

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

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 поверхностных слоев. Показано также, что проявление эффекта Кайзера связано с деформацией приповерхностных слоев материала, возникающей раньше деформации внутренних слоев.

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

Введение

Дальнейшее изучение закономерностей поверхностной микродеформации проводили с помощью метода акустической эмиссии при деформировании образцов.

Акустическая эмиссия (АЭ) – это явление возникновения и распространения упругих акустических волн в твердых телах в процессе их деформирования. Следует отметить, что к настоящему времени на основе большого количества литературных источников по регистрации АЭ общепринятой является точка зрения, согласно которой АЭ, возникающая в процессе деформирования, обусловлена излучением материалом упругих волн в результате локальной динамической перестройки внутренней структуры кристаллической решетки [16–20]. Татро и Липтай были первыми, кто связал появление сигналов АЭ с выходом полос скольжения на поверхность кристалла [21].

Однако эксперимент Шофилда не подтвердил эту точку зрения и в настоящее время большинство исследователей придерживаются мнения о преимущественном вкладе в АЭ процессов, про-

текающих в объеме материала вне поверхностного слоя [19]. В то же время Шофилд сделал заключение о том, что состояние поверхности может оказывать существенное влияние на АЭ.

В последнее время в ряде работ подтверждается взаимосвязь сигналов АЭ с дислокационными процессами, протекающими в приповерхностных слоях образцов [22–26]. В работах [24, 25] на образцах поликристаллического алюминия показано, что на ранних стадиях пластической деформации сигналы АЭ обусловлены деформационным упрочнением приповерхностных слоев.

В работе [26] найдена хорошая корреляция между энергией АЭ и количеством полос скольжения, регистрируемых на поверхности образца. С другой стороны, в работе [23] при исследовании образцов из низко- и среднеуглеродистых сталей связи между возникновением сигналов АЭ и поверхностными явлениями не обнаружено. К преобладающим в формировании сигналов АЭ отнесены объемные факторы, а не поверхностные.

* Работа выполнена при финансовой поддержке проекта П545 в рамках федеральной целевой программы «Научные и научно- педагогические кадры инновационной России» на 2009—2013 годы.

Таким образом, вопрос о значении поверхности образца в формировании сигналов АЭ до настоящего времени остается открытым. Кроме того, на сегодня нет никаких сведений о связи поверхностной микродеформации с АЭ при пластической деформации металлов с объемно-центрированной кубической (ОЦК) решеткой.

В данной работе определены возможности метода АЭ для изучения неоднородности развития пластической деформации по сечению образца, а также рассмотрен вопрос о роли поверхности в формировании сигналов АЭ в процессе статического растяжения образцов.

Постановка эксперимента

Основные исследования проводили на образцах из поли- и монокристаллического молибдена технической чистоты марки МЧ после электроискровой резки. Диаметр образца составлял 5–25 мм, толщина – приблизительно 2 мм. Выбор материала образца был обусловлен малой релаксационной способностью по сравнению с гранецентрированными кубическими (ГЦК) и гексагонально плотноупакованными (ГПУ) структурами, которые имеют большую величину барьеров Пайерлса-Набарро. Испы-

тывали по 30 образцов на одну точку разгрузки. Образцы подвергали осевому растяжению на испытательной машине 1253У-2-2 с постоянной скоростью деформации $\dot{\epsilon} = 8 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. Регистрацию и обработку сигналов АЭ проводили на приборе АВН-5 [27] в полосе регистрируемых частот 160–250 кГц при общем усилении поступающих сигналов до $1,6 \cdot 10^{-4}$ дБ.

Для устранения АЭ, возникающей при деформировании образцов в местах контакта с захватами, образцы в этих местах подвергали предварительному обжатию. Для обеспечения надежного акустического контакта датчик АЭ, выполненный на основе пьезокерамики ЦТС-21 (резонансная частота около 200 кГц), устанавливали через слой вакуумного масла ВМ-5 с усилием прижима 2 Н. Основным регистрируемым параметром была скорость счета сигналов АЭ ($\dot{N}$, имп./с).

