta u_{-}}^{2}$) малы. Так, на участке размером 15×60 мкм, охватывающем 26 зерен, величина R_a изменялась с 3,4 до 5,7 нм. Эти значения меньше предельной чувствительности спеклового метода по отношению к R_a, равной в настоящее время 7,5 нм. Регистрация профиля поверхности вдоль линии длиной 50 мкм, проходящей через 6 зерен, показала что в пяти зернах относительное изменение высоты рельефа составляет несколько нанометров. В одном зерне было обнаружено изменение высоты на 20 нм, однако первоначальные мелкомасштабные особенности рельефа сохранились. Не было обнаружено резких перепадов высоты, характерных при возникновении устойчивых полос скольжения, экструзий и интрузий. Следовательно, изменения величины η на фрагменте спеклового изображения, соответствующего склону утяжки, определяются макроскопическим изменением наклона поверхности, возникающего вследствие пластической деформации материала. Согласно [23], при $\sigma^2_{\Delta u_z} \cong 0$ величина η зависит от $\langle \Delta u_z \rangle$ по закону косинуса. Формула для изменения тангенса угла наклона поверхности $\Delta \gamma = \langle \Delta u_z \rangle / \Delta x$ имеет следующий вид: $\Delta \gamma = \{\lambda / [\Delta x \times 4\pi (l_x + l_z)] \times \operatorname{arccor}(\eta),$ или $\Delta \gamma = = 0.0033 \times \arccos(\eta)$. По этой формуле уменьшению величины η на графике 2 примерно до -0,2 соответствует $\Delta \gamma = 6 \times 10^{-3}$. Отметим также, что в работе [23] было показано хорошее совпадение значений $\Delta \gamma$, найденных по профилю поверхности и по значению η.

Таким образом, проведенное обсуждение зависимостей $\eta(N)$ на рис. 6 позволяет утверждать, что формирование утяжки и существенное изменение рельефа в ее центре начались практически одновременно после 77 000. Ранее в работе [20] было показано, что в момент образования трещины на фрагменте изображения, соответствующем участку вне утяжки, величина у уменьшается с единицы до 0,7-0,8. Пусть для определенности критерием образования трещины является достижение величиной η значения 0,8. Тогда из рис. 6 следует, что в центре утяжки трещина возникла приблизительно при 90 000 циклах, на вершине надреза - при 97 000 циклах. Анализ распределения величины η показал также, что после инициализации трещины длиной порядка 100 мкм на ее вершине начинает формироваться новая зона пластичности, размер которой на порядок больше размера утяжки.

Пока не ясно, каковы механизмы формирования утяжки и частиц карбида железа. Поскольку элементы материала в пределах утяжки подвержены пластическому повороту с малыми изменениями рельефа, то возможным механизмом ее формирования может быть возникновение ротационных типов пластической деформации. Они протекают без возникновения линий скольжения, экструзий и интрузий. Считается, что в результате появления и движения особых дефектов частичных дисклинаций, на разных масштабных уровнях возникают деформационные вихри, которые проходят через зерна поликристалла без нарушения их структуры. Детально теории пластических ротаций в монокристаллах и поликристаллах рассмотрены в работах [26, 27]. Что касается обнаруженных частичек карбида железа, то в литературе имеются сведения об условиях их коагуляции. Известно, что в стали 09Г2С карбид железа находится в перлите, состоящем из чередующихся пластинок Fe₃C (цементит) типичной толщиной 0,05 мкм и слоев α- железа (толщина 0,13 мкм) [28]. Согласно [29, 30], при пластических деформациях углерод из цементита легко диффундирует в α-железо, происходит распад и фрагментация цементита. Далее коагуляция Fe₃C возможна, если температура среды на вершине надреза увеличится до ≅ 400-500 °C, например, за счет возникновения сильных периодических сжимающих напряжений. Последние могут возникнуть, если на вершине надреза, на пике растягивающих напряжений, возникнут локальные несовместные пластические деформации элементов материала. Тогда при полной разгрузке образца на вершине надреза появятся сжимающие напряжения, а на некотором расстоянии от нее – растягивающие напряжения. Таким образом, на вершине надреза может возникнуть участок, периодически деформируемый в условиях сжатия-сжатия, а на некотором расстоянии - в условиях растяжениерастяжение. По мере увеличения температуры на первом участке возможна коагуляция карбида железа, а вокруг второго участка может формироваться утяжка. Отметим, что сведения об увеличении температуры выше 400°С при усталости в литературе имеются. Так, в работе [31] оно было зафиксировано по рекристаллизации чистого алюминия на линиях сдвига, а в статье [32] в стальных образцах с помощью фоторезистора, чувствительного к инфракрасному излучению.

