

В.А. Плотников, Д.В. Коханенко

Акустическая эмиссия при термоупругих мартенситных превращениях в сплавах в ходе механического нагружения

Введение

Мартенситные превращения при наличии внешнего негидростатического механического напряжения являются специфическим механизмом обратимой (мартенситной) деформации, в основе которого лежит движение мартенситных границ, т.е. кооперативный переход атомов из исходной фазы в конечную [1]. При внешнем механическом нагружении происходит формирование предпочтительных кристаллографических вариантов мартенситных кристаллов, что приводит к макроскопическому формоизменению образца. Такая деформация обратима, возврат деформации осуществляется в ходе обратного мартенситного превращения. Мартенситная деформация может сопровождаться необратимой пластической деформацией. В этой связи всегда, если не предприняты специальные действия, предотвращающие пластическое течение, наблюдается некоторое соотношение между обратимой и необратимой компонентами полной деформации сплава. Акустическая эмиссия, сопровождающая мартенситные превращения, естественно отражает особенности деформационного поведения сплава при мартенситных превращениях. Более того, именно особенности накопления и возврата деформации позволяют объяснить процесс формирования акустического излучения при мартенситных превращениях. Таким образом, целью работы является изучение связи процесса излучения с процессом накопления и возврата деформации в цикле мартенситных превращений.

1. Эксперименты

Эксперименты представляли собой циклирование мартенситных превращений (МП) B2→B19 и B19→B2 при циклическом изменении температуры в сплаве $Ti_{50}Ni_{50}Cu_{10}$. Здесь B2 – высокотемпературная фаза, упорядоченная по типу CsCl, B19 – ромбический мартенсит. Каждая серия циклов МП заканчивалась отжигом образца, путем нагрева его до 600 °C. Циклирование превращений осуществляли при 3 вариантах внешнего сдвигового механического нагружения образцов: в первом варианте

осуществляли симметричное нагружение, т.е. нагрузка была приложена как при прямом, так и при обратном превращениях; во втором варианте реализовано асимметричное нагружение в ходе прямого превращения; в третьем варианте – асимметричное нагружение в ходе обратного превращения. Кроме того проводили циклирование мартенситных превращений без нагружения. В цикле превращений регистрировали среднеквадратичное напряжение акустической эмиссии, температуру процесса нагрева и охлаждения, деформацию образцов. Эти параметры регистрировались в виде зависимостей от времени процесса, что позволяет сравнивать их, сопоставляя в одном временном масштабе. Регистрация среднеквадратичного напряжения U_i акустической эмиссии позволяет рассчитать энергетический параметр излучения $J = \sum U_i^2 \cdot \Delta t_i$, где Δt_i – интервал времени, определяющий шаг сканирования процесса нагрева и охлаждения образца.

2. Результаты экспериментов

Результаты экспериментов приведены на рисунках 1–3. Полагая, что интервал мартенситных превращений совпадает с интервалом накопления и возврата деформации, на рисунках отмечены критические температурные точки прямого и обратного превращений и интервал акустической эмиссии. Кроме того по деформационным кривым определяли величину обратимой (мартенситной) и необратимой составляющих полной деформации.

При симметричном нагружении в цикле мартенситных превращений ступенчатое увеличение механического напряжения осуществляли в каждом последовательном цикле после окончания прямого МП, то есть в мартенситном состоянии. Как следует из данных рисунка 1, акустическое излучение (1, 2), регистрируемое в первых циклах мартенситных превращений, примерно симметрично. Максимальное значение среднеквадратичного напряжения акустической эмиссии при прямом превращении несколько выше, чем при обратном, температурный интервал акустической эмиссии примерно совпадает с интервалом мартенсит-

