ИЗУЧЕНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ МИКРОДЕФОРМАЦИИ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ МОЛИБДЕНА МЕТОДАМИ ВНУТРЕННЕГО ТРЕНИЯ И АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ (часть I)*

О.В. Алехин, В.П. Алехин

Показано, что большая часть рассеяния энергии упругих колебаний при измерении внутреннего трения и акустическая эмиссия в деформированных молибденовых образцах обусловлены дислокационными процессами, происходящими вблизи их поверхности. Показано также, что проявление эффекта Кайзера связано с деформацией приповерхностных слоев материала, возникающей раньше, чем деформация внутренних слов.

Ключевые слова: микродеформация, поверхностные слои, молибден, внутреннее трение, акустическая эмиссия.

Введение

Цель работы – уточнить физическую природу проявления эффекта Кайзера. Поскольку в работах [1–3] было показано, что пластическая деформация приповерхностных слоев материала возникает раньше деформации его внутренних слоев при одних и тех же условиях нагружения, то представляет интерес подтверждение данной закономерности методами внутреннего трения и акустической эмиссии.

Постановка задачи

Основные задачи исследования заключались в следующем:

1. Изучить влияние предварительной микропластической деформации на амплитуднозависимое внутреннее трение (ВТ) и амплитудно-независимое ВТ, а также показать, что в отличие от существующих представлений об однородности деформации материалов образцов по объему, при которой каждый элемент материала рассеивает энергию упругих колебаний одинаковым образом, в действительности за рассеивание энергии упругих колебаний при ВТ ответственны в основном поверхностные слои материала.

2. Экспериментально доказать, что само явление акустической эмиссии материалов и эффект Кайзера возникают не вследствие деформации всего материала, а вследствие микродеформации его приповерхностных слоев.

3. Оценить критическую глубину дефектного слоя, формирующегося на разных стадиях пластической деформации в молибденовых образцах методом BT.

Методика проведения эксперимента

Внутреннее трение является свойством твердого тела, характеризующим его способность необратимо рассеивать энергию механических колебаний. Высокая чувствительность метода ВТ к состоянию поверхности [4, 5], малым пластическим деформациям [6], структурным изменениям материала в условиях циклического нагружения [5, 7, 8] выделяют его среди мето-

35

^{*} Работа выполнена при финансовой поддержке проекта № 2.1.2/10354 в рамках аналитической ведомственной целевой программы «Развитие научных потенциалов высшей школы (2009—2011 годы)» и проекта П545 в рамках Федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009—2013 годы.

дов механических испытаний.

В настоящее время накоплены экспериментальные данные [4-6], позволяющие утверждать, что предварительная микропластическая деформация оказывает существенное влияние на амплитудно-зависимое ВТ. В то же время в работах [4-6] считалось, что деформация образцов однородна по объему и каждый элемент материала рассеивает энергию упругих колебаний одинаковым образом. Начальная (псевдоупругая) стадия деформации в поверхностном слое молибденовых образцов характеризуется «облегченными» условиями для предпочтительного размножения дислокаций, что приводит к микротечению поверхностных слоев. Исходя из этого можно предположить, что исключительная роль в рассеянии энергии механических колебаний будет принадлежать поверхностным слоям исследуемых образцов.

Для измерения ВТ применялся метод крутильных колебаний (по схеме обратного крутильного маятника Ю.В. Пигузова). В образце вызывались свободные крутильные колебания, амплитуду которых измеряли с помощью оптического устройства. Величину ВТ определяли с использованием известной методики [2]. По результатам измерений строили амплитудную зависимость ВТ $Q^{-1}(\gamma)$, где γ – амплитуда сдвиговых деформаций

Для экспериментальных исследований применяли проволочные образцы из поликристаллического молибдена марки МЧ диаметром d = 1,5 мм и длиной l = 100 мм. При подготовке образцов с материала предварительно мелкой абразивной шкуркой удаляли слой из углеродной смазки, образовавшийся при волочении проволоки, поскольку этот слой приводил к неравномерной полировке поверхности. Затем образцы подвергали отжигу и вновь полировали. Образцы деформировались при комнатной температуре со скоростью $\dot{\varepsilon} = 3,3 \cdot 10^{-4} \, \mathrm{c}^{-1}$. Дефектная структура деформированных образцов стабилизировалась путем выдержки их в течение суток при комнатной температуре с последующим измерением ВТ.

Результаты эксперимента

На рис. 1 приведены кривые амплитуднозависимого ВТ молибденовых образцов после пластической деформации при степени деформации є, изменяющейся от 0,2 до 3 %. Каждая кривая построена по 25–30 экспериментальным точкам. Приведенные зависимости $Q^{-1}(\gamma)$ носили обратимый характер, т.е. кривые прямого и обратного ходов измерения практически совпадали. На полученной кривой можно определить так называемую критическую амплитуду деформаций $\gamma_{\kappa p}$, которая соответствует началу роста ВТ при повышении уровня амплитуды и связана с возникновением локальной деформации в микрообъемах.