Авторы отдают себе отчет в том, что могут быть и другие объяснения обнаруженных явлений. Для оценки корректности приведенных выше гипотез необходимы дальнейшие исследования.

На данный момент недостатком рассмотренной спекловой методики является возможность контроля над изменением среднего значения, дисперсии и времени релаксации лишь одной компоненты вектора $\Delta \vec{u}$. Изучение эволюции параметров, соответствующих другим компонентам вектора $\Delta \vec{u}$, возможно при использовании нескольких телекамер при разных ракурсах наблюдения. Подобная модернизация метода может быть также предметом дальнейших исследований.

Проведенный опыт показал, что комбинационное рассеяния света может быть использовано для бесконтактного выявления локальных областей вблизи острых концентратов напряжений, где в результате фазовых превращений возникают хрупкие частицы, разрушающиеся при относительно малых периодических деформациях материала.

Выводы

Таким образом, на основе данных, полученных при усталостных испытаниях трехточечным изгибом призматического стального образца с надрезом типа Шарпи, изготовленного из сплава 09Г2С, можно сделать следующие выводы:

 Показано, что в процессе испытания на усталость вблизи надреза возникла утяжка диаметром около 200 мкм с центром, расположенном примерно на расстоянии 100 мкм. Между центром утяжки и вершиной сформировалась узкая зона, состоящая из неоднородностей размером до 10 мкм и высотой порядка 100 нм, в середине зоны образовалась макроскопическая трещина.

 По изменению усредненных во времени спекловых изображений установлено, что формирование зоны с неоднородностями и утяжки начинаются практически одновременно.

3. Методом комбинационного рассеяния света показано, что неоднородности являются частицами карбида железа.

 Продемонстрировано, что комбинационное рассеяние света можно использовать для обнаружения фазовых превращений, которые могут быть опасными

Библиографический список

1. Гаф Г.Дж. Усталость металлов. – М., Л: Гл. ред. лит. по черн. металлургии, 1935. – 304 с.

2. Усталость металлов: сб. ст. / под ред. Г.В. Ужика. – М.: Изд-во иностр. лит., 1961. – 378 с.

3. Иванова В.С, Терентьев В.Ф. Природа усталости металлов. – М.: Металлургия, 1975. – 456 с.

4. Романов А.Н. Разрушение при малоцикловом наружении. – М.: Наука, 1988. – 282 с.

5. Терентьев В.Ф. Усталость металлических материалов. – М.: Наука, 2002. – 248 с.

6. Ellyin F. Fatigue damage, crack growth and life pregiction. – London: Capman and Hall, 1997. – 483 p.

7. Taylor D. The theory of critical distances. – Amsterdam: Elsevier, 2007. – 307 p.

8. Manson S.S. Fatigue: A complex subject – some simple approximations. The William M. Murray Lecture // Exp. Mech. – 1965. – Vol. 5. – No. 7. – P. 193–226.

9. Schijve J. Fatigue of structures and materials in the 20^{th} century and the state of art // Int. J. Fatigue. – 2003. – Vol. 25. – No. 8. – P. 679–702.

10. Новиков И.И., Ермишин В.А. Физическая механика реальных материалов. – М.: Наука, 2004. – 328 с.

11. Магнитные методы оценки упругой и пластической деформации при циклическом нагружении сталей / Э.С. Горкунов [и др.] // Diagnostics, Resource and Mechanics of Materials and Structures. – 2015. – Iss. 2. – Р. 6–15.

12. Тупикин Д.А. Термоэлектрический метод контроля усталостных явлений // Контроль. Диагностика. – 2003. – № 11. – С. 53–61. с точки зрения охрупчивания материала и его разрушения.

