

В.А. Плотников

ПЛАСТИЧЕСКАЯ РЕЛАКСАЦИЯ МИКРОНАПРЯЖЕНИЙ И МЕХАНИЗМЫ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ ПРИ МАРТЕНСИТНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЯХ

Накопленный к настоящему времени экспериментальный материал об акустической эмиссии при мартенситных превращениях (МП) не может уже представляться в виде простой констатации явления, а нуждается в анализе. Ранее было показано, что акустическое излучение за цикл МП в бинарных сплавах на основе никелида титана с содержанием никеля вблизи экваторного продуцируется как при прямом (в ходе охлаждения), так и при обратном (в ходе нагрева) превращениях [1]. Существенной особенностью акустической эмиссии, отмеченной в цитируемой работе, является закономерное снижение энергии излучения при прямом МП в ходе многократных циклов.

1. Экспериментальные результаты.

На рисунке 1 приведен фрагмент акустической кривой, полученной при проведении прямого МП в сплаве Ti-49,8at%Ni, в виде функции с максимумом в интервале превращения. Здесь же приведена кривая нагрева и охлаждения, сопоставляя с которой акустическую кривую, определили критические температуры излучения $T_s = 110\text{ }^\circ\text{C}$, $T_m = 85\text{ }^\circ\text{C}$ и $T_f = 50\text{ }^\circ\text{C}$. В таблице 1 сопоставлены критические температуры превращения и

критические температуры акустической эмиссии и для других сплавов Ti-Ni.

Как следует из приведенных в таблице данных, температурный интервал излучения для всех сплавов шире интервала превращения, определенного традиционными методами, но, самое главное, максимум излучения при прямом превращении совпадает или расположен вблизи M_s , а при обратном – вблизи A_f (за исключением сплава 4).

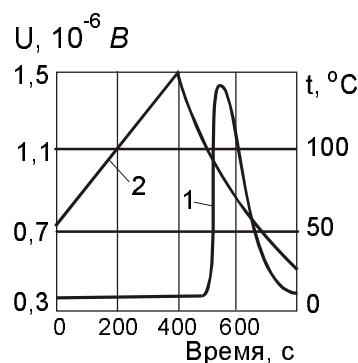


Рис. 1. Акустическая эмиссия при проведении мартенситных превращений в сплаве Ti-49,8 at%Ni. 1 – фрагмент акустической кривой, 2 – кривая нагрева и охлаждения

Таблица 1

Температурные интервалы акустического излучения и мартенситного превращения в первом цикле

Сплав	Прямое МП			Обратное МП			Прямое МП		Обратное МП		
	$T_s, \text{ }^\circ\text{C}$	$T_m, \text{ }^\circ\text{C}$	$T_f, \text{ }^\circ\text{C}$	$T_s, \text{ }^\circ\text{C}$	$T_m, \text{ }^\circ\text{C}$	$T_f, \text{ }^\circ\text{C}$	$M_s, \text{ }^\circ\text{C}$	$M_f, \text{ }^\circ\text{C}$	$A_s, \text{ }^\circ\text{C}$	$A_f, \text{ }^\circ\text{C}$	$T_r, \text{ }^\circ\text{C}$
1	110	85	50	–	–	–	85	60	100	130	–
2	75	35	15	20	50	70	35	10	45	65	35
3	60	25	0	20	50	100	25	5	35	60	25
4	-20	-40	-60	-40	-20	+23	-55	-90	-50	-25	-25

Примечание: здесь T_s , T_m , T_f – температуры начала, максимума и конца излучения, M_s , M_f , A_s , A_f – критические температуры МП.

Акустическое излучение нестабильно при многократном воспроизведении превращения [1], изменение параметров которого в

зависимости от числа циклов для сплава Ti-49,8 at%Ni показано на рисунке 2.