На рис. 1 приведены характерные для исследуемых поликристаллических и монокристаллических образцов молибдена диаграммы напряжений σ – ϵ и зависимость $\dot{N}(\epsilon)$. Характерной особенностью зависимости $\dot{N}(\epsilon)$ для поликристаллов является наличие на ней двух пиков: первого вблизи $\epsilon = 0,2 \%$, второго при

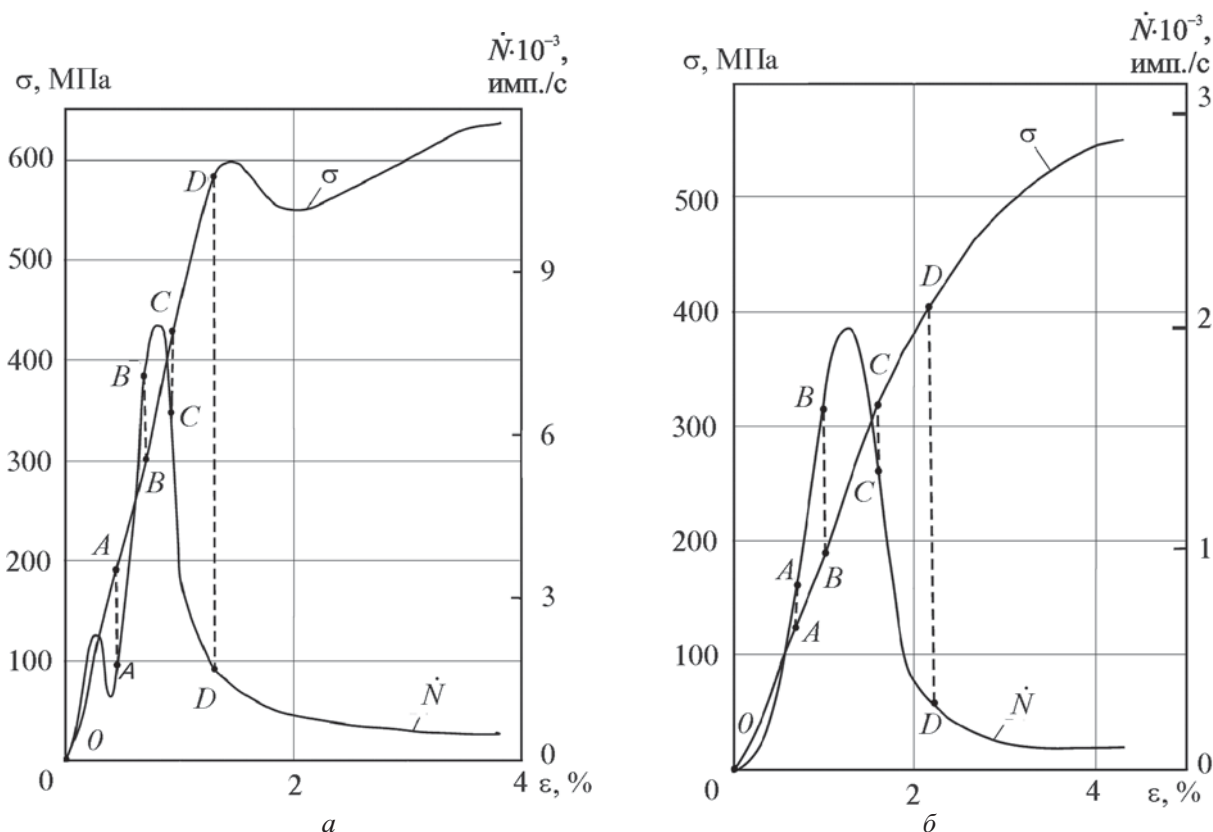


Рис. 1. Диаграммы напряжений и зависимости скорости счета сигналов АЭ $\dot{N}$ от деформации ϵ для образцов из поликристаллического (а) и монокристаллического молибдена с осью $\langle 111 \rangle$ (б)

$\varepsilon = 0,8 \%$. Из приведенных данных хорошо прослеживается взаимосвязь между процессами, протекающими на псевдоупругой стадии деформирования, и излучением АЭ. Практически все излучение АЭ проявляется в области микропластической деформации, т.е., как установлено ранее [24–26], основную роль играют поверхностные эффекты.

