

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ
Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования
«ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

**И.П. Чернов, Ю.П. Черданцев,
А.М. Лидер, Г.В. Гаранин**

ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАСЫЩЕННЫХ ВОДОРОДОМ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Специализированный физический
практикум

Издательство
Томского политехнического университета
2009

УДК 548.571; 548.4; 539.219.3; 538.931-405
Ч-45

Чернов И.П.

Ч-45 Физические свойства насыщенных водородом металлов и сплавов: специализированный физический практикум / И.П. Чернов, Ю.П. Черданцев, А.М. Лидер, Г.В. Гаранин; Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2009. – 250 с.

ISBN 978-5-98298-771-6

Практикум включает 14 лабораторных работ по подготовке и исследованию металлических образцов магнитными, акустическими, оптическими, механическими методами. В цикл работ включены работы по электрохимическому внедрению водорода в образцы конструкционных материалов и определению остаточной концентрации водорода.

Практикум разработан в рамках реализации Инновационной образовательной программы ТПУ по направлению «Технологии водородной энергетики, энергосбережение и возобновляемые источники энергии».

УДК 548.571; 548.4; 539.219.3; 538.931-405

Рецензенты

Кандидат физико-математических наук
ведущий научный сотрудник лаборатории физического
материаловедения ИФПМ СО РАН

Г.П. Грабовецкая

ISBN 978-5-98298-771-6

© Томский политехнический университет, 2009

© Чернов И.П., Черданцев Ю.П.,
Лидер А.М., Гаранин Г.В., 2009

© Оформление. Издательство Томского
политехнического университета, 2009

Предисловие научного редактора

Настоящий лабораторный практикум по изучению неразрушающих методов контроля насыщенных водородом металлов и сплавов предназначен для обеспечения инновационной образовательной программы опережающей подготовки элитных специалистов по направлению «Водородная энергетика, возобновляемые источники энергии и энергосбережение». Практикум является одним из важнейших при подготовке магистров по дисциплине «Физика конденсированного состояния». Это связано с той ролью, которую играют эти неразрушающие методы в изучении физико-механических свойств материалов, которые используются для изготовления конструктивных элементов ядерных и термоядерных реакторов и деталей топливных элементов. Настоящий лабораторный практикум включает 14 работ лабораторных по подготовке и исследованию металлических образцов магнитными, акустическими, оптическими, механическими методами. В цикл работ включены работы по электрохимическому внедрению водорода в образцы конструктивных материалов и определению остаточной концентрации водорода. Методические указания соответствуют рабочей программе направления «Физика конденсированного состояния» и охватывают разделы программы, включающие: изучение приборов и оборудования для подготовки образцов и исследованию физико-механических свойств твердого тела; кинетические и диффузионные процессы при наводороживании; образование дефектов при деформации твердых тел. Лабораторные работы планируется проводить, используя комплекс экспериментального оборудования лаборатории «Физики конденсированного состояния» кафедры общей физики факультета естественных наук и математики Томского политехнического университета. Большую помощь авторам при подготовке лабораторного практикума оказали аспиранты ТПУ Нестерова Н.А, Томина Н.С., магистры Ган А.К. и Чупина А.Н.

Профессор Ю.И. Тюрин

1. МЕТОДЫ ПОДГОТОВКИ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Целью работы является ознакомление с методами металлографического анализа металлических материалов; подготовка образцов для исследований, получение навыков работы с металлографическим оптическим микроскопом.

1.1.1. Металлография

Металлография изучает закономерности образования структуры, исследуя макроструктуру и микроструктуру металла (путём наблюдения невооруженным глазом либо с помощью оптического и электронного микроскопов), а также изменения механических, электрических, магнитных, тепловых и других физических свойств металла в зависимости от изменения его структуры. Исследование структуры необходимо для нахождения связи «структура – свойство», а установление закономерностей образования структуры – для прогнозирования на основе этой связи свойств новых сплавов. Например, прочность однофазных сплавов связана с размером зерна; при наличии включений второй фазы расстояние между включениями влияет на прочность и температуру рекристаллизации сплава; от размера и количества включений второй фазы зависят магнитные свойства ферромагнитных материалов.

Макроструктура характеризуется формой и расположением крупных кристаллитов (зёрен), наличием и расположением различных дефектов металлов, распределением примесей и неметаллических включений. Микроструктура металлического материала определяется формой, размерами, относительным количеством и взаимным расположением кристаллов отдельных фаз или их совокупностей, имеющих однообразный вид. Под тонкой структурой (субструктурой) понимают строение отдельных зёрен, определяемое расположением дислокаций и др. дефектов кристаллической решётки.

Формирование и изменение внутреннего строения металла (структуры) происходит в результате фазовых превращений при нагреве или охлаждении металла, а также вследствие пластической деформации, облучения, отдыха, рекристаллизации, спекания и т. д. Микроструктура резко изменяется при протекании в твёрдом металле фазовых превращений, которые могут быть вызваны изменением температуры или всестороннего давления. И в этом случае структура зависит от условий, в которых проходит превращение, главным образом от температурного

интервала и скорости охлаждения, а также от особенностей строения кристаллических решёток фаз, участвующих в превращении.

Металлографические исследования широко применяются при изучении неравновесных систем, том числе системы металл-водород. Металлографические методы позволяют исследовать кинетику фазовых превращений в металлах и сплавах при внедрении водорода, устанавливать особенности деформации и разрушения наводороженных материалов.

1.1.2. Металлографический анализ

К методам металлографических исследований относят химический анализ, металлографию и электронную микроскопию, измерения микротвердости, оптический и рентгеновский спектральный микроанализ. Перечисленные методы позволяют провести важные этапы металлографического анализа материалов и определить конфигурацию структурных составляющих, общий и локальный химический состав, микротвердость до и после термической обработки.

Для проведения металлографического исследования изготавливают специальные образцы – микрошлифы. При этом к качеству исследуемой поверхности предъявляют ряд требований. Так, к примеру, величина шероховатости поверхности образцов для исследований микротвердости не должна превышать значения 0,32 мкм по параметру R_a . Изучать структуру металла с помощью микроскопа можно лишь при отражении световых лучей от поверхности исследуемого металла. Наибольшей отражающей способностью обладает ровная и плоская блестящая поверхность. Поэтому поверхность образца для микроанализа должна быть также специально подготовлена (отшлифована и отполирована и если необходимо протравлена).

1.2. Подготовка поверхности

1.2.1. Способы механической обработки

Процесс шлифования, независимо от способа, заключается в механическом снятии тонкого поверхностного слоя металла. При этом уменьшение шероховатости происходит, главным образом, за счет срезания абразивными зёрнами высоты микровыступов. Шлифование шкуркой осуществляют на плоском основании или на вращающемся круге, на поверхность которого либо наклеена шкурка, либо закреплена на ней зажимным кольцом.

Для получения качественной поверхности микрошлифа при шлифовании последовательно переходят от одной шкурки к другой с непрерывно уменьшающимися размерами абразивных частиц. Движение образца при шлифовании вручную производят под углом 90° к направле-

нию царапин от предшествовавшей обработки. При уменьшении размеров абразивных частиц снижается глубина рисок на поверхности и уменьшается толщина деформированного поверхностного слоя, получаемого в результате шлифования.

Таблица 1.1

Зернистость шлифовальной шкурки

Крупная	Средняя	Мелкая	Тонкая
125	50	12	5
100	40	10	4
80	32		3
63	25		M63
	20		M50
	16		M40
			M28

Обычно принимают, что толщина этого слоя в 10–15 раз превышает размер абразивных частиц. Чем меньше твердость образца, тем более значительной оказывается деформация поверхностного слоя. В подобных случаях надо уменьшать усилие прижима образца к поверхности шкурки. Шлифуют до тех пор, пока полностью не исчезнут все следы царапин от предыдущей операции. Затем образец вновь очищают от налипшей наждачной пыли и переходят к шлифованию шкуркой с более мелким абразивом. После завершения шлифования образец тщательно промывают под струей воды.

После шлифования поверхности образца следует полирование, которое должно устранить риски, оставшиеся от воздействия абразивных частиц.

Применяют механический, химико-механический и электрохимический способы полировки.

Механическое полирование обычно проводят на станках, снабженных вращающимся кругом. На круге натянут полировальный материал – фетр, сукно и др., на который наносят мелкие частицы абразивных материалов – оксидов алюминия, железа или хрома в виде водной суспензии. Для полирования микрошлифов преимущественно используют мелкозернистые абразивы. Для грубого полирования абразивы с размером зерна 1–10 мкм (частота вращения круга 400–600 об/мин). В случае тонкого полирования размер абразивных частиц должен быть до 1 мкм, а частота вращения круга ~300 об/мин. При полировании образец-шлиф перемещают от центра круга к периферии или «восьмеркой».

Очень часто для полирования используют алмазные пасты, содержащие алмазные микропорошки марки АСМ или АС, связующие и по-

верхностно-активные вещества, которые наносят на лист бумаги, закрепленный на вращающемся круге полировального станка. Введено следующее условное обозначение пасты из синтетических алмазных порошков: **АСМ 7/5 НВМ ГОСТ 25593-83**, где АСМ – марка порошка, 7/5 – зернистость, Н – нормальная массовая доля алмазов, В – смываемых водой, М – мазеобразной консистенции. В табл. 1.2 представлена классификация синтетических алмазных паст.

Таблица 1.2

Классификация синтетических алмазных паст АСМ

Зернистость алмазного порошка	Массовая доля алмазов в пасте, %			Рекомендуемая область применения
	Н	П	В	
1/0	2	5	10	Тонкое полирование и доводка металлов, сплавов и неметаллических материалов.
2/1				
3/2				
5/3	4	10	20	Параметр шероховатости обработанной поверхности Ra от 0,250 до 0,020 мкм.
7/5				
10/7				
14/10	6	15	30	Полирование и доводка различных материалов (сталь, сплавы, цветные металлы, неметаллические материалы). Параметр шероховатости обработанной поверхности Ra от 0,320 до 0,050 мкм.
20/14				
28/20				
40/28	8	20	40	
60/40				

Процесс полирования сопровождается весьма небольшим съемом металла. При этом большую роль играют химические и термохимические процессы, развивающиеся под действием полировочных паст. Поверхность металла под влиянием окружающей среды, содержащихся в пастах активных компонентов и происходящего при полировании нагрева покрывается тонкими окисными и солевыми пленками. Механическое воздействие полировочного инструмента сопровождается разрушением этих пленок, но на обнажившихся участках металла они сразу же вновь образуются.

Полирование заканчивается при получении зеркальной поверхности шлифа. Образец промывается водой и быстро высушивается прикладыванием полированной стороны к фильтровальной бумаге (осторожно); касаться пальцами полированной стороны нельзя, так как это портит шлиф.

Для выявления микроструктуры полированную поверхность образца подвергают травлению.

1.2.2. Травление

Выявление микроструктуры в большинстве случаев сводится к созданию на полированной поверхности неглубокого рельефа, в котором конфигурация неровностей повторяет расположение и очертания отдельных кристаллитов. Такой рельеф можно создать методами химического и электрохимического травления, слабого окисления при нагреве, осаждения магнитного порошка на полированную поверхность, образования рельефа на полированной поверхности в результате объемных изменений сплава.

При химическом или электролитическом травлении, во-первых, образуются канавки на границах между зёрнами и, во-вторых, создается неодинаковая шероховатость поверхности зёрен разных фаз или даже одной фазы (последнее имеет место в том случае, если у разных зёрен одной и той же фазы с плоскостью шлифа совпадают разные плоскости кристаллической решетки). Канавки на границах образуются из-за того, что атомы в этих участках обладают повышенной энергией и поэтому легче вступают в химическую реакцию растворения. Неодинаковая шероховатость на поверхности зёрен разных фаз или даже одной и той же фазы обусловлена той же причиной – неодинаковой химической активностью из-за различных свойств фаз или различающейся плотности упаковки атомов на разных плоскостях кристаллической решетки зёрен одной и той же фазы. Поскольку атомы в сердцевине зёрен имеют меньшую энергию, чем на их границах, рельеф на поверхности менее глубок, чем на границах. При наблюдении в отраженном свете максимальный оптический контраст создается между участками рельефа разной глубины, т. е. между границами и телом зёрен. Контраст между разными зёрнами значительно слабее благодаря меньшему различию в глубине неровностей на их поверхности.

Однофазные структуры зёрен различной кристаллографической ориентировки имеют различную степень растворения или окрашивания при воздействии реактива-травителя. На участках стыков зёрен (граница зерна) скапливается наибольшее количество примесей, концентрируются искажения решётки, и поэтому травимость увеличивается. Такая структура при рассмотрении под микроскопом будет представлять зёрна различной окраски с ясно различимыми границами.

При травлении многофазных структур отдельные фазовые составляющие – зёрна чистых металлов, твёрдых растворов или химических соединений дают различную степень растворения при воздействии ре-

актива-травителя. При освещении протравленного микрошлифа на металлографическом микроскопе лучи света будут по-разному отражаться от различно протравленных фазовых составляющих.

Фазовые составляющие, слабо протравленные, отразят больше лучей света и будут казаться светлыми; фазовые составляющие, протравившиеся сильно, отразят вследствие рассеяния света меньше лучей и будут казаться тёмными.

В табл. 1.3 представлены наиболее часто применяемые реактивы для травления сплавов.

Таблица 1.3

Перечень реактивов для химического травления сплавов

№	Состав реактива	Назначение
1	3–5 см ³ азотной кислоты, 100 см ³ этилового спирта (или воды)	Для сталей и чугуна после разной обработки
2	Насыщенный раствор винной кислоты в воде	Феррит окрашивается в темный цвет
3	5–10 г хлорного железа, 15–30 см ³ соляной кислоты, 100 см ³ воды	Для легированных сталей с хромом, вольфрамом и др. Для латуни, бронзы, нержавеющей и никелевых сплавов
4	По 20 см ³ азотной, плавиковой кислоты, 60 см ³ глицерина	Для титановых сплавов
5	2–3 см ³ азотной кислоты, 1,5–3 см ³ плавиковой кислоты, 95 см ³ воды	Для титановых сплавов
6	Азотная кислота 10 мл, соляная кислота 20–30 мл, глицерин 30 мл	Для выявления структуры высокохромистой, быстрорежущей и аустенитной мартеновистой стали в закаленном состоянии, при этом рекомендуется производить попеременное травление и полирование
7	Азотная кислота 1–5 мл, этиловый или метиловый спирт 100 мл	Реактивы окрашивают перлит в темный цвет, выявляют границы зерен феррита, структуру мартенсита и продуктов отпуска
8	Хлорное железо 5г, соляная кислота 50 мл, вода 100 мл	Для исследования структуры высоконикелевой нержавеющей аустенитной стали
9	Соляная кислота 40 мл, хлорная медь 5г, вода 30 мл, этиловый спирт 25 мл	Для выявления напряжений и дисперсионного твердения стали. Время травления 10с

Признаком протравления является потускнение поверхности шлифа. После травления микрошлиф промывают ватой, смочённой в спирте, а затем просушивают прикладыванием фильтрованной бумаги. В результате травления должно быть чёткое выявление микроструктуры.

Если структура недостаточно выявлена, следовательно, шлиф недотравлен и его травят повторно. Если структура получается слишком тёмная, следовательно, шлиф перетравлен. Тогда его нужно снова полировать и травить, уменьшив время выдержки или ослабив травитель. При выявлении структуры металлов, отличающихся высокой химической стойкостью, не всегда удаётся выявить структуру при химическом травлении. В таких случаях следует применять электролитическое травление. Электролитическое травление проводят на специальной установке. Шлиф помещают в электролит. Этот же шлиф является анодом. Катодом при травлении служит нержавеющая сталь. Напряжение при электролитическом травлении составляет от 2 до 6В. Решающее значение для успешного распознавания микроструктуры имеет правильный выбор состава электролита, электрического режима и продолжительности травления.

При травлении макрошлиф предварительно протирают спиртом или другими составами для удаления поверхностных загрязнений и после этого погружают в ванну с реактивом таким образом, чтобы он шлифованной поверхностью не соприкасался со стенками ванны. Для подогрева ванна устанавливается на водяную баню или под действие другого источника нагрева. Травление проводят в вытяжном шкафу. Макрошлифы вынимают из реактива щипцами или рукой в резиновой перчатке.

1.3. Приборы

К приборам для изучения структуры металлов, прежде всего, относится металлографический микроскоп. Обычный микроскоп не удастся применить для исследования металлов, т. к. в его оптической схеме свет от источника проходит через исследуемый образец, попадает в объектив микроскопа и через систему линз и окуляр попадает в глаз наблюдателя. Металл не пропускает световые лучи, поэтому для исследования металлов пришлось разрабатывать совершенно другую схему отражательного микроскопа. В этом типе микроскопа свет попадает на поверхность исследуемого образца, и после отражения попадает в объектив и в дальнейшем в окуляр микроскопа. Чтобы поверхность образца хорошо отражала свет, она должна быть отполирована до зеркального состояния.

Микроскоп металлографический инвертированный МЕТАМ ЛВ предназначен для исследования микроструктуры металлов, сплавов и других непрозрачных объектов в отраженном свете в светлом поле при прямом и косом освещении, в темном поле, а также по методу дифференциально-интерференционного контраста. В состав микроскопа входят сле-

дующие узлы: основание 1 (рис. 1.1), осветитель 4, направляющая с отражателями 8, револьвер 9 с объективами, фокусирующий механизм с предметным столиком 11, фототубус 2, бинокулярная насадка 15 с окулярами и видеотубусом 12. Общий вид микроскопа показан на рис. 1, 2.

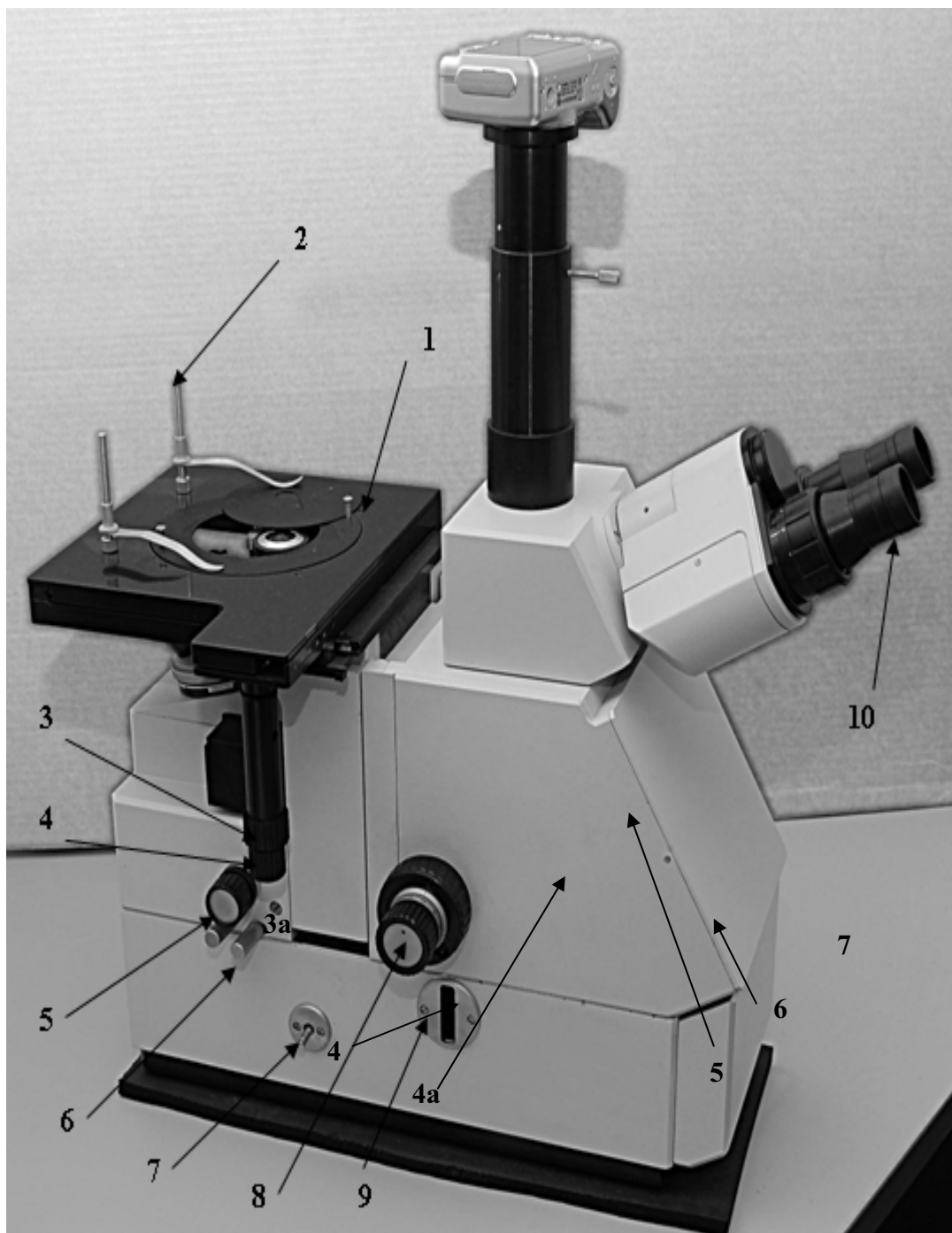


Рис. 11. Общий вид микроскопа МЕТАМ ЛВ

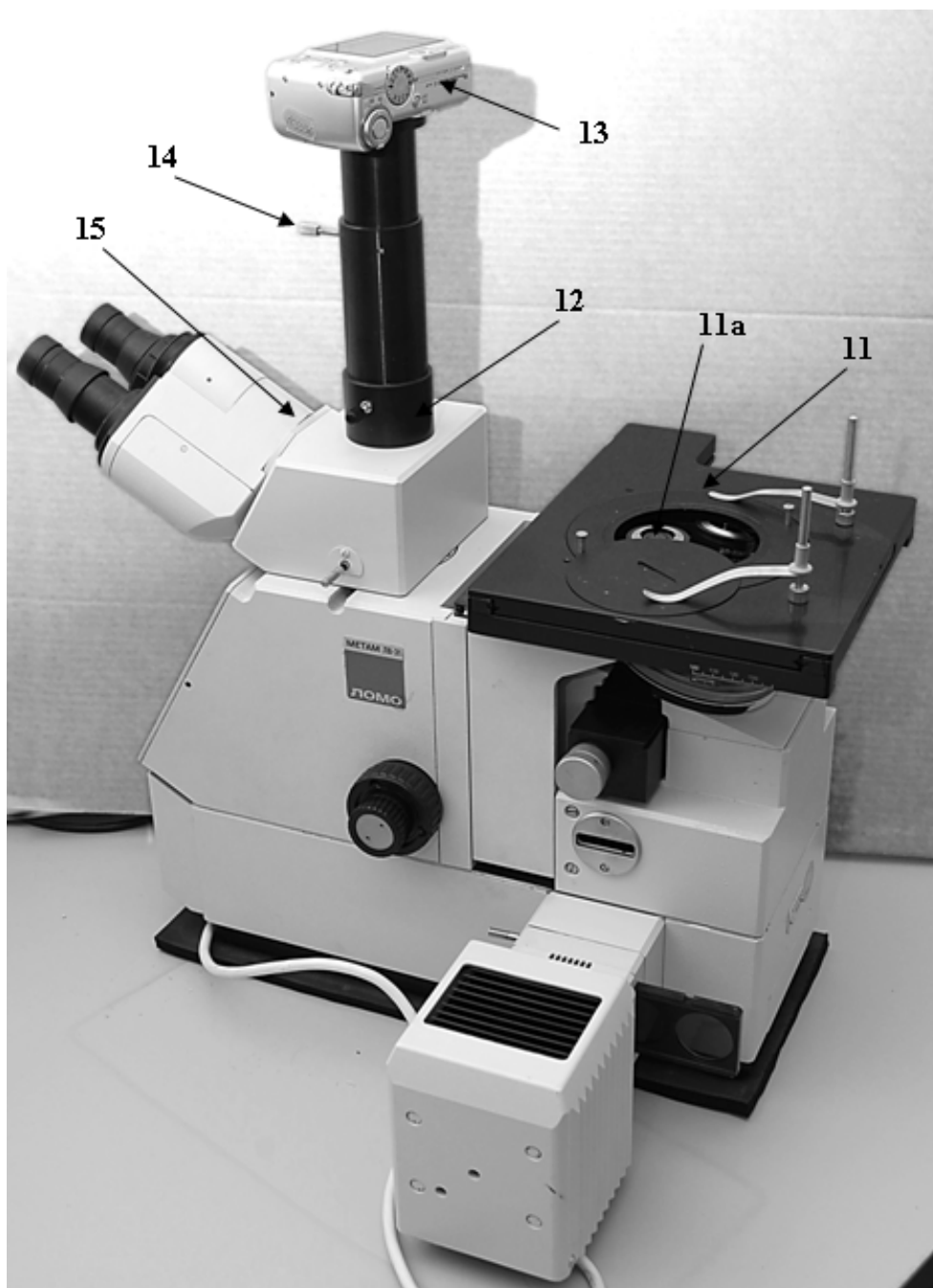


Рис. 1.2. Общий вид микроскопа МЕТАМ ЛВ

1.3.1. Основание

Основание 1 (рис. 1) представляет собой литую деталь, на которой сверху закрепляются основные опико-механические узлы микроскопа, револьвер и фокусирующий механизм.

Внутри основания смонтирована система линз зеркал для передачи изображения объекта как в визуальный канал, так и в плоскость фото-пленки с размером кадра 24×36 мм.

С правой стороны основания закреплен осветитель 4.

В видеотубус при необходимости устанавливается фотокамеры 13 (рис. 1), которая при необходимости закрепляется винтом 14.

С левой стороны основания расположена рукоятка 7 (рис. 2), предназначенная для вывода изображения в плоскость фотопленки.

В паз 9 устанавливается заглушка, предохраняющая микроскоп от попадания пыли, или сменные сетки.

1.3.2. Осветитель

Осветитель микроскопа состоит из фланца 5 (рис. 1) и фонаря 4а. Во фланце имеется паз, в который вставляется направляющая 6 с нейтральными фильтрами.

Для смещения диафрагмы косоугольного освещения служит ручка 3.

В качестве источника света применяется галогенная лампа накаливания HLWS5-A 12V, 100W с центрированным цоколем.

Питание лампы осуществляется от источника питания.

1.3.3. Револьвер

Пятигнездный револьвер 9 (рис. 1) с объективами 11а устанавливается по направляющей типа «ласточкин хвост» в корпус 4, жестко закрепленный на основании 1 (рис. 1) микроскопа.

Переключение объективов осуществляется вращением револьвера за накатанное кольцо 9а (рис. 1).

С правой стороны корпуса имеется паз, в который устанавливается направляющая с отражателями 8, обеспечивающая исследование различными методами.

Под направляющую с отражателями в паз 7 вставляется один из светофильтров в оправе или матовое стекло в оправе.

Рукоятка 5 (рис. 2) служит для раскрытия полевой диафрагмы, винты 6 – для ее центрировки.

1.3.4 Направляющая с отражателями

Направляющая с отражателями 1 (рис. 3) состоит из трех оптических узлов, которые при введении их в ход лучей обеспечивают исследование в светлом поле с помощью отражателя 3, в темном поле – с помощью диафрагмы 2 и зеркала, а также работу в поляризованном свете с помощью анализатора 6 и поляризатора 4, при этом поворот анализатора осуществляется с помощью рукоятки 5.

Направляющая с отражателями устанавливается в фиксированное положение при введении в ход лучей каждого из оптических узлов.

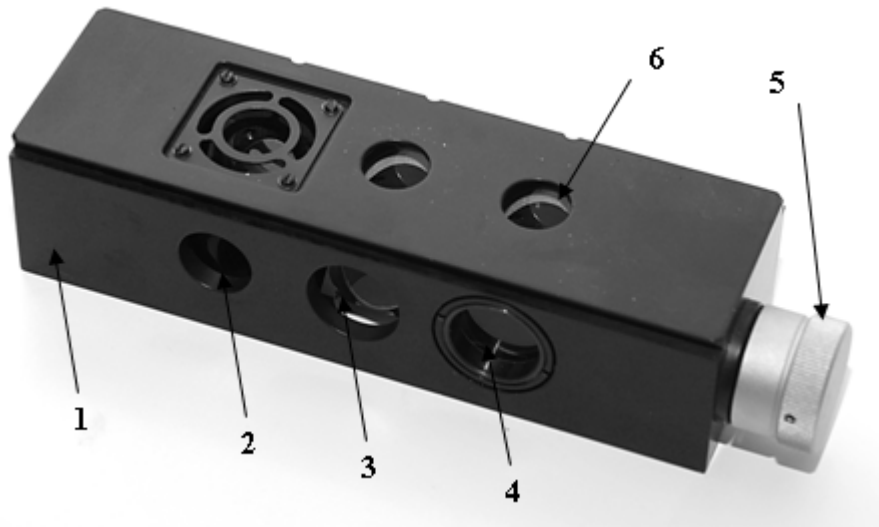


Рис. 3.3. Направляющая с отражателями

1.4. Работа с микроскопом

Для общего обзора исследуемого объекта целесообразно начинать наблюдение при малом увеличении, для этого следует использовать объектив $5^{\times}/0,17$, а для более подробного изучения объекта – объективы, имеющие большее увеличение.

1.4.1. Работа в светлом поле при прямом и косом освещении

Настроить микроскоп для работы в светлом поле, для этого выполнить следующие действия:

1. Установить в окулярные трубки бинокулярной насадки окуляры $10^{\times}/20$.
2. Установить предметный столик в среднее положение по шкалам продольного и поперечного перемещений и положить на него объект.
3. Ввести в ход лучей объектив среднего увеличения 20^{\times} .
4. Ввести в ход лучей отражатель светлого поля перемещением направляющей с отражателями 2 (рис. 3) и установкой ее в среднее фиксированное положение.
5. Вдвинуть до упора рукоятку 7 (рис. 2).
6. Включить осветитель.
7. Установить расстояние между осями окулярных трубок в соответствии с глазной базой наблюдателя угловым поворотом окулярных трубок относительно осп шарнира.
8. Наблюдая правым глазом в правый окуляр, вращением рукояток фокусирующего механизма сфокусировать микроскоп на резкое изображение объекта.

9. Наблюдая левым глазом в левый окуляр, перемещением окуляра с помощью диоптрийного механизма добиться резкого изображения объекта, после чего перейти к наблюдению двумя глазами.
10. Прикрыть полевою диафрагму с помощью рукоятки 5 (рис. 2) на $1/3$ поля зрения окуляра и отцентрировать ее винтами 2.
11. Проверить качество настройки освещения, для чего установить вместо окуляра точечную диафрагму, с помощью рукоятки 3а (рис. 1) прикрыть апертурную диафрагму на $1/3$ относительно диаметра выходного зрачка объектива и наблюдать изображение множества источников света линзового раstra; раскрыть апертурную диафрагму до размера выходного зрачка объектива.
12. Вынуть точечную диафрагму, вставить окуляр и перейти к наблюдению объекта.

При работе на микроскопе следует помнить, что изменение размеров полевой диафрагмы влияет только на величину, а не на яркость поля зрения; изменение размеров апертурной диафрагмы влияет на яркость освещения и на контрастность изображения объекта. Однако контрастность изображения зависит не только от размера апертурной диафрагмы, но и в гораздо большей степени от структуры и качества объекта.

Кроме того, контрастность изображения может изменяться за счет применения светофильтров, которые входят в комплект микроскопа и могут быть установлены в паз корпуса револьвера.

Яркость изображения нельзя регулировать сужением апертурной диафрагмы. Для уменьшения яркости изображения рекомендуется ввести в ход лучей матовое стекло, которое устанавливается в паз корпуса револьвера или один из нейтральных светофильтров в оправе, устанавливаемых в паз корпуса осветителя.

Косое освещение в микроскопе создается смещением диафрагмы с помощью рукоятки 3 (рис. 4). Косое освещение применяется для повышения контраста изображения, при этом получается рельефное изображение объекта, которое несколько искажает его геометрическую форму. При этом методе наблюдения не следует производить измерения.

1.4.2. Работа в темном поле

Для определения границ зерен, мелких включений, коэффициенты отражения которых близки к коэффициенту отражения основного объекта, применяется метод наблюдения в темном поле.

Контраст, возникающий в темном поле, является обратным по отношению к контрасту изображения в светлом поле, поэтому рельефные участки объекта, вызывающие рассеяние света, окажутся светлыми. Зеркально отполированная поверхность объекта будет выглядеть темной.

Для перехода к наблюдению объектов в темном поле следует ввести в ход лучей диафрагму темного поля с зеркалом, для чего переместить направляющую с отражателями (рис. 3) и установить ее в крайнее правое фиксированное положение.

Раскрыть полностью апертурную диафрагму перемещением ручки За (рис. 1) и полевую диафрагму поворотом рукоятки 5 (рис. 2).

Добиться желаемого контраста изображения изменением накала лампы и прикрытием полевой диафрагмы.

1.4.3. Определение цены деления шкалы окуляра

В плоскости полевой диафрагмы окуляра 10^x установлена шкала для измерения величины отдельных составляющих объекта. Перед измерением объекта необходимо определить цену деления шкалы окуляра в плоскости объекта для каждого объектива.

1. Положить на предметный столик объект-микрометр шкалой вниз.
2. Установить в правый тубус бинокулярной насадки окуляр 10^x со шкалой и, наблюдая в окуляр, перемещением глазной линзы окуляра добиться резкого изображения его шкалы.
3. Сфокусировать микроскоп на резкое изображение шкалы объект-микрометра в плоскости шкалы окуляра и развернуть окуляр в тубусе, установив штрихи обеих шкал параллельно.
4. Определить, сколько делений объект-микрометра укладывается в шкале окуляра (при объективах среднего и большого увеличения) или сколько делений шкалы окуляра занимает весь объект-микрометр (при объективах малого увеличения).

Вычислить, цену деления шкалы окуляра по формуле:

$$E = \frac{LT}{A}, \quad (1)$$

где L – число делений объект-микрометра; T – цена деления шкалы объект-микрометра, равная 0,005 мм; A – число делений шкалы окуляра. Полученные данные рекомендуется записать в табл. 4.

Таблица 1.4

Увеличение объектива	Цена деления шкалы окуляра, мм
5	
10	
20	
50	
100	

1.5. Задание

!! Перед началом работы ознакомиться с техникой безопасности

1. Определить цену деления шкалы окуляра микроскопа МЕТАМ ЛВ (Таблица 4).
2. Описать состояние исходной поверхности образцов (наличие неровностей и т. д.).
3. Провести шлифование образцов до исчезновения заметных рисок поверхности. При шлифовании последовательно переходить от одной шкурки к другой с непрерывно уменьшающимися размерами абразивных частиц (табл. 1). Движение образца при шлифовании вручную производить под углом 90° к направлению царапин от предшествовавшей обработки.
4. Провести полирования образцов с использованием синтетических алмазных паст, начиная с самой крупнозернистой и заканчивая самой мелкозернистой (табл. 2). Обработку продолжать до появления зеркальной поверхности.
5. Описать состояние обработанной поверхности образцов (наличие неровностей и т. д.)
6. Провести травления образцов с целью выявления зерен и структуры. Для стали использовать реактив № 1, для титана – № 4 (табл. 3).
7. Исследовать полученную поверхность с помощью металлографического микроскопа.

1.6. Содержание отчета

1. Краткая теория.
2. Результаты микроскопических исследований поверхности.
3. Анализ полученных результатов.
4. Выводы по работе.
5. Ответы на контрольные вопросы.

1.7. Контрольные вопросы

1. Понятие микроструктуры материала.
2. Основные методы металлографических исследований.
3. Требования, предъявляемые к образцам для металлографических исследований.
4. Основы получения качественных шлифов.
5. Виды полировки поверхности применяемые при подготовке к металлографическим исследованиям.
6. Процессы, происходящие при полировке поверхности.

7. Какие процессы приводят к выявлению микроструктуры материала при травлении?
8. Устройство и принцип работы металлографического микроскопа.
9. Применение микроскопа для исследований в светлом и темном поле.
10. Определение цены деления шкалы окуляра.

1.8. Литература

1. Акшенцева А.П. Металлография коррозионно-стойких сталей и сплавов: справочник / А.П. Акшенцева. – М.: Metallurgy, 1991.
2. Металлография титановых сплавов / Е.А. Борисова, Г.А. Бочвар, М.Я. Брун и др.; под ред. С.Г. Глазунова и Б.А. Колачева (отв. ред.). – М.: Metallurgy, 1980.

2. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОБРАБОТКИ ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ. ОСНОВЫ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЙ ПОЛИРОВКИ

Целью работы является освоение методов и приемов электрохимической обработки образцов для металлографических исследований.

2.1. Электрохимические методы обработки металлов

Электрохимические методы обработки металлов предназначены для придания обрабатываемой металлической детали определенной формы, заданных размеров или свойств поверхностного слоя. Электрохимическая обработка основана на законах анодного растворения металлов при электролизе. При прохождении электрического тока через электролит на поверхности материала происходят химические реакции, и поверхностный слой металла превращается в химическое соединение. Продукты электролиза переходят в раствор или удаляются механическим способом.

Если обрабатываемая деталь является анодом, то происходит анодная обработка, а если катодом, то – катодная обработка. К анодным методам электрохимической обработки материалов относят: различные виды электрохимического травления, полирование, формообразование, размерная обработка, оксидирование и др. Во всех анодных процессах происходит либо растворение металла (локализованное в определенных местах или равномерное по всей поверхности), либо превращение поверхностного слоя металла в оксидный или др. слой.

Электрохимическое травление (ЭХТ) применяют для очистки поверхности всевозможных деталей, проволоки, лент, труб от разнообразных загрязнений (оксидных, жировых и др.) в качестве предварительной ЭХТ применяют в практическом металловедении; широко известно анодное травление металлографических шлифов для выявления микроструктуры сплавов. При этом травление проводят в таких условиях, когда достаточно резко проявляется различие скоростей растворения разных по химическому и фазовому составу компонентов сплава. В результате избирательного ЭХТ могут быть выявлены границы фаз, сегрегация фосфора в стали, дендритная структура титановых сплавов, сетка трещин в хромовом гальванопокрытии, оценена склонность нержавеющей стали к межкристаллитной коррозии.

Электрохимическое оксидирование имеет две основные разновидности: получение барьерных тонких (толщиной до мкм) и пористых толстых (до нескольких сотен мкм) анодных оксидных пленок. Барьерные пленки получают в растворах электролитов типа H_3BO_3 . Одна из наиболее важных областей применения барьерных оксидных пленок – получение диэлектрического слоя электролитических конденсаторов. Пористые анодные оксидные пленки выращивают в агрессивных по отношению к оксиду электролитах, напр. в 15%-ной H_2SO_4 , при постоянном напряжении. Такие пленки состоят из двух слоев: тонкого барьерного и значительно более толстого пористого. Они широко применяются в качестве декоративно-защитных покрытий. Для улучшения защитных свойств после оксидирования пористые пленки подвергают операции «наполнения» («уплотнения»), чаще всего обработкой в горячей воде.

Анодное формообразование (ЭХФ) используют для изготовления деталей с заданными формой, размерами и качеством поверхности. При ЭХФ деталь получают в условиях, когда форма катода-инструмента копируется на аноде-заготовке. Процесс проводится в потоке электролита (обычно растворы солей, напр. $NaNO_3$) при плотностях тока в десятки A/cm^2 , межэлектродном расстоянии порядка 0,1 мм. По мере растворения анода-заготовки катод с помощью спец. механизма продвигается в направлении растворения. В отличие от традиционной механической обработки, ЭХФ характеризуется отсутствием механического контакта между инструментом и деталью, низкими температурой и давлением в рабочей зоне, отсутствием износа инструмента и заусенцев на обработанной детали.

Микродуговое оксидирование, т. е. формирование анодной оксидной пленки в условиях протекания электрических микрозарядов на аноде, что расширяет возможность получения оксидных покрытий с различными полезными свойствами.

2.2. Основы электрохимической полировки

Электрохимическое полирование (ЭХП) заключается в преимущественном анодном растворении выступов на шероховатой поверхности и приводит к достижению низкой шероховатости (электрохимическое сглаживание) или зеркального блеска поверхности (глянцевание).

Известно, что при механической обработке происходит деформация поверхностного слоя металла, концентрация в нем напряжений, скрытых дефектов. Чем тоньше материал, тем большее влияние на его свойства оказывает поверхностный слой. Устранение этого влияния известными методами затруднено. Термическая обработка мало влияет на тонкий поверхностный слой. Механическое шлифование и полирование

не может его удалить. Травление сопровождается неравномерным растворением по структуре металла и его наводороживанием. Электрохимическое полирование удаляет деформированный слой, образовавшийся на поверхности образца при шлифовании. Поэтому при изготовлении образцов из мягких материалов электрополирование оказывается практически незаменимым.

ЭХП применяют для повышения эксплуатационных свойств деталей. Положительное влияние ЭХП на изделие объясняется несколькими причинами: 1) удаление дефектного (деформированного, имеющего трещины, повышенное содержание вредных элементов) поверхностного слоя, образовавшегося при механической, термической, электрической обработке изделия; 2) уменьшение шероховатости и сглаживание профиля поверхности; 3) образование тонкой поверхностной оксидной пленки, предохраняющей металл от коррозионного воздействия среды. К недостаткам электрополирования относят: ускоренное растворение металла вблизи неметаллических включений (это приводит к образованию ямок и выкрашиванию включений) и возникновению «завала» (скругления) кромок образца.

При ЭХП обычно удаляется слой металла от 2,5 до 80 мкм. Конечная шероховатость поверхности определяется исходной шероховатостью, продолжительностью ЭХП, условиями проведения процесса (температура, плотность тока), составом электролита (растворы щелочей, солей, но чаще всего смеси кислот). Получению высокого качества ЭХП мешают большие размеры кристаллитных зерен, неравномерная структура, наличие неметаллических включений (напр., карбидов), глубокие следы прокатки, слишком высокая начальная шероховатость поверхности.

Производительность этого способа зависит от электрохимических свойств электролита, обрабатываемого материала и плотности тока. Увеличение блеска связано, прежде всего, с предотвращением или торможением травления металла в результате образования на его поверхности пассивной пленки окисной природы. Такая пленка может возникнуть как под влиянием взаимодействия растворяющегося металла с компонентами электролита, так и в результате непосредственного окисления металла при определенных значениях анодного потенциала. Наибольший блеск поверхности достигается при минимальной толщине оксидной пленки, которая должна быть достаточной, чтобы предотвратить травящее действие электролита на металл. Для этого необходимо, чтобы скорости электрохимического процесса формирования пленки и химического процесса ее растворения были не только близки, но и достаточно высокими. Поэтому процессы электрохимического полирования протекают в весьма агрессивных средах при высоких значениях потенциала

и плотности тока. Образование на аноде пассивной пленки приводит к повышению электрохимической однородности поверхности металла, так как преимущественное растворение происходит на участках химических, структурных и микрогеометрических неоднородностей, где пассивный слой менее совершенен, благодаря чему повышается блеск поверхности металла.

Сглаживание шероховатости поверхности определяется, в основном, количеством электричества, пропущенного через электролит, и, следовательно, количественными изменениями в прианодном слое. Помимо этого в ходе электролиза наблюдается уменьшение высоты микровыступов и округление их вершин с переходом к волнообразному микрорельефу. В этом случае сглаживание шероховатостей при электрохимическом полировании вызывается неравномерностью вторичного распределения тока по микрорельефу поверхности и концентрационными изменениями в прианодном слое электролита.

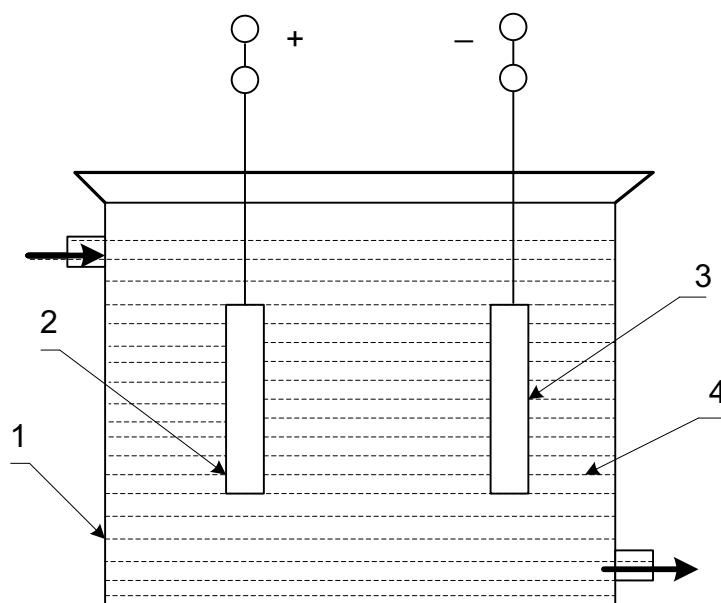


Рис. 2.1. Схема электрохимического полирования: 1 – ванна; 2 – обрабатываемая заготовка; 3 – пластина-электрод; 4 – электролит

Электрохимическое полирование проводят в емкостях (ваннах), наполненных электролитом, причем образец является анодом (рис. 1). Шлифованную поверхность образца устанавливают против катода. Катодом служит металлическая пластинка из свинца, меди, стали (иногда электролит подогревают). При подаче напряжения начинается процесс растворения металла заготовки (в основном на выступах микронеровно-

стей). По-видимому, это – результат образования у поверхности образца вязкого слоя, состоящего из продуктов реакции металла и электролита. Толщина слоя над выступами и, следовательно, его электросопротивление в этих местах меньше, чем над впадинами. Поэтому во время электролитического полирования происходит преимущественное растворение выступов, и поверхность микрошлифа становится гладкой. В результате избирательного растворения, микронеровности сглаживаются, и обрабатываемая поверхность приобретает металлический блеск.

2.2.1. Параметры процесса электрохимического полирования

Качество полирования зависит от исходного состояния поверхности образца, расстояния между образцом и катодом, времени обработки; плотности тока, температуры (вязкости) и перемешивания электролита.

Температура электролита имеет существенное влияние на качество ЭХП. Для каждой системы металл – электролит имеется строго определённый интервал оптимальных температур. Понижение температуры увеличивает вязкость электролита и затрудняет диффузию продуктов анодного растворения от поверхности металла в общую массу электролита и свежего электролита к аноду. Для достижения заданной плотности тока для этого требуется более высокое напряжение на клеммах ванны. Повышение температуры оказывает на приведённые выше параметры обратное влияние. Как при понижении, так и повышении температуры за пределы допустимых значений качество ЭХП может значительно ухудшиться.

Продолжительность процесса ЭХП зависит от следующих факторов: исходного состояния поверхности изделия, режима, состава электролита, природы металла и т. д. Увеличение времени ЭХП сверх необходимого для достижения заданной чистоты поверхности не только не ведёт к дальнейшему улучшению качества поверхности, но иногда наоборот – ухудшает её. Вообще продолжительность полирования уменьшается с увеличением плотности тока и улучшением качества исходной подготовки поверхности.

Основными **параметрами электрического режима** процесса ЭХП являются величина анодного потенциала, анодная плотность тока и напряжение на клеммах ванны. Характер и скорость любой электрохимической реакции определяются величиной анодного потенциала, поэтому наиболее целесообразно, регулировать процесс ЭХП по величине анодного потенциала. На практике контроль процесса осуществляется по величине анодной плотности тока, а иногда и по напряжению на клеммах ванны, хотя эти показатели (особенно напряжение на клеммах ванны) не всегда являются точными и определёнными. В отличие от большин-

ства катодных процессов осаждения металлов процесс ЭХП осуществляется обычно при более высоких плотностях тока. При низких плотностях тока, когда металл находится в активном состоянии и растворяется почти со 100 % выходом по току, как правило, наблюдается травление поверхности. В процессе электрохимического полирования применяют такие плотности тока, при которых наряду с растворением металла происходит разряд гидроксильных ионов или кислородсодержащих ионов (SO_4^{2-} , PO_4^{3-}) с выделением газообразного кислорода. При этом выход по току, т. е. степень полезного использования электрической энергии на растворение металла, значительно снижается. Иногда ЭХП успешно протекает при низких плотностях тока, без выделения кислорода на аноде, например при ЭХП меди и её сплавов в растворе H_2PO_4 . При плотностях тока, значительно превышающих оптимальные значения, происходит бурное газовыделение, перегрев и травление поверхности металла, повышается удельный расход энергии и снижение выхода по току. С изменением концентрации электролита, размеров и конфигурации электрополировочной ванны, расположения катода и полируемого изделия электрические характеристики ЭХП могут в заметной степени измениться. Если при выборе состава электролита можно руководствоваться некоторыми соображениями теоретического порядка, то установление оптимального режима ЭХП осуществляется пока лишь опытным путем.

Процесс перемешивания электролита применяют, в случаях, когда диффузия и конвекция не могут обеспечить отвод продуктов химических реакций от анода в общую массу электролита и доставку свежего электролита к аноду. Кроме того, перемешивание предотвращает локальное нагревание поверхности анода и позволяет поддерживать более равномерную температуру электролита. Обычно перемешивание применяется тогда, когда на аноде образуются труднорастворимые в электролите плёнки и когда необходимо удалять прилипающие или медленно движущиеся в одном направлении пузырьки кислорода. В первом случае увеличивается скорость растворения плёнок на аноде, во втором – поверхность освобождается от пузырьков газа, которые могут вызвать образование дефектов на поверхности. Иногда лучшие результаты получаются при вращении и колебательном движении анода. Перемешивание электролита вызывает необходимость увеличения плотности тока.

После полирования шлиф промывают в воде либо, если металл окисляется, – в этиловом спирте, и просушивают фильтровальной бумагой.

2.2.2. Влияние электрохимического полирования на механические свойства металлов и сплавов

Ценность электрохимического полирования не ограничивается лишь получением блестящих поверхностей металлов (что имеет большое практическое значение). Оно оказывает благоприятное влияние на многие физико-химические и коррозионные свойства металлов, так как рассматриваемый вид обработки сопровождается растворением слоя металла, обогащенного внутренними дефектами, инородными включениями, концентраторами напряжений и т. д. Полирование приводит к повышению электрохимической и кристаллической однородности обрабатываемой зоны, что, несомненно, сказывается на свойствах металлов.

Предел выносливости металлов важной прочностной характеристикой, которая в значительной мере определяет эксплуатационные свойства изделий. Усталостное разрушение металла начинается с его поверхности и обуславливается, главным образом, ее структурой, химической, микрогеометрической неоднородностью, отличием состава, структуры и свойств тонкого поверхностного слоя от свойств основной массы материала. Остаточные напряжения в поверхностном слое неравномерно распределяются по его толщине. Риски, микротрещины, инородные включения, микровыступы шероховатостей поверхности являются теми участками, где концентрируются напряжения, и поэтому весьма неблагоприятно сказываются на сопротивлении усталости. Известные способы повышения предела выносливости – термообработка, чистовая обработка поверхности, механическое и термомеханическое упрочнение оказывают благоприятное влияние, но практически не изменяют состояния внешнего поверхностного слоя. С уменьшением толщины металла неизбежно возрастает неблагоприятное влияние этого слоя на прочностные характеристики. При электрохимическом полировании в условиях частичной пассивности, исключая травление, удаляется некондиционный слой металла и формируется новый слой и новая поверхность, не имеющие указанных недостатков.

Упругие характеристики металлов (предел упругости, стойкость против релаксации) также зависят от состояния поверхности и тонкого приповерхностного слоя, от величины остаточных напряжений. Анализ литературных данных показал, что ЭХП позволяет при определенных условиях повысить предел упругости материалов, и уменьшить стойкость против релаксации в несколько раз.

Благоприятное влияние ЭХП оказывает и на **износостойкость гальванических покрытий**. Это обстоятельство связано с тем, что покрытие в большой мере повторяет микропрофиль поверхности металла основы, кроме того, в этом случае играет роль высокая пластичность покрытия и повышенная прочность сцепления его с основой.

Электрохимическое полирование часто применяют для улучшения **антикоррозионных свойств** металлов. Так как при ЭХП на поверхности металлов происходит формирование пассивирующей пленки оксидной или оксидно-адсорбционной природы. Ее состав и структура зависят от условий электролиза, прежде всего – состава электролита. Использование растворов, содержащих ионы шестивалентного хрома, положительно сказывается на антикоррозионных свойствах металлов. Также широко используются электролиты, содержащие добавки органических соединений, в числе которых ряд ингибиторов (триэтаноламин, уротропин). Эти соединения, так же как и некоторые другие, участвуют в формировании пассивной пленки и могут влиять на защитные свойства пленки. В литературе отмечается, что стойкость против коррозии анодно обработанных образцов выше, чем механически или химически полированных.

2.3. Электрохимическое полирование стали

Основой электролитов для полирования стали является фосфорная кислота. Другими важными компонентами служат серная кислота и хромовый ангидрид. Аустенитные стали (12Х18Н9Т, Х17Г9АНЧ) полируются в фосфорнокислых растворах, содержание воды в которых не должно превышать 20 % по массе. При полировании коррозионно-стойких аустенитных сталей присутствие в электролите ионов шестивалентного хрома не является обязательным. Для легированных сталей других марок, а также для углеродистых сталей высокое качество полирования достигается только при наличии в электролите ионов шестивалентного хрома.

Для приготовления указанных электролитов растворяют в воде хромовый ангидрид, после чего небольшими порциями вводят фосфорную, а затем серную кислоты. После этого раствор прогревают при 100–105 °С до достижения плотности 1,7–1,74. Необходимо, чтобы хромовый ангидрид полностью растворился, так как оставшиеся мелкие частицы могут вызвать травление металла. Корректирование электролита ведут добавлением воды с таким расчетом, чтобы плотность его после прохождения электричества 75 А·ч/л не превышала 1,76–1,78. Расчет количества воды, необходимой для получения требуемой плотности раствора, проводится по следующей формуле:

$$V = \frac{V_1 \cdot |d_1 - d_2|}{d_2 - 1} \quad (2.1)$$

где V – количество воды, необходимой для разбавления электролита; V_1 – количество электролита, подлежащего корректированию, л; d_x – плотность электролита до разбавления; d_l – требуемая плотность электролита после разбавления.

Основные растворы для электрохимического полирования сплавов представлены в табл. 2.1.

Таблица 2.1

Состав раствора	Условия полирования	Материал
65 % ортофосфорной кислоты, 15 % серной кислоты, 5 % хромового ангидрида, 12 % глицерина, 3 % воды (в вес. %)	температура полирования 45–70 °С, анодная плотность тока 6–7 а/дм ² , напряжение 4,5–6в, выдержка 4–30 мин (для штампованных деталей 4–6 мин, для деталей после сварки или термической обработки 10–12 мин, для литых отпескоструенных деталей из стали Х18Н9Т около 30 мин)	нержавеющая сталь
65 % ортофосфорной кислоты, 15 % серной кислоты, 6 % хромового ангидрида, 14 % воды (в вес. %)	температура полирования 70–90 °С, анодная плотность тока 40–80 а/дм ² , напряжение 6–8 в, выдержка 5–10 мин	углеродистая сталь

2.4. Электрохимическое полирование титана

Электролиты для полирования титана и его сплавов содержат в качестве одного из основных компонентов, способствующих пассивации металла, серную, азотную или хромовую кислоты, а в качестве активирующего компонента – фториды. Добавки органических соединений, органических соединений, играющие роль ингибиторов, уменьшают травление металла и тем самым повышают качество полирования.

Основные растворы для электрохимической полировки титана представлены в табл. 2.2.

Таблица 2.2

Состав раствора для полировки, мл	Условия полирования
Хлорная кислота 60, Бутиловый спирт 600, Бутилглицоль 360 Растворитель 2	Ток 4–7 А/дм ² , температура полирования 20–25 °С
Хлорная кислота 60, Ледяная уксусная кислота 1000	Ток 30–40 А/дм ² , температура полирования 20–25 °С
Ангидрид уксусной кислоты 795, Хлорная кислота 185, Вода 48	Ток 20–30 А/дм ² , напряжение 40–60 В, температура полирования 20–25 °С
Этиловый спирт 980, Бутиловый спирт 100, Хлорид алюминия 60, Хлорид цинка 280	Ток 2–40 А/дм ² , напряжение 30–60 В, температура полирования 15–20 °С
Плавиковая кислота 48 % 100, Хромовая кислота 400	Ток 20 – 50 А/дм ² , напряжение 3 – 7 В, температура полирования 15 – 20 °С

2.5. Приборы

К приборам для изучения структуры металлов, прежде всего, относится металлографический микроскоп. Обычный микроскоп не удастся применить для исследования металлов, т. к. в его оптической схеме свет от источника проходит через исследуемый образец, попадает в объектив микроскопа и через систему линз и окуляр попадает в глаз наблюдателя. Металл не пропускает световые лучи, поэтому для исследования металлов пришлось разрабатывать совершенно другую схему отражательного микроскопа. В этом типе микроскопа свет попадает на поверхность исследуемого образца, и после отражения попадает в объектив и в дальнейшем в окуляр микроскопа. Чтобы поверхность образца хорошо отражала свет, она должна быть отполирована до зеркального состояния, изображение можно сфотографировать через окуляр микроскопа.

В микроскоп входят следующие агрегатные узлы: штатив, предметный столик и тубус с осветителем, бинокулярной насадкой, окулярами и объективами. Общий вид микроскопа ЕС МЕТАМ РВ показан на рис. 2.2, 2.3.

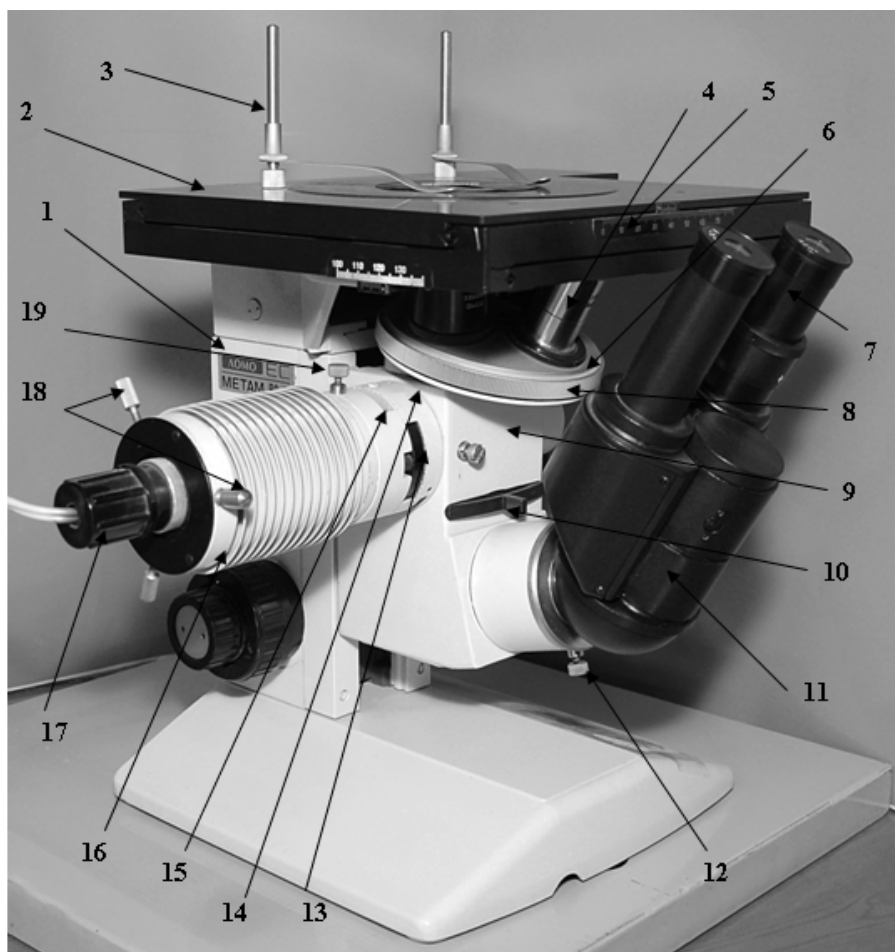


Рис. 2.2. Общий вид микроскопа МЕТАМ РВ

Оптическая система включает объектив, окуляр и ряд вспомогательных оптических элементов: зеркала, призмы и т. п. Объектив дает действительное увеличенное обратное изображение шлифа и представляет собой сложное сочетание линз, расположенных в одной общей оправке и находящихся в непосредственной близости к шлифу. Объектив имеет фронтальную плосковыпуклую линзу, определяющую возможное увеличение и ряд так называемых коррекционных линз, предназначенных для устранения нежелательных эффектов – хроматической и сферической aberrаций, возникающих при прохождении лучей через фронтальную линзу.

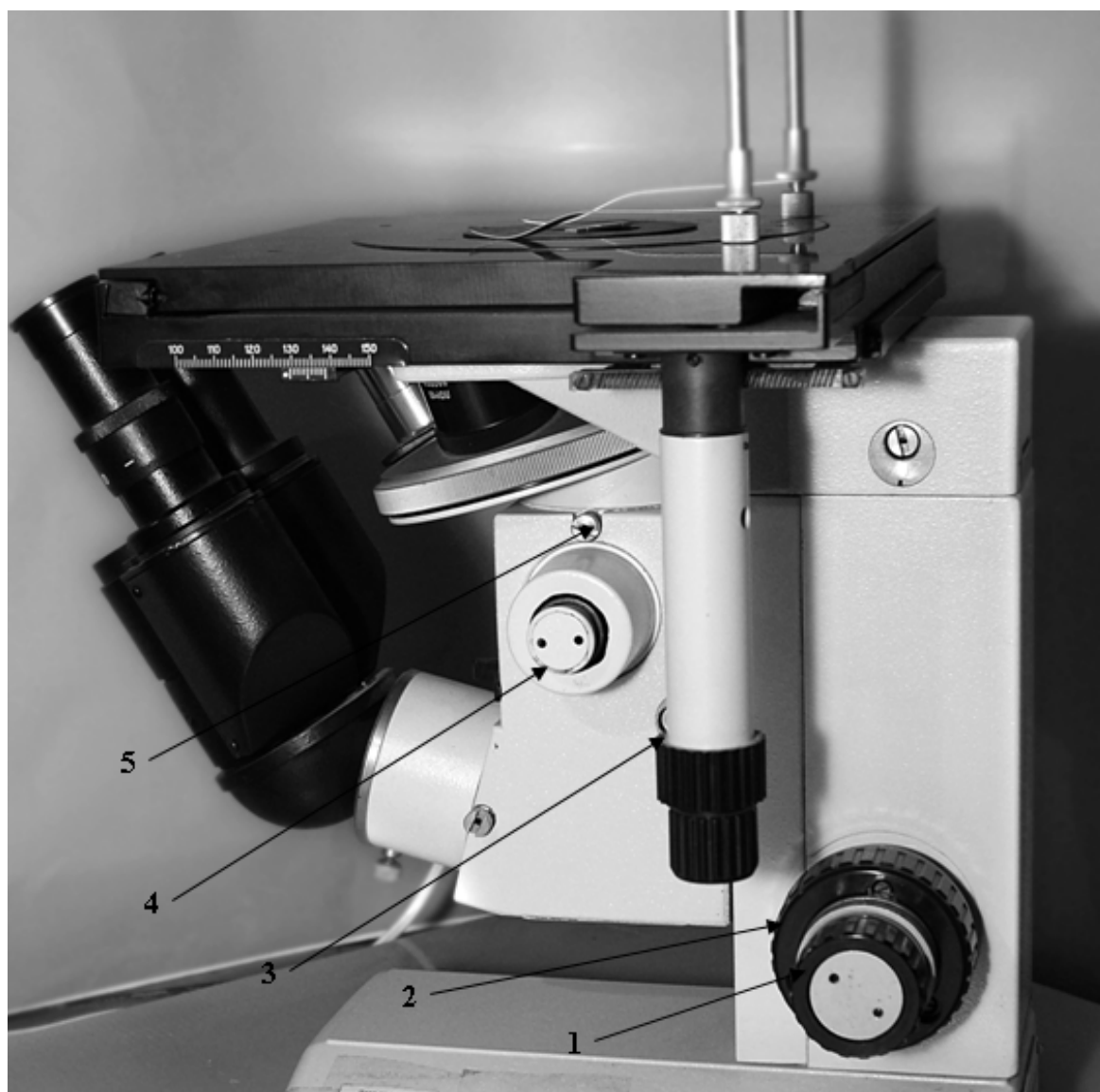


Рис. 2.3. Общий вид микроскопа METAM PB

Микроскоп позволяет наблюдать микроструктуру объекта в светлом и темном поле при прямом освещении, в поляризованном свете и методом дифференциально-интерференционного контраста.

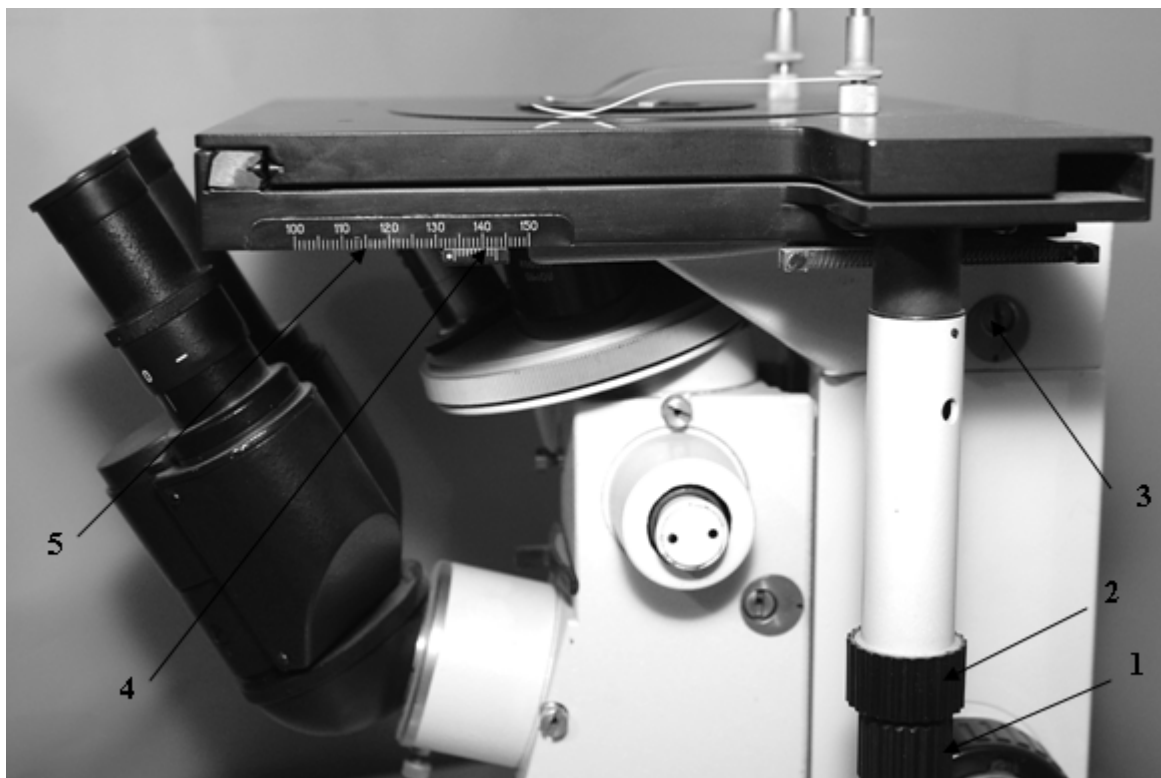


Рис. 2.4. Микроскоп МЕТАМ РВ

В табл. 2.2–2.4 представлены характеристики объективов и окуляров микроскопа.

