

На правах рукописи



АГЛЕТДИНОВ Эйна́р Альбертович

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ДЕФОРМАЦИИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ
МАТЕРИАЛОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ СТАТИСТИЧЕСКОГО ПОДХОДА К
АНАЛИЗУ ВРЕМЕННЫХ РЯДОВ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ**

Специальность 01.04.07 - Физика конденсированного состояния

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Самара – 2021

Работа выполнена в НИО-2 «Физика прочности и интеллектуальные диагностические системы» Научно-исследовательского института прогрессивных технологий федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Тольяттинский государственный университет» (ФГБОУ ВО ТГУ).

Научный руководитель: Ведущий научный сотрудник НИИПТ ФГБОУ ВО ТГУ, доктор физико-математических наук, доцент
Ясников Игорь Станиславович

Официальные оппоненты:

Барат Вера Александровна, доктор технических наук, доцент кафедры диагностических информационных технологий, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский университет «МЭИ»

Назаров Айрат Ахметович, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник, зам. директора по научной работе, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Алтайский государственный университет»

Защита состоится 21 мая 2021 г. в 15.00 часов на заседании диссертационного совета Д 212.217.01 при ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет» по адресу: 443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244, Главный корпус, ауд. 200.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Самарский государственный технический университет» и на сайте <http://d21221701.samgtu.ru/>

Отзывы на автореферат просим высылать в двух экземплярах, заверенных печатью, по адресу: Россия, 443100, Самара, ул. Молодогвардейская, 244, Самарский государственный технический университет, Главный корпус, ученому секретарю диссертационного совета Д 212.217.01, тел. (846) 242-27-76, e-mail: mtm.samgtu@mail.ru

Автореферат разослан «__» _____ 2021 года.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.217.01,
к. т. н., доцент

Д.А. Майдан

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы: Процессы дислокационного скольжения и механического двойникования имеют ключевое значение в деформационном поведении и разрушении материалов, но их весьма трудно идентифицировать экспериментально и описать теоретически. Одним из исследовательских методов, позволяющих отследить и сопоставить элементарные деформационные процессы с поведением деформируемого материала, является метод акустической эмиссии. Акустической эмиссией (АЭ) называется явление возникновения механических колебаний (акустических волн) в твердых телах при быстрой диссипации энергии, запасенной кристаллической решеткой. Величина этой энергии зависит от природы источника и лежит в очень широких пределах. Главным преимуществом метода АЭ является чрезвычайная чувствительность к всевозможным изменениям дефектной структуры материалов. Излучением АЭ сопровождаются процессы пластической деформации, коррозионные процессы, фазовые превращения, поверхностные и магнитные эффекты, разрушение частиц вторичной фазы, течь и др. Наиболее востребованной особенностью метода с точки зрения физики прочности и пластичности является практически уникальная способность АЭ отражать динамику ансамбля дефектов на всех этапах его эволюции.

В силу определяющей роли пластической деформации в эволюции дефектной структуры первостепенным является вопрос о связи параметров АЭ с характеристиками механизмов деформации. Действительно, даже самые хрупкие материалы перед окончательным разрушением претерпевают пластическую деформацию. Природа явления АЭ обеспечивает принципиальную возможность тонкого и глубокого исследования процессов развития дефектной структуры материала. В тоже время, интегральная регистрация излучения упругих волн всего объема материала вызывает серьезные проблемы, связанные с детектированием полезных сигналов на фоне непрерывных внешних и аппаратных шумов и распознаением различных одновременно действующих источников сигналов АЭ. Значимые фундаментальные работы по АЭ были выполнены еще в прошлом веке Кайзером, Шофилдом, Татро, Авербухом, Бойко, Нациком, и др. Значительный объем исследований был посвящен практическому изучению фундаментальных механизмов излучения упругих волн развивающейся дефектной структурой. Однако, приборы того времени имели очень ограниченные по сегодняшним меркам возможности, не позволяющие эффективно анализировать сложные временные ряды акустической эмиссии. Поэтому результаты первых исследований деформационных процессов с помощью АЭ зачастую разнились и противоречили друг другу.

Вопреки тому, что за прошедшие годы техника претерпела огромное развитие, а современные технологии предоставляют колоссальные возможности для обработки и анализа любых массивов данных, на практике в большинстве

случаев до сих пор используют аппаратуру с пороговой системой регистрации данных, при которой качество полезной информации, извлекаемой из сигналов, существенно зависит от выбранного порога, а ее значительная часть вообще оказывается за бортом анализа.

Как следствие, при решении исследовательских задач физического материаловедения с использованием традиционной схемы регистрации АЭ в условиях плохой помехоустойчивости (зашумленности сигнала) происходит существенная потеря полезной информации, что не только снижает эффективность метода АЭ, но даже может приводить к ложной интерпретации результатов. Например, то, что до сих пор не достигнут приемлемый уровень понимания динамики ансамбля разномасштабных дефектов кристаллической решетки, в частности, объясняется отсутствием инструментария, способного в реальном времени «отслеживать» протекание этих процессов с нужным разрешением. Коллективная динамика дефектов в твердых телах во время пластического течения создает сложный акустоэмиссионный отклик, который невозможно верно интерпретировать, опираясь на устаревшие методы обработки и анализа сигналов АЭ. Именно поэтому совершенствование существующих и создание абсолютно новых инновационных методов и алгоритмов обработки и анализа сигналов АЭ является необходимым актуальным шагом на пути к пониманию процессов деформации и упрочнения в физике прочности и пластичности.

Цель работы: повышение достоверности и эффективности идентификации элементарных механизмов пластической деформации методом АЭ за счет разработки новых алгоритмов и применения новых методов анализа сигналов.

В диссертационной работе поставлены и решены следующие **исследовательские задачи:**

1. Провести критический анализ традиционных методов обработки сигналов АЭ и выявить существующие недостатки, затрудняющие использование метода АЭ в исследовании процессов пластической деформации.

2. Разработать метод детектирования событий АЭ, позволяющий идентифицировать полезные сигналы в шуме при низких отношениях "сигнал-шум", что характерно для АЭ, генерируемой в процессе пластической деформации.

3. Разработать статистический подход к анализу сигналов АЭ, позволяющий охарактеризовать особенности, кинетику и взаимодействие элементарных деформационных процессов: дислокационного скольжения и механического двойникования.

4. С помощью нового разработанного статистического подхода к анализу сигналов АЭ исследовать и сравнить статистические особенности различных

механизмов деформации: дислокационного скольжения и механического двойникования.

5. Разработать феноменологическую модель, адекватно описывающую деформационное поведение ГПУ материалов, в которых механическое двойникование наряду с дислокационным скольжением играет существенную роль.

6. Провести верификацию модели на реальных экспериментальных данных, полученных при механических испытаниях магния и его сплавов в различных исходных состояниях.

Научная новизна:

- Был предложен и апробирован новый эффективный метод детектирования сигналов малых амплитуд во временных рядах АЭ с низким отношением сигнал-шум.

- Впервые установлено, что дислокационное скольжение проявляется как процесс, состоящий из случайных и независимых друг от друга элементарных актов. Хотя каждый элементарный акт скольжения включает в себя коррелированное движение большого числа атомов, многочисленные линии скольжения появляются случайно и независимо друг от друга.