Изучение закономерности проявления эффекта Кайзера

Идея первого эксперимента заключалась в следующем. Известно, что при повторном нагружении образца сигналы АЭ отсутствуют вплоть до того момента, пока не будет достигнут максимальный уровень напряжений предыдущего нагружения (эффект Кайзера) [28]. В связи с этим, если в первую очередь упрочняется поверхностный слой образца (микропластическая деформация локализована в поверхностных слоях), удаление этого слоя должно привести к появлению сигналов АЭ прежде, чем будет достигнут уровень напряжений предыдущего нагружения (отсутствие эффекта Кайзера). И, наоборот, если упрочнения не происходит, то удаление поверхностного слоя не вызовет появления сигналов АЭ.

Эксперимент проводили следующим образом. Образцы нагружали с постоянной скоростью деформирования до различных уровней напряжения (точки A, B, C, D на диаграммах $\sigma-\varepsilon$ и $\dot{N}-\varepsilon$), а затем разгружали.

После разгрузки образец повторно нагружали до того же уровня напряжения (проверяли эффект Кайзера). Надо отметить, что для поликристаллического молибдена эффект Кайзера проявлялся несколько в необычном виде. Если нагружение образца не доводить до напряжения, соответствующего минимальной скорости $\dot{N}$ (при $\varepsilon \approx 0,4 \%$), то при его повторном нагружении АЭ восстанавливается (рис. 2, кривая 2). Однако последующие нагружения образца (при одном и том же напряжении разгрузки) приводят к меньшему восстановлению АЭ (см. рис. 2, кривые 3, 4). При напряжении разгрузки, большем напряжения, соответствующего второму возрастанию скорости $\dot{N}$ (при $\varepsilon > 0,4 \%$) эффект Кайзера проявляется в обычном виде (см. рис. 2, кривые 5, 6).

После проверки эффекта Кайзера по методике механических испытаний образцов на одноосное растяжение с образцов удаляли поверхностный слой толщиной в 100 мкм. При этом

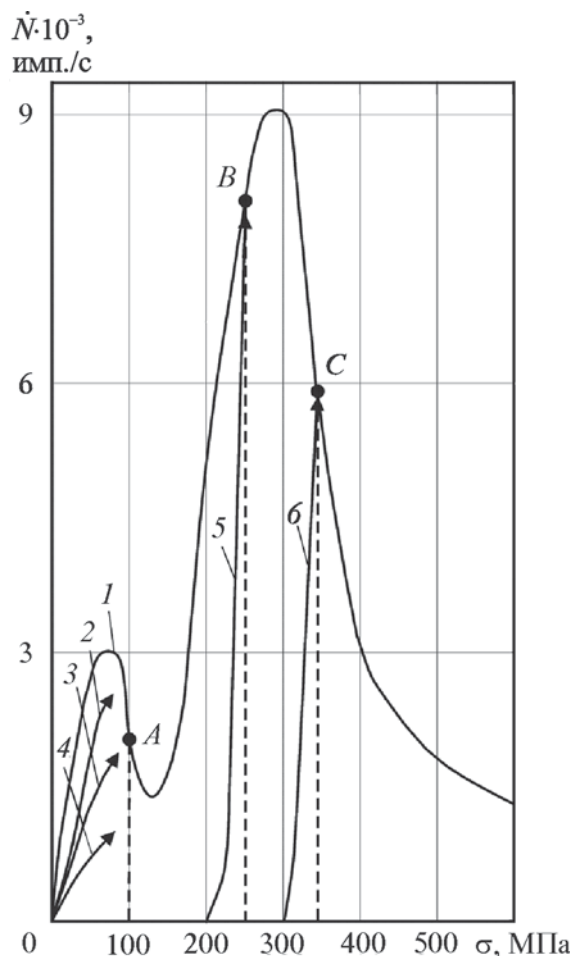


Рис. 2. Эффект Кайзера в образце из поликристаллического молибдена: 1–6 — повторное нагружение; - - - разгрузка

места захватов образцов изолировали кислотоустойчивым лаком. Затем проводили повторную деформацию с регистрацией сигналов АЭ.