Таблица 3

Характеристики окуляров

Код	Увеличение	Линейное поле зрения, мм
АКШ-1	6,3	20
АКШ-2	10	15
АКШ-3	10	15
Ю-41.31.830	12,5	16
АКШ-5Ц	16	12
АКШ-20Ц	20	9,0

Таблица 4

Значения увеличения микроскопа при работе в светлом поле
и в поляризованном свете

Объективы	Окуляры									
	6,3 ^x		10 ^x		12,5 ^x		16 ^x		20 ^x	
	увеличение	Линейное поле в пространстве предмета, мм	увеличение	Линейное поле в пространстве предмета, мм	увеличение	Линейное поле в пространстве предмета, мм	увеличение	Линейное поле в пространстве предмета, мм	увеличение	Линейное поле в пространстве предмета, мм
F = 25 A = 0,17	50	2,5	80	2,0	100	1,6	125	1,5	–	–
F = 25 A = 0,17	–	–	125	1,4	160	1,2	200	0,90	250	0,7
F = 25 A = 0,17	200	0,6	300	0,5	400	0,4	500	0,35	–	–
F = 25 A = 0,17	–	–	500	0,3	630	0,3	800	0,22	1000	0,18

Таблица 5

Значения увеличения микроскопа при работе в темном поле и методом
дифференциально-интерференционного контраста

Объективы	Окуляры					
	10 ^x		12,5 ^x		16 ^x	
	Увеличение	Линейное поле в пространстве предмета, мм	увеличение	Линейное поле в пространстве предмета, мм	увеличение	Линейное поле в пространстве предмета, мм
F= 25 A=0,17 ДИК	80	2,0	100	1,6	125	1,5
F= 16 A = 0,30ДИК	125	1,2	160	1,3	200	0,9
F=6,3 A = 0,60ДИК	300	0,5	400	0,4	500	0,3

2.6.1. Работа с микроскопом

2.6.1.1. Настройка освещения и работа в светлом поле

1. Опустить тубус 9 (рис. 2.2) до упора с помощью рукоятки 2 (рис. 3) грубого перемещения.
2. Установить револьвер 6 (рис. 2.2) с объективами так, чтобы штифт попал в паз гнезда, расположенного в верхней части тубуса. Закрепить револьвер или держатель винтом 5 (рис. 2.3).
3. Установить объект на предметный столик 2 (рис. 2.2) и закрепить пружинными клеммами 3.
4. Установить столик в среднее положение: совместить нониусы шкал 4 (рис. 2.4) по шкале 5 (рис. 2.2) продольного перемещения с числовой отметкой «35», а по шкале 5 (рис. 2.4) поперечного перемещения – с числовой отметкой «25».
5. Включить осветитель.
6. Ввести в ход лучей плоскопараллельный отражатель, для чего вдвинуть рукоятку 4 (рис. 3) в тубус до упора.
7. Открыть ирисовую диафрагму поворотом за винт 14 (рис. 2.2).
8. Вдвинуть направляющую 13 в корпус осветителя до упора.
9. Установить окуляры и сфокусировать микроскоп на объект рукоятками 1 (рис. 2.3) и 2, наблюдая в левый окуляр.

При установке окуляра со шкалой в тубус бинокулярной насадки для исключения ошибки глаза наблюдателя следует, смотря в окуляр на свет, перемещением первой линзы на резьбе сфокусировать ее на резкое изображение шкалы окуляра.

Пользуясь диоптрийным механизмом правой окулярной трубки, сфокусировать правый окуляр на объект. Установить окулярные трубки в соответствии с расстоянием между глазами, при этом поля зрения левой и правой трубок должны совместиться.

Перемещением патрона 17 (рис. 2) с лампой и вращением центрировочных винтов 18 добиться наиболее яркого и равномерного освещения объекта.

Для общего обзора исследуемого объекта целесообразно применять объектив малого увеличения $F = 25$, $A = 0,17$, для более подробного изучения объекта – объективы $F = 16$, $A = 0,30$; $F = 6,3$, $A = 0,60$ и $F = 4,0$, $A = 0,85$.

!! Переключение объективов следует осуществлять, установив предметный столик в среднее положение, как указано в 2.4.

!! Объективы и окуляры необходимо подбирать, руководствуясь данными табл. 2.3 и 2.4.

2.6.1.2. Работа в темном поле

Для наблюдения объектов в темном поле используются только эпиобъективы ОЭ-25, ОЭ-16, ОЭ-5 и окуляры, указанные в табл. 2.4.

1. Включить в ход лучей диафрагму темного поля и выключить осветительную линзу, для чего выдвинуть на себя до упора направляющую 13 (рис. 2.2).
2. Открыть полностью ирисовую диафрагму поворотом за винт 14. Установить в паз 10 на тубусе заглушку ТП.
3. Вывести из хода лучей плоскопараллельный отражатель, выдвинув рукоятку 1 (рис. 3) до отказа.
4. При неравномерном освещении поля произвести настройку освещения перемещением патрона 17 (рис. 2.2) с лампой и вращением центрировочных винтов 18.

2.6.1.3. Работа в поляризованном свете

1. Наблюдение объекта в поляризованном свете можно вести только в светлом поле, поэтому следует настроить освещение, как указано в подразделе 2.6.1.1.
2. Вдвинуть направляющую 13 в корпус осветителя до упора, а рукоятку 1 (рис. 2.3) вдвинуть до отказа в тубус 8 (рис. 2.2).

Вставить в бинокулярную насадку 11 окуляр 7 в соответствии с указаниями табл. 2.2. Поместить на предметный столик объект и сфокусировать на него микроскоп.

Установить в паз 15 на корпусе осветителя поляризатор, при этом должно наблюдаться максимальное просветление поля окуляра.

Вставить анализатор в паз 10 (рис. 2.2) на тубусе вместо заглушки и вращением добиться, чтобы плоскости поляризации поляризатора и анализатора были скрещены, при этом должно наблюдаться максимальное потемнение поля окуляра. В противном случае установить анализатор противоположной стороной и вновь поворачивать.

!! Не рекомендуется работать в поляризованном свете с планопохроматическим объективом ОПА-11, так как в линзах этого объектива имеются «натяжения» (неоднородности).

2.6.1.5. Определение цены деления шкалы окуляра

В поле зрения окуляра 10^x (АКШ-3) установлена шкала для измерения величины отдельных составляющих объекта. Длина шкалы – 10 мм, цена деления – 0,1 мм.

Перед измерением объекта определить цену деления шкалы окуляра в плоскости объекта для каждого объектива. Для этого установить на

предметный столик объект-микрометр ОМ-О вставить в одну из трубок бинокулярной насадки окуляр 10^x со шкалой и, наблюдая в окуляр, сфокусировать микроскоп на резкое изображение шкалы объект-микрометра в плоскости шкалы окуляра; поворотом окуляра добиться параллельности штрихов обеих шкал; выбрать в центре поля определенное число делений шкалы объект-микрометра и подсчитать, сколько делений шкалы окуляра укладывается в выбранном числе делений шкалы объект-микрометра.

Цену деления шкалы окуляра вычислить по формуле 2.1.

$$E = \frac{a \cdot T}{A} \quad (2.1)$$

где a – число делений объект-микрометра; T – цена деления шкалы объект-микрометра, равная 0,005 мм; A – число делений шкалы окуляра.

2.7. Задание

! Перед началом работы ознакомьтесь с техникой безопасности

1. Измерить увеличение объектива микроскопа ЕС МЕТАМ РВ – 21
2. Описать исходную поверхность (наличие неровностей, пузырей).
3. Провести электрохимическое полирование поверхности образца в случае титана использовать электролит № 1, для стали – № 2 (таблица 2.1–2.2). Заполнить табл. 2.6.

Таблица 2.6

Результаты

Материал	Электролит	Время полирования	Ток	Расстояние м/д электродами

4. После полирования образец промыть в воде либо, если металл окисляется, – в этиловом спирте, и просушить фильтровальной бумагой.
5. Исследовать полученную поверхность с помощью металлографического микроскопа.

2.8. Содержание отчета

1. Краткая теория
2. Результаты проведенных исследований (таблица 2.6)
3. Анализ полученных результатов
4. Выводы по работе
5. Ответы на контрольные вопросы

2.9. Контрольные вопросы

1. Преимущества и недостатки электрохимической полировки по сравнению с механической обработкой.
2. Способы полирования поверхности металлов.
3. Чем руководствуются при выборе значений параметров ЭХП.
4. Чем определяется продолжительность процесса полирования.
5. Как влияет температура на скорость полирования и качество получаемой поверхности.
6. Каким способом достигается снижение эффекта растравливания при электрохимическом полировании титана и стали?
7. Какие процессы протекают на поверхности обрабатываемого материала при ЭХП?
8. Как влияет процесс ЭХП на содержание водорода в исследуемом материале?
9. Обработка образцов после электрохимической полировки.
10. Выполнение исследований в поляризованном свете.

2.10. Литература

1. Щиголев П.В., Электролитическое и химическое полирование металлов, Изд. АН СССР, 1958.
2. Грилихес. С.Я. Обезжиривание, травление и полирование металлов. Библиотечка гальванотехника. Л.: МАШИНОСТРОЕНИЕ, 1983 г. – 101 стр., ил.

3. ИЗМЕРЕНИЕ МИКРОТВЕРДОСТИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НАСЫЩЕННЫХ ВОДОРОДОМ

Целью работы является исследование микротвердости материалов насыщенных водородом.

3.1. Твердость материала. Общие сведения

Твердость – это свойство поверхностного слоя материала оказывать сопротивление упругой и пластической деформации при местных контактных воздействиях со стороны другого, более твердого и не получающего остаточной деформации тела (индентора) установленной формы и размеров. Однако такое определение не является общим, т. к. существуют и другие методы определения твердости, основанные не на принципе вдавливания, а на принципе царапания, маятниковом методе, методе упругой отдачи, динамическом методе и др.

За численную характеристику твердости принимают отношение нагрузки к величине отпечатка индентора (вдавливаемого тела). Индентором служит игла, шарик, пирамидка или конус из твердого материала. В зависимости от величины нагрузки, действующей на индентор, различают макротвердость, определяемую при нагрузках свыше 49 Н (5 кг), и микротвердость, определяемую при нагрузках от $1,9 \times 10^{-2}$ (2 г) до 1,9 Н (200 г) [некоторые данные 0,005 Н (5 гс) до 2 Н (200 гс)]. Между ними находится промежуточная область – твердость при малых нагрузках, которая практически не используется. Твердость имеет большое практическое значение, так как характеризует многие рабочие свойства металлов и сплавов, например, износостойкость, режущие свойства и др. Поэтому сложные и требующие времени испытания на растяжение, ударную вязкость и т. д. часто заменяют испытаниями на твердость, которые выполняются значительно быстрее и не требуют больших затрат. Твердость связана определенным соотношением с пределом прочности при растяжении. Испытание на твердость может производиться непосредственно на детали без ее разрушения. Поэтому оно широко применяется не только для изучения свойств металла, но и как метод контроля качества металла в готовых изделиях.

Значение твердости зависит от подготовки поверхности образца и продолжительности испытания. Шлифовка в отличие от электролитической полировки может вызвать упрочнение поверхности и повышение значений твердости. С ростом твердости и увеличением нагрузки состояние поверхности образца сказывается меньше.

При измерении твердости по Вickersу в поверхность материала вдавливают алмазный индентор в форме правильной четырехгранной пирамиды. После снятия нагрузки P измеряют диагонали отпечатка в виде квадрата, оставшегося на поверхности образца (рис. 3.1).

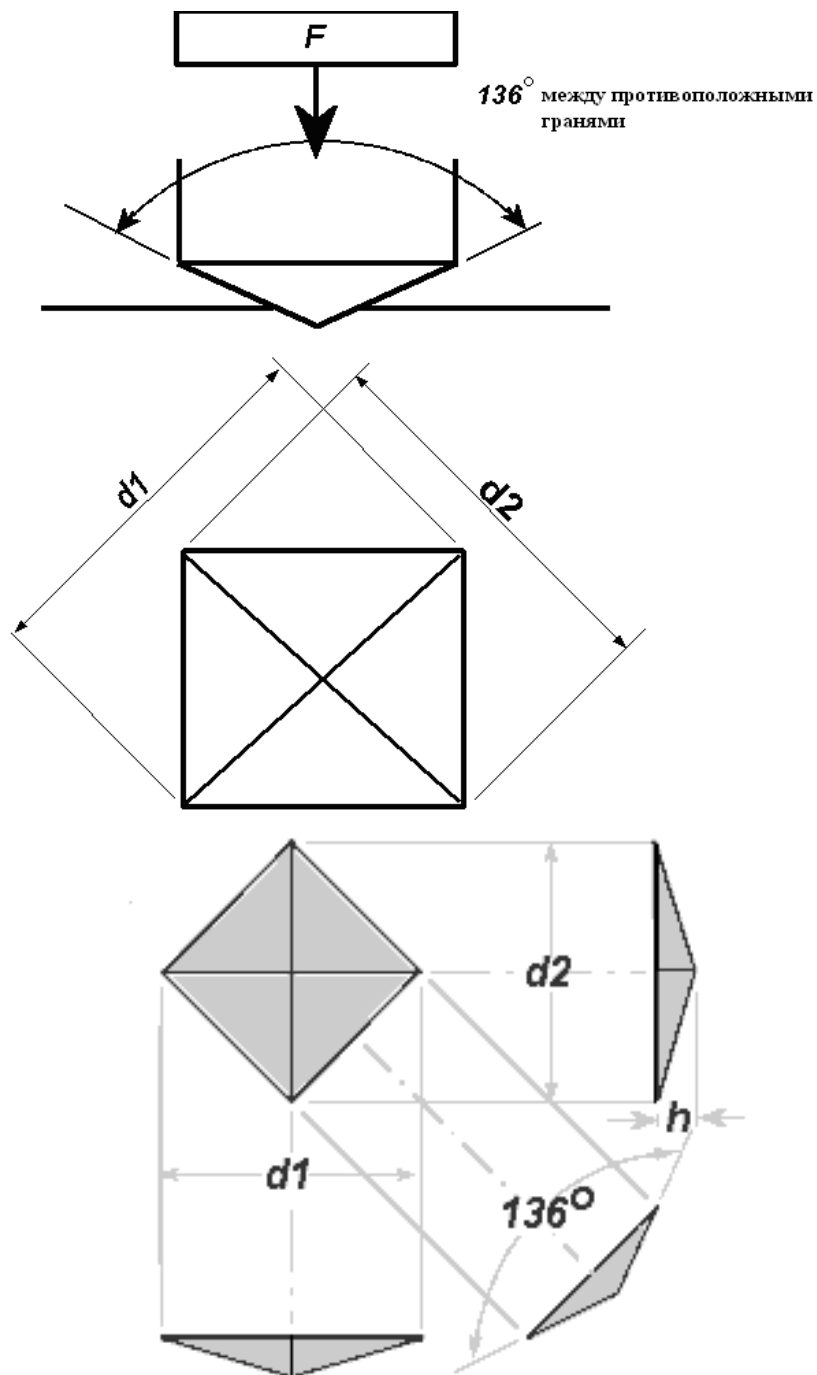


Рис. 3.1. Геометрия отпечатка индентора Виккерса

Твердость HV определяют как отношение нагрузки P к площади боковой поверхности F пирамидального отпечатка:

$$HV = \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 1.854 \frac{F}{d^2} \quad (3.1)$$

где P – нагрузка, Н; d – среднее арифметическое значение длины обеих диагоналей отпечатка, мм.

По Виккерсу можно испытывать как мягкие, так и высокотвердые металлы, можно измерять твердость образцов толщиной до 0,3–0,5 мм. Метод Виккерса особенно удобен при определении твердости поверхностно-упрочненных деталей, имеющих сложную конфигурацию.



Рис. 3.2. Отпечаток индентора Виккерса

3.2. Влияние водорода на механические свойства сталей и титана

На сегодняшний день в проблеме влияния водорода на механические свойства металлов выделяют два направления исследований, с одной стороны растворенный водород вызывает деградацию металлов, а с другой – при определенных условиях, используя водородное воздействие, можно улучшать структуру и свойства металлов и сплавов.

В 50-х годах XX века впервые было обнаружено влияние примесей водорода на механические свойства титана. В листах технического титана, содержащего водород, наблюдалась низкая пластичность, и была выявлена склонность к образованию трещин и очень высокая чувствительность к концентрациям напряжений, так, что надрезанный образец мог разорваться, как бумага, на две части. В сталях водород также вызывает водородную хрупкость, может приводить к образованию флок-

нов, светлых пятен, растрескиванию и замедленному разрушению и т. д. При концентрациях выше определенного предела водород снижает пластичность всех металлов без исключения. То есть поглощение водорода сопровождается ростом твердости и хрупкости металла. Различные виды водородной хрупкости можно классифицировать по влиянию скорости деформации на склонность металлов к водородной хрупкости, по обратимости или необратимости процессов разрушения при водородной хрупкости. Хрупкость первого рода – необратимая хрупкость, усиливается с увеличением скорости деформации. Здесь выделяют:

- хрупкость, обусловленную продуктами взаимодействия водорода с примесями;
- хрупкость, связанную с высоким давлением молекулярного водорода;
- гидридную хрупкость.

Хрупкость второго рода проявляется в определенном интервале температур и скоростей деформаций:

- хрупкость в результате распада относительно твердых растворов водорода;
- хрупкость, обусловленная взаимодействием атомов водорода с дислокациями;
- хрупкость в результате направленной диффузии атомов водорода.

На современном этапе развития представлений о влиянии водорода на свойства металлов, в частности титана, считается, что основным видом водородной хрупкости является гидридная хрупкость. Это объясняется малой растворимостью водорода в титане при комнатной температуре и образованию в нем гидридов.

При обсуждении гидридной хрупкости особые затруднения вызывает то обстоятельство, что гидриды резко снижают ударную вязкость при ничтожно малых концентрациях водорода и в то же время не оказывают существенного влияния на свойства при испытаниях на растяжение в стандартных условиях.

3.3. Приборы

Стандартный отечественный прибор для испытания на микротвердость – прибор ПМТ-3 (конструкции Е.С. Берковича и М. М. Хрущева), в котором индентор – алмазная четырехгранная пирамидка с углом при вершине 136° , вдавливаемая в испытуемую грань под действием контролируемой нагрузки.

Принцип действия микротвердомера основан на вдавливании алмазного наконечника (пирамиды) в исследуемый материал под опреде-

ленной нагрузкой и измерении линейной величины диагонали или стороны полученного отпечатка. Число микротвердости определяется делением нормальной нагрузки, приложенной к алмазному наконечнику, на условную площадь боковой поверхности полученного отпечатка. В состав микротвердомера входят следующие узлы: штатив, предметный столик, узел механизма нагружения, тубус с осветителем, монокулярная насадка, комплект объективов и окулярный микрометр. Общий вид микротвердомера показан на рис. 3.3,3.4.

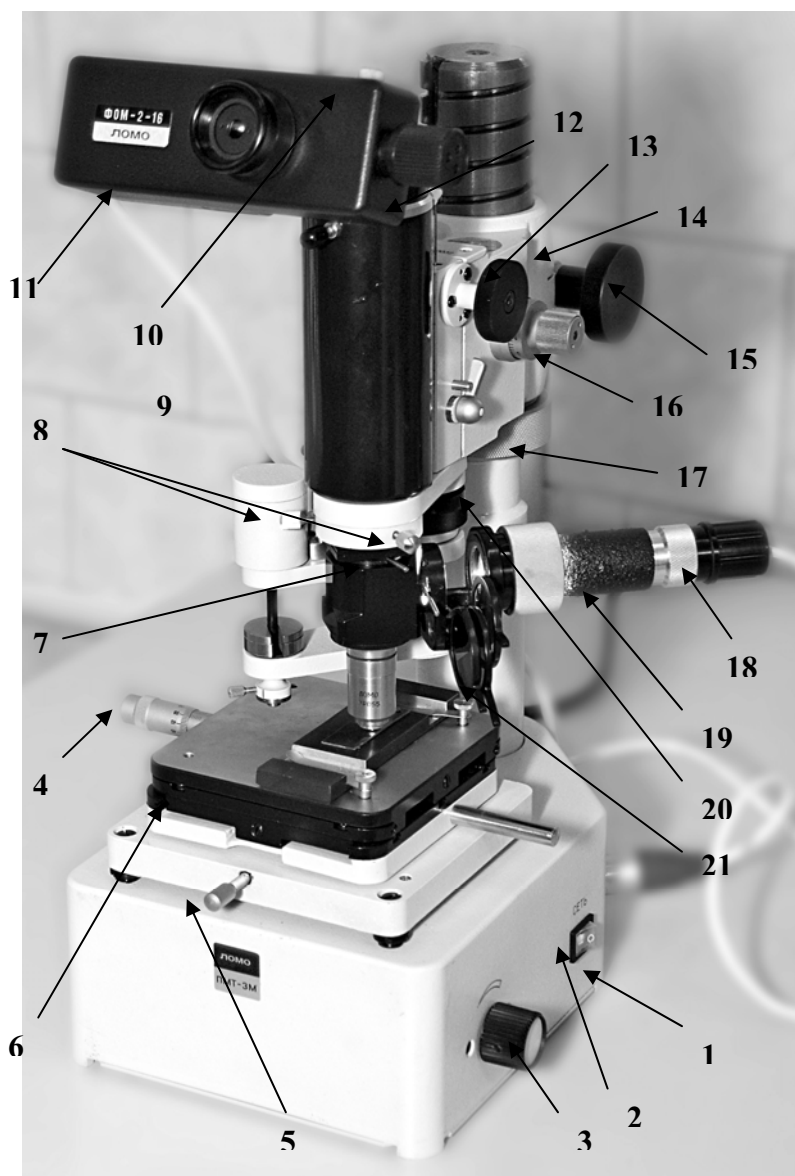


Рис. 3.3 Общий вид микротвердомера ПМТ – 3М

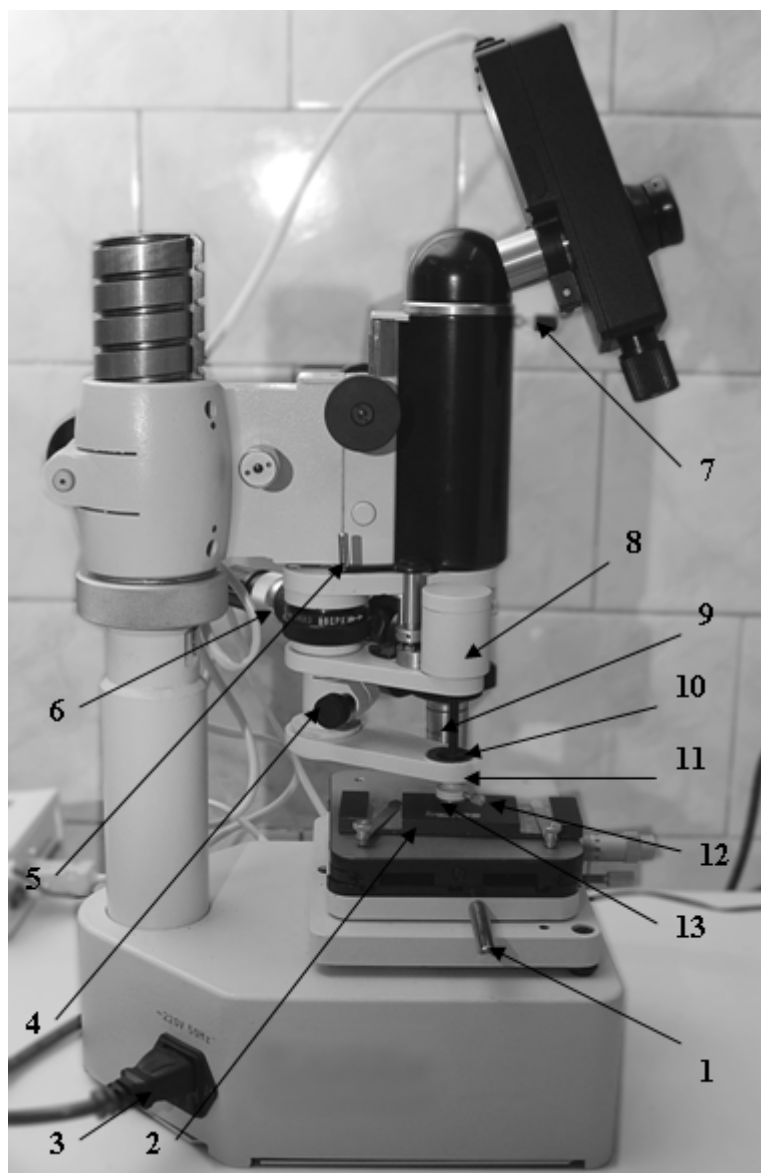


Рис. 3.4. Общий вид микротвердомера ПМТ – 3М

Диапазон применяемых нагрузок от 0,0196 до 4,9 Н (от 0,002 до 0,5 кгс). Измерение длин диагоналей или сторон отпечатков производят с помощью фотоэлектрического окулярного микрометра ФОМ-2.

3.3.1. Штатив

Штатив состоит из основания 1 (рис. 3.3) и колонки 20, имеющей снаружи ленточную резьбу для перемещения в вертикальном положении тубусодержателя 14 с тубусом при помощи гайки 17.

Тубусодержатель закрепляется на колонке при помощи резной втулки винтом 15, который при работе должен быть зажат. В тубусодержателе размещены механизмы грубого и микрометрического движения тубуса микротвердомера.

Вращая барашек 13 грубого движения и барашек 16 микрометрического движения, можно перемещать тубус вверх и вниз. Кроме того, механизм грубого движения можно застопорить при помощи рукоятки 9.

На барашке 16 имеется шкала, одно деление которой соответствует 0,002 мм перемещения тубуса.

3.3.2. Предметный столик

Предметный столик 6 закреплен на основании штатива тремя винтами. Верхняя часть столика, на которую устанавливается предмет, может перемещаться в двух взаимно перпендикулярных направлениях с помощью винтов 4. Отпустив стопорный винт 5, можно рукояткой 22 (рис. 33) поворачивать столик от упора до упора.

На пластине 2 с помощью пластилина и прессика можно установить предмет любой конфигурации. Для исследования поверхностей цилиндрических предметов в комплект микротвердомера входит специальная металлическая призма.

3.3.3. Механизм нагружения

Механизм нагружения состоит из штока 9, закрепленного на двух пружинах, расположенных внутри корпуса механизма. На штоке закреплен узел – воздушный демпфер 8.

В держатель 11 вставляется алмазный наконечник 13, а на утолщенную часть штока устанавливается гиря 10 из комплекта гирь. Для получения отпечатка шток опускают плавным вращением рукоятки 5 арретира против часовой стрелки.

3.3.4. Осветитель

Осветитель 19 (рис. 3.3) закреплен на тубусе микроскопа и служит для освещения исследуемого объекта. При повороте рукоятки 7 от упора до упора осветитель позволяет рассматривать предмет как в светлом, так и в темном поле. Равномерное освещение достигается перемещением и разворотом патрона с лампой 18.

Светофильтры 21 осветителя предназначены для повышения контрастности исследуемого предмета. Лампа осветителя питается от блока питания, встроенного в основание 1 микротвердомера. Включается блок питания тумблером 2. Рукоятка 3 служит для регулировки силы света осветителя. Штепсель 3 (рис. 3.4) осветителя вставляется в разъем. Блок питания встроенный работает от сети переменного тока напряжением 220 В, частотой 50 Гц.

3.3.5. Окулярные микрометры

Микрометры фотоэлектрические окулярные являются принадлежностью микроскопа и предназначаются для измерения линейных размеров изображений объектов, рассматриваемых в микроскоп.

В состав фотоэлектрического окулярного микрометра входят окулярный микрометр *2* и электронно-вычислительное устройство. Окулярный микрометр *11* устанавливается на тубусе наклонной монокулярной насадки *12* и закрепляется винтом *10*.

3.3.6. Работа с микротвердомером

Закрепить при помощи прессика испытуемый образец пластилином на *пластинке 2* так, чтобы его исследуемая поверхность расположилась параллельно рабочей плоскости столика, на которой устанавливается пластинка с испытуемым предметом.

Поверхность испытуемого предмета должна быть плоской, чистой, с *шероховатостью не более 0,32 мкм по параметру R_a* .

При подготовке поверхности испытуемого образца необходимо принять меры, исключающие возможность изменения твердости испытуемой поверхности вследствие нагрева или наклепа в результате механической обработки. На рабочей поверхности алмазного наконечника и поверхности испытуемого образца не должно быть смазки.

Поместить на утолщенную часть штока груз. При положении столика, показанном на рис. 2, выбрать место на предмете для нанесения отпечатка. Расстояние от центра отпечатка до края предмета должно быть не менее двойного размера отпечатка. Расстояние между центрами соседних отпечатков должно превышать размер отпечатка более чем в 3 раза, минимальная толщина предмета или слоя должна превышать глубину отпечатка не менее чем в 10 раз.

Плавно повернуть предметный столик против часовой стрелки до упора, не допуская толчков при подведении к упору. Закрепить столик в этом положении *винтом 5* (рис. 3.3).

Медленным поворотом *рукоятки 5* (рис. 3.4) против часовой стрелки опустить шток так, чтобы алмаз коснулся поверхности исследуемого объекта. Рукоятку поворачивать приблизительно на 180° в течение *10–15 с*. После выдержки в течение *10 с* под нагрузкой повернуть рукоятку в исходное положение.

Отжать *винт 5* (рис.3.2) и повернуть предметный столик в прежнее положение до упора. Чтобы избежать удара об упор и смещения предмета с установленного положения, столик нужно поворачивать очень осторожно.

Измерить контрольный параметр отпечатка с помощью фотоэлектрического окулярного микрометра.

Измерение микротвердости при работе с четырехгранной алмазной пирамидой Виккерса с помощью фотоэлектрического окулярного микрометра.

Ввести с клавиатуры ЭВУ номер задачи «05» с помощью цифровых клавиш или клавиш «>>», «<<». На экране появится сообщение:

CHOOSE A TASK

5. Microhard, by V

Нажать клавишу «Enter». На экране ЭВУ появится сообщение:

Parameter 1/3

V = 0

С клавиатуры ЭВУ с помощью цифровых клавиш набрать значение увеличения объектива V. По окончании нажать клавишу «Enter».

На экране появится сообщение:

Parameter 2/3

P = 0

Набрать значение величины выбранной нагрузки (гири) на алмазный наконечник P (в ньютонах). Перевод единиц килограмм-сила в ньютоны производить из соотношения 1 кгс = 9,8 Н. По окончании ввода значения параметра нажать клавишу «Enter».

На экране появится сообщение:

Parameter 3/3

HV = 0

Набрать номинальное значение микротвердости (единицы твердости) – HV. Если значение параметра HV неизвестно, в память ЭВУ параметр не заносится и в дальнейших расчетах участвовать не будет.

Установить подвижный штрих окулярного микрометра перпендикулярно к измеряемой диагонали отпечатка. Подвести его к краю этой диагонали и нажать клавишу **BEG**. На экране ЭВУ появится сообщение:

Imprn. 01 Diag. 1

01 Q = 0,

указывающее, что производится измерение величины диагонали отпечатка – «01» и количества импульсов, соответствующих величине диагонали в плоскости изображения, – «Q».

Вращая барабан микрометрического винта микрометра и наблюдая в окуляр, подвести подвижный штрих к противоположному краю диагонали. При этом на экране последовательно индицируются значения импульсов, поступающих с выхода компаратора микрометра.

Нажать клавишу **END**. На экране появится сообщение:

Imprn. 01 Diag.1

01 D = 212,

верхняя строка которого указывает на то, что произведено измерение одной диагонали первого отпечатка (Diag.1), а нижняя строка индицирует порядковый номер измерения и величину измеренной диагонали D (значение приведено для примера), рассчитанную по формуле

$$D = W - Q/V \quad (3.2)$$

где W – цена импульса, мкм ($W = 4$); Q – число импульсов; V – увеличение объектива.

Повторить измерение этой диагонали по пп. 3.3.1–3.3.7 необходимое количество раз, но **не пяти трех**.

Нажать клавишу «Enter». На экране появится сообщение:

IMPRN. 01 Diag.1

D = 294,

указывающее на порядковый номер отпечатка «01» и среднее арифметическое значение длины одной диагонали D (значение приведено для примера), рассчитанное по формуле

$$D = I D./n \quad (3.3)$$

Развернуть микрометр так, чтобы его подвижный штрих был расположен перпендикулярно ко второй диагонали отпечатка. Измерить вторую диагональ аналогично первой по пп. 3.3.1–3.3.9.

Нажать клавишу «Enter». На экране появится сообщение:

IMPRINT 01

D = 270,

указывающее порядковый номер отпечатка – «01» и значение D, рассчитанное по формуле

$$D = (D_{1cp} + D_{2cp})/2 \quad (3.4)$$

где D_{1cp} – среднее арифметическое значение длины первой диагонали, мкм; D_{2cp} – среднее арифметическое значение длины второй диагонали, мкм.

Нажать клавишу «Enter». При этом на экран выводится значение микротвердости HV по Виккерсу, рассчитанное для данного отпечатка. Расчет микротвердости HV производится по формуле

$$HV = \frac{0.189P \cdot 10^6}{D^2} \quad (3.5)$$

где D – усредненная величина длин диагоналей, мкм; P – нагрузка на алмазный наконечник, Н. Значение HV индицируется на экране ЭВУ в единицах твердости.

Оператор имеет возможность сделать несколько наколов алмазной пирамидой на одном и том же объекте наблюдения и провести несколько парных измерений (серий) длин диагоналей каждого отпечатка, затем вычислить значение микротвердости каждого отпечатка и в конечном итоге получить обобщенное значение статистических параметров для всех отпечатков.

3.4. Задание

3.4.1. Измерение увеличения объектива микроскопа

Прежде чем приступить непосредственно к измерению микротвердости, необходимо измерить увеличение микроскопа. Так как значения увеличений объективов, указанные на их корпусах или в паспорте на микроскоп, соответствуют расчетным и лишь приблизительно соответствуют действительным значениям. Кроме этого, эти значения могут быть указаны без учета увеличения, вносимого дополнительной оптической системой микроскопа, и являются справочными данными.

Для измерения линейного увеличения оптической системы (в дальнейшем – увеличение объектива) в качестве объекта следует применять имеющийся в комплекте объект-микрометр.

3.4.1.1. Установить объект-микрометр на предметный столик микроскопа. Сфокусировать микроскоп на резкое изображение шкалы объект-микрометра. Разворачивая фотоэлектрический окулярный микрометр и объект-микрометр, добиться такого их положения, когда направление перемещения подвижного штриха микрометра будет перпендикулярно к штрихам шкалы объект-микрометра (рисунок 5).

3.4.1.2. Ввести с клавиатуры ЭВУ номер задачи «01» с помощью цифровых клавиш или клавиш « >> », « << », на экране появится сообщение:

CHOOSE A TASK

1. Object. magnif

3.4.1.3. Нажать клавишу «Enter». На экране появится сообщение:

Parameter 1/2

Z = 0,

где Z – число делений шкалы объект-микрометра. Числовое значение « Z » выбирается по желанию оператора (целое число), набирается на клавиатуру ЭВУ и по окончании заносится в память ЭВУ нажатием клавиши «Enter».

! Ввод числовых значений с клавиатуры ЭВУ всегда следует заканчивать нажатием клавиши «Enter».

Если при наборе допущена ошибка, следует «очистить» цифровое окно, нажав клавишу «Clear» и ввести новое значение параметра.

После нажатия клавиши «Enter» на экране ЭВУ высвечивается сообщение:

Parameter 2/2

$C(\mu\text{m}) = 0,$

где $C(\mu\text{m})$ – цена деления шкалы объект-микрометра, мкм.

3.4.1.4. Набрать цифровые значения цены деления шкалы на клавиатуре ЭВУ. Нажать клавишу «Enter». На этом ввод констант в память ЭВУ закапчивается.

! Нажимая любую из клавиш «>>», «<<», можно просмотреть исходные параметры и при необходимости откорректировать их. Значение введенного на экран параметра можно изменить, нажимая последовательно клавишу «Clear», цифровые клавиши, соответствующие новому значению параметра, и по окончании – клавишу «Enter».

3.4.1.5. Наблюдая в окуляр, вращением барабана микрометрического винта микрометра подвижный штрих микрометра совместить с каким-либо штрихом шкалы объект-микрометра (рис. 4). Нажать клавишу **BEG**.

3.4.1.6. Наблюдая в окуляр и вращая барабан микрометрического винта микрометра, совместить подвижный штрих перекрестия со штрихом шкалы объект-микрометра, который соответствует заданному числу делений «Z» (рис. 4). На экране ЭВУ появится сообщение:

Magnification

01 Q = 0,

указывающее, что производится счет импульсов, где 01 – порядковый номер измерения; Q – количество импульсов (*1 импульс = 4 мкм*), соответствующих длине измеряемого отрезка в плоскости изображения.

3.4.1.7. Нажать клавишу **END**. На экране ЭВУ появится сообщение:

Magnification

01 V =

где V соответствует значению увеличения объектива, полученному при данном измерении.

Расчет увеличения объектива производится автоматически по формуле

$$V = WQ/ZC, \quad (3.6)$$

где W – цена импульса, мкм ($W = 4$); Q – число импульсов; Z – число делений объект-микрометра; C – цена деления шкалы объект-микрометра, мкм.

Для исключения случайных ошибок процедуру измерения повторить **не менее пяти раз**.

3.4.1.8. Нажать клавишу «**Enter**». На экране ЭВУ появится усредненное по результатам нескольких измерений увеличение объектива V_c , рассчитанное по формуле

$$V_{cp} = \sum_{i=1}^n V_i / n \quad (3.7)$$

где $\sum_{i=1}^n V_i$ – сумма всех измерений; n – количество измерений.

3.4.1.9. Последовательно нажимать клавиши «**<<**», и «**>>**». На экране ЭВУ последовательно высвечиваются значения среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений δ и среднего квадратического отклонения среднего арифметического значения δ_0 .

Значения δ и δ_0 , рассчитываются по формулам:

$$\delta = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(V_{cp} - V_i)^2}{(n-1)}} \quad \text{и} \quad \delta_0 = \frac{\delta}{\sqrt{n}} \quad (3.8)$$

Результаты измерений записать в табл. 3.1.

Таблица 3.1

Результаты измерений увеличения объектива

№ измерения	Увеличение объектива, V	V_{cp}	δ	δ_0

3.4.2. Контроль правильности показаний микротвердомера

Перед началом измерений образцов необходимо провести контроль правильности показания микротвердомера, который производят путем определения значений микротвердости кристаллов поваренной соли (NaCl).

3.4.2.1. Нанести на свежий скол кристалла по 10 отпечатков при нагрузке 0,098 Н (гс).

При нанесении отпечатков на кристалл поваренной соли расстояние от центра отпечатка до края кристалла должно быть не менее двойного размера отпечатка. Расстояние между центрами двух соседних отпечатков должно превышать размер отпечатка более чем в три раза. Нагружение должно осуществляться плавно, без толчков. Скорость опускания алмазного наконечника не должна сказываться на размерах отпечатка. Продолжительность выдержки должна составлять 10–15 с. Разность значений длин диагоналей отпечатка от вдавливания алмазного наконечника Виккерса должна быть не более 3 %.

Измерения производят с **объективом F = 6,3 мм; A = 0,60**.

3.4.2.2. Измерить с помощью окулярного микрометра сначала все вертикальные диагонали 10 отпечатков, затем все горизонтальные диагонали. Рекомендуется каждую диагональ измерять не менее двух раз.

Вычисленные средние арифметические значения 10 отсчетов, полученных в каждой серии наблюдений микротвердости кристалла поваренной соли при указанных выше нагрузках, при вероятности 0,95 должны быть в пределах:

для наконечника Виккерса 19–21 ед.тв.,

а оценка среднего квадратического отклонения результатов 10 измерений (σ_0) не должна превышать:

для наконечника Виккерса 0,15 ед.тв.

Оценку среднего квадратического отклонения результатов 10 измерений с помощью винтового окулярного микрометра МОВ-1-16^X рассчитать по формулам:

$$\sigma_0 = \pm \sqrt{\frac{[\sum_{i=1}^n (HV_{cp} - HV_i)^2]}{(n-1)}}, \quad (3.9)$$

$$HV_{cp} = \sum_{i=1}^n \frac{HV_i}{n}, \quad (3.10)$$

где n – количество отпечатков; HV_{cp} – среднее арифметическое значение микротвердости; HV_i – значение микротвердости i -го отпечатка.

3.4.2.2. Результаты занести в табл. 3.2.

Таблица 3.2

Результаты измерений микротвердости поваренной соли (NaCl)

№ измерения	Диагональ D_1	Диагональ D_2	Твердость Hv	Hv_{cp}	σ_0

3.4.3. Исследование зависимость микротвердости от параметров насыщения водородом

Провести измерения микротвердости исследуемых образцов в соответствии с пп. 3.2.6.1–3.2.6.6 и 3.2.7.1–3.2.7.12. Результаты занести в табл. 3.3.

Таблица 3

Результаты измерений микротвердости в зависимости от параметров насыщения водородом

Материал	Время насыщения (плотность тока)	№ измерения	Диагональ D_1	Диагональ D_2	Твердость Hv	Hv_{cp}	σ_0

3.5. Содержание отчета

1. Краткая теория
2. Результаты проведенных исследований (таблицы № 3.1-3.3)
3. Анализ полученных результатов
4. Выводы по работе
5. Ответы на контрольные вопросы

3.6. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Понятие твердости.
2. Методы определения твердости.
3. Опишите принцип действия приборов для испытания на твердость.
4. Особенности применения методов Виккерса? Бринеля?
5. Какие требования предъявляются к испытываемой поверхности при измерении твердости.
6. Влияние чистоты обработки поверхности на погрешность измерений твердости.
7. Почему необходимо проводить измерения диагоналей не менее пяти раз и наносить не менее 10 отпечатков.
8. С чем связано широкое применение способа измерения твердости (Основные преимущества при использовании теста на твердость по сравнению с другими методами механических испытаний).
9. Связь нагрузки на индентор с величиной твердости исследуемого материала.
10. Влияние водорода на твердость материалов.
11. Основные виды водородной хрупкости металлов.

3.7. Литература

1. Колмаков, Алексей Георгиевич. Методы измерения твердости: Справочное издание / А.Г. Колмаков, В.Ф. Терентьев, М.Б. Бакиров. – М.: Интермет Инжиниринг, 2000. – 125 с.
2. Григорович, Всеволод Константинович. Твердость и микротвердость металлов / В.К. Григорович; Институт металлургии им. А.А. Байкова. – М.: Наука, 1976. – 230 с.
3. Гудков, Анатолий Александрович. Методы измерения твердости металлов и сплавов / А. А. Гудков, Ю. И. Славский. – М.: Металлургия, 1982.

4. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ВНЕДРЕНИЕ ВОДОРОДА В ОБРАЗЦЫ КОНСТРУКЦИОННЫХ СПЛАВОВ ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ

Целью работы является изучение методов электролитического внедрения водорода в металлы и сплавы и освоение приемов работы с электролитическими ячейками.

4.1. Электролиз. Общие сведения

При прохождении электрического тока через растворы электролитов на электродах происходит разряд ионов и протекают связанные с этим химические реакции. Протекание процесса электролиза определяется переносом электрического тока в жидкости и условиями разряда присутствующих в растворе ионов электролита.

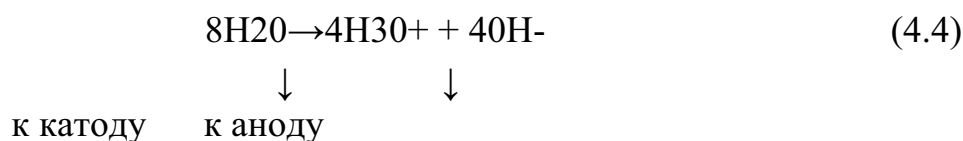
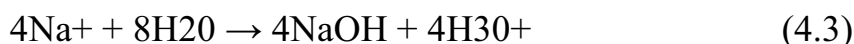
Процесс электролиза воды с получением водорода и кислорода описывается следующим суммарным уравнением:



Чистую воду нельзя непосредственно подвергать электролизу, так как ее электропроводность очень мала. Удельная электропроводность водопроводной воды близка к $10^{-3} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$, очень чистой дистиллированной воды около $4 \cdot 10^{-8} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$. Поэтому при электролизе применяют водные растворы электролитов – кислот, щелочей, солей. Уравнение (4.1), как суммарное, не отражает процессов, которые протекают при прохождении электрического тока через раствор и при выделении газов на электродах. При электролизе воды с применением щелочного электролита (NaOH) имеют место следующие процессы.

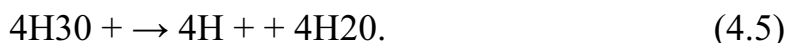
а) в растворе

Электролитическая диссоциация и перемещение образующихся ионов к электродам:



б) на катоде

Дегидратация оксония с выделением иона водорода



Разряд водорода



Адсорбция атомарного водорода



Воссоединение водорода (образование молекулярного водорода)

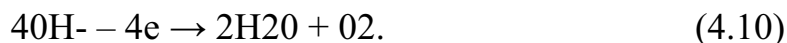


Десорбция водорода



в) на аноде

Разряд и дегидратация гидроксила



Адсорбция кислорода



Десорбция кислорода



или суммарно



Теоретически для разложения воды при температуре электролита 17° и атмосферном давлении требуется 1,23 В. Однако в действительности напряжение на ванне составляет, как правило, значительно большую величину. В зависимости от режима работы и конструкции электролизера фактическое напряжение на ванне находится в пределах 1,7–2,6 В, в результате чего практический расход энергии выше теоретического.

Повышенное напряжение на ванне при электролизе воды имеет место, главным образом, в связи: а) с внутренним сопротивлением электрической цепи; б) с перенапряжением при выделении водорода на катоде (катодное перенапряжение); в) с перенапряжением при выделении кислорода на аноде (анодное перенапряжение); г) с возникновением электродвижущей силы поляризации, основанной на изменении концентрации ионов вблизи электродов.

Основное сопротивление при прохождении тока через электрическую цепь электролизера представляет электролит.

В соответствии с законом Ома потери напряжения на преодоление сопротивления электролита (V_1) определяются по формуле

$$V_1 = \rho \frac{I \cdot l}{S}, \quad (4.14)$$

где ρ – удельное сопротивление электролита; I – сила тока; l – расстояние между электродами; S – сечение электролита.

Так как удельное сопротивление электролита является величиной обратной электропроводности, очевидно, что потеря напряжения уменьшается с увеличением электропроводности. Поэтому в целях экономии электроэнергии следует применять электролиты с высокой электропроводностью. Кроме того, электролиты должны иметь определенный ионный состав, чтобы на катоде могли протекать только процессы с образованием газообразного водорода, а на аноде – с образованием кислорода. Для этого в электролите должны отсутствовать ионы, которые могут выделяться на электродах с образованием других продуктов электролиза.

Кроме доступности, дешевизны и малой агрессивности, электролиты, применяемые для электролиза воды, должны иметь высокую электропроводность, позволяющую снизить потери напряжения на преодоление омического сопротивления электролита в ячейке, и такой ионный состав, чтобы на катоде могли протекать только процессы с образованием газообразного водорода, а на аноде – с образованием кислорода. Для этого в электролите должны отсутствовать ионы, которые могут выделяться на электродах с образованием других продуктов электролиза.

Интенсивность наводороживания металлов и сплавов определяют следующие факторы:

- состав и состояние среды, из которой происходит наводороживание;
- состояние и форма поверхности наводороживаемого материала;
- химический состав и структура материала;
- наличие напряжений и деформаций;
- время наводороживания;
- условия, препятствующие десорбции водорода.

К первой группе факторов относится в первую очередь концентрация (в среде) водорода в состоянии, пригодном для диффузии в сталь, т. е. в виде атомов или ионов.

При электролитическом наводороживании концентрация ионов водорода, выделяющихся на катоде, определяется химическим составом электролита, его концентрацией и плотностью тока D_K . Зависимость электропроводности электролита, (определяемой концентрацией ионов Н) от его концентрации для различных его составов показана на рис. 4.1.

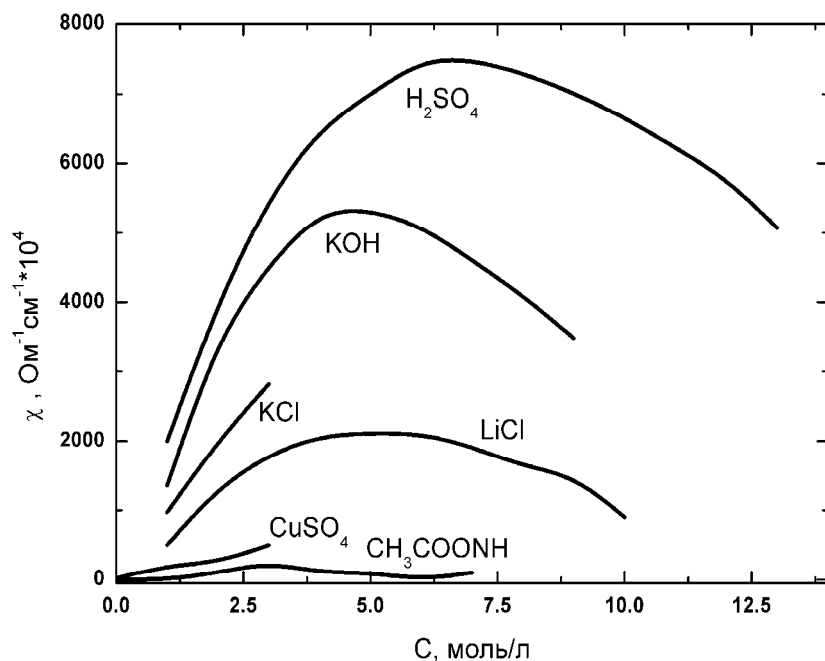


Рис. 4.1. Зависимость удельной электропроводности χ от концентрации электролита C .

Как видно из приведенной диаграммы, максимум концентрации ионов наблюдается при средних значениях концентрации электролита в связи с тем, что при ее увеличении выше некоторого оптимального значения условия для электролитической диссоциации снижаются. Из всех представленных на диаграмме электролитов высшей степенью диссоциации обладает серная кислота при концентрации в пределах 7–8 моль/л.

Плотность тока при наводороживании определяет интенсивность миграции ионов водорода к катоду. С увеличением D_K эффективность наводороживания растет и достигает максимального значения, в зависимости от условий эксперимента, при плотностях тока в пределах 0.01–0.1 А/м². Дальнейшее увеличение D_K не приводит к усилению эффекта наводороживания в связи с ограниченной возможностью поверхности металла поглощать водород, а также в связи с образованием вокруг катода сплошной зоны пузырьков водорода, препятствующих контакту электролита с металлом.

Вторая группа факторов, влияющих на интенсивность наводороживания, относится к состоянию поверхности металла, а также форме и расположению наводороживаемого изделия.

Диффузия водорода в металлы и его растворимость в них зависят от состояния поверхности наводороживаемого металла, так как диффузия газов начинается с их адсорбции поверхностью металла, причем через некоторое время после начала диффузии устанавливается равновесие между концентрацией адсорбированного на поверхности металла и окклюдиру-

ванного объемом металла газа. Чем выше концентрация адсорбированного водорода на поверхности металла, тем больше его растворено в нем.

Адсорбция, ионов водорода предопределяет их диффузию в решетку металла. Ионы, адсорбирующиеся из раствора, скопляются в местах поверхности металла с максимальным потенциалом адсорбции, а именно в местах выхода на поверхность дислокаций, межфазовых границ, неупорядоченных образований и т. п.

На диффузию водорода в металлы влияет также обработка поверхности. Так, например, по данным С.А. Балезина, скорость диффузии через тщательно отшлифованные либо полированные поверхности металла больше, чем через шероховатые поверхности. Однако это объясняется не влиянием чистоты поверхности, а влиянием состояния приповерхностных слоев металла, деформируемых при обработке.

Через поверхности металла, пораженные коррозией, или через поверхности с окалиной диффузия происходит с большей скоростью, чем через полированные поверхности, что объясняется лучшей адсорбцией водорода на поверхностях с наличием окисленных мест. На наводороживание металлов будет оказывать влияние также и загрязнение поверхности, так как адсорбция некоторых органических поверхностно активных веществ значительно снижает адсорбцию ионов водорода, а стало быть и его диффузию в глубь металла. Необходимо отметить, что катодная поляризация металлов разрушает эти адсорбционные пленки загрязняющих поверхностно активных веществ, что также способствует наводороживанию.

Геометрические формы детали и ее расположение по отношению к источнику водородных ионов (аноду) также влияют на интенсивность наводороживания. Горизонтальное расположение поверхности детали над анодом вызывает усиление наводороживания; углы наводороживаются сильнее граней. Необходимо иметь в виду, что указанный эффект оглаживается с течением времени.

К третьей группе факторов, влияющих на наводороживание стали, относятся химический состав металла и его структура. Химический состав и структура влияют на диффузию водорода через металл, на его растворимость в решетке металла, т. е. в значительной степени определяют способность металла поглощать водород.

Если сделать предположения об однородности состава металла и об идеальности строения ее решетки. В этом случае диффузия будет протекать гомогенно и будет зависеть от плотности упаковки атомов в решетке металла, характеризующей энергетический уровень и интенсивность силовых полей решетки.

В реальных металлах диффузия протекает избирательно и о гомогенности диффузии можно говорить, лишь обобщая это представление

на весь объем металла. В действительности металлы составлены из нескольких компонентов, образующих зерна и их блоки с различно ориентированной в этих зернах решеткой, разделенные «межзерненным веществом». При этом решетка металла имеет огромное количество несовершенств – всевозможные дефекты, от ультрамикроскопических размеров, например вакансий, до макроскопических размеров, представляющих собой полости либо трещины с вполне развившимися поверхностями. К дефектам будут также относиться всевозможнейшие включения в сталь, как то: включения окислов, шлаков и т. п.

Растворимость водорода металлом также зависит от плотности упаковки атомов в решетке металла, только эта зависимость обратная по сравнению с диффузией. Чем выше плотность упаковки атомов в решетке, тем выше ее энергетический уровень, тем больше может быть связано водорода в виде протонов в решетке.

Поглощение водорода металлами зависит в основном от дефектности структуры решетки и наличия в них коллекторов, где бы мог скапливаться молекулярный водород либо его соединения. Поэтому те структуры стали, которые обычно имеют большое количество нарушений в решетке и большое количество коллекторов, обычно поглощают большее количество водорода.

Деформация решетки металла и связанное с ней повышение энергетического уровня, а также развитие дислокаций и вакансий оказывают большое влияние на процесс наводороживания стали.

Следует различать три возможных случая наводороживания: 1) наводороживание металла с недеформированной решеткой; 2) наводороживание металла с искаженной решеткой, например наклепанного металла (холоднодеформированного) и 3) наводороживание в процессе деформации металла.

Во всех этих трех случаях интенсивность наводороживания различна, она увеличивается от первого к третьему случаю.

Кроме искажения решетки, которое всегда повышает способность абсорбировать водород, холодная деформация металлов вызывает также изменение состояния внутренних микропустот металлов (коллекторов). Это влияние может быть различным в зависимости от характера деформации и может привести к увеличению или же к уменьшению объема этих коллекторов, следовательно, к повышению или к снижению способности стали поглощать водород.

Температура является также одним из факторов, определяющих характер процесса наводороживания.

При травлении повышение температуры растворов серной, фосфорной и азотной кислот усиливает процесс и приводит к бурному рас-

творению металлов и интенсивному выделению ионов водорода, однако при этом усиливается также молизация водорода и выделение его в виде пузырьков. В результате этих противоположно влияющих на наводороживание процессов диффузия водорода в металлы и растворение водорода в них при травлении металлов в указанных кислотах усиливается.

Повышение температуры растворов соляной кислоты снижает наводороживание металлов.

Количество поглощенного сталью водорода увеличивается со временем сначала интенсивно, а затем постепенно затухает.

Время, затрачиваемое на диффундирование водорода через образец металла, зависит от природы среды, из которой происходит наводороживание, качества металла и толщины образца. Зависимость глубины наводороживания от времени травления имеет параболический характер и скорость диффузии водорода в металл с увеличением времени травления уменьшается:

$$x = \sqrt{2\rho\tau}, \quad (4.15)$$

где x – глубина проникновения водорода, τ – время.

4.2. Приборы и установки

Схема установки для электролитического внедрения водорода в металлы и сплавы приведена на рис. 4.2. Установка для электрохимического насыщения водородом образцов металлов состоит из электролитической ячейки с блоком крепления образцов, анодом, выполненным из платины и стабилизированного источника тока GPS-1830D. Катодом в электролитической ячейке служит насыщаемый водородом образец.

Принцип действия источника питания GPS-1830D основан на выпрямлении напряжения сети, подаваемого через трансформатор и через схему контроля и управления на мостовой двухполупериодный выпрямитель и блок фильтров, а затем на последовательный стабилизатор. Выпрямленное напряжение через стабилизатор поступает на выходные гнезда и на схемы сравнения тока и напряжения с заданными значениями, устанавливаемыми регуляторами тока и напряжения. Полученный разностный сигнал через усилитель мощности управляет цепью обратной связи стабилизатора.

Выходной ток плавно регулируется от 0 до номинального значения. Предел допустимой основной погрешности установки выходного тока не превышает $\pm(0,5 \times 10^{-2} \times I_{уст} + 2 \times N)$, где $I_{уст}$ – устанавливаемое значение выходного тока, N – дискретность измерения выходного тока (10 мВ). Нестабильность выходного тока, как при изменении напряжения питания, так и

при изменении напряжения на нагрузке составляет $\leq 0,2 \times 10^{-2} \times I_{уст.} + 3$ мА.
Уровень пульсации выходного тока: ≤ 3 мА ср.кв. значения.

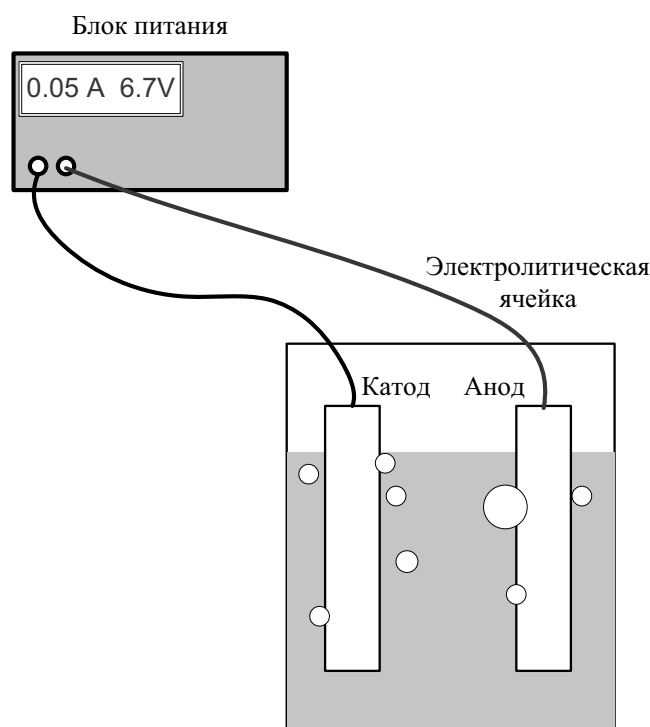


Рис. 4.2. Схема установки для электролитического наводороживания металлов и сплавов

4.3. Работа с установкой

Образец металла необходимо надежно закрепить в устройстве крепления электролитической ячейки. Поместить образец с устройством крепления в электролитическую ячейку таким образом, чтобы обеспечить полное погружение образца в электролит, а также не допустить контакт образца с анодом. Следует учитывать, что при электролитическом выделении водорода возможен изгиб тонких образцов. Заполнить, соблюдая требования техники безопасности, ячейку электролитом, чтобы он полностью скрыл образец, а контакт соединительные провода – образец не касался поверхности электролита. При заполнении ячейки электролитом необходимо пользоваться химической посудой меньшей емкостью.

Запрещается смешивать электролиты разного типа в электролитической ячейки, запрещается заполнять электролитическую ячейку электролитом, если в ней находятся остатки электролита.

После подготовки электролитической ячейки следует выставить на блоке питания ток, соответствующий заданной плотности тока и действительной площади образца.

4.4. Задание

! Перед началом работы ознакомиться с техникой безопасности в лаборатории

1. Провести электрохимическое насыщение образцов исследуемого материала в различных интервалах времени.
2. Провести электрохимическое насыщение образцов исследуемого материала в различных электролитах (кислом и щелочном) в равных интервалах времени.
3. Провести электрохимическое насыщение образцов исследуемого материала при различной концентрации электролита в равных интервалах времени, при одном значении плотности тока.
4. Провести электрохимическое насыщение образцов исследуемого материала при различных значениях плотности тока в равных интервалах времени.

4.5. Содержание отчета

1. Краткая теория
2. Результаты проведенных исследований
3. Анализ полученных результатов
4. Выводы по работе
5. Ответы на контрольные вопросы

4.6. Контрольные вопросы

1. Процессы, протекающие в водных растворах при электролизе.
2. Факторы, влияющие на интенсивность наводороживания металлов при электрохимическом внедрении водорода.
3. Влияние температуры на электродные процессы при электролизе.
4. Классификация дефектов возникающих при электролитическом внедрении водорода в металлы и сплавы.
5. Взаимодействие дефектов структуры с внедряемым водородом.

4.7. Литература

1. Карпенко Г.В., Крипякевич Р.И. Влияние водорода на свойства стали. – М. : Металлургиздат, 1962.
2. Ажогин Ф.Ф. Коррозия и защита металлов. – Оборонгиз, 1957.
3. Якименко Л.М., Модылевская И.Д., Ткачек З.А. Электролиз воды. – М.: Химия, 1970.

5. ИЗМЕРЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ВОДОРОДА В МЕТАЛЛАХ И СПЛАВАХ ТЕРМОДЕСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ

Целью работы является изучение метода измерения содержания водорода в металлах и сплавах.

5.1. Водород в металлах и сплавах

Металлурги и машиностроители всегда уделяют пристальное внимание влиянию различных примесей на механические и эксплуатационные свойства металлов и сплавов, среди которых особое место занимает водород. Это связано с его уникальными характеристиками и воздействием на свойства и поведение металлов в процессе производства и эксплуатации. Попадая в металлы, водород вызывает появление водородной хрупкости, которая вместе с технологическими и эксплуатационными условиями является причиной появления различного рода дефектов, а также разрушает металлические конструкции.

Природа дефектов водородного происхождения неразрывно связана с явлением водородной хрупкости, поскольку упомянутые дефекты представляют нарушения сплошности (в частности, трещины), которые образуются и развиваются в металлах обязательно в присутствии растворенного водорода и при наличии напряжений, имеющих термическое происхождение или возникающих в процессе фазовых превращений. О влиянии водорода на свойства металлов, природе и формах проявления водородной хрупкости имеется обширная литература. Так, Хирши и Джонсон, а затем Б.А. Колачев предложили таблицу (табл. 5.1), в которой перечисляются все известные формы вредного влияния водорода в металлах [1]. Таблица приводится с некоторыми дополнениями.

Таблица 5.1

Формы вредного влияния водорода на металлы

Формы проявления водородной хрупкости	Материалы, в которых обнаружено данное явление	Источники поступления водорода	Механизм явления	Условия развития
Водородная коррозия	Углеродистые и легированные стали	Внешний водород	Взаимодействие водорода с карбидами с образованием метана высокого давления	Температуры 300–1000 °С

Продолжение табл. 5.1

Формы проявления водородной хрупкости	Материалы, в которых обнаружено данное явление	Источники поступления водорода	Механизм явления	Условия развития
Водородная болезнь	Медь, никель, серебро	Внешний водород	Взаимодействие водорода с оксидами с образованием паров воды высокого давления	Температуры 300–1000 °С
Первичная пористость	Стали, Al, Mg, Si	Водород, абсорбированный жидким металлом	Выделение водорода в молекулярной форме при кристаллизации	Превышение растворимости водорода в расплаве и твердой фазе
Вторичная пористость	Al и его сплавы, Si и ее сплавы	Водород, находящийся в пересыщенном твердом растворе	Выделение водорода в молекулярной форме из пересыщенного твердого раствора	Превышение растворимости водорода в твердой фазе
Снижение ударной вязкости и вязкости разрушения	Стали, Ti и его сплавы, Zr, Nb	Растворенный водород, гидриды, молекулярный водород	Хладноломкость за счет растворенного водорода, гидридная хрупкость, высокое давление молекулярного водорода	Низкие температуры, содержание водорода выше критического, высокие скорости нагружения
Снижение пластичности при растяжении с малыми скоростями	Стали, Ti-сплавы, Al-сплавы, Mg, V, Nb	Растворенный водород	Транспортировка атомов водорода дислокациями, направленная диффузия водорода, распад пересыщенных относительно водорода растворов	Содержание водорода выше критического, малые скорости нагружения
Замедленное разрушение	Стали, Ti-сплавы	Растворенный водород	Направленная диффузия водорода в поля напряжений, транспортировка водорода дислокациями	Содержание водорода выше критического, определенный интервал температур
Снижение сопротивления деформации	Fe, стали, Ni-сплавы	Растворенный или внешний водород	Адсорбция атомов водорода на дислокациях; растворные эффекты	Малое содержание примесей внедрения, высокие температуры

Окончание табл. 5.1

Формы проявления водородной хрупкости	Материалы, в которых обнаружено данное явление	Источники поступления водорода	Механизм явления	Условия развития
Трещины, флокены, светлые пятна, «рыбий глаз»	Стали	Растворенный (металлургический) водород	Выделение растворенного водорода в молекулярной форме при фазовом превращении во время охлаждения отливок и проката	Содержание водорода выше определенного предела, большие скорости охлаждения
Поверхностные пузыри, вздутия (блистеринг)	Стали, Al-сплавы	Взаимодействие твердого металла с парами воды, сероводородом	Формирование подповерхностных областей, заполненных водородом высокого давления	Высокие давления водорода и температуры при взаимодействии с водородсодержащими газами
«Рыбья чешуя»	Стали	Водород, выделяющийся из пересыщенного раствора	Высокое давление молекулярного водорода вдоль поверхности эмаль – металл	Комнатная температура, пересыщение металла водородом
Хрупкость в среде молекулярного водорода	Стали, Ni-сплавы, нержавеющие стали, Ti-сплавы, Al-сплавы	Газообразный водород	Адсорбция, приповерхностное растворение водорода с созданием условия развития водородной хрупкости, обусловленной внутренним водородом	Давление 10^{-6} – 10^8 Па, малые скорости деформации, надрезы
Поверхностные микроямки	Стали	Газообразный водород	Гипотезы отсутствуют	Давление $(2-8) \cdot 10^8$ Па, $t=20-100^\circ\text{C}$
Коррозионное растрескивание	Стали, Al-сплавы, Ti-сплавы	Водород, выделяющийся при коррозионных реакциях	Адсорбция и приповерхностное растворение водорода	Комнатная температура, малые скорости деформации, надрезы

Накоплен большой практический опыт по изучению воздействия водорода на различные металлы и сплавы. Водород, проникая в металл уже в

процессе плавки, вызывает появление флокенов в стали, водородной болезни в меди и ее сплавах, пористости алюминия и его сплавов и т. д.