Благодарности

Авторы благодарят И.С. Каманцева, Н.А. Друкаренко, И.А. Тихонову за помощь при подготовке образца и за проведение испытания на усталость. Работа была проведена на оборудовании центров коллективного пользования «Пластометирия» ИМАШ УрО РАН и «Наноматериалы и нанотехнологии» УрФУ при частичном финансировании грантом РФФИ № 16-08-01077_а и актом 211 Правительства Российской Федерации, соглашение № 02.А03.21.0006

Acknowledgements

The authors thank I. S. Kamentsev, N.. Drukarenko, I. Tikhonova for help with sample preparation and fatigue testing. The work was carried out on the equipment of centers for collective use "Plastometry" of Institute of Engineering Science of Ural Branch of RAS and "Nanomaterials and Nanotechnology" of Ural Federal University with partial funding RFBR grant № 16-08-01077_a and act 211 of Government of the Russian Federation, agreement No. 02.A03.21.0006.

13. Игнатович, В.Н. Шмаров, С.С. Юцкевич С.Р. Особенности формирования деформационного рельефа на поверхности сплава Д16АТ при усталости // Авиационно-космическая техника и технология. – 2009. – Т. 67, № 10. – С. 132–135.

14. Ермишкин В.А., Мурат Д.П., Подбельский В.В. Применение фотометрического анализа структурных изображений для оценки сопротивления усталостному разрушению // Автоматизация и современные технологии. – 2008. – № 2. – С. 11–21.

15. Плехов О.А., Пантелеев И.А., Леонтьев В.А. Особенности выделения тепла и генерации сигналов акустической эмиссии при циклическом деформировании армко-железа // Физическая мезомеханика. – 2009. – Т. 12, № 5. – С. 37–43.

16. Маром Е. Голографическая корреляция // Голографические неразрушающие исследования. – М.: Машиностроение, 1979. – С. 164–194.

17. Marom E., Muller R.K. Optical correlation for impending fatigue failure detection // Intern. Journ. of Nondestructive Testing. – 1971. – Vol. 3. – P. 171–187.

18. Козубенко В.П., Потиченко В.А., Бородин Ю.С. Исследование усталости металлов спекл-корреляционным методом // Проблемы прочности. – 1989. – № 7. – С. 103–107.

19. Каманцев И.С., Владимиров А.П., Бородин Е.М. Исследование процессов зарождения трещин при многоцикловой усталости трубной стали 09Г2С с использованием метода спекл-интерферометрии // Вестник ТГУ. – 2013. – Т. 18. – Вып. 4. – С. 1881–1882.

20. Изучение процесса зарождения усталостной трещины по изменению рельефа поверхности образца и ее спекловых изображений / А. П. Владимиров [и др.] // Деформация и разрушение материалов. – 2015. – № 1. – С. 21–26. 21. Использование динамической спекл-интерферометрии для бесконтактной диагностики зарождения усталостной трещины и определения скорости ее роста / А.П. Владимиров [и др.] // ЖТФ. – 2016. – Т. 86. – Вып. 4. – С. 85–90.

22. Vladimirov A.P. Dynamic Speckle Interferometry of High-Cycle Material Fatigue: Theory and Some Experiments // AIP Conference Proceedings. – 2016. – Vol. 1740. – 040004. DOI: 10 1063/1 4962663

23. Vladimirov A. P. Speckle metrology of dynamic macroand microprocesses in deformable media // Optical Engineering. – 2016. – Vol. 55. – No. 12. – 121727. – P. 1–10. DOI: 10.1117/1.OE.55.12.121727

24. Свидетельство о государственной регистрации Программы ЭВМ № 2017613195 Рос. Федерации. Программа обработки изображений для динамической спекл-интерферометрии / Каманцев И.С., Владимиров А.П., Друкарен-ко Н.А. // 13.03.2017.

25. Vladimirov A.P. Dynamic speckle – interferometry of micro-displacements // AIP Conf. Proc. – 2012. – Vol. 1457. – P. 459–468. DOI: 10.1063/1.4730589

References

1. Gaf G. Dzh. Ustalost' metallov [Metal fatigue]. *Moscow, Leningrad Gl. red. lit. po chern. Metallurgii.* 1935, 304 p.

2. Uzhika G.V. Ustalost' metallov. Sbornik statei [Fatigue of metals. Collection of articles]. *Moscow, Izd-vo inostr. lit.*, 1961, 378 p.

3. Ivanova V.S, Terent'ev V.F. Priroda ustalosti metallov [Nature of fatigue of metals]. *Moscow, Metallurgiia*, 1975, 456 p.

4. Romanov A.N. Razrushenie pri malotsiklovom naruzhenii [The fracture at low-cycle testing]. *Moscow, Nauka*, 1988, 282 p.