Хорошо видно, что предварительная пластическая деформация приводит к существенным изменениям параметров кривых амплитуднонезависимого ВТ. Значительно возрастает ВТ в амплитудно-независимой области (фон), что обусловлено появлением большого количества подвижныхдислокаций,которыеявляются одним из основных источников ВТ [6]. Кроме того, деформирование образцов приводит сначала к уменьшению критической амплитуды, а затем к смещению ее в область более высоких значений. Это, по-видимому, связано со следующим.

В металле после отжига нет (или почти нет) подвижных дислокаций [9–11]. Наличие амплитудно-зависимого участка на отожженном образце обусловлено откреплением дислокаций от относительно слабых центров закрепления в кристалле, которыми могут быть отдельные атомы или небольшие скопления примесей (например, атмосферы Коттрелла) [6]. В случае закрепления дислокаций локальными препятствиями такого типа критическая амплитуда в точке перехода амплитудно-независимосимого ВТ к амплитудно-зависимосимому ВТ (при $\varepsilon = 0,2$ %) определяется прежде всего средней длиной дислокационного сегмента L_c [12].



Рис. 1. Амплитудная зависимость ВТ молибденовых образцов после предварительной пластической деформации:

 $1 - npu \varepsilon = 0; 2 - npu \varepsilon = 0,2 \%; 3 - npu \varepsilon = 0,5 \%;$ $4 - npu \varepsilon = 1,0 \%; 5 - npu \varepsilon = 3,0 \%$

КОНСТРУКЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Уменьшение амплитуды $\gamma_{\rm кp}$ после незначительной пластической деформации образцов (см. рис. 1, кривую 2) означает, что в исследованном интервале пластических деформаций средняя длина дислокационных сегментов возрастает. Причиной возрастания длины L_c является необратимый отрыв исходных дислокаций от закрепляющих центров. Кроме того, увеличение длины L_c может быть следствием размножения исходных дислокаций. В молибдене такой механизм вполне может быть реализован [6].

С увеличением степени предварительной деформации более интенсивно протекают процессы размножения дислокаций и их взаимодействия [13], что приводит к формированию мелкой сетки дислокаций в зерне материала и к уменьшению длины дислокационного сегмента. Таким образом, с увеличением плотности дислокаций повышается напряжение, необходимое для движения дислокаций, т.е. амплитуда $\gamma_{кр}$ смещается в область более высоких значений. Именно увеличение плотности линейных дефектов приводит к существенному увеличению ВТ в амплитудно-независимой области (фон ВТ).

Поскольку экспериментальные данные свидетельствуют о преимущественном микротечении поверхностных слоев материала, то согласно теоретическим основам метода ВТ [14] именно поверхностные слои должны рассеивать непропорционально большую часть энергии упругих колебаний, подводимой к образцу. В связи с этим с образцов, подвергнутых предварительному статическому растяжению до определенных значений степени деформации є (0,2; 0,5; 1; 3 %), был



Рис. 2. Амплитудная зависимость ВТ деформированных образцов молибдена после удаления полированием поверхностного слоя толщиной 100 мкм:

 $1 - npu \ \varepsilon = 0; \ 2 - npu \ \varepsilon = 0,2 \ \%; \ 3 - npu \ \varepsilon = 0,5 \ \%;$ $4 - npu \ \varepsilon = 1,0 \ \%; \ 5 - npu \ \varepsilon = 3,0 \ \%$ удален электрополированием поверхностный слой толщиной 100 мкм, после чего снимались амплитудные зависимости ВТ. Полученные результаты показывают (рис. 2), что удаление дефектного поверхностного слоя привело к существенному изменению параметров кривых $Q^{-1}(\gamma)$. Для образцов, деформированных до $\varepsilon = 0,2$ % и $\varepsilon = 0.5$ %, удаление поверхностного слоя привело практически к полному восстановлению спектра ВТ и его соответствию спектру ВТ недеформированных образцов. Для образцов же, деформированных до $\varepsilon = 1$ % и $\varepsilon = 3$ %, удаление поверхностного слоя снизило величину ВТ в амплитудно-независимой области на 80 и 40 % соответственно, при этом критическая амплитуда у не изменилась (см. рис. 2). Это свидетельствует о том, что с увеличением степени деформации различие дислокационных структур поверхностных и объемных слоев материала уменьшается. При ε≥5 % удаление поверхностного слоя толщиной 100 мкм практически не влияет на BT. Полученные экспериментальные данные находятся в хорошем соответствии с ранее полученными результатами.

