

Данюк Алексей Валериевич

**ИДЕНТИФИКАЦИЯ ДЕФОРМАЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ В
КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ
С ПРИМЕНЕНИЕМ СОВРЕМЕННЫХ МЕТОДОВ ОБРАБОТКИ
СИГНАЛА АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ**

Специальность 01.04.07 - Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Самара - 2015

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

Научный руководитель: доктор физико-математических наук, профессор
Мерсон Дмитрий Львович

Официальные оппоненты:

Кудря Александр Викторович доктор технических наук, профессор, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования “Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»”, профессор кафедры «Металловедение и физика прочности»

Чуканов Александр Николаевич доктор технических наук, профессор, федеральное государственное бюджетное учреждение высшего образования «Тульский государственный университет», профессор кафедры «Физика»

Ведущая организация: федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Самарский государственный аэрокосмический университет имени академика С.П. Королева (национальный исследовательский университет)"

Защита состоится 3 марта 2016 г. в 14.00 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 и на сайте ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет», по адресу: 443100, г. Самара, ул. Первомайская, 18, <http://www.samgtu.ru>.

Отзывы по данной работе в двух экземплярах, заверенные гербовой печатью организации, просим направлять на имя ученого секретаря диссертационного совета Д 212.217.01 по адресу: Россия, 443100, Самара, ул. Молодогвардейская, 244, Главный корпус.

Автореферат разослан «___» _____ 20__ года.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.217.01
доктор технических наук

А. Р. Самборук

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы: Основной проблемой при создании новых или модификации традиционных металлических материалов является обеспечение оптимального (или заданного) комплекса прочностных и пластических свойств, который при данном химическом составе определяется строением внутренней структуры. К сожалению, существующий на сегодняшний день теоретический уровень развития физики прочности и пластичности не позволяет с большой точностью прогнозировать поведение нового материала (или известного, но в новом структурном состоянии) под воздействием внешних полей, а способен лишь сформулировать принципы конструирования таких материалов. В связи с этим, для проверки свойств и поведения новых материалов в условиях внешних воздействий экспериментаторам приходится проводить огромный объем рутинных дорогостоящих экспериментальных исследований.

Пластические свойства материалов, от которых напрямую зависит технологичность изготовления их изделий, определяются деформационными механизмами и последовательностью их включения в работу. Поэтому материаловедам очень важно иметь такие исследовательские инструменты, которые позволяли бы идентифицировать механизмы пластической деформации, реализующиеся в объекте изучения, в реальном времени. Желательно, чтобы такой инструментарий не требовал особой подготовки образцов и был относительно не дорогим. Таким критериям, в принципе, отвечает метод акустической эмиссии (АЭ), который уже в достаточной мере хорошо себя в этом плане зарекомендовал. Однако у него есть ряд недостатков, который сдерживает прогресс его применения для указанных целей. Метод АЭ чрезвычайно чувствителен к любым изменениям дефектной структуры материалов, но, поскольку он, по сути, является интегральным методом, а уровень сигналов АЭ чаще всего невысок, то возникают большие проблемы, связанные с выделением «полезных» сигналов на уровне собственных шумов аппаратуры (или внешних технологических шумов) и распознаванием сигналов АЭ от различных одновременно действующих источников. Еще недавно эти проблемы были принципиально неразрешимы, однако бурный рост производительности вычислительной техники дал возможность применять в реальном времени сложный математический аппарат и алгоритмы обработки цифровых сигналов. Поэтому разработка техники идентификации деформационных механизмов в кристаллических материалах с помощью инновационных методов анализа сигналов акустической эмиссии является весьма важной и актуальной задачей для физики прочности и пластичности и физического материаловедения.

Цель работы: Повышение эффективности и достоверности идентификации элементарных деформационных источников АЭ за счет улучшения практической чувствительности метода АЭ посредством применения современных процедур цифровой обработки сигнала.

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

1. Проанализировать классические системы регистрации и анализа сигнала АЭ и выявить недостатки, влияющие на чувствительность метода АЭ, выбрать процедуры анализа сигнала, позволяющие устранить выявленные недостатки.

2. Исследовать теоретическую возможность детектирования сигнала АЭ, генерируемого движением элементарного дислокационного сегмента на примере ГЦК металлов: медь и алюминий.

3. Выбрать способ создания контролируемой локализованной деформации, позволяющий инициировать в материале единичные деформационные события, и разработать процедуры обработки сигнала АЭ, позволяющие идентифицировать сигналы от единичных дислокационных источников.

4. Провести исследование сигнала АЭ при локализованном воздействии на модельные образцы металлов с ГЦК решеткой: медь и алюминий.

5. Исследовать деформационные процессы и акустическую эмиссию при монотонном растяжении и сжатии и знакопеременном нагружении образцов из магниевого сплава ZK60.

Объект исследования: деформационные процессы в материалах с ГЦК и ГПУ решеткой.

Предмет исследования: параметры АЭ при активации элементарных деформационных процессов: дислокационного скольжения и двойникового.

Научная новизна:

- Впервые для анализа акустической эмиссии применена процедура спектрального шумоподавления (Spectral Noise Gate), которая позволила эффективно выделять малоамплитудные АЭ события на фоне стационарного электрического и теплового шума, в частности, четко фиксировать рождение каждой новой полосы скольжения при скрайбировании поверхности поликристаллической меди твердым наконечником.

- Разработанный алгоритм детектирования сигналов АЭ (Phase Picker) позволяет в сильно зашумленном временном ряду с высокой точностью, до нескольких дискретных отсчетов цифрового сигнала, оценивать длительность АЭ отклика от элементарных деформационных событий, а также временные интервалы между ними.

- Показано, что при локальных микромеханических испытаниях (внедрение индентора) по величине статистического коэффициента: эксцесса (или эксцесс куртозиса) спектральной плотности мощности сигналов АЭ можно судить о механизмах пластической деформации: малая величина эксцесса соответствует сигналам с широким пиком спектральной характеристики и является следствием массового стохастического процесса, связанного со скольжением дислокаций, а большая величина эксцесса соответствует острому пику спектра локализованного процесса двойникового.

- Установлено, что при последовательном пересечении индентором отдельных зерен поликристаллического агрегата, возникающие при этом сигналы АЭ приобретают энерго-частотные характеристики в строгом соответствии с ориентацией зерен по отношению к движению индентора.

- Впервые с помощью техники спектрального и кластерного анализа сигнала АЭ на примере коммерческого магниевого сплава ZK60 удалось установить полную картину конкуренции двух альтернативных механизмов деформации: скольжения и двойникового, - в зависимости от исходного состояния сплава и схемы нагружения.

Практическая значимость:

- Разработанные способы распознавания «полезных» сигналов на фоне шума, могут найти широкое применение не только для идентификации механизмов деформации при решении задач в области физики прочности и пластичности, но и в практике неразрушающего контроля при мониторинге промышленных объектов с высоким уровнем технологических шумов с целью раннего обнаружения зарождения негативных процессов.