5. Terent'ev V.F.. Ustalost' metallicheskikh materialov [Fatigue of metal materials]. *Moscow, Nauka*, 2002, 248 p.

6. Ellyin F.. Fatigue damage, crack growth life pregiction. *London, Capman and Hall*, 1997, 483 p.

7. Taylor D. The theory of critical distances. *Elsevier: Am-sterdam*, 2007, 307 p.

8. Manson, S.S. Fatigue: A complex subject – some simple approximations. The William M. Murray Lecture. *Exp. Mech.*, 1965, vol. 5, no.7, pp. 193-226.

9. Schijve J. Fatigue of structures and materials in the 20th century and the state of art. *Int. J. Fatigue.*, 2003, vol. 25, no. 8, pp. 679-702.

10. Novikov I.I. Ermishin V.A. Fizicheskaia mekhanika real'nykh materialov [Physical mechanics of real materials]. *Moscow, Nauka*, 2004, 328 p.

11. Gorkunov E.S. Magnitnye metody otsenki uprugoi i plasticheskoi deformatsii pri tsiklicheskom nagruzhenii stalei [Magnetic methods of estimation of elastic and plastic deformation under cyclic loading of steels]. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures,* 2015, iss. 2, pp.6-15

12. Tupikin D.A. Termoelektricheskii metod kontrolia ustalostnykh iavlenii [Thermoelectric method of control of fatigue phenomena]. *Kontrol'. Diagnostika*, 2003, no. 11, pp. 53-61.

13. Ignatovich V.N. Shmarov S.S. Iutskevich S.R. Osobennosti formirovaniia deformatsionnogo rel'efa na poverkhnosti splava D16AT pri ustalosti [Features of formation of deformation relief on the surface of the alloy D16AT at fatigue]. *Aviatsionno-kosmicheskaia tekhnika i tekhnologiia*, 2009, vol. 67, no. 10, pp. 132-135.

14. Ermishkin V.A., Murat D.P., Podbel'skii V.V. Primenenie fotometricheskogo analiza strukturnykh izobrazhenii

26. Жуковский И.М., Рыбин В.В., Золоторевский Н.Ю. Теория пластических ротаций в деформируемых кристаллах // ФММ. – 1982. – Т. 54. – С. 17–26.

27. Рыбин В.В., Золотаревский Н.Ю. Пластические повороты решетки в деформируемых поликристаллах // ФММ. – 1984. – Т. 57. – С. 380–390.

28. Лахтин Ю. М., Леонтьева В. П. Материаловедение. – М.: Машиностроение, 1990. – 528 с.

29. Гаврилюк В.Г. Распределение углерода в стали. – Киев: Наук. думка, 1987. – 208 с.

 Цементит в углеродистых сталях: кол. моногр. / под ред. В.М. Счастливцева. – Екатеринбург: Изд-во УМЦ УПИ, 2017. – 380 с.

31. Форсайт П.Дж. Повреждения и выдавливание материала на участках полос скольжения // Усталость металлов: сб. ст. / под ред. Г.В. Ужика. – М.: Изд-во иностр. лит., 1961. – С. 34–38.

32. Почтенный Е.К. Тепловой эффект при циклическом симметричном нагружении деталей // Циклическая прочность металлов: материалы 2-го совещания по усталости металлов 24-27 мая 1960. – М.: Изд-во АН СССР, 1962. – С. 227–231.

dlia otsenki soprotivleniia ustalostnomu razrusheniiu [Application of photometric analysis of structural images to assess fatigue failure resistance]. *Avtomatizatsiia i sovremennye tekhnologii*, 2008, no. 2, pp. 11-21.

15. Plekhov O.A., Panteleev I.A., Leont'ev V.A.. Osobennosti vydeleniia tepla i generatsii signalov akusticheskoi emissii pri tsiklicheskom deformirovanii armko-zheleza [Features of heat release and generation of acoustic emission signals during cyclic deformation of Armco-iron]. *Fizicheskaia mezomekhanika*, 2009, vol. 12, no. 5, pp. 37-43.

16. Marom E. Golograficheskaia korreliatsiia. Golograficheskie nerazrushaiushchie issledovaniia [Holographic correlation. Holographic non-destructive studies]. *Mosocow, Mashinostroenie*,1979, pp.164-194.

17. Marom E., Muller R.K. Optical correlation for impending fatigue failure detection. *Intern. Journ. of Nondestructive Testing.*, 1971, vol. 3, pp. 171-187.