В перечисленных явлениях главной причиной является водород, однако появление упомянутых дефектов реализуется сложным образом при взаимодействии напряжений, вызываемых водородом, с температурными градиентами, структурными превращениями, механическими нагрузками и зависит от свойств и состояния металлов и сплавов.

Водородная хрупкость, как и формы ее проявления, очень многообразна, и это нашло отражение в различных классификациях этого явления. Согласно Б. А. Колачеву, наиболее целесообразна классификация видов водородной хрупкости по причинам, ее вызывающим. При таком подходе удастся связать виды хрупкости с условиями их развития (скоростью деформации, температурой испытаний, концентрацией водорода). Классификация видов водородной хрупкости металлов приведена в табл. 5.2, в которой показаны основные закономерности указанного проявления (обнаруживаемые при испытаниях на растяжение):

- снижение пластичности под влиянием водорода, которое проявляется в определенном температурном интервале, и расширение интервала наименьшей пластичности с ростом содержания водорода;
- провал пластичности, который выражен наиболее сильно определенном интервале скоростей деформации;
- смещение интервала наименьшей пластичности к области повышенных температур с увеличением скорости деформации.

5.2. Методы определения водорода в металлах и сплавах

Рассматривая влияние водорода на свойства металлов и сплавов, нельзя обойти вопросы оценки реального содержания водорода при выплавке в различных металлургических агрегатах, то есть оценки опасности получения концентраций водорода, приводящих к появлению дефектов водородного происхождения в металлах и сплавах.

Правильность оценки содержания водорода имеет первостепенное значение, поскольку широкое применение высокопрочных сталей, чувствительных к водороду, требует знания истинной концентрации этого элемента при плавке и последующей термической обработке.

Для определения водорода в сталях разработано и используется большое число разных методов, которые различаются, прежде всего, по способу воздействия на анализируемый образец, а также по способам анализа выделившегося газа. Наиболее часто встречающиеся сочетания методов приведены в табл. 5.3.

Таблица 5.2
Классификация видов водородной хрупкости

Водородная хрупкость первого рода Источники хрупкости имеются в исходном металле из-за повышенного содержания водорода до приложения нагрузки	Первый вид хрупкости	Обусловлен газообразными продуктами, образующимися внутри металла при реакции диффундирующего водорода с примесями и легирующими элементами	Водородная коррозия стали
	Второй вид хрупкости	Обусловлен молекулярным водородом в несплошностях	Газовая пористость
	Третий вид хрупкости	Обусловлен хрупкими продуктами превращения, образующимися при взаимодействии металлов с водородом	Гидридная хрупкость в титане, аустенитных сталях при превращении аустенита в мартенсит
	Четвёртый вид хрупкости	Обусловлен растворенным водородом	Развивается при больших скоростях деформации в Ti, Nb, V
Водородная хрупкость второго рода Причины возникновения – повышенное содержание водорода в металле в процессе деформации	Пятый вид хрупкости	Вызывается продуктами распада нестабильных относительно водорода растворов при длительном воздействии приложенных напряжений	Распад твёрдых растворов с выделением молекулярного водорода при малых скоростях деформации (образование мартенсита в аустенитных сталях)
	Шестой вид хрупкости ¹	Вызывается диффузионно-подвижным, растворенным водородом	Понижение пластичности в определенном интервале температур Провал пластичности в определенном интервале скоростей деформации Расширение интервала провалов пластичности с ростом содержания водорода Смещение провала пластичности в сторону высоких температур с увеличением скорости деформации
Теории водородной хрупкости шестого вида			
Теория высокого давления молекулярного водорода и теория максимальных трехосных напряжений	Облегчение зарождения и распространения трещины за счёт снижения поверхностной энергии (адсорбционная теория)	Теория снижения когезионной прочности металлов растворенным водородом	Теория влияния водорода на механизм, предшествующий пластической деформации

¹ Водородная хрупкость шестого вида вызывается диффузионно-подвижным водородом и проявляется как влияние водорода на снижение механических и служебных свойств металла. Её часто называют истинной водородной хрупкостью. Уровень концентрации водорода, при котором проявляется указанное снижение механических свойств, – ниже концентрации, при которых наблюдается хрупкость первого рода (то есть при образовании газовой пористости, водородной коррозии или гидридной хрупкости).

В настоящее время для экстракции водорода наиболее употребительны методы нагрева и плавления образца в вакууме или инертной среде. Для анализа выделившегося газа наиболее часто применяют косвенные методы регистрации, например помощью детекторов по теплопроводности, которые по сравнению с абсолютными методами обладают большим преимуществом по скорости анализа, однако требуют проведения предварительной калибровки с помощью эталонных образцов или чистых газов.

Выбор метода определения водорода зависит от анализируемого металла или сплава, размеров образца, назначения анализа, предъявляемых требований к предельным границам определения, точности, экспрессности, стоимости и доступности аппаратуры, реализующей тот или иной метод.

Плавление в инертной среде имеет преимущества перед плавлением в вакууме, так как скорость испарения компонентов расплава 1,5-3 порядка меньше, чем в вакууме, что позволяет анализировать материалы с высокой упругостью пара и ярко выраженными геттерными свойствами, например магний, цинк, свинец, алюминий, хром, марганец. Уменьшение испарения позволяет избежать появления возгонов, повысить температуру и сократить время анализа.

Таблица 5.3

Способы выделения и определения водорода в металлах

Способы экстракции	Способы определения водорода	Предел обнаружения см ³ /100 г
Способы экстракции при нагреве:	Измерение давления или объема	1
вакуумная экстракция	Газовая хроматография (детектор по теплопроводности)	1
экстракция в инертном газе	Спектрометрия	1
	Определение соотношения изотопов (спектрометрия или масс-спектрометрия)	0,1
Сжигание в кислороде	Определение массы образовавшейся воды	0,1
Экстракция из микро-расплава:	Спектрометрия, масс-спектрометрия	10
дуговой или искровой разряд		
электронный луч		
Ионный зонд		
Электrolитическое растворение	Масс-спектрометрия	0,1
	Измерение объема	0,1

5.3. Анализатор водорода RHEN602. Определение содержания водорода в металлах и сплавах

5.3.1. Описание принципа работы анализатора

RHEN602 это инструмент на платформе Windows, для определения содержания водорода в образце, методом нагрева или плавления в автономной электродной печи в среде инертного газа (рис. 5.1).



Рис. 5.1. Анализатор водорода RHEN602

Водород измеряется по регистрации изменения теплопроводности газа-носителя в термокондуктометрической (ТК) ячейке. Блок-схема RHEN602 приведена на рис. 5.2.

Анализ начинается после помещения пустого графитового тигля на нижний электрод и нажатии кнопки загрузчика. Электроды закрываются, и выполняется очистка тигля от атмосферных газов. Ток проходит через тигель, разогревая его до высокой температуры, которая способствует высвобождению газов, находящихся в графите. Эта процедура получила название дегазирование. Далее образец вносится из загрузочного устройства в тигель. Потом вновь подается на тигель высокий ток, разогревающий тигель и образец, высвобождая газы из образца. Чтобы предотвратить дальнейшее дегазирование тигля во время анализа, подается ток, сила которого ниже тока дегазирования.

Газ-носитель из газового баллона сначала проходит через нагретую медь для очистки от кислорода. Потом он проходит через реагенты Lecosorb и Ангидрон, для удаления CO_2 и влаги соответственно. Этот

процесс подготавливает транспортирующий газ перед тем он пройдет через опорную часть ТК ячейки и попадет в печь.

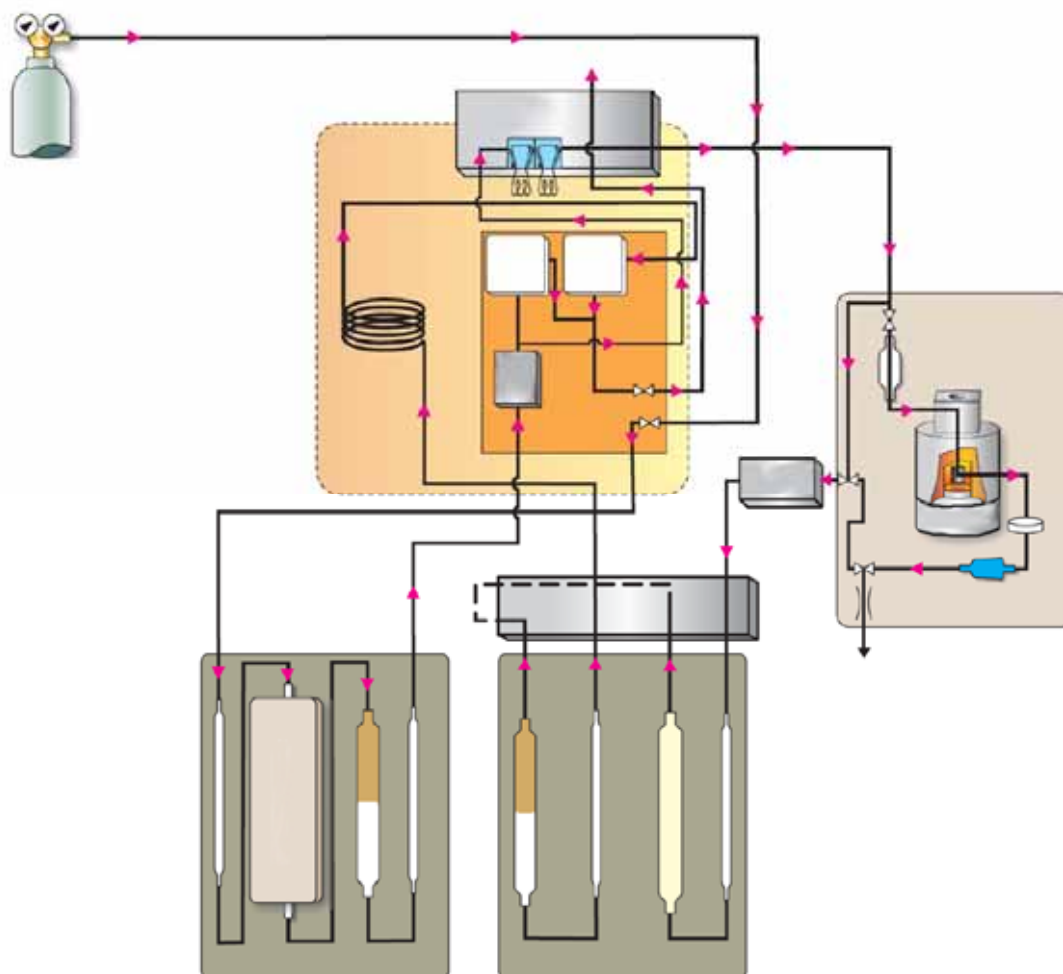


Рис. 5.2. Блок-схема анализатора RHEN602

По мере нагревания образца, водород выделяется в транспортирующий газовый поток и проходит через участок измерения потока системы. Газ образца из печи проходит через контроллер потока массы и через реагент Schutze, который преобразовывает CO в CO₂. Потом газ образца проходит через реагенты Lescorb и Ангидрон, которые удаляют CO₂ и влагу. Остающийся газ передается на колонну молекулярного фильтра, которая разделяет компоненты газа, в зависимости от размера молекулы. Затем газ образца проходит через измерительную часть ТК ячейки, где измеряется содержание водорода.

Сигнал, который вырабатывается ТК ячейкой передается на аналогово-цифровой преобразователь и потом на ПК, и при помощи программы производится определение содержания водорода.

5.3.2. Теория калибровки RHEN602

Калибровка компенсирует разницу между измеренным общим содержанием водорода и действительной концентрацией водорода. Заданное уравнение определяет зависимость между наблюдаемым и теоретическим измерением анализируемого вещества, позволяя выполнять точные измерения.

Программное обеспечение предоставляет несколько типов калибровки: отдельная стандартная калибровка, линейная, кривая второго порядка и кривая третьего порядка. Сначала выполняется калибровка без загрузки, затем определяется стандартная калибровка; не обязательно выполнять повторную калибровку, если ячейка или поток не изменились. Ежедневные процедуры включают определение результата без загрузки и выполнение поправки на смещение.

Необходимо провести несколько анализов без загрузки. Область, которая находится под пиковым значением, рассчитывается и сохраняется в виде неочищенной области (Ar).

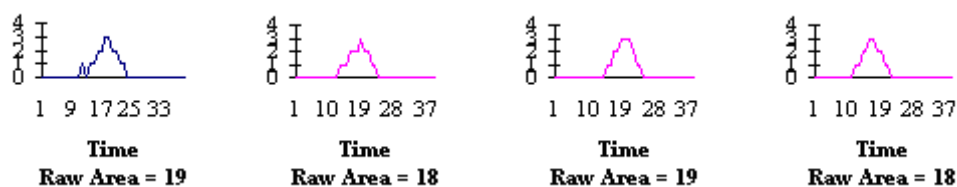


Рис. 5.3. Выход водорода при калибровке без загрузки

Если четыре анализа без загрузки, показанные выше, были выбраны для расчета программой анализа без загрузки, то результатом будет среднее их значение и будет сохранено в виде области анализа без загрузки (Ab).

$$Ab = \frac{19 + 18 + 18 + 19}{4} = 18,5 \quad (5.1)$$

После установления области без загрузки (Ab), полученное значение будет вычитаться из результата каждого анализа образца.

После определения результата без загрузки, необходимо определить калибровочную кривую. Нужно выбрать несколько стандартов, которые будут покрывать рабочий диапазон концентрации анализируемого вещества для образцов с неизвестной концентрацией анализируемого вещества. По крайней мере, необходимо проанализировать три образца для каждого стандарта. При каждом анализе необходимо учитывать поправку на попадающие атмосферные газы. Если при построении калибровочной кривой были использованы образцы разных типов, для каждого стандарта нужно провести анализ атмосферных газов без загрузки. Это можно выполнить при помощи анализа одинаковой массы образца, инкапсулированного и в

открытом контейнере, растворив образец в воде или положив его на поддон. Разницей результатов и будет анализ атмосферных газов без загрузки.

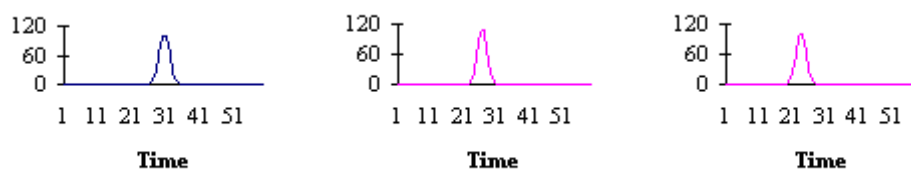


Рис. 5.4. Выход водорода при стандартной калибровке

Область под пиковым значением рассчитывается и сохраняется, в виде неочищенной области (Ar). Настоящее значение области без загрузки, Ab, будет вычитаться из неочищенной области, Ar, стандарта, и в результате этого вычисления получится значение Области, A.

$$A = Ar - Ab \quad (5.2)$$

Область A, корректируется с учетом отклонения инструмента путем умножения на коэффициент отклонения. При выполнении каждой калибровки коэффициент отклонения (Drift Factor) переустанавливается на 1.0. Потом производится корректировка единиц области, A, чтобы установить абсолютное количество анализируемого вещества путем умножения на коэффициент чувствительности (sensitivity factor).

$$Aadj = A * Sensitivity Factor * Drift Factor \quad (5.3)$$

Получившая в результате откорректированная область, Aadj, стандарта выстраивается согласно известным граммам аналитического вещества (Analyte) * 100, проанализированных стандартов. Определяется оптимизированная линия, линейная кривая, кривая второго или третьего порядка и принимается как калибровочная кривая для метода. Калибровочная кривая по умолчанию имеет наклон 1.0 и проходит через начало координат.

В общем, выбираемой линией будет линия, которая содержит значение наименьшей квадратичной ошибки RMS. Но если нет калибровочных стандартов с очень низким значением по концентрации анализируемого вещества, то нужно выбрать линейный тип, зафиксированный в начале координат. Это необходимо выполнить, если образцы с неустановленной концентрацией анализируемого вещества не соответствуют диапазону очень низкой концентрации анализируемого вещества.

Если образцы с неустановленной концентрацией, по большей части, соответствуют наименьшему диапазону концентрации анализируемого вещества, то нужно выбрать 1/certified взвешивание. Этот вид взвешивания способствует компенсации нормальной диагональности относительно стандартов с высокой концентрацией, при коррекции методом наименьших квадратов.

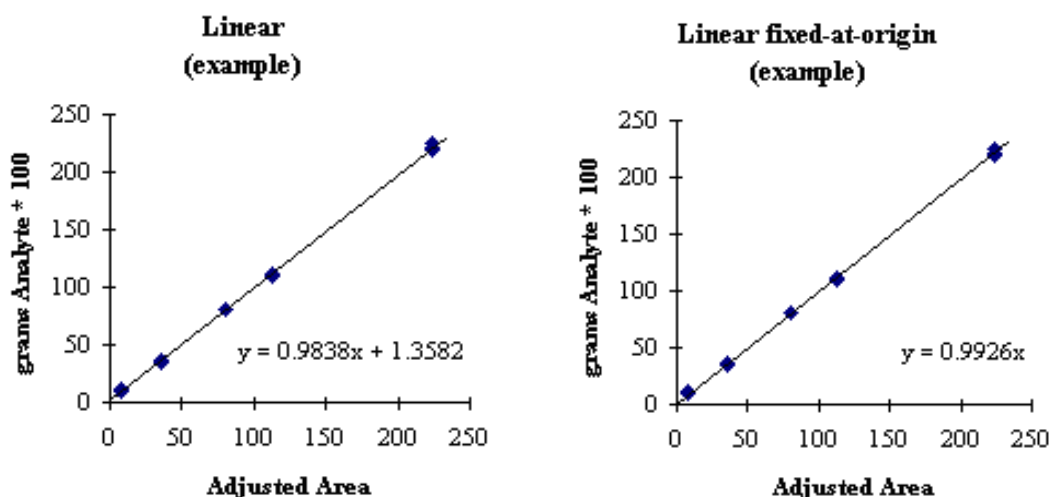


Рис. 5.5. Калибровочная кривая

Теперь A_{adj} применяется в калибровочной кривой относительно граммов анализируемого вещества (grams analyte) * 100.

$$\text{grams Analyte} * 100 = A_{adj} * \text{Наклон} + \text{Отрезок}$$

Потом, в большинстве случаев, выполняется преобразование в проценты. Вычисление выполняется путем деления граммов анализируемого вещества (grams analyte) * 100, на массу образца в граммах.

Граммы

анализируемого

$$\% \text{ _Анализируемого _вещества} = \frac{\text{вещества} \times 100}{\text{масса _образца}} - \text{Анализ _без _загрузки}$$

Теперь, инструмент готов к выдаче результатов согласно калиброванному диапазону. Чтобы обеспечить точность инструмента, необходимо проводить ежедневное обслуживание. По крайней мере, один раз в день, а лучше каждые четыре часа или в случае изменения метода, необходимо проверять анализ без загрузки. Если его результаты отличны от предварительно установленных, то их нужно ввести заново.

5.3.3. Выполнение анализа

Перед выполнением анализа нужно провести подготовительные работы с инструментом.

Выполните ежедневное обслуживание перед началом анализа. Замените дисковый фильтр. Для этого выполните следующие процедуры. Откройте окно Solenoids и переключите электромагнитные катушки Isolation и Purge Makeup. Откройте сервисную дверцу верхнего электро-

да и определите положение фильтра и фильтра частиц. Снимите фильтр частиц и положите его в сторону, рис. 5.6.

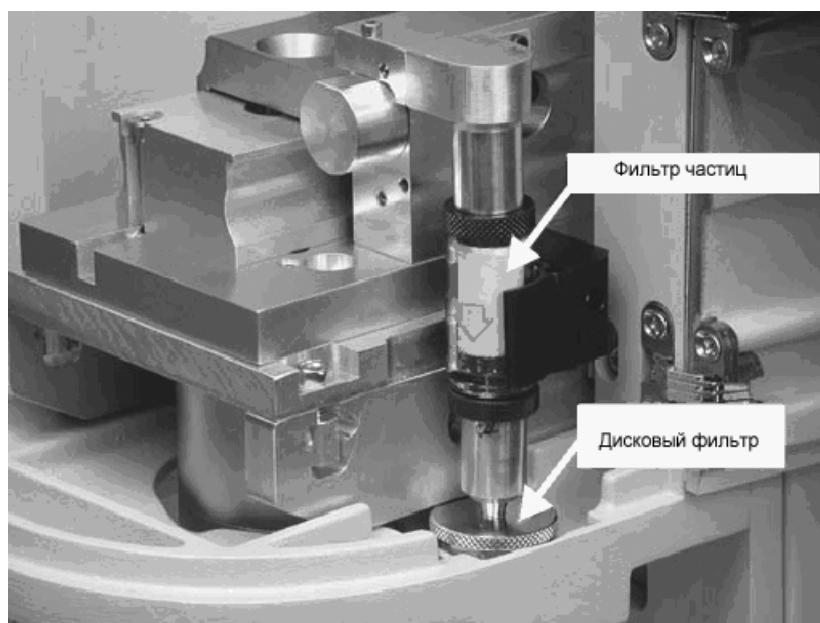


Рис. 5.6. Фильтр частиц и дисковый фильтр



Рис. 5.7. Снятие дискового фильтра

Нажмите на дисковый фильтр в сторону отверстия блока и снимите его с инструмента (рис. 5.7).

Вытяните верхнюю часть фильтра из основания. Снимите диск фильтра и удалите его.

Снимите экранный фильтр и прочистите его щеткой или пылесосом. Очистите корпус фильтра, верхнюю и нижнюю часть, щеткой или

пылесосом. Проверьте, очистите и слегка смажьте уплотнительные кольца. Если они износились, замените их. Произведите обратную сборку фильтра погрузочного устройства используя новый диск фильтра. Установите фильтр погрузочного устройства обратно на инструмент. Установите фильтр частиц на инструмент. Переключите электромагнитные катушки Isolation и Purge Makeup в их начальное положение. Проверьте и смажьте уплотнительное кольцо нижнего электрода (рис. 8). Замените уплотнительное кольцо, если оно треснуло или износилось.

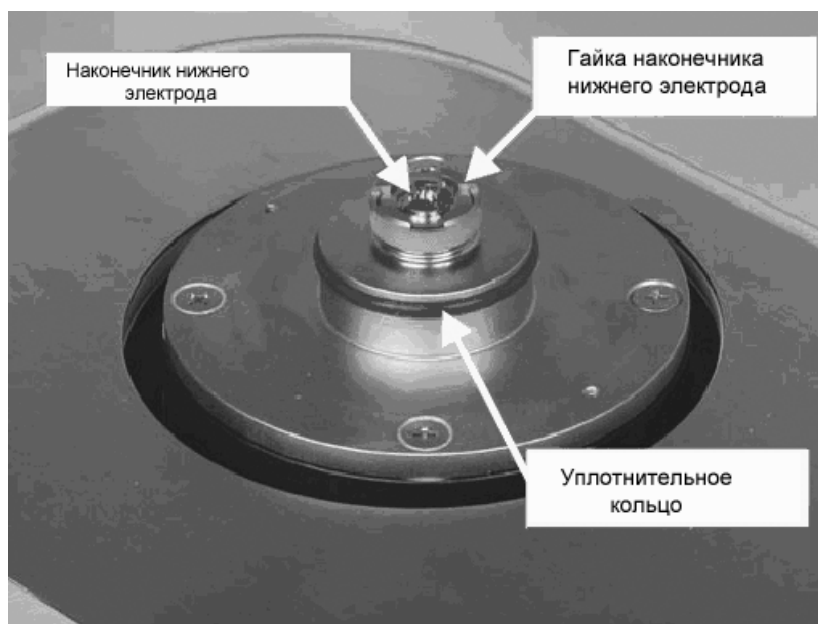


Рис. 5.8. Нижний электрод

Выполните проверку утечки (рис. 5.8). Эта процедура автоматически проверяет системные измерения инструмента на наличие утечки газа. Есть возможность проверки всей системы или проверки системы в обход печи. Утечка может быть изолирована, путем выполнения тестов, чтобы определить участок утечки. Во время проверки утечки система нагнетает давление до 250 мм рт. ст., что выше текущего системного давления печи и потом плотно закрывается. Затем выполняется уравнивание. На протяжении следующих 60 с, измеряется давление системы. Если падение давления составляет не более 5 мм рт. ст. от нагнетенного значения, значит проверка показала отсутствие утечки. В противном случае, проверка показывает наличие утечки. В поле Leak Check Progress, отображается состояние проверки утечки. Отрицательный результат проверки может быть вызван течением газа в или из системы. Если давления возрастает, в систему могут попадать атмосферные газы. Если давление уменьшается, из системы может выходить газ. При обнаружении утечки, в окне Results появится сообщение «Leak Check Failed». Если утечка не обнаружена –

«Leak Check Passed». Перед проведением проверки на утечку, необходимо разогреть инструмент, по крайней мере, на протяжении 30 мин. Рекомендуется проводить проверку на утечку в начале каждого рабочего дня. Можно провести две процедуры проверки на утечку. Первая это проверка утечки всей измерительной системы, а вторая – проверка измерительной системы, исключая печь. Выберите необходимую процедуру по проверке утечки, нажав соответствующую процедуру в окне. Нажмите Diagnostics и выберите Leak Check. Появится окно проверки утечки.

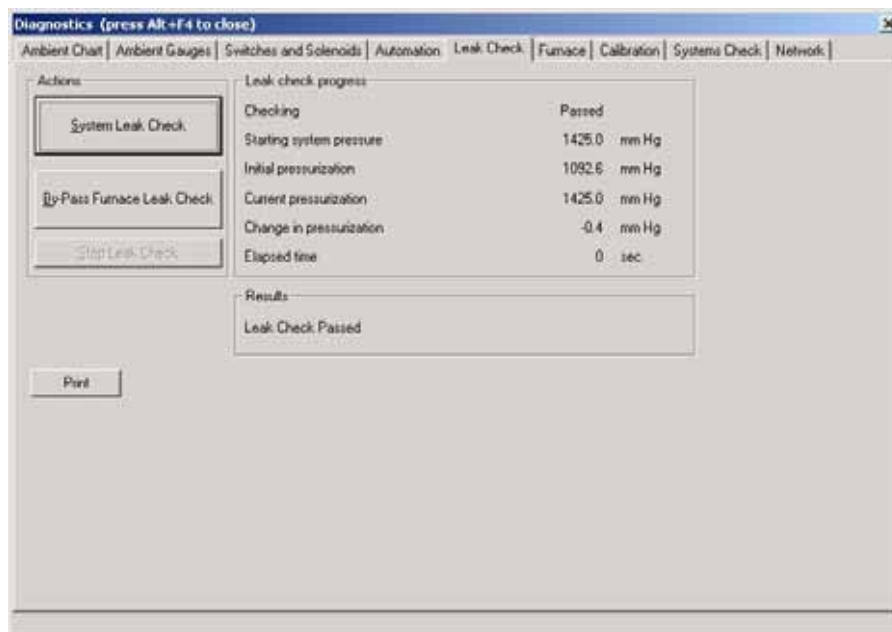


Рис. 5.9. Окно процедуры проверки утечек

Нажмите System Leak Check, чтобы выполнить проверку всей измерительной системы или нажмите By-pass Furnace Leak Check, чтобы выполнить проверку утечки системы, без проверки печи. Результат проверки утечки появится в окне Results.

Нажмите Stop Leak Check, чтобы остановить выполняющуюся проверку утечки.

Нажмите Print, чтобы распечатать результаты проверки утечки на системном принтере.

Выберите или создайте метод, который будет использоваться при анализе.

Чтобы избежать повреждения инструмента и травм оператора, не позволяйте любым металлическим предметам контактировать с нижним электродом, во время работы печи.

Выполните эталонную калибровку пустого тигля и проведите от 3 до 5 анализов без загрузки. Это установит значение эталонной калибровки.

После каждого анализа электроды необходимо очищать при помощи щетки для очистки электрода.

Проанализируйте пробный анализ с образцом, чтобы удостовериться в правильности установления значения без загрузки.

Выполните калибровку по стандартным образцам и проанализируйте от 3 до 5 стандартных образцов. Это установит значение калибровки отклонения.

Теперь, инструмент готов к анализу образца.

Attribute	Value
Method*	Hydrogen Method
Comments	
Description	
Operator	

Рис. 5.10. Окно процедуры «Регистрации образца»

Для того чтобы получить наилучшие результаты, необходимо тщательно приготовить образец.

Перед проведением анализа образца, его нужно ввести в таблицу образцов. Эта процедура называется «Регистрация образца». Вводимый образец можно называть при помощи буквенно-цифровых символов.

Кроме процедуры «Регистрации образца», образец можно зарегистрировать, используя Регистрацию посредством весов или Регистрацию, при использовании шаблона образца. Перед вводом образца необходимо установить метод анализа.

Нажмите Samples и выберите Login. Появится окно регистрации образца.

Введите необходимую информацию в диалоговом окне.

Чтобы ввести массу, при помощи подсоединенных весов, необходимо нажать Balance, и масса будет введена автоматически.

После ввода всей необходимой информации, нажмите ОК, чтобы зарегистрировать образец.

5.3.4. Поля регистрации образца

Sample Name – название типа образца. Введите тип образца, который необходимо проанализировать, после чего соответствующее название образца отобразится в таблице.

Mass – вес образца. Если анализируется пустая проба, введите 1.000 г. Для стандартов или неизвестных образцов введите массу образца.

Method – метод используемый для проведения анализа. Нажмите на стрелку выпадающего меню, чтобы выбрать необходимый метод.

Comments – объяснение работы или процедуры. Это поле является опцией.

Description – описание типа выполнения или процедуры. Это поле является опцией.

Operator – имя оператора, который регистрирует образцы. Это поле является опцией.

Keep logging samples until cancel is pressed – отметьте это поле, чтобы зарегистрировать следующие образцы. После нажатия ОК снова появится окно регистрации.

5.3.5. Ввод веса

Весы автоматически вводят значение в образец в таблицу, при нажатии кнопки «Ввод» на весах. В строку вместе со значением веса будет введен идентификационный номер (ИН) образца. ИН образца и метод будут такими же, как и предыдущей строке.

После проведения регистрации образца, можно проводить анализ.

5.3.6. Ручной анализ (Верхняя загрузка)

Выберите метод для анализа нажав Configuration на панели Menu и нажмите Methods.

В диалоговом окне Методов, выберите нужный метод и выберите Properties.

На вкладке Analysis Parameters рядом с Analysis Type, проверьте чтобы был выбран Manual Analysis (Top Load).

Проверьте, чтобы строка состояния была включена.

Введите образцы для анализа.

Нажмите кнопку загрузчика, чтобы запустить анализ.

Не рекомендуется нажимать F5 на инструментальной панели, чтобы запустить анализ, так как будет пропущена последовательность загрузки тигля.

Следуйте подсказкам, по мере появления их в строке состояния на экране.

Нажмите кнопку загрузчика.

Используйте клещи, чтобы снять тигель, если таковой присутствует.

Используйте клещи для загрузки нового тигля.

Нажмите кнопку загрузчика.

Нажмите кнопку загрузчика, чтобы загрузить образец.

Загрузите образец, используя воронку.

Снимите воронку.

Нажмите кнопку загрузчика, чтобы начать анализ.

После анализа снимите тигель с печи. Выполните очистку электродов при помощи щетки для очистки электрода.

5.3.7. Ручной анализ (Тигельная загрузка)

Выберите метод для анализа нажав Configuration на панели Menu и выберите Methods.

В диалоговом окне Методов, выберите нужный метод и выберите Properties.

Во вкладке Analysis Parameters, рядом с Analysis Type, проверьте, чтобы был выбран Manual Analysis.

Проверьте, чтобы строка состояния была включена.

Введите образцы для анализа.

Нажмите кнопку загрузчика.

Не рекомендуется нажимать F5 на инструментальной панели, чтобы запустить анализ, так как будет пропущена последовательность загрузки тигля.

Следуйте подсказкам по мере появления их в строке состояния на экране.

Примените клещи, для снятия использованного тигля, если таковой присутствует.

Используйте клещи для загрузки нового тигля.

Нажмите кнопку загрузчика. Произойдет очистка и дегазирование.

Нажмите кнопку загрузчика, чтобы загрузить образец.

Загрузите образец в тигель.

Нажмите кнопку загрузчика, чтобы закрыть электрод и начать анализ.

После анализа снимите тигель с печи. Выполните очистку электродов при помощи щетки для очистки электрода.

5.4. Задание

1. Создать метод измерения водорода в стали и определить его свойства
2. Выполнить калибровку нового метода по стандартным образцам
3. Провести измерение водорода в образцах стали

5.4.1. Создание метода измерения водорода в стали

Метод – это набор аналитических параметров, используемых для управления инструментом во время анализа и расчета конечного результата. Перед проведением анализа, необходимо создать метод или использовать метод по-умолчанию.

5.4.1.1. Создать метод

Из меню Configuration, нажмите Method. Появится окно «Методы».

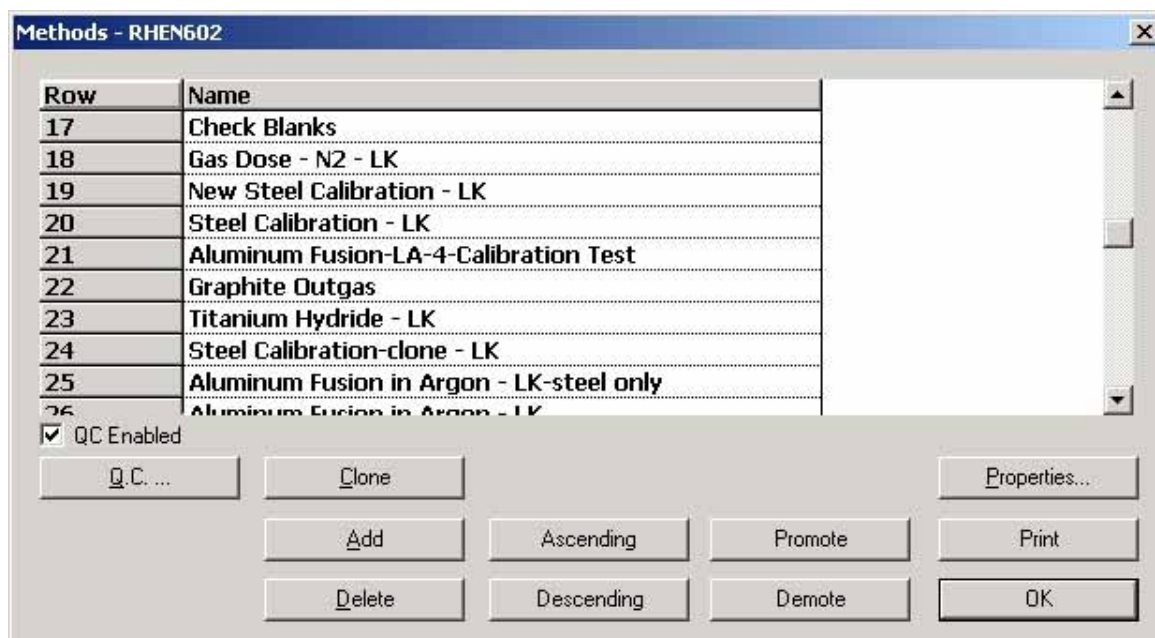


Рис. 5.11. Окно «Методы»

Нажмите Add, чтобы создать метод. Внизу списка будет добавлена строка. Введите название метода.

Чтобы добавить название метода, вы также можете выбрать пустую строку.

Нажмите Properties. Отобразится окно Параметров метода.

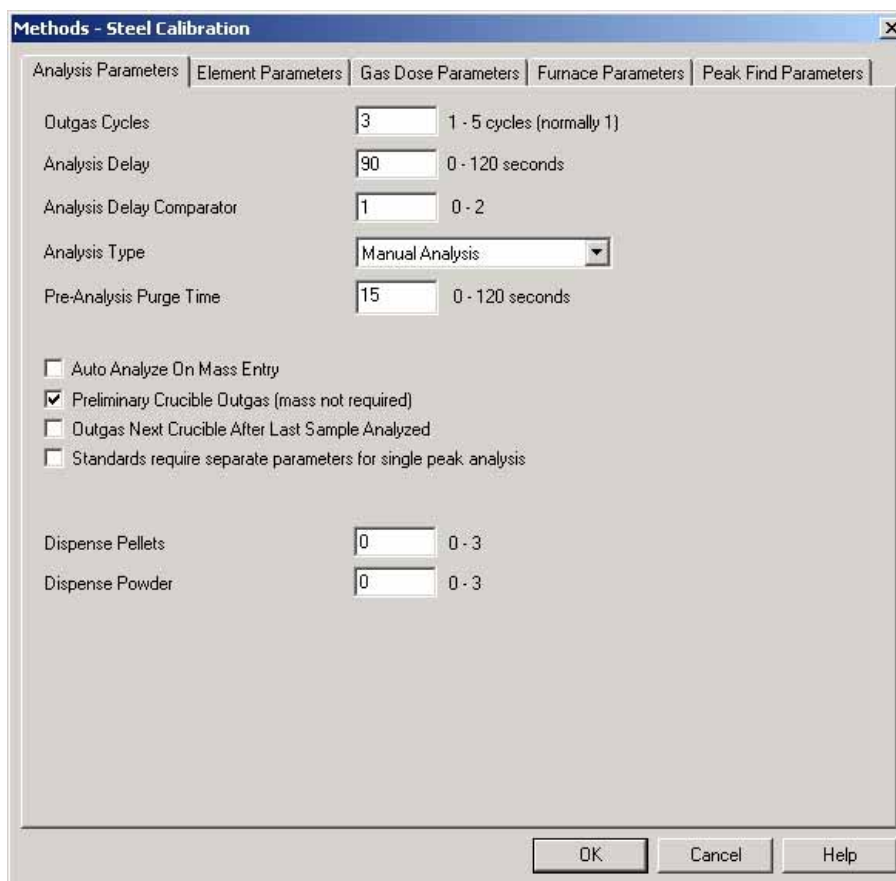


Рис. 5.12. Окно «Параметры метода»

5.4.1.2 Свойства метода.

Analysis Parameters (Параметры анализа)

Outgas – удаляет водород из тигля. Водород удаляется из тигля, чтобы избежать блокировки газа в тигле и увеличения значения результата.

Outgas Cycles – количество раздегазирования, перед анализом. По-умолчанию: 2.

Analysis Delay – период времени предоставляемое датчикам стабилизироваться после дегазирования. По-умолчанию: 15 сек.

Analysis Delay Comparator – определяет степень стабильности базовой линии, перед вводом образца в печь. Опции: 0 (необходима наименьшая стабильность) – 2 (необходима самая высокая стабильность).

Analysis Type – позволяет оператору выбирать автоматический анализ, ручной анализ или приготовление к анализу.

Automatic Analysis – образцы вносятся через загрузочное устройство и автоматически начинается анализ. Этот режим обычно используется с автозагрузчиком.

Semiautomatic Analysis – образцы вносятся посредством загрузочного устройства и оператор предлагается нажать кнопку загрузчика перед началом анализа. Это – обычный режим работы.

Manual Analysis – после дегазирования электроды открываются и образец вставляется в тигель. При открытом электроде, тигель подвергается атмосферному влиянию. Это может повлиять на результат анализа по причине попадания загрязняющего газа.

Manual Top Load – после дегазирования, открываются захваты и загрузочное устройство и образец вставляется в тигель. При открытом электроде, тигель подвергается атмосферному влиянию. Это может повлиять на результат анализа по причине попадания загрязняющего газа.

Pre-analysis preparation – тигель помещается в печь и дегазируется. Потом система ожидает загрузки образца и продолжает анализ. Этот режим улучшает результаты анализа, по причине очистки системы от загрязняющих газов перед выполнением анализа.

Auto Анализ on Mass Entry – включает автоматический анализ, после внесения массы образца в таблицу. Если это поле отмечено, нет необходимости нажимать кнопку автозагрузчика после ввода массы образца.

Preliminary Crucible Outgas (mass not required) – загружает и дегазирует тигель перед первым анализом.

Outgas Next Crucible After Last Sample Analyzed – загружает и дегазирует тигель после анализа предыдущего образца. Поле Preliminary Crucible Outgas должно быть отмечено, если вы хотите включить эту опцию.

Standards require separate parameters for single peak analysis – отметьте это поле, чтобы ввести отдельно значения образца и стандартного элемента, а также параметры печи для одного метода.

Dispense Pellets – введите количество количество распределяемых гранул на анализ. Эта опция используется с дополнительным распределителем.

Dispense Powder – введите количество лопаток порошка на анализ. Данная опция используется с дополнительным распределителем.

Element Parameters (Параметры элемента)

Minimum Analysis Time – минимальное количество времени данное для анализа. Оно также называется временем интегрирования. Во время этого периода интегрируется выводная ячейка для определения результата. По-умолчанию: 30 сек.

Significant Digits – количество значимых цифр, отображаемых в результате анализа. Это значение включает количество цифр до и после десятичной точки. Например, если установить количество значимых цифр на 3, то отображаемый результат будет следующим – 0.0325 % и

0.0125 %. Четыре значимых цифры дадут отображаемый результат – 0.03253 % и 0.0125 %. По-умолчанию: 5.

Conversion Factor – коэффициент, используемый для преобразования процентов в значения, установленные пользователем. Процент умноженных на коэффициент преобразования будет равен установленному пользователем значению. Conversion Factor используется только если процент выбран согласно единицам отчета. По-умолчанию: 1.

Integration Delay – период времени в начале анализа, когда не учитывается выходная ячейка. Это функция длительности перемещения анализируемого элемента из печи до датчика. Базовая линия проходит 2 с перед окончанием интеграционной задержки. Чтобы компенсировать отклонения между образцами, эта задержка должна заканчиваться по крайней мере за 2 с до момента, когда газ образца достигнет системы определения, как отображено в Графическом Окне. По-умолчанию: 5 с.

Comparator Level – минимальная концентрация, выраженная в процентах высоты пика и отклонения, при которой оста выполняется анализ. Анализ останавливается, если вывод системы определения ниже предельного уровня концентрации. Comparator Level эффективен только после истечения минимального времени анализа. По-умолчанию: 1.00 %.

Stop If Below – этот параметр контролирует работу дополнительного автоматического загрузчика. Минимальная концентрация, выраженная в процентах концентрации анализируемого вещества, которая останавливает анализ и автозагрузчик. На анализ без загрузки этот параметр не влияет. Диапазон: 0–100%.

Gas Dose Parameters (Параметры дозирования газа)

Minimum Gas Dose Time – минимальное время дозирования газа. Анализ не прекратится до истечения этого периода времени. Анализ может продолжаться сверх этого времени, пока выводная ячейка не достигнет установленного Comparator Level. По-умолчанию: 30 с.

Comparator Level – процент максимального отклонения ячейки (пиковый выход), который происходит во время анализа газового дозирования. Эта опция используется для остановки анализа. Если выходная ячейка падает до значения *Comparator Level*, анализ автоматически прекращается. По-умолчанию: 1.00 %.

Gas Dose Type – определяет ввод газа для газового дозирования.

Gas Dose Cycles – Количество Газовых Доз на анализ. Каждая газовая доза составляет 10 PPM. Выберите количество газовых доз, чтобы они были равны ожидаемому значению во время калибровки газового дозирования.

Furnace Bypass – если отмечена данная опция, анализ газового дозирования не будет выполняться с использованием печи. Если опция не отмечена, анализ газового дозирования будет выполняться с использованием печи. Если опция не отмечена, необходимо заменить пустой трубой, трубу удаления кислорода и влаги.

Furnace Parameters (Параметры печи)

Furnace Control Mode – определяет способы управления печью. Существует три режима управления: *Temperature* (температура), *Power* (мощность) и *Current* (ток).

Temperature – этот режим поддерживает тигель на постоянной температуре во время анализа.

Power – этот режим подает соответствующую мощность на тигель. Этот режим способствует постоянной температуре тигля.

Current – этот режим обеспечивает соответствующую величину электрического тока на тигель. Температура тигля не такая стойкая в этом режиме, как в режиме мощности, но этот режим более предпочтителен для некоторых металлов.

Purge Time – время перед анализом, когда электроды закрыты и производится очистка газовой среды в зоне плавления. Аргон подается в зону плавления, который вытесняет атмосферный газ. По-умолчанию 15 с.

Outgas Time – период времени для нагрева тигля и выведения водорода и других загрязнителей. По-умолчанию: 15 с.

Outgas Cool Time – период времени после дегазирования, при выключенной печи, для охлаждения тигля перед открытием электродов. Время охлаждения используется только в Ручном режиме. Это уменьшает количество улавливаемых атмосферных газов тиглем, при открытии электрода. По-умолчанию: 5 с.

Outgas Power (low and high) – мощность печи необходимая для вытеснения водорода и других загрязнителей из тигля во время дегазирования. По-умолчанию: 0 Вт. Во время линейного увеличения, низкие показатели – начальная мощность, высокие показатели – конечная мощность. Эти настройки всегда должны быть выше мощности анализа.

Outgas Ramp Rate – количество единиц (ампер или ватт) при которых температура печи увеличивается за секунду во время дегазирования. По-умолчанию 0.

Analyze Power (low and high) – мощность применяемая для нагрева тигля до точки плавления образца. Для общего водорода, установите мощность на температуру плавления для проведения анализа. По-умолчанию: 3000 Вт. Во время линейного увеличения, низкие показатели – начальная мощность, высокие показатели – конечная мощность.

Analyze Ramp Rate – количество единиц (ампер или ватт), при которых температура печи увеличивается за секунду во время анализа.

Sample Preparation Time – период времени перед анализом, за который удаляются оксиды поверхности. Номинальное время приготовления образца: 30 с. Этот параметр всегда должен быть ниже точки плавления. Время приготовления образца не включается или добавляется ко времени интеграции.

Sample Preparation Power – установка мощности печи во время приготовления образца. Номинальная мощность приготовления образца: 1600 Вт.

Furnace On Time – период во время которого печь будет включена после начала анализа. Это позволяет оператору выключить печь после прохождения пика посредством определителя.

Temperature Sustain – обеспечивает изменяемое управление температурой печи во время линейного анализа.

None нужно выбрать, если необходимо получить общее значение водорода.

Steps нужно выбрать если необходимо получить лучшее разрешение или если пользователь хочет исследовать оксид или нитрид.

Manual Sustain нужно выбрать, что установить линейное/пошаговое увеличение для образца, который выделяет вещества при различной мощности. Если выбрано Manual Sustain, отобразится диалоговое окно Manual Sustain во время анализа, в первый раз запуска метода. Это позволит пользователю поддерживать необходимую мощность печи, которая соответствует пиковому отображению. Чтобы поддержать необходимую мощность печи, отметьте поле Hold Furnace. Чтобы продолжить линейную операцию, уберите выделение в поле Hold Furnace. Печь продолжит линейную операцию пока не будет снова выбрано поле Hold Furnace. Эти параметры (мощность и время) автоматически сохраняются в методе и будут повторно вызваны в следующий раз при запуске метода.

Hydrogen нужно выбрать если два или более нитридов или оксидов присутствует в образце. Одновременно можно выбрать только один элемент. Температура печи будет поддерживаться только если выбранный элемент будет обнаружен и поддержание продлится до достижения пика.

Hydrogen Bulk нужно выбрать, если два или более нитридов или оксидов присутствуют в образце. Одновременно можно выбрать только один элемент. Температура печи будет поддерживать, если обнаружен выбранный элемент и будет поддерживаться пока не будет достигнут пик.

5.4.1.3. Редактирование этапов

Редактирование этапов позволяет оператору программировать инструмент на изменение температуры печи, ее мощности и тока при помощи предварительно заданных этапов во время анализа. Вместо температуры печи, мощности или линейного изменения тока, оператор может запрограммировать возрастания на весь период анализа.

Нажмите Steps, из выпадающего меню Temperature Sustain, чтобы выбрать пошаговый режим для печи.

Нажмите Edit, чтобы отобразить окно Редактирование Этапов. В этом окне можно задать количество и длительность этапов.

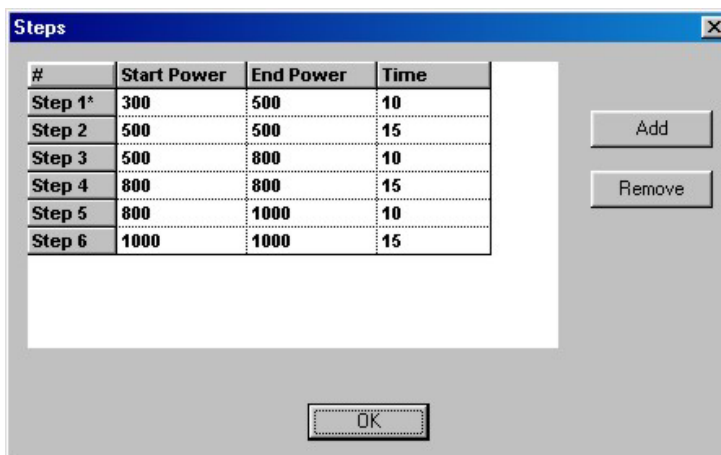


Рис. 5.13. Окно Редактирование Этапов

Нажмите Add, чтобы добавить этап.

Нажмите на этап и потом нажмите Remove, чтобы его удалить.

Введите Start Power (начальную мощность), End Power (конечную мощность) и Time (время) каждого этапа. В этом случае мощность основывается на температуре, мощности или токе, в зависимости от выбранного режима Управления Печи.

Нажмите ОК, по завершении, чтобы вернуть в окно Параметров печи.

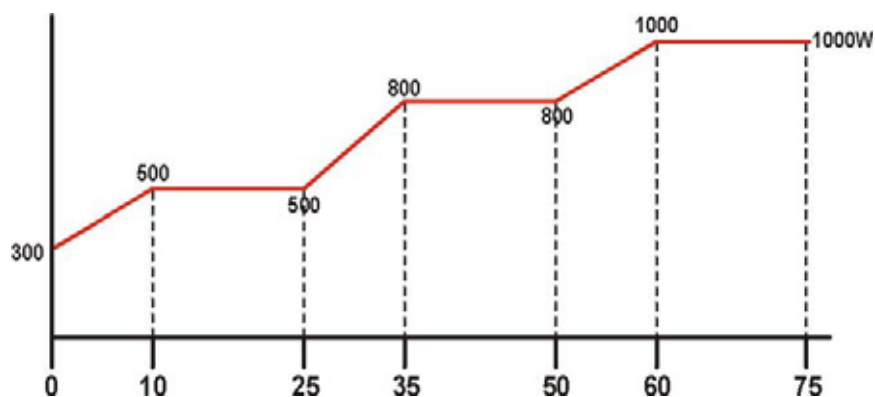


Рис. 5.14. Время подачи мощности на печь

Создайте метод для анализа водорода в стали со следующими параметрами:

Analysis Parameters (Параметры анализа)

Outgas Cycles	3
Analysis Delay	90 seconds
Analysis Delay Comparator	1.000
Analysis Type	Auto Analysis
Pre-analysis Crucible	Disabled
Outgas	

Element Parameters (Параметры элемента)

Minimum Analysis Time	70 seconds
Significant Digits	7
Conversion Factor	1.000000
Integration Delay	40 seconds
Comparator Level	2.000000 %
Stop if Below (%)	0.000000

Furnace Parameters (Параметры печи)

Furnace Control Mode	Current
Pre-Analyze Purge Time	—
Purge Time	15 seconds
Outgas Time	15 seconds
Outgas Cool Time	15 seconds
Outgas low Power	700 amps
Outgas high Power	700 amps
Outgas Ramp Rate	—
Analyze Power	650
Analyze Power	650
Analyze Ramp Rate	—
Sample Preparation Time	—
Sample Preparation Power	—
Temperature Sustain	None

5.4.2. Калибровка

5.4.2.1. Калибровка без загрузки

Калибровка без загрузки рассчитывает системную пробу без загрузки и производит для нее компенсацию при расчете результата анализа. Анализируйте пробы без загрузки до достижения низкой и стабильной кривой. Значение для пробы без загрузки должно быть мень-

шим 0,002 % водорода. Проанализируйте 3–5 дополнительных проб без загрузки и установите область без загрузки, используя эти значения.

Введите и выполните, по крайней мере три анализа без загрузки.

Выберите результаты анализа без загрузки из таблицы.

Нажмите Configuration и выберите Blank.

В окне ниже, программа отображает данные с синим цветом шрифта, чтобы предупредить оператора о изменении данных.



Рис. 5.15. Окно Калибровка без загрузки

Присоедините или исключите элемент, нажав стрелку выбора элемента и нажав Include/Exclude. Поле действия покажет, присоединен или исключен элемент. Если элемент присоединен, то будет выполнен расчет анализа без загрузки для этого элемента.

Нажмите ОК, чтобы подчитать системный анализ без загрузки, основанный на результатах, полученных после пункта 5.4.1.

5.4.2.2. Стандартная калибровка

Стандартная калибровка используется, чтобы откалибровать инструмент при помощи установленных стандартов калибровки.

При калибровке, используйте вес множества образцов или множества концентраций.

Установите метод для калибровки, который подходит для калибровки образца.

Выполните два анализа при самой высокой концентрации стандартных образцов, в качестве улучшения среды.

Проанализируйте по крайней мере 3 образца на концентрацию.

Среди отображенных результатов калибровки, выберите результаты для калибровки. Необходимо выбрать все результаты для калибровки, кроме первых двух результатов, которые были выполнены для улучшения.

Нажмите Configuration и выберите Calibrations.

Из всплывающего меню выберите New, появится окно калибровки.

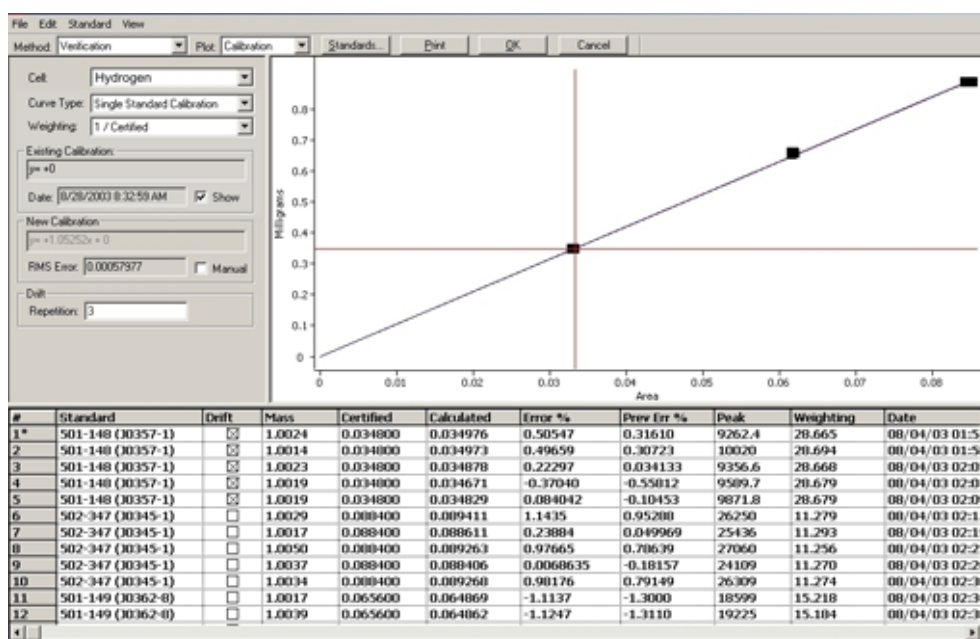


Рис. 5.16. Окно Калибровка

Образцы, проанализированные для калибровки и выбранные, будут отображены в таблице. Посмотрите на рассчитанные значения каждой серии, соответствующие ошибки и точки, размещаемые на графике. Любые образцы калибровки, у которых результаты не соответствуют серии, необходимо исключить из калибровки. Например: если результаты соответствующей ошибки составляют около 2.000, за исключением одного, который составляет 6.000 и одного, который составляет 6.000, необходимо исключить. Вы должны выполнить такую же процедуру для рассчитанных результатов образца. Все результаты, используемые для калибровки должны быть одинаковыми. Вы можете исключить образец, два раза кликнув его графическую точку на графике. Обратите внимание, что среднеквадратическая ошибка уменьшается, если графические точки сближаются. Используйте среднеквадратическую ошибку, в качестве показателя при исключении образцов.

Выполните следующие выделения, нажав на стрелки выпадающих меню. Cell–Hydrogen, Curve Type–Linear (Fixed at Origin), Weighting–1/Certified. Ячейка выделяет датчик, на котором выполняется калибровка.

Обратите внимание на график калибровки. Кривая калибровки должна проходить через большинство результатов образца. Также, обратите внимание на среднеквадратическую ошибку. Она должна быть соответственно низкой. Нажмите ОК, чтобы сохранить калибровку.

5.4.3. Измерение водорода в образцах стали

Подготовьте установку для измерений в соответствии с п. 5.3.3.

Проведите измерение без загрузки. Для этого выполните следующие операции. Нажмите кнопку загрузчика на передней панели печи, после некоторой паузы откроется загрузочный подвижный блок. Нажмите кнопку загрузчика еще раз, загрузочный подвижный блок закроется и откроется нижний электрод. Поместите графитовый тигель на пьедестал нижнего электрода, положите в тигель одну капсулу олова. Нажмите кнопку загрузчика, нижний электрод закроется, после чего анализ будет выполнен автоматически. После измерения и получения результата, повторите процедуру по калибровке без загрузки, минимум три раза. Установите значение без загрузки в соответствии с п. 5.4.2.1

Проведите калибровку по стандартному образцу. Взвесьте стандартный образец, введите в систему вес образца. Нажмите кнопку загрузчика, после некоторой паузы откроется загрузочный подвижный блок. Поместите образец в загрузчик. Нажмите кнопку загрузчика еще раз, загрузочный подвижный блок закроется и откроется нижний электрод. Поместите графитовый тигель на пьедестал нижнего электрода, положите в тигель одну капсулу олова. Нажмите кнопку загрузчика, нижний электрод закроется, после чего анализ будет выполнен автоматически. После измерения и получения результата, повторите процедуру по калибровке без загрузки, минимум три раза. Установите значение калибровки по стандартному образцу в соответствии с п. 5.4.2.2

Подготовьте измеряемые образцы. Подготовка образцов является важным этапом выполнения измерения. Это объясняется, во-первых, высокой подвижностью водорода, во-вторых, высоким удельным содержанием водорода в разного рода загрязнениях поверхности материала. Для снижения подвижности водорода предпочтительно охлаждать образцы в жидком азоте или смеси ацетона и твердой двуокиси углерода. Поверхностные загрязнения следует удалить обточкой или легким шлифованием, с особой осторожностью не допуская локального разогрева образца. Промыть образцы в ацетоне или четыреххлористом углеороде. Образец следует измерять сразу после приготовления. Взвесьте

образец стали, введите в систему вес образца. Нажмите кнопку загрузчика, после некоторой паузы откроется загрузочный подвижный блок. Поместите образец в загрузчик. Нажмите кнопку загрузчика еще раз, загрузочный подвижный блок закроется и откроется нижний электрод. Поместите графитовый тигель на пьедестал нижнего электрода, положите в тигель одну капсулу олова. Нажмите кнопку загрузчика, нижний электрод закроется, после чего анализ будет выполнен автоматически. Занесите полученные результаты измерения в таблицу.

5.5. Содержание отчета

1. Краткая теория
2. Результаты проведенных исследований
3. Анализ полученных результатов
4. Выводы по работе
5. Ответы на контрольные вопросы

5.6. Контрольные вопросы

1. Состояние водорода в металлах и сплавах.
2. Влияние водорода на свойства металлических материалов.
3. Виды водородной хрупкости.
4. Способы выделения и определения водорода в металлах.
5. Устройство и принцип работы анализатора водорода Leco RHEN602.
6. Основы калибровки анализатора водорода. Поправка по калибровке без загрузки.
7. Подготовка анализатора Leco RHEN602 к работе
8. Подготовка образцов для измерения. Особенности анализа водорода в твердом теле.
9. Определения состояния водорода в металле методом термодесорбции.
10. Программирование метода определения водорода в металлах и сплавах в анализаторе Leco RHEN602.

5.7. Литература

1. Колачев Б.А. Водородная хрупкость металлов. – М.: Металлургия, 1985.
2. Касаткин Г.Н. Водород в конструкционных сталях. – М.: «Интермет Инжиниринг», 2003.

6. ИССЛЕДОВАНИЕ УГЛОВОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕКСТУРЫ ПРОКАТА ЛИСТОВОГО МЕТАЛЛА

Цель работы: изучение теоретических основ анизотропии металлов и сплавов, экспериментальное определение углового распределения скорости распространения ультразвука в металлах, имеющих текстуру проката.

6.1. Теоретический раздел

6.1.1. Виды текстур

Текстурой металла называют преимущественную ориентировку кристаллической решётки зёрен (кристаллитов) в металлическом изделии. При этом свойственная монокристаллам анизотропия физических свойств распространяется на весь объем поликристалла, который приобретает так называемую статистическую анизотропию. Текстура металла описывается путем указания кристаллографических осей, совпадающих с определёнными направлениями в изделии: с осью в проволоке или прутке, с направлением прокатки и нормалью к плоскости в прокатанном листе или ленте и т. д. Разные зёрна в поликристаллическом изделии могут иметь одну и ту же или различные преимущественные ориентации. В соответствии с этим, текстура может быть одно- или многокомпонентной. Текстура металла характеризуется относительным объёмом кристаллитов с близкой ориентировкой, а также рассеянием – отклонением ориентировки зёрен от некоторой средней. Текстура металла возникает при литье, пластической деформации и отжиге после неё (рекристаллизации), электроосаждении, напылении и др. воздействиях на металл. Поликристаллическое изделие с текстурой обладает анизотропией механических и физических свойств, приближающейся в пределе к анизотропии свойств монокристалла. В некоторых случаях текстуру в изделиях получают намеренно (трансформаторная сталь, сталь для глубокой вытяжки, сплавы для постоянных магнитов), в других её стараются устранить (листовые сплавы меди и алюминия для глубокой вытяжки).

В зависимости от типа воздействия и исходного состояния материала, в металле создаются различные виды текстур. **Аксиальной или осевой текстурой** называют текстуру, в которой кристаллографические оси равноценно направлены во всех зернах металла и параллельны некоторому внешнему направлению, которое называют осью ориентировки. Кристаллографические направления, устанавливающиеся параллельно оси ориентировки, называются осью текстуры. Довольно часто формиру-

ется двойная аксиальная текстура, которую можно представить как наложение двух простых аксиальных текстур. **Кубическая текстура** – сложная текстура в металлах или сплавах с кубической решеткой, характеризующаяся осью текстуры $\langle 100 \rangle$ и плоскостью текстуры $\{100\}$, формируется обычно при рекристаллизационном отжиге холоднокатаных ГЦК металлов со средней и высокой энергией дефектов упаковки (в Си, Ni, Al и многих сплавов на их основе). Существуют и более сложные виды текстур, например, ребровая текстура в сплавах с ОЦК решеткой. Ряд наименований текстуры определяется способом её формирования, например, **текстура деформации**, образующаяся, в процессе холодной или горячей пластической деформации, характеризуется вытянутостью зерен в направлении деформации. Вид текстуры деформации определяется схемой действия главных напряжений, температурой деформации и природой деформируемого металла или сплава. Различают текстуры деформации волочением, прессованием, прокаткой и т.п. При холодном волочении и прессовании обычно формируется аксиальная текстура. При этом для металлов и сплавов с ОЦК решеткой характерна простая аксиальная текстура, при которой направление диагонали грани куба ориентируется вдоль оси проволоки (прутка). В металлах с ГЦК структурой формируется двойная аксиальная текстура с преимущественной ориентацией пространственной диагонали и ребра куба в разных зернах в направлении волочения (прессования). Для металлов с ГПУ решеткой характерна текстура, при которой вдоль оси проволоки (прутка) в разных зернах устанавливается направление, перпендикулярное диагоналям шестиугольника основания гексагональной призмы. В листах главные кристаллографические оси в разных зернах ориентированы в направлении прокатки, а главные плоскости лежат в плоскости прокатки или образуют с ней вполне определенный угол. **Текстура кристаллизации** для литого металла образуется в процессе его кристаллизации. Она формируется, когда в направлении отвода тепла растут благоприятно ориентированные кристаллиты, подавляя рост менее благоприятно ориентированных. В металлах с кубической решеткой (ГЦК и ОЦК) скорость роста кристаллитов наибольшая в направлениях ребра куба. При литье в изложницу такая кристаллизация приводит к образованию зоны столбчатых кристаллов, вытянутых в одном из направлений ребра куба.

Кроме рассмотренных выше текстур, связанных с формированием определенных видов преимущественной взаимной периодической ориентацией атомов, определяющих механические свойства металлов и сплавов, существуют текстуры, определяющие иные физические свойства вещества. **Магнитная текстура** – преимущественная параллельная ориентация векторов спонтанной намагниченности доменов в фер-

ромагнетиках и ферромагнетиках, связанная с текстурой зерен, а также с анизотропией формы или текстурой частиц ферромагнитной фазы в двухфазных сплавах. Магнитная текстура достигается созданием определенной кристаллографической текстуры и термической обработкой в магнитном поле. Магнитная текстура позволяет резко улучшить магнитные свойства некоторых ферромагнетиков. Например, в электротехнической стали при текстуре рекристаллизации $\{110\} \langle 001 \rangle$ ось наиболее легкого намагничивания направлена вдоль листа. Если направление $\langle 001 \rangle$ и магнитного потока в сердечнике трансформатора совпадают, то понижаются потери на гистерезис и обеспечивается высокая магнитная индукция в средних и слабых полях.