- Разработанная процедура испытаний, совмещающая скрайбирование объекта контроля с широкополосной регистрацией сигнала АЭ, а также оригинальные алгоритмы обработки и представления АЭ-информации позволяют на малом объеме исследуемого металла проводить большое количество тестов, тем самым, резко повысить достоверность и значимость результатов.

Методология и методы исследования.

Методология исследования темы работы и анализа экспериментальных результатов включала: теоретические исследования литературных источников и практические экспериментальные исследования. Экспериментальные методы исследования: метод АЭ и цифровой обработки сигналов; методы оптической и электронной микроскопии; анализ дифракции обратно рассеянных электронов; интерферометрия белого света; инструментованное индентирование и скрайбирование; растяжение и сжатие плоских образцов. Цифровая обработка сигнала выполнена с применением методов спектрального и кластерного анализа цифровых сигналов с применением методов статистической обработки результатов и теории погрешностей.

Положения, выносимые на защиту:

1. Результаты апробации разработанных алгоритмов спектрального шумоподавления и детектирования сигналов с использованием Вейвлет преобразования для анализа АЭ.

2. Зависимость параметров сигнала АЭ при индентировании и скрайбировании от конфигурации воздействия и типа активируемого деформационного процесса в ГЦК решетке.

3. Результаты исследования кинетики деформационных процессов в поликристаллическом магниевом сплаве ZK60 при сжатии, растяжении и знакопеременном нагружении.

Связь работы с научными программами и темами

Работа выполнена в Тольяттинском государственном университете на научно-исследовательской базе НИИ «Прогрессивных технологий» в рамках гранта на проведение работ по постановлению Правительства РФ от 09.04.2010 № 220 «О государственной поддержке научных исследований, проводимых под руководством ведущих ученых в российских образовательных учреждениях высшего профессионального образования» № 11.G34.31.0031 (первая очередь), а также в ходе реализации международного проекта по соглашению № 14.583.21.0006 ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 - 2020 годы» (мероприятие 2.1, уникальный идентификатор проекта RFMEFI58314X0006).

Достоверность полученных в работе результатов обеспечивается корректностью поставленных задач, использованием теории деформации

кристаллических материалов и апробированных экспериментальных методов, а также обоснованностью используемых приближений и совпадением результатов теоретического анализа с имеющимися экспериментальными данными.

Апробация работы: Основные результаты работы докладывались и обсуждались на международных и всероссийских конференциях: IV, VI и VII Евразийской научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур" (Москва, 2008, 2012, 2014), IV и VI Международной школе «Физическое материаловедение» (Тольятти, 2009, 2013), 30th European Conference on Acoustic Emission Testing и 7th International Conference on Acoustic Emission. University of Granada (Испания, Гранада 2012), The 12th International Conference of the Slovenian Society for Non-Destructive Testing titled Application of contemporary non-destructive testing in engineering (Словения, Порторож, 2013), 13th International symposium on physics of materials (Чехия, Прага, 2014).

Публикации. Результаты диссертации опубликованы в 14 работах, из них 8 статей в рецензируемых изданиях, входящих в систему цитирования W&S и Scopus и рекомендованных ВАК РФ. Получен 1 патент РФ.

Личный вклад автора: Личный вклад автора состоит в разработке и расширении области применения используемых алгоритмов, в подготовке, проведении и обработке экспериментов при исследовании локализованной деформации в модельных сплавах, в проведении экспериментов и обработке экспериментальных данных при исследовании механизмов пластической деформации в магниевом сплаве. Автором лично были представлены результаты проведенных испытаний и исследований в форме устных докладов на региональных и международных конференциях. Обсуждение и интерпретация результатов проводилась автором совместно с научным руководителем и соавторами публикаций.

Структура и объем диссертации: Диссертация изложена на 156 страницах машинописного текста, включает 65 рисунков и 8 таблиц. Диссертационная работа состоит из введения, 4 глав, заключения, списка литературы, содержащего 146 наименований, и 2 приложений.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

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

В первой главе представлен обзор методов и приборной базы, для регистрации и исследования сигнала акустической эмиссии (АЭ), состоящий из четырех подразделов и выводов. В подразделах рассмотрены физические основы явления «акустическая эмиссия», принципы возникновения и распространения акустических волн в кристаллических материалах; аспекты практического применения метода АЭ в науке и промышленной безопасности; рассмотрена эволюция аппаратуры АЭ и возможности современной приборной базы и применения современного математического и алгоритмического обеспечения для идентификации типов источников сигнала АЭ. В выводах первой главы заключено, что метод АЭ является уникальным с точки зрения *in-situ* наблюдения за деформационными процессами, а

применение современных методов цифровой обработки и анализа сигнала существенно расширяют чувствительность метода к идентификации элементарных процессов перестройки внутренней структуры кристаллических материалов. Однако распознавание источников с малой энергией диссипации в виде сигналов АЭ затруднено, т.к. по амплитуде они практически не отличаются от электрических и тепловых шумов, регистрирующихся совместно с полезными сигналом.

Во второй главе теоретически обоснована возможность регистрации АЭ при выходе элементарного дислокационного сегмента на свободную поверхность материала. Предложен набор наиболее информативных параметров для оценки сигнала АЭ, выполнены описание и разработка процедур обработки сигнала АЭ малой амплитуды и малым соотношением сигнал/шум.

В разделе 1 второй главы рассматривается теоретическая чувствительность метода АЭ по регистрации отклика от выхода дислокационного сегмента на поверхность. Порог чувствительности преобразователя АЭ (датчика АЭ) к смещению поверхности D_{min} на уровне $5,3 \cdot 10^{-15}$ м был определен исходя из справочных данных о модуле упругости пьезоэлемента и коэффициенте механо-электрического преобразования, и необходимости выполнения условия превышения амплитуды отклика АЭ средней амплитуды шума. С использованием значения D_{min} и с учетом модели Scruby и др., устанавливающей связь амплитуды сигнала АЭ с размером и скоростью движущегося дефекта, был определен порог скорости движения дислокации на уровне порядка 10 м/с, с превышением которого датчик АЭ способен ее детектировать. Оценка минимальной мгновенной скорости дислокации вблизи свободной поверхности, проведенная на основе моделировании движения дислокации в вязкой среде в сторону свободной поверхности под действием силы изображения, дает такой же порядок –10 м/с. То есть теоретически чувствительность метода АЭ достаточна, чтобы регистрировать выход единичной дислокации на поверхность.