- Напротив, механическое двойникование, относится к коррелированным процессам с памятью о прошлом. При этом наблюдаемые корреляции могут быть адекватно описаны моделью самовозбуждающегося процесса Хокса.

- Впервые разработана и апробирована феноменологическая модель деформационного упрочнения, управляемого взаимодействием механизмов дислокационного скольжения и механического двойникования. Модель учитывает структурные характеристики материала и точно восстанавливает деформационное поведение магния и его сплавов.

Практическая значимость:

Разработанные методы статистического анализа сигналов АЭ, а именно: метод детектирования, основанный на параметре эволюции источников, метод обнаружения критических переходов в сигналах АЭ, основанный на байесовской статистике, метод анализа потока событий на основе элементов теории точечных процессов, могут найти широкое применение в практике трактовки результатов проводимого неразрушающего контроля, а также при решении различных исследовательских задач физического материаловедения.

Методология и методы исследования:

Методология работы состояла из теоретического изучения источников, моделирования процессов деформации, обработку цифровых сигналов АЭ, программирования на языке python, а также практические экспериментальные методы исследования, к которым относятся сканирующая электронная микроскопия, оптическая микроскопия, метод нейтронной дифракции, анализ дифракции обратно рассеянных электронов, метод акустической эмиссии,

механические испытания по схеме одноосного растяжения-сжатия. Обработка цифровых сигналов акустической эмиссии выполнена с применением методов статистического, спектрального и кластерного анализа.

Положения, выносимые на защиту:

1. Разработанный статистический подход к анализу временных рядов АЭ в процессе пластической деформации, включающий метод детектирования, основанный на параметре эволюции источников, метод обнаружения критических переходов в сигналах АЭ, основанный на байесовской статистике, метод анализа потока событий на основе элементов теории точечных процессов.

2. Результаты исследования деформационных процессов в моно- и поликристаллическом чистом магнии, магниевом сплаве ZK60 и чистом α -Fe при сжатии и растяжении.

3. Чувствительная к микроструктуре феноменологическая модель деформационного упрочнения, управляемого взаимодействием механизмов дислокационного скольжения и механического двойникования.

Достоверность полученных в работе результатов обеспечивается корректностью поставленной цели и задач, использованием совокупности известных теоретических и апробированных экспериментальных методов исследования, обоснованностью полученных в работе результатов и выводов, отсутствием противоречий с литературными источниками, совпадением результатов моделирования с исследуемыми экспериментальными данными.

Апробация работы: Основные результаты работы докладывались и обсуждались на международных конференциях: XX «Уральская школа-семинар металловедов-молодых ученых (Екатеринбург, 2020 г.), «Advanced materials week» (Санкт-Петербург, 2019 г.), «Перспективные материалы и технологии» (Брест, Беларусь, 2019 г.), «Российско-Японский международный семинар по перспективным материалам» (RJSAM-IV) (г. Кумамото. Япония, 2018 г.), «23-ие Петербургские чтения по проблемам прочности» (Санкт-Петербург, 2018 г.), «Актуальные проблемы прочности» (г. Витебск, 2018 г.), III-ий международный российско-японский семинар по структуре и механизмам пластичности перспективных магниевых сплавов и сопутствующих материалов (Тольятти, 2016 г.), «Физическое материаловедение» (Тольятти, 2017 г.), «32-ая европейская конференция по методу акустической эмиссии» (г.Прага, Чехия, 2016 г.).

Связь работы с научными программами и темами: Работа выполнена в Тольяттинском государственном университете на научно-исследовательской базе НИИ Прогрессивных Технологий в рамках реализации государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ по теме «Особенности и закономерности акустической эмиссии генерируемой элементарными механизмами деформации в чистых металлах с различной кристаллической решеткой и их связь с эволюцией дефектной структуры вплоть до критического состояния материала» (шифр проекта: 11.5281.2017/БЧ), а также в рамках

реализации Федеральной целевой программы на тему "Разработка научных принципов и интеллектуальных иерархических систем прогноза техногенных катастроф потенциально опасного промышленного оборудования» (шифр проекта: ФЦП № 14.577.21.0145).

Публикации: Результаты диссертации опубликованы в 21 работе, из них 6 статей в рецензируемых изданиях, входящих в системы индексирования WoS и Scopus и рекомендованных ВАК РФ. Зарегистрировано 2 программы для ЭВМ, получен 1 патент РФ.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность работы, сформулированы цели и задачи исследования, показана научная новизна, практическая значимость, сформулированы положения, выносимые на защиту.

В первой главе рассматриваются фундаментальные механизмы генерации АЭ, традиционные методы обработки сигналов АЭ, элементы теории случайных процессов, а также некоторые современные методы анализа сигналов. В выводах первой главы обосновывается необходимость развития и улучшения методов обработки и анализа АЭ сигналов для обеспечения более глубокого и полного понимания механизмов пластической деформации и их сложного взаимодействия в процессе нагружения.

Вторая глава посвящена разработке статистических методов анализа временных рядов АЭ. **В разделе 1 второй главы** предлагается новый метод детектирования сигналов, характеризующих эволюцию дефектной структуры, на фоне непрерывно регистрируемой АЭ. Вводится функция эволюции источника АЭ $\varphi(t)$, отражающая изменение локальных статистических свойств исходящего от дефекта импульса АЭ:

$$\varphi(t) = \frac{1}{\Delta f} \int_{f_{\min}}^{f_{\max}} \left[\frac{\partial \ln G(f, t)}{\partial t} \right] df = \frac{1}{\Delta f} \int_{f_{\min}}^{f_{\max}} \left[\frac{\partial \ln E(f, t)}{\partial t} \right] df . \quad (1)$$

Здесь f и t – частота и время соответственно. Функция спектральной плотности мощности $G(f, t)$ сигнала АЭ представляется как произведение функции $E(f, t)$, характеризующей источник, и объединенной передаточной функции всей цепи измерения и среды $A(f)$. Абсолютное значение $\varphi(t)$ пропорционально скорости изменения спектральной плотности мощности сигнала АЭ вблизи развивающегося дефекта.

Идея предлагаемого в данной работе нового метода детектирования событий состоит в использовании параметра эволюции источника АЭ (1) для вычисления решающей функции детектора. В результате детектирования вычисляются времена начала и конца полезных сигналов АЭ на фоне

непрерывного шума. Чтобы проверить эффективность разработанного метода в разделе 2 второй главы производится его сравнение с популярными методами детектирования, среди которых амплитудный детектор, метод STA/LTA, а также алгоритм “FilterPicker”. Был сконструирован искусственный поток, содержащий тысячу случайно расположенных реальных событий АЭ, записанных при испытании на растяжение чистого α -Fe. К нему был добавлен нормированный реальный шум для имитации пяти различных уровней зашумленности. Результаты сравнения эффективности четырех методов сведены в таблицу 1. Наблюдается явное превосходство метода ϕ -параметра над остальными, особенно в случае сильной зашумленности. В последующих главах для детектирования везде используется метод ϕ -параметра.

Таблица 1. Сравнение эффективности четырех методов детектирования.