6.1.2. Основные свойства текстур следующие:

1. Характер текстуры, образованной пластической деформацией, нельзя изменить отжигом, проведенным до температуры рекристаллизации.
2. Фазовая перекристаллизация обычно приводит к разрушению текстуры.
3. Характер текстуры рекристаллизации можно изменить сильной пластической деформацией.
4. Текстурированные металлы, как правило, имеют высокую анизотропию внутренних деформаций. Этот факт, в частности, подтверждается искривлением образцов при сравнении поверхностных слоев (для деформации проката).

6.1.3. Механизмы формирования текстуры поликристаллического материала

Кристаллические тела могут быть монокристаллическими и поликристаллическими. Те и другие материалы имеют свои особенности формирования текстуры. Первичная пластическая деформация монокристаллов выражается в смещении одних частей кристалла относительно других по линиям скольжения, которые представляют собой ступеньки, возникающие при смещении. Обычно эти деформации происходят путем скольжения сразу по нескольким плоскостям. Установлено, что при значительных деформациях, вызванных поступательным смещением фрагментов вдоль плоскостей скольжения, монокристалл превращается в поликристалл, зерна которого имеют преимущественную кристаллографическую ориентацию. При сжатии и растяжении монокристалла формируются различного вида текстуры.

Связь текстур с анизотропией физических свойств металлов очень сложна. Известно, что, управляя текстурой можно улучшить магнитные и механические свойства металлов и сплавов. Созданием тексту-

ры можно улучшить пластические свойства металлов (бериллий), повысить значение модуля упругости вдоль определенных направлений в изделии (пружинные сплавы). Текстура металлических изделий повышает стойкость против коррозии и снижает действие агрессивных сред, определяет смачиваемость, химическую активность, электрические свойства. Однако, возможности практики в настоящее время заметно отстают от возможности контроля за процессами текстурообразования.

Одними из первых *методов исследования текстур* были фотографические рентгеновские методы, которыми пользовались для изучения преимущественной ориентировки зерен. Эти методы включали съемку на плоскую пленку и съемку на цилиндрическую пленку, проводимую в специальной аксиальной камере. В дальнейшем вместо рентгеновской пленки стали использовать счетчики рентгеновских квантов в геометрии «на отражение» или «на просвет». Кроме того, для изучения текстур используют явление дифракции рассеянных электронов, дифракцию нейтронов, оптические методы исследования. Пренебрегая влиянием дефектов структуры и внутренних напряжений для исследования текстуры можно использовать методы магнитного текстурного анализа и акустические методы исследования. В настоящей работе для изучения текстуры предложен метод измерения скорости звуковых рэлеевских волн.

6.1.4. Текстурообразование при пластической деформации в поликристаллических телах

Реальные материалы, с которыми обычно приходится иметь дело в технике, как правило, поликристаллические. Хотя деформация каждого из зерен происходит так же как для монокристаллов, наличие межзеренных границ приводит к ряду специфических явлений, о которых ниже кратко пойдет речь.

Известно, что возможны два механизма деформации поликристаллического материала: сдвигание внутри зерен (скольжение или двойникование) и квазивязкое течение по границам зерен. Квазивязкое течение экспериментально наблюдали при медленном горячем деформировании сравнительно давно, причем особенно отчетливо при сравнительно небольших суммарных деформациях. Что касается внутренних сдвигов, то их обычно наблюдают по так называемым линиям скольжения, возникающим на полированной поверхности шлифа при деформировании. При самых малых степенях деформации эти линии обнаружить очень трудно. Однако в ряде случаев с помощью электронного микроскопа удавалось зафиксировать слабые линии скольжения там, где под оптическим микроскопом они не видны. К настоящему времени, сложились две точки зрения на начальную стадию пластической деформации. Со-

гласно первой, наиболее распространенной, на всех стадиях деформации происходит почти исключительно внутризеренное смещение, которое в ряде случаев не обнаруживается из-за низкой разрешающей способности используемых оптических приборов. Другая точка зрения, заключается в том, что при весьма малых деформациях происходит в основном межзеренное смещение, а лишь затем развивается внутризеренное. Смена механизмов происходит при так называемой критической степени деформации. Указанный эффект более четко проявляется, если благодаря присутствию примесей происходит уширение межзеренных границ. Текстурирование становится заметным, когда начинается сдвиг частей зерен. При этом границы зерен оказывают определенное влияние на процессы деформации, которые отличаются от таковых в случае монокристалла. Можно ожидать, что границы будут тормозить скольжение в периферийной части зерен, а их тесный контакт затруднит формоизменение кристаллитов, что должно привести к более высокой прочности поликристаллов по сравнению с монокристаллами.

Линии скольжения отсутствуют вблизи границ зерен, в то время как в центральных областях они нормально развиты. Если кристаллографическая разориентировка зерен велика, то линии скольжения не доходят до границ. Чем она меньше, тем ближе они подходят к границам. При малой разориентировке линии скольжения пронизывают границу, лишь несколько меняя свое положение относительно образца. Линии скольжения раньше всего появляются в крупных зернах и уже при гораздо большей степени деформации – в мелких. В поликристаллическом материале на начальных стадиях деформирования наблюдается также значительное пространственное рассеяние линий скольжения относительно направления действующей силы. Это связано, вероятно, с тем, что в этом случае велика роль периферических областей зерен и границ, которые передают усилия от одного зерна к другому. Благодаря этому возможно относительное смещение зерен, внешне весьма сходное с межзеренным. Это усиливается тем, что результирующая сила, действующая на каждое зерно, не совпадает с его центром тяжести и тем самым создает вращательный момент. Указанное рассеяние линий скольжения должно в меньшей степени проявляться при деформации текстурированных материалов по сравнению с изотропными.

Существует модель пластической деформации поликристаллических материалов, согласно которой каждое зерно подвержено точно такому же формоизменению, как и весь образец в целом. Например, зерна при протяжке проволоки вытягиваются в длину и сокращаются в перпендикулярном направлении. В них происходят скольжения, которые вызывают то же формоизменение, что и навязываемое извне. С помощью этого принципа удастся объяснить появление основных, наиболее ярко вы-

раженных типов текстур. При описании протяжки кубических гранецентрированных металлов нужно подобрать в зернах такие скольжения, которые обеспечили бы равномерное уменьшение толщины относительно оси проволоки. Так, в частности, невозможно двойное скольжение. При этом проволока сплющивалась бы, в то время, как известно, что она при любых допустимых растяжениях остается круглой в сечении. Кроме того, возникла бы ориентация по оси $\langle 211 \rangle$, чего не наблюдается на опыте.

Для описания текстур, возникающих при прокатке, можно воспользоваться представлениями, согласно которым эта деформация представляет собой совмещение растяжения вдоль направления прокатки и сжатия перпендикулярно плоскости прокатки (по нормали к листу). Чтобы определить возникающую при этом ориентировку зерен, нужно ввести дополнительное условие: при вычислении индексов направления прокатки учитывать лишь те элементы скольжения, действие которых не приводит к уменьшению толщины листа. Сжатие лишь фиксирует атомарные плоскости, параллельные поверхности листа. Таким образом, удастся объяснить появление в листах основных ориентировок зерен. Возникновение ряда сравнительно слабо выраженных типов текстур, существующих одновременно, до сих пор не удавалось истолковать указанным способом. Возможно, это связано с тем, что заготовки для прокатки уже были текстурированы, причем, в них были устойчивые по отношению к использованным деформациям ориентировки, сохранявшиеся и после прокатки.

Преимущественные ориентировки, возникающие при прокатке, гораздо сложнее, чем при растяжении или сжатии. Эти текстуры – ограниченные, т. е. не только в направлении прокатки устанавливается определенная кристаллографическая ось зерен, но и параллельно плоскости прокатки располагается определенная кристаллографическая плоскость.

Текстуры прокатки металлов с ОЦК решеткой

Для железа и углеродистой стали вдоль оси растяжения обычно устанавливается направление $\langle 110 \rangle$. Оно, очевидно, также параллельно направлению прокатки. Сжатие происходит в направлении, перпендикулярном плоскости образца. В результате сжатия перпендикулярно действующей силе устанавливается некоторая кристаллографическая плоскость, содержащая направление $\langle 110 \rangle$. Вследствие симметрии кристаллической решетки в скольжении, обусловленном сжатием, принимают участие пары взаимно перпендикулярных плоскостей типа $\{110\}$, которые физически тождественны. В каждой из них скольжение происходит вдоль осей типа $\langle 110 \rangle$. Результирующее скольжение осуществляется по биссектрисе угла между ними, т. е. по $\langle 100 \rangle$. Для другой пары плоскостей $\{110\}$ скольжение идет также вдоль кубической оси, но по-

вернутой к прежней под углом 90° . Иначе говоря, скольжение осуществляется по плоскости, содержащей два указанных результирующих направления, т. е. по $\{100\}$. Так как скольжение вызывается сжатием, то элементы скольжения располагаются перпендикулярно оси сжатия. Это не может вызвать изменения индексов направления прокатки, так как $\langle 110 \rangle$ лежит в плоскости $\{100\}$, но эта плоскость располагается перпендикулярно оси сжатия и параллельно плоскости прокатки. В результате, ориентировка зерен: $\{100\} \langle 110 \rangle$. Все имеющиеся экспериментальные данные по определению текстуры в прокатанных металлах с ОЦК решеткой показывают, что в них действительно имеется указанная ориентировка, как конечная. Все другие ориентировки развиты чрезвычайно слабо и обусловлены скольжением по неосновным плоскостям.

Рассеяние угловых ориентаций текстуры

Общая закономерность рассеяния (уширения углового разброса ориентаций) – плоскость определяющего рассеяния перпендикулярна направлению прокатки. Распределение ориентировок зерен в указанной плоскости симметрично относительно поверхности листа. По мере увеличения суммарной деформации рассеяние в плоскости определяющего рассеяния уменьшается, однако, начиная с деформации 80 % при ее дальнейшем увеличении оно практически перестает изменяться. Рассеяние в остальных плоскостях гораздо меньше и незначительно меняется при варьировании обработки. Профиль функции распределения ориентационной плотности в плоскости, перпендикулярной направлению прокатки, обычно представляет собой суперпозицию трех распределений, близких к нормальным. Одно из них имеет максимум, расположенный перпендикулярно к плоскости прокатки, а два других симметричны относительно него. Изменение в рассеянии ориентировок зерен сводится к варьированию углового расстояния между максимумами. Ширина самих максимумов меняется при этом незначительно. Данная закономерность характерна для интервала больших деформаций: 60% и выше. При малых деформациях максимумы проявляются слабо и изменение рассеяния текстуры происходит главным образом путем изменения их ширины.

О роли скольжения и двойникования в процессе текстурообразования

Как правило, деформация кристаллических тел начинается скольжением. Наряду с ним возможно двойникование. Факторами, способствующими появлению двойников, являются те, которые препятствуют скольжению. Во-первых, это упрочнение, которое приводит к тому, что на определенном этапе деформации скольжение становится энергетиче-

ски невыгодным. Во-вторых, – скалывающее усилие, если величина его мала для скольжения, но достаточна для двойникования. Это может получиться при определенной взаимной ориентации действующей силы и элементов деформации (плоскостей и направлений в кристалле). Следовательно, большая скорость деформирования и понижение температуры деформации должны быть благоприятны для двойникования. В этом же направлении могут оказывать влияние и особенности кристаллической структуры кристаллов – примесные атомы, дефекты решетки, дислокации и т. д. Кроме того, необходимо учитывать, что при двойниковании переориентация решетки, как правило, меньше, чем при простом скольжении: Поэтому изменение текстуры, обусловленное двойникованием, как правило, мало. У металлов с ОЦК решеткой плоскостью сдвига при двойниковании обычно является (112), а осью [111]. Таким образом, при комнатной и повышенных температурах роль двойникования в текстурообразовании, как правило, мала. Именно поэтому удается в общем объяснить, возникновение преимущественных ориентировок зерен, не прибегая к понятию двойникования, с которым обычно связаны небольшие отступления от описанных выше закономерностей.

Неоднородность текстуры деформации

Неоднородность текстур листовых материалов, как и проволок, обусловлена неоднородностью пластической деформации. Действительно, в очаге деформации скорость течения внутренней части листа больше, чем наружной. На некотором расстоянии от валков указанные скорости выравниваются. Это может происходить в том случае, если внутренний слой будет растягивать наружный. Эти соображения позволяют сделать следующие два вывода: во внутреннем слое следует ожидать более ярко выраженной текстуры, чем в наружном; в наружных слоях должны преобладать растягивающие остаточные напряжения, ориентированные преимущественно вдоль направления прокатки, а во внутреннем – сжимающие. Между ними, по-видимому, располагаются переходные области.

Такое распределение внутренних напряжений в прокатанной полосе, очевидно, служит причиной ее искривления при травлении; следует отметить, что это искривление самопроизвольно исчезает, если оставшаяся после травления часть полосы совпадала с одним из указанных выше слоев. Неоднородность кристаллографической текстуры, возникающей при прокатке металлических листов, была обнаружена в 1926 г. Было установлено, что рассеяние текстуры к поверхности увеличивается. На самой поверхности параллельно плоскости прокатки расположена плоскость (0001) (для цинка). Таким образом, вблизи поверхности текстура равномерно рассеяна вокруг нормали к плоскости прокатки. Для иссле-

дования неоднородности текстуры ферромагнитных металлов и сплавов можно привлечь методы исследования анизотропии магнитных свойств.

Неоднородность текстуры прокатки металлов с ОЦК решеткой изучена наиболее полно. Были обнаружены три ориентировки: (100) $\langle 110 \rangle$, (112) $\langle 110 \rangle$ и (111) $\langle 112 \rangle$. Из них первая выражена гораздо ярче остальных. При переходе от внутренних слоев к наружным рассеяние текстуры резко увеличивалось. Причем первые две ориентировки менялись наиболее сильно.

С помощью метода количественных полюсных фигур проведены исследования неоднородности текстуры прокатки кремнистого железа также и в области больших деформаций. Полученные результаты оказались аналогичными изложенным выше. Более обстоятельно была изучена неоднородность текстуры холодной прокатки кремнистого железа (-3% Si), используемого для производства холоднокатаной электротехнической стали. Исследование велось комбинированным рентгеновским и магнитным методами. С учетом особенностей пластической деформации все поперечное сечение прокатанного листа делилось на пять симметрично расположенных и одинаковой толщины слоев: два наружных, два промежуточных и один внутренний. Было показано, что текстура промежуточного слоя, по сравнению с внутренним и наружным, более близка к аксиальной. Это, по-видимому, обусловлено тем, что промежуточный слой осуществляет передачу в процессе прокатки растягивающего усилия от внутреннего слоя к наружному. Отметим еще две особенности, связанные с неоднородностью текстуры прокатки металлов с ОЦК решеткой. При малых деформациях пространственное распределение ориентировок зерен не вполне симметрично, о чем свидетельствует полюсная фигура холоднокатаного железокремнистого сплава. Она соответствует суммарной деформации 10–15 %. Вплоть до деформации 10–15 % текстура несимметрична ни снаружи, ни внутри листа. В интервале деформаций от 20 до 30 % во внутреннем слое несимметричности не наблюдалось, а в наружном слое она еще сохранилась. При деформации более 30 % текстура уже вполне симметрична.

Внутренние напряжения в текстурированных металлах

По вопросам изучения искажений кристаллической структуры (внутренних напряжений) исследователи ставят своей задачей установить корреляцию между текстурами деформации и рекристаллизации. Такое описание неполно, так как на текстуру рекристаллизации оказывают влияние также внутренние напряжения. Для примера покажем анализ внутренних напряжений в кремнистом железе (Fe + 3 % Si) при степени деформации вблизи 80–90 %, который производился путем оп-

ределения анизотропии коэрцитивной силы (H_c). Основные результаты приведены на рис. 1. Кривые характерны для образцов, полученных суммарными деформациями до 92 % включительно (исходная толщина заготовки 2,5 мм). Как видно из рисунка, выделенные слои обладают существенно различной анизотропией H_c , причем, соответствующие слои прямо и реверсивно прокатанных листов характеризуются кривыми приблизительно одинаковой формы. Наибольшая анизотропия H_c , наблюдалась во внутреннем слое 1, наименьшая – в наружном слое 2. При больших деформациях различие в ходе кривых, соответствующих разным слоям одного листа постепенно исчезает (рис. 1, б–г).

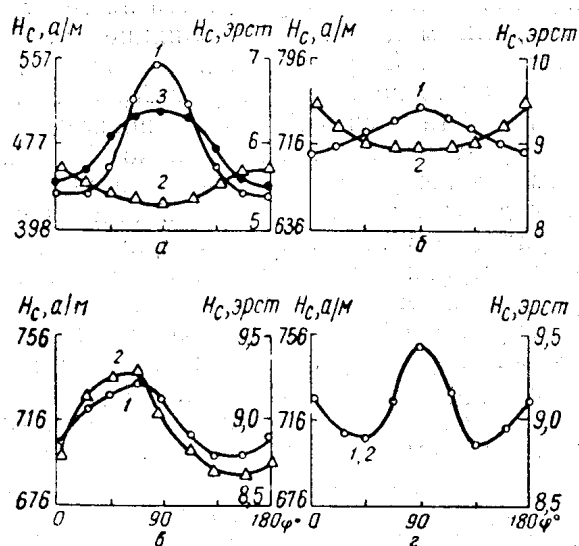


Рис. 6.1. Зависимость H_c от угла по слоям для суммарных деформаций: а – 30 %; б – 80 %; в – 86 %. г – 90 %; 1 – внутренний слой; 2 – наружный; 3 – промежуточный

Анизотропия механических свойств текстурированных материалов. Причины анизотропии механических свойств поликристаллических материалов

На анизотропию свойств текстурированных материалов влияют два фактора. Прежде всего, форма зерен и включений. При деформации они, как правило, приобретают вытянутую форму, которая после отжига переходит в так называемую «строчечную структуру». Вследствие этого свойства, в том числе и механические, вдоль и поперек направления деформации могут оказаться резко различными. Такая анизотропия обычно проявляется в материалах, имеющих много неметаллических включений, а также обладающих эвтектической структурой, когда механические свойства зерен резко различны. Например, стали с высоким содержанием неметаллических включений, могут иметь в поперечном на-

правления прочность на 30–40 % более низкую, чем вдоль оси деформации. Аналогичная картина наблюдается на сталях, содержащих хром, никель и молибден, и в ряде других случаев. Анизотропию свойств, обусловленную механической текстурой, как правило, очень трудно теоретически рассчитать. Совпадение результатов вычислений с экспериментом обычно плохое.

Наряду с указанной выше, существует так называемая статистическая анизотропия свойств, обусловленная тем, что монокристаллы металлов и сплавов обладают более или менее значительной анизотропией механических свойств. Об этом, в частности, можно судить, сравнивая максимальные и минимальные значения модулей E и G различных металлических монокристаллов. Например, для монокристалла железа обладающего ОЦК решеткой максимальное значение модуля упругости (в направлении $[111]$) равно $2842 \times 10^{-8} \text{ Н/м}^2$, а минимальное (для направления $[100]$) – $1323 \times 10^{-8} \text{ Н/м}^2$. Значения модуля E в разных направлениях в кристалле сплава $\text{Fe} + 3\% \text{Si}$ равны для направления $[111]$ – $2545 \times 10^{-8} \text{ Н/м}^2$; $[100]$ – $1178 \times 10^{-8} \text{ Н/м}^2$; $[110]$ – $1971 \times 10^{-8} \text{ Н/м}^2$. Поэтому естественно, что наличие преимущественной ориентировки зерен приводит к появлению анизотропии свойств у поликристаллического образца.

При весьма ярко выраженной текстуре анизотропия свойств почти такая же, как у соответствующим образом ориентированного монокристалла. Если рассеяние ориентировок зерен велико, характер анизотропии может оказаться совсем иным, причем образец может стать совершенно изотропным, даже при четко фиксируемой на опыте текстуре. В ряде случаев статистическая анизотропия может быть вычислена путем усреднения свойств отдельных зерен монокристаллов. Для решения этой задачи необходимо знать не только тип, но и детали рассеяния ориентировок зерен. Работы, в которых предпринималась попытка рассчитать анизотропию механических свойств текстурованных материалов, можно условно разделить на две группы. К первой относятся те из них, в которых предполагалось, что свойства поликристаллического образца аддитивным образом складываются из свойств отдельных зерен. Другая группа исследователей пыталась учесть взаимодействие зерен в процессе деформации при испытаниях механических свойств. Анизотропия свойств монокристаллов, даже с одинаковой кристаллической решеткой, может быть резко различной. Например, в золоте она гораздо больше, чем в алюминии. В то же время вольфрам практически изотропен. Поэтому листы из вольфрама, даже при весьма ярко выраженной текстуре, не обладают сколько-нибудь заметной анизотропией механических свойств.

Анизотропия механических свойств материалов с ГЦК решеткой

Широкое применение в технике имеет алюминиевый листовой прокат. Его используют для изготовления штампованных изделий и заготовок глубокой вытяжкой. В этом случае анизотропия механических свойств – нежелательный производственный фактор. К сожалению, увеличение модуля упругости вдоль определенных направлений сопровождается повышением хрупкости в том же направлении. Поэтому приходится ограничивать величину суммарной деформации и, таким образом, заведомо отказываться от полного использования возможностей, даваемых текстурой. Приведенные примеры подсказывают, что текстура является серьезным резервом улучшения механических свойств материалов. Рассмотрим более подробно корреляцию между анизотропией механических свойств и преимущественной ориентировкой зерен. Как известно, текстура прокатки металлов с ГЦК решеткой в основном определяется ориентировками: $\{110\} \langle 112 \rangle$ (менее ярко выраженная текстура $\{112\} \langle 111 \rangle$). Ось $\langle 112 \rangle$ близка к $\langle 111 \rangle$, вдоль которой E максимально. Если учесть, что возможны два положения зерен в прокатанном листе, отличающиеся друг от друга поворотом вокруг $\langle 112 \rangle$ на 180° , то, очевидно, что кубические оси будут ориентироваться (с учетом рассеяния) приблизительно по биссектрисе угла между направлением прокатки и поперечным направлением. Эти результаты хорошо согласуются с данными, полученными и на холоднокатаном медном листе. Вдоль направления прокатки и в поперечном направлении наблюдается наибольшее значение модуля упругости E .

Минимум E достигается под углом 45 градусов к направлению прокатки, где преимущественно концентрируются кубические оси зерен. Рекристаллизация холоднокатаного медного листа приводит к возникновению кубической текстуры $(100) [001]$. Соответствующая кривая анизотропии модуля упругости приведена на рис. 6.2, (кривая 2). Наименьшее значение E наблюдалось вдоль направления прокатки и в поперечном, несколько большее – вдоль биссектрисы угла между ними.

Эти результаты также, полностью соответствуют данным, полученным на монокристалле. Несколько меньшее среднее значение E для образца в целом по сравнению с холоднокатаным листом обусловлено тем, что параллельно поверхности листа не располагаются оси $\langle 111 \rangle$, вдоль которых E максимально. В случае текстуры куба наблюдается характерная анизотропия прочности, на разрыв и предела растяжения. Наибольшие значения этих величин наблюдаются под углом 45 и 90 к направлению прокатки. Были изучены латуни с разным содержанием меди, чистая медь, серебро, никель и алюминий и, в результате показано, что прочность на

разрыв в поперечном направлении больше, чем в продольном. В общем, намечается следующая закономерность: *свойства, которые можно выразить тензорами четвертого ранга, обнаруживают сильную связь с текстурой материала.* Их анизотропия может быть довольно просто выведена из пространственного распределения ориентировок зерен. Это главным образом характеристики упругости. Остальные свойства, включая пластические, которые не могут быть выражены тензорами четвертого ранга, только качественно согласуются с текстурой. Рассеяние ориентировок зерен также сказывается на анизотропии механических свойств. Исследования, которые до сих пор проводились в области сравнительно ярко выраженных текстур, показали, что с уменьшением рассеяния ориентировок зерен анизотропия возрастает, приближаясь к анизотропии монокристалла. Отсутствия указанной анизотропии вследствие возможной компенсации при четко выраженной текстуре до сих пор не удавалось наблюдать, хотя это принципиально, по-видимому, возможно.

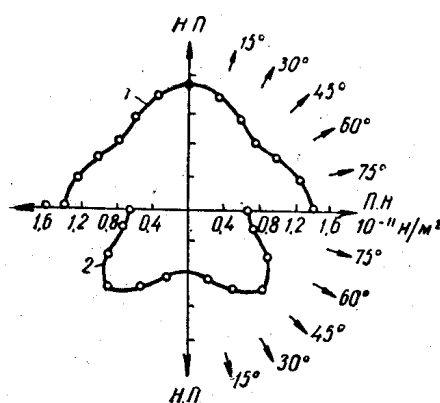


Рис. 6.2. Анизотропия механических свойств медного листа:
1 – холоднокатаный лист; 2 – рекристаллизованный

Наименее четко коррелирует с текстурой число перегибов. Например, в случае сильно деформированного латунного листа число перегибов образцов, вырезанных вдоль направления прокатки, гораздо больше, чем перпендикулярно к нему. Поэтому во избежание появления трещин закругления, параллельные направлению прокатки, необходимо делать большего радиуса, чем в любых других случаях. Подобная компенсация магнитных свойств наблюдалась нами в образцах кремнистого железа с кубической текстурой рекристаллизации.

В заключение рассмотрим анизотропию свойств рекристаллизованных листов, имеющих текстуру с плоскостью $\{113\}$ параллельной поверхности образцов. Такая ориентировка, менее ярко выраженная при прочих равных условиях, чем кубическая, наблюдается, как указыва-

лось ранее, в сере и латуни. Прочность на разрыв в этом случае максимальна вдоль направления прокатки и уменьшается по мере удаления от него. Это уменьшение во всех исследованных случаях наблюдается вплоть до угла 45 град. При дальнейшем отклонении направления прокатки наблюдается или падение прочности ее практическое постоянство, или, наоборот, небольшое увеличение. Нужно заметить, что эти опыты достаточно точны, а наблюдаемые различия, по-видимому, обусловлены различной микроструктурой и предысторией образцов. Вообще, сопоставляя данные, полученные разными авторами, можно заключить, что пластические свойства несколько более чувствительны к указанным структурным факторам, чем упругие. ***Поэтому именно анизотропию упругих свойств можно в ряде случаев рекомендовать для текстурного анализа.***

Анизотропия механических свойств материалов с ОЦК решеткой

Анизотропия механических свойств этих материалов изучена менее полно, чем тех, которые имеют ГЦК решетку. Установлено, что для холоднокатаных листов низкоуглеродистой стали (0,1 и 0,45 % С) текстура (100) [011] в основном определяет угловую зависимость модуля упругости E . Эта величина минимальна при угле 45° к направлению прокатки и увеличивается, по мере приближения к нулю, а также к поперечному направлению (90°). Изучение кинетики развития текстуры при холодной прокатке показало, что анизотропия, в общем, возрастает с увеличением деформации до определенного предела, после которого уже не меняется. Это хорошо согласуется с таким же изменением в рассеянии ориентировок зерен, которое при очень больших суммарных деформациях мало зависит от их величины. Аналогичное явление наблюдалось и в отношении кривых механического момента в сильных магнитных полях. Анизотропия пределов прочности, и текучести возрастает с увеличением деформации. Это естественно связать с развитием текстуры. Неэквивалентность направлений прокатки и поперечного, обусловлена большим рассеянием ориентировок зерен вокруг направления прокатки, так что свойства оказываются более близкими к свойствам изотропных материалов, чем монокристалла вдоль оси $\langle 110 \rangle$. Прочность в поперечном направлении оказалась выше, чем в продольном. Прочность холоднокатаного молибденового листа оказалась максимальной вдоль и поперек направления прокатки и несколько меньше под углом 45 град к нему. Прокатка дает большее упрочнение, чем простое волочение. Поэтому степень влияния текстуры на механические свойства при прокатке больше. Например, при испытании на растяжение предел текучести холоднокатаных образцов повышался с 263×10^6 до 886×10^6 н/м², а волоченных, только до 712×10^6 н/м². При испытании на кручение предел текучести прокатан-

ных образцов возрос до 412×10^6 н/м², а волооченых – до 306×10^6 н/м². После закалки и отпуска текстура сохраняется, только, несколько увеличивается рассеяние ориентировок зерен. Пружинный материал с такой текстурой имеет высокие значения пределов прочности, упругости и крутящего момента. Кроме того, велико сопротивление усталостным нагрузкам и значительна релаксационная стойкость.

6.2. Техника эксперимента

Измерения скорости звука проводились методом автоциркуляции импульсов на приборе ASTR (рис. 6.3). Суть метода заключается в том, что прошедший по образцу ультразвуковой импульс преобразуется в приемном пьезопреобразователе ультразвукового датчика в электрический сигнал, формирующий следующий вводимый в образец импульс. Встроенный частотомер подсчитывает число импульсов, прошедших через исследуемый участок поверхности материала за 1 с. При этом частота импульсов автоциркуляции зависит от времени прохождения импульсом расстояния между преобразователями, а значит от скорости распространения ультразвука в контролируемом объекте. Ультразвуковой датчик присоединяется к поверхности образца через контактирующую жидкость (трансформаторное масло). Измерение скорости звука можно проводить как после снятия механической нагрузки, так и в процессе измерения в режиме *in situ*. Расстояние между пьезопреобразователями фиксировано и не меняется при изменении длины образца во время измерения при растяжении. Скорость звука определяют как произведение измеряемой частоты на расстояние между пьезопреобразователями (32 мм). Электронно-измерительный блок прибора соединен с компьютером, что позволяет через заданные интервалы автоматически измерять временные зависимости скорости звука на протяжении длительного времени (сутки и более).

6.2.1. Технические характеристики прибора

Используемый прибор ASTR предназначен для измерения частоты автоциркуляции ультразвуковых колебаний в материалах, скорость распространения ультразвуковых рэлеевских волн в которых находится в диапазоне от 2000 до 3000 м/с (сталь, цветные металлы, сплавы и т. д.). Прибор включает ультразвуковой датчик УД-2,5-32 с двумя пьезопреобразователями и электронно-измерительный блок (ЭИБ). Технические характеристики прибора: погрешность измерений частоты автоциркуляции – 0,01 %; несущая частота ультразвуковых колебаний – 2,5 МГц; температурный диапазон измерений – от –20 до +40 °С. Изменение температуры датчика на 5 К приводит к изменению частоты на 2 кГц. Из-

менение шероховатости поверхности учитывается следующим выражением для частоты автоциркуляции: $\Delta f_{ц} = 4,3Rz$, где Rz – шероховатость поверхности в микронах.



Рис. 6.3. Установка для измерения скорости звука

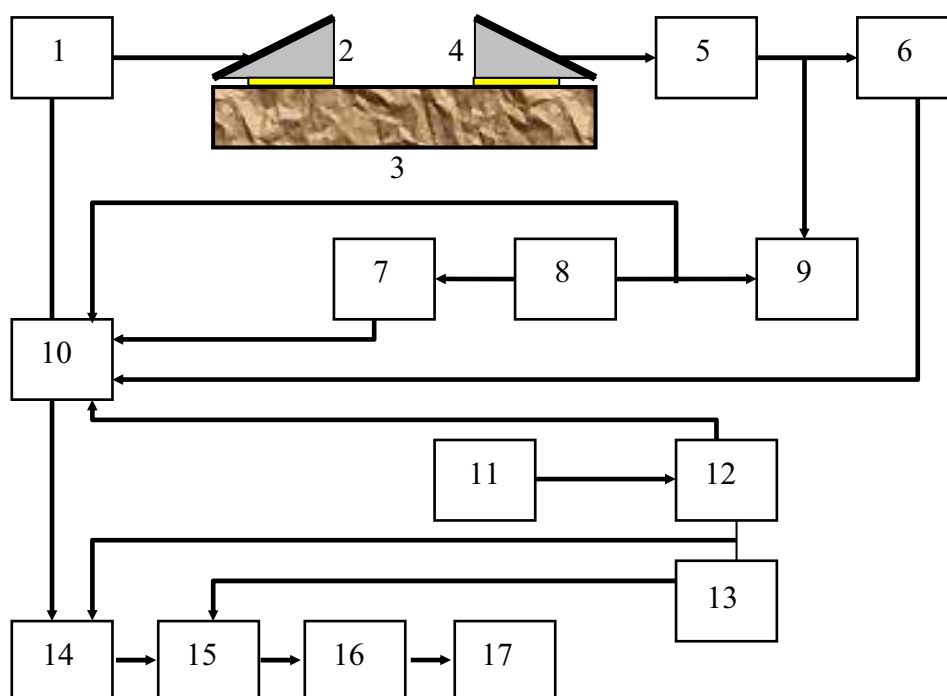


Рис. 6.4. Функциональная схема прибора ИСП-12

Блок автоциркуляции акустических импульсов: 1 – запускающий ключ; 2, 4 – пьезопреобразователь соответственно ввода и приема ультразвуковых импульсов; 3 – образец (изделие); 5 – усилитель-формирователь; 6 – генератор импульсов регулируемой длительности; 7 – первая ступень генератора парафазного напряжения; 8 – запускающий генератор; 9 – звуковой сигнал-индикатор; 10 – электронный коммутатор. Блок индикации результатов измерений: 11 – генератор; 12 – делитель; 13 – дешифратор; 14 – счетчик; 15 – регистр памяти; 16 – дешифратор результата; 17 – цифровой индикатор.

6.2.2. Работа измерительного блока

Принципиальная схема прибора показана на рис. 6.4. Блок обеспечения автоциркуляции работает следующим образом. Генератор 8 парафазным напряжением формирует на выходе электронного коммутатора 10 короткий импульс, запускающий ключ 1 и первую ступень генератора 7. В результате срабатывания ключа акустический импульс посылается с пьезопреобразователя 2 в исследуемый образец 3. Прошедший по заданной базе изделия акустический сигнал принимается пьезопреобразователем 4 и подается на вход усилителя-формирователя 5. На выходе усилителя возникает пакет «импульсов-откликов», что связано с акустическими реверберациями в контролируемом изделии. Поскольку интересный отклик приходит (по времени) первым, формирователь, собранный по схеме одновибратора, срабатывая по первому импульсу, выдает импульс заданной длительности, несколько превышающий длительность пакета «импульсов-откликов». В дальнейшем обработка пакета ведется по переднему фронту импульса, вырабатываемого формирователем.

6.3. Задание

11. Изучить теоретические основы анизотропии металлов и сплавов, методы создания и исследования текстуры.
11. Изучить работу спектрометра акустических колебаний. Научиться проводить измерения скорости звука.
11. Провести экспериментальное исследование углового распределения скорости распространения ультразвука в металлических образцах, имеющих текстуру проката.
11. Исследовать влияние водорода на угловое распределение скорости распространения ультразвука в этих образцах.
11. Сделать выводы по результатам проделанной работы.

6.4. Порядок выполнения работы

Первая часть

1. Включить тумблер сетевого питания в положение «вкл». При включении должно засветиться табло индикаторного устройства. Прогреть прибор в течение 20–30 мин. На рабочую поверхность нанести контактную смазку (трансформаторное масло). Установить датчик на измеряемый образец. Убедиться, что появившиеся значение частоты не изменяется с течением времени.
2. Провести пятикратное измерение скорости звука для исходного образца.
3. Провести пятикратное измерение скорости звука для каждого из деформированных образцов (от 1 до 10 % относительной деформации).
4. Вычислить среднее арифметическое значений частоты автоциркуляции.
5. По окончании измерений тумблер переключить в положение выключено, выключить вилку из розетки сети, снять ультразвуковой датчик с измеряемого образца и протереть его.
6. Построить зависимость скорости звука от степени деформации.
7. По наклону кривой определить относительное изменение скорости звука (в расчете на 1 % деформации).
8. Рассчитать погрешность измерений скорости звука.

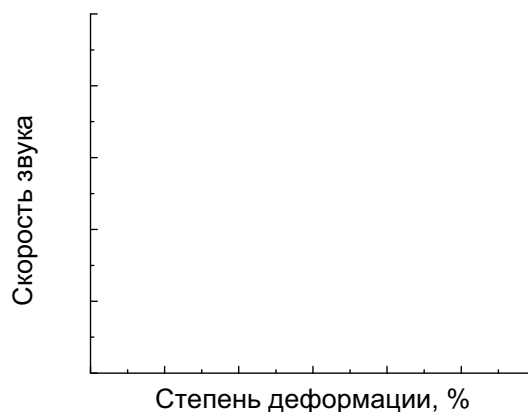


Рис. 6.5. Влияние деформации на скорость звуковой волны

Вторая часть

1. Производится шлифовка и полировка образца, предназначенного для наводороживания.
2. Измеряем скорость звука в этом образце.
3. В ячейку для наводороживания устанавливается образец и катод (платина).
4. Устанавливаются режимы насыщения.
5. Ячейка помещается в вытяжной шкаф и в неё заливается электролит (1М раствор $\text{LiOH} + \text{H}_2\text{O}$).

ВНИМАНИЕ: при работе с электролитом быть осторожными, не проливать и не касаться!

6. Включается источник постоянного тока. Насыщение образцов проводят в течение 10 мин.
7. Выключить установку, тщательно промыть образец водой. После промывки температура образца не должна отличаться от комнатной.
8. Проводится пятикратное измерение скорости звука, находится среднее значение.

Пункт 6–8 повторяется в течение 10–15 раз

9. Результаты измерения скорости звука (частоты осцилляций) занести в табл. 6.1.
10. Строится зависимость скорости звука от времени насыщения образца водородом.
11. Проводится теоретическое обоснование полученного результата.
12. Рассчитывается и указывается на графике погрешность измерений

Таблица 6.1

Результаты измерений скорости звука

Время № изм.	Исх.	10	20	30	40	50	60	70	80	90
1										
2										
3										
4										
5										
Среднее значение										
Погрешность										

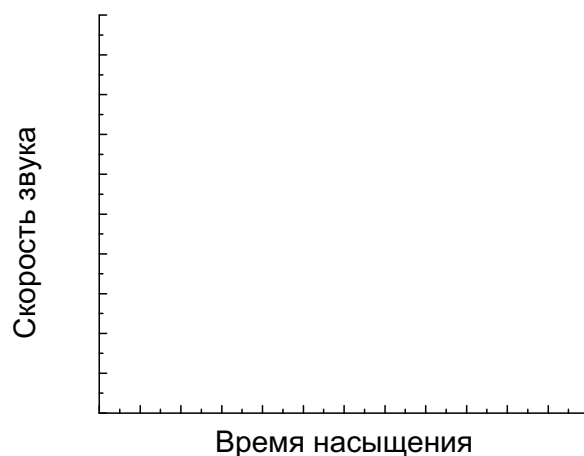


Рис. 6.6. Влияние времени наводороживания на скорость звуковой волны

6.5. Контрольные вопросы

1. От каких факторов зависит величина скорости звука в металлах.
2. Опишите принцип работы прибора АSTR.
3. Суть метода автоциркуляции импульсов.
4. В чем специфика использования методики измерения скорости звука используемой в наших измерениях?
5. Изменение каких физико-механических свойств влияют на скорость распространения ультразвука в металлах.
6. Как изменится скорость звуковых волн при насыщении металла водородом?
7. Как изменится скорость звука при увеличении уровня пластической деформации?
8. Как влияет облучение металла на распространение ультразвука?
9. В чем заключается особенность распространения волн Релея?
10. Как, на ваш взгляд, будет отличаться скорость звука для пластических и упругих металлов.
11. Что представляет собой диаграмма растяжения.

6.6. Литература

1. Кудрявцев И. П., Текстуры в металлах и сплавах, М., 1965;
2. Никитин А.Н. Анизотропия и текстуры материалов. Краткий курс лекций. М.: МГУ, 2000. – 292 с.
3. Вассерман Г., Гревен И. Текстуры металлических материалов, пер. с нем., 2 изд., М., 1969.
4. Шульце Г. Металлофизика. Пер. с немецкого. М. Мир. 1971. – 504 с.
5. Павлов П.В. Хохлов А.Ф. Физика твердого тела. М. Высшая школа, 2000. – 496 с.
6. Авксентьев Ю.И., Золина З.К., Зубченко В.В. и др. Физика твердого тела. Спецпрактикум. Под редакцией А.А. Кацнельсона и Г.С. Котнчика. М: Издательство МГУ. 1982. – 304 с.
7. Муравьев В.В., Зуев Л.Б., Комаров К.Л. Скорость звука и структура сталей и сплавов. Новосибирск: Наука. 1996. – 185 с.
8. Сосин А., Кифер Д. В. В кн.: Микропластичность. М.: Металлургия. 1972. – С. 130–236.
9. Ботаки А.А., Ульянов В.Л., Шарко А.В. Ультразвуковой контроль прочностных свойств материалов. М.:Машиностроение. 1981. – 80 с.
10. Семухин Б.С., Бушмелева К.И., Зуев Л.Б. Скорость распространения ультразвука и явление текучести в стали 09Г2С. Металлофизика и новейшие технологии. 1998. – Т. 20. – № 5. – С. 68–71.

7. ИССЛЕДОВАНИЕ МАГНИТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК МЕТАЛЛОВ ПРИ НАВОДОРОЖИВАНИИ

Цель работы: ознакомиться с магнитным методом неразрушающего контроля, устройством и физическими основами работы микромагнитного многопараметрового анализатора ЗМА. Исследовать магнитные характеристики металлов, насыщенных водородом. Провести анализ полученных результатов.

Введение

Магнитные методы неразрушающего контроля применяют в основном для контроля изделий из ферромагнитных материалов, т. е. из материалов, которые способны существенно изменять свои магнитные характеристики под воздействием внешнего (намагничивающего) магнитного поля. Операция намагничивания (помещения изделия в магнитное поле) при этом виде контроля является обязательной. Съём информации может быть осуществлен с полного сечения образца (изделия) либо с его поверхности. В зависимости от конкретных задач НК, марки контролируемого материала, требуемой производительности метода могут использоваться те или иные первичные информативные параметры. К числу наиболее распространенных относятся следующие информативные параметры: коэрцитивная сила, намагничённость, индукция (остаточная индукция), магнитная проницаемость, напряжённость, эффект Баркгаузена.

По способу получения первичной информации различают следующие методы магнитного вида контроля: магнитопорошковый (МП), магнитографический (МГ), феррозондовый (ФЗ), эффекта Холла (ЭХ), индукционный (И), пондеромоторный (ПМ), магниторезисторный (МР). С их помощью можно осуществить контроль: сплошности (методами дефектоскопии) (МП, МГ, ФЗ, ЭХ, И); размеров (ФЗ, ЭХ, И, ПМ); структуры и механических свойств (ФЗ, ЭХ, И).

Из перечисленных методов только магнитопорошковый требует обязательного участия в контрольных операциях человека; остальные методы позволяют получать первичную информацию в виде электрических сигналов, что делает возможным полную автоматизацию процессов контроля. Методы МП и МГ обнаружения несплошностей являются контактными, т. е. требуют соприкосновения преобразователя (магнитный порошок или магнитная лента) с поверхностью изделия; при остальных методах контроля съём информации осуществляется бесконтактно (хотя и на достаточно близких расстояниях от поверхности).

С помощью магнитных методов могут быть выявлены закалочные и шлифовочные трещины, волосовины, закаты, усталостные трещины и другие поверхностные дефекты шириной раскрытия несколько микрометров. Такие методы, как ФЗ, ЭХ, И, МГ, можно использовать на грубых поверхностях, при этом минимальная глубина выявляемых дефектов составляет трехкратную высоту шероховатостей поверхности. В связи с необходимостью сканировать поверхность изделия методы ФЗ, ЭХ, И особенно удобно применять для контроля цилиндрических изделий. Метод МГ успешно применяют для контроля сварных швов.

Из геометрических параметров с помощью магнитных методов наиболее часто определяют толщину немагнитных покрытий на магнитной основе, толщину стенок изделий из магнитных и немагнитных материалов.

Контроль структуры и механических свойств изделий осуществляют путем установления корреляционных связей между контролируемым параметром (температурой закалки и отпуска, твердостью и т. д.) и какой-либо магнитной характеристикой (или несколькими). Успешно контролируется состояние поверхностных слоев (качество поверхностной закалки, азотирования и т. д.), а также наличие α -фазы.

7.1. Теоретическая часть

7.1.1. Магнитные свойства вещества

Намагниченность есть векторная физическая величина, характеризующая состояние вещества при его намагничивании (воздействии на него магнитного поля H):

$$M = \lim_{V \rightarrow 0} (\sum m) / V \quad (7.1)$$

где V – объем вещества; m – элементарный магнитный момент.

Намагниченность, как и магнитное поле, измеряется в А/м.

Магнитной индукцией называется силовая характеристика магнитного поля (величина векторная):

$$B = \mu_0 (H + M), \quad (7.2)$$

где $\mu = 4\pi \cdot 10^{-7}$ Гн/м – магнитная постоянная; H – напряженность магнитного поля.

Единица измерения магнитной индукции – тесла (Тл).

Магнитная восприимчивость – безразмерная величина χ_t , характеризующая способность вещества (магнетика) намагничиваться в магнитном поле. Для изотропного магнетика

$$\chi_t = M/H \quad (7.3)$$

У диамагнетиков $\chi \ll 0$, у парамагнетиков $\chi > 0$, у ферромагнетиков $\chi \gg 0$ (104 и более).

Кривыми намагничивания называют графические изображения функции $B = f(H)$. В зависимости от способа получения этих функций различают несколько типов кривых намагничивания:

- начальную – получают постепенным увеличением H из состояния $B = 0$ и $H = 0$ до B_{\max} ;
- безгистерезисную (идеальную) – получают так же, но при измерении индукции в каждой точке кривой намагничивания при воздействии переменным полем с убывающей до нуля амплитудой (возможны другие воздействия, например механические, облегчающие процесс намагничивания);
- основную (коммутационную) – получают при циклическом перемагничивании (кривая является местом вершин симметричных петель гистерезиса).

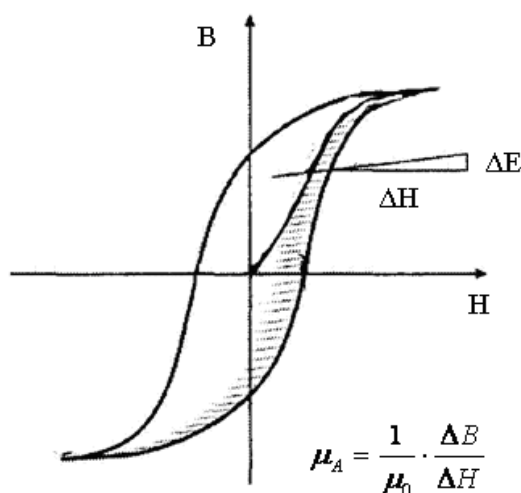


Рис. 7.1. Петля магнитного гистерезиса

Гистерезис. При циклическом перемагничивании ферромагнетика функция $B(H)$ образует петлю магнитного гистерезиса (рис. 7.1). Различают предельную петлю гистерезиса, получаемую переключением H_m (при $H > H_m$). Если перемагничивание производится не из состояния $B = 0$, $H = 0$, то имеют место частные петли гистерезиса; амплитуда перемагничивающего поля $H < H_m$. Эти петли гистерезиса являются симметричными. При уменьшении размагничивающего поля получают частные петли возврата.

Магнитной индукцией насыщения B , называют индукцию, соответствующую максимуму H [дальнейшее увеличение B с ростом H осуществляется только за счет изменения (приращения) H].

Остаточной магнитной индукцией B_r называют индукцию, которая остается в предварительно намагниченном до насыщения материале после снятия магнитного поля.

Козрцитивная сила H_c – напряженность магнитного поля, необходимая для полного размагничивания предварительно намагниченного ферромагнетика (получения $B = 0$ по предельной петле гистерезиса). Различают H_c по индукции и H_c по намагниченности $H_{cm} - H_x$ значения различаются существенно только для магнитно-твердых материалов [$c H_c > (800 \dots 8000) \text{ A/m}$].

Магнитная проницаемость. Относительная магнитная проницаемость μ – безразмерная физическая величина, характеризующая магнитные свойства магнетиков: $\mu = 1 + X_m$ – имеем

$$B = \mu_0 \mu H \quad (7.4)$$

Величину $\mu_a = \mu_0 \mu$ называют абсолютной магнитной проницаемостью. Различают максимальную, начальную и дифференциальную магнитные проницаемости.

При перемагничивании по петле гистерезиса используют значения μ_0 , при этом зависимость $\mu_0(H)$ для восходящей и нисходящей ветвей разная. Магнитная проницаемость тела $\mu = B/\mu H_e$.

Козэффициент размагничивания. При намагничивании изделий разомкнутой формы во внешнем поле H_p на их концах образуются полюсы, создающие размагничивающее поле H_p , так что поле внутри изделия

$$H_i = H_e - H_p \quad (7.5)$$

Приближенно

$$H_p = NM, \quad (7.6)$$

где N – козэффициент размагничивания (по намагниченности).

7.2. Влияние различных факторов на магнитные свойства металлов

Ферромагнитные тела состоят из областей, в которых спины имеют определенное направление, совпадающее с направлением одной из кристаллографических осей. Такие области называют доменами. Применяемые на практике ферромагнитные материалы состоят из множества микрочастиц, являются поликристаллическими средами. Направления вектора намагниченности в различных ферромагнитных областях поликристаллического тела различны. Разделение тела на области (домены) происходит таким образом, что создаваемый этими областями магнитный поток замыкается внутри тела. В каждой такой области намагниченность однородна и по величине равна намагниченности насыщения ферромагнетика при данной температуре.

В природе не бывает абсолютно жестких изменений физических свойств. Поэтому на границе между ферромагнитными областями, в которых моменты спинов ориентированы антипараллельно (то есть навстречу друг другу) или перпендикулярно друг к другу, находится слой атомов, магнитные моменты которых постепенно переходят от одной ориентации к другой. Толщина граничных слоев (их называют стенками Блоха) оценивается в несколько десятков, а иногда и в несколько сотен ангстрем.

Воздействие на ферромагнетик внешнего магнитного поля приводит к перемещению граничного слоя и с ростом поля – к увеличению доменов, магнитные моменты которых составляют острый угол с направлением внешнего поля. Рост доменов происходит за счет областей, магнитные моменты которых неблагоприятно ориентированы по отношению к внешнему полю. В результате этого процесса появляется избыточный магнитный момент тела в направлении внешнего поля, который и определяет собой его намагниченность. При перемещении граничного слоя изменяется направление спинов как в атомах самого граничного слоя, так и в атомах того объема ферромагнетика, который он уже пересек. В слабых полях процесс смещения является обратимым. С повышением напряженности поля все большую и большую роль начинает играть необратимый процесс смещения.

Наличие в ферромагнетике пор, включений и неоднородностей кристаллической структуры уменьшает магнитную проницаемость, так как препятствует перемещению граничных слоев. Вокруг пор и неферромагнитных включений, размеры которых больше ширины граничных слоев, образуются дополнительные домены, получившие название субобластей, или субдоменов. Образование субдоменов энергетически выгодно, так как энергия, затрачиваемая на их создание, меньше энергии, необходимой для создания магнитных полюсов в районе пор, неоднородностей и других дефектов.

Намагничивание ферромагнетиков, особенно в сильных полях, происходит также в процессе вращения. Этот процесс заключается в том, что спины, преодолевая силы магнитокристаллической анизотропии, стремящиеся удержать их в направлении легкого намагничивания, поворачиваются в направлении внешнего поля.

Намагничивание ферромагнитных сред неразрывно связано с явлением магнитострикции. Это явление заключается в том, что под воздействием магнитного поля ферромагнитное тело изменяет свои размеры. При положительной магнитострикции тело удлиняется в направлении намагничивания, при отрицательной – сжимается. Отрицательная магнитострикция характерна для большинства ферромагнетиков, в том числе и для сталей.

Размеры тела можно изменить механическим воздействием. Оказывается, что при растяжении ферромагнетиков с положительной магнитострикцией их намагниченность возрастает. У ферромагнетиков с отрицательной магнитострикцией намагниченность возрастает при сжатии тела, а при растяжении – уменьшается.

7.3. Влияние водорода на магнитные свойства металлов

Известно уже давно, что водород существенно влияет на магнитные свойства железа, кобальта и никеля, а также сплавов на их основе. Еще в середине прошлого столетия Маттисен обнаружил соответствие в изменениях коэрцитивной силы и твердости электролитического железа, полученного в различных условиях. Некоторые связывают это с влиянием внедренных в решетку железа атомов водорода на межатомное взаимодействие. Однако чаще описанную корреляцию рассматривали как результат деформационного воздействия растворенного водорода, атомы которого располагаются не только в междоузлиях решетки металла, но и скапливаются в несплошностях, создавая огромные давления, обуславливающие наклеп металла, который существенно влияет на его свойства.

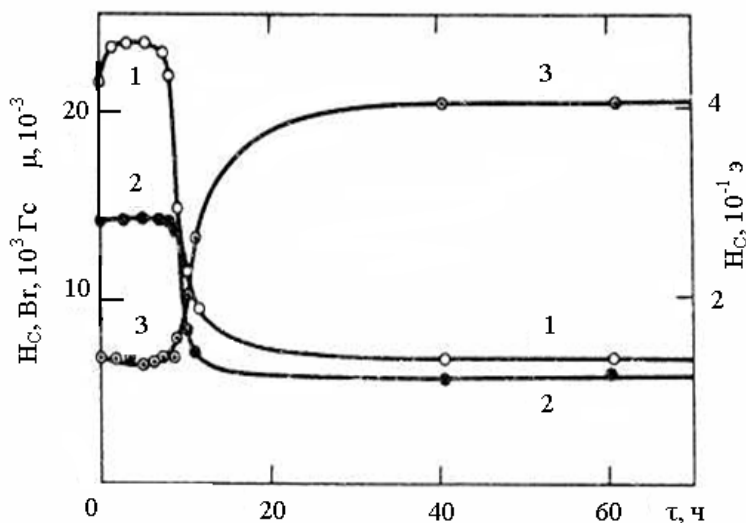


Рис. 7.2. Зависимость 1 – коэрцитивной силы H_c ; 2 – остаточной индукции B_r ; 3 – магнитной проницаемости μ от времени насыщения водородом

Следуя таким представлениям, можно считать, что растворение водорода в металлах будет сопровождаться рядом эффектов, в зависимости от его внедрения и концентрации по-разному влияющие на их физические свойства. При этом особое внимание должны привлекать как «неравновесные» эффекты, вызванные наклепом, так «равновесные»,

связанные с дилатацией решетки и изменением электронного спектра твердого раствора.

Уже давно было замечено, что большинство металлов и сплавов, пересыщенных водородом в процессе их электроосаждения, химического травления или быстрого охлаждения от высоких температур, обладают магнитными (и другими) свойствами, существенно зависящими от их предыстории. При этом обнаруживается достаточно четкая корреляция между содержанием водорода, с одной стороны, и основными механизмами и магнитными характеристиками, а также доменной структурой, с другой стороны.

В качестве примера рассмотрим влияние продолжительности катодного наводороживания ($j = 12 \text{ A/cm}^2$) на характеристики μ , H_c и B , технического железа при 293 К. Как видно из полученных результатов (рис. 7.2), максимальная магнитная проницаемость μ железа в течение первых 10 ч электролиза меняется относительно слабо. Однако последующее увеличение продолжительности процесса сопровождается резким уменьшением μ , величина которой после 15 ч поляризации стабилизируется и в дальнейшем остается неизменной. Аналогичный характер имеет и изотерма остаточной индукции B_e , в то время как коэрцитивная сила H_c с увеличением времени электролиза образца растет, достигая насыщения после 40 ч электролиза. Полученные результаты практически не зависели от толщины исследованных образцов. Это позволило утверждать, что экспериментальные данные характеризуют их объемные свойства.

Сведения о зависимости магнитных характеристик различных бинарных (и более сложных) систем, образуемых металлами триады железа с водородом, от их состава не отличаются желаемой полнотой и однозначностью. Так, если информация о влиянии водорода на свойства растворов в никеле и сплавах на его основе достаточно разносторонняя, то для систем на основе кобальта и железа она существенно беднее и неоднозначна (что в значительной мере обусловлено их сильным ферромагнетизмом и малой растворимостью в них водорода). В связи с этим целесообразно, прежде всего, рассмотреть сведения о магнитных характеристиках сплавов $Ni - H$ и $Ni \sim Me - H$, позволяющие более четко установить их зависимость от концентрации водорода.

Кроме того, следует отметить, что существенный прогресс в изучении рассматриваемого вопроса был в значительной мере связан с изучением особо богатых водородом сплавов $Me - H$. В этом плане большие успехи были достигнуты при использовании для насыщения металлов водородом метода катодной поляризации, а также техники высоких давлений. При сопоставлении полученных данных следует иметь в ви-

ду, что применение указанных методических приемов хотя и приводит к качественно хорошо согласующимся результатам, но в количественном плане не всегда обеспечивает их совпадение друг с другом. Одна из причин, по-видимому, та, что при катодной поляризации, осуществляемой при относительно низких температурах, неизбежно развитие побочных процессов, о которых речь шла выше (трудно достижимая равномерность в распределении водорода по сечению образца, а также значительный его наклеп). Не случайно в образцах, подвергнутых дегазации после электрохимического насыщения водородом, наблюдаются, как правило, остаточные эффекты.

7.4. Приборы и оборудования

Описание экспериментальной установки

Исследования проводились на установке Микромагнитный Многопараметровый Анализ Микроструктуры и напряжений (ЗМА), которая позволяет измерять магнитную проницаемость, коэрцитивную силу, комплексную ЭДС и шумы Баркгаузена. Схематически установка представлена на рисунке 7.3.

ЗМА представляет собой измерительный прибор для неразрушающего контроля (определения) характеристических параметров изделий из ферромагнитных материалов. При использовании ЗМА отпадает обусловленное обычным механическим испытанием разрушение образцов, за счет чего можно значительно сократить время и стоимость контроля. Метод позволяет осуществлять полную автоматизацию и может быть интегрирован в процесс производства, присущая ему высокая скорость, контроля позволяет осуществлять 100%-ый контроль при большинстве применений.

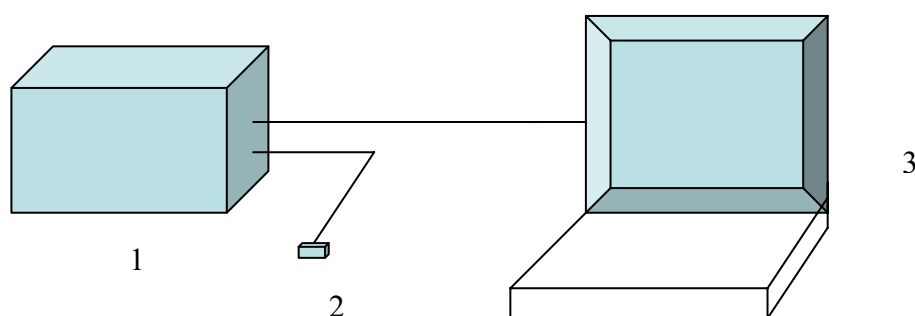


Рис. 7.3. Схема экспериментальной установки «ЗМА»: 1 – блок автоматизации; 2 – измерительный датчик; 3 – компьютер с программным обеспечением

ЗМА представляет собой приборно-техническую и методическую комбинацию следующих микромагнитных методов контроля:

- метод шумов Баркгаузена;
- метод динамической магнитной проницаемости;
- метод высших гармоник для тангенциальной составляющей магнитного поля;
- многочастотный вихретоковый метод.

Благодаря комбинации методов контроля могут измеряться несколько физических параметров одновременно. Они поставляют взаимодополняющую информацию о микроструктуре исследуемого материала и реализуют анализ на различных глубинах. Контролируемые параметры зависят в различной степени от мешающих факторов, способных нежелательно повлиять на результат измерений. Посредством процедуры калибровки информационные ЗМА – параметры комбинируются в одной или нескольких функциях обработки (многопараметровый метод). С помощью этих функций обработки могут быть количественно определены сравнительные значения измеряемых величин. К таким измеряемым неразрушающим способам величинам относятся:

- твердость, профиль распределение твердости, глубина упрочненного слоя (R_{ht} , E_{ht} , N_{ht});
- механические характеристики испытаний на растяжений (R_m , R_e и др.);
- остаточное напряжение (на поверхности и на глубине);
- остаточное содержание аустенита, величина зерен;
- удлинение ползучести.

Определение измеряемых параметров при помощи калиброванной системы ЗМА не зависит в широком диапазоне от мешающих факторов, таких как температура, покрытия и т. д. Кроме того, можно определять распределение значений измеряемых величин в зависимости от глубины, при этом глубина анализируемого слоя может меняться от 20 мкм до нескольких мм в зависимости от применяемого сенсора.

7.5. Задание

1. Ознакомиться с теоретическими основами влияния различных факторов на магнитные свойства вещества и порядком работы на экспериментальной установке.
2. Провести измерения на образцах ферритной стали до наводороживания. Измерения проводятся 3–5 раз для каждого образца. Частоты измерений: 10 кГц, 100 кГц, 200 кГц, 1 мГц.
3. Провести измерение зависимостей амплитуды магнитной проницаемости μ_{max} , коэрцитивной силы H_{cm} и коэффициента кривизны (искаже-

ния) гармоник K от времени насыщения водородом. Порядок проведения электролитического наводороживания и правила безопасности приведены в работе 1. Насыщение образцов проводится в течение 4 ч. Измерение магнитных характеристик проводится каждые 15 мин.

4. Построить графики зависимости $\mu_{max}(t_H)$, $H_{c\mu}(t_H)$, $K(t_H)$. Найти погрешности измерений измеренных величин.
5. Сравнить полученные результаты между собой и сделать вывод о влиянии водорода на магнитные характеристики.

7.6. Порядок выполнения работы

1. Включить тумблер сетевого питания в положение «вкл». При включении должна загореться лампочка. Прибор должен прогреться в течение 30 мин, чтобы избежать влияния температуры аппаратуры на измеряемые параметры. Затем включается компьютер. Наберите шифр, который дает преподаватель.
2. Датчик устанавливается на образец, установленный на гониометрическое устройство. Измерения проводим для каждого образца с разным временем введения водорода.
3. Открыть ярлык ЗМА – II расположенный на рабочем столе.
4. Открывается окно MMS, заходим **File** → **Load configuration**. Выбираем стандартный материал **hydrogen_Tomsk.ctg**, Появляется окно **Qualimax II**. В окне **Recorder (rev 32)** должно отображаться кнопка **ON LINE**.
5. В окне **Qualimax II** на нижней панели выбираем **Eddy Current**. В появившейся строке **Freq** задаются значение частот 10 кГц, 100 кГц, 200 кГц, 1 мГц.
6. Выбираем меню **Add category**, создаем пять категорий с порядковыми номерами. В столбце **target 1** появляются нули.
7. Задаем аргумент для построения графика. Выбираем **target setup** и даем название аргумента, например, **\$Number 1**, **\$Ugol**.
8. В окне **QM_Controller (rev 142)** задаем число измерений 25.
9. Задаем параметры образца, выбором category property для каждого образца в отдельности, например 1 → «1», 2 → «2» и т. д. Таким образом, можно задавать номер образца, угол поворота, время насыщения и т. д.
10. Нажимаем кнопку **RUN**. Загорается красная кнопка **STOP**, при нажатии на которую можно остановить эксперимент.
11. Повторяем измерения для каждой категории.
12. Сохранение измерений: нажимаем кнопку **Save**, появляется окно **Save session**. Создаем папку, в которую будут сохраняться полученные данные.

13. В окне **Recorder (rev 32)** выделяем все строки, при помощи кнопки Shift и нажимаем **Export**. Сохраняем файл в появившемся окне в формате .txt.
14. В окне **MMS** выбираем **Tools** → **Logfile inspector Pro (rev 120)**.
15. В **files** добавляем сохраненный нами документ с расширением .txt.
 В **x** – **polinom** (например, \$Number 1)
 В **y** – **polinom** добавляем значение **u**, все магнитные характеристики:
 - μ_{\max} – амплитуда магнитной проницаемости;
 - H_{cm} – коэрцитивная сила;
 - K – коэффициент кривизны (искажения) гармоник.
 В данном разделе магнитные характеристики записываются со значком \$ впереди. Так же символ μ заменяется на **u**, нижние индексы не пишутся, например $\mu_{\max} \rightarrow u_{\max}$.
16. Усредняем полученные результаты. Для этого в окне **Logfile inspector Pro (rev 120)** нажимаем кнопку **Group mean**.
17. Нажимаем **Draw plots** для каждого нужного нам параметра. Сохраняем рисунки, нажимая кнопку → **bmp**. Для сохранения в текстовом расширении → **txt**.
18. Блок автоматизации обрабатывает информацию и передает на компьютер, где, при помощи соответствующего программного обеспечения, информация может быть представлена в графическом формате. Путем некоторых преобразований данную информацию можно представить в стандартном виде. Информация конвертируется из формата **txt** в формат программы **ORIGIN**.
19. Полученные результаты сравнить между собой и сделать вывод.

7.7. Контрольные вопросы

1. Основная область применения магнитного метода неразрушающего контроля.
2. Какие магнитные свойства вещества вы знаете?
3. Что такое петля гистерезиса?
4. Расскажите о влиянии различных факторов на магнитные свойства металлов.
5. Что называют явлением магнитострикции?
6. Изобразите зависимость магнитной проницаемости μ от времени насыщения водородом.
7. Какие информативные параметры можно получить на приборе ЗМА?
8. Расскажите о влиянии водорода на магнитные свойства металлов.
9. Перечислите микромагнитные методы контроля, измеряемые на приборе ЗМА?

8. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПРИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ. ВЛИЯНИЕ ВОДОРОДА

Цель работы: ознакомиться с теоретическими основами пластической деформации, устройством растяжной машины и физическими основами работы прибора. Исследовать влияние пластической деформации на свойства металлов и сплавов, а так же влияние водорода. Провести анализ полученных результатов.

8.1. Теоретическая часть

8.1.1. Виды пластической деформации

Пластической деформацией называют необратимую деформацию кристалла. В макромасштабах пластическая деформация проявляется как остаточная деформация. В атомных масштабах пластическая деформация происходит путем скольжения или сдвига отдельных участков решетки по определенным плоскостям. Однако геометрическая координата атомов, как правило, остается неизменной, так как сдвиг происходит на целое число межатомных расстояний.