В разделе 2 второй главы рассмотрены методы и испытательные установки для создания контролируемой локализованной деформации. Наибольшей локальностью обладает метод инструментированного индентирования, основанный на внедрении твердого индентора в подготовленную поверхность исследуемого образца с непрерывной регистрацией нагрузки и глубины внедрения. В разделе изложены принципы выбора формы и закона нагружения индентора. Однако метод индентирования обладает существенными недостатками для анализа АЭ: непостоянство средней скорости деформации и объема материала, вовлекаемого в деформацию по мере внедрения индентора. Указанные недостатки устраняются при применении метода скрайбирования для оценки отклика АЭ. При скрайбировании индентор сначала внедряется на определенную глубину или под действием заданной нагрузки в поверхность образца, а затем выполняется автоматизированное перемещение индентора в горизонтальной плоскости с созданием пластически деформированного следа (царапины). При скрайбировании обеспечивается постоянство средней скорости пластической деформации в процессе испытания, при условии обеспечения однородности структурных параметров испытуемого материала. Данное преимущество позволяет регистрировать квазистационарные характеристики сигнала АЭ при деформировании, что существенно повышает достоверность экспериментальных результатов.

В разделе 3 второй главы анализируются параметры сигнала АЭ и методы его цифровой обработки, которые достоверно описывают не только волновую форму регистрируемого сигнала, но и его спектральную характеристику – спектральную плотность мощности (СПМ).

Основными параметрами сигнала АЭ, которые используются для анализа деформационных процессов при испытании материалов, являются: пиковая амплитуда (U_{peak}) и амплитудное распределение; среднее квадратичное значение амплитуды (U_{RMS}); энергия (E) сигнала; спектральная характеристика – СПМ; медианная частота (F_{med}) СПМ и некоторые другие параметры, используемые для описания формы статистических распределений. Вычисление характеристик выполнялось автоматизированным программным способом, а адаптивная последовательная кластеризация методом k -средних для СПМ сигналов АЭ выполнялась с применением алгоритма ASKC (Adaptive Sequential K-means Clustering), используя статистическую меру сходства между двумя наборами данных – симметричную меру расстояния Кульбака-Лейблера.

Для повышения соотношения сигнал/шум была выбрана процедура спектрального шумоподавления (Spectral Noise Gate), которая позволила эффективно выделять малоамплитудные АЭ события на фоне стационарного электрического и теплового шума. Данная процедура спектрального шумоподавления для обработки длительной непрерывной реализации сигнала АЭ применена впервые. Например, применительно к сигналу АЭ, зарегистрированного при скрайбировании поликристаллического медного образца, она позволяет отчетливо различать сигналы дискретного характера, сопоставимые по масштабу с дискретной картиной формирования деформационных линий скольжения на поверхности образца.

В работе разработан и применен алгоритм детектирования сигналов АЭ (Phase Picker) в сильно зашумленном временном ряду с соотношением сигнал/шум менее бдБ. Данная процедура позволяет с высокой точностью, до нескольких дискретных отсчетов цифрового сигнала, оценить длительность АЭ отклика от элементарных деформационных событий, а также временные интервалы между ними. Это дает возможность установить статистические распределения времен длительности и интервалов АЭ событий и, тем самым, существенно повысить достоверность расшифровки характера и механизмов деформации in-situ.

В третьей главе экспериментально подтверждена возможность регистрации АЭ при выходе элементарного дислокационного сегмента на свободную поверхность материала. Продемонстрирована зависимость параметров сигнала АЭ от типа и характера активации элементарных деформационных источников: дислокационное скольжение и двойникование в ГЦК решетке на примере модельных материалов.

Раздел 1 третьей главы посвящен анализу сигнала АЭ, регистрируемого при инструментальном индентировании модельных сплавов медь-германий (CuGe) с различной энергией дефекта упаковки (ЭДУ). При снижении ЭДУ существенно снижается мобильность дислокаций, что приводит к повышению вероятности активации альтернативного деформационного механизма (двойникования) для релаксации напряжения, создаваемого индентором. Вероятность активации альтернативного механизма тем выше, чем выше скорость вынужденной деформации.

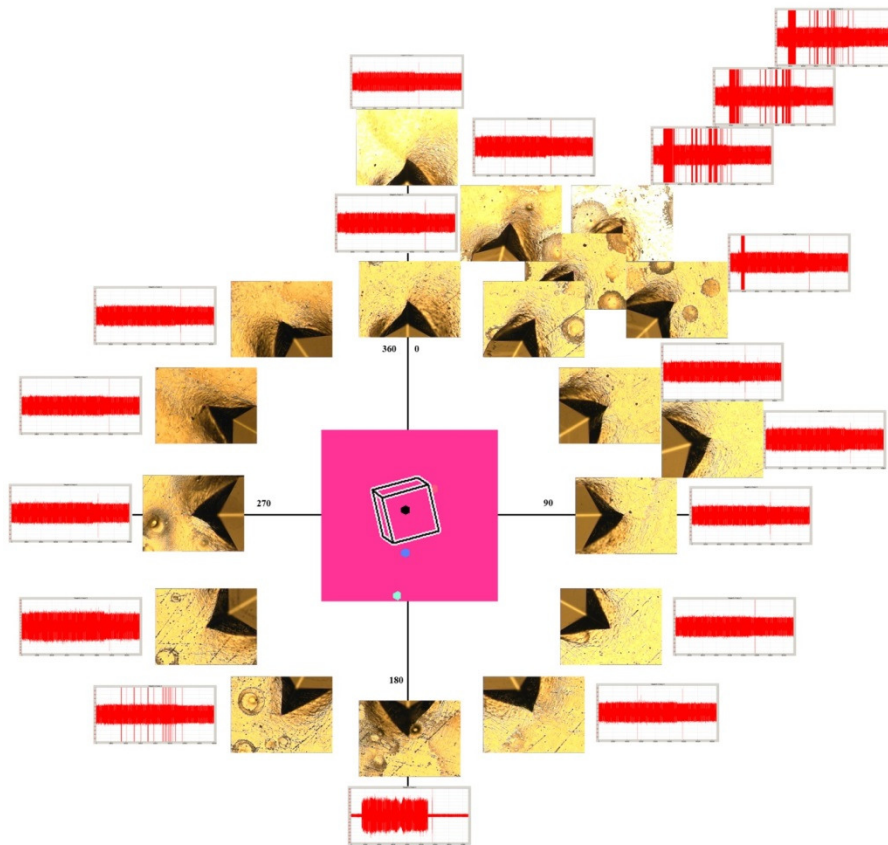


Рисунок 1 – Скрайбирование монокристалла алюминия в радиальных направлениях. В центре - показана кристаллографическая ориентация монокристалла; в середине - микроскопические снимки деформированного материала перед индентором; внешний радиус – амплитуда сигнала АЭ при выполнении испытания и шум после остановки индентора.

Пиковая амплитуда шума: 20мВ; сигнала АЭ в направлениях 0°, 15°, 60°, 75°, 90°, 120°, 150°, 240°, 270°, 300°, 330° ≈ 30...40мВ; 30°, 45° ≈ 600мВ; 180°, 210° ≈ 300мВ.