Таким образом, проведенные эксперименты позволяют утверждать, что практически весь прирост ВТ деформированных образцов с $\varepsilon < 1$ % обусловлен поверхностными слоями, т.е. непропорционально высокое рассеяние энергии упругих колебаний поверхностными слоями материала обусловлено дислокационными процессами, протекающими в них на начальной стадии микропластического течения.



Рис. 3. Зависимость ВТ деформированных образцов молибдена после удаления поверхностного слоя электрополированием с шагом 5 мкм от толщины сполированного слоя h: 2 – 5 – те же, что на рис. 1

В работе [15] получена аналогичная зависимость увеличения ВТ от деформации для кристаллов германия, причем отмечено, что это увеличение продолжалось приблизительно до $\varepsilon = 4$ %, после чего ВТ почти не изменялось. Особенно резко ВТ увеличилось при ε <0,5 %.

Оценка глубины деформированного слоя

Полученные экспериментальные данные показали, что метод ВТ является очень чувствительным для изучения малых пластических деформаций и позволяет выявить неоднородность протекания пластической деформации по сечению образца.

С образцов, подвергнутых статическому растяжению до различных значений степени деформации, перед каждым измерением ВТ последовательно удаляли электрополированием поверхностный слой с шагом 5 мкм и затем определяли ВТ в амплитудно-независимой области кривых $Q^{-1}(\gamma)$. Полученные экспериментальные данные (рис. 3) свидетельствуют о том, что ВТ зависит как от предварительной степени деформации, так и от толщины удаляемого поверхностного слоя. Причем, эта зависимость имеет два ярко выраженных участка. На одном из них происходит постепенный спад ВТ, а на другом – при достижении определенной глубины поверхностного слоя ВТ почти не изменяется и остается постоянным. Это свидетельствует о том, что значительная часть энергии упругих колебаний рассеивается тонким поверхностным слоем. На рис. 3 хорошо видно, что при достижении некоторой критической предварительной пластической деформации в процесс пластического течения вовлекаются внутренние слои металла и приповерхностный градиент плотности дислокаций уменьшается.

Таким образом, можно сделать вывод о том, что значительные изменения параметров дислокационного ВТ в молибденовых образцах после статического растяжения обусловлены формированием слоя с повышенной плотностью дислокаций вблизи свободной поверхности, и, следовательно, облегченными условиями для движения и размножения дислокаций вблизи поверхности.

Список литературы

1. Алехин В.П. Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов. М.: Наука, 1983. – 280 с.

- 2. *Криштал М.А., Головин С.А.* Внутреннее трение и структура металлов. М.: Металлургия, 1976. 376 с.
- 3. Алехин В.П., Алехин О.В. Физические закономерности микропластической деформации поверхностных слоев материалов // Деформация и разрушение материалов. 2005. № 9. С. 24–31.
- Челноков В.А., Кузьмин Н.Л. О рассеянии энергии поверхностными слоями поликристаллов // ФиХОМ. 1982. Вып. 2. С.104– 107.
- Страхов Г.И. Изучение микропластического внутреннего трения в конструкционных материалах и разработка методов оценки их долговечности: Автореф. дис. ... канд. техн. наук. М., 1982. – 19 с.
- Паль-Валь П.П., Кауфман Х.Й., Старцев В.И. Изучение эволюции дислокационной структуры на начальной стадии пластической деформации монокристаллов высокочистого молибдена методом внутреннего трения // ФТТ. 1985. Т. 27. № 3. С. 852– 857.
- Беликов А.М., Дрожжин А.И., Антипов С.А. Релаксационный спектр циклически деформированных нитевидных кристаллов кремния // Изв. вузов. Физика. 1983. № 7. С. 49–53.
- Zajac S., Pietrzyk J. Internal friction an a-Fe after cyclic deformation // Scr. Met. 1983. Vol. 17. P. 581–585.
- Лейко Е.Б., Надгорный Э.М. Особенности подвижности дислокаций в монокристаллах молибдена // Динамика дислокаций. Киев: Наукова думка, 1975. С. 53–57.
- Vesely D. Multiplication of dislocations in Mo thin foils // In.: High voltage electron microscopy, London–New–York, 1984. P. 189–194.
- 11. Дударев Е.Ф. Физическая природа микропластической деформации и предела текучести поликристаллов металлов и сплавов: Автореф. дис. ... д-ра физ.-мат. наук. Томск, 1982. – 42 с.
- Teutonico L.J., Gtanato A., Lucke K. Theory of thermal break away of pinned dislocation line with application to damping phenomena // J. Appl. Phys. 1964. Vol. 35. P. 220–234.
- Carofalo F., Smith G.V. The Effect of time and temperature on various mechanical properties during strain aging of normalized low carbon steels // TASM. 1955. Vol. 47. P. 957–983.