Способность веществ пластически деформироваться называется пластичностью. При пластическом деформировании металла одновременно с изменением формы меняется ряд свойств, в частности, с ростом степени *холодной* пластической деформации усиливаются прочностные свойства металла (увеличиваются пределы прочности и текучести, твердость), а пластические свойства ослабевают (уменьшаются относительное удлинение и сужение, ударная вязкость). Холодная пластическая деформация сопровождается искажением кристаллической решетки металла – образованием новых дислокаций, дроблением зерен, их сплющиванием и удлинением в направлении наибольшего течения металла. В результате искажений кристаллической решетки и появления остаточных напряжений изменяются физико-химические свойства металла, например, уменьшаются электро- и теплопроводность. В результате холодной деформации в металле возникают также преимущественная ориентировка (текстура) и анизотропия свойств, т. е. их неоднородность в зависимости от направления преимущественного течения металла.

При *неполной холодной* пластической деформации с нагревом чистого металла до температур $(0,25...0,30) T_{пл}$, где $T_{пл}$ – абсолютная температура плавления, одновременно с процессом упрочнения металла возника-

ет явление, называемое отдыхом или возвратом. Оно обеспечивает частичное снятие остаточных напряжений, небольшое восстановление пластических свойств и повышает сопротивление металла коррозии.

При *неполной горячей* пластической деформации с нагревом чистого металла до температуры выше $0,47T_{пл}$ одновременно с процессом упрочнения протекает процесс рекристаллизации – зарождение и рост новых зерен взамен деформированных. После деформации в микроструктуре металла наблюдаются рекристаллизованные (равноосные) и нерекристаллизованные (вытянутые) зерна металла.

При *горячей* пластической деформации, совершающейся при температуре, превышающей температуру рекристаллизации, в металле протекают одновременно процессы упрочнения и разупрочнения. Если за время деформации рекристаллизация произойдет полностью, то вызываемого упрочнением изменения свойств металла не произойдет.

Скорость процесса разупрочнения, вызванного рекристаллизацией, значительно меньше скорости процесса упрочнения. В результате рекристаллизации металл в процессе горячей обработки несколько разупрочняется и стремится приобрести равноосную неориентированную структуру.

Виды деформации

Наиболее простые виды деформации тела в целом:

- растяжение;
- сжатие;
- сдвиг;
- изгиб;
- кручение;

В большинстве случаев наблюдаемая деформация представляет собой несколько деформаций одновременно. В конечном счёте, однако, любую деформацию можно свести к 2 наиболее простым: растяжению (или сжатию) и сдвигу.

8.1.2. Закон Гука

Связь между силой упругости и упругой деформацией тела (при малых деформациях) была экспериментально установлена современником Ньютона английским физиком Гуком. Математическое выражение закона Гука для деформации одностороннего растяжения (сжатия) имеет вид

$$F = - kx, \quad (8.1)$$

где f – сила упругости; x – удлинение (деформация) тела; k – коэффициент пропорциональности, зависящий от размеров и материала тела, называемый жесткостью. Единица жесткости в СИ – ньютон на метр (Н/м).

Закон Гука для одностороннего растяжения (сжатия) формулируют так: *сила упругости, возникающая при деформации тела, пропорциональна удлинению этого тела.*

Рассмотрим опыт, иллюстрирующий закон Гука. Пусть ось симметрии цилиндрической пружины совпадает с прямой Ax (рис. 8.1, *a*).

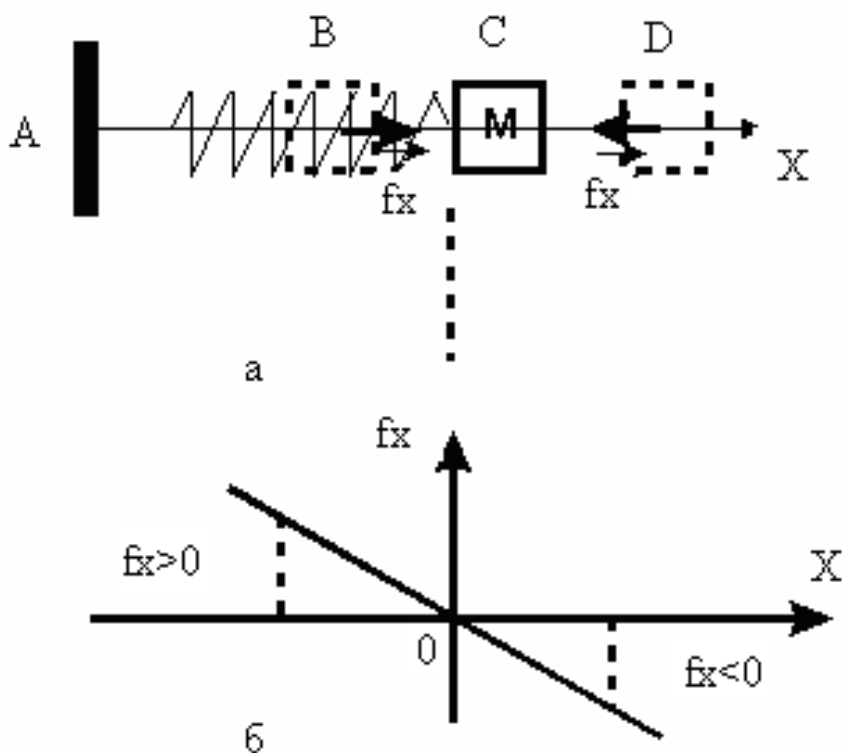


Рис. 8.1. *a* – опыт, иллюстрирующий закон Гука; *б* – график закона Гука

Один конец пружины закреплен в опоре в точке A , а второй свободен и к нему прикреплено тело M . Когда пружина не деформирована, ее свободный конец находится в точке C . Эту точку примем за начало отсчета координаты x , определяющей положение свободного конца пружины.

Растянем пружину так, чтобы ее свободный конец находился в точке D , координата которой $x > 0$: В этой точке пружина действует на тело M упругой силой $f_x = -kx < 0$.

Сожмем теперь пружину так, чтобы ее свободный конец находился в точке B , координата которой $x < 0$. В этой точке пружина действует на тело M упругой силой $f_x = -kx > 0$.

Из рисунка видно, что проекция силы упругости пружины на ось Ax всегда имеет знак, противоположный знаку координаты x , так как сила упругости направлена всегда к положению равновесия C .

На рис. 8.1, *б* изображен график закона Гука. На оси абсцисс откладывают значения удлинения x пружины, а на оси ординат – значения

силы упругости. Зависимость f_x от x линейная, поэтому график представляет собой прямую, проходящую через начало координат.

Рассмотрим еще один опыт

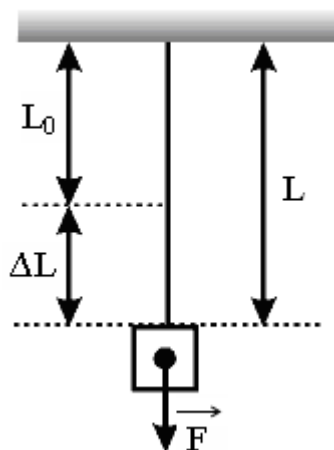


Рис. 8.2. Опыт, иллюстрирующий процесс растяжения металлической проволоки под нагрузкой

Пусть один конец тонкой стальной проволоки закреплен на кронштейне, а к другому концу подвешен груз, вес которого является внешней растягивающей силой F , действующей на проволоку перпендикулярно ее поперечному сечению (рис. 8.2).

Действие этой силы на проволоку зависит не только от модуля силы F , но и от площади поперечного сечения проволоки S . Под действием приложенной к ней внешней силы проволока деформируется, растягивается. При не слишком большом растяжении эта деформация является упругой. В упруго деформированной проволоке возникает сила упругости $f_{уп}$.

Согласно третьему закону Ньютона, сила упругости равна по модулю и противоположна по направлению внешней силе, действующей на тело, т. е.

$$f_{уп} = -F \quad (8.2)$$

Состояние упруго деформированного тела характеризуют величиной s , называемой нормальным механическим напряжением (или, для краткости, просто нормальным напряжением). Нормальное напряжение s равно отношению модуля силы упругости к площади поперечного сечения тела:

$$s = f_{уп}/S \quad (8.3)$$

Пусть первоначальная длина нерастянутой проволоки составляла L_0 . После приложения силы F проволока растянулась, и ее длина стала равной L . Величину $D_L = L - L_0$ называют абсолютным удлинением проволоки. Величину

$$e = D_L / L_0 \quad (8.4)$$

называют относительным удлинением тела. Для деформации растяжения $e > 0$, для деформации сжатия $e < 0$.

Наблюдения показывают, что при небольших деформациях нормальное напряжение s пропорционально относительному удлинению e :

$$s = E|e| \quad (8.5)$$

Формула (8.5) является одним из видов записи закона Гука для одностороннего растяжения (сжатия). В этой формуле относительное удлинение взято по модулю, так как оно может быть и положительным и отрицательным. Коэффициент пропорциональности E в законе Гука называется модулем продольной упругости (модулем Юнга).

Установим физический смысл модуля Юнга. Как видно из формулы (8.4), $e = 1$ и $L = 2L_0$ при $D_L = L_0$. Из формулы (8.5) следует, что в этом случае $s = E$. Следовательно, модуль Юнга численно равен такому нормальному напряжению, которое должно было бы возникнуть в теле при увеличении его длины в 2 раза (если бы для такой большой деформации выполнялся закон Гука). Из формулы (8.5) видно также, что в СИ модуль Юнга выражают в паскалях ($1 \text{ Па} = 1 \text{ Н/м}^2$).

8.1.3. Энергия упруго деформированного тела

Подставив в формулу (8.5) значения s и e из формул (8.3) и (8.4), получим:

$$f_{\text{уп}} / S = E|D_L| / L_0 \quad (8.6)$$

откуда следует, что сила упругости $f_{\text{уп}}$, возникающая при деформации тела, определяется по формуле

$$f_{\text{уп}} = ES|D_L| / L_0. \quad (8.7)$$

Определим работу $A_{\text{деф}}$, совершаемую при деформации тела, и потенциальную энергию W упруго деформированного тела. Согласно закону сохранения энергии,

$$W = A_{\text{деф}} \quad (8.8)$$

Как видно из формулы (8.6), модуль силы упругости может изменяться. Он возрастает пропорционально деформации тела. Поэтому для подсчета работы деформации необходимо брать среднее значение силы упругости $\langle f_{\text{уп}} \rangle$, равное половине от ее максимального значения:

$$\langle f_{\text{уп}} \rangle = ES|D_L| / 2L_0 \quad (8.9)$$

Тогда определяемая по формуле $A_{\text{деф}} = \langle f_{\text{уп}} \rangle |DL|$ работа деформации

$$A_{\text{деф}} = ES|D_L|^2 / 2L_0 \quad (8.10)$$

Подставив это выражение в формулу (8.8), найдем значение потенциальной энергии упруго деформированного тела:

$$W = ES|D_L|^2 / 2L_0 \quad (8.11)$$

Для упруго деформированной пружины $ES / L_0 = k$ – жесткость пружины; x – удлинение пружины. Поэтому формула (8.10) может быть записана в виде

$$W = kx^2 / 2 \quad (8.12)$$

Формула (8.11) определяет потенциальную энергию упруго деформированной пружины

8.1.4. Диаграмма напряжение – деформация

Из всех способов механических и технологических испытаний наибольшее распространение имеют испытания на растяжение. Их применяют при разработке новых материалов, при расчете их характеристик для определения размеров статически нагружаемых деталей и для контроля качества материалов. В целом эти испытания служат для исследования поведения материала при одноосном нагружении, при котором растягивающая нагрузка равномерно распределена на все поперечное сечение образца. При этом гладкий ненадрезанный образец растягивают в испытательной машине в направлении оси образца до разрыва, а зависимость между растягивающей силой и изменением длины регистрируют в виде *диаграммы нагрузка – абсолютное удлинение*.

Так как и нагрузка, и абсолютное удлинение зависят от формы и размеров соответствующих образцов, количественное сравнение материалов по диаграммам нагрузка – абсолютное удлинение невозможно. Если нагрузку P отнести к исходному поперечному сечению образца F_0 , а удлинение Δl – к начальной расчетной длине l_0 , то получим *диаграмму напряжение – относительное удлинение*; при этом нормальное напряжение $\sigma = P/F_0$ и относительное удлинение

$$\varepsilon = \Delta l / l_0 = (l - l_0) / l_0 \quad (8.13)$$

На кривых напряжение – относительное удлинение (рисунок 8.3) видно, что технические материалы значительно различаются по своим характеристикам прочности и пластичности. Следует заметить, что все приведенные ниже свойства (кроме S_K) являются условными, так как усилие в соответствующей точке относится к исходному поперечному

сечению образца F_0 . В некоторых случаях строят также диаграммы истинных напряжений, при расчете которых нагрузку делят на сечение образца, измеренное при этой нагрузке (см. рис. 8.4).

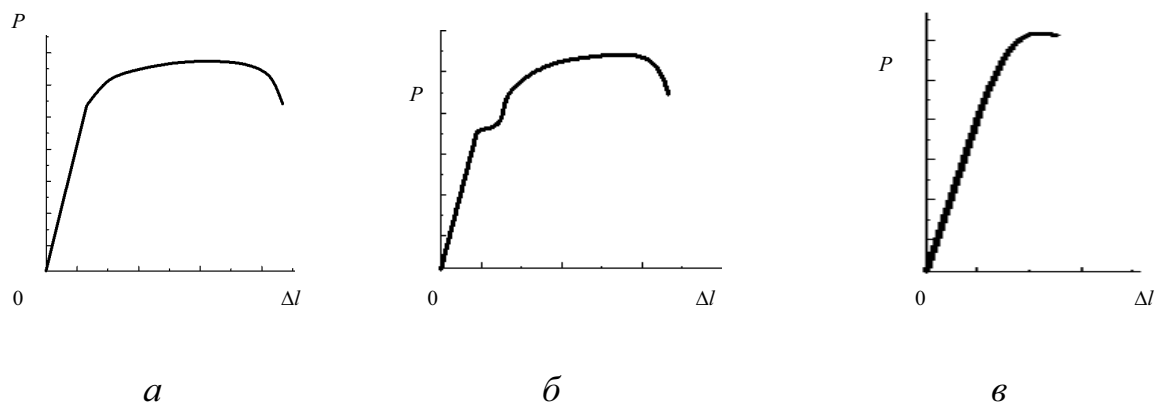


Рис. 8.3. Диаграмма растяжения: а–диаграмма материала значительной пластичности (легированные стали, медь, бронза); б–диаграмма со скачкообразным переходом из упругой области в пластическую (низкоуглеродистые стали, β -латуни); в–диаграмма металла в хрупком состоянии (закаленные и низкоотпущенные стали, чугун)

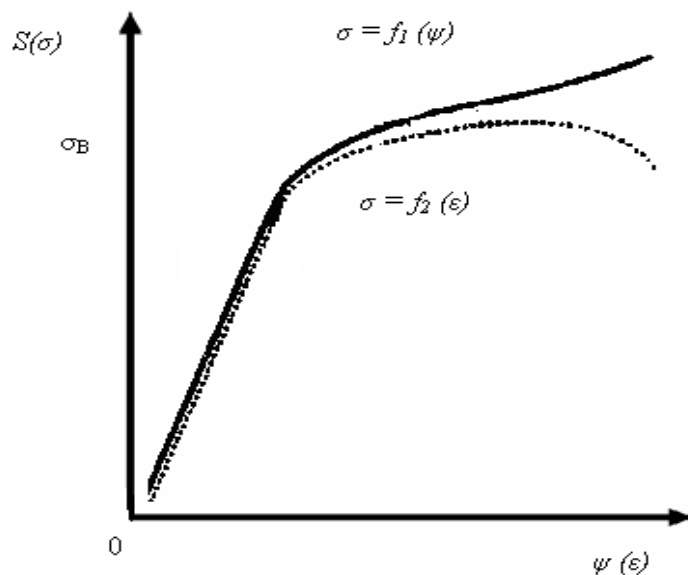


Рис. 8.4. Диаграмма условных напряжений $\sigma = f_2(\epsilon)$ (штриховая линия) и диаграмма истинных напряжений $S = f_1(\psi)$ (сплошная линия)

8.1.5. Характеристики прочности при растяжении и их определение

При деформациях твердого тела его частицы (атомы, молекулы, ионы), находящиеся в узлах кристаллической решетки, смещаются из своих положений равновесия. Этому смещению противодействуют силы взаимодействия между частицами твердого тела, удерживающие эти частицы на определенном расстоянии друг от друга. Поэтому при любом виде упругой деформации в теле возникают внутренние силы, препятствующие его деформации.

Силы, возникающие в теле при его упругой деформации и направленные против направления смещения частиц тела, вызываемого деформацией, называют силами упругости. Силы упругости действуют в любом сечении деформированного тела, а также в месте его контакта с телом, вызывающим деформации. В случае одностороннего растяжения или сжатия сила упругости направлена вдоль прямой, по которой действует внешняя сила, вызывающая деформацию тела, противоположно направлению этой силы и перпендикулярно поверхности тела. Природа упругих сил электрическая.

Мы рассмотрим случай возникновения сил упругости при одностороннем растяжении и сжатии твердого тела.

Модуль упругости. Для упругой области нагружения характерна прямая пропорциональная зависимость между P и Δl (участок $OP_{ми}$ на рис. 5). Основной характеристикой прочности в этой области является

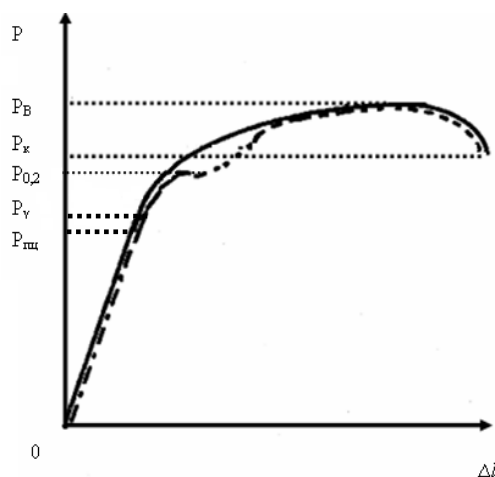


Рис. 8.5. Характерные точки диаграммы растяжения:
сплошная кривая — плавный переход из упругой в пластическую область;
штрих-пунктир — переход скачком

модуль продольной упругости E (модуль первого рода или модуль Юнга), определяемый тангенсом угла наклона прямой (начальный участок диаграммы $P - \Delta l$ или $\sigma - \epsilon$). Приблизительно величину E можно рассчитать делением задаваемого прироста напряжения на каждой последова-

тельной ступени нагружения на среднюю величину приращения относительной упругой деформации в той области, где сохраняется постоянство этой характеристики. Приращение деформации измеряют тензодатчиками большой точности и чувствительности (например, измерительными скобами, зеркальными приборами и др.).

Предел пропорциональности

Предел пропорциональности определяется как:

$$\sigma_{\text{пц}} = P_{\text{пц}} / F_0 \quad (8.14)$$

$\sigma_{\text{пц}}$ – условное напряжение, соответствующее началу отклонения от примерно линейного хода кривой деформации, задаваемому определенным допуском.

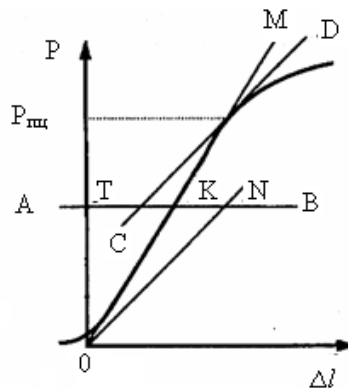


Рис. 8.6. Схема графического определения предела пропорциональности $\sigma_{\text{пц}}$ по диаграмме растяжения

Величину $\sigma_{\text{пц}}$ определяют графическим методом по машинной диаграмме растяжения. Для этого проводят прямую OM (рис. 8.6), совпадающую с условно прямолинейным участком диаграммы. Затем проводят прямую AB , параллельную оси абсцисс и пересекающую ось ординат и линейный участок кривой деформации в точках T и K . На этой прямой откладывают отрезок KN , равный половине отрезка TK . Точки N и O соединяют прямой и параллельно этой прямой проводят касательную CD к кривой растяжения. Точка касания прямой CD с диаграммой растяжения и есть $P_{\text{пц}}$.

Предел упругости

$$\sigma_{0,05} = P_{0,05} / F_0 \quad (8.15)$$

$\sigma_{0,05}$ – условное напряжение, соответствующее появлению остаточной деформации $\varepsilon = 0,05 \%$ или абсолютной деформации $\Delta l = 5 \cdot 10^{-4} \cdot l_0$. (рис. 8.7, участок OE диаграммы). В лабораторной работе допускается графическое определение $\sigma_{0,05}$.

Предел текучести (физический)

$$\sigma_T = P_T / F_0 \quad (8.16)$$

σ_T – условное напряжение, соответствующее наименьшей нагрузке P_T , при которой деформация образца происходит без роста нагрузки (см. рис. 5, штрих-пунктирная линия). Этот участок диаграммы называется площадкой текучести. σ_T определяют по диаграмме растяжения.

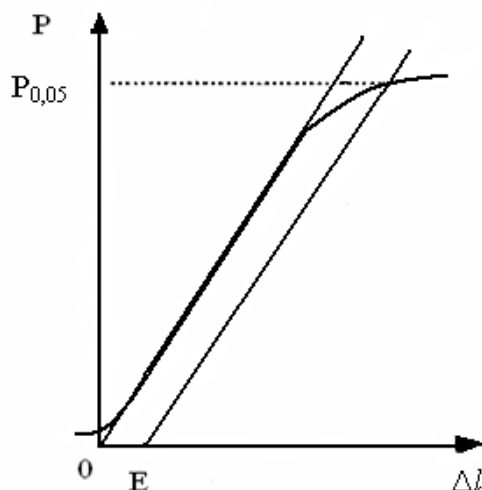


Рис. 8.7. Схема определения предела упругости $\sigma_{0,05}$ по диаграмме растяжения

Предел текучести (условный)

$$\sigma_{0,2} = P_{0,2} / F_0 \quad (8.17)$$

$\sigma_{0,2}$ – условное напряжение, при котором остаточная деформация достигает 0,2 %. Определяют его графически по методике, аналогичной, например, методике определения $\sigma_{0,05}$ (рис. 8.8) Величины $\sigma_{mц}$, $\sigma_{0,05}$, σ_T , $\sigma_{0,2}$ характеризуют сопротивление начальным (малым) пластическим деформациям.

Предел прочности (временное сопротивление)

$$\sigma_B = P_B / F_0 \quad (8.18)$$

Сопротивление значительным пластическим деформациям характеризуется временным сопротивлением σ_B . Обычно максимальная нагрузка P_B совпадает с началом образования шейки на образце. При продолжении испытаний показания силоизмерителя могут уменьшаться. Многие испытательные машины снабжены устройством, фиксирующим значение P_B .

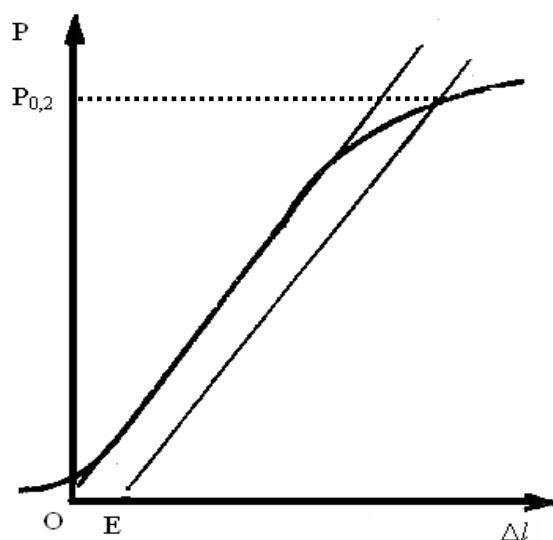


Рис. 8.8. Схема определения условного предела текучести $\sigma_{0,2}$ диаграмме растяжения

Истинное сопротивление разрыву S_K

Для определения S_K образец подвергают непрерывному плавному растяжению до разрушения при нагрузке P_K (см. рис. 8.5) с обязательной записью диаграммы деформации.

$$S_K = P_K / F_K, \quad (8.19)$$

где F_K – минимальное сечение образца в месте разрушения.

Обычно величину S_K не включают в перечень необходимых характеристик материала (технические условия, паспорт на материал).

8.1.6. Характеристики пластичности и их определение

Относительное удлинение образца после разрыва

Величина δ (%) есть отношение приращения расчетной длины образца после разрушения к начальной расчетной длине при условии, что разрушение происходит посередине расчетной длины образца:

$$\delta = [(l_K - l_0) / l_0] \cdot 100 \%, \quad (8.20)$$

где l_K – конечная расчетная длина образца после разрыва.

Этот показатель состоит из равномерного и сосредоточенного удлинения. В то время как равномерное удлинение приводит к равномерному уменьшению поперечного сечения по всей расчетной длине, сосредоточенное удлинение, происходящее после превышения максимальной нагрузки, соответствует образованию шейки с существенно уменьшенным поперечным сечением в узкоограниченной области. На основе законов подобия Кика значения относительного удлинения по-

сле разрыва образцов с различным поперечным сечением сравнимы, если соотношение между расчетной длиной l_0 и поперечным сечением образца F_0 постоянно.

Исходя из этого, установлены размеры пропорциональных образцов, применяемых для испытания металлических материалов. Относительное удлинение после разрыв длинного пропорционального образца ($l_0 = 10 d_0$, где d_0 – исходный диаметр образца) обозначается δ_{10} , короткого пропорционального образца ($l_0 = 5d_0$) – δ_5 . Между обоими показателями имеет место следующее соотношение: $\delta_5 \approx (1,2 \dots 1,5) \delta_{10}$. При практическом определении относительного удлинения после разрыва не различают равномерной и сосредоточенной деформации, а устанавливают общее остаточное увеличение длины образца.

Чтобы определить абсолютное удлинение, необходимо на конце расчетной длины нанести метки, а после окончания испытания, разорванные части образца аккуратно сложить друг с другом и измерить расстояние между метками.

Правильные значения удлинения после разрыва получают только в том случае, если расстояние от места разрыва до ближайшей метки на коротких пропорциональных образцах составляет не менее $1/3$, а длинных – не менее $1/5$ расчетной длины l_0 .

Наиболее высокие значения удлинения получают при разрыве образцов посередине расчетной длины, так как в этом случае деформация обеих половин образца симметрична (рис. 9.9).

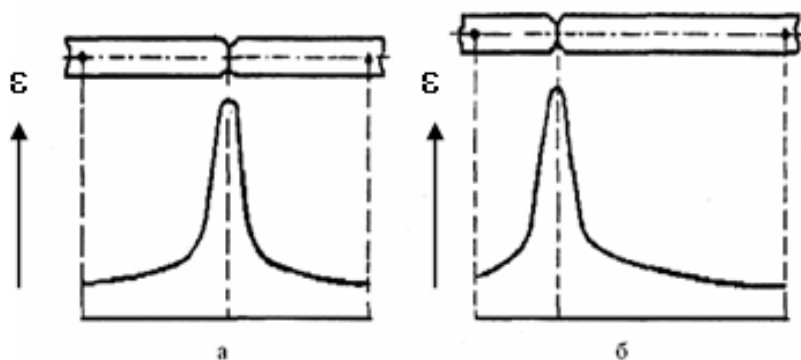


Рис. 8.9. Деформация образца, разорвавшегося в середине расчетной длины (а) и вне ее (б)

Для того чтобы определить относительное удлинение после разрыва образцов, разрушившихся вне указанных границ, применяют следующий способ.

На расчетную длину образца перед испытанием на равном расстоянии наносят N (чаще всего 10 или 20) делений (рисунок 8.10). После ис-

питания последнее деление на короткой части образца обозначают буквой *A*, а примерно равноудаленное от места разрыва деление на длинной части образца – буквой *B*. Если *n* – число делений между точками *A* и *B*, то относительное удлинение после разрыва можно определить следующим образом:

- а) если $(N - n)$ – четное число: $\delta = (AB + 2BC - l_0) \cdot 100 / l_0$;
- б) если $(N - n)$ – нечетное число: $\delta = (AB + BC' + BC'' - l_0) \cdot 100 / l_0$.

Относительное сужение поперечного сечения образца после разрыва ψ

Для определения ψ цилиндрического образца измеряют минимальный диаметр в месте разрыва d_k в двух взаимно перпендикулярных направлениях, предварительно плотно сложив две разрушенные половины образца по излому. По среднему арифметическому из этих двух измерений вычисляют площадь поперечного сечения F_k , а затем ψ по формуле

$$\psi = [(F_k - F_0) / F_0] \cdot 100 \% \quad (8.21)$$

Для круглых образцов

$$\psi = [1 - (d_k / d_0)^2] \cdot 100 \% , \quad (8.22)$$

а для образцов прямоугольного сечения (рис. 8.10)

$$\psi = (1 - a'b' / ab) \cdot 100 \% \quad (8.23)$$

где *a* и *b* – ширина и толщина рабочей части образца до испытаний, *a'* и *b'* – ширина и толщина образца в месте образования шейки после разрыва.

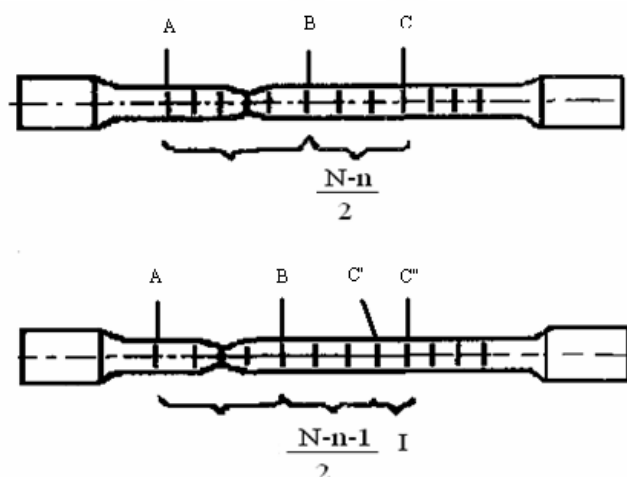


Рис. 10. Определение относительного удлинения после разрыва прошедшего не посередине образца

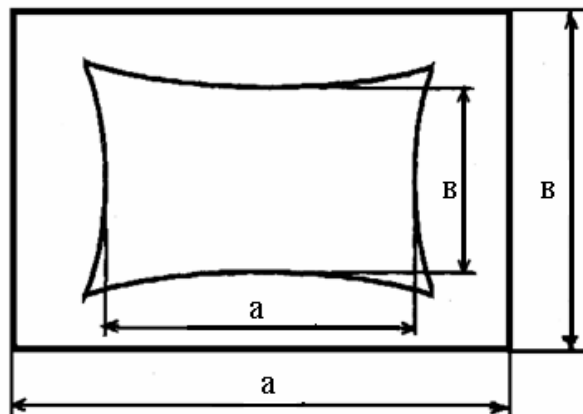


Рис. 8.11. Определение поперечного сечения в месте разрыва образца прямоугольного сечения после испытания на растяжение

8.2. Приборы и оборудование

Машина для испытания материалов состоит из установки испытательной (рис. 8.12, слева) и пульта управления (рис. 8.12, справа). Образец 1 закреплен в захватах 2 и 3. Верхний захват 2 соединен с силоизмерителем 4, установленным на неподвижной траверсе 5, а нижний активный захват 3 соединен с подвижной траверсой б, которая передвигается в вертикальном направлении вдоль направляющих 7. Машина включается в электрическую сеть с помощью выключателя 8. Электродвигатель, приводящий в движение подвижную траверсу, расположен в основании машины 9. С помощью кнопочной станции 10 производится ручное управление перемещением активного захвата. Силоизмеритель 4 электрически соединен с блоком измерения силы 11. Сила, приложенная к образцу (нагрузка P) в ньютонах, выводится на табло 12, а максимальное ее значение в процессе испытания – на табло 13. Устройство для измерения деформации расположено в блоке задания модулей 14, величина деформации $A1$ в мм выводится на табло 15. Скорость перемещения активного захвата можно регулировать ручками 16, расположенными на блоке автоматики 17. Величина, пропорциональная скорости движения активного захвата, измеряется с помощью прибора 18. Самописец двухкоординатный 19 регистрирует зависимость сила-перемещение ($P - At$).

Нажатием клавиши «диагр» на пульте 20 диаграммная бумага удерживается на самописце. Опускание пера на бумагу осуществляется нажатием клавиши «перо» пульта 20.

8.3. Влияние наводороживания на характеристики пластической деформации

Деформация решетки металла и связанное с ней повышение энергетического уровня, а также развитие дислокаций и вакансий оказывают большое влияние на процесс наводороживания стали. Кроме искажения решетки, которое всегда повышает способность абсорбировать водород, холодная деформация стали вызывает также изменение состояния внутренних микропустот стали (коллекторов). Это влияние может быть различным в зависимости от характера деформации и может привести к увеличению или же к уменьшению объема этих коллекторов, следовательно, к повышению или к снижению способности стали поглощать водород.

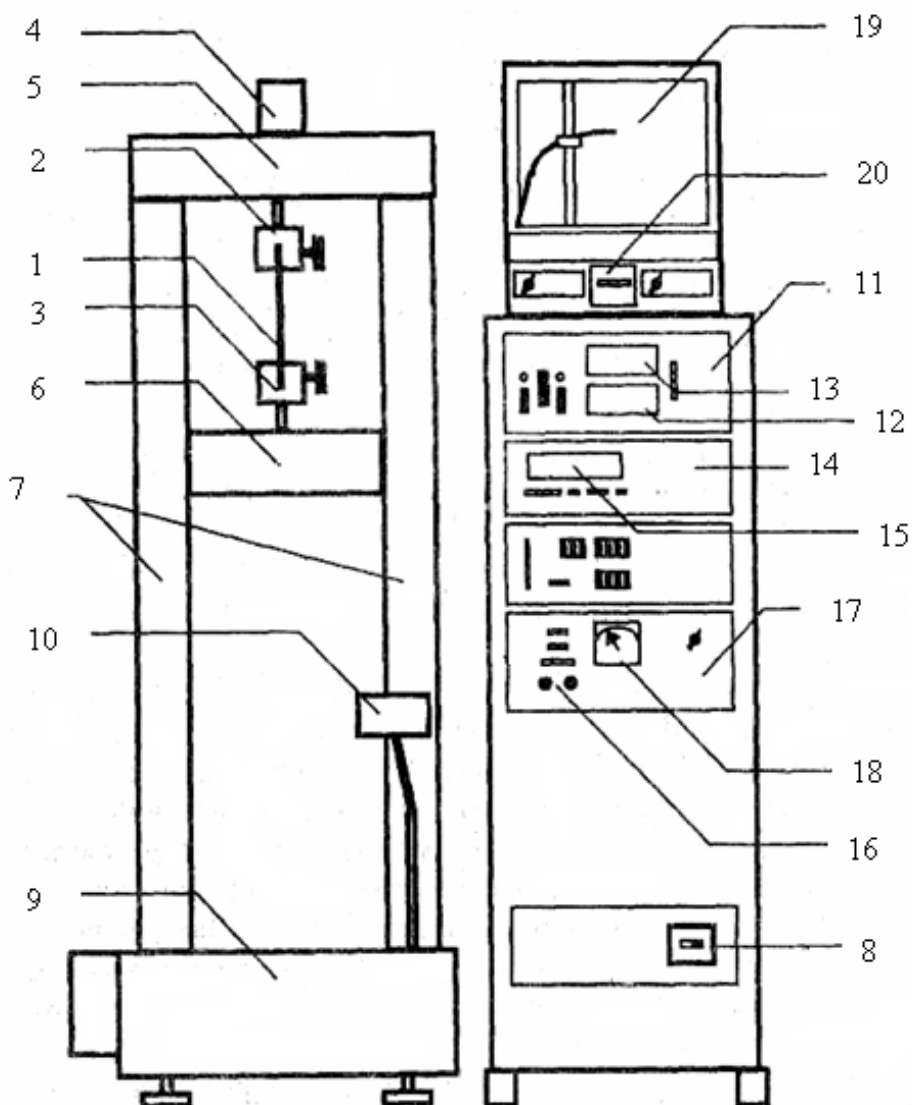


Рис. 8.12. Испытательная машина

Эксперименты показали, что холоднодеформируемая сталь может поглотить в 100 раз больше водорода, чем отожженная. В процессе деформации растяжением происходит еще более интенсивное наводороживание, характеризующееся огромными скоростями диффузии и тем, что оно сосредоточивается в зоне металла, прилегающей к линиям сдвигов (полос скольжения).

В технически чистых металлах ловушками, ответственными за захват атомов H, являются точечные дефекты, их комплексы, дислокации, поверхности раздела и объемные дефекты. Вакансии и их комплексы – более эффективные ловушки для водорода.

С точки зрения взаимодействия с атомами H происхождение дислокации не имеет значения: важен лишь ее тип и степень «отравленности» примесями. Связь растворенных в металле атомов примеси (в том числе атомов водорода) с дислокацией обусловлена суперпозицией сил упругого, электростатического и химического взаимодействий. Существенную роль при этом имеет электронная структура металла.

Подвижность водорода в металле зависит от плотности дислокаций и концентрации водорода. С увеличением количества водорода глубокие ловушки насыщаются, и их влияние исчезает на фоне взаимодействия с дислокациями, для которых энергия связи меньше, но плотность выше.

В экспериментах с холоднодеформированными и пористыми металлами надежно установлено, что водород эффективно захватывается и прочно удерживается в микрополостях. В облученных металлах микрополости создаются в результате объединения сверхравновесных радиационных вакансий, как во время облучения, так и при последующем отжиге. Большую роль в зарождении и формировании микрополостей играют примесные, и в первую очередь газовые, атомы.

Облучение высокими дозами ионов водорода может приводить к образованию водородных блистеров, например, за счет возникновения сильных внутренних напряжений в приповерхностном слое. Проще всего водородные пузырьки и блистеры возникают в металлах с низкой растворимостью водорода, например в Cu, но могут при пониженных температурах появляться в других металлах (Mo, Ni, V, Ti, нержавеющей стали).

Вопрос о захвате изотопов водорода в микрополостях важен в связи с проблемой водородного охрупчивания материалов 1-й стенки термоядерного реактора в условиях их набухания. Исходя из закона Сиверса, можно сказать, что при определенном уровне насыщения поверхностного слоя изотопами водорода количество газа в полостях будет больше у металлов, обладающих меньшей равновесной растворимостью водорода.

Испытание на одноосное статическое растяжение показало, что пределы текучести и прочности исходных образцов стали 12Х18Н10Т составляют 340 и 1000 МПа соответственно (рис. 8.13, кривая 1). Наводороживание нержавеющей аустенитной стали в различных электролитах позволило сделать вывод о том, что использовании электролитов (LiOH + H₂O) (рис. 8.13, кривая 2) и (LiOD + D₂O) (рис. 8.13, кривая 4) не приводит к существенному изменению механических характеристик. В то же время наводороживание в (H₂SO₄ + H₂O) вызывает заметный рост предела текучести исследуемых образцов (рис. 8.13, кривая 3). Однако, растрескивание поверхностного слоя обуславливает снижение, как предела прочности, так и пластичности материала.

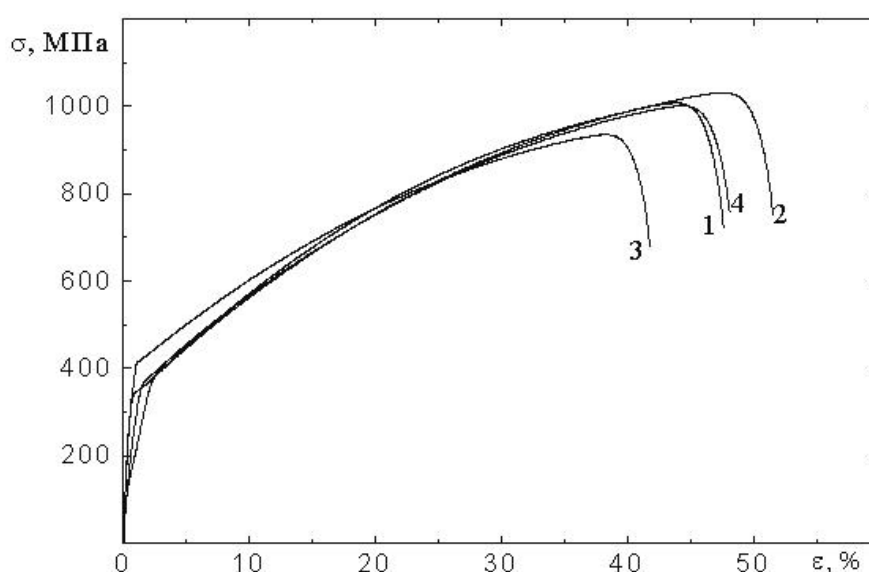


Рис. 8.13. Кривые «напряжение – деформация» образцов аустенитной стали отожженной при температуре 750 °С (кривая 1), подвергнутой наводороживанию в течение 12 часов в электролите (LiOH + H₂O) (кривая 2), в электролите (H₂SO₄ + H₂O) (кривая 3), в тяжелой воде (LiOD + D₂O) (кривая 4).

Детальные исследования влияния времени наводороживания, проведенные с использованием электролита H₂SO₄ + H₂O, показали, что наблюдается зависимость прочностных свойств аустенитной стали 12Х18Н10Т от длительности водородной обработки. Наводороживание в течение 2 часов приводит к формированию упрочненного поверхностного слоя, задерживающего начало пластической деформации и возрастанию предела текучести на 30 МПа (рис. 8.14, кривая 2). В то же время данный наводороженный слой является достаточно пластичным и тонким, не оказывая влияния на пластичность нагруженного образца.

При увеличении длительности наводороживания до 12 часов толщина упрочненного слоя оказывается существенно большей. Это подтверждается более высоким значением предела текучести (410 МПа). В случае наводороживания в течение 12 часов модифицированный поверхностный слой является достаточно хрупким и растрескивается при последующем нагружении, приводя к уменьшению пластичности (рис. 8.14, кривая 3).

Как отмечалось выше, облучение рентгеновским пучком вызывает выход водорода из аустенитной стали и исчезновение поверхностных трещин. Данный эффект наглядно проявляется на кривой течения. Пределы текучести и прочности облученных образцов возвращаются к исходному значению (рис. 8.14, кривая 4).

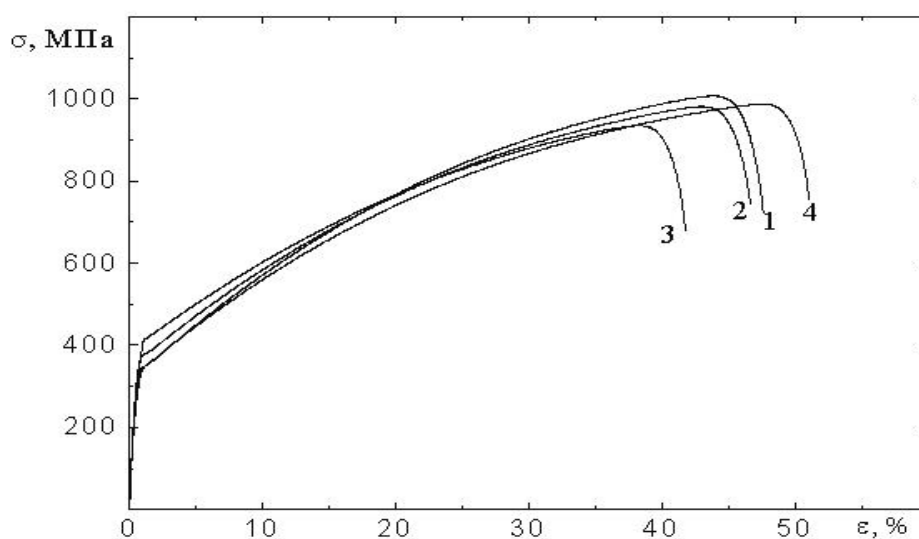


Рис. 8.14. Кривые «напряжение – деформация» образцов аустенитной стали отожженной при температуре 750 °С (кривая 1), подвергнутой наводороживанию в течение 2 часов в электролите ($H_2SO_4 + H_2O$) (кривая 2), в течение 12 часов (кривая 3) и последующему облучению в течение 15 минут (кривая 4)

8.4. Задания

1. Ознакомиться с теоретическими основами пластической деформации, устройством растяжной машины и физическими основами работы прибора.
2. Провести измерения на образце ферритной стали до наводороживания.
3. Провести измерение зависимостей предела прочности, предела текучести, предела упругости от времени насыщения водородом. По-

рядок проведения электролитического наводороживания и правила безопасности приведены в работе 1. Насыщение образцов проводится в течение 4 часов. Измерение механических характеристик проводится каждые 30 минут.

4. Построить графики зависимости $\sigma_{np}(t_H)$, $\sigma_m(t_H)$, $\sigma_{yn}(t_H)$. Найти погрешности измерений измеренной величины.
5. Сравнить полученные результаты между собой и сделать вывод о влиянии водорода на пластическую деформацию.

8.4. Контрольные вопросы

1. Что такое деформация? Пластическая деформация? Виды деформации?
2. Что такое сила упругости? Как она направлена? Какова природа этой силы?
3. Как формулируется и записывается закон Гука для одностороннего растяжения (сжатия)?
4. Начертите схему и объясните опыт, иллюстрирующий закон Гука. Постройте график этого закона.
5. Сделав пояснительный рисунок, опишите процесс растяжения металлической проволоки под нагрузкой.
6. Что называют модулем Юнга? Каков его физический смысл? Какова единица модуля Юнга в СИ?
7. Что называют пределом пропорциональности? упругости? текучести? прочности?
8. Получите формулы, по которым определяют работу деформации и потенциальную энергию упруго деформированного тела.
9. Расскажите о влиянии водорода на пластическую деформацию.
10. Поясните принцип работы растяжной машины.

8.5. Список литературы

1. Работнов Ю.Н., Соппротивление материалов, М., 1950
2. Кузнецов В.Д., Физика твердого тела, т. 2–4, 2 изд., Томск, 1941.
3. Седов Л.И. Введение в механику сплошной среды, М., 1962.

9. МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ ШЕРОХОВАТОСТИ ПОВЕРХНОСТИ С ПОМОЩЬЮ МИКРОИНТЕРФЕРОМЕТРА ЛИННИКА

Цель работы: ознакомиться с устройством микроинтерферометра и физическими основами работы прибора, ознакомиться с явлением интерференции. Измерить шероховатость поверхности образцов, провести анализ полученных результатов.

9.1. Теоретическая часть

Действие используемого в работе прибора основано на явлении интерференции.

Рассмотрим две волны одинаковой частоты, накладываясь друг на друга, возбуждают в некоторой точке пространства колебания одинакового направления:

$$A_1 \cos(\omega t + \alpha_1); \quad A_2 \cos(\omega t + \alpha_2). \quad (9.1)$$

Амплитуда результирующего колебания в данной точке определяется выражением:

$$A^2 = A_1^2 + A_2^2 + 2A_1 A_2 \cos \delta, \quad (9.2)$$

где $\delta = \alpha_2 - \alpha_1$.

Если разность фаз δ возбуждаемых волнами колебаний остается постоянной во времени, то волны называются когерентными. В случае некогерентных волн непрерывно изменяется, принимая с равной вероятностью любые значения, вследствие чего среднее по времени значение $\cos \delta$ равно нулю. Поэтому

$$\langle A^2 \rangle = \langle A_1^2 \rangle + \langle A_2^2 \rangle. \quad (9.3)$$

Учитывая, что $I \approx A^2$, заключаем, что интенсивность, наблюдаемая при наложении некогерентных волн, равна сумме интенсивностей, создаваемых каждой из волн в отдельности:

$$I = I_1 + I_2. \quad (9.4)$$

В случае когерентных волн $\cos \delta$ имеет постоянной во времени (но свое для каждой точки пространства) значения, так что

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos \delta. \quad (9.5)$$

В тех точках пространства, для которых $\cos \delta > 0$, I будет превышать $I_1 + I_2$; в точках для которых $\cos \delta < 0$, I будет меньше $I_1 + I_2$. Таким

образом, при наложении когерентных световых волн происходит перераспределение светового потока в пространстве, в результате чего в одних местах возникают максимумы, а в других – минимумы интенсивности. Это явление называется *интерференцией волн*. Особенно отчетливо проявляются интерференция в том случае, когда интенсивность обеих интерферирующих волн одинакова: $I_1 = I_2$. Тогда в максимумах $I = 4I_1$, в минимумах же $I = 0$. Для некогерентных волн при том же условии получается всюду одинаковая интенсивность $I = 2I_1$.

Из сказанного вытекает, что при освещении какой либо поверхности несколькими источниками света (например, двумя лампочками) должна, казалось бы, наблюдаться интерференционная картина с характерным для нее чередованием максимумов и минимумов интенсивности. Однако из повседневного опыта известно, что в указанном случае освещенность поверхности монотонно убывает по мере удаления от источников света и никакой интерференционной картины не наблюдается. Это объясняется тем, что естественные источники света не когерентны.

9.2. Назначение, устройство и работа микроинтерферометра

Микроинтерферометр Линника МИИ-4 предназначен для визуальной оценки и измерения параметров шероховатости, а также для фотографирования поверхности и ее интерферограммы. Микроинтерферометр применяется в лабораториях научно-исследовательских и учебных институтов и промышленных предприятий, занимающихся вопросами чистоты обработки поверхностей. Микроинтерферометр используется для работы при температуре воздуха в помещении $(+20 \pm 2)$ °С и относительной влажности не более 80 %.

9.2.1. Работа микроинтерферометра

Принцип действия микроинтерферометра

Принцип и схема микроинтерферометра МИИ-4 впервые были разработаны и применены для исследования качества тонкообработанных поверхностей академиком В.П. Линником. Принцип действия микроинтерферометра основан на явлении интерференции света.

На практике для получения двух лучей, способных интерферировать, пользуются разделением пучка лучей, исходящих из одной точки источника света, на два пучка.

В микроинтерферометре МИИ-4 в качестве разделяющей системы используется наклонная плоскопараллельная пластинка, имеющая полупрозрачное светоделительное покрытие. Половину падающего на нее света пластинка отражает, половину пропускает вследствие чего обра-

зуются две системы волн, способных интерферировать. В результате интерференции двух систем волн в фокальной плоскости окуляра наблюдаются интерференционные полосы.

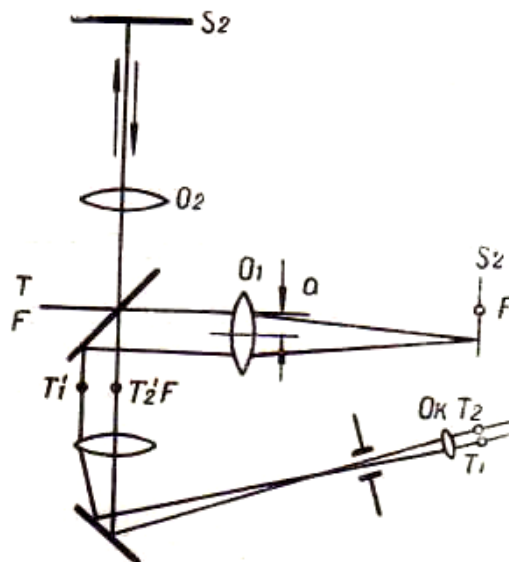


Рис. 9.1. Схема микроинтерферометра S_2 – исследуемая поверхность, O_1, O_2 , O_k – объектив, $T_1 T_2$ – выходными зрочками, F – фокус

Разность хода интерферирующих лучей от центра поля к краям увеличивается и проходит все значения: $0, \frac{\lambda}{2}, \lambda, \frac{3}{2}\lambda, 2\lambda$ и т. д., где λ – длина волны света. В точках поля, где разность хода равна $\lambda, 2\lambda, 3\lambda$ и т. д., в результате интерференции пучков получают светлые полосы, а в точках, где разность хода равна $\frac{\lambda}{2}, \frac{3}{2}\lambda, \frac{5}{2}\lambda$ и т. д., – темные полосы.

При вынудом окуляре в плоскости выходных значков микроинтерферометра наблюдается два изображения источника света.

Форма интерференционных полос, направление и интервал между ними зависит от положения выходных зрочков микроинтерферометра относительно друг друга. При изменении взаимного расположения зрочков и расстояния между ними соответственно изменяются интервалы между интерференционными полосами и направление полос. Интервал между полосами Δ определяется по формуле

$$\Delta = \frac{\lambda}{\omega}, \tag{9.6}$$

где λ – длина волны света;

ω – угловое расстояние между двумя изображениями источника света при рассматривании их из данной точки поля интерференции.

В микроинтерферометре МИИ-4 предусмотрена возможность изменять расстояние между изображениями источника света и их взаимное расположение. Для этого объектив O_1 (рис. 9.1) смещается с оптической оси. При смещении объектива, например, на величину a , изменяется расстояние между выходными зрачками ($T_1 T_2 = 2a$), в которые проектируется изображение источника света, а, следовательно, изменяется и интервал между полосами.

Если объектив O_1 , смещенный с оптической оси, поворачивается вокруг этой оси, то один из зрачков будет описывать окружность вокруг другого; в этом случае полосы в поле зрения будут поворачиваться. В отъюстированном микроинтерферометре при работе в монохроматическом свете в поле зрения должны быть видны чередующиеся черные и светлые полосы. Два интерференционных светофильтра, с помощью которых получается свет, пропускают соответственно желтую и зеленую часть спектра. Без светофильтра наблюдается интерференционная картина в белом свете.

Как видно из формулы (9.6), интервал между полосами Δ зависит от длины волны; каждой длине волны соответствует определенный интервал. Поэтому в белом свете полосы для разных длин волн не совпадают друг с другом, за исключением нулевой полосы, определяющей ось симметрии интерференционной картины. Таким образом, интерференционная картина в белом свете имеет следующий вид: в центре наблюдается белая ахроматическая полоса, по обеим сторонам которой находятся две черные полосы с цветными каймами, и дальше по три-четыре цветные полосы с каждой стороны. Переход от одной светлой (или темной) полосы соответствует изменению разности хода интерферирующих лучей на одну длину волны.

В поле зрения микроинтерферометра наблюдается одновременно интерференционные полосы и исследуемая поверхность. Перемещение исследуемой поверхности S_2 вверх или вниз какую-либо малую величину вызывает изменение хода луча на двойную величину перемещения поверхности, так как свет проходит это расстояние дважды. Изменение хода луча в одной ветви микроинтерферометра вызовет изменение разности хода интерферирующих лучей, в результате чего полосы в поле зрения смещаются. При смещении исследуемой поверхности на величину $\frac{\lambda}{2}$, полосы в поле зрения сместятся на один интервал между ними.

Если на исследуемой поверхности имеется бугор или впадина, то в этом месте меняется разность хода и, следовательно, полосы смещают-

ся. Так, например, высота неровности на поверхности $0,275 \text{ мк}$ вызовет искривление полосы в поле зрения микроинтерферометра на величину всего интервала между полосами (на одну полосу). При измерении величину искривления выражают в долях интервала между интерференционными полосами. Зная длину волны света, можно получить неровности в микрометрах.

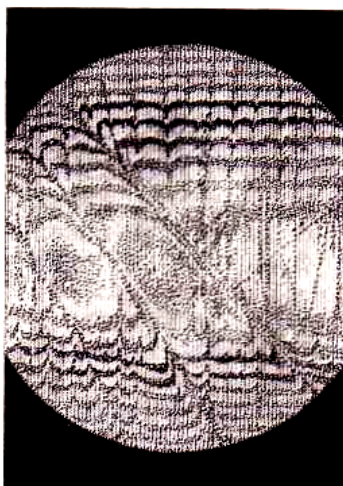


Рис. 9.2. Неровности цилиндрических объектов

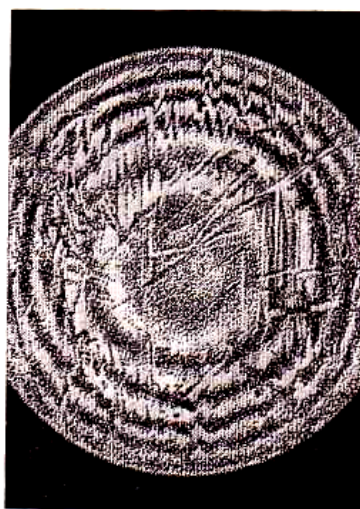


Рис. 9.3. Неровности сферических объектов

При измерении высоты неровности на цилиндрических деталях в поле зрения наблюдаются две системы интерференционных полос, расположенных симметрично относительно образующей цилиндра. При установке сферических объектов в поле зрения наблюдаются кольца. Вид поля зрения при установке цилиндрических объектов показан на рис. 9.2, сферических объектов – рис. 9.3.

9.9.2. Оптическая система

Оптическая схема микроинтерферометра показана на рис. 9.4. Нить лампы накаливания 1 проектируется коллектором 2 в плоскости апертурой диаграммы 3. В фокальной плоскости проекционного объектива 4 помещена полевая диаграмма 5, которая изображается объективом 4 в бесконечности.

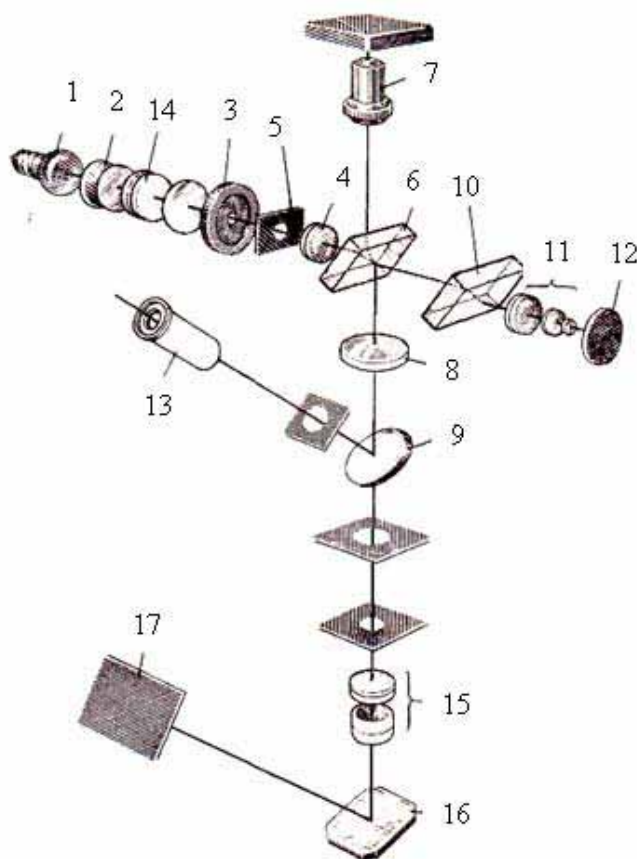


Рис. 9.4. Оптическая схема микроинтерферометра

После проекционного объектива параллельный пучок лучей попадает на разделительную пластинку 6, на одной стороне которой нанесено светоделительное покрытие. Разделительная пластинка делит падающий на нее пучок света пополам: одну половину она отражает, другую – пропускает.

Пучок лучей, отраженный от пластинки 6, собирается в фокусе объектива 7 на исследуемой поверхности, после отражения, от которой снова проходит через объектив 7, пластинку 6, и собирается в фокусе объектива 8, где наблюдается изображение исследуемой поверхности. Зеркало 9 направляет пучки лучей в визуальный тубус.

Второй пучок лучей, пройдя через разделительную пластинку *б*, падает на компенсатор *10*, после чего собирается в фокусе объектива *11* на эталонном зеркале *12*, отразившись от которого, снова проходит через объектив *11*, компенсатор *10* и падает на разделительную пластинку *б*. При этом часть лучей проходит через пластинку *б* и не участвует в образовании изображения, а другая часть лучей отражается от пластинки *б* и интерферирует с лучами первой ветви микроинтерферометра, образуя резкое изображение интерференционных полос в бесконечности. Это изображение объективом переносится в фокальную плоскость окуляра *13*.

Таким образом, изображения интерференционных полос и исследуемой поверхности получаются в фокальной плоскости окуляра и налагаются друг на друга.

При вынудом окуляре наблюдается два изображения апертурой диаграммы *3*, которые являются выходными зрачками системы; от их положения относительно друг друга зависят форма и положение полос, а так же интервал между полосами.

Для работы с монохроматическим светом, т. е. светом определенной длины волны, микроинтерферометр снабжен двумя интерференционными светофильтрами *14*, которые включаются и выключаются из хода лучей перемещением направляющей. Светофильтры отличаются друг от друга своими характеристиками.

При фотографировании зеркало *9* выключается из хода лучей, и свет, пройдя через голал *15* и отразившись от зеркала *16*, падает на поверхность матового стекла или фотопленку *17*.

9.2.3. Устройство микроинтерферометра

Микроинтерферометр МИИ-4 имеет круговое основание *18* (рис. 9.5), на котором может быть установлен фотоаппарат *19* или рамка *20* с матовым стеклом. К верхнему торцу основания привинчена полая цилиндрическая колонка *21*, на которой установлен предметный столик *22*. При помощи двух микрометрических винтов *23* столик можно перемещать в двух взаимно перпендикулярных направлениях, величину перемещения столика отсчитывают по шкалам барабанов винтов. Столик можно также поворачивать вокруг вертикальной оси и стопорить винтом *24*.

В колонке *21* под углом 70° к вертикальной оси расположен визуальный тубус *25*, в отверстие которого устанавливают прикладываемый к микроинтерферометру симметричный окуляр 15^x со шкалой или сеткой.

Для измерения величины искривления интерференционных полос на наружный диаметр тубуса вместо окуляра устанавливают винтовой окулярный микрометр *26* (МОВ-1-16^x).

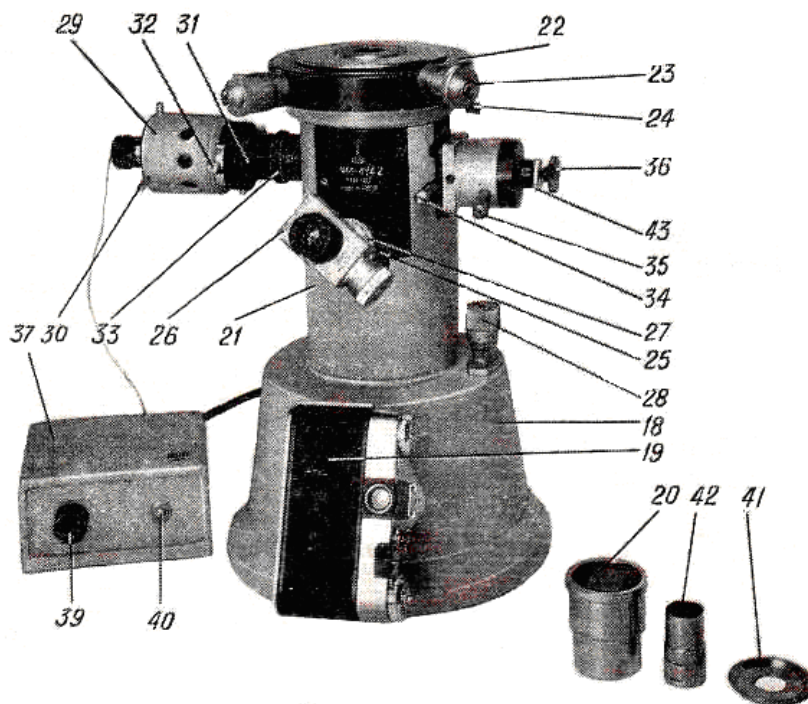


Рис. 9.5. Устройство микроинтерферометра

На тубусе имеется кольцо 27, вращением которого можно вводить в оптическую систему или выводить из нее зеркало 9 (рис. 9.4) визуального тубуса. При визуальном наблюдении на объект осуществляется перемещением интерференционной головки при вращении микрометрического винта 28 (рис. 9.5). Величина вертикального перемещения интерференционной головки может быть отсчитана по шкале барабана микрометрического винта.

Интерференционная головка укреплена на внутреннем стакане микроинтерферометра. Она состоит из левой и правой частей.

Левая часть головки включает в себя фонарь 29 с винтом 30 (для центрировки лампы) и трубу 31, в которую вмонтирована осветительная часть системы. В трубке установлена горизонтально выдвигающаяся пластинка 32 с тремя отверстиями. В двух крайних отверстиях этой пластинки закреплены светофильтры разных характеристик (зеленый или желтый) для получения монохроматического света, среднее отверстие, свободное, используется при работе в белом свете. Вращение кольца 33 с накаткой изменяется диаметр отверстия апертурой диаграммы (от $\frac{1}{1}$ до $\frac{1}{8}$ диаметра).

В среднюю часть интерференционной головки ввинчен объектив 7 (см. рис. 9.4). В корпусе средней части установлены разделительная пластинка 6 и компенсатор 10. Рукоятка 34 (см. рис. 9.5) служит для

включения шторке лучи не попадают в объектив 11 (см. рис. 9.4); в этом случае на микроинтерферометре можно работать как на металлографическом микроскопе. На торце рукоятки 34 (см. рис. 5) нанесена стрелка, указывающая положение шторки.

В правой части головки установлены объектив 11 (см. рис. 9.4) и эталонной зеркало 12. Эта часть имеет устройство для изменения ширины и направления интерференционных полос. Ширина полос изменяется вращением винта 35 (см. рис. 9.5) вокруг его оси. Изменение направления полос производится этим же винтом путем вращения его вокруг оси интерференционной головки. Винт 36 служит для смещения интерференционных полос в поле зрения микроскопа.

9.3. Порядок выполнения работы

9.3.1. Настройка микроинтерферометра

Включите лампу и положите на столик микроинтерферометра объективом исследуемой поверхности вниз (к объективу). При изменении высоты неровностей на вогнутых сферических поверхностях на предметный столик необходимо установить вкладыш 41.

Произведите настройку освещения, для чего перемещение патрона установите нить лампы так, чтобы ее изображение было резко видно в зрачке объектива; изображение нити лампы и зрачка объектива хорошо видны при вынутом окуляре; с помощью центрировочных винтов 30 отцентрируйте изображение нити лампы относительно зрачка объектива, апертурная диаграмма при этом должна быть полностью открыта.

Поворотом винта 35 вокруг оси интерференционной головки установите интерференционные полосы перпендикулярно к штрихам на исследуемой поверхности.

9.3.2. Определение высоты неровности

Измерение глубины канала (следов от инструмента) можно произвести двумя способами: на глаз и с помощью винтового окулярного микрометра.

При правильной нагрузке микроинтерферометра в его поле зрения должны быть видны одновременно исследуемая поверхность и интерференционные полосы, изогнутые в местах, где проходят канавки или царапины, причем интерференционные полосы должны быть ориентированы перпендикулярно к направлению царапин или рисок.