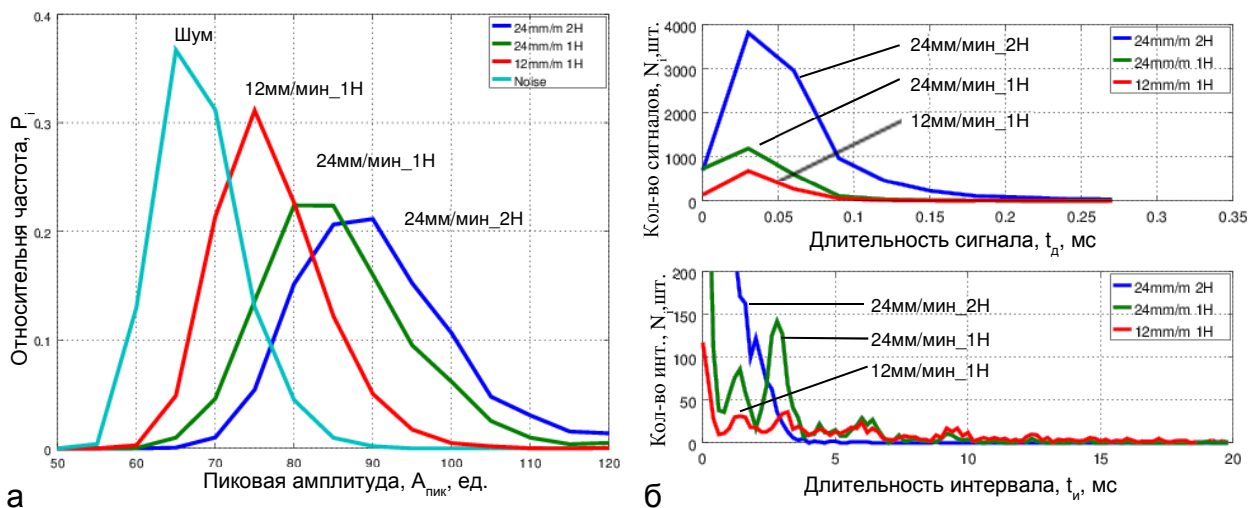


Рисунок 2 – Параметры сигнала АЭ при скрайбировании поликристалла меди.
 а - Нормализованное распределение (P_i) пиковой амплитуды ($A_{\text{пик}}$, единицы АЦП)
 б - Сверху – распределение длительности детектированных сигналов АЭ (t_d).
 Снизу - распределение длительности интервалов между сигналами АЭ (t_i).
 Синий - скорость 24мм/мин, нагрузка 2Н; Зеленый – скорость 24мм/мин, нагрузка 1Н;
 Красный – скорость 12мм/мин, нагрузка 1Н;
 Бирюзовый – распределение амплитуд сигнала фонового шума;

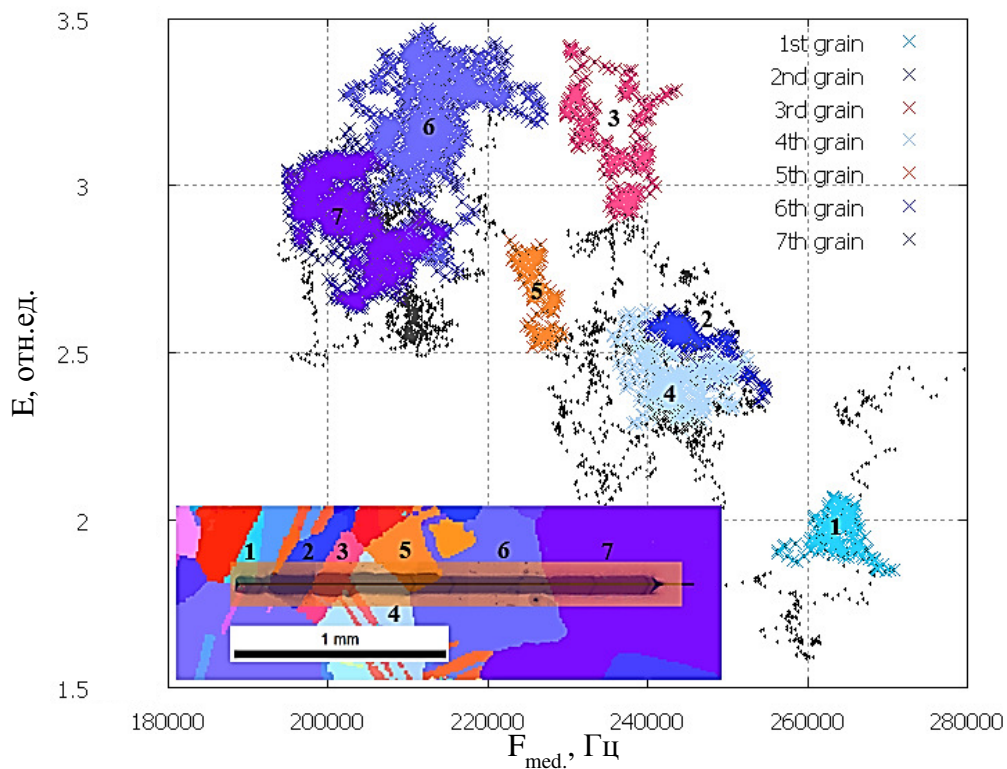


Рисунок 3 – Распределение параметров $E(F_{med})$ энергия (относительные единицы) – медианная частота (кГц) сигналов АЭ, при скрайбировании поликристалла меди, скорость 12мм/мин, нагрузка 1Н. На врезке: след индентора и карта зерен, которые обозначены цифрами от 1 до 7.