Уровень шума	Амплитудный порог	STA/LTA	ϕ -параметр	«FilterPicker»
	Число верно задетектированных событий (из 1000)/число ложных срабатываний			
1	1000/3	986/19	1000/0	988/11
2	926/55	975/51	977/19	925/72
3	570/49	888/48	919/51	832/256
4	314/54	674/53	780/35	542/67
5	186/37	431/59	630/38	309/36

Раздел 3 второй главы посвящен проблеме идентификации особенностей сигнала АЭ, характеризующих переход от одного процесса (или его стадии) к другому. Например, к таким переходам относится появление ранних признаков локализации пластической деформации, смена ведущего механизма пластической деформации и др. Предлагается оригинальный подход анализа АЭ, основанный на байесовском выводе. Наблюдаемые временные интервалы между событиями АЭ τ описываются вероятностной моделью – экспоненциальным распределением с параметром λ , ступенчато меняющимся при переходе от одного процесса генерации АЭ к другому. Величина и положение ступенек также входят в вероятностную модель. Для нахождения реальных (апостериорных) распределений параметров модели применяется теорема Байеса:

$$P(\theta_i | E) = \frac{P(\tau | \theta_i)P(\theta_i)}{\sum_i P(\tau | \theta_i)P(\theta_i)}, \quad (2)$$

где θ_i - параметры модели. Время начала/конца смены механизмов генерации сигналов АЭ рассчитывается как среднее апостериорного распределения положения ступенек плюс/минус три стандартных отклонения того же распределения. **В разделе 1 третьей главы** предложенный байесовский подход к анализу АЭ был применен для определения момента инициации растрескивания

покрытия при испытании на контролируемое царапание металла. Испытание проводилось с помощью установки Nanovea на титановом сплаве ВТ20, покрытом тонким слоем ZrO_2 . Испытание сопровождалось непрерывной записью сигналов АЭ. В ходе линейного увеличения нагрузки при царапании покрытие постепенно разрушалось, и индентор переходил с покрытия на подложку. Как видно из рисунка 1, момент этого перехода (красный прямоугольник), рассчитанный по байесовской схеме, совпадает с появлением металлического блеска в русле царапины на металлографических снимках, что доказывает применимость разработанного подхода.

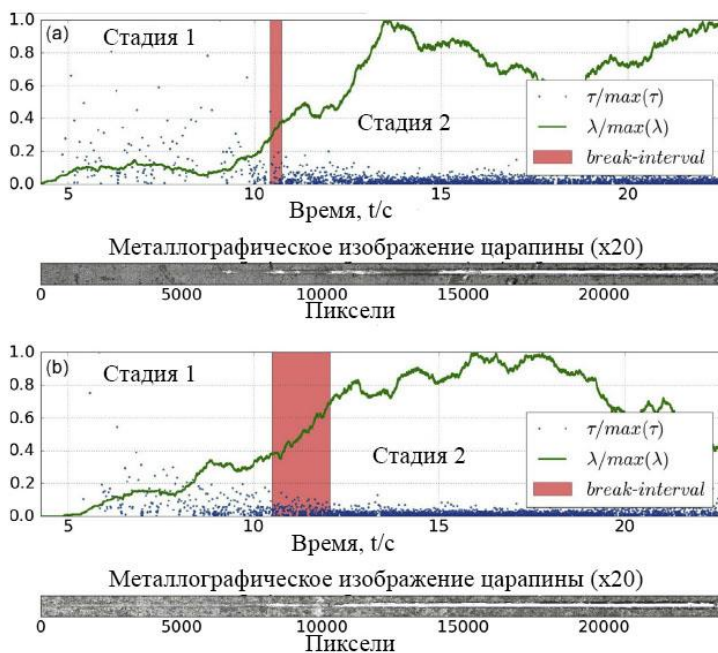


Рисунок 1 - Сопоставление результатов анализа АЭ и изображения царапины: (а) образец с 7-кратным покрытием, (б) образец с 15-кратным покрытием

В разделе 2 третьей главы разработанные методы анализа АЭ применяются для исследования основных механизмов деформации: дислокационного скольжения и механического двойникования. Для этого использовали монокристаллы магния, имеющего ГПУ решетку, в которых искусственно создавали условия деформации, существенно ограничивающие возможные пути релаксации напряжений. Испытания монокристаллов чистого Mg на одноосное сжатие проводили на установке Instron 5882 при постоянной

скорости деформации 10^{-3} с^{-1} . В первом эксперименте направление монокристалла $\langle 11\bar{2}2 \rangle$ было ориентировано вдоль оси сжатия для активации базисного скольжения; во втором - направление $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ориентировано вдоль оси сжатия для активации двойникового. Первоначальная ориентация образцов определялась с помощью рентгеновского дифрактометра Panalytical. Механические испытания сопровождались непрерывной регистрацией сигналов АЭ и in-situ исследованиями микроструктуры в камере сканирующего электронного микроскопа Zeiss Crossbeam Auriga, оборудованного приставкой MTEST Quattro. Статистический анализ АЭ основывался на следующей логике. Полагая источники сброса локальных напряжений независимыми, должен наблюдаться пуассоновский поток событий АЭ с экспоненциальным распределением временных интервалов между последующими событиями τ (времен ожидания):

$$\rho(\tau) = (1/\langle \tau \rangle) \cdot \exp(-\tau/\langle \tau \rangle), \quad (3)$$

где $\langle \tau \rangle$ - среднее время ожидания. При наличии корреляций между событиями, должно наблюдаться отклонение от экспоненциального закона (3). Весь поток событий был разделен на набор последовательных перекрывающихся кадров. Для проверки соответствия распределения времен ожидания каждой выборки экспоненциальному закону применялся статистический критерий согласия χ^2 . Результаты статистического анализа сигналов АЭ, полученных при сжатии монокристалла вдоль оси $\langle 11\bar{2}2 \rangle$, свидетельствуют, что наблюдается пуассоновский поток событий на протяжении всего эксперимента (рисунок 2а). Наличие линий скольжения на свободной поверхности образца свидетельствует о доминирующей роли дислокационного скольжения в процессе деформации (рисунок 2с), а результаты независимой кластеризации АЭ (рисунок 2б) согласуются с эволюцией микроструктуры. Учитывая, что наблюдаемый поток событий АЭ носит пуассоновский характер, можно с уверенностью заключить, что дислокационное скольжение состоит из независимых и случайных элементарных актов. В случае сжатия вдоль оси $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ наблюдается широкий пик интенсивности АЭ, соответствующей непуассоновскому потоку событий АЭ, что свидетельствует о временных корреляциях в поведении источников. На зрелой стадии деформации до начала шейкообразования, поток событий АЭ постепенно снова становится пуассоновским (рисунок 3а). Анализ микроструктуры показал, что двойникование является доминирующим механизмом, а дальнейшая деформация переориентированного кристалла обеспечивается дислокационным скольжением по базисной и призматической плоскостям (рисунок 3с). Результаты независимой кластеризации АЭ (рисунок 3б) согласуются с эволюцией микроструктуры. На ранних стадиях деформации вклад скольжения в общий результат статистического анализа не велик, при этом наблюдается непуассоновский коррелированный поток событий АЭ. Другими словами, двойникование проявляет себя как коррелированный процесс. На зрелых же

стадиях деформации доминирует скольжение, порождающее случайный некоррелированный поток событий, как и в случае сжатия вдоль оси $\langle 11\bar{2}2 \rangle$.