При измерении глубины царапины или риски на глаз следует определить, на какую долю интервала между полосами или на сколько интервалов изгибается полоса в месте прохождения царапины.

При работе с белым светом глубина царапины или риски определяется по следующей формуле:

$$H = 0,27\Delta N\mu m, \quad (9.7)$$

при работе с монохроматическим светом – по формуле

$$H = \frac{1}{2}\lambda\Delta n\mu m, \quad (9.8)$$

где H – глубина канавки; ΔN – величина изгиба полосы в долях интервала; λ – длина волны света, указанная в паспорте.

Для измерения с помощью винтового окулярного микрометра МОВ-1-16^x следует установить его на тубус микроинтерферометра до упора, затем повернуть так, чтобы она из нитей перекрестия совпала с направлением интерференционных полос, а другая – с направлением царапин на исследуемой поверхности (рис. 9.6). После этого закрепить винтовой окулярный микрометр зажимным винтом.

Для определения величины неровности необходимо измерить величину интервала между полосами, величину изгиба полос и вычислить высоту неровности.

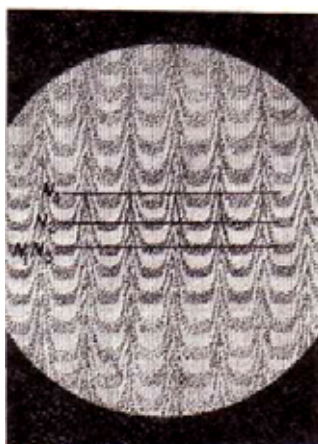


Рис. 9.6. Изображение интерференционных полос

а) Измерение величины интервала между полосами

Величина интервала между полосами выражается числом делений шкалы барабана окулярного микрометра. Для большей точности измерения наводку нити перекрестия сетки окулярного микрометра лучше всего производить по середине, а не по краю полосы.

На рис. 9.7 показан вид узкой полосы поля зрения микроинтерферометра в увеличенном масштабе и указанного правильное расположение горизонтального штриха перекрестия винтового окулярного микрометра при измерении.

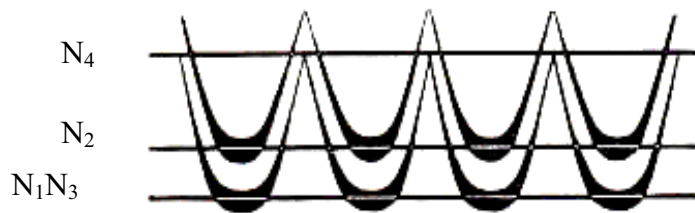


Рис. 9.7. Вид узкой полосы поля зрения микроинтерферометра

Первый отсчет N_1 производится по шкалам винтового окулярного микрометра при совмещении одной из нитей перекрестия подвижной сетки с серединой полосы; затем совмещают эту же нить перекрестия с серединой следующей полосы или, в случае работы с монохроматическим светом, с серединой какой-либо другой полосы и получают второй отсчет N_2 ; при этом необходимо заменить число интервалов n между полосами.

б) Измерение величины изгиба полос

Величину изгиба полос также выражают в делениях шкалы барабана винтового окулярного микрометра.

Одну из нитей перекрестия сетки микрометра совмещают серединой полосы и по шкалам окулярного микрометра снимают отсчет N_3 . Затем нить перекрестия совмещают с серединой той же полосы в месте изгиба и получают второй отсчет N_4 .

Величина изгиба полосы в долях интервала между полосами выражается формулой

$$\Delta N = \frac{N_3 - N_4}{N_1 - N_2} n \quad (9.9)$$

в) Вычисление высоты неровности

При работе в белом свете искривление в одну интерференционную полосу соответствует высоте неровности на исследуемой поверхности, равной 0,27 мкм. В таком случае высота неровности H в микрометрах вычисляется по формуле

$$H = 0,27 \frac{N_3 - N_4}{N_1 - N_2} n \quad (9.10)$$

где N_1 – первый отсчет при измерении интервала между полосами; N_2 – первый отсчет при измерении интервала между полосами; N_3 – первый отсчет при измерении величины изгиба полосы; N_4 – второй отсчет при измерении величины изгиба полосы; n – число интервалов между полосами.

9.3.3. Влияние деформации на рельеф поверхности стали, насыщенной водородом

В качестве примера практического использования микроинтерферометра Линника приведены результаты исследования образцов ферритной нержавеющей стали 12Х18Н10Т. Для этого образцы перед насыщением электролитически полировали в растворе $\text{H}_3\text{PO}_4(80\%) + \text{CrO}_3(13\%) + \text{H}_2\text{O}$ (катод – нержавеющая сталь) и отжигали в вакууме при 1000°C в течение 30 минут (с охлаждением в печи). Водород в сталь вводили электролитически из 1 М раствора $\text{LiOH}+\text{H}_2\text{O}$ при плотности тока $0,5 \text{ A}/\text{cm}^2$ в течение 2 часов. Затем образцы подвергали деформации (растяжению) 1, 2, 6 и 10 %. Для исследований использовали металлографический микроскоп РВ-21 и микроинтерферометр Линника МИИ-4.

На рис. 9.8–9.10 (слева) показаны микрофотографии поверхности образцов стали 12Х18Н10Т и рельеф (топография) поверхности, измеренные с помощью интерферометра, для тех же образцов (на фотографиях справа).

После 2 % пластической деформации на поверхности зерен металла появляются следы скольжения (рис. 9.9, а, 9.10, а). Кроме того, интерференционная картина показывает значительное изменение рельефа поверхности материала. Как видно при сравнении интерференционных картин, приведенных на рис. 9.9, б и 9.10, б, разница между насыщенным водородом образцом и образцом без водорода, заключается в более сильном изменении рельефа поверхности наводороженного образца после деформации.

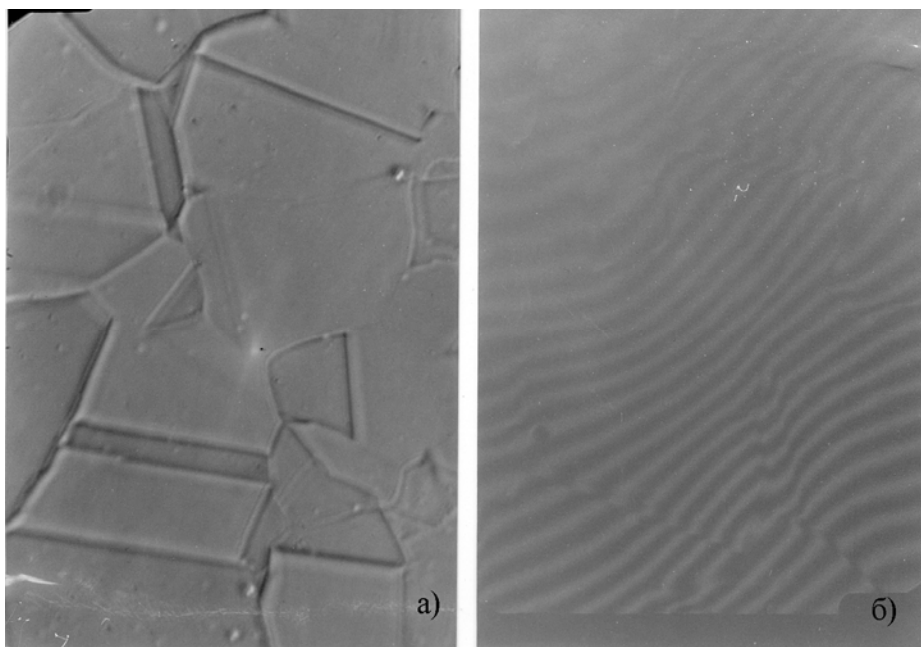
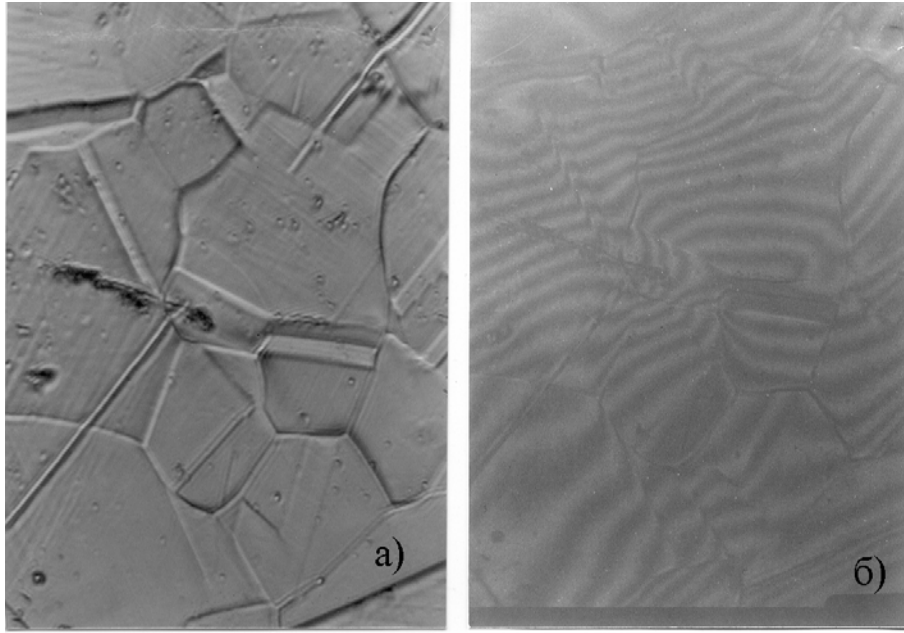
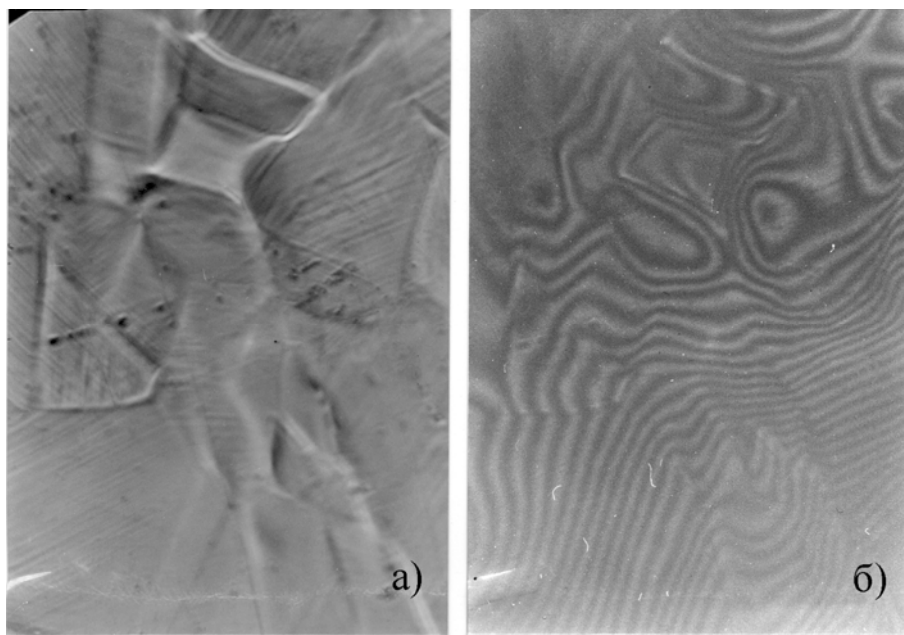


Рис. 9.8. Микрофотография поверхности образцов стали 12Х18Н10Т (а) и рельеф поверхности, измеренный с помощью микроинтерферометра (б).
Сталь 12Х18Н10Т, исходный образец. Увеличение 500



*Рис. 9.9. Микрофотография поверхности образцов стали 12X18H10T (а) и рельеф поверхности, полученный с помощью микроинтерферометра (б).
Сталь 12X18H10T, деформация 2%, без насыщения H. Увеличение 500*



*Рис. 9.10. Микрофотография поверхности образцов стали 12X18H10T (а) и рельеф поверхности, полученный с помощью микроинтерферометра (б).
Сталь 12X18H10T, деформация 2%. Образец насыщен водородом электролитически из 1 M раствора LiOH+H₂O при плотности тока 0,5 А/см².
Время насыщения – 2 часа. Увеличение 500*

Исследование рельефа поверхности нержавеющей стали с помощью микроинтерферометра показало, что использование интерферен-

ционной микроскопии имеет хорошую перспективу для проведения количественного анализа поверхности, вызванного внедрением водорода. Установлено, что насыщение металла водородом перед деформацией приводит к увеличению степени деформации рельефа поверхности.

9.4. Экспериментальная часть

Задания

1. Изучить принцип работы и устройство микроинтерферометра Линника МИИ-4. Научиться проводить измерения на интерферометре.
2. Научиться настраивать микроинтерферометр Линника.
3. Измерить высоту неровности для имеющихся трех образцов, для этого:
 - а) Измерить величину интервала между полосами;
 - б) Измерить величину изгиба полос;
 - в) Вычислить высоту неровности.
4. Сравнить значения измеренных высот неровности и сделать вывод.

Порядок выполнения работы

1. Включить тумблер сетевого питания в положение «вкл». При включении должна загореться лампочка. После этого приступить к исследованию поверхности.
2. На предметный столик положить исследуемый образец, с помощью двух микрометрических винтов переместить столик в нужное положение.
3. Убедиться, что появилось изображение поверхности исследуемого образца, при расплывчатом изображении необходимо настроить микроскоп.
4. Вычислить высоту неровности для каждого из образцов. (исходный образец, деформированный, деформированный и насыщенный)
5. Зарисовать полученные изображения поверхности.
6. Измерения провести для желтого и зеленого фильтров.
7. По окончании измерений тумблер переключить в положение выключено, выключить вилку из розетки сети, убрать образцы с предметного столика.
8. Сравнить высоты неровностей для каждого из образцов и сделать вывод.

9.5. Контрольные вопросы

1. Опишите принцип работы микроинтерферометра Линника.
2. Что в микроинтерферометре используется в качестве разделяющей системы?

3. Рассказать о разности хода интерферирующих лучей. Когда получается темная полоса, а когда светлая.
4. От чего зависят форма интерференционных полос, направление и интервал между ними?
5. Написать формулу для определения интервала между полосами.
6. Рассказать об оптической системе микроинтерферометра.
7. Перечислить основные части устройства микроинтерферометра.
8. Порядок определения высоты неровности.
9. Чем отличаются рисунки поверхности, полученные для желтого и зеленого фильтров.
10. Проанализировать экспериментальные результаты.

9.6. Литература

1. Чернов И.П., Черданцев Ю.П., Тюрин Ю.И.. Методы исследования систем металл-водород. – М.: Энергоатомиздат; Томск: STT, 2004. – 270 с.
2. Тюрин Ю.И., Чернов И.П., Крючков Ю.Ю. Физика. Ч. 3. Оптика. Квантовая физика: Учебное пособие для технических университетов. – Томск: Изд-во Том. ун-та, 2005. – 740 с.

10. ВЛИЯНИЕ ВОДОРОДА НА ЭЛЕКТРОСОПРОТИВЛЕНИЕ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Цель работы: ознакомление с методикой определения электросопротивления металлов и сплавов, измерение зависимости электросопротивления от концентрации водорода в металле.

10.1. Теоретическая часть

Электросопротивление металлов является структурно-чувствительным параметром. Экспериментальные исследования показывают, что весьма небольшие изменения в структуре металлов, обусловленные, например, наличием точечных дефектов или дислокаций, приводят к заметным изменениям величины электросопротивления. Электросопротивление весьма чувствительно также к наличию в металлах атомов примесей (в том числе, атомов водорода). Заметно меняется оно и при изменении фазового состава материалов, в частности, в условиях термического и деформационного старения. В связи с этим прецизионное измерение электросопротивления является весьма эффективным макроскопическим методом изучения структурного состояния металлов.

10.1. Электропроводность

10.1.1. Закон Ома

В соответствии с законом Ома электропроводность определяется соотношением

$$E = IV, \quad (10.1)$$

где I – сила тока, V – разность потенциалов; удельная электропроводность – выражением

$$\sigma = L_0 E / \delta, \quad (10.2)$$

где L_0 – длина, E – электропроводность, δ – сечение проводника.

Исходя из соотношений (10.1) и (10.2), сопротивление R и удельное сопротивление ρ , соответственно, равны:

$$R = V / I; \quad \rho = \delta R / L_0 \quad (10.3)$$

Иногда для сопоставления значений электрического сопротивления или электропроводности различных металлов кубической системы и псевдоизотропных некубических кристаллов используют атомное электрическое сопротивление

$$R_A = \rho / V_M^{1/3} = \rho / (M_A / D)^{1/3}, \quad (10.4)$$

где V_M – молярный объем. M_A – атомная масса, D – плотность, или атомную электропроводимость E_A .

10.1.2. Зависимость электрического сопротивления от кристаллографического направления

Вследствие анизотропии свойств металлов с гекса-, тетра- и тригональной решетками их электрическое сопротивление зависит от направления в кристалле. Его величина в направлении под углом φ_0 к главной оси кристалла ρ_{φ_0} определяется выражением

$$\rho_{\varphi_0} = \rho_{\perp} + (\rho_{\parallel} - \rho_{\perp}) \cos^2 \varphi_0, \quad (10.5)$$

где ρ_{\perp} и ρ_{\parallel} – удельное электрическое сопротивление, измеренное соответственно перпендикулярно и параллельно главной кристаллографической оси.

Среднее значение удельного электрического сопротивления для подобных кристаллов $\bar{\rho}$ находится из соотношения:

$$\frac{1}{3} \left(\frac{1}{\rho_{\parallel}} + \frac{2}{\rho_{\perp}} \right). \quad (1.6)$$

Для поликристаллических материалов указанные выше соотношения выполняются только внутри каждого из зерен. Анизотропия электрических свойств в макрообъеме металла может быть вызвана только наличием осевой текстуры.

10.1.3. Зависимость электрического сопротивления металлов от температуры

Электрическое сопротивление металлов изменяется пропорционально температуре, а при низких температурах – пропорционально температуре в пятой степени. Во многих металлах при криогенных (гелиевых) температурах электрическое сопротивление практически становится равным нулю (явление сверхпроводимости здесь не рассматривается).

В диапазоне средних и высоких температур характеристикой температурной зависимости электрического сопротивления является температурный коэффициент электрического сопротивления

$$\alpha = \frac{1}{\rho_1} \frac{\rho_2 - \rho_1}{T_2 - T_1} = \frac{1}{\rho_1} \frac{d\rho}{\rho_1 dT}, \quad (1.7)$$

где ρ_1 и ρ_2 – удельное электрическое сопротивление материала при температурах T_1 и T_2 соответственно. Для большинства металлов вблизи 290 К величина $\alpha \approx 4 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$.

Для изотропных металлов температурная зависимость электрического сопротивления в диапазоне $0,2 < T / \Theta_D < 1,2$ вполне удовлетворительно описывается соотношением $R_T / R_0 = 1,17T / \Theta_D - 0,17$.

Остаточное электрическое сопротивление ρ_0 определяется наличием в кристаллической решетке атомов примеси и дефектов, поэтому на практике отношением $\rho_{290} / \rho_{4,2}$ (удельного электрического сопротивления при 290 К и 4,2 К соответственно) часто пользуются как мера чистоты металла. В нашем случае температура является фактором, влияющим на погрешность измерений.

10.1.4. Влияние структурных изменений на электрическое сопротивление

При фазовых превращениях, протекании процессов упорядочения и разупорядочения ход зависимости электрического сопротивления от температуры существенно отклоняется от обычного, что позволяет надежно устанавливать значения сопровождающего эти процессы изменения электрического сопротивления и температурные диапазоны их протекания.

10.1.5. Влияние деформации на электрическое сопротивление

Упругая деформация

В упругодеформированном состоянии продольный коэффициент электрического сопротивления $\alpha_{||}$ (параллельно приложенной нагрузке на единицу площади F_1) определяется выражением:

$$\alpha_{||} = \frac{1}{\rho} \frac{\partial \rho}{\partial F_1} = \frac{1}{R} \frac{\partial R_1}{\partial F_1} - \frac{1 + 2\mu'}{E_0}, \quad (1.8)$$

а поперечный коэффициент электрического сопротивления α_{\perp} (перпендикулярно приложенной нагрузке на единицу площади F_2) – выражением:

$$\alpha_{\perp} = \frac{1}{\rho} \frac{\partial \rho}{\partial F_2} = \frac{1}{R} \frac{\partial R_1}{\partial F_2} - \frac{1}{E_0} \quad (1.9)$$

В этих формулах E_0 – модуль упругости, а μ' – коэффициент Пуассона.

В табл. 1 представлены значения $\alpha_{||}$ и α_{\perp} ряда металлов. Там же приведены значения прироста удельного электрического сопротивления этих металлов после 10 % деформации растяжением при 90 К и 273 К. Значения $\Delta\rho / \rho$ при 90 К выше, чем при 273 К, вследствие более высоких скоростей протекания процессов возврата при 273 К и более быстрого отжига дефектов.

Таблица 1

Коэффициенты электрического сопротивления металлов под растягивающей нагрузкой и относительное изменение удельного электрического сопротивления при 10 % растяжении

Металл	$(1/E_0) \cdot 10^{10}$	μ'	$\alpha_{ } 10^{10} \text{ Па}^{-1}$	$\alpha_{\perp} 10^{10} \text{ Па}^{-1}$	$\Delta\rho / \rho 10^2$ при T, K	
					273	90
Медь	0,81	0,34	1,75	-2,4	0,55	3,9
Серебро	1,26	0,38	2,86	-0,04	0,5	4,2
Золото	1,25	0,42	3,878	-4,9	0,75	3,2
Железо	0,48	0,28	1,42	0,54	0,3	–
Палладий	0,89	0,39	1,37	0,51	–	–
Платина	0,59	0,39	1,78	0,30 (0,78)	–	3,1

Примечания: Без скобок приведены значения α_{\perp} в направлении, параллельном прокатке, в скобках – перпендикулярном ей.

10.1.6. Пластическая деформация

Электрическое сопротивление металла, в результате пластической деформации увеличивается, поскольку при этом в металл вводятся дефекты кристаллического строения – вакансии, дислокации и т. д. При термообработке в деформированных металлах протекают процессы возврата и рекристаллизации, способствующие понижению электрического сопротивления вследствие отжига дефектов. Для некоторых металлов (медь, серебро, золото, алюминий и др.) частичный отжиг дефектов осуществляется уже при температурах, близких к комнатной. В связи с этим влияние деформации на электрическое сопротивление этих металлов (деформирование и измерение) исследуется при низких и криогенных температурах. В табл. 2 показано влияние деформации на электрическое сопротивление некоторых металлов путем сопоставления значений удельного электрического сопротивления деформированных и рекристаллизованных металлов.

Зависимость электрического сопротивления от степени деформации ϵ_d определяется эмпирически и для каждого металла индивидуально. Так, для меди $\Delta\rho = a\epsilon_d^k$ где $a \approx 0,1 \cdot 10^{-8}$ Ом·м, $k \approx 1,3$, а степень деформации ϵ_d выражается в процентах. Однако для монокристаллов меди эти параметры имеют другие значения ($a \approx 0,01 \cdot 10^{-8}$ Ом·м, $k \approx 1,8$).

Таблица 2

Удельное электрическое сопротивление деформированных (1) и рекристаллизованных (2) металлов

Металл	$\epsilon_d, \%$	Температура рекристаллизационного отжига, К	$\rho \cdot 10^8 \text{ Ом} \cdot \text{м}$	
			1	2
Медь	80	423	1,80	1,75
Серебро	90	423	1,80	1,72
Золото	90	423	2,50	2,41
Алюминий	75	473	2,81	2,79
Молибден	> 60	~ 1070	6,50	6,30
Вольфрам	> 60	~ 1270	6,75	6,15
Палладий	> 75	723	11,19	11,17
Платина	> 75	648	11,06	11,01

10.1.7. Влияние дефектов решетки на электрическое сопротивление металлов

Точечные дефекты

Для меди и никеля получены следующие оценки величины приращения электросопротивления, обусловленного присутствием вакансий: рост концентрации вакансий на 1 % приводит к приращению сопротивления на 1,2 мкОм·см для меди и на 40 мкОм·см для никеля. В оценках вклада междоузельных атомов в сопротивление металлов есть существенное расхождение: они лежат между 0,75 и 11,5 мкОм·см на 1 % междоузельных атомов. Для оценок дополнительного сопротивления, возникающего за счет изолированных вакансий в металлах, обычно используют величину $(2,4 \pm 0,4)$ мкОм·см на 1 % вакансий. Дефекты упаковки дают $(1,8 \pm 0,3)10^{13} \beta \text{ Ом} \cdot \text{см}^2$, где β – полная концентрация дефектов упаковки во всех плоскостях решетки, см^{-1} . Для Cu, Ag, Au электросопротивление повышается примерно на $2 \cdot 10^{-8} \text{ Ом} \cdot \text{м}$ на каждый процент дефектов, как вакансий, так и междоузельных атомов.

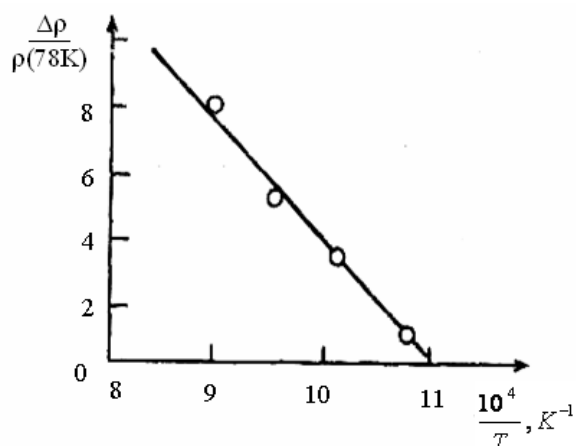


Рис. 10.1. Зависимость приращения электросопротивления от температуры закалки для золота

Неравновесная концентрация вакансий, созданная закалкой металла от высоких температур, повышает электросопротивление. На рис. 10.1 приведена зависимость приращения электросопротивления от температуры закалки для золота. На рис. 10.2 представлена кинетика отжига вакансий, полученных закалкой от высоких температур в меди. Отжиг вакансий в меди происходит уже при температурах порядка 30 К.

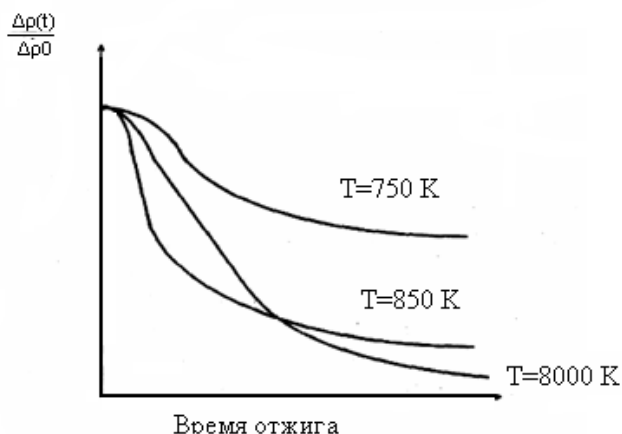


Рис. 10.2. Кинетика уменьшения электросопротивления меди, закаленной при разных температурах

Дислокации

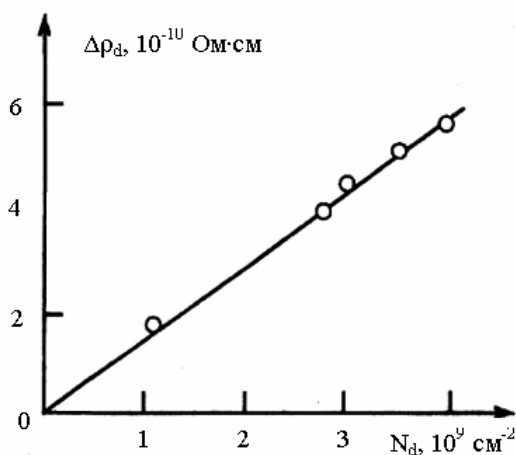


Рис. 10.3. Зависимость остаточного электросопротивления, связанного с дислокациями, в алюминии чистой 99,96 %, измеренная при $T = 4,2 \text{ K}$, от плотности дислокаций

Из экспериментальных данных найдено электросопротивление, связанное с дислокациями. В эксперименте использовалась алюминиевая фольга толщиной 100 мкм, пригодная для изучения структуры в просвечивающем электронном микроскопе. После малых деформаций (до 10 %) растяжением измерялось электросопротивление, и с помощью

методов электронной микроскопии определялась плотность дислокаций. Зависимость электросопротивления, связанного с дислокациями, от их плотности приведена на рис. 10.3.

Проведенный эксперимент показал, что зависимость $\Delta\rho_d(N_d)$ линейная, а величина $\Delta\rho_d/N_d$ не зависит от плотности дислокаций и их распределения (при плотности дислокаций не выше $4 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$). Измерения $\Delta\rho_d$ при температурах 4,2 К и 70 К показали, что эта величина зависит от температуры: $\Delta\rho_d/N_d = 1,8 \cdot 10^{-19} \text{ Ом} \cdot \text{см}^3$ при $T = 4,2 \text{ К}$, $\Delta\rho_d/N_d = -2,9 \cdot 10^{-19} \text{ Ом} \cdot \text{см}^3$ при $T = 70 \text{ К}$. Сопротивление, связанное с плотностью дислокаций N_d в меди составляет $\Delta\rho_d/N_d \sim 2,3 \cdot 10^{-19} \text{ Ом} \cdot \text{см}^3$. Таким образом, дислокации влияют не только на величину электросопротивления металла, но и изменяют зависимость электросопротивления от температуры (рис. 10.4, 10.5).

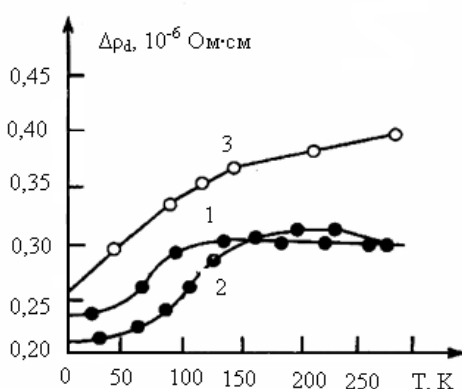


Рис. 10.4. Зависимость электросопротивления $\Delta\rho_d$ от температуры для деформированной меди (1), золота (2) и серебра (3)

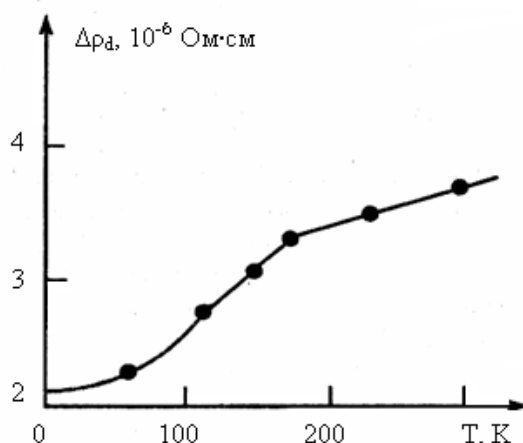


Рис. 10.5. Зависимость электросопротивления от температуры. Плотность дислокаций $N_d = 2 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$

Границы зерен

Электросопротивление, связанное с границами зерен, изучалось первоначально на поликристаллах, в которых присутствуют границы зерен с разными разориентировками. Такие эксперименты дают усредненное значение электросопротивления границ. На рисунке 10.6 приведена зависимость электросопротивления меди, связанного с границами от их общей площади. Найденное таким образом сопротивление границ зерен равно $(4,8 \pm 0,3)10^{-11}$ Ом*см/мм²/мм³. Остаточное электросопротивление, связанное с отдельной границей зерна, на бикристаллах алюминия в зависимости от типа границ зерен, находилось в пределах: от $2 \cdot 10^{-12}$ Ом*см² (для малоугловой границы) до $4 \cdot 10^{12}$ Ом*см² для большеугловой границы зерна. Было показано, что электросопротивление зависит от типа границы и угла ее разворота ω . Удельное сопротивление специальной границы ρ_{gh} выражается уравнением:

$$\rho_{gh} = A \sin(\theta / 2) + B \sin(\varphi / 2) \quad (10.15)$$

где θ – угол наклона, φ – угол поворота, A и B зависят от типа границы.

Для когерентных двойниковых границ ($\Sigma=3$, где Σ^{-1} – доля совпадающих узлов в модели решетки совпадающих узлов, используемой для описания специальных границ зерен) было получено значение $\rho_{gh} = 1,5 \cdot 10^{-17}$ Ом*м². Вклад границ зерен с площадью 1 см² в электросопротивление металлов – составляет величину порядка 10^{-14} Ом*м² в обычных металлах и порядка 10^{-12} Ом*м² в металлах с содержанием примесей 10^{-3} .

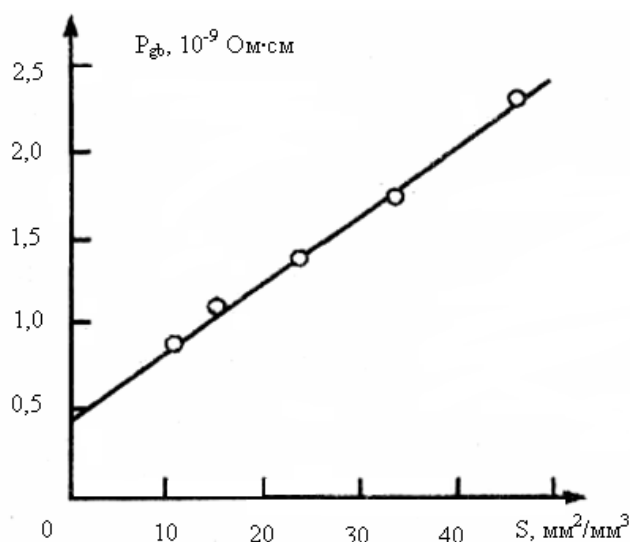


Рис. 10.6. Остаточное сопротивление меди (чистотой 99,999 %), измеренное при $T=4,2$ К от суммарной площади границ зерен

Влияние концентрации водорода на электросопротивление металлов

Растворение водорода в металлах может существенно влиять на их остаточное удельное сопротивление ρ_0 в силу возникновения больших упругих напряжений, формирования широкой гаммы несовершенств различного рода, а в ряде случаев и образования макровыделений новой фазы. Кроме того, атомы водорода, неупорядоченно заселяющие часть междоузлий кристалла, с одной стороны, являясь источником несовершенств решетки, увеличивают остаточное сопротивление, а с другой – меняя электронный спектр и магнитную структуру, могут приводить и к уменьшению ρ_0 (например, в силу понижения $N(E_F)$ и подавления спиновых флуктуации). Таким образом, влияние водорода на ρ_0 весьма многогранно и его в общем виде вряд ли уместно обсуждать. Поэтому в последующем изложении в основном будут рассмотрены данные о зависимости ρ_0 от содержания водорода, полученные лишь в условиях пренебрежимо малого искажения равновесной атомной структуры растворителя.

Одним из наиболее подробно изученных и удобных для обсуждения влияния водорода на ρ_0 объектов являются β -гидриды палладия (а также твердые растворы на их основе), отличающиеся достаточно широкими концентрационными пределами гомогенности. С ростом содержания водорода остаточное сопротивление сплавов Pd–H меняется по экстремальному закону. Это видно из данных табл. 3 об относительном сопротивлении

$$r = R(\text{Pd} - \text{H})/R(\text{Pd}) \quad (10.16)$$

при 4,2 К.

Таблица 3

$n(\text{H})$	0	0,49	0,58	0,67	0,74	0,89
r	1,0	8,8	14,2	20,3	21,2	14,8

Подобного рода зависимость является естественным следствием «исправления» периодичности решетки как при $n \rightarrow 1$, так и при $n \rightarrow 0$, а, следовательно, говорит и об определяющей роли рассеяния электронов проводимости на структурных дефектах.

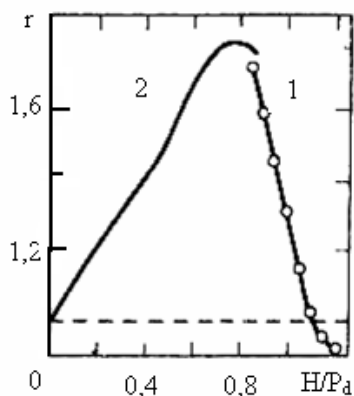


Рис. 10.7. Влияние концентрации водорода в сплавах Pd–H на их относительное электросопротивление при $T = 298 \text{ К}$

10.1.8. Эффект Кондо

Уже примерно полвека назад было установлено, что температурные зависимости различных кинетических характеристик нормальных и благородных металлов в области низких температур обнаруживают аномальные особенности. В частности, в ряде случаев их электросопротивление при понижении температуры существенно возрастает. Тщательные исследования показали, что это обусловлено присутствием в рассматриваемых металлах весьма небольших количеств парамагнитных примесей. В случае же понижения их содержания указанный эффект ослабевает, смещается в область более низких температур и постепенно исчезает. Механизм эффекта долгие годы оставался неясным и лишь в работе Кондо получил надлежащее объяснение. Это удалось сделать в результате анализа особенностей процесса рассеяния электронов на парамагнитных примесях за счет спин-спинового взаимодействия во втором борновском приближении. Как известно, в первом борновском приближении спиновая часть взаимодействия электрона с парамагнитной примесью вносит в электросопротивление дополнительный вклад, не зависящий от температуры. Однако рассеяние электрона за счет спин-спинового взаимодействия во втором борновском приближении приводит к появлению логарифмически зависящего от температуры вклада.

10.1.9. Электрон-фононное рассеяние

Изучение политерм электросопротивления твердых растворов водорода в металлах, в которых не обнаруживаются ранее рассмотренные низкотемпературные аномалии, является одним из путей получения важной экспериментальной информации о механизмах рассеяния электронов проводимости и, в частности, роли в них электрон-фононного рассеяния на оптических и акустических колебаниях. Кроме того, полученные при этом сведения могут быть с успехом использованы для оценки как дебаевской, так и эйнштейновской температур сплавов Me-H(D), а также для установления влияния водорода на их электронную структуру.

Для примера рассмотрим результаты исследование влияния водорода на удельное электросопротивление сплавов Pd-H. Как видно из данных, приведенных на рис. 10.8, эквивалентный β -гидрид палладия обладает в области низких температур ($T < 100$ K) существенно меньшим электросопротивлением, чем чистый палладий (отношение ρ_{Pd}/ρ_{Pd-H} существенно увеличивается с понижением температуры). Это обусловлено прежде всего тем, что электроны растворяющихся в решетке металла атомов водорода заполняют d -дырки в электронном спектре и существенно снижают роль s - d -рассеяния электронов проводимости. В этих условиях электросопротивление сплава в основном определяется рас-

сеянием электронов проводимости на акустических фононах (рис. 10.8, кривая 1). С повышением же температуры (при $T > 100$ К) происходит возбуждение оптической моды и роль рассеяния носителей на колебаниях внедренных атомов резко усиливается (рис. 10.8, кривая 2). При этом можно полагать, что электросопротивление β -фазы гидрида палладия в широком интервале температур определяется суммой вкладов (рис. 10.8, кривая 3), обусловленных рассеянием на акустических и оптических фононах, первый из которых доминирует при достаточно низких температурах и описывается дебаевской моделью, в то время как второй – эйнштейновской моделью.

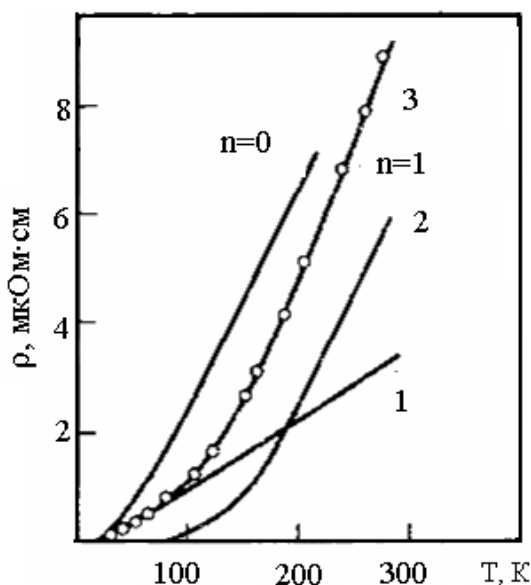


Рис. 10.8. Температурная зависимость удельного электросопротивления палладия и его гидрида, а также вкладов рассеяния на акустических и оптических фононах (о – эксперимент, сплошные кривые – расчет)

10.2. Приборы и оборудования

Назначение прибора

Автоматический программируемый измеритель LCR WK4265/4270 используется для проведения высокоточных измерений значений сопротивления, емкости и индуктивности. Базовая погрешность измерений равна 0,1 %. Измеритель обладает функциями автоматического выбора диапазона и режима измерений. Это помогает выполнять измерения быстро и точно и проводить диагностику широкого диапазона пассивных компонентов электрических схем.

10.2.1. Технические характеристики и спецификации

Технические характеристики WK 4265

Значения характеристик, выражены в числовой форме, с указанием пределов погрешности гарантируются производителем. Указанные числовые значения без приведенных пределов погрешностей показывают, что они являются номинально ожидаемым средним значением по группе идентичных приборов. Характеристики действительны после самопрогрева инструмента в течение 30 мин.

Измеряемые параметры

Сопротивление R , емкость C , индуктивность L , добротность Q , диэлектрические потери D , импеданс Z , фазовый угол Φ , напряжение на измеряемом объекте V_x , сила тока через измеряемый объект I_x .

Режимы цепи

Параллельное или последовательное включение.

Тестовые частоты

Постоянный ток (прибор с блоком DC), 50, 60, 100, 120 Гц, 200 Гц – 20 кГц с шагом 100 Гц, 100 кГц.

Частоты для режима FAST: 200 Гц – 20 кГц с шагом 200 Гц, 100 кГц.

Пределы погрешности установки частоты: $\pm 0,01\%$, кроме частот 10,9 кГц. Для этой частот погрешность установки составит $\pm 0,033\%$.

Источник тестового сигнала переменного напряжения

Уровень напряжения (среднеквадратическое значение):

- | | |
|--|--------------------|
| 1. В при внутреннем сопротивлении 100 Ом | Нормальный уровень |
| 2. В при 400 Ом | Высокий уровень |
| 50 мВ при 100 Ом | Низкий уровень |

Пределы погрешности установки напряжения: $\pm(2\%)$ для частот не более 20 кГц, $\pm(10\%)$ для частоты 100 кГц. Погрешность внутреннего сопротивления $\pm 1\%$

Источник тестового сигнала постоянного напряжения

В при внутреннем сопротивлении 100 Ом

В при 400 Ом

0,3 В при 100 Ом

Нормальный уровень

Высокий уровень

Низкий уровень

Пределы погрешности установки напряжения: $\pm(4\%)$. Погрешность внутреннего сопротивления $\pm 1\%$

Источник внутреннего постоянного смещения (для конденсаторов или других непроводящих объектов измерения)

Напряжение: 2 В.

Пределы погрешности установки напряжения: $\pm(5\%)$,

Время заряда конденсатора:

- $14 \text{ мс} \cdot (0,6 + 0,01 \cdot C/1 \text{ мФ})$, для напряжений более 1,6 В или менее 0,4 В.
- 60 мс для конденсаторов с емкостью менее 270 мкФ
- $2,3 \cdot 10^{-4} \text{ с} \cdot C/1 \text{ мкФ}$ для емкостей более 270 мкФ и напряжений, превышающих 95 % от конечного напряжения.

Источник внешнего постоянного смещения (для конденсаторов или других непроводящих объектов измерения)

Напряжение: 0–40 В через внутреннее сопротивление 2 кОм.

10.2.2. Порядок работы с прибором

Принципы выполнения измерений

Для измерения характеристик компонентов используется определение значений тока и напряжения. Измеренные для компонента значения тока и напряжения преобразуются в цифровую форму. На основании этих значений процессор рассчитывает электрические характеристики компонента. В соответствии с текущими настройками на дисплее измерителя могут отображаться различные параметры измеряемого компонента. В режиме «АUTO» или при нажатии кнопки [SER/PAR] в режиме «АUTO» на дисплее отображаются основной и вторичные параметры компонента (сопротивление, емкость или индуктивность). Кроме того, с помощью специальных кнопок на дисплее можно вызвать значения коэффициента добротности Q , коэффициента диэлектрических потерь D , импеданса Z , фазового угла Φ , напряжения V_x и силы тока I_x .

Каждый цикл измерений длится приблизительно 0,5 секунды. Если используется тестовый сигнал переменного тока, то в каждом цикле измерений выполняется семь независимых измерений, на основании которых вычисляется окончательный результат измерений, который и выводится на дисплей. Эти измерения включают в себя:

1. Измерение напряжения при фазе 0° и выбор значения внутреннего коэффициента усиления.
2. Измерение напряжения при фазе 90° .
3. Измерение опорного значения при фазе 0° .
Если коэффициент усиления >1 :
 1. Измерение опорного значения при фазе 90° .
 2. Измерение силы тока при фазе 0° .
 3. Измерение силы тока при фазе 90° .
 4. Измерение опорного значения при фазе 0° .

Если коэффициент усиления = 1:

1. Измерение силы тока при фазе 0° .
2. Измерение силы тока при фазе 90° .
3. Измерение опорного значения при фазе 0° .
4. Измерение опорного значения при фазе 90° .

Результаты этих семи измерений сохраняются в памяти до окончания цикла измерений. После этого микропроцессор рассчитывает на их основе значения эквивалентного последовательного сопротивления R_s , эквивалентной последовательной реактивности X_s и коэффициента добротности $Q = X/R_s$ для измеряемого компонента. В режиме «АУТО» микропроцессор автоматически определяет, какой из параметров является основным, рассчитывает его значение и выводит его на дисплее в первой строке вместе с символом эквивалентной цепи. Если отображение какого-либо параметра выбрано вручную, то рассчитывается и отображается в первой строке дисплея именно этот параметр. При начале следующего цикла измерений все вышеупомянутые семь измерений повторяются вновь.

Резисторы

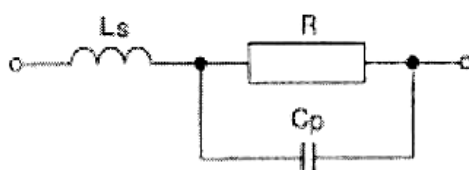


Рис. 10.9

В принципе, в дополнение к собственно сопротивлению резисторы также обладают емкостью и индуктивностью.

R = сопротивление постоянному току. L_s = индуктивность обмотки и соединительных элементов. C_p = паразитная емкость элементов резистора.

В случае резисторов на основе скрученных в катушку проводников значения C и L достаточно велики из-за особенностей конструкции катушки. В случае пленочных резисторов значения C и L будут значительно меньше, чем у катушечных резисторов. У резисторов с низким сопротивлением (<1 кОм) большую роль играет последовательная индуктивность.



Рис. 10.11

У резисторов с высоким сопротивлением (>1 кОм) более значительную роль начинает играть шунтирующая емкость.

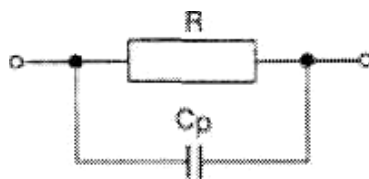


Рис. 10.12

За счет наличия емкости и индуктивности эффективность резисторов на высоких частотах ограничена.

Условия выполнения измерений:

Выберите низкую частоту тестового сигнала (например, 1 кГц) или проводите измерения при постоянном тестовом сигнале (если установлен соответствующий блок). Если сопротивление резистора превышает несколько МОм, то при использовании тестового сигнала с высокой частотой измеритель может выбрать в качестве основного параметра для данного резистора емкость, а не сопротивление.

Режимы измерений

Существует два режима измерений: ручной и автоматический. В большинстве случаев для измерения используют автоматический режим. После включения измеритель автоматически переключается в тот режим, в котором он работал перед выключением.

10.3. Задание

1. Ознакомиться с теоретическими основами явления электропроводности и порядком работы на экспериментальной установке.
2. В соответствии с рекомендациями работы 1 подготовить серию из 3 образцов титана.
3. Провести измерения на подготовленных образцах до наводороживания. Измерения проводятся 3–5 раз для каждого образца. Результаты заносятся в таблицу 10.4.
4. Провести измерение зависимостей электросопротивления от времени насыщения водородом. Порядок проведения электролитического наводороживания и правила безопасности приведены в работе 1. Насыщение образцов проводится в течение 4 часов каждые 15–20 мин.
5. Построить графики зависимости ρ от времени насыщения. Найти погрешности измерений величины R .
6. Сравнить полученные результаты между собой и сделать вывод о влиянии водорода на электросопротивление.

Таблица 10.4

Зависимость электросопротивления от времени насыщения

$t_{\text{нас}}$ мин.	образец 1		образец 2		образец 3	
	R_1, R_2, R_3	$R_{\text{ср}}$	R_1, R_2, R_3	$R_{\text{ср}}$	R_1, R_2, R_3	$R_{\text{ср}}$
0						
20						
40						
.....						
240						

10.4. Контрольные вопросы

1. Как меняется электрическое сопротивление металлов?
2. Что такое температурный коэффициент электрического сопротивления?
3. Расскажите о влиянии деформации на электрическое сопротивление.
4. Как определяется зависимость электрического сопротивления от степени деформации ϵ_d
5. Расскажите о влиянии дефектов на электрическое сопротивление.
6. Какие режимы измерения используют при работе на данном приборе?
7. Расскажите о принципах выполнения измерений.
8. Какова базовая погрешность измерений?
9. Как изменяется электросопротивление при внедрении водорода.

11. АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ ПРИ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОМ НАСЫЩЕНИИ МЕТАЛЛОВ ВОДОРОДОМ

Цель работы: исследование выхода сигналов акустической эмиссии при электролитическом насыщении металлического образца водородом.

11.1. Теоретическая часть. Акустическая эмиссия в твердых телах

1.1.1. Введение

Акустическая эмиссия представляет собой излучение упругих волн, возникающих в процессе разрушения или перестройки внутренней структуры твердого тела. Акустическая эмиссия сопровождает все стадии разрушения или перестройки структуры материала и не регистрируется только в отдельных случаях, например, при микропластической деформации в повторных нагружениях (эффект Кайзера). Хорошо известно, что параметры сигналов акустической эмиссии связаны с характеристиками протекающих в твердом теле процессов и механическими свойствами этих материалов. Это позволяет по параметрам акустической эмиссии определять характеристики физических процессов, проходящих в материале. Эти сигналы появляются при воздействии на исследуемый объект внешней силы, приводящей к его пластической деформации или разрушению. В этом заключается принципиальная разница между акустической эмиссией и применением иных акустических методов контроля (измерение декремента затухания и дисперсии, измерения скорости распространения упругих волн и акустического ЯМР) в которых первичное возбуждение не должно приводить к необратимым последствиям. Обычные акустические методы широко используются для изучения накопления дефектов при пластической деформации, исследовании релаксационных явлений и других необратимых процессов, но при этом регистрируется изменение параметров (функции отклика) первичного сигнала, не оказывающего влияние на эти процессы. В последнее время методы акустической эмиссии все чаще используются для изучения динамики дефектообразования в металлических конструкциях содержащих примеси водорода. В первую очередь, это связано с тем, что водород существенно меняет механические характеристики материала, при этом, как будет показано ниже, сигналы АЭ значительно меняют свои параметры (причем, чаще всего, в сторону увеличения интенсивности этих сигналов).

Экспериментальные методики измерения сигналов акустической эмиссии при наиболее часто встречающихся в аналитической практике видах воздействия на материалы (в основном конструкционные) включают:

- а) растяжение, сжатие, циклическое нагружение;
- б) облучение поверхности материала пучками ионизирующего излучения;
- в) термическое воздействие, в том числе, облучение лазерным пучком, термоциклирование;
- г) электрохимическое (при катодном или анодном потенциале) и химическое (растворение, окисление, коррозия) действие активных веществ на поверхность исследуемых материалов;
- е) комплексное действие нескольких видов воздействия при исследовании сложных технологических процессов (сварка).

В исследованиях используется два способа передачи колебаний от поверхности образца к датчику сигналов АЭ (преобразователю энергии) – контактная и бесконтактная. В первом случае используются пьезопреобразователи, во втором – интерференционные лазерные методики передачи колебаний или методики мессбауровской спектроскопии, использующие колебания гамма-источника вместе с исследуемым объектом. В каждом из рассмотренных случаев, водородные дефекты играют заметную роль в формировании параметров сигналов АЭ.

11.1.2. Физическая природа и характеристики сигналов АЭ

Известно, что регистрируемые после некоторого воздействия на металлические конструкции сигналы АЭ производит не сам движущийся в решетке водород, а возникающие в результате механических нагрузок дефекты и комплексы дефектов, в образовании которых водород играет существенную роль. Поскольку реальный материал не является гомогенным, возникающие в нем локальные механические напряжения могут намного превышать средние значения, что приводит к образованию плоскостей скольжения до того, как процесс разрушения охватывает весь образец. Вследствие этого возникают локальные динамические явления, такие, как движение дислокаций, внутризеренное скольжение и распространение трещин. Область деформации, через релаксацию, как правило, частично снижающую напряжения, переходит в новое состояние равновесия, и поскольку переход носит импульсный характер, возникает колебательный процесс, охватывающий зону перераспределения напряжений. Форма распространяющейся волны напряжений зависит от освобождающейся энергии (это функция таких параметров, как размер зоны движения, локальное поле напряжений до начала процесса, поверхностная энергия и упругие свойства материала) и акустических

свойств импульсивно разгружающейся зоны. Если длина возникающих упругих волн или величина зоны движения сравнимы по величине с размерами тела, колебаниям подвергается тело как целое либо его макроскопическая часть. Частотный спектр возникающих акустических сигналов в значительной степени зависит от геометрии и механических характеристик образца и имеет характерные пики на частотах, совпадающих с собственными частотами системы образец – датчик. Многочисленными исследованиями установлено, что акустическая эмиссия проявляется в виде:

- а) «непрерывной эмиссии» – непрерывно следующих одна за другой всплеск (шума) малой амплитуды с широким частотным спектром;
- б) эмиссии взрывного типа – импульсов сравнительно большой амплитуды с интенсивной низкочастотной составляющей спектра.

Непрерывная эмиссия связывается большинством исследователей с пластической деформацией металлов. Двойникование, переориентация зерен, мартенситные превращения, дислокации являются причиной эмиссии этого типа. Установлено, что эмиссия, возникающая в начале пластической деформации, достигает максимальной скорости при пластическом течении материала. Интенсивность эмиссии (количество сигналов в единицу времени) зависит от скорости деформации, возрастая с ее увеличением. Минимальный сигнал, который может быть зарегистрирован, есть результат события, включающего движение 5–150 дислокаций. Чем больше анизотропия структуры, тем выше амплитуда сигналов непрерывной эмиссии.

Материалы, подобные урану, бериллию, олову, с ограниченными системами скольжения, которые проявляют наряду с деформацией скольжения двойникование, обычно обнаруживают эмиссию с большей амплитудой, чем ОЦК- и ГЦК- металлы. Уровень сигнала в этом случае примерно в 50 раз превышает уровень сигнала в отожженных стальных образцах. Хотя двойникование наиболее легко определимо, однако оно не является единственным источником освобождения упругой энергии в твердом теле, приводящего к возникновению волн эмиссии. Во всех случаях, когда имеет место перемещение дислокаций со значительными скоростями вблизи поверхности кристалла, наблюдаются звуковые импульсы. Анализ этих импульсов обнаруживает корреляцию между характером сигналов и скоростями перемещения дислокаций вблизи поверхности. Наличие такой корреляции, свидетельствует о том, что наблюдается излучательная часть поля движущейся дислокации. Наиболее вероятным дислокационным источником эмиссии считают скользящие дислокации, которые перемещаются по пересекающимся плоскостям сколь-

жения. Возможны также акустические явления при освобождении дислокационных скоплений перед препятствиями, коалесценции, аннигиляции и выходе дислокаций на поверхность образца или отдельного кристалла.

Столкновение и последующая аннигиляция дислокаций противоположного знака сопровождаются излучением звуковых импульсов. Это излучение состоит из двух частей. Первая обусловлена нестационарным характером движения дислокаций, и ее интенсивность определяется величиной ускорения в моменты времени, предшествующие столкновению. Вторая часть представляет собой звуковой импульс, возникающий в момент столкновения. Амплитуда этого импульса зависит от значения относительной скорости дислокаций. Как правило, более интенсивная акустическая эмиссия проявляется в прочных хрупких материалах, обладающих более высокими энергиями, связанными с дислокационными скоплениями и отрывам их от точек закрепления. Акустические сигналы, излучаемые хрупкими материалами при пластическом течении, имеют характер более редких импульсов большей амплитуды, чем у более мягких материалов. Это позволяет с помощью акустической эмиссии обнаруживать развивающееся охрупчивание, например, при деформационном старении, а также радиационное охрупчивание. Однородность материала существенно влияет на акустические эффекты в материале. Присутствие включений, второй фазы или комбинация различных материалов может привести к существенным различиям по сравнению с однофазным материалом.

Непрерывная акустическая эмиссия, чаще всего, используется для: определения уровня напряжений, ранее перенесенных материалом, и остаточных напряжений; изучения влияния термообработки и других видов поверхностной обработки на структуру материал; обнаружения фазовых превращений; исследования релаксации напряжений и нестационарной ползучести материалов. Не исключено применение непрерывной акустической эмиссии для решения других исследовательских задач. Например, окисный поверхностный слой при нагружении образца может производить шум, сходный с акустической эмиссией, наблюдаемой при пластической деформации основного материала. Отсюда следует возможность изучения прочности поверхностных защитных слоев – оксидных и т. п. пленок естественного и искусственного происхождения.

Частотный спектр сигналов непрерывной акустической эмиссии весьма широк. Отмечались составляющие непрерывной эмиссии с частотами до 30 МГц. Нижняя граница спектра трудно поддается определению из-за вибраций и низкочастотного шума испытательных установок. Частота максимума излучения при пластической деформации изменяется в процессе деформации. Максимальная частота излучения достигается при достижении предела текучести σ_T , затем наблюдается сдвиг

максимума спектра в область более низких частот. Обычно для исследования непрерывной эмиссии выбирается частотный интервал, по возможности свободный от внешних акустических помех и простирающийся от единиц килогерц до 2 – 3 МГц.

Эмиссия взрывного типа характеризуется большой амплитудой (на 10–14 порядков большей энергией вспышки, чем непрерывная эмиссия) и сравнительно низкочастотным спектром. Взрывная эмиссия сопровождает процессы, связанные с макроскопическими дефектами, зарождением и распространением трещин, и поэтому позволяет прогнозировать разрушение конструкций. Сигналы эмиссии взрывного типа аперриодичны по своему происхождению, однако, по мере распространения в объекте трансформируются, приобретая осциллирующий характер.

Взрывная эмиссия по-разному проявляется в тех или иных материалах. Она различна для гладких и надрезанных, тонких и массивных образцов, поэтому распространять результаты, полученные на образцах и моделях, на случай реальных конструкций следует с большой осторожностью. По-видимому, такое различие связано с большей величиной трехосных напряжений в более массивных элементах. Важную роль играет кристаллическая структура материала, изменяющая амплитуду эмиссии в некоторых случаях на порядок величины. Предыстория образца – нагружался ли он предварительно, находится в литом или ковном состоянии, является ли он двойной структурой или смесью различных материалов – эти и многие другие факторы определяют необходимую чувствительность аппаратуры, оптимальную скорость деформации и соответствующую интерпретацию полученных результатов.

Во многих случаях, когда высокопрочные материалы обнаруживают острые усталостные трещины, трудно различить сигналы, обусловленные ростом пластической зоны, и сигналы, связанные с малыми движениями трещины. Оба процесса могут развиваться скачками, причем микротрещины, возникающие из дислокационных скоплений, малы (менее 0,1 мкм), так что происходит по степенный переход от непрерывной эмиссии к взрывной.

Частотный спектр взрывной эмиссии имеет более интенсивные низкочастотные составляющие, чем у непрерывной эмиссии. Однако регистрация их обычно затруднена из-за окружающих акустических шумов. Поэтому для наблюдения взрывной эмиссии обычно определяют «частотное окно», в котором отчетливо проявляются высокочастотные составляющие взрывной эмиссии. Для углеродистой стали, например, вязкому разрушению соответствует максимум излучения в области 40–50 кГц, при хрупком разрушении частоты составляют 200 – 300 кГц и более.

Характеристики сигналов АЭ

Основными характеристиками сигналов АЭ являются: количество сигналов АЭ в секунду; пиковая амплитуда импульса; энергетические характеристики сигнала (например, площадь под пиком сигнала АЭ); характеристики формы импульса (длительность импульса, время нарастания и спада амплитуды и др.). Длительность импульсов при акустической эмиссии находится в диапазоне $10^{-8} - 10^{-4}$ с; энергия отдельных импульсов $10^{-9} - 10^{-5}$ Дж. Смещение колебаний поверхности образца за счет АЭ составляет от 10^{-14} до 10^{-7} м. Частотный диапазон АЭ простирается от области слышимости до сотен мегагерц.

Получаемые в ходе измерений значения параметров АЭ определяются свойствами испытуемого объекта (образца, конструкции), внешними условиями (температура, напряжение) и характеристиками регистрирующей аппаратуры.

Амплитуда всплесков акустической эмиссии также является лишь некоторой относительной характеристикой, поскольку сильно зависит от свойств регистрирующей системы, установки датчиков и т. п. Для описания амплитудных зависимостей эмиссии взрывного типа обычно используют величину, называемую суммой амплитуд ΣA и получаемую простым суммированием амплитуд импульсов, зарегистрированных за время наблюдения. Ввиду трудности ее воспроизводимости эта величина используется только при лабораторных исследованиях с фиксированными условиями экспериментов, обычно при изучении усталостных явлений. Тем не менее, установленные в подобных исследованиях зависимости достаточно интересно. Найдена линейная связь между суммой амплитуд и увеличением длины трещины, отнесенными к одному циклу усталостных испытаний, и установлено количественное соотношение, справедливое для широкого круга материалов:

$$\Delta A \approx (\Sigma A)^2 E / K^2 \quad (11.1)$$

где ΔA – скачкообразное увеличение площади трещины; ΣA – сумма амплитуд; E – модуль упругости; K – коэффициент концентрации приложенных напряжений.

Это же соотношение справедливо для медленного роста трещин, обусловленного коррозионным растрескиванием. Таким образом, акустическая эмиссия может быть использована для количественных измерений роста трещины при постоянной или увеличивающейся испытательной нагрузке.

Количество импульсов и связанная с ним интенсивность акустической эмиссии может быть непосредственно связана со скоростью распространения трещины, причем могут быть определены связи между

интенсивностью эмиссии и критериями разрушения, не зависящие от материала и конфигурации образца. Установлено, например, что достаточно устойчива статистическая связь между интенсивностью эмиссии и величиной растягивающей нагрузки, выраженной в долях % от разрушающей. Эта связь сохраняется при весьма значительных изменениях термообработки материала, толщины и глубины надреза образца.

Для исследованных образцов и материалов (сплавы титана, алюминия, слаболегированная сталь Д6аС) характерно резкое возрастание интенсивности эмиссии по мере приближения нагрузки к разрушающей, наиболее отчетливо проявляющееся при 70–99% предела прочности. Наиболее универсальна, по-видимому, связь между общим количеством импульсов эмиссии и коэффициентом концентрации напряжений K . Установлено, что зависимость между этими двумя характеристиками дается соотношением

$$N = N_0 K^m, \quad (11.2)$$

где N_0 – константа, зависящая от материала и чувствительности регистрирующей аппаратуры. Показатель степени m , по теоретическим оценкам, должен равняться четырем, однако наилучшее совпадение с экспериментальными данными имеет место при $m = 5 - 9$. Для идентичных условий эксперимента статистический разброс результатов относительно зависимости, константы в которой определяются по большому числу экспериментов, невелик. Это позволяет прогнозировать разрушение конструкций в процессе эксплуатации посредством счета числа импульсов и определения изменения интенсивности эмиссии во времени при использовании соответствующих систем обработки информации и вычислительной техники. С помощью последних можно определить степень близости текущего значения K к критическому коэффициенту концентрации напряжений K_c , по достижении, которого начинается катастрофическое разрушение, и своевременно подать сигнал автоматической аварийной остановки.

Исследование спектров зарегистрированных сигналов указывает, что по мере роста упругой энергии перед разрушением происходит расширение спектра в высокочастотную область, причем спектр занимает полосу от 0 до 1 МГц. Спектр характеризуется широким максимумом в области частот 200–250 кГц, который несколько смещается при увеличении запасенной упругой энергии в область более высоких частот.

11.1.3. Акустическая эмиссия при пластической деформации металлов

Выше были отмечены основные закономерности, связывающие параметры акустической эмиссии с характером макро- и микроскопических дефектов, возникающих при деформации. Известно также, что

пластическую деформацию наиболее полно характеризуют интенсивность и общее число импульсов АЭ, а рост трещин- амплитуда или мощность сигналов АЭ. К настоящему времени в ряде работ изучали связь параметров АЭ с деформацией в условиях насыщения водородом, однако пока эти данные не привели к разработке методов количественного описания наблюдаемых эффектов, поскольку исследования различаются по методике измерений, характеристикам регистрирующей аппаратуры и исследуемым материалам. Несмотря на то, что не все из рассмотренных в данном разделе примеров, непосредственно относятся к изучению дефектов водородного происхождения, каждый из них может эффективно использоваться для изучения особенностей сигналов АЭ в материалах, содержащих растворенный водород.

Чаще всего измерение акустикой эмиссии в лабораторных условиях проводят при следующих вариантах использования контролируемых механических нагрузок: длительном измерении сигналов АЭ при стационарном действии приложенной силы (статическая нагрузка), равномерном постепенном растяжении или сжатии образца (до его разрушения) или при циклическом нагружении (динамические испытания).

11.1.4. Природа возникновения сигналов акустической эмиссии (механических упругих волн) при наводороживании

Ранее отмечалось, что источником механических упругих волн в металлах подверженных наводороживанию являются дефекты, в образовании которых водород играет существенную роль. Возникает локальное движение дислокаций, образуются микротрещины и микроскольжение зерен металла. Области деформации внутри металла импульсно переходят из одного состояния в другое, в результате возникает колебательный процесс. Этот процесс инициирует распространение волн напряжений, т. е. упругих волн. Если длина упругих волн сравнима с размерами образца, то колебаниям подвергается образец как целое или его макроскопическая часть.

Частоты колебаний (частотный) спектр возникающих акустических волн зависят от геометрии и механических характеристик образца и имеют характерные максимумы (пики) на частотах, совпадающих с собственными частотами системы образец – датчик.