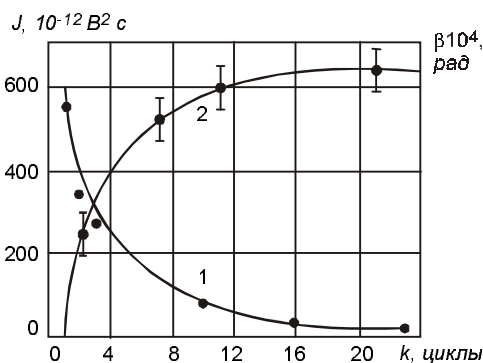


Рис. 2. Влияние циклирования мартенситных превращений на энергию акустической эмиссии (1) и уширения рентгеновского рефлекса (110) В2 фазы сплава Ti-49,8at%Ni (2)

Здесь приведены кривые изменения интегрального параметра излучения, вычисляемого как площадь под кривой мощности излучения за время прямого либо обратного МП, то есть энергетической характеристики излучения J

$$J = \sum U^2(t_i) \Delta t, \quad (1)$$

где U(t_i) – среднеквадратичное напряжение как функция времени процесса МП, Δt_i – временной интервал сканирования. Здесь же приведена кривая прироста уширения рентгеновского рефлекса (110) В2 фазы за каждый цикл превращения.

Из этих данных следует, что существует закономерное, "сильное" влияние циклирования на параметры акустической эмиссии, позволяющее выдвинуть гипотезу об их экспоненциальной зависимости и аппроксимировать снижение энергии излучения экспоненциальной функцией типа

$$J_k = J_0 \exp(-fk). \quad (2)$$

Здесь J₀ и J_k – значения энергии излучения в ходе нулевого (некоторое гипотетическое значение энергии в отсутствие фазового наклепа, фактически, при охлаждении после

отжига) и k-го циклов МП, k – номер цикла МП, а – коэффициент в показателе экспоненты, физический смысл которого будет показан ниже.

Точность аппроксимации, а значит и справедливость гипотезы об экспоненциальной зависимости энергии излучения и номера цикла оценены методом регрессионного анализа [2]. Для этого выражение (2) путем логарифмирования было представлено в виде линейной зависимости

$$f(X_i) = A + BX_i, \quad (3)$$

где f(X_i) = lnJ_k, A = lnJ₀, B = -a, X_i = k.

Расчитанные значения A, B, R и коэффициента a в показателе экспоненты (2) для сплавов 1 – 3 приведены в таблице 2, а на рисунке 3 в системе координат построены линии lnN_k = lnN₀ - ak (здесь N_k – сумма акустических импульсов за время МП, равная ∑N_iΔt_i, где N_i – интенсивность для i-го момента времени).

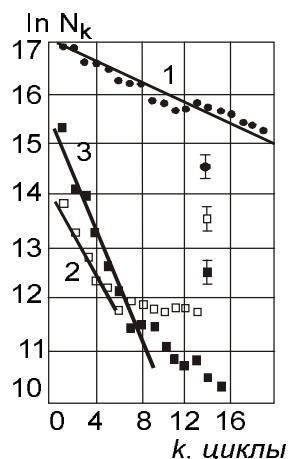


Рис. 3. Линейное представление интегральной характеристики N^k акустической эмиссии для сплавов Ti-Ni. 1 – сплав Ti-49,8at%Ni, 2 – сплав Ti-50,3at%Ni, 3 – сплав Ti-50,6at%Ni

Таблица 2

Значения коэффициентов регрессии f(X_i)=A+BX_i и коэффициента a (исходное состояние сплавов – отжиг при 850 °С)

Сплав	A	B	R	a
1. Ti-49,8 at.%Ni	16,9 ± 0,03	-0,14 ± 0,04	0,976	0,14 ± 0,04
2. Ti-50,3 at.%Ni	14,1 ± 0,2	-0,40 ± 0,04	0,988	0,40 ± 0,04
3. Ti-50,6 at.%Ni	15,2 ± 0,2	-0,48 ± 0,02	0,974	0,48 ± 0,02

Как следует из данных таблицы и рисунка 3, величина коэффициента a растет с увеличением содержания никеля в сплавах от

0,14 в сплаве 1 до 0,48 в сплаве 3. Формально смысл коэффициента a состоит в том, что чем выше его значение, тем быстрее кривая

$J_k = f(k)$ выходит на насыщение. Из такого формального определения следует, что скорость выхода на насыщение параметров излучения в сплаве 3 выше, чем в сплаве 1 примерно в 3,5 раза.