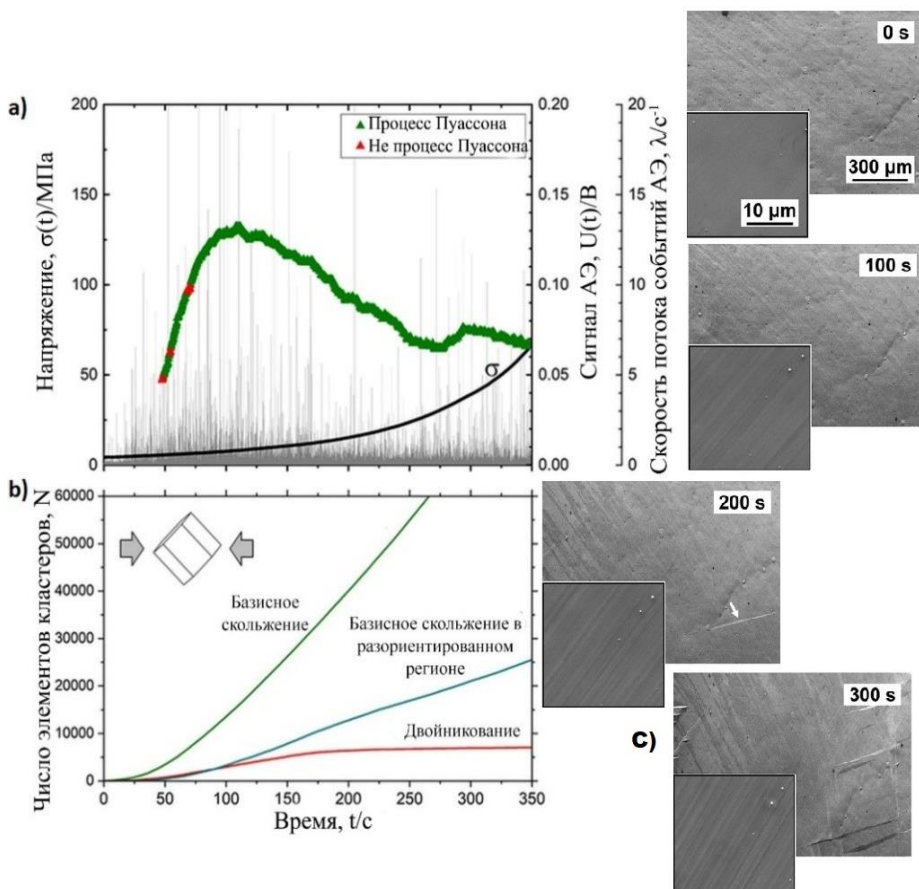


Рисунок 2 - Результаты анализа сигналов АЭ при одноосном сжатии монокристалла магния вдоль оси $\langle 11\bar{2}2 \rangle$. Эволюция микроструктуры, полученная с помощью in-situ СЭМ в случае сжатия вдоль оси $\langle 11\bar{2}2 \rangle$

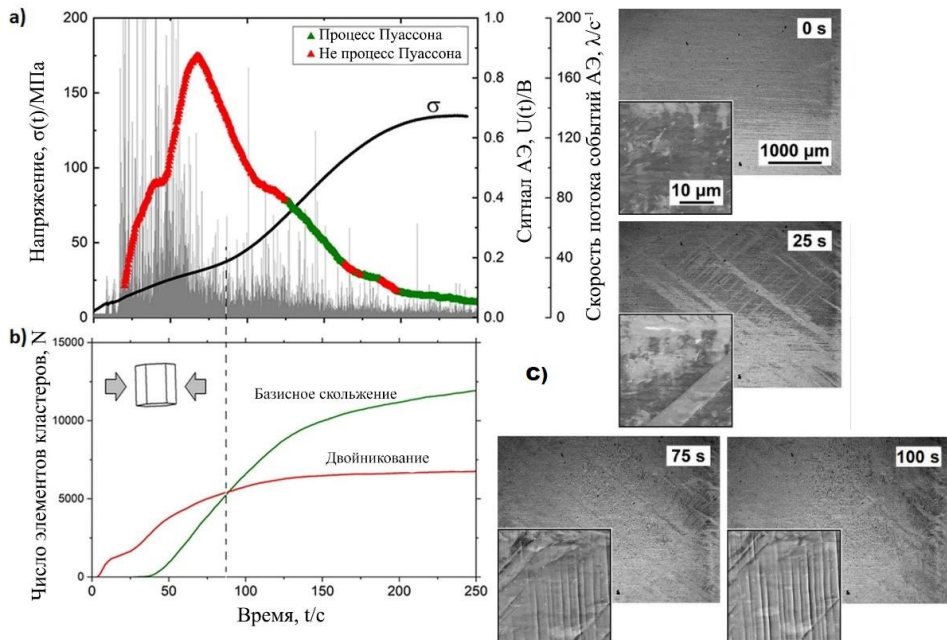


Рисунок 3 – (а) и (б) Результаты анализа сигналов АЭ при одноосном сжатии монокристалла магния вдоль оси $\langle 11\bar{2}0 \rangle$; (с) Эволюция микроструктуры, полученная с помощью in-situ СЭМ в случае сжатия вдоль оси $\langle 11\bar{2}0 \rangle$

В заключительной части **третьей главы** разработанная методика статистического анализа АЭ применяется теперь уже для поликристаллов. В качестве активно двойнивающегося материала был взят отожжённый магниевый сплав ZK60 (5.8 % Zn, 0.44 % Zr) со средним размером зерна 70 мкм. В качестве типичного представителя материалов, деформирующихся при комнатных температурах за счет дислокационного скольжения, было взято чистое α -Fe. Проводились испытания на растяжение с постоянной скоростью деформации $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, сопровождающиеся непрерывной записью АЭ. При испытаниях чистого α -Fe наблюдается пуассоновский поток событий на протяжении практически всего эксперимента, за исключением стадии распространения полосы Людерса (рисунок 4). То есть многочисленные линии скольжения появляются случайно и независимо друг от друга в различных зернах, хотя каждый элементарный акт скольжения включает в себя коррелированное движение большого числа атомов.