Установлено, что излучение механических волн в акустическом диапазоне проявляется в виде непрерывно следующих одна за другой коротких импульсов малой амплитуды в широком диапазоне частот и импульсов сравнительно большой амплитуды с малыми частотами.

Непрерывная эмиссия связана с изменением дислокаций внутри кристалла, их движением и выходом на поверхность. Оксидный поверхностный слой при нагружении образца может производить шум, сходный с акустической эмиссией, наблюдаемой при пластической деформации основного материала. Частота излучения при этом равна $3 \div 30$ кГц. Излучение большой энергии характеризуется большой амплитудой волны в тысячи раз больше, чем при непрерывной эмиссии. Этот вид излучения вызван макроскопическими дефектами, распространением трещин.

Основными характеристиками сигналов акустической эмиссии являются: количество импульсов в секунду; максимальная амплитуда импульса; энергия сигнала; длительность импульса, время увеличения и спада амплитуды; длительность импульса ($10^{-8} \div 10^{-4}$ с) и их энергия ($10^{-9} \div 10^{-5}$ Дж); амплитуда (смещение) колебаний поверхности образца ($10^{-14} \div 10^{-7}$ м). Интервал частот акустических колебаний – от килогерц до сотен мегагерц.

Методы регистрации и анализа сигналов АЭ используют для изучения скорости процессов дефектообразования проходящих при приложении к исследуемому материалу механических напряжений, облучении, электрохимическом или других воздействиях, приводящих к необратимым изменениям структуры материала. Метод АЭ можно с успехом использовать в качестве индикатора динамики образования полостей, трещин, массового возникновения или движения дислокаций при пластической деформации металла содержащего водород в качестве примеси. Переход системы металл-водород в равновесное состояние также сопровождается интенсивной АЭ, вызванной аннигиляцией дефектов. Значительное внимание в последние годы уделяется изучению механических свойств твердого тела после радиационного воздействия.

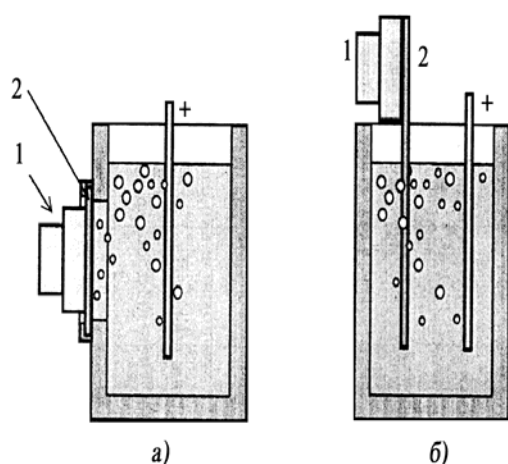
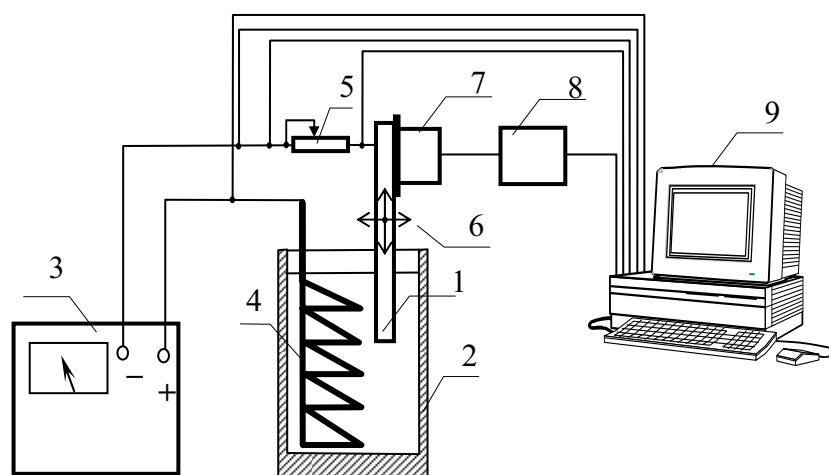


Рис. 11.1. Схема электролитической ячейки для изучения параметров сигналов АЭ при катодном насыщении металлов изотопами водорода: а) для одностороннего насыщения водородом металлических пластин; б) для насыщения водородом всей поверхности образца. 1 – детектор сигналов АЭ; 2 – исследуемый образец

Процесс наводороживания металлов сопровождается образованием дефектной структуры, созданием напряжений в решетке металла, появлением микро- и макротрещин, как на поверхности, так и в объеме материала.

ла. Формирование структурных нарушений сопровождается акустическими колебаниями решетки металла. Наибольший интерес вызывают исследования, в которых рассматривается связь между характеристиками процессов накопления водородных дефектов и сопровождающими этот процесс импульсами акустической эмиссии. Сложность регистрации акустических импульсов при электролизе заключается в наличии интенсивных фоновых импульсов, возникающих в электролите в процессе образования, движения и разрыва газовых пузырей, возникающих на катоде и аноде. Характеристики фоновых импульсов при электролизе во многом совпадают с акустическими сигналами, сопровождающими кипение жидкости или процессы кавитации. С разной степенью интенсивности эти сигналы охватывают частотный диапазон от единиц герц до десятков мегагерц.



*Рис. 11.2. Схема подключения электролитической ячейки:
 1 – исследуемый образец (катод); 2 – ячейка электролиза;
 3 – источник постоянного тока; 4 – платиновый анод; 5 – дополнительное сопротивление; 6 – устройство для перемещения катода; 7 – детектор АЭ;
 8 – предусилитель; 9 – IBM PC*

11.2. Приборы и оборудование

Насыщение металла водородом проводится в специальной электролитической ячейке (рис. 11.1). Одностороннее насыщение производится для образцов в форме фольги или пластины (рис. 11.1, а). Образцы в форме стержней опускаются в электролит и насыщаются водородом из раствора электролита со всех сторон (рис. 11.1, б). Ячейка во время электролиза размещается в вытяжном шкафу. С помощью спектрометра акустической эмиссии в процессе электролиза измеряются сигналы акустической эмиссии.

Для диагностики акустических сигналов использована широкополосная система, разработанная в Фраунгоферовском институте неразрушающих методов контроля. Спектрометр включает датчик сигналов АЭ (MAS-3), настроенный на регистрацию сигналов с частотой от 20 кГц до 2 МГц. Стандартный предусилитель сигналов (AE 3201A) работает с усилением 40 или 60 дБ. Наименьшее искажение усиливаемых акустических сигналов в диапазоне частот от 10 кГц до 2 МГц. Усилитель (3204) низкочастотного ультразвука позволяет менять усиление ступенчато (через 10 дБ) от 0 до 30 дБ. Порог регистрации сигнала можно регулировать от 0 до 5000 мВ с шагом 5 мВ. Накопление и обработка информации осуществляется с помощью программы SEK-Mashin. Программа позволяет получать следующие данные: зависимость числа импульсов, превышающих установленный порог регистрации от времени измерения (с сохранением информации о времени измерения до 72 мин); длительность сигнала; энергию звукового сигнала; амплитуду сигнала. Одновременно через заданный интервал времени (0,1 с), система позволяет измерять и заносить в память компьютера разность потенциалов между катодом и анодом при электролитическом наводороживании. Датчик сигналов АЭ через слой специальной смазки, необходимой для обеспечения акустического контакта, крепится к исследуемому образцу. На рис. 11.3 приведена фотография установки для измерения выхода сигналов акустической эмиссии.



Рис. 11.3. Установка для измерения акустической эмиссии


11.3. Проведение измерений акустических сигналов с помощью программы «Sek-Mashin»


1. Производим загрузку операционной системы Win 3.11.

При помощи двойного щелчка левой кнопки мыши загружаем программу Sek-Mashine (Sek Mashine Standard version V1.5). Откроется главное окно на котором Вы увидите два графика: зависимость амплитуды сигналов АЭ от времени и гистограмму энергии АЭ (число сигналов в зависимости от энергии сигнала АЭ).


2. Запуск пробных измерений осуществляется нажатием кнопки .

Заканчиваем пробное измерение нажатием кнопки .

Автоматическая остановка может осуществляться по времени (time), указанному в нижней части экрана. Правее показано суммарное количество импульсов и средняя скорость набора импульсов АЭ. С помощью передвижного регулятора  в нижней части окна, мы устанавливаем (порог дискриминации, усиление и мертвое время).

При помощи кнопки  мы можем отменить измерения регулируемых параметров. Если установленные значения нас устраивают, их

фиксируют нажатием кнопки .

С помощью кнопки  мы сохраняем наши измерения на диске С (C:\ – т. е. в корневом каталоге). Там же (в опциях) мы можем установить галочку в нужных нам местах.

3. Опции позволяют регулировать параметры набора и записи файлов:

[Overwrite Warning] – запрет на перезапись файла.

[Numbered files] – автоматическая нумерация файлов.



В дальнейшем при нажатии [Numbered files] на вы можете воспользоваться этой опцией и сами установить, с какого файла по счёту нужно производить нумерацию.


[Check Files] – проверка файлов.

А так же при помощи кнопки [Comment] вы можете добавить комментарий для данного файла.


Запустить процесс измерения с записью на диск можно при помощи

кнопки .

Кнопка  останавливает программу, а кнопка  позволяет нам переходить от полноэкранный режим к изображению окна измерений.

После завершения процесса измерения (с записью в файл) запускаем диаграммный модуль, при помощи кнопки  и строим соответствующие диаграммы.

Кнопка  позволяет выйти из программы.

Кнопка  выводит в справочный раздел программы, который содержит ответы на ряд вопросов по использованию программы.

На рис. 11.4 представлен интерфейс программы Sek-Mashine: в верхней части информационной панели регистрируется энергия акустического импульса (точки), в нижней – напряжение сигнала (Вольт).

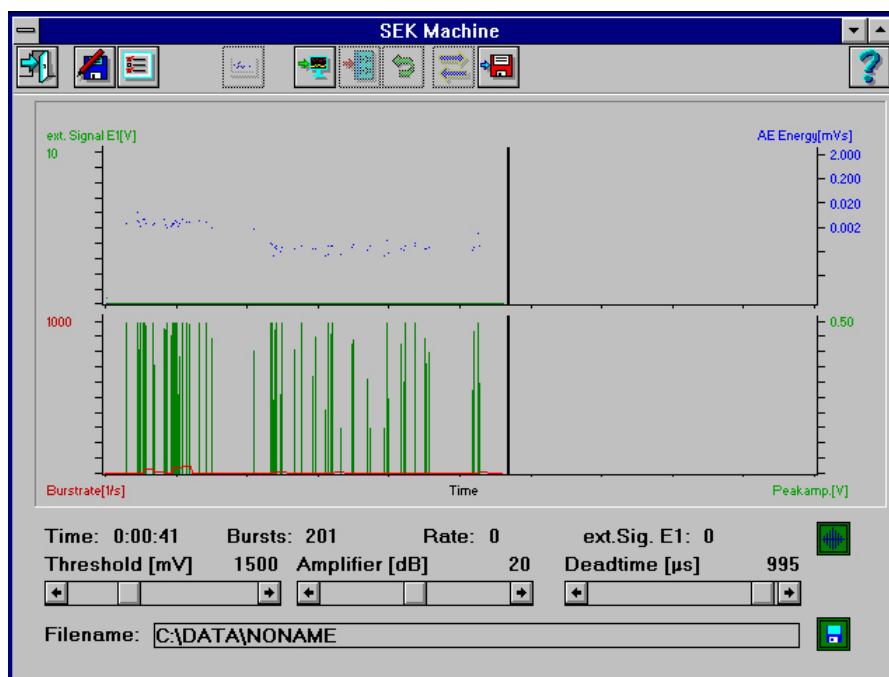


Рис. 11.4. Интерфейс программы Sek-Mashine

11.4. Задания

1. Научиться проводить электролитическое насыщение образцов водородом в различных режимах. Изучить работу спектрометра АЭ и научиться измерять энергетические спектры сигналов АЭ.
2. Измерить зависимость выхода сигналов АЭ от времени наводороживания.

3. Измерить энергетические спектры АЭ в различные моменты времени электролитического насыщения.
4. Определить время, при котором наблюдается наибольшая интенсивность сигналов АЭ.

11.5. Порядок выполнения работы

1. Установить в окно электролитической ячейки на пластиковую прокладку металлический образец, подготовленный для наводороживания (рис. 1, *a*). Собрать ячейку и проверить её герметичность (для этого вместо электролита заливается обычная вода).
2. Нанести на рабочую поверхность детектора АЭ смазку и закрепить его на образце, используя имеющееся крепление. Для проведения эксперимента по схеме рис. 1, *б* детектор через слой смазки крепится в верхней части образца.
3. Ячейку с детектором и образцом размещают в вытяжном шкафу. Образец (катод) и платиновый электрод (анод) соединяются с полюсами источника постоянного тока. На нем выставляется ток 0,1 А, напряжение 20 В.
4. В соответствии с инструкцией производится запуск программы «Sek-Mashin» и производится ряд пробных измерений, которые указывают на чувствительность детектора к акустическим сигналам и на отсутствие шумов выше установленного преподавателем порога дискриминации. После этого в течение 10 минут измеряется уровень фона. Проводится измерение полного числа импульсов, превышающих уровень дискриминации. Производится построение энергетической гистограммы фоновых импульсов.
5. В ячейку заливается электролит (0,1N раствор LiOH+H₂O), включается источник постоянного тока. Производится запуск спектрометра и проводятся измерения полного числа импульсов и энергетических спектров АЭ через каждые 10 минут электролитического насыщения образца водородом.
6. Проводится построение зависимостей выхода сигналов АЭ от времени наводороживания. Делаются выводы, объясняющие ход полученной кривой из теоретических положений о природе возникновения сигналов АЭ.

11.6. Контрольные вопросы

1. Объясните причины возникновения акустической эмиссии при насыщении металлов водородом.
2. Опишите принцип работы детектора сигналов акустической эмиссии.

3. Перечислите основные характеристики сигналов АЭ. Виды сигналов акустической эмиссии.
4. Как отличить пластическое и хрупкое разрушение металла анализируя выход сигналов АЭ.
5. Что из себя представляет спектр сигналов акустической эмиссии.
6. Приведите примеры использования метода регистрации сигналов акустической эмиссии в технике (машиностроение, автомобильная, атомная промышленность).
7. Какая аппаратура требуется для реализации статических испытаний оборудования методом регистрации сигналов АЭ.
8. Природа сигналов АЭ. Какова скорость распространения сигналов АЭ.

11.7. Литература

1. Сивухин Д. В. Общий курс физики. Механика: учебное пособие. – М.: Наука. 1983. – 688 с.
2. Алешкевич В.А., Деденко Н.Г., Мусаев Т.Ш. Механика сплошных сред. Лекции. – М.: Изд-во физического факультета МГУ, 1998. – С. 12–30.
3. Шапочкин М.Б. Меморандум конференции «Современный физический практикум» // Физическое образование в вузах. – Т. 8, № 3. – 2002. – С. 3–6.
4. Чернов И.П., Ларионов В.В., Веретельник В.И. и др. Компьютеризированные лабораторные работы по физике на базе графической программной технологии // Физическое образование в вузах. – Т. 8, № 1. – 2002. – С. 78–85.
5. Баумбах Х., Кренинг М., Чернов И.П., Черданцев Ю.П. Неравновесные системы металл-водород. Титан, нержавеющая сталь. – Томск: Изд-во Том. ун-та. – 2002. – 195 с.

12. ИЗМЕРЕНИЕ СКОРОСТИ РАСПРОСТРАНЕНИЯ РЭЛЕЕВСКОЙ ВОЛНЫ В ТВЕРДОМ ТЕЛЕ

Цель работы: ознакомиться со свойствами и характеристиками рэлеевской поверхностной волны в металлах и сплавах. Освоить работу на приборах, входящих в состав стенда акустических исследований. Провести экспериментальное определение скорости распространения рэлеевской поверхностной волны.

12.1. Свойства и характеристики волны Рэлея

12.1.1. Теоретическое описание волны Рэлея

Волны Рэлея являются основным типом звуковых поверхностных волн, т. е. наиболее распространенными, хорошо изученными и максимально используемыми.

Рассматривая распространение гармонической рэлеевской волны с частотой ω вдоль плоской границы однородного изотропного идеально упругого полупространства (рис. 12.1) можно записать уравнения движения частиц среды в следующей форме:

$$\rho \frac{\partial^2 U_l}{\partial t^2} - (\lambda + 2\mu)\Delta U_l = 0 \quad (12.1)$$

$$\rho \frac{\partial^2 U_t}{\partial t^2} - \mu\Delta U_t = 0 \quad (12.2)$$

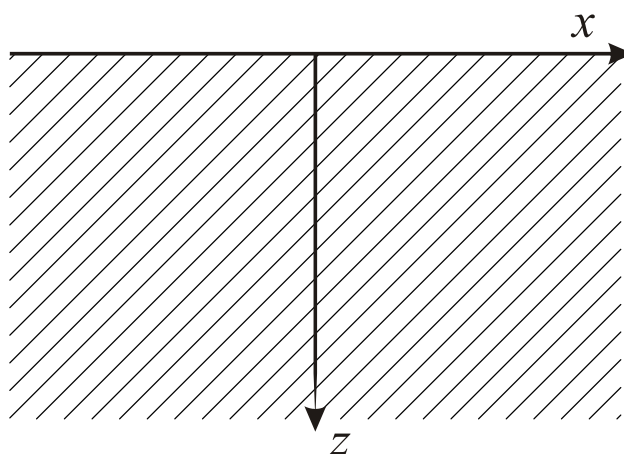


Рис. 12.1. Твердое полупространство

Здесь U_l и U_t – векторы смещения частиц среды в продольном и поперечном направлении соответственно; ρ – плотность; λ и μ – упругие постоянные (параметры Ламе) среды; Δ – оператор Лапласа.

Первое из них описывает распространение продольных, второе – поперечных волн. Продольные волны – безвихревые ($\text{rot}U_l = 0$), а в поперечных отсутствует объемное сжатие и расширение ($\text{div}U_t = 0$).

Рэлеевская волна состоит из двух волн – продольной и поперечной, которые распространяются вдоль границы полупространства с одинаковыми скоростями и затухают с глубиной по законам $\exp(-\sqrt{k_R^2 - k_l^2} z)$ (продольная волна) и $\exp(-\sqrt{k_R^2 - k_t^2} z)$ (поперечная волна). Здесь $k_l = \omega\sqrt{\rho/(\lambda + 2\mu)}$, $k_t = \omega\sqrt{\rho/\mu}$ – волновые числа соответственно продольных и поперечных волн. На границе ($z=0$) эти волны взаимно компенсируют создаваемые ими напряжения.

12.1.2. Распределение энергии в рэлеевской волне по глубине

Плотность упругой энергии в рэлеевской волне складывается из плотностей кинетической и потенциальной энергий. Для всех твердых сред плотность энергии сначала быстро убывает при удалении от свободной поверхности, затем это убывание замедляется (при коэффициенте Пуассона $\nu < 0.1$) или сменяется максимумом (при $\nu > 0.1$), после чего наступает плавный экспоненциальный спад плотности энергии с глубиной. Такой характер зависимости можно интерпретировать следующим образом. Вблизи свободной поверхности плотность кинетической энергии (пропорциональная квадратам амплитуд смещений в волне) максимальна и быстро спадает с глубиной, приводя к спаду и плотность суммарной энергии. Плотность потенциальной энергии, напротив, возрастает при удалении от поверхности и имеет максимум на глубине $\sim 0,2 \lambda_R$ (где максимальны амплитуды деформаций в волне). Это и обуславливает наличие максимума у плотности суммарной энергии.

Кривые смещений, напряжений и плотности энергии в рэлеевской волне иллюстрируют, что рэлеевская волна локализована в поверхностном слое толщиной $\lambda_R - 2\lambda_R$. Длина волны λ – основная пространственная характеристика любой волны. Равенство указанной глубины локализации величине порядка λ демонстрирует, что рэлеевская волна является типично поверхностной.

12.1.3. Свойства рэлеевских волн, обусловленные анизотропией

Упругая анизотропия приводит к целому ряду особенностей в структуре, свойствах и характеристиках рэлеевских волн. Рассмотрим основные из них.

Прежде всего структура и свойства рэлеевской волны существенно зависят от направления распространения и симметрии кристалла.

В кристаллах возможно существование новых (по сравнению с рэлеевской) типов поверхностных волн и одновременное существование двух видов поверхностных волн.

Пояснение двух указанных особенностей можно рассмотреть на примере кубических кристаллов. Известно, что в кристаллах GaAs, Si, Cu и ряде других (в отличие от изотропного твердого тела) в плоскости (001) существуют две поверхностные волны: волна 1, являясь рэлеевской при $\theta = 0$, при направлении распространения, близком к диагональному ($\theta \rightarrow \pi/4$), плавно переходит в чисто поперечную объемную волну со смещением, параллельным свободной поверхности. Поверхностная волна 2, являясь при $\theta = \pi/4$ чисто рэлеевской превращается при отклонении от этого значения θ в «вытекающую» волну, излучающую энергию в глубь кристалла, поскольку ее фазовая скорость c при этом превосходит фазовую скорость $c_t^{\text{гор}}$ объемной поперечной волны с горизонтальной поляризацией (из-за анизотропии упругих свойств фазовые скорости двух поперечных волн в кристалле могут сильно различаться, и соотношение $c > c_t^{\text{гор}}$ в отличие от изотропного случая можно реализовать).

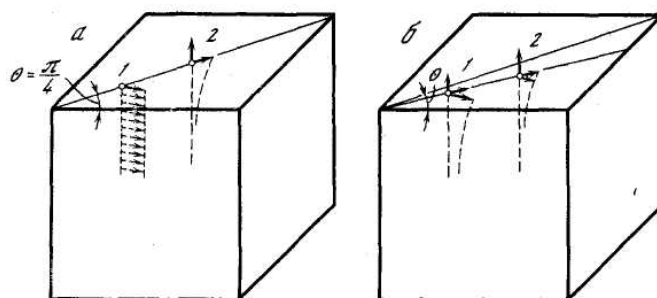


Рис. 12.2. Две поверхностные волны на плоскости (001) кубического кристалла а – $\theta = \pi/4$; б – $\theta \neq \pi/4$

Излучение возрастает при увеличении отклонения $\Delta\theta$, и при $\theta \sim 20^\circ$ эта волна переходит в объемную.

Из сказанного ясно, что для обозначения волны, распространяющейся вдоль свободной границы кристалла, целесообразно использовать более общий термин – «поверхностная волна», конкретизируя для каждого заданного; направления ее структуру более детально: волна рэлеевского типа, вытекающая волна и т. д.

К особенностям поверхностных волн в кристалле относится и усложнение их структуры. В общем случае плоская поверхностная волна в кристалле имеет не две (как в изотропной среде), а три компоненты вектора смещения и является, таким образом, волной смешанной (вертикально-горизонтальной) поляризации. Уменьшение амплитуды смещения с глубиной в парциальных волнах, а следовательно, и в результи-

рующей поверхностной волне, определяемое значениями $\cos\alpha_3^{(1)}$, $\cos\alpha_3^{(2)}$, $\cos\alpha_3^{(3)}$, может происходить не по экспоненциальному закону, а по осциллирующей экспоненте (произведение экспоненциальной и тригонометрической функций). Волна в этом случае называется обобщенной поверхностной.

Характерной особенностью поверхностных волн в кристаллах является еще несовпадение направления волнового вектора k с направлением вектора групповой скорости $c_{гр} = d\omega/dk$. Как и для объемных волн в анизотропных средах, это означает, что фаза и энергия волны распространяются в различных направлениях.

Интересными свойствами обладают поверхностные волны в пьезоэлектрических кристаллах. Распространение волн в таких средах сопровождается квазистатическим электрическим пьезополем. Вследствие этого появилась возможность возбуждать волны, создавая электрическое поле в тонком поверхностном слое образца при помощи системы металлических электродов, нанесенных на его поверхность. Это позволило получить в пьезоэлектрических кристаллах поверхностные волны предельно высоких частот $\sim 10^{10}$ Гц. Далее, наличие электронов проводимости у пьезоэлектрических кристаллов (так называемые пьезополупроводниковые кристаллы, например структуры вюрцита CdS, ZnS, ZnO, CdSe и т. д.) приводит к принципиально новому явлению – взаимодействию поверхностных волн с электронами. Известно несколько механизмов электрон-фононного взаимодействия в кристаллах, однако взаимодействие через пьезоэффект является наиболее интенсивным на частотах 10^6 – 10^{10} Гц, широко доступных для экспериментального исследования. Эффект взаимодействия поверхностной волны с электронами проводимости кристалла представляет как чисто физический, так и технический интерес. Он дает возможность получать информацию о характеристиках поверхностного слоя кристалла; с другой стороны, усиление поверхностных волн постоянным током и вообще взаимодействие волны с электронами широко используется в акустоэлектронике.

Применение рэлеевских волн в различных измерительных устройствах вызвано особенностями данных волн:

- 1) возможностью «вывести» акустический сигнал из любой точки поверхности образца, по которому распространяется волна;
- 2) относительно большой концентрацией энергии в волне вследствие малости слоя локализации волны.

Поэтому рэлеевские волны широко используются в чисто физических экспериментах как инструмент для изучения свойств поверхности и поверхностного слоя твердого тела.

12.1.4. Получение рэлеевских волн

В данной работе для возбуждения рэлеевской волны используется так называемый метод «клина» [1], основанный на преобразовании продольных волн в рэлеевские.

В этом методе (рис. 12.3) пластмассовая призма вдоль одной своей грани имеет акустический контакт с поверхностью твердого тела. На наклонной грани призмы располагается пьезопластинка, излучающая плоскую продольную волну, которая падает под углом θ на границу твердого тела с призмой. Угол θ выбирается из условия оптимального возбуждения $\sin \theta = c_{\text{кл}}/c$, где $c_{\text{кл}}$ – скорость продольных волн в материале клина; c – скорость рэлеевских волн в образце (ясно, что материал призмы должен быть таким, что $c_{\text{кл}} < c$, поэтому призма делается обычно из пластмассы). При этом на границе твердого тела и призмы создается периодическое возмущение с пространственным периодом, равным длине рэлеевской волны в образце. Поскольку $\theta = \arcsin(c_{\text{кл}}/c)$ больше угла полного внутреннего отражения, как для продольной, так и для поперечной волн, прошедшие в образец волны являются неоднородными и возмущение затухает с глубиной. Это возмущение возбуждает рэлеевскую волну, распространяющуюся по поверхности образца в направлении положительной оси x . Наилучшее возбуждение получается, когда проекция ребра призмы на наклонную грань совпадает с передним краем пьезопластинки, как показано на рисунке 12.3. В методе «клина» возбуждается практически только одна рэлеевская волна, уровень возбуждаемых объемных волн лежит на 20–30 дБ ниже.

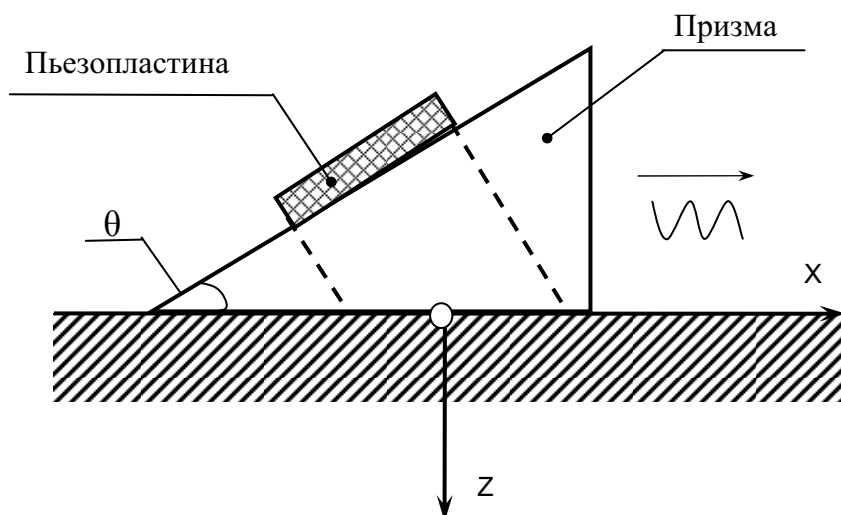


Рис. 12.3. Схема метода «клина» для возбуждения рэлеевской волны

12.1.5. Измерение скорости распространения рэлеевской волны методом автоциркуляции

В методе определения скорости распространения рэлеевской волны в образце методом автоциркуляции, измеряемым параметром является частота автоциркуляции. Частота автоциркуляции зависит от времени распространения сигнала по образцу и по цепям обратной связи, что можно выразить соотношением:

$$f_{\text{Ц}} = \frac{1}{t_{\text{ЗАД}} + t_{\text{АП}} + t_{\text{ОБР}}}, \quad (12.3)$$

где $t_{\text{ЗАД}}$ – время задержки возбуждающего импульса относительно запускающего импульса; $t_{\text{АП}}$ – время задержки сигнала, определяющееся используемой аппаратурой; $t_{\text{ОБР}}$ – время распространения рэлеевской волны в образце.

Время аппаратурной задержки это сумма задержек сигнала на каждом аппаратурном блоке, определяется эта величина экспериментально, и для описываемого стенда она равна $t_{\text{АП}} = 150$ нс:

$$t_{\text{АП}} = t_{\text{ГЕН.СХР}} + t_{\text{КАБ1}} + t_{\text{КАБ2}} + t_{\text{КАБ3}} + t_{\text{ДИ}} + t_{\text{ДП}} + t_{\text{УС}} + t_{\text{КМП.АП}} + t_{\text{КМП.УР}} + t_{\text{ОДН}} \quad (12.4)$$

Таким образом, измерив частоту автоциркуляции, и определив параметры аппаратуры можно определить время распространения рэлеевской волны в образце:

$$t_{\text{ОБР}} = \frac{1}{f_{\text{Ц}}} - (t_{\text{ЗАД}} + t_{\text{АП}}) \quad (12.5)$$

Скорость распространения рэлеевской волны в образце:

$$V_{\text{РВ}} = \frac{l_{\text{Д}}}{t_{\text{ОБР}}}, \quad (12.6)$$

где $l_{\text{Д}}$ – базовое расстояние между излучателем и приемником датчика.

Или, выражая через частоту автоциркуляции, получим выражение для определения скорости звука:

$$V_{\text{РВ}} = \frac{l_{\text{Д}}}{\frac{1}{f_{\text{Ц}}} - (t_{\text{ЗАД}} + t_{\text{АП}})} = \frac{l_{\text{Д}} f_{\text{Ц}}}{1 - (t_{\text{ЗАД}} + t_{\text{АП}}) \cdot f_{\text{Ц}}}. \quad (12.7)$$

12.1.6. Определение скорости рэлеевской волны разностным методом

Используя датчик с изменяемым базовым расстоянием $l_{\text{Д}}$ появляется возможность определить скорость распространения рэлеевской волны $V_{\text{РВ}}$ с помощью разностного метода. Для двух различных величин $l_{\text{Д}}$ для одного и того же образца, исходя из (12.7) можно записать систему уравнений:

$$\begin{cases} V_{PB} \left(\frac{1}{f_{Ц_1}} - (t_{3AD} + t_{АП}) \right) = l_{Д_1} \\ V_{PB} \left(\frac{1}{f_{Ц_2}} - (t_{3AD} + t_{АП}) \right) = l_{Д_2} \end{cases} \quad (12.8)$$

Учитывая, что для измерительного стенда, заданных параметров его настройки, датчика и исследуемого образца величины t_{3AD} , $t_{АП}$ и V_{PB} можно считать постоянными, вычитаем из первого уравнения второе, и приходим к выражению:

$$V_{PB} = \frac{l_{Д_1} - l_{Д_2}}{\frac{1}{f_{Ц_1}} - \frac{1}{f_{Ц_2}}} \quad (12.9)$$

В приведенном выражении в качестве параметров присутствуют только базовые длины датчика и частоты автоциркуляции для этих длин. Частота автоциркуляции может быть измерена достаточно точно, а значит, в данном случае, в погрешность определения V_{PB} основной вклад вносит погрешность измерения базовой длины датчика.

12.2. Приборы и установки

Функциональная схема акустического стенда для измерения скорости распространения рэлеевской волны приведена на рисунке 12.4.

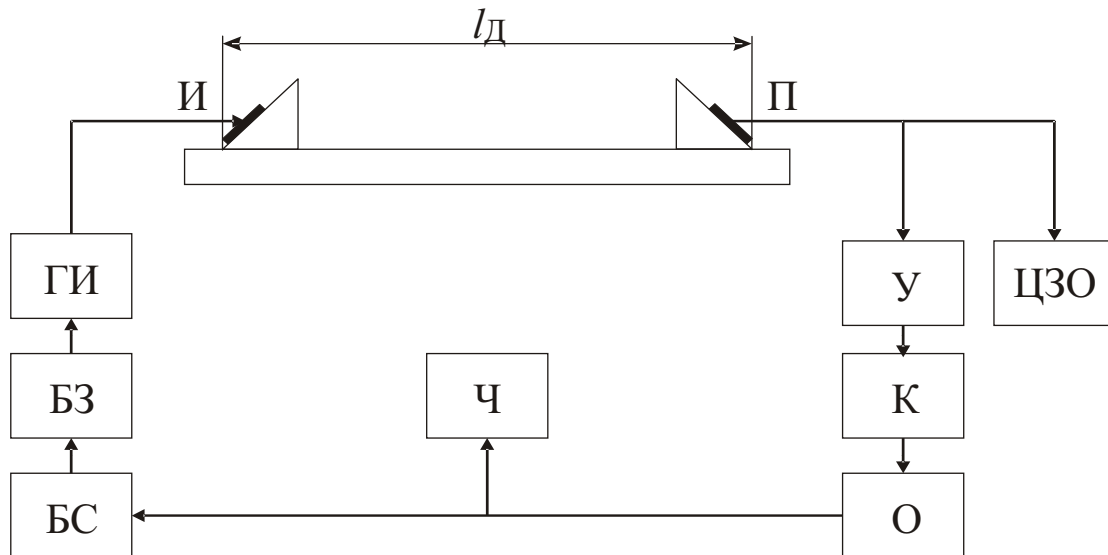


Рис. 12.4. Функциональная схема стенда для измерения скорости распространения рэлеевской волны методом автоциркуляции

Обозначения на рисунке 12.4: l_D – базовое расстояние между излучателем и приемником, И – излучатель, П – приемник, У – широкополосный усилитель, К – компаратор, О – одновибратор, Ч – частотомер, БС – блок синхронизации, БЗ – блок задержки, ГИ – импульсный генератор, ЦЗО – цифровой запоминающий осциллограф.

Работа стенда реализована по следующему алгоритму: генератор импульсов формирует импульс, который через преобразователь-излучатель формирует в образце рэлеевскую волну. Возбужденный импульс распространяется по образцу и регистрируется преобразователем-приемником. Контроль параметров импульса обеспечивается с помощью цифрового осциллографа. Далее импульс усиливается широкополосным усилителем, компаратор по заданному порогу формирует логический сигнал, который запускает одновибратор для формирования синхронизирующего импульса заданной длительности. Импульс с выхода одновибратора подается на измерительный вход частотомера и на синхронизирующий вход генератора импульсов, замыкая тем самым петлю обратной связи генератора. Частота импульсов с выхода одновибратора, измеренная частотомером, как было показано выше, может служить мерой скорости распространения рэлеевской волны в образце.

Внешний вид генератора импульсов и частотомера приведены на рис. 12.5 и рис. 12.6 соответственно.

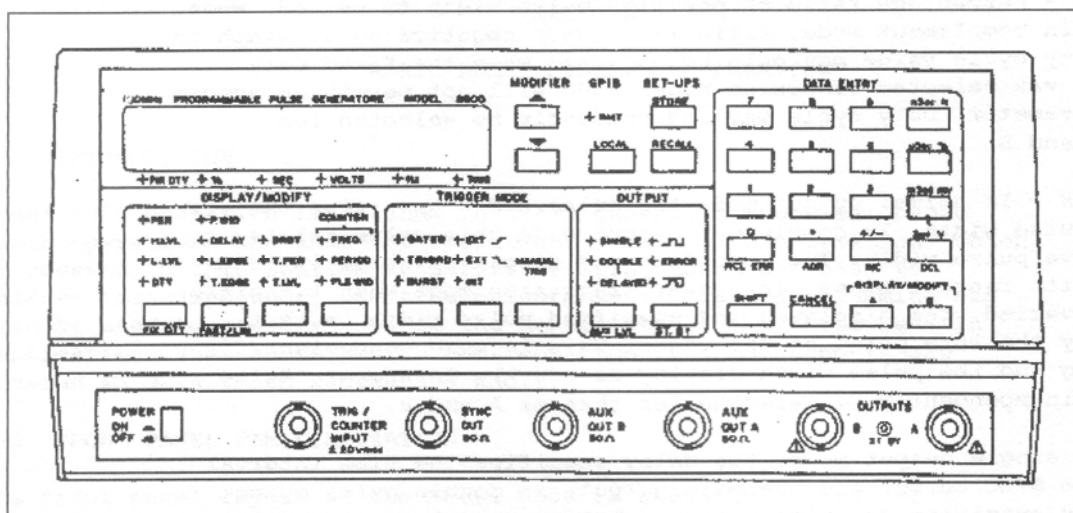


Рис. 12.5. Внешний вид генератора импульсов Tabor 8500

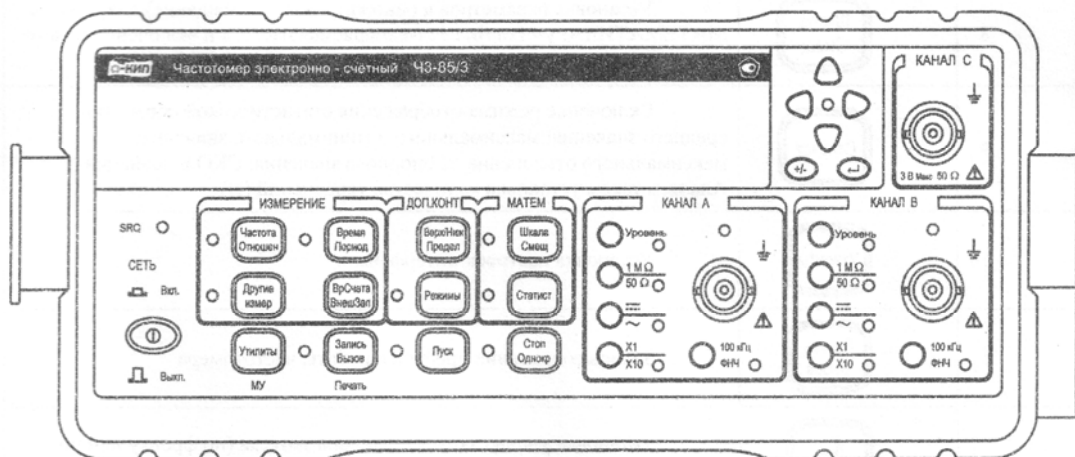


Рис. 12.6. Внешний вид частотомера ЧЗ-85

12.3. Порядок выполнения

1. Ознакомьтесь с руководством пользователя приборов входящих в состав стенда для измерения скорости распространения рэлеевской волны.
2. Включите приборы стенда.
3. Установите исследуемый образец на датчик с изменяемым базовым расстоянием, базовое расстояние l_d задайте равным 20 мм.
4. Установите необходимые параметры настройки генератора, осциллографа и частотомера, запустите генератор в режим генерации импульса по внешнему синхроимпульсу.
5. Установите порог срабатывания компаратора до получения стабильного изображения сигнала приемника на экране осциллографа.
6. Проведите измерение частоты автоциркуляции, снимая и устанавливая образец на датчик 10 раз.
7. Повторите серии измерений для базового расстояния l_d равного 30, 40, 50 и 60 мм.
8. Усредните полученные данные, для каждой пары значений l_d рассчитайте по формуле (9) значение скорости рэлеевской волны.
9. Определите погрешность измерения скорости распространения рэлеевской волны.
10. Сделайте выводы по проделанной работе.

12.4. Контрольные вопросы

1. Дайте описание свойств и характеристик рэлеевской волны.
2. Каково распределение энергии в рэлеевской волне по глубине?
3. Дайте определение физическому явлению, лежащему в основе работы излучателя и приемника датчика ультразвуковых колебаний.

4. Какой способ преобразования объемных волн в рэлеевские используется в данной работе?
5. Опишите метод автоциркуляции применяемый для измерения скорости распространения звуковых колебаний.
6. Чем определяется погрешность измерения скорости звука этим методом?
7. Опишите разностный метод определения скорости рэлеевской волны.
8. В чем преимущество разностного метода определения скорости рэлеевской волны?
9. Поясните роль блока задержки в схеме измерительного акустического стенда.
10. Какова погрешность измерения частоты прибором ЧЗ-85?

12.5. Литература

1. И.А. Викторов. Звуковые поверхностные волны в твердых телах. М.: Наука, 1981. – 288 с.
2. Муравьев В.В., Зуев Л.Б., Комаров К.Л. Скорость звука и структура сталей и сплавов. Новосибирск: Наука. 1996. – 185 с.

13. ИЗМЕРЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ЗАТУХАНИЯ РЭЛЕЕВСКОЙ ВОЛНЫ

Цель работы: ознакомиться с механизмами затухания акустических волн в металлах и сплавах. Освоить работу на приборах, входящих в состав стенда акустических исследований. Провести экспериментальное определение коэффициента затухания поверхностной волны.

13.1. Внутреннее трение в металлах

13.1.1. Теория внутреннего трения

Колебания, искусственно созданные в твердом теле, с течением времени затухают, упругая энергия колебаний рассеивается, превращаясь в тепловую энергию. Различные механизмы превращения упругой энергии в тепловую, объединены общим названием – внутреннее трение.

Для простоты обсуждения и обозначения допустим, что поле напряжений в образце можно охарактеризовать одной, составляющей σ (случай одноосного напряжения). Тогда можно осматривать только одну составляющую деформации ϵ , соответствующую напряжению σ . Соответствующий модуль упругости, связывающий деформацию и напряжение, обозначим через M .

В качестве меры внутреннего трения могут быть выбраны различные величины. Например, за меру внутреннего трения можно выбрать энергию, рассеянную в единице объема за одну секунду, т. е. величину

$$\omega = \overline{\sigma \dot{\epsilon}} \text{ Дж/с}\cdot\text{см}^3. \quad (13.1)$$

Удобнее, однако, пользоваться безразмерными величинами. Наиболее часто употребляемой характеристикой внутреннего трения является величина

$$\varphi = \Delta W / W, \quad (13.2),$$

где
$$\Delta W = \frac{2\pi}{\omega} \int \overline{\sigma \dot{\epsilon}} dv \quad (13.3)$$

энергия, рассеянная за один период по всему объему образца, а

$$W = \frac{1}{2} \int \sigma_0 \epsilon_0 dv \quad (13.4)$$

энергия колебаний всего образца, отвечающая амплитудным значениям напряжения и деформации.

Величину φ называют по-разному, чаще всего коэффициентом поглощения.

По аналогии с терминами, применяемыми в электротехнике, можно ввести так называемую механическую добротность Q системы, которую определим как умноженное на 2π отношение максимальной энергии, запасенной за один период, к энергии, рассеянной за период в том же объеме. Таким образом,

$$Q = 2\pi W / \Delta W . \quad (13.5)$$

Многие авторы пользуются для обозначения внутреннего трения величиной Q^{-1} , которая обратна добротности.

Коэффициент поглощения φ можно определить по развертке свободных затухающих колебаний образца изучаемого материала (см. рис. 13.1).

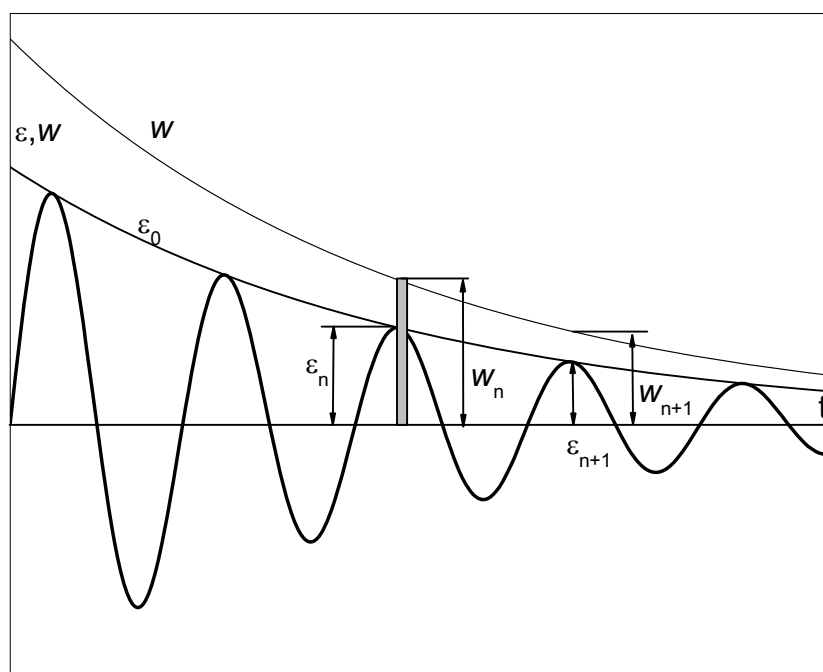


Рис. 13.1. Развертка затухающих колебаний и соответствующая ей кривая рассеяния энергии

Между φ и δ существует простое соотношение:

$$\varphi = 2\delta, \text{ где } \delta = \ln \frac{\varepsilon_n}{\varepsilon_{n+1}} \text{ — логарифмический декремент колебаний.}$$

Оно справедливо для любых амплитуд деформации и не зависит от механизма рассеяния энергии.

Логарифмический декремент не зависит от амплитуды напряжения, когда упругая восстанавливающая сила пропорциональна перемещению конца стержня, а диссипативная сила, обуславливающая рассеяние энергии колебаний, пропорциональна первой степени скорости. В противном случае δ и φ зависят от амплитуды деформации, но связь $\varphi = 2\delta$ при этом не нарушается.

При рассеянии энергии колебаний возможен сдвиг по фазе между напряжением и деформацией; деформация отстает от напряжения на некоторый угол ψ . Угол сдвига фазы ψ является подходящей мерой внутреннего трения. Количество энергии, рассеянной за цикл, стремится к нулю, если ψ приближается к нулю.

Величина внутреннего трения может быть записана следующим образом

$$Q^{-1} = \frac{\Delta W}{2\pi W} \approx \operatorname{tg}\psi = \frac{\lambda\alpha}{\pi}, \quad (13.6)$$

где α – коэффициент затухания ультразвуковой волны, который выражается в неперах на 1 см (одному неперу соответствует ослабление амплитуды в e раз, для перехода к децибелам необходимо число неперов умножить на 8,686).

Имея ввиду эту связь, можно сравнить между собой данные по внутреннему трению, полученные в различных экспериментах при различных частотах, где использованы разные меры внутреннего трения.

В действительности ослабление импульса вызывается не только поглощением, но и в значительной степени рассеянием на неоднородностях. Ослабление волн напряжения особенно велико в случае, если средний размер отдельных неоднородностей сравним с длиной волны λ . При этих условиях ослабление волн напряжения вызывается не столько за счет процессов релаксационного, гистерезисного или резонансного типа, сколько диффузным рассеянием волн напряжений на этих неоднородностях. Так же следует всегда помнить, что связь $Q^{-1} = \frac{\Delta W}{2\pi W} \approx \operatorname{tg}\psi = \frac{\lambda\alpha}{\pi}$ нарушается при $\operatorname{tg}\psi > 0,1$ и она для большинства мер будет зависеть от механизма рассеяния энергии [1].

13.1.2. Источники внутреннего трения

Внутреннее трение в металлах, особенно в чистых, очень чувствительно к холодной деформации. Даже при весьма осторожном, манипулировании с чистым отожженным монокристаллом его внутреннее трение может увеличиться в несколько раз. Резкие изменения способности рассеивать энергию происходят также в результате отжига. Эти факты свиде-

тельствуют о том, что дислокации ответственны, по крайней мере, за часть внутреннего трения в металлах. Кроме того, облучение нейтронами или гамма-лучами значительно уменьшает внутреннее трение; это вполне естественно, если допустить, что точечные дефекты, образовавшиеся в результате облучения, диффундируют к дислокациям и затрудняют их движение. Атомы примесей также имеют тенденцию собираться около дислокаций; обнаружено, что внутреннее трение металлов с примесями обычно значительно меньше, чем внутреннее трение чистого материала. Известно, что дислокации свободно движутся только в своей плоскости.

В настоящее время имеется большое количество экспериментальных данных о явлениях рассеяния энергии в металлах, но интерпретация их весьма сложна, так как способы возникновения внутреннего трения весьма многочисленны. Поэтому в первую очередь укажем основные источники внутреннего трения в металлах, не связанные с дислокациями. Рассеяние энергии, являющееся следствием движения дислокаций, может быть связано с различными причинами, и выбор возможного механизма следует производить с осторожностью.

13.1.3. Эффект термоупругости

Деформация, возникающая в результате быстрого приложения напряжения к какому-либо элементу, сопровождается обычно изменением температуры. При гомогенном распределении напряжений в образце изменение температуры в каждой точке оказывается одинаковым, но если напряжение, как это часто бывает, не гомогенно, в материале возникнут температурные градиенты. В результате образуется тепловой поток, повысится энтропия и произойдет рассеяние энергии, являющееся причиной внутреннего трения.

В поликристаллическом материале температурный эффект также имеет место. Соседние зерна ориентированы неодинаково, вследствие чего приложенное напряжение в разных зернах вызывает различные изменения температуры. В результате через границы зерен устанавливаются тепловые потоки, являющиеся причиной внутреннего трения, величина которого является функцией размера зерна. Люке рассчитал затухание ультразвуковых волн вследствие термоупругого эффекта. Эксперименты в области мегагерцовых частот свидетельствуют о том, что затухание, связанное с потоком тепла между соседними зернами поликристаллического образца или между областями сжатия и растяжения, обычно маскируется рассеянием на границах зерен.

13.1.4. Вязкость границ зерен

Относительное движение зерен поликристаллического материала при сравнительно высоких температурах является причиной рассеяния энер-

гии на границах зерен и, как следствие этого, внутреннего трения. Рассеянная энергия пропорциональна произведению относительного перемещения соседних зерен на напряжение сдвига, вызывающее это перемещение: она мала при низких температурах, когда перемещение невелико, и при высоких температурах, при которых невелико напряжение сдвига, но имеет значительную величину при промежуточной температуре.

13.1.5. Упорядочение под действием напряжения

Присутствие атомов, образующих твердые растворы внедрения в металлах с кубической объемноцентрированной кристаллической решеткой, часто вызывает появление характерного релаксационного пика. Атомы, образующие твердые растворы внедрения, расположены в центре одного из ребер куба, т. е. в положении $[1/2, 0, 0]$; у них есть два ближайших соседа в направлении одной из осей куба, поэтому в этом направлении они вызывают наибольшие искажения. В отсутствие напряжения атомы внедрения в кристалле распределены беспорядочно, но после приложения растягивающего напряжения вызываемые ими искажения приводят к тому, что энергия атома внедрения в определенных положениях становится ниже. Вследствие этого происходит перераспределение атомов внедрения, в результате которого некоторые положения внедрения оказываются преимущественно занятыми. Процесс перераспределения приводит к появлению пика внутреннего трения.

13.1.6. Рассеяние, связанное с электронной структурой

При температурах ниже 20°K затухание звука в мегагерцовой области частот по мере понижения температуры заметно уменьшается. Было показано, что при переходе в сверхпроводящее состояние затухание в монокристаллах свинца значительно уменьшается. Следовательно, значительная доля затухания связана со свободными электронами. Это затухание пропорционально квадратному корню из частоты. Наиболее простое объяснение этого затухания сводится к тому, что в нормальном состоянии колебания решетки сообщают энергию вязкому электронному газу. Затухание рассчитывается в терминах вязкости электронного газа, которая определяется из электропроводности; обнаружено хорошее согласие с наблюдаемой формой кривой зависимости затухания от температуры.

13.1.7. Механизмы внутреннего трения

Для исследования материалов методом измерения внутреннего трения необходимо связать наблюдаемые температурные, амплитудные, временные и другие его зависимости с физическими процессами в материале при приложении знакопеременных упругих нагрузок, вызывающими рассеяние упругой энергии.

Процессы, вызывающие затухание:

1. Диффузия под напряжением растворенных атомов (эффекты Снука, Зинера, Финккельштейна – Розина, релаксация в твердых растворах внедрения в о.ц.к. металлах);
2. Переориентация других точечных дефектов (собственные межузельные атомы, их пары, комплексы внедренных атомов и вакансий, атомов внедрения и замещения и т. д.);
3. Эффекты, вызываемые подвижностью дислокаций (деформационные максимумы в деформируемых металлах и дислокационное затухание, дающее вклад в величину фона внутреннего трения);
4. Зернограничное затухание;
5. Затухание, вызываемое совместно дислокациями и точечными дефектами как растворенными, так и собственными (максимумы Снука – Кестера, Хасигути и некоторые другие);
6. Затухание, вызываемое фазовыми превращениями;
7. Магнитомеханическое затухание, также дающее в основном вклад в величину фона внутреннего трения.

Ниже рассмотрены условия появления разных эффектов затухания, факторы, влияющие на внутреннее трение, параметры релаксационных процессов, позволяющие их обнаружить и изучить экспериментально, физические процессы, вызывающие затухание.

13.1.8. Диффузия одиночных вакансий

Пусть идеальный монокристалл при абсолютном нуле не имеет ни одного вакантного узла. При температуре выше 0°K атомы решетки будут находиться в тепловом движении, и вполне вероятно, что некоторый атом наберет случайно (за счет флуктуации тепловой энергии) достаточную энергию для того, чтобы выйти на поверхность кристалла. В результате образуется вакантный узел или просто вакансия, которая может быть занята рядом сидящим атомом из второго слоя атомов, что приведет к перемещению вакансии внутрь кристалла. Через некоторое время в результате этого процесса первоначально компактный кристалл станет более или менее рыхлым.

Термодинамически равновесная концентрация вакансий, образующихся таким путем равна

$$n = n_0 \exp\left(\frac{-u_v}{kT}\right), \quad (13.7)$$

где n_0 – общее число атомов в единице объема; u_v – энергия, необходимая для образования одного вакантного узла в свободном от напряжений кристалле.

При наложении на кристалл внешнего, например изгибающего, напряжения в нем возникают растянутые и сжатые области и энергия образования вакансии в растянутых областях уменьшается, а в сжатых увеличивается.

Если площадь, на которой каждый атом подвергается действию напряжения σ , составляет b^2 (b – межатомное расстояние, по модулю равное вектору Бюргерса), то работа, совершенная этим напряжением при перемещении атома на расстояние b , равна σb^3 и эффективное значение энергии образования вакансии становится равным $u_v \pm \sigma b^3$. Поэтому при термодинамическом равновесии концентрация вакансий при температуре T будет:

$$\text{в сжатых областях} \quad c = c_0 \exp\left(\frac{-u_v + \sigma b^3}{kT}\right) \quad (13.8)$$

$$\text{в растянутых областях} \quad c = c_0 \exp\left(-\frac{u_v - \sigma b^3}{kT}\right) \quad (13.9)$$

При периодическом деформировании кристалла с инфразвуковой частотой ω будет наблюдаться заметное рассеяние энергии колебаний за счет восходящей диффузии вакансий от мест с растянутой решеткой к местам сжатия. При этом уровень внутреннего трения будет тем больше, чем ниже частота и выше температура опыта. В первом приближении внутреннее трение можно описать формулой:

$$Q^{-1} : (\omega\tau)^{-1},$$

где τ – время релаксации.

В рассматриваемом случае мы допустили, что поверхности кристалла могут служить эффективными источниками и стоками вакансий.

В реальных кристаллах значительно более эффективными источниками могут быть границы зерен и стенки полигонизации.

Была предложена модель на основе предположения, что монокристалл состоит из прямоугольных блоков (рис. 13.2), расстояние между гранями которых в направлении оси z равно l .

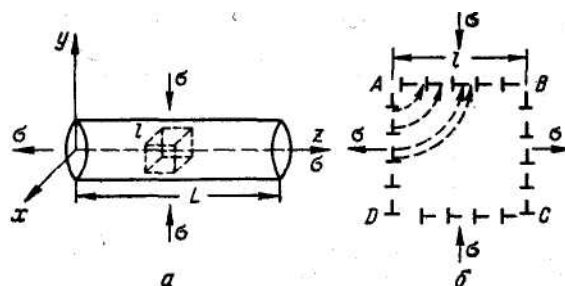


Рис. 13.2. Схематическое изображение монокристаллического блочного образца (а) и диффузионных потоков вакансий в блоке (б)

Предполагается, что: 1) концентрация вакансий у граней АВ и АД определяется формулами (13.8), (13.9) и остается неизменной, несмотря на диффузию вакансий, а также действие внешних сил с частотой ν (источники и стоки вакансий одинаковы по мощности); 2) траектория диффузии прямолинейна.

Действительно, если к кристаллу приложены внешние напряжения σ_{ik} , то в первый момент времени на участок межблочной границы с нормалью n действует нормальное давление

$$P_n = \sigma_{ik} n_k \quad (13.10)$$

В результате концентрация вакансий на этом участке изменится на величину, пропорциональную давлению. Вследствие наличия градиента концентраций между границами с различной ориентацией возникнут диффузионные потоки вакансий и, следовательно, будет протекать неупругая деформация. Поскольку градиенты концентраций максимальны вблизи углов блока в этих областях неупругая деформация будет протекать быстрее. Это приведет к уменьшению нормального давления вблизи углов и увеличению его в центрах граней блока, т. е., к подстройке напряжений.

13.1.9. Переориентировка бивакансий

В кубических кристаллах одиночные вакансии создают искажения, также обладающие кубической симметрией. Однако если они объединяются в комплексы из двух или более вакансий, то искажения решетки имеют более низкую симметрию и положение внешних напряжений вызывает релаксационную переориентировку таких комплексов, что сопровождается рассеянием энергии колебаний.

Релаксация бивакансий для г.ц.к. решеток описывается двумя временами релаксации. Действительно, в г.ц.к. решетке бивакансии могут (рис. 13.3) иметь шесть различных ориентаций.

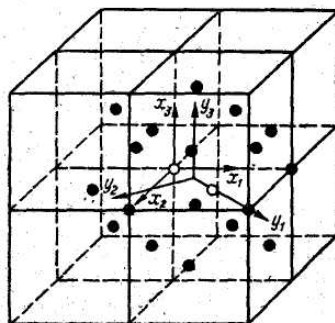


Рис. 13.3. Бивакансии в г.ц.к. решетке: \circ – вакансии; \bullet – ближайшие соседи вакансий

Обозначим ориентацию буквой ν , которая будет пробегать значения: $-1, 2, -2, 3, -3$. При отсутствии внешних напряжений концентрация пар вакансий любой ориентации равна $c_0/6$.

Под воздействием внешних напряжений это равновероятное распределение по ориентациям нарушается. Из любого положения ν бивакансия может перейти в пять других положений. При этом для перехода в ориентацию $-\nu$ бивакансия должна повернуться на 90° , тогда как для перехода в любую из четырёх остальных ориентации – лишь на угол 60° .

Внутреннее трение рассматриваемого типа характеризуется двумя временами релаксации и зависит от ориентации приложенных сил.

13.1.10. Эффект Сноэка

Простейшей релаксацией, связанной с наличием в кристалле параупругих примесей, является релаксация в α -железе, содержащем углерод (или азот), обнаруженная и объясненная Сноэком (1939 г.). Атомы углерода (или азота) в о. ц. к. решётке α -железа занимают октаэдрические позиции внедрения в центрах ребер или граней элементарной ячейки. Из простых геометрических соображений следует, что искажения решетки, создаваемые таким дефектом, имеют тетрагональную симметрию и располагаются следующим образом (рис. 13.4):

$(\frac{1}{2}, 0, 0), (0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ – x – положение;

$(0, \frac{1}{2}, 0), (\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2})$ – y – положение;

$(0, 0, \frac{1}{2}), (\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0)$ – z – положение.

Так как всего положений x, y и z имеется в три раза больше, чем атомов железа (в то время как молярная концентрация углерода не достигает 1 %), то, конечно, лишь очень малая часть возможных положений будет занята.

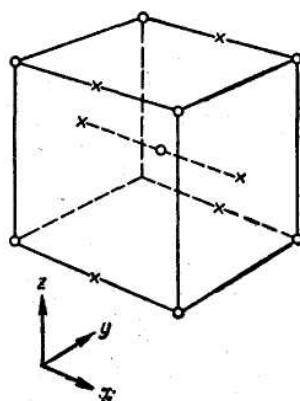


Рис. 13.4. Возможные положения атомов внедрения (C, N и др.) в решетке α -железа (x – положения атомов)

При отсутствии каких-либо внешних сил в предположении, что при комнатной температуре диффузия в известной степени еще возможна, естественно полагать, что в среднем будет занято равное число x -, y -, z - положений, т. е. решетка остается в среднем кубической. Если приложить напряжение растяжения вдоль одной из осей, то расположение атомов углерода по x -, y - и z -положениям изменится, причем оно будет благоприятствовать удлинению в направлении приложенной силы. Действие переменных напряжений будет сопровождаться рассеянием энергии колебаний.

Эффект Сноэка должен обладать сильной анизотропией: релаксация отсутствует для продольных колебаний монокристалла в направлении $[111]$. Это предсказание было подтверждено экспериментально Дикстра (1947 г.).

Внутреннее трение вычисляли по обычной формуле:

$$Q^{-1} = A \frac{\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2}, \quad \tau = \frac{1}{3\Gamma}, \quad (13.11)$$

где τ – время релаксации; Γ – вероятность перехода атома в одно из соседних положений за единицу времени; A – коэффициент, величина которого определяется видом и направлением приложенного напряжения.

Можно ожидать, что релаксационные эффекты, связанные присутствием в железе атомов углерода или азота, должны наблюдаться также для всех растворов типа внедрения в металлах с о. ц. к. решеткой при условии, что растворенные атомы достаточно велики, чтобы положения $(1/2, 0, 0)$ были предпочтительнее положений $(1/2, 1/4, 0)$.

13.1.11. Эффект Финкельштейна–Розина

Эти состояния могут быть двух типов:

- состояние искажения, вызываемого легирующими элементами;
- состояние искажения, вызываемого вакансиями в решетке.

Была определена зависимость между высотой пика внутреннего трения и количеством растворенного углерода. Линейная зависимость между высотой пика внутреннего трения и количеством углерода в твердом растворе приводит к выводу, что элементарным актом процесса, вызванного напряжениями, является перемещение одного атома углерода. Если бы это была пара атомов углерода, тогда, согласно вычислениям, высота пика внутреннего трения имела бы квадратичную зависимость от содержания углерода в твердом растворе. На рис. 13.5 приведена модель для объяснения полученного пика внутреннего трения. При расположении атомов, показанном на рис. 13.5, атом углерода может образовать пять связей типа AC и одну связь типа BC. Положения I и II представляют октаэдрические междоузлия двух возможных типов в решетке. Пусть $BC > AC$ (аналогично рассматривается и обратное утверждение).

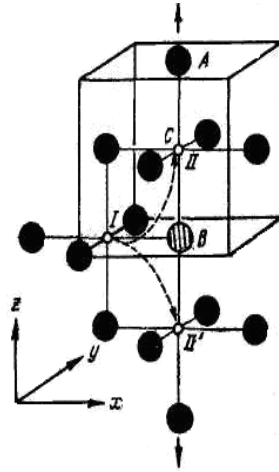


Рис. 13.5. Модель для объяснения эффекта Финкельштейна – Розина:
A – атом железа; *B* – чуждой атом (атом замещения, вакансия или атом внедрения)

Если растягивающее напряжение приложено вдоль направления z , то атом углерода будет стремиться перескочить из положения I (X- или Y-положения) в положение II (Z-положение) так, чтобы ориентация BC стала параллельна направлению растяжения. Такое перемещение показано пунктирными стрелками на рис. 13.5. Вследствие этого перемещения происходит дополнительная деформация.

Подобным же образом атом углерода будет стремиться перейти из положения II в положение I, когда приложенные внешние напряжения будут сжимающими.

Существование критического содержания углерода для возникновения пика внутреннего трения авторы [3] основывают на наличии вакансий в решетке. В начальной стадии науглероживания образца атомы углерода могут входить в дырки решетки: Атомы углерода, занимающие такое замещающее положение, не будут создавать пика. Когда существующие вакансии полностью заполняются, последующие атомы углерода могут располагаться только в октаэдрических междуузлиях.

Если полученные результаты рассматривать как доказательство отсутствия заметного влияния атомов замещения и вакансий на высоту рассматриваемого диффузионного пика, то можно предположить, что пик в основном связан с поворотом пары внедренных атомов углерода или азота.

Показано, что во всех случаях в первых двух координационных сферах наблюдается отталкивание. Это значит, что образование пар ближайших соседей невозможно. В случае растворов внедрения пары могут образовываться между атомами в третьей – пятой координационных сферах. Следует учесть, что для вакансий закономерности в распределении энергии взаимодействия будут обратными. Это означает, что около вакансии могут образовываться пары в соседних координационных сферах.

При наложении переменного напряжения происходит переориентация пар путем перехода атома внедрения из одной координационной сферы в другую. У пар из атомов внедрения и замещения возможно притяжение для шестой координационной сферы. Однако такая пара не будет менять свою ориентацию, так как соседние места входят в другие координационные сферы и являются запрещенными. В растворах с атомами замещения, которые заметно различаются по атомному радиусу от растворителя, этот эффект выразится в том, что будет подавляться процесс образования пар внедрения до тех пор, пока концентрация атомов внедрения не достигнет такой величины, что атомы внедрения будут располагаться в пятой координационной зоне и ближе.

13.1.12. Гантельный эффект

Помимо релаксационных эффектов, вызванных чужеродными атомами внедрения, в г.ц.к. металлах могут быть и другие, обусловленные внедрением собственных атомов.

Сравнительно недавно считали, что в г.ц.к. решетке междуузельный атом (смещённый из узла) занимает центр куба.

Новые расчёты показали, что энергетически предпочтительно образование пары атомов внедрения – «гантели» (рис. 13.6).

Подобные пары могут возникать при пластической деформации или нейтронном облучении следующим образом. Атом, попавший в центр куба, смещается, как показано на рис. 6, причем вытесняет следующего соседа по решетке до энергетически выгодной позиции так, что образуется пара атомов в междуузлии в направлении $[100]$. Гантельная пара вызывает тетрагональное искажение решетки, образуя основу для возникновения релаксации.