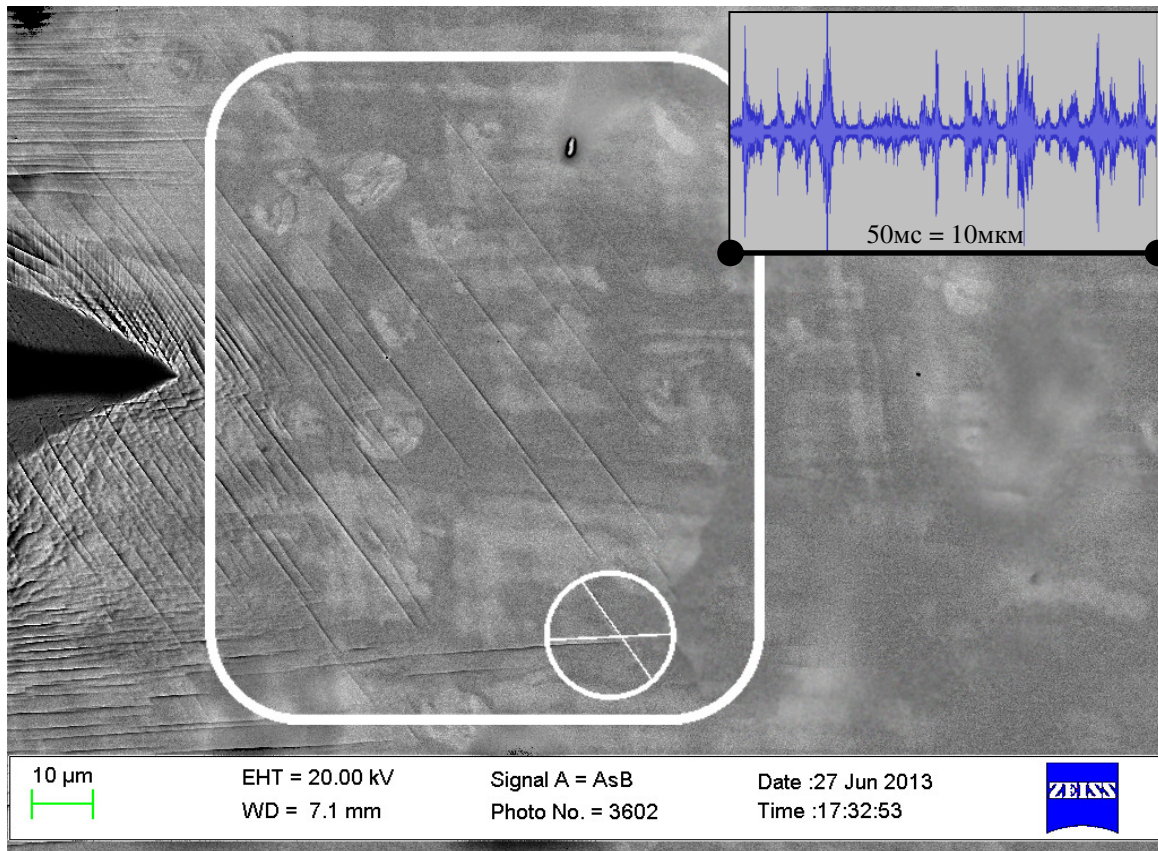


Рисунок 4 – Снимок СЭМ зона начальной стадии пластической деформации перед индентором (выделено светлым контуром), скрайбировании поликристалла меди, скорость 12мм/мин, нагрузка 1Н. В круге показаны направления следа линий скольжения. На врезке: фрагмент 50мс сигнала АЭ после применения процедуры шумоподавления.

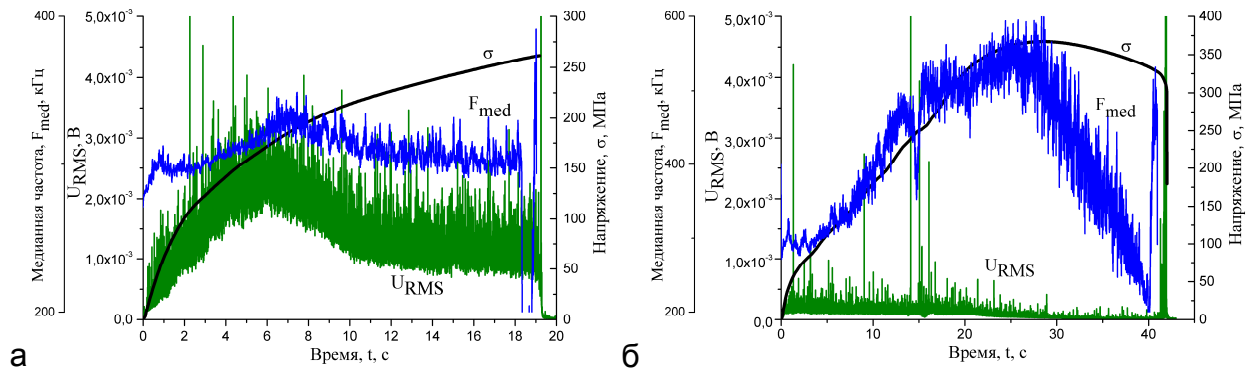


Рисунок 5 – Диаграмма нагружения (σ) и параметров сигнала АЭ, среднее квадратичное значение амплитуды (U_{RMS}), медианная частота (F_{med}) при монотонном растяжении образцов из сплава ZK60 в а - крупнозернистом, б - мелкозернистом состоянии.

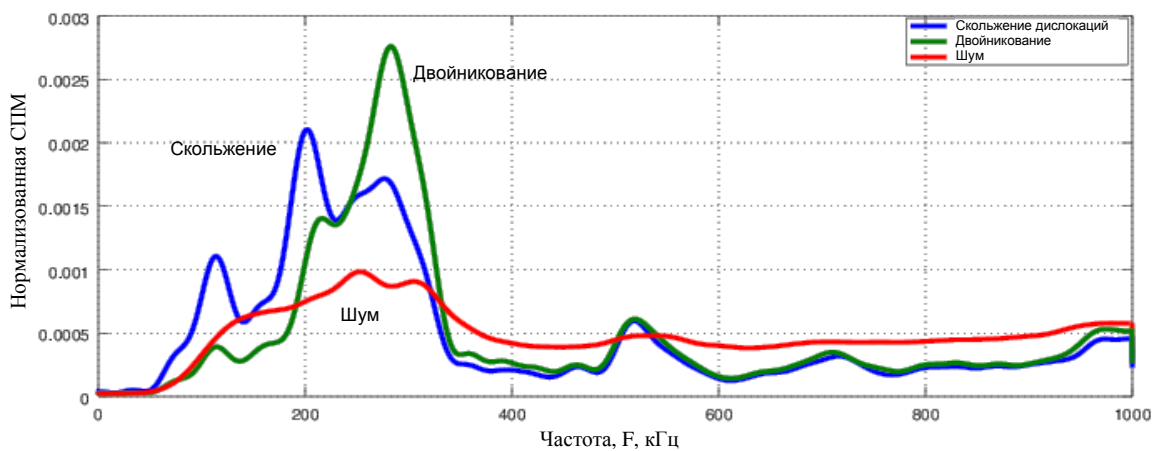


Рисунок 6 – Нормализованные центры спектральных характеристик кластеров, образованные сигналами АЭ при растяжении образцов из сплава ZK60. Кластер с доминирующим механизмом: Синий – дислокационное скольжение; Зеленый – двойникование; Красный – шумовые сигналы.