38

- 14. Шоршоров М.Х., Булычев СИ., Алехин В.П. Работа пластической и упругой деформации при вдавливании индентора // ДАН СССР. 1981. Т. 259. № 4. С. 839–843.
- 15. *Александров Л.Н., Зотов М.И*. Внутреннее трение и дефекты в полупроводниках. Новосибирск: Наука, Сибирское отд-ние. 1979. 214 с.
- 16. *Грешников В.А., Дробот Б.А.* Акустическая эмиссия. М.: Изд-во стандартов, 1976. 272 с.
- 17. *Гусев О.В.* Акустическая эмиссия при деформировании монокристаллов тугоплавких металлов. М.: Наука, 1982. – 105 с.
- Бойко В.С., Нацик В.Д. Элементарные дислокационные механизмы акустической эмиссии // Элементарные процессы пластической деформации кристаллов. Киев: Наукова думка, 1978. С. 159–189.
- Shofield B.H. Research of the sources and characteristics of acoustic emission // Acoustic emission: ASTM STP505, Baltimore, 1972. P. 1 1–19.
- 20. Вайнберг В.Е., Шрайфельд Л.И. Об источниках акустической эмиссии // Зав. лаб. 1979. Т. 45. № 3. С. 237–239.
- Tatro C.A., Liptai R.T. Acoustic emission from crystalline substances // Proc. Symp. Phus. Nondestruct. Test. South – West Research Jnst, Can Antonico (Tex), 1982. P. 145–151.
- 22. Duke J.C, Kline R.A. The influence of the surface layer on acoustic emission // Scr. Met. 1975. Vol. 9. P. 855–858.
- 23. Ченцов В.П. Определение механических характеристик конструкционных материалов измерением параметров эмиссии волн

напряжений // Неразрушающий контроль напряженно-деформированного состояния материалов и изделий с использованием акустической эмиссии. Хабаровск, 1975. С. 85–87.

- 24. Бибик З.И., Нацик В.Д. Акустическая эмиссия при пластической деформации поликристаллов алюминия высокой чистоты // Металлофизика. 1982. Т. 4. Вып. 4. С. 92–99.
- 25. Бибик З.И., Нацик В.Д. Связь акустической эмиссии поликристаллического алюминия с изменениями плотности дислокаций, определяемыми по рентгеновским данным // ФММ. 1985. Т. 60. № 1. С. 186–189.
- 26. Корчевский В.В., Сурков Ю.П. Роль поверхности в формировании сигналов акустической эмиссии // Труды 1-й Всесоюзной конференции «Акустическая эмиссия в материалах и конструкциях». Ростов-на-Дону, 1984. Ч. 1. С. 192–193.
- 27. Возжаев В.Г., Ерминсон Л.Л., Перевалов Н.И., Шрейбер С.Н. Универсальный анализатор сигналов акустической эмиссии типа АВН-3 // Труды 1-й Всесоюзной конференции «Акустическая эмиссия в материалах и конструкциях». Ростов-на-Дону, 1984. Ч. 1. С. 99–100.
- Kaizer J. Erkenntnisse und Folgerungen aus der Messung von Geraschen bei Zugbe anspruchung von metallischen Werstoffen // Archiv für das Eisennuttenwesen. 1953. Bd. 24. Heft 1/2. S. 43–45.

(Продолжение – в МИО № 1 2012 г.)

Материал поступил в редакцию 15.05.2011

АЛЕХИН

Олег Валентинович

E-mail: alehin_valentin@mail.ru Тел. +7 (495) 552-87-71 Старший научный сотрудник НИИ технологии материалов. Сфера научных интересов – физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов. Автор 35 научных работ, в том числе 2 патентов.

АЛЕХИН Валентин Павлович E-mail: alehin_valentin@mail.ru

Тел. +7 (495) 620-37-63

Доктор физико-математических наук, профессор, заслуженный деятель науки РФ, академик Российской академии естественных наук и Международной академии наук высшей школы, член Межгосударственного координационного совета по физике прочности и пластичности, член Российского комитета «Ультрадисперсные(нано) материалы», директор НИИ «Перспективные материалы и нанотехнологии» при ФГБОУ ВПО «МГИУ». Сфера научных интересов – физикохимия поверхности, физическое материаловедение, физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов. Автор 680 научных работ, в том числе 10 монографий, 39 авторских свидетельств и патентов; научного открытия явления аномального ослабления рентгеновского излучения ультрадисперсными средами (№ А-006, 1994 г.).