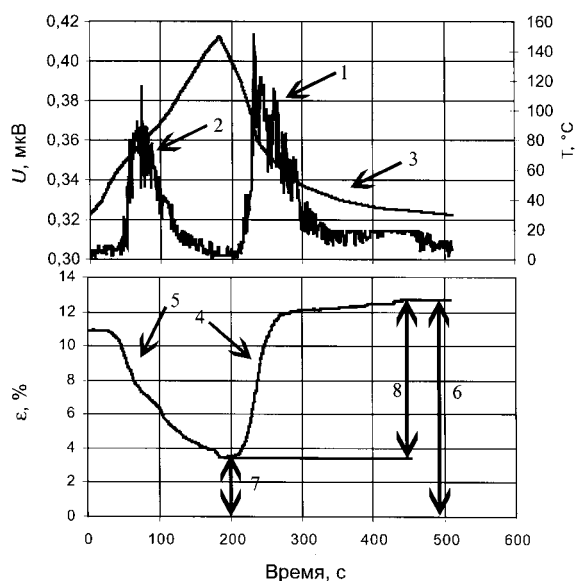


Рис. 1. Акустическая эмиссия и деформация в цикле мартенситных превращений при симметричном нагружении никелида титана: 1 – акустическая эмиссия при прямом превращении, 2 – акустическая эмиссия при обратном превращении, 3 – температурная кривая, 4 – накопление деформации, 5 – возврат деформации, 6 – полная деформация, 7 – необратимая деформация, 8 – обратимая деформация

ной деформации, накопление которой (4) осуществляется при прямом превращении. Из этих же данных следует, что наряду с обратимой (мартенситной) деформацией (8), возврат (5) которой происходит при обратном превращении, в цикле мартенситного превращения наблюдается накопление необратимой (остаточной) деформации. Величину необратимой деформации определяли по величине недовозврата после нагрева до температуры несколько выше температуры окончания обратного превращения, т.е. по длине отрезка (7). Величину обратимой деформации в цикле превращений измеряли по величине возврата деформации (на рисунке 1 этому соответствует длина отрезка (8)). Полная деформация в цикле превращений является суммой обратимой (8) и необратимой (7) деформаций, ее величину можно непосредственно определить как длину отрезка (6).

При асимметричном нагружении образца в аустенитном состоянии ступенчато возрастающим механическим напряжением прямое превращение осуществляется под нагрузкой, а обратное без нагружения, т.е. по окончании прямого мартенситного превращения нагрузка убиралась. Как показано на рисунке 2, полная деформация ϵ в цикле состоит из квазиуп-

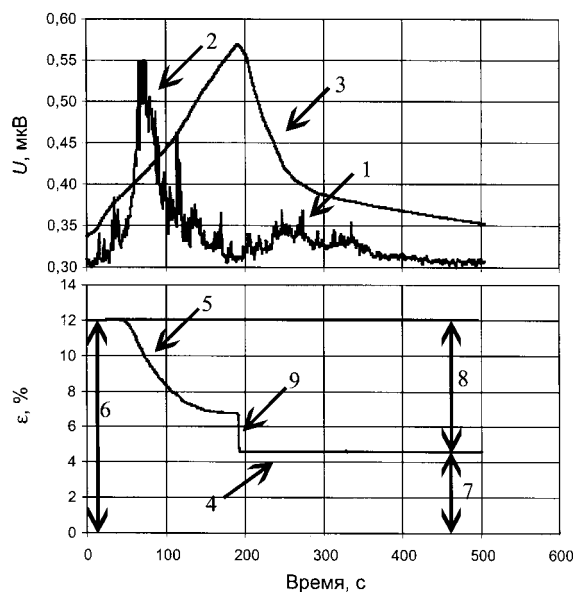


Рис. 2. Акустическая эмиссия и деформация в цикле мартенситных превращений при нагружении никелида титана в ходе нагрева: 1 – акустическая эмиссия при прямом превращении, 2 – акустическая эмиссия при обратном превращении, 3 – температурная кривая, 4 – возврат деформации при охлаждении, 5 – возврат деформации при нагреве, 6 – полная деформация, 7 – необратимая деформация, 8 – обратимая деформация, 9 – возврат квазиупругой деформации

ругой деформации (9) при изотермическом (около 150 °С) нагружении, накопленной при охлаждении деформации (4) и остаточной деформации (7) предыдущего цикла. Асимметрия акустической эмиссии существенно выражена, максимум среднеквадратичного напряжения акустического излучения при прямом превращении значительно превосходит его значение при обратном. Температурный интервал излучения в общем совпадает с интервалом превращения.