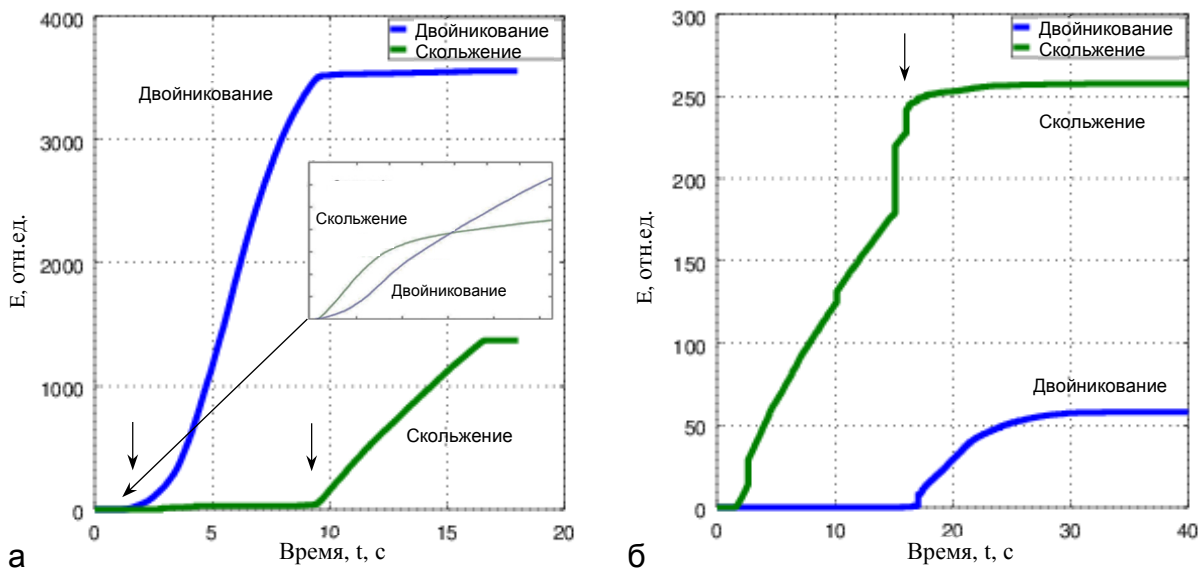
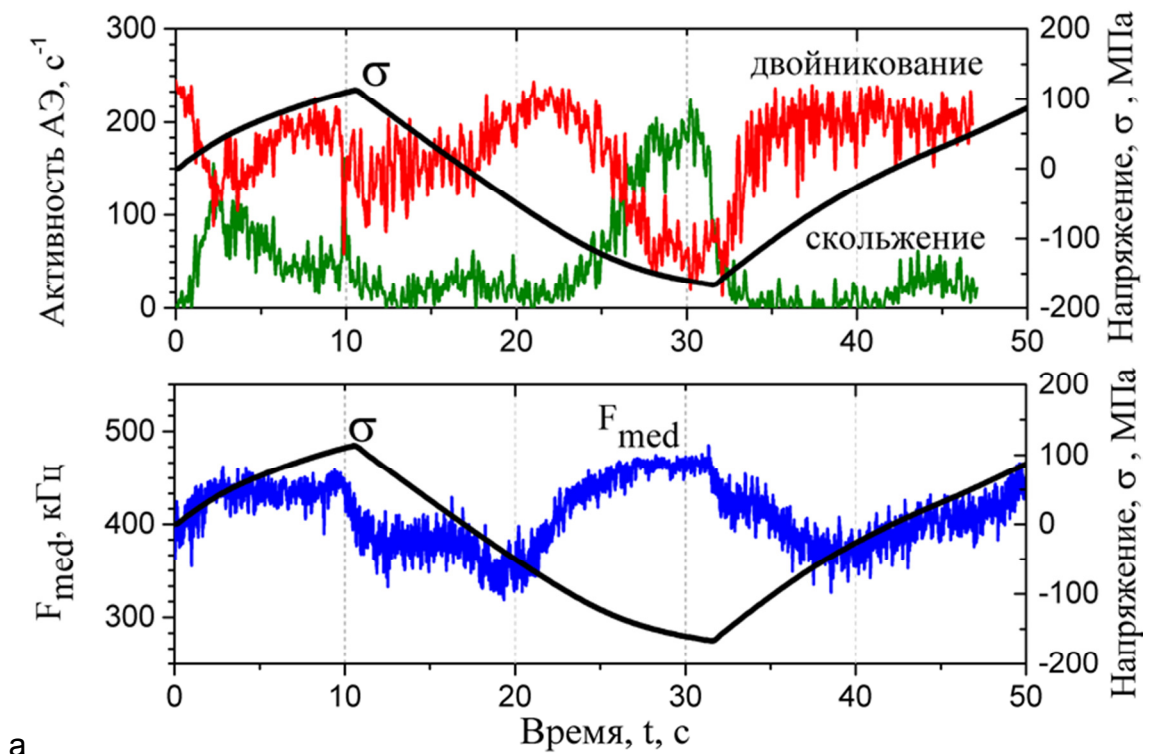
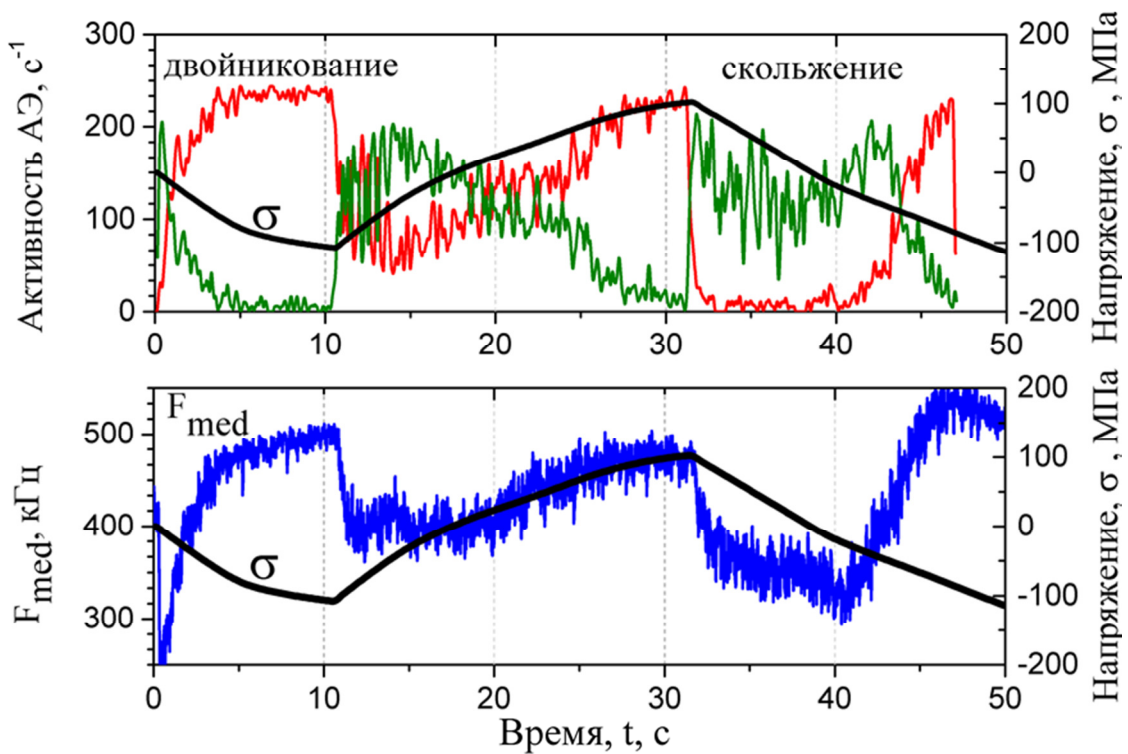


Рисунок 7 - Диаграммы накопления энергии сигналов (E), отнесенных к кластеру с характерным преобладанием типа деформации. Зеленый – дислокационное скольжение; Синий – двойникование. а - крупнозернистый образец, на врезке показан начальный этап нагружения; б - мелкозернистый образец.