2. Связь акустической эмиссии с формированием мартенситной структуры

За каждый цикл МП в материале генерируется и необратимо накапливается некоторое количество полных дислокаций, формирующих структуру фазового наклепа (кроме сплава 4, в котором в ходе циклирования МП фазовый наклеп не обнаружен) [3], а также протекают процессы, приводящие к появлению концентрационных неоднородностей, особенно в сплавах с отклонением состава от стехиометрического [4].

На рисунке 2 (кривая 2) приведена зависимость уширения (меры фазового наклепа) рентгеновского рефлекса (110) В2-фазы от номера цикла МП. Из анализа данных рисунка 2 следует вывод, что уширение рентгеновского рефлекса от номера цикла можно также выразить в виде экспоненциальной зависимости

$$B_k = B_0 [1 - \exp(-ak)]. \quad (4)$$

Здесь B_k и B_0 – уширение рентгеновского рефлекса для k -го цикла и для k насыщения, a – коэффициент в показателе экспоненты.

Вычисления коэффициента a в показателе экспоненты (4) показали, что его значение $0,17 \pm 0,1$ в пределах экспериментальной ошибки совпадает с величиной коэффициента a в показателе экспоненты (2), равного $0,14 \pm 0,04$.

Это совпадение не случайно. Уширение рентгеновского рефлекса связано с повышением плотности полных дислокаций за цикл МП, генерирование которых сопровождается акустической эмиссией. Явление генерирования дислокаций в ходе локальной пластической деформации, сопровождающее образование мартенситного кристалла, носит название пластической релаксации (реже пластической аккомодации) [5]. Будем различать аккомодационные и релаксационные

процессы в смысле работ [5] и [6], в которых релаксационные процессы отнесены к неконсервативным, необратимым, а аккомодационные – к консервативным, обратимым.

Способность сплава снижать внутренние напряжения путем пластической релаксации, формирующей структуру фазового наклепа, существенно зависит от его механических характеристик, прежде всего предела текучести и напряжения мартенситного сдвига [7]. Здесь речь идет о напряжении пластического, дислокационного течения и более низком в интервале МП напряжении, при котором вступает в действие мартенситный механизм деформации [8]. Если напряжение мартенситного сдвига мало (в некоторых сплавах близко к нулю), то уровень накапливающихся микронапряжений тоже мал и не может достигнуть предела текучести. Если же напряжение мартенситного сдвига близко к пределу текучести (мала разность между пределом текучести и напряжением мартенситного сдвига), то вероятность достижения микронапряжениями предела текучести велика.

Механизм продуцирования акустического излучения связан с процессом зарождения дислокационных ансамблей в ходе пластической релаксации микронапряжений, т.е. сводится к дислокационному механизму акустической эмиссии. Чем выше напряжение мартенситного сдвига и ниже предел текучести, тем выше вероятность достижения микронапряжениями, генерируемыми в ходе прямого МП, величины предела текучести. В этой связи характеристики акустической эмиссии, продуцируемой при прямом МП, с высокой степенью коррелируют с механическими свойствами сплавов. В таблице 3 для сплавов Ti-Ni с разным содержанием никеля приведены значения коэффициента a , параметров эмиссии за первые полуциклы прямого МП, разности предела текучести σ_s и напряжения мартенситного сдвига σ_m , величины предела текучести высокотемпературной фазы В2 при 150 °С до циклирования и после 11 циклов.