При асимметричном нагружении образца в мартенситном состоянии (рис. 3) обратное превращение осуществляется при воздействии механического напряжения, а разгрузку образца проводили в аустенитном состоянии. Изотермическая деформация (8) мартенситной фазы при обратном превращении восстанавливалась лишь частично (кривая 5). Дальнейший возврат деформации (9) наблюдали при изотермической разгрузке при 150 °С. При охлаждении, т.е. при прямом превращении накопление деформации практически отсутствует (кривая 4), если нагрузка в ходе нагрева мала. Если нагрузка в ходе нагрева велика, то при прямом превращении после разгрузки наблю-

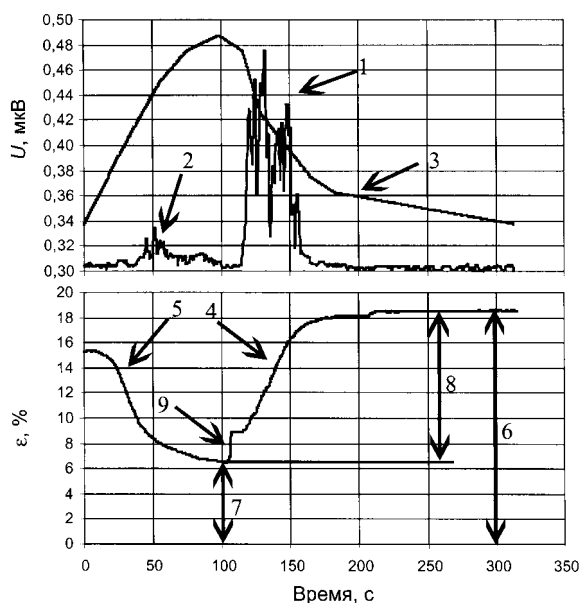


Рис. 3. Акустическая эмиссия и деформация в цикле мартенситных превращений при нагружении никелида титана в ходе охлаждения: 1 – акустическая эмиссия при прямом превращении, 2 – акустическая эмиссия при обратном превращении, 3 – температурная кривая, 4 – накопление деформации, 5 – возврат деформации, 6 – полная деформация, 7 – необратимая деформация, 8 – обратимая деформация, 9 – квазиупругая деформация при нагружении

дается слабое накопление деформации. Кроме того в каждом цикле накапливалась необратимая деформация (7). Полная деформация в цикле превращения определяется по величине отрезка (6). Характерно, что при такой схеме нагружения наблюдается инверсия асимметрии акустической эмиссии. Значение среднеквадратичного напряжения акустического излучения при прямом превращении близка к нулю, а при обратном превращении существенно возрастает (примерно в три раза по сравнению с величиной максимума среднеквадратичного напряжения в ненагруженных циклах).

3. Анализ экспериментов

Сопоставим энергию J акустического излучения с деформацией в цикле мартенситных превращений, проанализировав их как зависимости от номера цикла, а значит, от величины внешней механической нагрузки. На рисунке 4 приведены эти зависимости при симметричном нагружении в цикле мартенситных превращений. Остаточная (необратимая) деформация монотонно растет примерно до 15%,

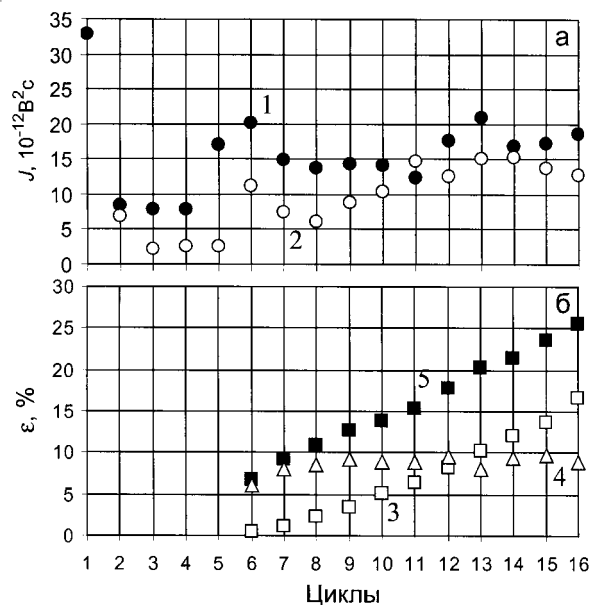


Рис. 4. Зависимость энергии акустического излучения (а) и деформации (б) в циклах мартенситных превращений при последовательном возрастании внешнего механического напряжения (симметричный характер нагружения): 1 – энергия излучения в ходе прямого превращения, 2 – энергия излучения в ходе обратного превращения, 3 – необратимая деформация, 4 – обратимая деформация, 5 – полная деформация