18. Kozubenko V.P. Potichenko V.A., Borodin Iu.S. Issledovanie ustalosti metallov spekl-korreliatsionnym metodom [Study of fatigue of metals speckle correlation method]. *Problemy prochnosti*, 1989, no. 7, pp. 103-107.

19. Kamantsev I.S., Vladimirov A.P., Borodin E.M. Issledovanie protsessov zarozhdeniia treshchin pri mnogotsiklovoi ustalosti trubnoi stali 09G2S s ispol'zovaniem metoda speklinterferometrii [Study of the processes of crack nucleation during high-cycle fatigue of pipe steel 09G2S using the method of speckle interferometry]. *Vestnik TGU*, 2013, vol. 18, iss.4, pp. 1881-1882.

20. Vladimirov A.P. Izuchenie protsessa zarozhdeniia ustalostnoi treshchiny po izmeneniiu rel'efa poverkhnosti obraztsa i ee speklovykh izobrazhenii [Study of the fatigue crack origin process by changing the sample surface relief and its speckle images]. *Deformatsiia i razrushenie materialov*, 2015, no. 1, pp. 21-26.

21. Vladimirov A.P. Ispol'zovanie dinamicheskoi speklinterferometrii dlia beskontaktnoi diagnostiki zarozhdeniia ustalostnoi treshchiny i opredeleniia skorosti ee rosta [Use of dynamic speckle interferometry for non-contact diagnostics of fatigue crack nucleation and determination of its growth rate]. *ZhTF*, 2016, vol. 86, iss. 4, pp.85-90.

22. Vladimirov A.P. Dynamic Speckle Interferometry of High-Cycle Material Fatigue: Theory and Some Experiments. *AIP*

Conference Proceedings, 2016, vol. 1740, 040004, DOI: 10 1063/1 4962663.

23. Vladimirov A.P. Speckle metrology of dynamic macro- and microprocesses in deformable media. *Optical Engineering*, 2016, vol. 55, no. 12, 121727, pp. 1-10. – DOI: 10.1117/1.OE.55.12.121727.

24. Kamantsev I.S., Vladimirov A.P., Drukarenko N.A. Programma obrabotki izobrazhenii dlia dinamicheskoi speklinterferometrii. Svidetel'stvo o gosudarstvennoi registratsii Programmy [The image processing program for dynamic speckleinterferometry. Certificate of state registration of computer Programs]. *EVM*, no. 2017613195 ot 13.03.2017.

25. Vladimirov, A. P. Dynamic speckle – interferometry of micro-displacements. *AIP Conf. Proc*, 2012, vol. 1457, pp. 459-468. DOI: 10.1063/1.4730589.

26. Zhukovskii I.M., Rybin V.V., Zolotorevskii N.Iu. Teoriia plasticheskikh rotatsii v deformiruemykh kristallakh [Theory of plastic rotations in deformed crystals]. *FMM*, 1982, vol. 54, pp. 17-26.

27. Rybin V.V., Zolotarevskii N.Iu. Plasticheskie povoroty reshetki v deformiruemykh polikristallakh [Plastic lattice rotations in deformable polycrystals]. *FMM*, 1984, vol. 57, pp. 380-390

28. Lakhtin Iu.M., Leont'eva V.P. Materialovedenie [Materil science]. *Moscow, Mashinostroenie*, 1990, 528 p.

29. Gavriliuk V.G. Raspredelenie ugleroda v stali [carbon Distribution in steel]. *Kiev, Nauk. dumka*, 1987, 208 p.

30. Schastlivtseva V.M. Tsementit v uglerodistykh staliakh [Cementite in carbon steels]/ Kollekt. monografiia pod red. *Ekaterinburg, Iz-vo UMTs UPI*, 2017, 380 p.

31. Forsait P. Dzh.. Povrezhdeniia i vydavlivanie materiala na uchastkakh polos skol'zheniia [Damage and extrusion of the material on the sections of the slip strips]. *Moscow, Izd. Inostr. Liter., Ustalost' metallov. Sb. statei pod red. G.V.Uzhika*, 1961, pp. 34-38.

32. Potetskii E.K.. Teplovoi effekt pri tsiklicheskom simmetrichnom nagruzhenii detalei // Tsiklicheskaia prochnosť metallov [Thermal effect under cyclic symmetrical loading of details]. *Moscow, Iz-vo AN SSSR, Materialy 2-go soveshchaniia po ustalosti metallov 24-27 maia*, 1962, pp. 227-231.