Таблица 3

Сопоставление параметров акустического излучения и характеристик фазового наклепа (исходное состояние сплавов – закалка)

C _{Ni} , at%	a	J, 10 ⁻¹² В ² /моль	Цикл насыщ.	σ _m , МПа	σ _s -σ _m , МПа	Мпа	
						1 цикл	11 цикл
49,8	0,14 ± 0,04	26600 ± 5000	20	180	90	270	380
50,3	0,36 ± 0,01	5600 ± 800	12	100	250	350	450
50,6	0,63 ± 0,03	3400 ± 770	8	50	500	520	550
51,0	–	840 ± 80	0	30	930	960	960

Из этих данных следует, что чем меньше разность напряжений, тем выше уровень акустической энергии, продуцируемой в ходе прямого превращения. Кроме того, чем больше коэффициент *a*, тем меньше прирост предела текучести за 11 циклов МП, т.е. коэффициент *a* является некоторой мерой упрочнения материала путем фазового наклепа и характеризует сопротивление материала пластической релаксации. Чем больше *a*, тем меньше плотность дислокаций, накапливаемая за один цикл прямого МП, в сравнении с плотностью дислокаций, накопленной в предыдущем цикле, тем быстрее (при меньшем количестве циклов МП) плотность дислокаций достигает насыщения для данного сплава. Такой смысл коэффициента *a* подтверждается и тем, что он растет при увеличении предела текучести исходного материала с повышением содержания никеля и одновременно со снижением таких характеристик фазового наклепа, как уширение рентгеновской линии высокотемпературной фазы, прироста предела текучести, и коррелирует со снижением энергии акустического излучения в первом полуцикле прямого МП.

Таким образом, коэффициент *a* является своеобразным аналогом коэффициенту упрочнения при пластической деформации материалов. Знание коэффициента *a* позволяет по-новому осмыслить технологические приемы обработки этих сплавов для получения максимального эффекта памяти формы и сверхэластичности. Зная коэффициент *a*, можем вычислить по выражению (2) число циклом прямого-обратного МП, проведение которых гарантирует получение необходимого предела текучести за счет фазового наклепа [9].

В ходе полного цикла (охлаждение до температуры несколько ниже *M_f* и нагрев до температуры несколько выше *A_f*) в исследуемых сплавах протекают обратимые мартенситные превращения B2→B19' либо

B2→R→B19' (для обратного МП стрелки меняют направление) [10].

Кинетика термоупругих МП является атермической, то есть независимой от температуры. Анализ скорости образования новой фазы в ходе МП свидетельствует, что существует разброс скорости до спонтанного (взрывного) появления макроскопического количества мартенситных кристаллов. И для прямых, и для обратных превращений в сплавах 1-4 характерна микрокинетика медленного роста-сокращения мартенситных кристаллов [11]. В действительности медленный рост есть кажущийся эффект. На микроскопическом, точнее мезоскопическом, уровне движение мартенситной границы представляет совокупность спонтанных (микровзрывных) перемещений [11].

После выхода на насыщение фазового наклепа и акустической эмиссии, обусловленной пластической релаксацией напряжений, остаточное акустическое излучение связано с динамической релаксацией в ходе МП. В соответствии с микрокинетикой МП в этих сплавах (последовательность микровзрывных перемещений мартенситной границы) акустический сигнал продуцируется в каждом акте микровзрывной миграции межфазной границы на стадии зарождения и роста. Принимая во внимание тот факт, что максимум излучения расположен вблизи *M_s* (данные таблицы 1) и это соответствует образованию примерно 5% новой фазы [12], приходим к выводу, что остаточное акустическое излучение обусловлено зарождением мартенситных кристаллов. Если мартенситная граница в ходе миграции взаимодействует с локальными препятствиями (это могут быть кристаллографические дефекты, частицы второй фазы и т.д.), то ее движение представляет последовательность спонтанных перемещений, то есть микровзрывы. Каждый такой акт сопровождается диссипацией нехимической энергии, в том числе и акустическим путем.