Результаты испытаний

Основные результаты эксперимента приведены на рис. 3. При расчете напряжений было учтено изменение площади поперечного сечения образцов после электрополирования. Хорошо видно, что после удаления поверхностного слоя сигналы АЭ появляются при напряжениях, значительно меньших напряжений предварительного нагружения (показано линиями 1', 2', 3', 4'). Из рис. 3 следует, что для поликристаллического молибдена при напряжениях, меньших 250 МПа ($\varepsilon \approx 0,6 \%$), удаление поверхностного слоя приводит к полному восстановлению АЭ. Для монокристаллов молибдена при напряжениях, меньших 220 МПа ($\varepsilon \approx 1,2 \%$), т.е. практически при достижении максимальной скорости $\dot{N}$, удаление поверх-

ностного слоя толщиной в 100 мкм приводит к полному восстановлению АЭ.

Таким образом, на ранних стадиях деформирования источники АЭ локализованы в приповерхностном слое толщиной всего 100 мкм, поскольку после споллировывания этого слоя эффект исчезает. С увеличением общей деформации толщина этого слоя резко увеличивается в глубь образца, поэтому при больших деформациях удаление поверхностного слоя приводит лишь к частичному восстановлению сигналов АЭ. Увеличение пластической деформации уменьшает процент восстановления акустико-эмиссионных сигналов после удаления поверхностного слоя, что связано, по-видимому, с вовлечением внутренних слоев металла в процесс пластической деформации.

Увеличение деформации сказывается и на характере кривой $\dot{N}(\sigma)$ после электрополирования. Сигналы АЭ появляются при напряжениях, значительно меньших напряжений предварительного нагружения, но достигают максимального уровня именно при напряжении разгрузки.

Как было отмечено ранее, при деформиро-

вании образцов из поликристаллического молибдена на кривой $\dot{N}(\sigma)$ выделяются два пика. Существующие представления о природе источников АЭ на начальных стадиях деформирования ОЦК-металлов позволяют дать наблюдаемым явлениям следующую интерпретацию.

В металлах с ОЦК-решеткой всегда в том или ином количестве содержатся примеси внедрения, которые обеспечивают блокировку дислокаций. Однако в поликристаллах роль примесей внедрения не ограничивается блокировкой. Дело в том, что они образуют сегрегации на границах зерен, вследствие чего изменяется когезионная прочность материала на границе и происходит обеднение зерна примесями внедрения. Это может привести к значительно меньшему закреплению примесными атомами дислокаций, находящихся в зерне, и при небольших напряжениях – к отрыву дислокаций от примесных атмосфер. Кроме того, значительно облегчен отрыв дислокаций, выходящих одним концом на свободную поверхность. Таким образом, при приложении небольших напряжений происходит отрыв дислокационных сегментов от примесных атмосфер в приповерхностных