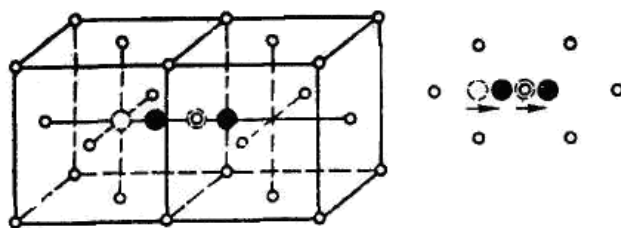


Рис. 13.6. Междуузельные атомы в положении гантели

В этом случае гантель колеблется под действием приложенного напряжения вокруг своего центра тяжести, а ее тетрагональная ось устанавливается в направлении растяжения. Помимо вращения, происходит также миграция оси одновременно с вращением, как показано в правой части рис. 13.6.

Первый процесс не способствует диффузии атомов, расположенных в междуузлиях, второй приводит к залечиванию вакансий. В этом заключа-

ется основное различие между явлениями релаксации за счет собственных и чужеродных атомов. Максимум внутреннего трения устойчив за счет чужеродных атомов, он раз и навсегда задается наличием чужеродных атомов и их концентрацией. Максимум внутреннего трения за счет собственных атомов исчезает по мере излечивания дефектов. Поэтому этот максимум исчезает только тогда, когда энергия активации вращения гантели ниже, чем таковая для ее миграции. Если последняя величина больше, чем первая, то экспериментально можно определить лишь энергию миграции.

13.1.13. Эффекты, обусловленные атомами замещения

Эффект Зинера. В 1943 г. Зинер обнаружил пик внутреннего трения в латуни при 400 °С и частоте 620 Гц.

Поскольку одиночные примесные атомы замещения в г.ц.к., о.ц.к. и г.п.у. кристаллах создают искажения, обладающие симметрией решетки, он объяснил наблюдаемую релаксацию эффектами, обусловленными изменением ориентации пар соседних одноименных атомов.

Исходя из этих представлений, был вычислен дефект модуля при продольных колебаниях в направлении [111] в г.ц.к. решетке, обусловленный переориентацией таких пар. Зная дефект модуля, легко найти величину внутреннего трения.

Полуширина реального максимума пика внутреннего трения в латуни на 10–20 % больше теоретического значения. Следовательно, эффект не описывается одним временем релаксации, он связан с распределением времен релаксации. Новик и Берри объяснили это распределение времен релаксации локальными флуктуациями в концентрации растворенного вещества.

Анализируя внутреннее трение вследствие переориентировки пар атомов замещения, Зинер пришел к выводу, что парная релаксация не должна быть в о.ц.к. решетке, если направление колебаний совпадает с одной из главных осей кристалла. В случае г.ц.к. решетки релаксация должна наблюдаться при продольных колебаниях любой ориентации.

Зинеровская релаксация обнаруживается в твердых растворах замещения и известна для всех трех простых решеток: о.ц.к., г.ц.к. и г.п.у. Эффект является объемным и не связан с присутствием дислокаций и границ зерен. Он хорошо проявляется в монокристаллах.

Однако теория парной переориентации растворенных атомов Зинера теряет смысл при больших концентрациях растворенного элемента, где понятие отдельной пары, неприемлемо. Далее приложение внешнего напряжения вызывает как образование, так и уничтожение пар растворенных атомов, следовательно, не оставляет их постоянными. Не рассмотрено также влияние на релаксационный эффект соседних атомов во второй координационной сфере. Наконец, теория Зинера не принимает

во внимание тенденции к образованию в твердом растворе ближнего порядка или сегрегации растворенных атомов при обычно применяемых [10–30 % (ат.)] концентрациях в процессе релаксации.

13.1.14. Эффект перераспределения примесей между границей и объемом зерен

В поликристаллических чистых металлах при повышенных температурах ($\sim 0,3-0,6T_s$) в инфразвуковом диапазоне частот на кривой $Q^{-1}(T)$ наблюдается пик. На том основании, что подобный пик отсутствует в монокристаллах чистых металлов, его появление связывают с релаксацией напряжений по границам зерен. При обогащении чистого поликристалла примесью наряду с зернограничным пиком появляется новый пик. С увеличением концентрации примеси зернограничный пик понижается и может полностью исчезнуть; высота нового пика при этом возрастает. Однако, как это найдено для некоторых сплавов, начиная с определенных, более высоких концентраций примеси, наблюдается его понижение и даже исчезновение.

Предложен следующий механизм его возникновения. Как известно, большая концентрация примеси на границах зерен возникает благодаря меньшей энергии искажения, которую вносит атом примеси на границе зерна, по сравнению с его энергией искажения в объеме зерна.

Упругая деформация, меняя величину энергии искажения, будет в зависимости от своего характера способствовать или препятствовать увеличению концентрации атомов примеси в толще границы зерна. Поэтому при периодическом деформировании должна периодически меняться и концентрация атомов на границах зерен. При совпадении периода деформации со временем релаксации процесса миграции между границей зерен и его объемом возникает наибольшее рассеяние энергии колебаний.

13.1.15. Дислокационное внутреннее трение

С дислокациями связан целый ряд релаксационных эффектов, проявляющихся в деформационных металлах и сплавах с достаточно высокой плотностью дислокаций.

Эти дефекты можно разделить на: а) вызываемые движением самих дислокаций по механизму образования и движения термических или геометрических перегибов (максимумы Бордони, Ниблеииа – Уилкса, ряд других дислокационных максимумов); б) обусловленные совместно дислокациями и собственными точечными дефектами (вакансиями, межузельными атомами) – максимумы Хасигути; в) вызываемые совместно растворенными внедренными атомами и дислокациями (релаксация Снука – Кестера, усиленный дислокациями максимум Снука).

В большинстве работ дислокационное внутреннее трение рассматривается на основе модели Гранато и Люке. Прямолинейная дислокация закреплена на концах так, что в ходе изменения внутреннего трения она не отрывается от этих точек «сильного закрепления» – узлов дислокационной сетки (рис. 13.7).

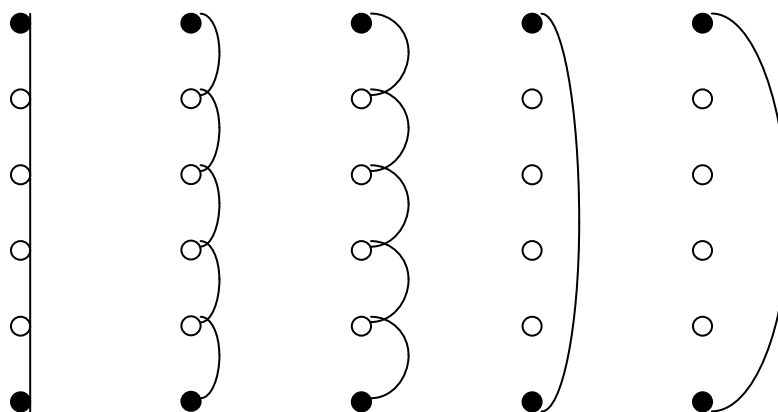


Рис. 13.7. Выгибание закрепленной дислокационной линии при увеличении приложенного напряжения.

Между ними со средним шагом Lc расположены примесные атомы, от которых дислокация отрывается при достаточно высоких значениях ε_A и на которых дислокационная линия закрепляется при уменьшении напряжения. Отрыв и закрепление приводит к разному ходу кривой $\sigma - \varepsilon d$ (εd – дислокационная упругая деформация, пропорциональная площади, «заметаемой» дислокацией при выгибании) при увеличении и уменьшении σ , т. е. к гистерезису и гистерезисным потерям.

Критерием применимости теории Гранато – Люке для описания амплитудной зависимости Q_m^{-1} является выполнение прямолинейной зависимости в координатах Гранато – Люке: $\ln(Q^{-1}\varepsilon_A) - 1/\varepsilon_A$. По углу наклона в этих координатах определяют изменение Lc , т. е. числа точек закрепления дислокации.

Теория Гранато – Люке применима для растворов низкой концентрации со слабым закреплением дислокаций примесями в области относительно низких температур, при которых не существенно термоактивируемое освобождение дислокаций от примесных атомов. Экспериментальная проверка показала применимость теории для ряда металлов с г.ц.к. и гексагональной решетками.

В модификациях теории сделаны попытки учесть: отрыв от точек закрепления не только за счет приложенного напряжения, но и термической активации; перераспределение точек закрепления вдоль линии

дислокации под действием приложенных напряжений; реальный механизм движения дислокаций путем образования и движения перегибов и др. Однако все эти модификации не смогли существенно расширить область применения теории Гранато – Люкке.

Интересную информацию о дислокационной структуре может дать не зависящее от амплитуды внутреннее трение (при $\varepsilon_A < \varepsilon'_{кр}$), Фоновое внутреннее трение вызывается торможением колеблющихся дислокаций в кристаллической решетке и в значительной степени определяется подвижностью дислокаций при перемещении их на очень малые расстояния. Оно зависит от частоты колебаний, и при увеличении частоты проходит через максимум.

13.1.16. Особенности затухания рэлеевских волн

Поскольку рэлеевские волны не проникают в глубь твердого тела, их амплитуда вдали от источника убывает с расстоянием R пропорционально

$$(k_R R)^{1/2} \quad (13.12)$$

вследствие расхождения волнового пучка, излучаемого источником. Убыванию амплитуды рэлеевских волн вследствие поглощения и рассеяния упругой энергии присущи особенности, характерные для продольных и поперечных волн, поскольку рэлеевская волна является комбинацией этих волн. Поглощение и рассеяние рэлеевских волн на ультразвуковых частотах исследовано довольно слабо. Затухание же объемных (продольных и поперечных) ультразвуковых волн изучено весьма подробно. Так, была сделана попытка установить связь между затуханием поверхностных и объемных волн: получена формула, связывающая коэффициенты затухания указанных волн. Таким образом, коэффициент затухания рэлеевской волны на длине волны есть линейная комбинация из аналогичных коэффициентов затухания продольных и поперечных волн:

$$\gamma = C\alpha + (1 - C)\beta. \quad (13.13)$$

Величина C зависит только от коэффициента Пуассона ν . Расчеты показали, что для всех материалов «удельный вес» β в расчетной формуле (13.13) больше удельного веса α , т. е. при примерно одинаковых значениях величин α и β коэффициент γ затухания рэлеевских волн определяется в основном коэффициентом затухания поперечных волн β (например, для стали $\gamma = 0,89\beta + 0,11\alpha$).

При проверке соотношения (13.13) в мегагерцовом диапазоне частот для трех твердых материалов различного типа, относительная ошибка определения коэффициентов затухания составляет порядка

20 % (что хорошо подтверждает зависимость между коэффициентами затухания объемных и поверхностных рэлеевских волн) [4].

13.1.17. Влияние дефектов поверхности на распространение рэлеевских волн

При наличии на поверхности, вдоль которой распространяется рэлеевская волна, всякого рода дефектов (трещины, царапины, неровности и пр.) возникают рассеянная (отраженная) рэлеевская волна, а также продольные и поперечные волны, распространяющиеся в глубь среды. Исходная рэлеевская волна будет вследствие этих рассеяний ослабляться. Вопрос о влиянии дефектов поверхности на распространение рэлеевских волн очень важен для практического использования этих волн, особенно применительно к ультразвуковой поверхностной дефектоскопии. Этот вопрос можно разделить на два аспекта – влияние единичных дефектов на рэлеевскую волну и влияние множественных. Эксперименты по изучению влияния единичных дефектов поверхности на распространение рэлеевских волн проводятся на моделях поверхностных дефектов. Обычно рассматривается два типа моделей дефектов: линейные (протяженные) поверхностные дефекты и локализованные дефекты.

13.2. Приборы и установки

В лабораторной работе для определения коэффициента затухания рэлеевской волны используется измерительный стенд, схема которого приведена на рис. 13.8.

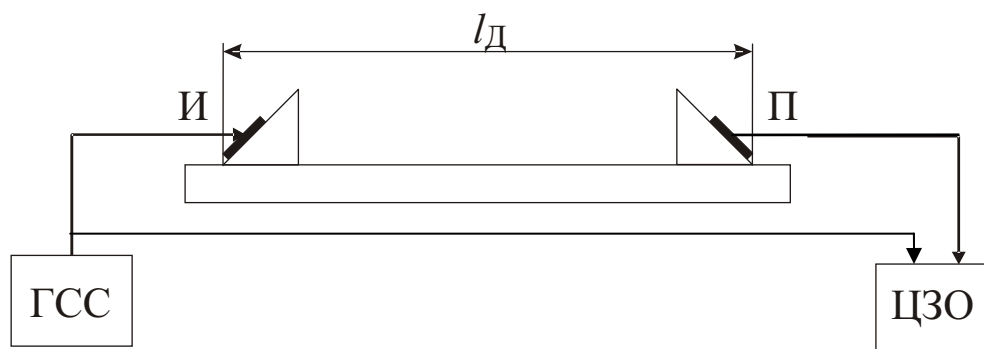


Рис. 13.8. Структурная схема установки измерения коэффициента затухания рэлеевской волны. Обозначения: l_D – базовое расстояние между излучателем и приемником, И – излучатель, П – приемник ГСС – генератор сигналов специальной формы, ЦЗО – цифровой запоминающий осциллограф

Генератор сигнал специальной формы ГСС–93 используется как источник синусоидального напряжения с регулируемой частотой, частота выходного сигнала устанавливается равной резонансной частоте излучателя и приемника рэлеевской волны. Рэлеевская волна в образце формируется методом клина, в данной работе используется специальный датчик с переменным базовым расстоянием l_D . Цифровой запоминающий осциллограф TDS–2022В используется в режиме измерения для определения амплитуды сигнала на излучателе и приемнике рэлеевской волны.

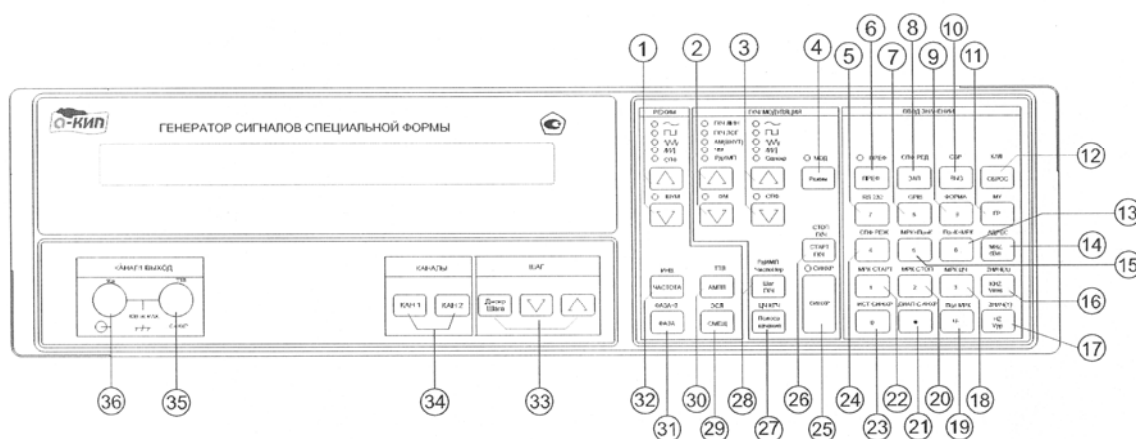


Рис. 13.9. Внешний вид генератора ГСС–93

Назначение основных элементов управления генератора ГСС–93 (рис. 13.9): 1 – кнопка выбора формы выходного сигнала основного генератора; 2 – кнопка выбора режима модулирующего генератора; 3 – кнопка выбора формы выходного сигнала модулирующего генератора; 4–24 – кнопки цифровой клавиатуры ввода значений параметров; 25 – кнопка однократного запуска цикла свипирования или однократного пакета; 26 – кнопка активизации режима установки начальной и конечной частоты ГКЧ; 27 – кнопка активизации режима установки полосы качания в режиме ГКЧ, параметров модуляции в режиме АМ, ЧМ и ФМ; 28 – кнопка активизации режима установки частоты внутреннего модулирующего генератора в режиме АМ, ЧМ; 29 – кнопка активизации режима установки смещения постоянной составляющей выходного сигнала, установки выходного сигнала на основном выходе с уровнем логики ЭСЛ; 30 – кнопка активизации режима установки уровня выходного сигнала, установка выходного сигнала на основном выходе с уровнем логики ТТЛ; 31 – кнопка активизации режима установки фазы запуска пакета; 32 – кнопка активизации режима установки частоты; 33 –

кнопка активизации режима установки пошагового изменения выбранного параметра, кнопки изменения выбранного параметра на шаг в сторону увеличения или уменьшения; 35 – выход с уровнем ТТЛ канала 1; 36 – Основной выход 50 Ом канала 1. Внешний вид цифрового запоминающего осциллографа TDS–2022В приведен на рис. 13.10.

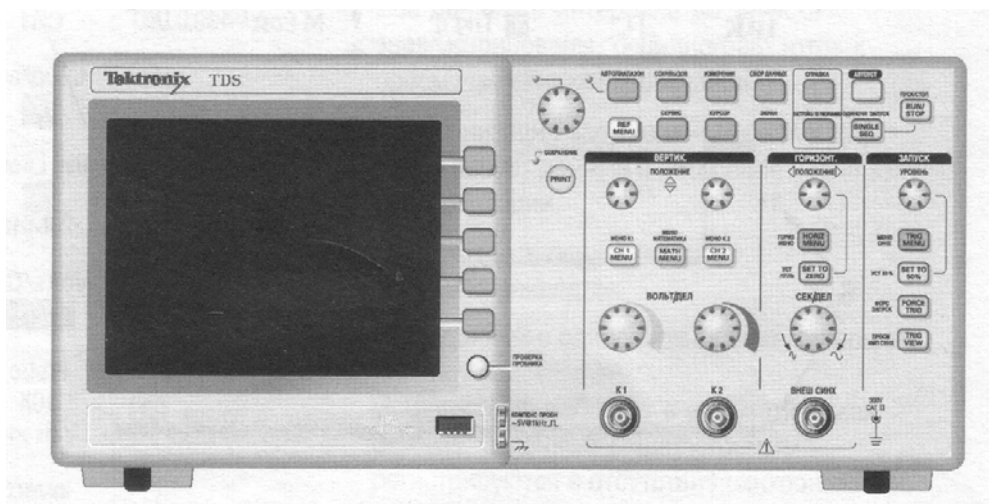


Рис. 13.10. Внешний вид ЦЗО TDS-2022В

13.3. Порядок выполнения

1. Изучите руководство пользователя генератора специальных сигналов и цифрового осциллографа.
2. Базовое расстояние l_D ультразвукового датчика задайте равным 10 мм, установите измеряемый образец.
3. Включите приборы стенда, установите необходимую частоту генерации синусоидального сигнала, осциллограф переключите в режим измерения амплитуды измеряемого сигнала.
4. Изменяя базовое расстояние датчика l_D с шагом 1 мм до значения 50 мм проведите измерения амплитуды регистрируемой приемником рэлеевской волны, результаты измерения занесите в таблицу. Повторите измерения 5 раз.
5. Постройте полученную зависимость в осях ($l_D, U_{\text{ПР}}$), пример на рис. 13.11 и ($l_D, (U_{\text{ПР}}/U_0)^{-0.5}$), рис. 13.12.
6. Аппроксимируйте вторую зависимость прямой, определите коэффициент пропорциональности k_R . Сделайте выводы.

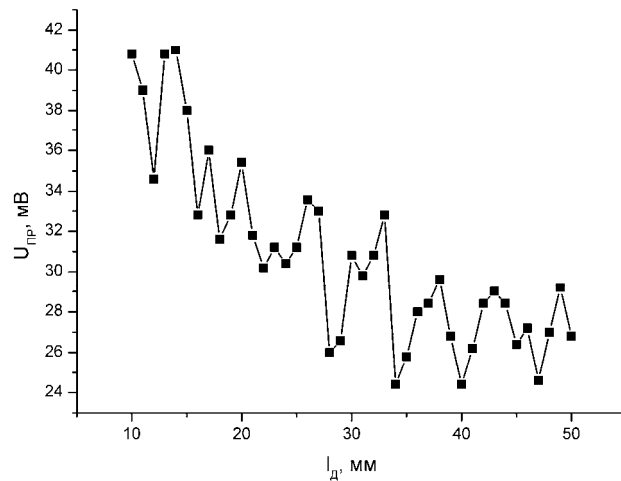


Рис. 13.11. Пример графика зависимости $U_{PP} = f(l_D)$

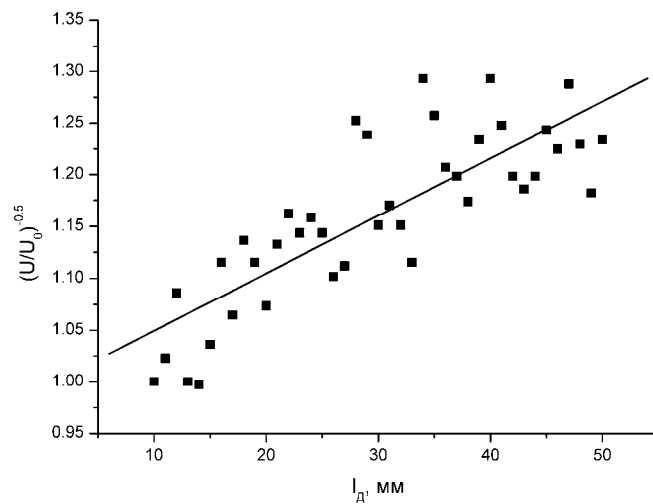


Рис. 13.12. Пример зависимости, $(U_{PP}/U_0)^{0.5} = f(l_D)$

13.4. Контрольные вопросы

1. Дайте определение понятию «внутреннее трение».
2. Что такое коэффициент поглощения, логарифмический декремент колебаний и механическая добротность, как связаны между собой эти величины?
3. Назовите источники внутреннего трения.
4. Перечислите процессы, вызывающие затухание акустического сигнала.

5. Опишите влияние диффузии одиночных вакансий на затухание.
6. Опишите механизм дислокационного внутреннего трения.
7. В чем заключается основное различие между явлениями релаксации за счет собственных и чужеродных атомов?
8. Каковы особенности затухания рэлеевской волны?
9. Как влияют состояние поверхности и поверхностные дефекты на распространение рэлеевской волны?
10. Какой способ усреднения экспериментальных данных применяется в данной работе, и почему?

13.5. Литература

1. В.С. Постников Внутреннее трение в металлах. М.: Металлургия, 1963г 350 с.
2. Д. Ниблетт, Дж Уилкс Внутреннее трение в металлах связанное с дислокациями. // Успехи физических наук. 1963 г. Т. LXXX, вып. 1
3. Внутреннее трение металлов. М.: Металлургиздат. 1963 г. – 128 с.
4. И.А. Викторов. Звуковые поверхностные волны в твердых телах. М.: Наука, 1981 г. – 288 с.

14. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АКУСТИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СТАДИЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ В МЕТАЛЛАХ И СПЛАВАХ

Цель работы: ознакомиться с теоретическими основами стадийности пластической деформации, устройством растяжной машины, порядком работы с прибором измерения скорости звука АSTR. Провести экспериментальное определение стадий пластической деформации. Провести анализ полученных результатов.

14.1. Стадийность пластической деформации

Деформация и разрушение кристаллических тел под действием приложенных сил – это основные явления, определяющие механическое поведение материалов. Деформация тел в значительной степени зависит от размера и формы тела, поэтому поведение материала обычно описывается с помощью силы, отнесенной к единице площади, или напряжения σ и относительного формоизменения, отнесенного к единице длины, или степени деформации ε . Если при снятии нагрузки восстанавливается исходная форма образца, то деформация называется упругой. Деформация, сохраняющаяся после разгрузки, называется пластической.

Соппротивление пластической деформации, как правило, определяют по диаграммам деформации в координатах σ , ε . Эти диаграммы характеризуют металл, определяя его механические свойства (предел текучести, деформирующее напряжение, интенсивность деформационного упрочнения, предел прочности и др.). Предел текучести – это величина деформирующего напряжения, после которого деформация становится пластической, т. е. необратимой. На практике это обычно напряжение (условный предел текучести), требуемое для создания некоторой условной пластической деформации (обычно порядка 0,2 %). Интенсивность деформационного упрочнения, или коэффициент деформационного упрочнения, $\theta = d\sigma/d\varepsilon$, определяет прирост напряжения на единицу деформации. Значение максимального деформирующего напряжения, которое выдерживает образец до разрушения, называется пределом прочности.

Для пластичных металлов и сплавов установлено, что зависимость σ - ε в области пластической деформации имеет стадии, различающиеся интенсивностью деформационного упрочнения. Изучение явления стадийности зависимостей напряжение–деформация имеет важное значение для понимания природы формирования механических свойств ме-

таллических материалов. В настоящее время выявлено, что стадийность пластической деформации обусловлена в значительной мере эволюцией дефектной структуры металлов и сплавов.

14.1.1. Стадии пластической деформации. История вопроса

Стадийность пластической деформации прежде всего была выявлена на монокристаллах. В 1930 г. Г. Закс и Д. Виртс обнаружили линейное упрочнение на монокристаллах Cu, Ag и Au. Фактически это было первое сообщение о стадии II на зависимостях напряжение–деформация. Г. Тейлор и С. Элам в 1963 г. наблюдали параболическую зависимость на металлических кристаллах. Стадия с параболическим упрочнением получила впоследствии название стадии III. Параллельно с зарубежными авторами (а кое в чем и опережая их) вел свои исследования ленинградский ученый А.В. Степанов, который обнаружил три стадии упрочнения на ионных кристаллах. К сожалению, значимость этих работ сообществом ученых была осознана много позже. Постепенно технология получения монокристаллов улучшалась, и повышалась чистота металлических кристаллов. В тот период Е.Н. Андраде с сотрудниками обнаружили стадию с нулевым значением коэффициента деформационного упрочнения (стадия I). Эта стадия, следующая сразу за пределом текучести, получила название стадии легкого скольжения. В 1955 г. А. Зеегер с сотрудниками показали, что трехстадийный характер зависимости напряжение–деформация (используются также термины «кривая деформации» или «кривая течения») – легкое скольжение, линейное упрочнение и параболическое – носит общий характер. Далее начинается период интенсивного исследования влияния различных параметров на характер стадийности.

Более сложной оказалась ситуация с выделением стадий деформации для случая поликристаллических материалов. Уже в 60-х годах на упорядоченных сплавах с ОЦК (М. Марсинковский и Н. Чессин) и ГЦК кристаллическими решетками (Л.Е. Попов, Э.В. Козлов, А.Д. Коротаев, Н.А. Конева) была обнаружена стадийность упрочнения на кривых деформации. Картина кривой деформации поликристаллических металлов в этих работах представлялась состоящей последовательно из стадий: переходная стадия, стадии II и III. Стадия легкого скольжения (стадия I) в поликристаллах не выявлялась.

14.1.2. Основной четырехстадийный характер кривой деформации и его варианты

Показано, что в наиболее общем случае зависимость $\sigma = f(\varepsilon)$ является четырехстадийной (рис. 14.1). На ней выделяются стадии: переходная (II), следующая за пределом текучести и демонстрирующая либо рост, либо

уменьшение коэффициента деформационного упрочнения; сразу за ней следует стадия II с высоким постоянным или почти постоянным высоким упрочнением; на следующей стадии III коэффициент упрочнения уменьшается (зависимость $\sigma = f(\varepsilon)$ на этом участке носит параболический или близкий к нему характер); наконец за стадией III следует стадия IV с очень низким и постоянным коэффициентом упрочнения [2].

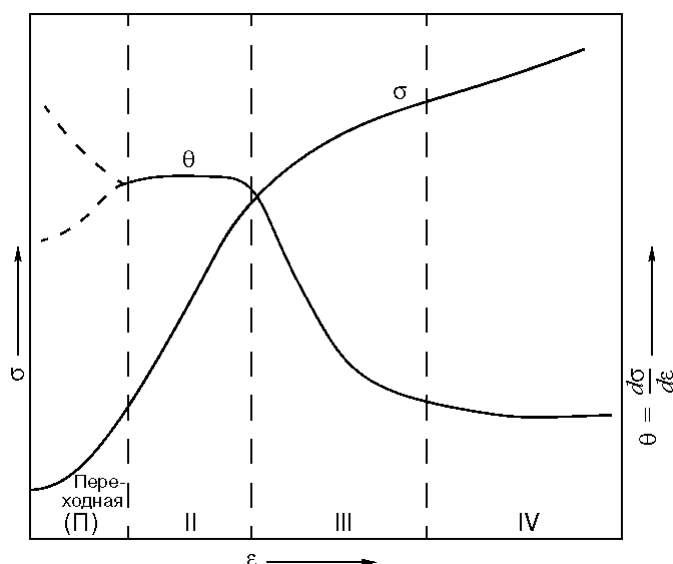


Рис. 14.1. Типичная четырехстадийная кривая $\sigma = f(\varepsilon)$ и зависимость $\theta = f(\varepsilon)$

Эта общая картина в конкретных частных случаях обладает некоторыми особенностями. Во-первых, переход от стадии к стадии может быть резким или размытым, а поведение коэффициента упрочнения на соседних стадиях может различаться либо значительно, либо слабо. Во-вторых, переходной стадии в некоторых случаях предшествует стадия легкого скольжения – стадия I. Она наблюдается лишь в монокристаллах некоторых ориентации. В-третьих, вслед за стадией IV могут наблюдаться последующие стадии. В-четвертых, существуют совершенно уникальные аномальные случаи, когда на кривых совсем отсутствуют некоторые из основных стадий, например стадия II.

Стадийность кривых деформации является общим свойством поликристаллов в широком интервале размеров зерен.

14.1.3. Изменения в дислокационной структуре – причина стадийности пластического течения

Известно, что пластическая деформация металлов сопровождается накоплением линейных дефектов – дислокаций. Так же было установлено, что с увеличением деформации металлических материалов увели-

чивается не только число дислокаций, но и тип их пространственного распределения. Эти характерные типы распределений дислокаций называются дислокационными субструктурами. Наблюдается два характерных типа распределений дислокаций, то есть два типа дислокационных субструктур: дислокационные клубки (а) и дислокационные ячейки (б). Клубки представляют собой достаточно плотные образования из дислокаций. Отдельные клубки не связаны между собой. С развитием деформации число дислокаций увеличивается и клубки смыкаются друг с другом, образуя ячеистую дислокационную субструктуру. Наиболее характерными для ячеистой субструктуры являются высокая плотность дислокаций в ее стенках и почти полное их отсутствие внутри ячеек. Было установлено, что дислокационные субструктуры по мере развития деформации возникают не случайным образом, а в определенной последовательности, сменяя друг друга. Удалось связать количественно характеристики деформационного упрочнения и типы дислокационных субструктур. Для этого с использованием большого массива электронно-микроскопических изображений дислокационных структур определялись объемные доли P_V , занимаемые тем или иным типом дислокационной субструктуры в образце при различных степенях деформации ε . Анализ данных показал, что на каждой стадии деформации в материале, как правило, присутствуют два типа субструктуры. По мере развития деформации в пределах соответствующей стадии объемная доля одного из них уменьшается, а другого увеличивается. Окончание стадии совпадает с исчезновением одного типа субструктуры и заполнением всего объема материала другим типом. Затем появляется новый, очередной тип субструктуры и начинается новая стадия. Таким образом, наиболее общей чертой картины сменяемости стадий деформации является присутствие на каждой стадии двух типов дислокационной субструктуры, то есть своеобразная двухфазность дефектной подсистемы материала. Стадии пластической деформации обязаны своим появлением закономерностям эволюции дислокационных субструктур. Появление, развитие и закономерная смена субструктур управляют появлением, развитием и сменой стадий пластической деформации.

14.1.4. Накопление дислокаций и стадии пластической деформации

Одним из важных параметров дислокационной структуры является плотность дислокаций ρ , которая накапливается в материале в процессе его деформации. Плотность дислокаций представляет собой общую длину дислокационных линий в единице объема материала. Эту величину называют скалярной плотностью дислокаций, поскольку в этом случае

подсчет плотности дислокаций ведется без учета знака дислокаций. Знак дислокации в достаточной степени условен, то есть какие-то дислокации нужно считать положительными, а какие-то – отрицательными.

Знак дислокации определяется с учетом ее вектора Бюргерса. Вектор Бюргерса является мерой искаженности кристаллической решетки, обусловленной присутствием в ней дислокации. Для оценки степени искаженности решетки, вызванной дислокацией, сравнивают несовершенный кристалл, содержащий дислокацию, с совершенным кристаллом, без дислокации.

Когда деформации невелики, дефектов мало, кристаллическая решетка искажена очень незначительно (то есть отсутствуют локальные разориентировки одних частей кристалла относительно других), значение ρ близко к нулю. С увеличением деформации ρ нарастает. Скалярная и избыточная плотности дислокаций и их изменения с деформацией четко связаны со стадийностью кривой течения. Показано, что скалярная плотность дислокаций ρ с ростом деформации ε изменяется тождественно с напряжением течения σ , а скорость ее изменения $d\rho/d\varepsilon$ – с коэффициентом упрочнения θ . Отметим, что на стадии II скорость накопления скалярной плотности дислокаций достигает максимальной величины, на стадии III резко снижается, а на стадии IV выходит на постоянное (низкое) значение. Уменьшение скорости накопления скалярной плотности дислокаций связано с интенсивным развитием процесса аннигиляции дислокаций противоположного знака.

Скалярная плотность дислокаций является важным параметром, контролирующим эволюцию дислокационной субструктуры и стадийность пластического течения [2]. Установлено, что как в монокристаллах, так и в поликристаллах с разным размером зерен новый тип субструктуры и соответственно новая стадия пластической деформации возникают при достижении определенного значения скалярной плотности дислокаций. Это значение плотности дислокаций является критическим, поскольку приводит к превращению одной субструктуры в другую, что сопровождается появлением новой стадии пластического течения.

Избыточная плотность дислокаций в начале пластической деформации практически равна нулю. Она начинает заметно отличаться от нуля лишь к концу стадии II. Скорость ее накопления $d\rho/d\varepsilon$ достигает максимума к середине стадии III и спадает до постоянной величины к началу стадии IV.

14.1.5. Стадии деформации и субструктурное упрочнение

Деформация кристаллических тел осуществляется в результате движения дислокаций. С ростом деформации их число увеличивается.

Дислокации, движущиеся в кристалле, испытывают сопротивление движению, обусловленное наличием других дислокаций. Поэтому для деформации необходимо увеличивать напряжение. Это явление называется субструктурным упрочнением. Оно практически полностью определяет упрочнение чистых металлов.

В начале пластической деформации дислокации распределяются в объеме материала хаотически. Дислокации, движущиеся через хаотически расположенные неподвижные дислокации, испытывают сопротивление движению, которое складывается из двух компонентов. Во-первых, это сопротивление, обусловленное наличием совокупного упругого поля всех дислокаций, имеющих в материале при данной степени деформации; обозначим эту компоненту $\sigma_{\text{упр}}$. Во-вторых, скользящая дислокация может взаимодействовать контактным образом с другой дислокацией, что сопровождается образованием дислокационных барьеров, препятствующих скольжению других дислокаций. Таким образом создается другая компонента – контактное сопротивление $\sigma_{\text{конт}}$. В аддитивном приближении сопротивление деформированию (или напряжение течения) можно представить в виде $\sigma = \sigma_{\text{конт}} + \sigma_{\text{упр}}$. Величина первого слагаемого определяется в основном общей плотностью дислокаций ρ , что сопровождается образованием дислокационных барьеров, препятствующих скольжению других дислокаций, величина второго слагаемого существенно зависит от типа их пространственного распределения (типа субструктуры). При хаотическом распределении это сопротивление зависит, как и первое слагаемое, от плотности дислокаций. При организации дислокаций в субструктуру (упорядоченном расположении дислокаций) сопротивление движению дислокаций зависит от параметров субструктуры. Возникновение стадий на кривых деформации, различающихся интенсивностью упрочнения, как следует из изложенного выше, обусловлено превращением дислокационных субструктур (один тип пространственного расположения дислокаций сменяется другим). Движущей силой перестройки дислокационных субструктур является стремление дислокационного ансамбля к относительному минимуму энергии: при одной и той же плотности дислокаций ρ реализуется их пространственное распределение, отвечающее меньшей энергии. Так, при одном и том же значении ρ ячеистая субструктура отвечает меньшей энергии, чем клубковая. Соответственно ячеистая субструктура с увеличением деформации развивается, а клубковая исчезает. В новой субструктуре (ячеистой) теперь уже именно ее параметры будут определять сопротивление движению дислокаций и, следовательно, новую стадию упрочнения.

Картина деформации в сплавах металлов усложняется присутствием других факторов, которые также создают вклады в напряжение течения. Однако их роль с деформацией изменяется мало. Следовательно, и в этих более сложных случаях стадийность пластической деформации определяется эволюцией дислокационной субструктуры.

Таким образом, в общем случае зависимость σ - ε состоит из четырех стадий, различающихся интенсивностью упрочнения: переходной стадии, следующей за пределом текучести, стадии II с высоким постоянным или почти постоянным упрочнением, стадии III с уменьшающимся значением θ и стадии IV с низким и почти-постоянным коэффициентом упрочнения. Стадии пластической деформации обязаны своим появлением закономерностям эволюции дислокационных субструктур. Переход от одной стадии пластической деформации к другой обусловлен превращениями в дислокационной подсистеме кристалла. Эти превращения контролируются внутренним параметром дефектной системы – скалярной плотностью дислокации, величина которой определяется как внешним силовым воздействием, так и процессами торможения, сдвига и аннигиляцией дислокаций.

14.1.6. Выявление стадий пластической деформации с помощью измерения распространения ультразвука

Выяснение границ и тем более природы каждой из стадий деформации, в особенности для поликристаллов, оказывается сложной задачей, так как часто отсутствуют надежные и информативные внешние признаки смены механизмов деформации. Во многих случаях полезными для этих целей могут оказаться сведения об интегральных характеристиках материала, такие как намагниченность, электросопротивление и др. Они оказываются тем более ценными, что в отличие от микроскопических исследований могут применяться непосредственно во время механических испытаний и не требуют дополнительных операций по подготовке специальных образцов для анализа.

Перспективными с этой точки зрения представляются акустические методики исследования свойств твердых тел. К обычно используемым с этой целью эффектам, таким как акустическая эмиссия, или амплитудная зависимость внутреннего трения, для интерпретации которых существуют развитые теории, может быть добавлена более просто измеряемая характеристика – скорость распространения ультразвука V .

Измерение скорости распространения рэлеевской волны непосредственно в процессе пластической деформации образца позволяет получить дополнительную, по отношению к классической зависимости σ - ε , информацию о физике деформационных процессов. Особенно это относится к материалам, для которых по виду деформационной кривой за-

труднительно выделить стадии пластической деформации, и соответственно, моменты перестройки дислокационной структуры.

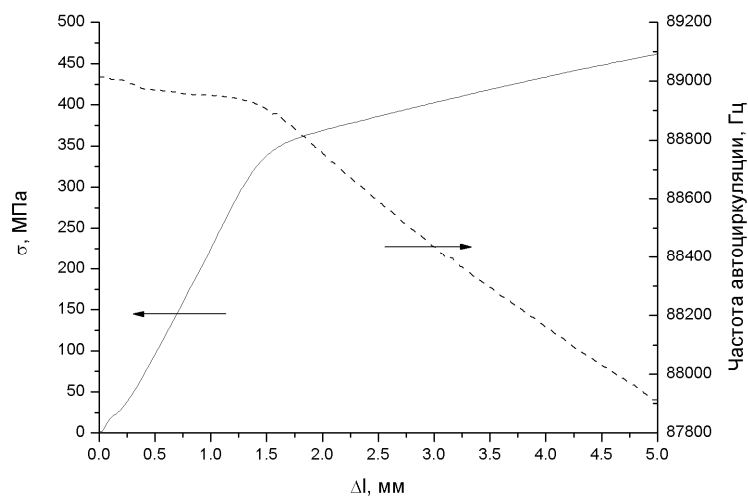


Рис. 14.2. Зависимости $\sigma(\epsilon)$ и $V(\epsilon)$ измеренные одновременно

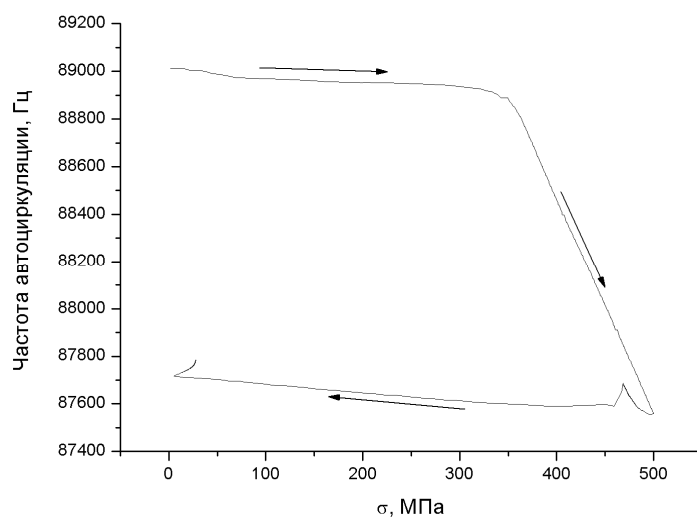


Рис. 14.3. Вид зависимости $V(\sigma)$

Скорость распространения ультразвука напрямую связана с внутренними напряжениями в среде распространения. Поэтому наблюдаемые при пластической деформации изменения этой величины могут быть связаны с изменением структуры напряженных областей и уровнем внутренних напряжений в них. Очевидно, что измерение скорости распространения ультразвука в ходе растяжения позволяет выделить

стадии, обусловленные различным характером и динамикой дислокационных субструктур, создающихся в деформируемом материале. Именно это отражается на форме зависимостей $V(\sigma)$ и $V(\varepsilon)$.

14.1.7. Теоретическое описание волны Рэлея

Волны Рэлея являются основным типом звуковых поверхностных волн, т. е. наиболее распространенными, хорошо изученными и максимально используемыми.

Уравнения движения записываются в следующей форме:

$$\rho \frac{\partial U_l}{\partial t^2} - (\lambda + 2\mu)\Delta U_l = 0, \quad (14.1)$$

$$\rho \frac{\partial^2 U_t}{\partial t^2} - \mu\Delta U_t = 0. \quad (14.2)$$

Здесь $U = U_l + U_t$ – вектор смещения частиц среды; ρ – плотность; λ и μ – упругие постоянные (параметры Ламе) среды; Δ – оператор Лапласа.

Первое из них описывает распространение продольных, второе – поперечных волн.

Продольные волны – безвихревые ($\text{rot}U_l = 0$), а в поперечных отсутствует объемное сжатие и расширение ($\text{div}U_t = 0$).

Рэлеевская волна состоит из двух волн – продольной и поперечной, которые распространяются вдоль границы полупространства с одинаковыми скоростями и затухают с глубиной по законам $\exp(-\sqrt{k_R^2 - k_l^2} z)$ (продольная волна) и $\exp(-\sqrt{k_R^2 - k_t^2} z)$ (поперечная волна). Здесь $k_l = \omega\sqrt{\rho/(\lambda + 2\mu)}$, $k_t = \omega\sqrt{\rho/\mu}$ – волновые числа соответственно продольных и поперечных волн. На границе ($z = 0$) эти волны взаимно компенсируют создаваемые ими напряжения.

14.1.8. Распределение энергии в рэлеевской волне по глубине

Плотность упругой энергии в рэлеевской волне складывается из плотностей кинетической и потенциальной энергий. Для всех твердых сред плотность энергии сначала быстро убывает при удалении от свободной поверхности, затем это убывание замедляется (при коэффициенте Пуассона $\nu < 0.1$) или сменяется максимумом (при $\nu > 0.1$), после чего наступает плавный экспоненциальный спад плотности энергии с глубиной. Такой характер зависимости можно интерпретировать следующим образом. Вблизи свободной поверхности плотность кинетической энергии (пропорциональная квадратам амплитуд смещений в волне) максимальна и быстро спадает с глубиной, приводя к спаду и плотность сум-

марной энергии. Плотность потенциальной энергии, напротив, возрастает при удалении от поверхности и имеет максимум на глубине $\sim 0,2 \lambda_R$ (где максимальны амплитуды деформаций в волне). Это и обуславливает наличие максимума у плотности суммарной энергии.

Кривые смещений, напряжений и плотности энергии в рэлеевской волне иллюстрируют, что рэлеевская волна локализована в поверхностном слое толщиной $\lambda_R - 2\lambda_R$. Длина волны λ – основная пространственная характеристика любой волны. Равенство указанной глубины локализации величине порядка λ демонстрирует, что рэлеевская волна является типично поверхностной.

14.2. Приборы и установки

В лабораторной работе для определения механических характеристик образцов используется испытательная машина ComTen 95T с измерителем усилия DFM 5000 (рис. 14.4). Принцип работы машины основан на регистрации в реальном масштабе времени процесса упругопластического деформирования материала в виде диаграммы в координатах нагрузка-перемещение (кривая текучести). Максимальное прикладываемое к образцу растягивающее усилие – 2250 кг, скорость деформации 0,02–50,0 мм/мин. Испытательная машина оснащена электронными датчиками измерения величины деформации и нагрузки, показания которых по последовательному интерфейсу передаются на компьютер, что позволяет получать кривую текучести материала образца в автоматическом режиме. Вид окна программы приведен на рис. 14.5.

Измерения скорости звука проводятся методом автоциркуляции импульсов на приборе ASTR. Суть метода заключается в том, что прошедший по образцу ультразвуковой импульс преобразуется в приемном пьезопреобразователе ультразвукового датчика в электрический сигнал, формирующий следующий вводимый в образец импульс. Рэлеевская волна в образце возбуждается и регистрируется методом клина. Встроенный частотомер подсчитывает число импульсов, прошедших через исследуемый участок поверхности материала за 1 с. При этом частота импульсов автоциркуляции зависит от времени прохождения импульсом расстояния между преобразователями, а значит, она пропорциональна скорости распространения ультразвука в контролируемом объекте. Ультразвуковой датчик присоединяется к поверхности образца через контактирующую жидкость (трансформаторное масло). Конструкция датчика позволяет проводить измерение скорости звука непосредственно в процессе деформирования исследуемого образца, в режиме *in situ*. Расстояние между пьезопреобразователями фиксировано и не меняется при из-

менении длины образца во время измерения при растяжении. Скорость звука определяют как произведение измеряемой частоты на расстояние между пьезопреобразователями (32 мм). Электронно-измерительный блок прибора соединен с компьютером, что позволяет через заданный интервал времени (1 с) автоматически фиксировать значение скорости звука на протяжении необходимого временного интервала.

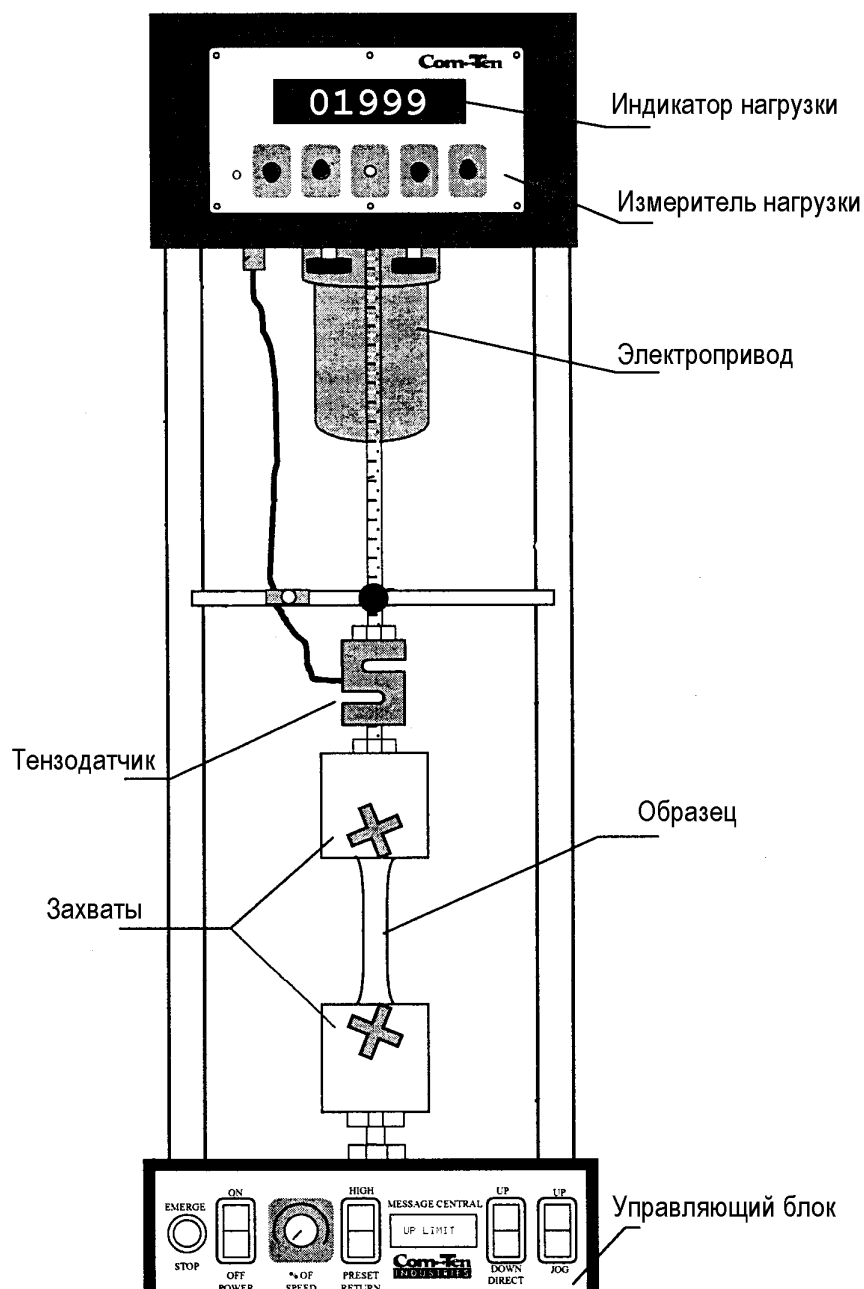


Рис. 14.4. Внешний вид испытательной машины ComTen 95T с измерителем усилия DFM 5000

Прибор ASTR предназначен для измерения частоты автоциркуляции ультразвуковых колебаний в материалах, скорость распространения ультразвуковых рэлеевских волн в которых находится в диапазоне от 2000 до 3000 м/с (сталь, цветные металлы, сплавы и т.д.). Прибор включает ультразвуковой датчик УД-2,5-32 с двумя пьезопреобразователями и электронно-измерительный блок (ЭИБ). Технические характеристики прибора: погрешность измерений частоты автоциркуляции – 0,01 %; несущая частота ультразвуковых колебаний – 2,5 МГц.

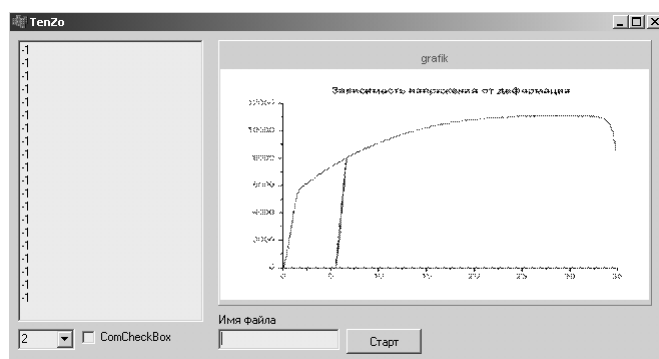


Рис. 14.5. Интерфейс программы Tenzo

14.3. Порядок выполнения

1. Изучите руководство пользователя испытательной машины и технику безопасности при работе на ней.
2. Включите испытательную машину, установите необходимую скорость деформации образца.
3. Подготовленный образец установите в захваты испытательной машины, и закрепите на нем датчик прибора ASTR, предварительно нанеся на контактирующие поверхности минеральное (трансформаторное масло).
4. По показаниям прибора ASTR проконтролируйте правильность установки датчика скорости ультразвука. Запустите программу для записи в файл измеренных значений скорости звука.
5. В ручном режиме поднимайте верхний зажим испытательной машины до фиксации образца, контролируя при этом растягивающее усилие, измеряемое датчиком машины. Остановите движение верхнего зажима при нагрузке 50–75 Н.
6. Проведите тарировку датчика растягивающего усилия.
7. Запустите программу Tenzo, задайте имя файла для сохранения измеренных значений нагрузки.
8. Переключите программы в режим сохранения измерений и включите подъемник испытательной машины.

9. По достижении заданной степени деформации остановите подъемник машины. Остановите запись информации в файлы.
10. Переключив захват испытательной машины на движение вниз снимите нагрузку с образца и после его освобождения снимите его с захватов.
11. Выключите испытательную машину и прибор АSTR.
12. Сохраненные в файле зависимости $V(t)$ и $\sigma(t)$, зная заданную скорость деформации $d\varepsilon/dt$ необходимо пересчитать в зависимости $\sigma(\varepsilon)$, $V(\varepsilon)$ и $V(\sigma)$. Постройте графики этих зависимостей, сделайте соответствующие выводы.

14.4. Контрольные вопросы

1. Дайте определение следующим понятиям: деформация, предел текучести, предел прочности, коэффициент деформационного упрочнения. В каких единицах измеряются эти величины.
2. Выделите стадии пластической деформации, их характерные отличия.
3. Каков механизм деформационного упрочнения?
4. Какие типы дислокационных субструктур формируются в процессе пластической деформации?
5. Что такое скалярная плотность дислокаций?
6. Что является движущей силой перестройки дислокационных субструктур?
7. Какой тип ультразвуковой волны используется для измерения скорости ультразвука, назовите его особенности.
8. Как согласуются со стадиями деформации зависимости $V(\sigma)$ и $V(\varepsilon)$?
9. От чего зависит скорость распространения ультразвука в материале?
10. Как определить момент перехода от стадии к стадии пластического течения по виду зависимостей $V(\sigma)$ и $V(\varepsilon)$?

14.5. Литература

1. Конева Н.А. Природа стадий пластической деформации // Соросовский образовательный журнал. 1998. № 10. С. 99–105.
2. Конева Н.А., Козлов Э.В. // Изв. вузов. Физика. 1990. № 2. С. 89–106.
3. Зегер А. // Дислокации и механические свойства кристаллов. Сб. ст. / под ред. М.В. Классен-Неклюдовой, В.Л. Инденбома. М.: ИЛ, 1960.
4. Л.Б. Зуев, Б.С. Семухин, К.И. Бушмелева Изменение скорости ультразвука при пластической деформации Al // Журнал технической физики, 2000, Т. 70, вып. 1, С. 52–56.
5. Муравьев В.В., Зуев Л.Б., Комаров К.Л. Скорость звука и структура сталей и сплавов. Новосибирск: Наука. 1996. – 185 с.

ОГЛАВЛЕНИЕ

ПРЕДИСЛОВИЕ НАУЧНОГО РЕДАКТОРА	3
1. МЕТОДЫ ПОДГОТОВКИ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	4
1.1.1. Металлография	4
1.1.2. Металлографический анализ.....	5
1.2. Подготовка поверхности	5
1.2.1. Способы механической обработки.....	5
1.2.2. Травление	8
1.3. Приборы	10
1.3.1. Основание	12
1.3.2. Осветитель	13
1.3.3. Револьвер.....	13
1.4. Работа с микроскопом.....	14
1.4.1. Работа в светлом поле при прямом и косом освещении	14
1.4.2. Работа в темном поле.....	15
1.4.3. Определение цены деления шкалы окуляра.....	16
1.5. Задание	17
1.6. Содержание отчета.....	17
1.7. Контрольные вопросы	17
1.8. Литература	18
2. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОБРАБОТКИ ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ. ОСНОВЫ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЙ ПОЛИРОВКИ.....	19
2.1. Электрохимические методы обработки металлов	19
2.2. Основы электрохимической полировки.....	20
2.2.1. Параметры процесса электрохимического полирования	23
2.2.2. Влияние электрохимического полирования на механические свойства металлов и сплавов.....	25
2.3. Электрохимическое полирование стали	26
2.4. Электрохимическое полирование титана	27
2.5. Приборы	28
2.6.1. Работа с микроскопом.....	32
2.7. Задание	34
2.8. Содержание отчета.....	34
2.9. Контрольные вопросы	35
2.10. Литература	35
3. ИЗМЕРЕНИЕ МИКРОТВЕРДОСТИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НАСЫЩЕННЫХ ВОДОРОДОМ	36
3.1. Твердость материала. Общие сведения.....	36
3.2. Влияние водорода на механические свойства сталей и титана	38
3.3. Приборы	39
3.3.1. Штатив.....	41
3.3.2. Предметный столик.....	42
3.3.3. Механизм нагружения	42
3.3.4. Осветитель	42

3.3.5. Окулярные микрометры	43
3.3.6. Работа с микротвердомером	43
3.4. Задание	46
3.4.1. Измерение увеличения объектива микроскопа	46
3.4.2. Контроль правильности показаний микротвердомера	48
3.4.3. Исследование зависимость микротвердости от параметров насыщения водородом	49
3.5. Содержание отчета	50
3.6. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ	50
3.7. Литература	50
4. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ВНЕДРЕНИЕ ВОДОРОДА В ОБРАЗЦЫ КОНСТРУКЦИОННЫХ СПЛАВОВ ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ	51
4.1. Электролиз. Общие сведения	51
4.2. Приборы и установки	57
4.3. Работа с установкой	58
4.4. Задание	59
4.5. Содержание отчета	59
4.6. Контрольные вопросы	59
4.7. Литература	59
5. ИЗМЕРЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ВОДОРОДА В МЕТАЛЛАХ И СПЛАВАХ ТЕРМОДЕСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ	60
5.1. Водород в металлах и сплавах	60
5.2. Методы определения водорода в металлах и сплавах	63
5.3. Анализатор водорода RHEN602. Определение содержания водорода в металлах и сплавах	66
5.3.1. Описание принципа работы анализатора	66
5.3.2. Теория калибровки RHEN602	68
5.3.3. Выполнение анализа	70
5.3.4. Поля регистрации образца	75
5.3.5. Ввод веса	75
5.3.6. Ручной анализ (Верхняя загрузка)	75
5.3.7. Ручной анализ (Тигельная загрузка)	76
5.4. Задание	77
5.4.1. Создание метода измерения водорода в стали	77
5.4.2. Калибровка	84
5.4.3. Измерение водорода в образцах стали	87
5.5. Содержание отчета	88
5.6. Контрольные вопросы	88
5.7. Литература	88
6. ИССЛЕДОВАНИЕ УГЛОВОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕКСТУРЫ ПРОКАТА ЛИСТОВОГО МЕТАЛЛА	89
6.1. Теоретический раздел	89
6.1.1. Виды текстур	89
6.1.2. Основные свойства текстур следующие:	91
6.1.3. Механизмы формирования текстуры поликристаллического материала	91

6.1.4. Текстуροобразование при пластической деформации в поликристаллических телах	92
6.2. Техника эксперимента	103
6.2.1. Технические характеристики прибора	103
6.2.2. Работа измерительного блока	105
6.3. Задание	105
6.4. Порядок выполнения работы	106
6.5. Контрольные вопросы	108
6.6. Литература	108
7. ИССЛЕДОВАНИЕ МАГНИТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК МЕТАЛЛОВ ПРИ НАВОДОРОЖИВАНИИ.....	109
7.1. Теоретическая часть	110
7.1.1. Магнитные свойства вещества	110
7.2. Влияние различных факторов на магнитные свойства металлов	112
7.3. Влияние водорода на магнитные свойства металлов	114
7.4. Приборы и оборудования	116
7.5. Задание	117
7.6. Порядок выполнения работы	118
7.7. Контрольные вопросы	119
8. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПРИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ. ВЛИЯНИЕ ВОДОРОДА.....	120
8.1. Теоретическая часть	120
8.1.1. Виды пластической деформации	120
8.1.2. Закон Гука	121
8.1.3. Энергия упруго деформированного тела	124
8.1.4. Диаграмма напряжение - деформация	125
8.1.5. Характеристики прочности при растяжении и их определение	127
8.1.6. Характеристики пластичности и их определение	130
8.2. Приборы и оборудование	133
8.3. Влияние наводороживания на характеристики пластической деформации	134
8.4. Задания	137
8.4. Контрольные вопросы	138
8.5. Список литературы	138
9. МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ ШЕРОХОВАТОСТИ ПОВЕРХНОСТИ С ПОМОЩЬЮ МИКРОИНТЕРФЕРОМЕТРА ЛИННИКА.....	139
9.1. Теоретическая часть	139
9.2. Назначение, устройство и работа микроинтерферометра	140
9.2.1. Работа микроинтерферометра	140
9.2.2. Оптическая система	144
9.2.3. Устройство микроинтерферометра	145
9.3. Порядок выполнения работы	147
9.3.1. Настройка микроинтерферометра	147
9.3.2. Определение высоты неровности	147

9.3.3. Влияние деформации на рельеф поверхности стали, насыщенной водородом	150
9.4. Экспериментальная часть	152
9.5. Контрольные вопросы	152
9.6. Литература	153
10. ВЛИЯНИЕ ВОДОРОДА НА ЭЛЕКТРОСОПРОТИВЛЕНИЕ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ	154
10.1. Теоретическая часть	154
10.1. Электропроводность	154
10.1.1. Закон Ома	154
10.1.2. Зависимость электрического сопротивления от кристаллографического направления	155
10.1.3. Зависимость электрического сопротивления металлов от температуры	155
10.1.4. Влияние структурных изменений на электрическое сопротивление	156
10.1.5. Влияние деформации на электрическое сопротивление	156
10.1.6. Пластическая деформация	157
10.1.7. Влияние дефектов решетки на электрическое сопротивление металлов	158
10.1.8. Эффект Кондо	163
10.1.9. Электрон-фононное рассеяние	163
10.2. Приборы и оборудования	164
10.2.1. Технические характеристики и спецификации	165
10.2.2. Порядок работы с прибором	166
10.3. Задание	168
10.4. Контрольные вопросы	169
11. АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ ПРИ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОМ НАСЫЩЕНИИ МЕТАЛЛОВ ВОДОРОДОМ	170
11.1. Теоретическая часть. Акустическая эмиссия в твердых телах	170
1.1.1. Введение	170
1.1.2. Физическая природа и характеристики сигналов АЭ	171
1.1.3. Акустическая эмиссия при пластической деформации металлов	176
1.1.4. Природа возникновения сигналов акустической эмиссии (механических упругих волн) при наводороживании	177
11.2. Приборы и оборудование	179
11.3. Проведение измерений акустических сигналов с помощью программы "Sek-Mashin"	181
11.4. Задания	182
11.5. Порядок выполнения работы	183
11.6. Контрольные вопросы	183
11.7. Литература	184

12. ИЗМЕРЕНИЕ СКОРОСТИ РАСПРОСТРАНЕНИЯ РЭЛЕЕВСКОЙ ВОЛНЫ В ТВЕРДОМ ТЕЛЕ	185
12.1. Свойства и характеристики волны Рэлея.....	185
12.1.1. Теоретическое описание волны Рэлея.....	185
12.1.2. Распределение энергии в рэлеевской волне по глубине	186
12.1.3. Свойства рэлеевских волн, обусловленные анизотропией	186
12.1.4. Получение рэлеевских волн	189
12.1.5. Измерение скорости распространения рэлеевской волны методом автоциркуляции	190
12.1.6. Определение скорости рэлеевской волны разностным методом	190
12.2. Приборы и установки.....	191
12.3. Порядок выполнения	193
12.4. Контрольные вопросы	193
12.5. Литература	194
13. ИЗМЕРЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ЗАТУХАНИЯ РЭЛЕЕВСКОЙ ВОЛНЫ	195
13.1. Внутреннее трение в металлах.....	195
13.1.1. Теория внутреннего трения.....	195
13.1.2. Источники внутреннего трения	197
13.1.3. Эффект термоупругости	198
13.1.4. Вязкость границ зерен	198
13.1.5. Упорядочение под действием напряжения.....	199
13.1.6. Рассеяние, связанное с электронной структурой.....	199
13.1.7. Механизмы внутреннего трения.....	199
13.1.8. Диффузия одиночных вакансий.....	200
13.1.9. Переориентировка бивакансий	202
13.1.10. Эффект Сноэка	203
13.1.11. Эффект Финкельштейна-Розина.....	204
13.1.12. Гантельный эффект	206
13.1.13. Эффекты, обусловленные атомами замещения.....	207
13.1.14. Эффект перераспределения примесей между границей и объемом зерен.....	208
13.1.15. Дислокационное внутреннее трение	208
13.1.16. Особенности затухания рэлеевских волн	210
13.1.17. Влияние дефектов поверхности на распространение рэлеевских волн.....	211
13.2. Приборы и установки.....	211
13.3. Порядок выполнения	213
13.4. Контрольные вопросы	214
13.5. Литература	215
14. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АКУСТИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СТАДИЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ В МЕТАЛЛАХ И СПЛАВАХ	216
14.1. Стадийность пластической деформации.....	216
14.1.1. Стадии пластической деформации. История вопроса.....	217

14.1.2. Основной четырехстадийный характер кривой деформации и его варианты	217
14.1.3. Изменения в дислокационной структуре – причина стадийности пластического течения	218
14.1.4. Накопление дислокаций и стадии пластической деформации	219
14.1.5. Стадии деформации и субструктурное упрочнение	220
14.1.6. Выявление стадий пластической деформации с помощью измерения распространения ультразвука.....	222
14.1.7. Теоретическое описание волны Рэлея.....	224
14.1.8. Распределение энергии в рэлеевской волне по глубине	224
14.2. Приборы и установки.....	225
14.3. Порядок выполнения	227
14.4. Контрольные вопросы	228
14.5. Литература	228

Учебное издание

ЧЕРНОВ Иван Петрович
ЧЕРДАНЦЕВ Юрий Петрович
ЛИДЕР Андрей Маркович
ГАРАНИН Георгий Викторович

ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАСЫЩЕННЫХ ВОДОРОДОМ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Специализированный физический
практикум


Компьютерная верстка *Д.В. Сотникова*
Дизайн обложки *О.Ю. Аршинова*

Подписано к печати 29.12.2009. Формат 60x84/16. Бумага «Снегурочка».
Печать XEROX. Усл. печ. л. 14,54. Уч.-изд. л. 13,15.
Заказ 0000-00. Тираж 100 экз.



Национальный исследовательский Томский политехнический университет
Система менеджмента качества
Томского политехнического университета сертифицирована
NATIONAL QUALITY ASSURANCE по стандарту ISO 9001:2008



ИЗДАТЕЛЬСТВО  ТПУ. 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30
Тел./факс: 8(3822)56-35-35, www.tpu.ru