В сплаве с 51,0 at%Ni, как следует из данных таблицы 2, в ходе прямого МП рассеивается меньшая часть нехимической энергии, чем в других. В этом сплаве, характеризующемся наиболее низким напряжением мартенситного сдвига и наибольшей разностью между пределом текучести и напряжением мартенситного сдвига, пластическая релаксация отсутствует (фазовый наклеп не обнаружен). Все это свидетельствует о том, что изначально в этом сплаве акустическая эмиссия обусловлена динамической релаксацией, существенно связанной с кинетикой (точнее, микрокинетикой) МП. Характерно то, что акустическое рассеяние, обусловленное динамической релаксацией, присутствует всегда, в то время как механизм пластической релаксации вырождается до насыщения при циклировании МП.

Заключение

С позиций термодинамического подхода релаксационные процессы, ответственные за акустическую эмиссию, мы относим к неконсервативным (характеризующимся максимальной диссипацией энергии) процессам, наряду с протеканием и консервативных (с минимальной диссипацией) [3].

Механизм акустической эмиссии в ходе прямого мартенситного превращения связан с протеканием процессов, основным из которых (по величине рассеиваемой энергии) является пластическая релаксация микронапряжений.

Своеобразие проявления акустической эмиссии заключается в том, что в различных экспериментальных ситуациях соотношение между перечисленными неконсервативными процессами может быть различным: при превалировании пластической релаксации рассеиваемая акустическим путем энергия велика; при отсутствии пластической релаксации рассеиваемая доля энергии мала. Многообразие в проявлении феномена акустической эмиссии, отмеченное в разных публикациях, очевидно, обусловлено различным соотношением между релаксационными процессами, отличающимися, как отмечено выше, по величине диссипируемой энергии. В рамках данной статьи не проведено обсуждение механизма акустической эмиссии при обратном мартенситном превращении, требующее специального рассмотрения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Плотников В.А., Монасевич Л.А., Паскаль Ю.И. Закономерности акустического излучения при мартенситном превращении в сплавах на основе TiNi // ФТТ. 1985. Т. 27.
2. Пустыльник Е.И. Статистические методы анализа и обработки наблюдений. М., 1968.
3. Ерофеев В.Я., Монасевич Л.А., Павская В.А., Паскаль Ю.И. Фазовый наклеп при мартенситном превращении никелида титана // ФММ. 1982. Т. 53.
4. Лотков А.И., Гришков В.Н. Никелид титана. Кристаллическая структура и фазовые превращения // Изв. вузов. Физика. 1985. №5.
5. Плотников В.А., Паскаль Ю.И. Аккомодационные и релаксационные процессы при мартенситных превращениях // Изв. вузов. Физика. 1997. №5.
6. Ройтбурд А.Л. Современное состояние теории мартенситных превращений / Несовершенство кристаллического строения и мартенситные превращения. М., 1972.
7. Гюнтер В.Э. Исследование эффекта памяти формы в сплавах на основе TiNi. Автореф. дис... канд. физ.-мат. наук Томск, 1981.
8. Паскаль Ю.И., Ерофеев В.Я., Монасевич Л.А., Павская В.А. Мартенситная деформация никелида титана // Изв. вузов. Физика. 1982. №6.
9. Плотников В.А., Паскаль Ю.И., Монасевич Л.А. Способ контроля качества материалов при термоциклировании: А.С. СССР N1270679, G01 №29/04, 1986.
10. Чернов Д.Б., Паскаль Ю.И., Гюнтер В.Э., Монасевич Л.А. Диаграммы структурных превращений сплавов на основе никелида титана и эффекты памяти формы // Изв. вузов. Физика. 1981. №3.
11. Паскаль Ю.И., Монасевич Л.А. Необратимые явления при мартенситном превращении никелида титана // Изв. вузов. Физика. 1980. №45.
12. Saceres C.H., Arnodo W., Pascual R. and Bertorello H.R. Acoustic emission related to stress induced martensitic transformation in Cu-Zn // Scripta Met. 1980. №14. 3.