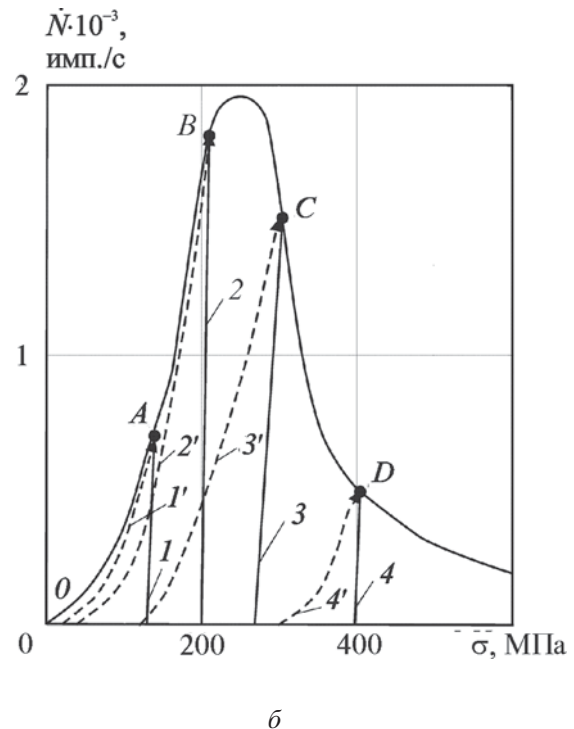
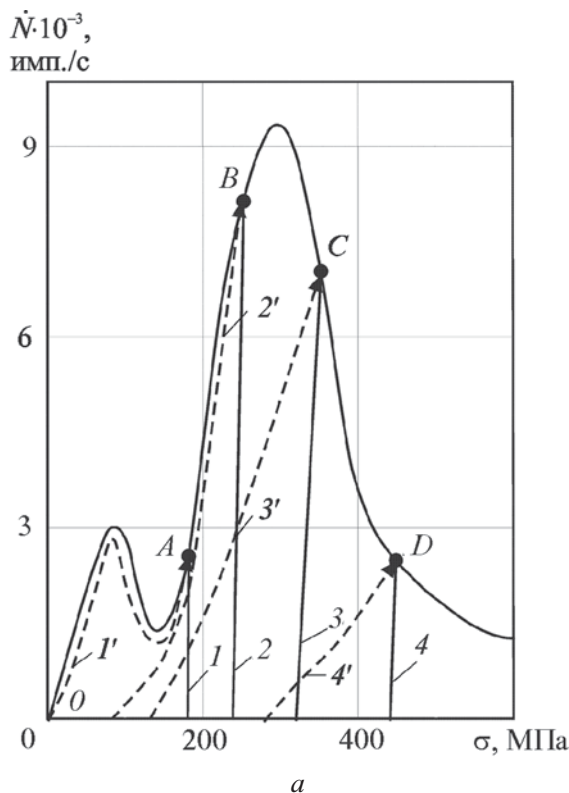


Рис. 3. Влияние удаления поверхностного слоя образцов из поликристаллического (а) и монокристаллического (б) молибдена на эффект Кайзера:

1, 2, 3, 4 – появление сигналов АЭ при повторном нагружении после разгрузки в точках А, В, С, D соответственно; 1', 2', 3', 4' – отсутствие сигналов АЭ после удаления полированием поверхностного слоя толщиной в 100 мкм

слоях металла, что и приводит к появлению первого пика на кривой $\dot{N}(\sigma)$.

В пользу высказанного предположения говорит также несколько необычное проявление эффекта Кайзера на участке *ОВ* (см. рис. 3). Следовательно, аномальный эффект Кайзера при малых напряжениях разгрузки и первый пик на кривой $\dot{N}(\sigma)$ в определенной мере можно объяснить, если связать их с отрывом дислокаций от примесных точек закрепления, а такой механизм в молибдене вполне может быть реализован [6].

Под действием увеличивающегося внешнего напряжения дислокации прогибаются и в некоторые моменты времени начинают отрываться от слабых стопоров закрепления, что вызывает возникновение АЭ. Дальнейшее увеличение напряжения приводит к отрыву все более коротких сегментов дислокаций и одновременно с этим – к отрыву дислокаций от сильных стопоров закрепления. При снятии нагрузки дислокации, оторвавшиеся от слабых стопоров закрепления, возвращаются в исходное положение (перезакрепляются), в то время как дислокации, оторвавшиеся от сильных стопоров закрепления, остаются в конечном положении.

В результате при повторном нагружении вклад в АЭ будут вносить только перезакрепившиеся дислокации, а восстановление будет частичным (рис. 4, кривые 2–4). Согласно работе [17] при деформациях молибденовых образцов к моменту достижения уровня напряжения, соответствующего уровню напряжения дислокационного трения, около 90 % исходных дислокаций оказываются оторванными от стопоров закрепления. При больших напряжениях, когда происходит интенсивный процесс размножения дислокаций, перезакрепление дислокаций при разгрузке практически отсутствует и эффект Кайзера проявляется в обычном виде.