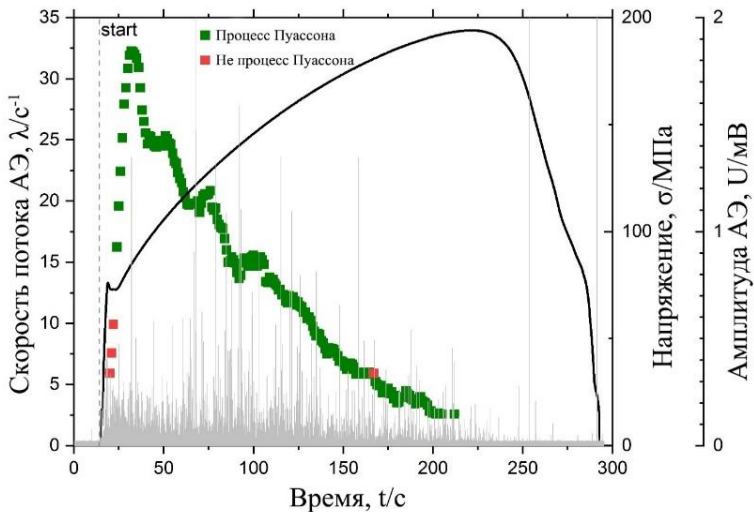


Рисунок 4 - Результаты анализа сигналов АЭ при одноосном растяжении α -Fe

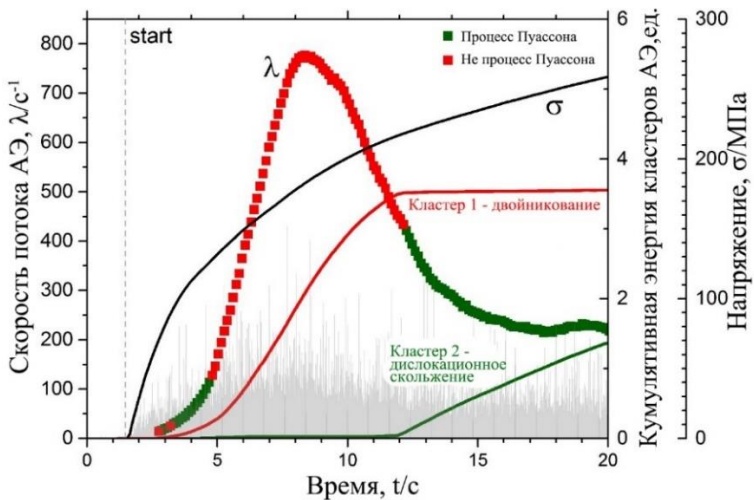


Рисунок 5 - Результаты анализа сигналов АЭ при одноосном растяжении ZK60

Статистический анализ АЭ для сплава ZK60 выявил процесс Пуассона в начале испытания и на зрелой стадии деформации (рисунок 5). В интервале, соответствующем появлению широкого пика интенсивности АЭ, напротив,

наблюдается коррелированный поток событий. Различие между спектрами дискретных сигналов позволило выделить два кластера, накопление сигналов которых согласуется с изменением интенсивности АЭ. Эти результаты также согласуются с полученными ранее результатами испытаний монокристаллов магния.

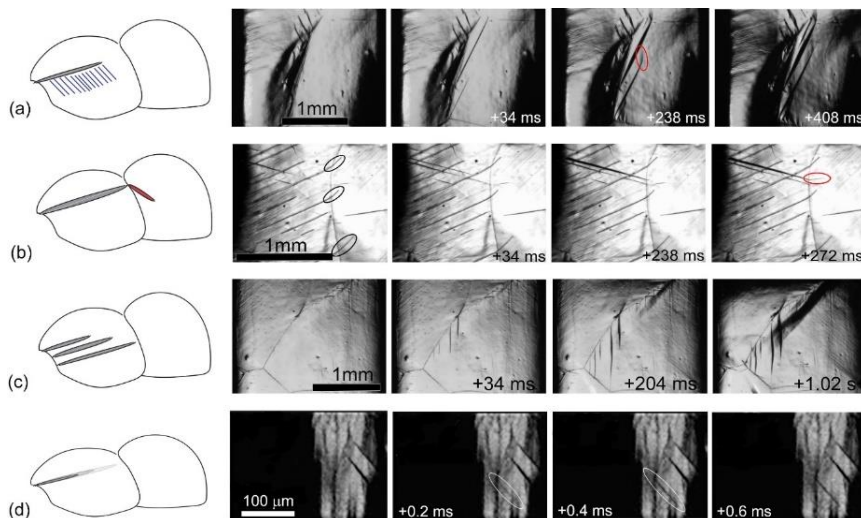


Рисунок 6 – Схемы двойникования и снимки с высокоскоростной камеры (a) активация дислокационного скольжения у фронта двойника; (b) инициирование образования зародыша двойника на границе нового зерна; (c) продольное распространение нескольких близких параллельных двойников в одном зерне (d) авто-коррелированное прерывистое движение фронта двойника, контролируемое излучением двойнивающих дислокаций

Были сделаны предположения о физических механизмах наблюдаемой корреляции (рисунок 6). В поликристаллах невозможно полностью пренебречь ни одним из предложенных механизмов. Учитывая короткие временные масштабы, при которых наблюдается максимальное отклонение от экспоненциального закона распределения времен ожидания, наиболее вероятным представляется четвертый механизм. С помощью ряда численных и визуальных критериев согласия было показано, что создаваемый двойникованием отклик АЭ может быть адекватно описан моделью самовозбуждающегося процесса Хокса. Возникновение очередного события в этом процессе увеличивает вероятность возникновения новых событий, приводя к лавинообразным последовательностям.

В четвертой главе предложена феноменологическая модель деформационного упрочнения, учитывающая взаимодействие механизмов дислокационного скольжения и механического двойникования. Полная скорость пластической деформации $\dot{\epsilon}_{plastic}$ складывается из дислокационной и двойниковой компонент:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{elastic} + \dot{\epsilon}_{plastic} \equiv \dot{\sigma} / E + (1-F)\dot{\epsilon}_u^D + \gamma^T \frac{\dot{F}}{M^T}, \quad (4)$$

где F - объемная доля двойников, M^T - ориентационный фактор, γ^T - относительный сдвиг при двойниковании, $\dot{\epsilon}_u^D$ - скорость пластической деформации, обеспеченная скольжением дислокаций, E - модуль Юнга. Вклад механического двойникования в деформационное упрочнение двойки. С одной стороны, двойниковые границы уменьшают длину свободного пробега дислокаций:

$$\frac{1}{\Lambda} = \frac{1}{D_m} + \frac{F}{2h(1-F)}, \quad (5)$$

где D_m - средний размер зерна, h - толщина двойниковой ламели. С другой стороны, двойниковая граница вносит дополнительный вклад в аннигиляцию дислокаций, что учитывается дополнительным слагаемым в уравнении Кокса-Мекинга-Эстрина, описывающим кинетику плотности дислокаций ρ :

$$\frac{d\rho}{dt} = \dot{\epsilon}_u^D M \left(\frac{k_0}{b\Lambda} - k_2 \rho \right) - k_3 \rho \dot{F}. \quad (6)$$

Здесь b - вектор Бюргерса, k_0 , k_2 и k_3 - коэффициенты, управляющие скоростью рождения и аннигиляции дислокаций. Используя соотношение Тейлора $\sigma = \sigma_0 + \hat{\alpha} G b M \sqrt{\rho}$, можно переписать уравнение (6) в терминах напряжения. Здесь σ_0 - начальное упрочнение материала, G - модуль сдвига, $\hat{\alpha} = 0.1 \dots 0.5$ - феноменологический коэффициент, зависящий от температуры и скорости деформации. Выражая из полученного уравнения $\dot{\epsilon}_u^D$ и подставляя в (4), получим:

$$\dot{\epsilon} = \frac{\dot{\sigma}}{E} + \frac{(1-F)(2\dot{\sigma} + k_3(\sigma - \sigma_0)\dot{F})}{\frac{k_0 M b (\hat{\alpha} G M)^2}{(\sigma - \sigma_0)} \left(\frac{1}{D_m} + \frac{F}{2h(1-F)} \right) - k_2 M (\sigma - \sigma_0)} + \gamma^T \frac{\dot{F}}{M^T}. \quad (7)$$

Объемная доля двойников определяется распределением по размерам зерен $f(D)$, толщиной двойника h , долей зерен, способных к двойникованию α_T и средним количеством двойников в зерне \bar{N}_T :

$$dF = \alpha_T \bar{N}_T \frac{hD^2}{D_m^3} f(D) dD. \quad (8)$$

Как правило, распределение размеров зерен в поликристаллах имеет вид логнормального закона с функцией плотности вероятности:

$$f(D) = \frac{1}{D\sigma_D\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\left(\frac{\ln(D/D_m)}{\sqrt{2}\sigma_D}\right)^2\right), \quad (9)$$