обратимая деформация выходит на уровень насыщения, величина которого около 10%, т.е. рост полной деформации в цикле происходил в основном за счет роста необратимой деформации. Начиная с 6 цикла (с момента нагружения, а значит с момента начала роста деформации) энергия излучения J возрастает примерно в два раза как при прямом, так и при обратном превращениях и остается примерно на одном уровне до конца циклирования.

На рисунке 5 представлены энергия излучения и деформация при проведении прямого превращения под механическим напряжением. Наблюдается примерно такая же, как на рисунке 4, зависимость деформации от номера цикла превращения. За 4 цикла обратимая деформация выходит на насыщение, а необратимая – монотонно растет. Однако полная деформация ниже, ее максимальное значение составляет в 28 цикле около 20%. Энергия акустического излучения существенно (аномально) возрастает в первых циклах нагружения (с 7 цикла от начала циклирования), а затем снижается в ходе циклирования примерно до исходного уровня, причем максимум энергии

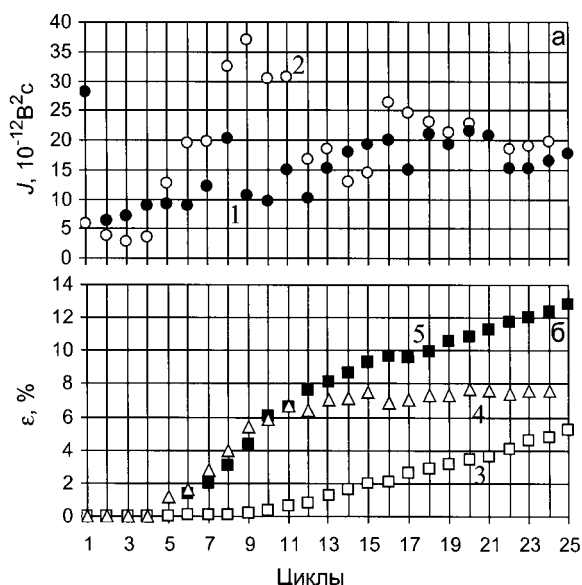


Рис. 5. Зависимость энергии акустического излучения (а) и деформации (б) в циклах мартенситных превращений при последовательном возрастании внешнего механического напряжения (асимметричный характер нагружения при обратном превращении): 1 – энергия излучения в ходе прямого превращения, 2 – энергия излучения в ходе обратного превращения, 3 – необратимая деформация, 4 – обратимая деформация, 5 – полная деформация

излучения совпадает с интервалом накопления обратимой деформации.

На рисунке 6 приведены энергия и деформация при проведении цикла мартенситных превращений под нагрузкой в ходе нагрева, т.е. при обратном превращении. Как следует из приведенных данных, рост полной деформации происходит в основном за счет роста необратимой деформации, обратимая деформация к 11 циклу выходит на насыщение. Заметим, что в цикле превращения наблюдается инверсия асимметрии акустической эмиссии с момента нагружения и проведения обратного превращения под механическим напряжением. Энергия акустического излучения при обратном $B_{19} \rightarrow B_2$ превращении намного превосходит энергию излучения при прямом, т.е. обратное превращение предварительно деформированного B_{19} -мартенсита приводит к аномальному росту энергии излучения. Интервал аномального излучения совпадает с интервалом максимального накопления (следовательно, и возврата) деформации. После выхода обратимой деформации на насыщение дальнейшее циклирование мартенситных превращений сопровождается