Таким образом, первый пик на кривой $\dot{N}(\sigma)$ обусловлен отрывом дислокационных сегментов от примесных точек закрепления в приповерхностных слоях металла. Появление же подвижных дислокаций обеспечивает последующее их интенсивное размножение, что и приводит к образованию второго пика на кривой $\dot{N}(\sigma)$. Отсутствие двух пиков на монокристаллических образцах в рассматриваемом случае связано по-видимому с тем, что в результате зонной очистки степень закрепления дислокационных сегментов примесями невелика и процессы отрыва и размножения начинаются уже при малых

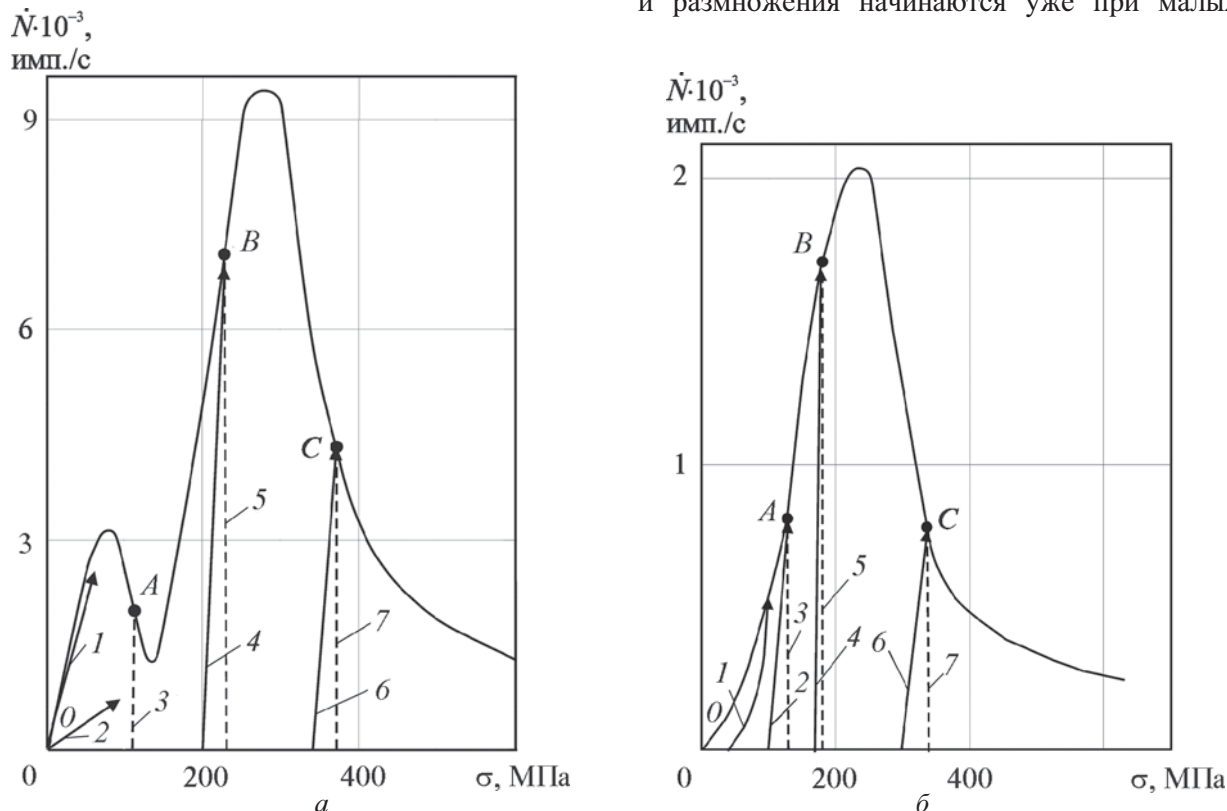


Рис. 4. Эффект Кайзера в образцах из поликристаллического (а) и монокристаллического $\langle 111 \rangle$ (б) молибдена:

1, 2, 4, 6 – нагружение без старения; 3, 5, 7 – нагружение после старения

уровнях внешнего наполнения, накладываясь один на другой [6].