где σ_D^2 - дисперсия распределения. Двойникование начинается по достижении критического напряжения σ_{cr} . Двойник продольно распространяется через все зерно и приобретает длину L порядка размера зерна $L \sim D$. Чем меньше размер зерна, тем большее напряжение требуется для двойникования:

$$D = M^T \frac{G}{2} \gamma^T \frac{h}{\sigma}. \quad (10)$$

Подставляя выражения (10) и (9) в (8), получим дифференциальное уравнение для объемной доли двойников:

$$\frac{dF}{dt} = \frac{\alpha h^3 (M^T G \gamma^T)^2}{4\sqrt{2\pi} D_m^3 \sigma_D} \frac{1}{\sigma^3} \frac{d\sigma}{dt} \theta(\sigma - \sigma_{cr}) \exp\left(-\frac{\ln^2\left(\frac{M^T G \gamma^T h}{2D_m \sigma} \cdot \theta(\sigma - \sigma_{cr})\right)}{2\sigma_D^2}\right). \quad (11)$$

Выражения (7) и (11) представляют собой полный набор уравнений, описывающих дислокационно-двойниковую динамику в деформируемом твердом теле. Этот набор уравнений может быть представлен в виде автономной нелинейной системы дифференциальных уравнений первого порядка относительно переменных σ и F . Аналитическое решение такой системы не представляется возможным, поэтому решение производилось численно с помощью метода LSODA/LSODE. Значения неизвестных параметров модели, обеспечивающие минимум расхождения между моделью и экспериментом, определялись в результате оптимизации алгоритмом AMPGO и методом дифференциальной эволюции. Для верификации предлагаемой модели был выбран набор металлов с различной текстурой, микроструктурой и механическими свойствами: литой магний (чистота 99,95%) с мелким зерном (рисунок 8), литой чистый магний с крупным зерном, чистый Mg после горячей экструзии, отожженный сплав ZK60 (рисунок 7). Проводились механические испытания на растяжение и сжатие, сопровождаемые непрерывной записью АЭ. Для литого магния определялась объемная доля двойников и плотность дислокаций методом нейтронной дифракции на дифрактометре SMARTS. Для оценки распределения по размерам зерен во всех исследуемых образцах

проводились исследования микроструктуры с помощью оптической микроскопии и EBSD анализа. Для измерения размеров зерен использовалось программное обеспечение ImageJ.

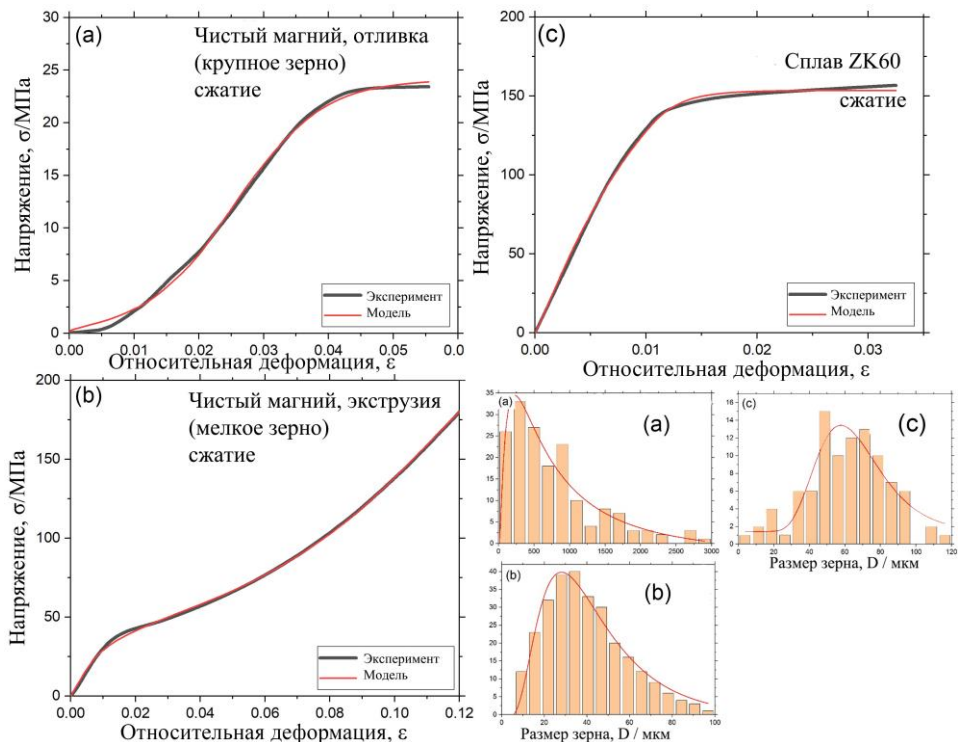


Рисунок 7 – Модельные и экспериментальные кривые напряжение-деформация

Экспериментальные диаграммы нагружения были построены в единых координатах вместе с предсказаниями модели для всех испытанных материалов (рисунки 7, 8). Во всех случаях наблюдается высокая степень соответствия модели эксперименту. Важной особенностью модели является способность точно улавливать вогнутый участок диаграммы нагружения. Этот эффект обычно ассоциируется с активным двойникованием и типичен для магниевых сплавов.

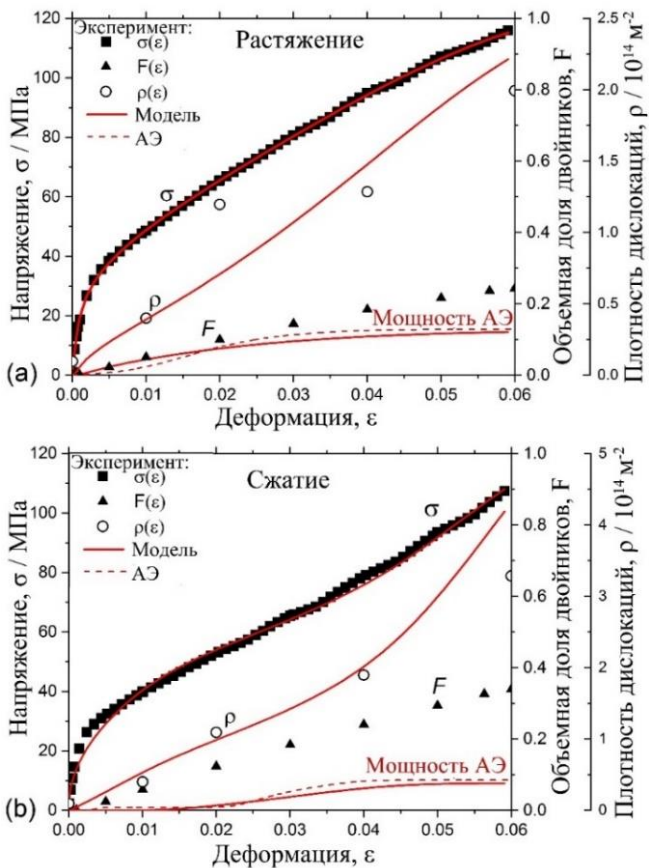


Рисунок 8 – Сравнение модельных и экспериментальных данных для литого чистого магния с мелким зерном

На рисунке 8 наблюдается хорошее согласие между экспериментальной и модельной плотностью дислокаций. Модель абсолютно корректно отражает функциональную зависимость $F(\epsilon)$, в то же время абсолютная величина вычисленной объемной доли двойников занижена по сравнению с экспериментальными данными, что объясняется отсутствием учета утолщения двойников в модели. Действительно, поскольку утолщение двойников протекает на порядок медленнее процесса зарождения, этот процесс находится ниже порога чувствительности метода АЭ. Это означает, что мощность АЭ при двойниковании пропорциональна числу и длине зарождающихся двойников.