а



б

Рисунок 8 - Активность формирования кластеров и динамика медианной частоты (F_{med}) сигнала АЭ при знакопеременном нагружении. а – порядок нагружения (Т-С-Т) растяжение – сжатие – растяжение; б – порядок нагружения (С-Т-С) сжатие – растяжение – сжатие; Красный - двойникование; Зеленый – дислокационное скольжение; Синий – медианная частота; Черный – механическое напряжение.

Исходным материалом для выполнения испытания являлись образцы из CuGe сплава с содержанием германия 0,5, 5,7 и 9,0 ат.% и размером зерна 200мкм. Дополнительно испытывались образцы с содержанием германия 9,0 ат.%, но с меньшим размером зерна: 80мкм и 40мкм.

Испытание выполнялось индентором сферической формы размером 1,588мм из карбида вольфрама с постоянной скоростью внедрения в диапазоне от 0,1 до 5 мм/мин. Выбор сферической формы обусловлен необходимостью контроля скорости деформации при внедрении. Испытание проводилось на универсальной малошумящей испытательной машине, с постоянной скоростью внедрения индентора и контролем нагрузки.

Синхронно, в процессе нагружения регистрировался сигнал АЭ по двум каналам. Первый канал выполнял запись волновой формы дискретных АЭ событий в частотной полосе 50 – 500 кГц, амплитуда которых превышает предустановленный порог дискриминации. Для сигналов, зарегистрированных первым каналом выполнялась оценка энергетических и спектральных параметров. Второй канал аппаратуры непрерывно регистрировал сигнал U_{RMS} с дискретностью 100Гц и плавающим интервалом интегрирования 100мс. Второй канал позволяет оценить характер и интенсивность сигнала акустической эмиссии непрерывно, без «мертвого времени».

В работе установлена прямая зависимость величины статистического коэффициента: эксцесса (или эксцесс куртозиса) СПМ сигналов доминирующего кластера (кластера с максимальным объемом выборки) от скорости внедрения индентора, которая выполняется для сплавов с высоким содержанием Ge (5,7 и 9,0 ат.%) и размером зерна 200мкм. Т.е. установлено, что при увеличении скорости внедрения величина эксцесса СПМ увеличивается, а медианная частота несколько снижается, при этом у сигналов АЭ формируется более выраженный резонансный спектр.

Вместе с тем, для образца с содержанием Ge 5,7% 200мкм характерно наличие второго кластера, сопоставимого по объему с первым, но с обратной зависимостью эксцесса СПМ от скорости, что указывает на чувствительность механизмов деформации к увеличению скорости деформации. Сигнал с малой величиной эксцесса соответствует более сглаженной вершине спектра, что указывает на массовый стохастический процесс – скольжение дислокаций, а большая величина эксцесса соответствует острому (резонансному) спектру локализованного процесса – двойникованию.

Однако малый объем деформируемого материала (соответственно относительно небольшое количество регистрируемых АЭ событий) да еще в условиях неизбежного существенного изменения средней скорости пластической деформации в процессе равномерного внедрения индентора, не позволяет получить малый разброс значений параметров АЭ сигнала, несмотря на устойчивый и воспроизводимый вид получаемых зависимостей при многократных испытаниях. Кроме того, сказывается высокая локальность данного вида механических испытаний в связи с анизотропией деформационных характеристик кристаллической решетки при произвольной ориентации зерен образца.

В разделе 2 третьей главы проведен анализ деформации области перед индентором и сигнала АЭ, зарегистрированного при инструментованном скрайбировании произвольно ориентированного монокристалла алюминия.

На полированной поверхности монокристалла алюминия было проведено несколько серий испытаний при постоянной нагрузке на инденторе 2Н и скорости перемещения индентора по поверхности образца 12мм/мин. В первой серии испытаний анализировалась картина линий скольжения в области начальной стадии пластической деформации впереди направления движения индентора различной геометрии. Т.к. именно на начальной стадии пластической деформации источники АЭ, как правило, обладают максимальной мощностью. Испытания выполнялись инденторами типа конус, пирамида Виккерса, пирамида Берковича, обращенная ребром и гранью к направлению перемещения индентора. В результате испытаний было установлено, что форма индентора не принципиально влияет на картину выхода линий скольжения на ранней стадии пластической деформации.

Во второй серии испытаний выполнялось скрайбирование индентором типа пирамида Берковича обращенным ребром к направлению перемещения в серии радиальных направлений по поверхности образца, которая охватывала 360° с дискретностью 15° или 30°. В результате проведения указанной серии испытаний с регистрацией АЭ, качественно было установлено, что амплитуда сигналов АЭ чрезвычайно сильно зависит от направления скрайбирования и может отличаться более чем в 20 раз, рис.1.

В разделе 3 третьей главы проведен анализ сигнала АЭ, зарегистрированного непосредственно в процессе инструментованного скрайбирования поликристаллического медного образца.

До испытаний образец из меди технической чистоты подвергался глубокому отжигу и исследованию микроструктуры поверхности образца, методом анализа дифракции обратно рассеянных электронов, с целью выбора мест выполнения скрайбирования. Параметры испытания выбирались в диапазоне: скорость перемещения индентора 12–24 мм/мин; постоянная нормальная нагрузка 1–2 Н; длина царапины 2 мм.

Акустическая эмиссия регистрировалась непрерывно, без применения порога амплитудной дискриминации, в более широком временном интервале, чем непосредственная длительность выполнения испытания. Частотный диапазон полосы пропускания системы регистрации АЭ составлял 20кГц – 2МГц, полное усиление 66дБ, преобразование сигнала АЭ выполнялось датчиком широкополосного типа AE-900S-WB NF Corp, Япония.

После испытаний проведен анализ амплитудных распределений сигнала АЭ и сравнение с амплитудным распределением шумового сигнала, который показал отклик амплитуды сигнала АЭ при активации деформационных процессов в различных режимах испытания, рис. 2а.