Для проверки предложенной гипотезы были проведены испытания состаренных образцов. Старение проводили в вакуумной печи при температуре 350 °С в течение 1 ч. Данная температура не приводит к структурным перестройкам молибдена и в то же время достаточна для закрепления свежих дислокаций примесными атомами. Старение образцов, разгруженных при небольшом уровне напряжения, приводит к полному восстановлению первого пика АЭ на кривой $\dot{N}(\sigma)$ для образцов из поликристаллического молибдена и к значительному восстановлению АЭ для монокристаллических образцов во время повторного испытания (см. рис. 4).

Вместе с тем, если напряжение разгрузки достаточно велико, то старение образцов практически не оказывает влияния на эффект Кайзера. По-видимому это объясняется тем, что при высоких напряжениях пластическая деформация осуществляется в результате интенсивного размножения дислокаций, а эффект отрыва незначителен.

Заключение

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. Кроме того, выявлено, что проявление эффекта Кайзера связано с деформацией приповерхностных слоев материала, возникающей раньше деформации внутренних слоев. Проведенные исследования показывают, что искать причины необратимой повреждаемости образцов следует избирательно, дифференцируя приповерхностные слои материала образцов и их внутренние слои.

Список литературы

1. Алехин В.П. Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов. – М.: Наука, 1983. – 280 с.
2. Алехин В.П., Рагуля А.В., Еременко В.И. и др. О кинетической модели «вакансионного насоса» при циклическом сжатии кристаллов // Физика металлов и металловедение. 1988. Т. 65. № 1. С. 190–197.
3. Алехин В.П., Алехин О.В. Физические закономерности микропластической деформации поверхностных слоев материалов // Деформация и разрушение материалов. 2005. № 9. С. 24–31.
4. Челноков В.А., Кузьмин Н.Л. О рассеянии энергии поверхностными слоями поликристаллов // ФиХОМ. 1982. Вып. 2. С. 104–107.
5. 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.
6. 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. Вып. 3. С. 852–857.
7. Беликов А.М., Дрозжжис А.И., Антипов С.А. Релаксационный спектр циклически деформированных нитевидных кристаллов кремния // Изв. вузов. Физика. 1983. № 7. С. 49–53.
8. Zaja, S., Pietrzyk, J. Internal friction an a-Fe after cyclic deformation // Scr. Met. 1983. Vol. 17. P. 581–585.
9. Лейко Е.Б., Надгорный Э.М. Особенности подвижности дислокаций в монокристаллах молибдена // Динамика дислокаций. – Киев: Наукова думка, 1975. С. 53–57.
10. Vesely, D. Multiplication of dislocations in Mo thin foils // High voltage electron microscopy. 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.
12. Teutonico, L.J., Gtano, 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.
13. 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.
14. Шоршоров М.Х., Булычев С.И., 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.
18. *Бойко В.С., Нацик В.Д.* Элементарные дислокационные механизмы акустической эмиссии // Элементарные процессы пластической деформации кристаллов. – Киев: Наукова думка. 1978. С. 159–189.
19. *Shofield, B.H.* Research of the sources and characteristics of acoustic emission // Acoustic emission: ASTM STP505. – Baltimore, 1972. P. 11–19.
20. *Вайнберг В.Е., Шрайфельд Л.И.* Об источниках акустической эмиссии // Зав. лаб. 1979. Т. 45. № 3. С. 237–239.
21. *Tatro, C.A., Liptai, R.T.* Acoustic emission from crystalline substances // Proc. Symp. Phus. Nondestruct. Test. South – West Research Inst, Can Antonio (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 Всесоюз. конф. «Акустическая эмиссия в материалах и конструкциях». Ч. 1. – Ростов-на-Дону, 1984. 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 Всесоюз. конф. «Акустическая эмиссия в материалах и конструкциях». Ч. 1. – Ростов-на-Дону, 1984. С. 99–100.
28. *Kaizer, J.* Erkenntnisse und Folgerungen aus der Messung von Geraschen bei Zugbeanspruchung von metallischen Werkstoffen // Archiv fur das Eisennutzenwesen. 1953. Bd 24. Heft 1/2. S. 43–45.

Материал поступил в редакцию 28.09.2011

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.).