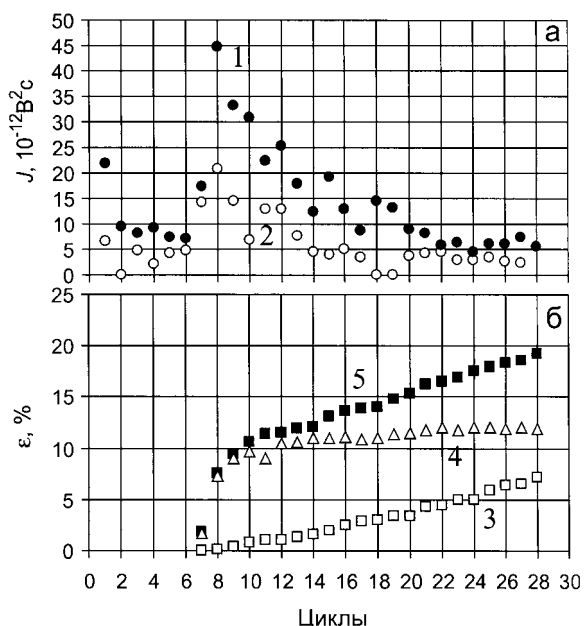


Рис. 6. Зависимость энергии акустического излучения (а) и деформации (б) в циклах мартенситных превращений в ходе последовательного возрастания внешнего механического напряжения (асимметричный характер нагружения при прямом превращении): 1 – энергия излучения в ходе прямого превращения, 2 – энергия излучения в ходе обратного превращения, 3 – необратимая деформация, 4 – обратимая деформация, 5 – полная деформация

продуцированием акустического излучения, близкого к симметричному типу.

4. Обсуждение результатов экспериментов

Отметим наиболее существенные результаты, полученные в экспериментах: 1) асимметрия акустической эмиссии в цикле мартенситных превращений; 2) инверсия асимметрии в цикле превращения при асимметричном нагружении в ходе обратного $B_{19} \rightarrow B_2$ превращения; 3) аномальный акустический эффект в циклах мартенситных превращений при асимметричном нагружении как в ходе прямого, так и в ходе обратного превращений; 4) смена асимметричного характера на близкий к симметричному характеру акустического излучения в циклах мартенситных превращений. Сопоставим эти результаты с данными по накоплению и возврату деформации, а также с особенностями макро- и микрокинетики мартенситных превращений.

Из сопоставления энергии излучения и величины прироста деформации в цикле превращения (рис. 7 и 8) следует, что максимум

энергии излучения, продуцируемой при прямом превращении совпадает с максимумом

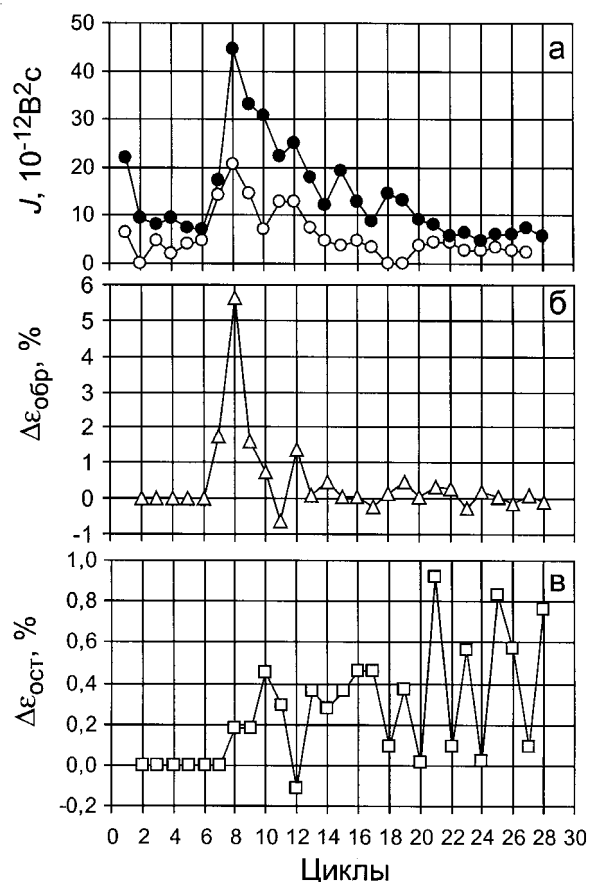


Рис. 7. Соотношение энергии излучения (а) и прироста обратимой (б) и необратимой (в) деформаций в циклах мартенситных превращений при нагружении в ходе прямого превращения

прироста мартенситной деформации в цикле превращения, при обратном превращении – соответственно с максимумом возврата, а снижение энергии J при циклировании превращений коррелирует со снижением прироста обратимой (мартенситной) деформации или (что одно и то же) с накоплением обратимой деформации $\epsilon_{обр}$. Действительно, эта зависимость близка к линейной $J = J_0 + A\epsilon$, откуда можно оценить величину корреляции. В таблице 1 представлены параметры функции, аппроксимирующей зависимость энергии излучения от накопления мартенситной деформации. Величина корреляции близка к единице, что может свидетельствовать о неслучайности зависимости.