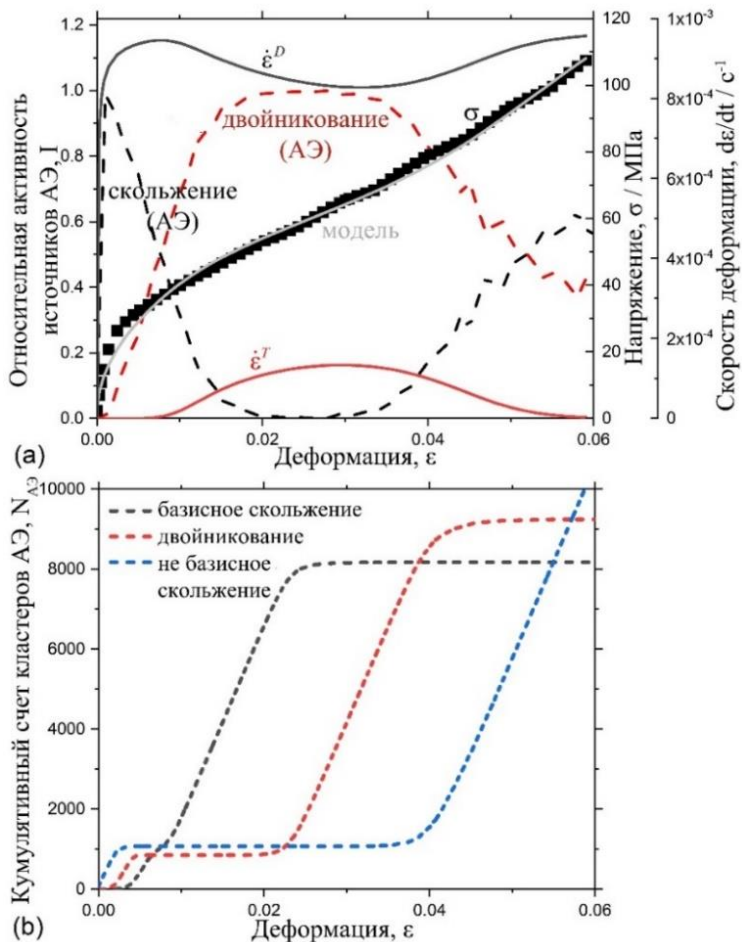


Рисунок 9 – Сопоставление компонент скоростей деформации $\dot{\epsilon}^D$ и $\dot{\epsilon}^T$, полученных при решении модели, и некоторых параметров АЭ

Таким образом, используя кумулятивную энергию АЭ можно восстановить кинетику изменения модельной объемной доли двойников (рисунок 9). Замечательным результатом является совпадение характера изменения активности источников АЭ с поведением модельных скоростей деформации $\dot{\epsilon}^D$ и $\dot{\epsilon}^T$, характеризующих эволюцию дислокационной и двойниковой подсистем

(рисунок 9). Так, активность АЭ для двойникования плавно увеличивается, и после достижения максимума уменьшается параллельно с уменьшающейся с компонентой скорости деформации $\dot{\epsilon}^T$. Активность дислокационного скольжения, напротив, после быстрого достижения максимума стремительно уменьшается, а затем снова растет, отражая тот же тренд в поведении соответствующей компоненты скорости деформации $\dot{\epsilon}^D$. В **заключении** приводятся основные результаты и выводы диссертационной работы.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. С целью повышения эффективности использования метода АЭ в физике конденсированного состояния был предложен и апробирован новый метод детектирования сигналов малых амплитуд во временных рядах акустической эмиссии с низким отношением сигнал-шум. Метод основан на так называемом параметре эволюции источников АЭ (ϕ -параметре), в основе вычисления которого лежит формализм передаточной функции.

2. Сравнение нового метода с наиболее распространенными методами детектирования: амплитудным пороговым методом, STA/LTA и алгоритмом “FilterPicker” выявило значительное превосходство предложенного метода по сравнению с указанными по результатам детектирования двух тестовых сигналов с различным уровнем зашумления. Новый метод ϕ -параметра обеспечивает втрое большую, чем пороговый метод, долю правильно идентифицированных событий низкой амплитуды, при минимальной частоте ложных срабатываний в пределах наблюдаемых отношений сигнал-шум (от -6 до -8 дБ).

3. Был создан метод обнаружения критических переходов в сигналах АЭ, основанный на байесовской статистике. Новый метод был апробирован во время эксперимента по царапанию тонкого покрытия диоксида циркония на титановой подложке. Предсказанное методами АЭ положение интервала перехода индентора от царапания покрытия к царапанию подложки полностью подтвердилось металлографическими наблюдениями.

4. Применение новых методов обработки сигналов АЭ позволили сделать исключительные выводы о корреляции процессов динамики дефектов различной природы. В частности, на основании анализа микроструктуры и статистического анализа сигналов АЭ, полученных при сжатии монокристаллов магния, а также при растяжении поликристаллического магниевое сплава ZK60 и чистого α -Fe, было выявлено:

4.1 Дислокационное скольжение проявляется как процесс, состоящий из случайных и независимых друг от друга элементарных актов. Хотя каждый элементарный акт скольжения включает в себя коррелированное движение

большого числа атомов, многочисленные линии скольжения появляются случайно и независимо друг от друга.

4.2 Механическое двойникование, напротив, относится к коррелированным процессам с памятью о прошлом. При этом согласно распределению времен ожиданий потока событий АЭ наблюдаемые корреляции вызваны влиянием событий двойникования на ближайших соседей. Механическое двойникование в магнии может быть адекватно описано моделью самовозбуждающегося процесса Хокса с короткой памятью о прошлом (порядка 1 мс и менее).

5. Была разработана феноменологическая модель деформационного упрочнения на основе взаимодействия механизмов дислокационного скольжения и механического двойникования. Предлагаемая модель основана на двух внутренних переменных: плотности дислокаций и объемной доли двойников, отражающих эволюцию дислокационного скольжения и двойникования, а также их взаимодействии.

6. Было отмечено хорошее согласие между кривыми напряжение-деформация, полученными при испытаниях на растяжение и сжатие чистого Mg и магниевого сплава ZK60 в различном микроструктурном состоянии, и решениями системы уравнений предложенной модели. Это подтверждает правильность предлагаемого феноменологического подхода и постулатов, лежащих в его основе. Несмотря на свою простоту, модель точно восстанавливает деформационное поведение и упрочнение чистого Mg и магниевого сплава ZK60.

7. Сопоставление результатов анализа сигналов АЭ разработанными ранее методами с компонентами скоростей деформации показало, что предложенные нами методы обработки сигналов АЭ успешно может применяться для выявления взаимной роли механизмов деформации, ответственных за деформационное поведение материала.