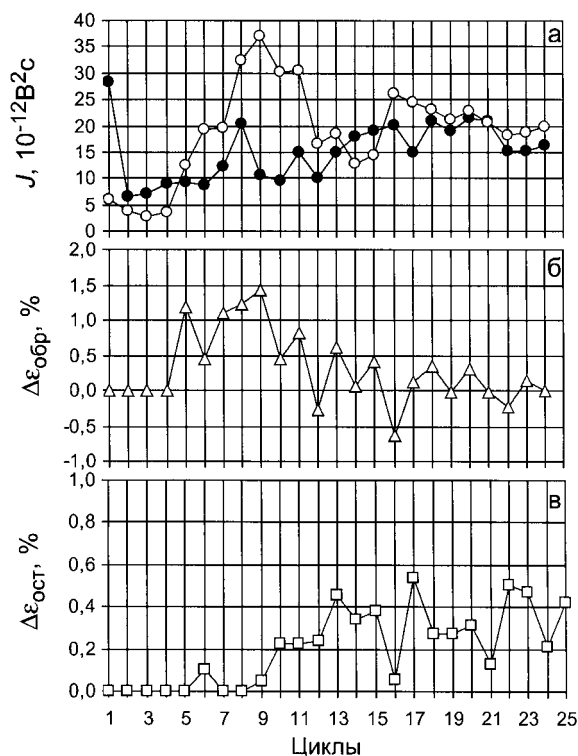


Рис. 8. Соотношение энергии излучения (а) и прироста обратимой (б) и необратимой (в) деформаций в циклах мартенситных превращений при нагружении в ходе обратного превращения

4.1. Кинетика мартенситных превращений и особенности акустической эмиссии

Для исследуемого сплава обратимые мартенситные превращения характеризуются микровзрывной кинетикой (микрокинетикой) появления и исчезновения (коллапса) мартенситных кристаллов В19-фазы на стадии В2→В19 и В19→В2 превращений [2]. Макроскопическая кинетика близка фактически к макровзрывному появлению (исчезновению) до 50 % В19-фазы в узком температурном интервале примерно 3 °С [2]. Причем скорость накопления новой фазы в ходе МП в сплавах с высоким (9–11 ат.%) содержанием меди примерно в 5 раз выше, чем в сплавах с низким (до 6,0 ат.%) содержанием меди [3]. Процесс накопления мартенситной фазы характеризуется автокаталитичностью, т.е. последовательным быстрым (практически мгновенным) образованием системы новых мартенситных кристаллов. Однако общая доля

Таблица 1

$J = J_0 + A\epsilon$	J_0	A	r	Примечание
$J_{прям} = J(\epsilon)$	$108,34 \pm 7,70$	$-8,52 \pm 0,71$	0,95	Прямое превращение под нагрузкой
$J_{обр} = J(\epsilon)$	$44,61 \pm 4,29$	$-3,52 \pm 0,39$	0,91	
$J_{обр} = J(\epsilon)$	$69,9 \pm 13,28$	$6,78 \pm 1,88$	0,69	Обратное превращение под нагрузкой

мартенситной фазы является функцией температуры [4]. Акустическое излучение, продуцируемое при прямом и обратном превращениях, близко к симметричному виду [3], что обусловлено микровзрывной кинетикой появления–исчезновения мартенситных кристаллов в циклах мартенситных превращений. Многочисленные исследования показывают, что этот процесс осуществляется строго обратимо в последовательности: первым исчезает при обратном превращении мартенситный кристалл, появившийся последним при прямом превращении [4].

Как следует из приведенных данных, стремление к симметричному виду продуцирования акустического излучения при прямом и обратном мартенситных превращениях коррелирует с насыщением обратимой деформации. Действительно, элементарный акт накопления и возврата мартенситной деформации осуществляется в некотором мезоскопическом (или макроскопическом) масштабе микровзрывным появлением и исчезновением системы мартенситных кристаллов одного кристаллографического варианта. В то же время асимметричный характер акустического излучения, продуцируемого при прямом и обратном мартенситных превращениях в первых циклах, свидетельствует об асимметрии микрокинетики появления–исчезновения мартенситных кристаллов в некотором объеме поликристаллического агрегата.

4.2. Акустическая эмиссия и пластическая релаксация

В ходе мартенситных превращений накопление необратимой деформации возможно, если в сплаве протекает пластическая релаксация микронапряжений (локальная пластическая деформация в окрестности единичного мартенситного кристалла). Склонность сплава к пластической релаксации зависит от соотношения между напряжением мартенситного сдвига и пределом текучести [5]. Чем выше напряжение мартенситного сдвига и ниже предел текучести, тем выше вероятность достижения микронапряжениями, накапливаемыми в ходе прямого МП, предела текучести. В сплаве с 10 ат.% меди накопление полных дислокаций (кристаллографический признак пластической релаксации) не наблюдается даже после 40 циклов мартенситных превращений в свободном (ненагруженном) состоянии [3], т.е. предел текучести, величина которого 215 МПа, не меняется, а напряжение мартенситного сдвига близко к 35 МПа (или к 10 МПа [6]), что существенно ниже предела текучести. Однако при внешнем нагружении в цикле превращения наблюдается накопление заметной остаточной деформации, что может свидетельствовать о пластической деформации в цикле превращений. Об этом свидетельствуют и данные работы [7], в которой было показано, что в условиях нагружения при достижении некоторой деформации мартенситное превращение сопровождается заметной пластической деформацией.

Как следует из таблицы 2, максимальная необратимая деформация была достигнута в циклах при симметричном нагружении образцов. Очевидно, накопление необратимой деформации осуществляется как при прямом, так и при обратном МП, что следует из сопоставления данных таблицы по накоплению необратимой деформации для асимметричного нагружения как при прямом, так и при обратном превращениях. Об этом же свидетельствуют и данные работы [1]. Таким образом, накопление необратимой деформации в циклах превращения при асимметричном нагружении в мартенситном состоянии и последующего нагрева образца под механическим напряжением осуществлялся как при изотермической деформации мартенситной фазы, так и при проведении обратного превращения. Рост необратимой деформации сопровождается закономерным снижением энергии акустического излучения, однако максимум энергии излучения совпадает с максимумом прироста обратимой деформации, что в совокупности может свидетельствовать о самостоятельности продуцирования акустического излучения и процесса пластической релаксации микронапряжений в ходе превращения.

Сильная корреляция между характером накопления и возврата обратимой деформации

4.3. Особенности динамической релаксации энергии в цикле мартенситных превращений

Сильная корреляция между характером накопления и возврата обратимой деформации

Таблица 2

Характер нагружения в цикле превращений	Максимальное механическое напряжение, МПа	Максимальная деформация в циклах мартенситных превращений, %		
		Полная деформация	Обратимая деформация	Остаточная деформация
Симметричный	222,7	27,9	7,8	20,1
При прямом МП	223,0	19,2	11,9	7,3
При обратном МП	196,5	12,3	7,5	4,8

и зависимостью энергии излучения от номера цикла (рис. 7, 8 и табл. 1) свидетельствует, что продуцирование акустического излучения в циклах мартенситных превращений в данном сплаве представляет динамический процесс – динамическую релаксацию энергии. Суть динамического механизма акустической эмиссии состоит в том, что формирование акустического сигнала осуществляется как переходного излучения при взаимодействии мартенситной границы, движущейся с высокой скоростью, с границей раздела и другими препятствиями [8]. Особенности динамической релаксации проявляются в аномальном акустическом эффекте, инверсии асимметрии и стремлении к симметричному виду акустической эмиссии в цикле превращения.