8. Использование предложенных в работе методов статистического анализа временных рядов АЭ совместно с уже известными (метод ϕ -параметра, байесовский алгоритм обнаружения критических точек в непрерывном сигнале АЭ, метод детектирования событий на основе параметра эволюции источников, статистический подход к анализу потока событий на основе элементов теории точечных процессов, алгоритм адаптивной последовательной кластеризации сигналов АЭ ASK) показало, что метод АЭ, оснащенный современными подходами к анализу данных, открывает путь для тонкой количественной характеристики деталей эволюции источников эмиссии, в том числе дислокационных ансамблей и двойников. Совместное использование различных статистических методов в купе с другими методами анализа (например, микроструктурными исследованиями) позволяет получить убедительный и достоверный результат.

СПИСОК ОСНОВНЫХ РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах, входящих в список ВАК и системы цитирования W&S и Scopus:

1. **Agletdinov, E.** A Novel Bayesian Approach to Acoustic Emission Data Analysis / E. Agletdinov, E. Pomponi, D. Merson, A. Vinogradov, // *Ultrasonics*. – 2016. – Том 72. – С. 89-94.
2. Danyuk, A. The effect of stacking fault energy on acoustic emission in pure metals with face-centered crystal lattice / A. Danyuk, D. Merson, I. Yasnikov, **E. Agletdinov**, M. Afanasyev, A. Vinogradov // *Letters on Materials*. – 2017. – Т. 7. – №. 4. – С. 437-441.
3. **E. Agletdinov**, A. Vinogradov, D. Merson, Mechanical Twinning is a Correlated Dynamic Process // *Scientific Reports* – 2019. - Vol. 9, Article number: 5748 DOI :10.1038/s41598-019-42317-4.
4. **Agletdinov, E.** On the long-term correlations in the twinning and dislocation slip dynamics / E. Agletdinov, D. Drozdenko , P. Dobron , and A. Vinogradov // *Materials Science and Engineering: A*. – 2020. – Том. 777. – № 139091.
5. Vinogradov, A. A Phenomenological Model of Twinning-Mediated Strain Hardening / A. Vinogradov, I. Yasnikov, U. Estrin, K. Mathis, **E. Agletdinov** // *Materials Science and Engineering: A*. – 2020. – Том. 780. – №. 139194.
6. **Agletdinov, E.** A New Method of Low Amplitude Signal Detection and its Application in Acoustic Emission / E. Agletdinov, A. Vinogradov, D. Merson // *Applied Science*. – 2020. – Том. - 10(1). – № 73.

Публикации в научных изданиях, не входящих в список ВАК:

1. **Einar Agletdinov**, Alexey Vinogradov, On the correlation in acoustic emission signal during mechanical twinning in magnesium alloys // «32-ая конференция по методу акустической эмиссии» / Сборник тезисов международной конференции / Прага, Чехия – 2016. – С. А1.
2. A. Vinogradov, **E. Agletdinov**, E. Vasilev, Y. Estrin, A phenomenological approach to modelling of twinning kinetics and work hardening in Mg alloys // «Российско-японский воркшоп по перспективным материалам» / Объединенный сборник тезисов международного российско-японского симпозиума по перспективным материалам и международного симпозиума MRC / г. Киото, Япония. - 2016. – С. 1
3. A. Vinogradov, E. Vasil'ev1, M. Linderov, **E. Agletdinov**, In-situ Investigation of Deformation Mechanisms in Magnesium and Magnesium Alloys by Advanced Acoustic Emission Technique // «Международный симпозиум по

акустической эмиссии (IAES)» / Сборник тезисов международного симпозиума / г. Киото, Япония. - 2016. – С. 1.

4. **Аглетдинов Э.А.**, Виноградов А.Ю. О корреляции в сигналах акустической эмиссии при механическом двойниковании в магниевых сплавах / «Физическое материаловедение» / Сборник материалов и конкурсных докладов VIII-й Международной конференции с элементами научной школы для молодежи / Тольятти: Изд-во ТГУ, 2017. - С. 21.

5. Данюк А.В., Мерсон Д.Л., Ясников И.С., **Аглетдинов Э.А.**, Афанасьев М.А., Виноградов А.Ю., Особенности и закономерности акустической эмиссии, генерируемой элементарными механизмами деформации при растяжении чистых металлов с ГЦК-решеткой // «Актуальные проблемы прочности» / Сборник материалов 60-й Международной научной конференции / г. Витебск, Беларусь: Изд-во ВВМ, 2018. - С. 367-369.

6. **E. Agletdinov**, A. Vinogradov, D. Merson, New insights into the kinetics of twinning from acoustic emission data // «Russia-Japan International Seminar on Advanced Materials (RJISAM-IV)» / Сборник тезисов международной конференции / г. Кумамото, Япония. - 2018. – С. 2.

7. Igor S. Yasnikov, **Einar Agletdinov**, and Alexei Vinogradov, Modelling strain Hardening In Mg and Mg Alloys // «Russia-Japan International Seminar on Advanced Materials (RJISAM-IV)» / Сборник тезисов международной конференции / г. Кумамото, Япония. - 2018. – С. 7.

8. Данюк А.В., Мерсон Д.Л., Ясников И.С., **Аглетдинов Э.А.**, Афанасьев М.А., Виноградов А.Ю., Акустическая Эмиссия при растяжении чистых металлов с ГЦК-решеткой / «XXIII Петербургские чтения по проблемам прочности» / Сборник материалов / Санкт-Петербург: Изд-во ВВМ, 2018. - С. 243-245

9. **Аглетдинов Э.А.**, Виноградов А.Ю., Мерсон Д.Л., Сравнение методов детектирования сигналов акустической эмиссии с малым отношением сигнал-шум // «Перспективные материалы и технологии» / Сборник тезисов международного симпозиума / г. Брест, Беларусь: 2019. - С. 561 – 562

10. **E. Agletdinov**, A. Vinogradov, D. Merson, D. Drozdenko, P. Dobron, On the temporal correlations among evolving twins and dislocations in magnesium // «Advanced materials week» / Сборник докладов международной научно-технической конференции / Санкт-Петербург: Изд-во СПбПУ, 2019. – С. 79

11. **E. Agletdinov**, I.S. Yasnikov, K. Mathis, A. Vinogradov, Refined dislocation-based model of strain hardening of magnesium alloys // «Advanced materials week» / Сборник докладов международной научно-технической конференции / Санкт-Петербург: Изд-во СПбПУ, 2019. – С. 101

12. **Э. А. Аглетдинов**, А. Ю. Виноградов, Д. А. Дрозденко, Статистический анализ сигналов акустической эмиссии при пластической деформации монокристаллов магния // «XX уральская школа-семинар металловедов-молодых

ученых» / Сборник докладов международной научно-технической конференции. Екатеринбург: Изд-во, 2020. С 478-480.

13. Растегаев И.А., Данюк А.В., Аглетдинов Э.А., Мерсон Д.Л., Виноградов А.Ю. “Способ акустико-эмиссионной диагностики динамического промышленного оборудования” Патент на изобретение № 2674709. Дата регистрации: 11.04.2019

Автореферат отпечатан с разрешения диссертационного совета Д 212.217.01

ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет»

(протокол № 2 от 26 февраля 2021 г.)

Заказ № . Формат 60x84¹/₁₆. Усл. печ. л. 1,4. Тираж 100 экз.

Отпечатано на ризографе.

ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет»

443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244, Главный корпус.