Известно, что внешнее механическое напряжение как и внутренние напряжения влияет на макрокинетику мартенситных превращений, приближая ее к макроскопически взрывной [2]. При внешнем нагружении не весь мартенсит реализуется в предпочтительный кристаллографический вариант [1, 2]. Напротив, в ситуации, близкой к макровзрыву, накопление мартенситной деформации минимально в связи с образованием неориентированного мартенсита [2]. В нашем случае при асимметричном нагружении как при прямом, так и при обратном превращениях максимум энергии излучения совпадает с максимум прироста (и возврата) обратимой деформации. Однако зависимость накопления деформации от времени процесса прямого превращения не претерпевает существенных изменений, т.е. макроскопическая кинетика превращения не претерпевает изменений. Тогда совпадение максимумов может свидетельствовать о корреляции процесса продуцирования акустической энергии и эффекте накопления деформации или ее возврата по крайней мере в масштабах одного зерна, а заметная пластическая составляющая деформации обеспечивает сплошность поликристаллического агрегата [7].

Аномальный эффект (возрастание энергии излучения в циклах с максимальным прирос-

том мартенситной деформации) в совокупности с инверсией асимметрии акустической эмиссии свидетельствуют о пропорциональной зависимости энергии акустического сигнала от мезоскопического объема, в котором протекает коррелированный акт накопления и возврата деформации.

5. Заключение

Проведенный анализ экспериментальных результатов позволяет считать, что акустическая эмиссия, регистрируемая в циклах мартенситных превращений, обусловлена динамической релаксацией энергии. Динамический механизм продуцирования акустических сигналов представляет процесс релаксации энергии при микровзрывном движении мартенситной границы со скоростью, близкой к скорости распространения сдвиговых волн в данной кристаллической среде [8]. Кроме того динамический процесс формирования акустического сигнала связан с некоторой совокупностью мартенситных кристаллов, образование которой характеризуется взаимообусловленностью (коррелированностью) в движении мартенситных границ, т.е. автокатализичностью превращения [7]. Аномальный акустический эффект как при прямом, так и при обратном мартенситных превращениях в совокупности с инверсией асимметрии излучения подтверждают влияние корреляции при формировании ориентированной мартенситной структуры и ее коррелированном возврате по крайней мере в масштабе одного зерна на величину энергии акустического излучения. Действительно, элементарный акт накопления и возврата мартенситной деформации осуществляется в некотором мезоскопическом (или макроскопическом) масштабе микровзрывным появлением и исчезновением системы мартенситных кристаллов. В то же время стремление к симметричному варианту продуцирования акустического излучения при прямом и обратном мартенситных превращениях коррелирует с насыщением обратимой деформации.

Литература

1. Паскаль Ю.И., Ерофеев В.Я., Монасевич Л.А., Павская В.А. Мартенситная деформация никелида титана // Известия вузов. Физика. 1982. №6. С. 103–117.
2. Паскаль Ю.И., Ерофеев В.Я., Монасевич Л.А. Кинетика мартенситного превращения в сплавах на основе TiNi под постоянной внешней нагрузкой // Металлофизика. 1984. Т. 6. №6. С. 36–40.
3. Плотников В.А., Монасевич Л.А., Паскаль Ю.И. Акустическая эмиссия при мартенситных превращениях в сплавах $Ti_{0,5}Ni_{0,5-x}Cu_x$ // ФММ. 1987. Т. 63. №4. С. 757–763.
4. Ерофеев В.Я., Паскаль Ю.И. Кинетические и морфологические закономерности мартенситных превращений в сплавах Ti(NiCu) // ДАН СССР. Т. 286. №4. С. 879–882.
5. Плотников В.А., Монасевич Л.А., Гюнтер Л.А., Паскаль Ю.И. Механизмы акустической эмиссии и

диссипация упругой энергии в сплавах на основе никелида титана // ДАН СССР. 1986. Т. 290. №1. С. 110–114.

6. Токарев В.Н., Дударев Е.Ф. Мартенситные превращения и эффекты памяти формы в сплавах $Ti_{50-x}Ni_{40+x}Cu_{10}$ // ФММ. 1987. Т. 64. №2. С. 358–362.

7. Ерофеев В.Я., Паскаль Ю.И. Исследование

поверхностного рельефа, связанного с образованием мартенсита напряжения в никелиде титана // ФММ. 1989. Т. 67. №5. С. 945–949.

8. Плотников В.А. Акустическая эмиссия и динамическая релаксация нехимической энергии при мартенситных превращениях // Письма в ЖТФ. 1999. Т. 25. №13. С. 15–22.