Непрерывный сигнал АЭ на интервале выполнения деформации был подвергнут анализу параметров СПМ: E и F_{med} . Указанные параметры были рассчитаны для каждого смежного фрагмента сигнала длительностью 1.6мс. Анализ двумерных диаграмм в координатах E и F_{med} показал существенное рассеяние параметров, указывающее на временную нестабильность деформационных источников сигнала АЭ, однако сглаживание параметров применением фильтра низких частот позволило

устранить высокочастотную компоненту и построить распределение параметров сигнала в координатах $E(F_{med})$, рис. 3. Данное распределение хорошо демонстрирует компактность рассеяния параметров сигнала АЭ, происходящих от деформирования материала одного зерна и последующий переход в новое состояние при скрайбировании следующего зерна с другой кристаллографической ориентировкой.

Применение процедура спектрального шумоподавления «Spectral Noise Gate» позволила визуализировать дискретные сигналы событий АЭ во временном ряду и провести сопоставление характера и формы амплитудных всплесков в сигнале АЭ с наблюдаемой картиной образования полос скольжения в области перед индентором, рис. 4. Деформированная зона перед индентором была проанализирована с применением приборов и методов электронной микроскопии и интерферометрии белого света. Что позволяет установить дискретный характер кинетики дислокационного скольжения при формировании локализованной деформации.

Для оценки временной дискретности дислокационного скольжения к исходному сигналу АЭ была применена разработанная процедура детектирования времени прихода сигнала «Phase Picker». Суть процедуры заключается в поиске временной нестационарности сигнала с состоянием отличным от шумового потока на основе особенностей вейвлет преобразования: шумоподавление и временная локализация. Результатом анализа сигнала с применением указанной процедуры являются данные о длительности каждого АЭ события, произошедшего за время испытания и точные времена прихода или начала каждого такого события. Данные сведения позволяют построить и проанализировать гистограммы длительности событий и интервалов между событиями, рис.2б, из которых следует, что длительность событий практически не зависит от размера деформируемой области, однако интервалы или паузы между событиями, наоборот, существенно зависят от скорости деформирования и объема материала, вовлеченного в деформацию.

В четвертой главе Выполнен анализ деформационных процессов с применением процедуры идентификации источников АЭ в коммерческом магниевом сплаве ZK60 (Mg–5,8Zn–0,44Zr). Особенностью деформации магниевого сплава, обладающего гексагональной плотно упакованной (ГПУ) решеткой, является почти одновременная, при комнатной температуре, активация дислокационного скольжения по базисным плоскостям и двоникования по одной из нескольких возможных систем.

Очень сложно подобрать способ наблюдения за деформацией в процессе механического испытания: методы исследования микроструктур на прерванных испытаниях показывают грубое, фрагментарное приближение при анализе динамики деформационных процессов. АЭ метод, являясь пассивным методом наблюдения, позволяет оценить с высокой точностью не только моменты активации различных источников, но и дифференцировать их по типу источников на основе метода кластерного анализа характеристики СПМ сигнала АЭ. Зная значения пороговых сдвиговых напряжений деформационных систем, можно однозначно устанавливать очередность их активации.

Раздел 1 четвертой главы посвящен анализу деформации, происходящей в магниевом сплаве ZK60 при монотонном растяжении. Для проведения исследования были подготовлены образцы сплава ZK60 с различным размером зерна: крупнозернистым (~70мкм) – исходное состояние; и мелкозернистым (~2мкм) – после интегрированной экструзии и равноканального углового прессования (РКУП).

Из указанных материалов были изготовлены плоские образцы с длиной рабочей части 10мм и поперечным сечением 4×5мм, которые подвергались монотонному растяжению с номинальной скоростью деформации рабочей части $5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$.

В течение всего испытания выполнялась непрерывная регистрация волновой формы сигнала АЭ. Графики изменения параметров U_{RMS} и F_{med} приведены на рис. 5. На них хорошо наблюдается несколько характерных изменений поведения параметров (отмечено стрелками). Однако при ближайшем рассмотрении, им и на механической диаграмме нагружения соответствуют локальные «надломы». Это является свидетельством смены доминирующего деформационного механизма. Применение процедуры кластерного анализа сигнала АЭ позволяет идентифицировать тип доминирующего деформационного процесса. Так, на рис. 6 показаны центроиды СПМ сформировавшихся кластеров в результате анализа полного испытания от начала приложения нагрузки до разрыва образца. Центроиды СПМ испытания крупнозернистого и мелкозернистого образца для первого кластера очень схожи по форме и представляют собой кластеры шумового сигнала, регистрируемого непосредственно перед нагружением и сразу после разрушения образца. Наибольший интерес представляют кластеры с номерами 2(дислокационное скольжение) и 3(двойникование), сигналы, отнесенные к этим кластерам, регистрировались от начала нагружения до момента разрушения образца. Кластер 4 (на рисунках не показан) был идентифицирован при растяжении только крупнозернистого материала и непосредственно во время финальной стадии растяжения. Анализ динамики накопления энергии сигналов, отнесенных к кластеру с определенным номером, продемонстрирован на рис.7, и позволяет сделать анализ кинетики доминирующего деформационного процесса при растяжении образцов. Дислокационное скольжение начинается одновременно с приложением растягивающего напряжения для обоих микроструктурных состояний, что обусловлено крайне низким значением критического напряжения сдвига для движения дислокаций в базовой плоскости. Однако по мере дальнейшего нагружения деформационное поведение исследуемых образцов отличается.

В крупнозернистом материале установлена смена доминирующего механизма деформации с дислокационного скольжения на двойникование в интервале 0,25-0,5% деформации (ϵ), соответствует интервалу 0,5-1,0 с, что явно отражается на диаграмме F_{med} . Далее, по мере нагружения, $\epsilon \approx 3,5-4,0\%$ (7-8 с) наблюдается снижение активности двойникования, а дислокационное скольжение начинает доминировать. Такое положение остается практически до момента разрыва образца. Когда оба механизма деформации достигают предела своих возможностей, начинается локализация деформации и, соответственно, формируется низкочастотный кластер 4, сигнал с малой F_{med} , непосредственно перед разрушением образца.

В мелкозернистом материале сигналы, относящиеся к кластеру 2 (дислокационное скольжение), преобладают до $\epsilon \approx 7,5-8,5\%$ (15-17 с), затем происходит смена доминирующего механизма деформации на двойникование, что находит отражение в виде локальной особенности и на диаграмме F_{med} и на диаграмме механического нагружения.

Несмотря на доминирование сигналов определенного кластера, активность сигналов других кластеров тоже наблюдается, что связано с локальной

неоднородности деформации по объему деформируемого материала. Поэтому, все возможные деформационные механизмы, которые могут быть активированы при действующем напряжении, имеют возможность вносить вклад в общее пластическое течение материала.

Раздел 2 четвертой главы посвящен анализу асимметрии деформации, происходящей в магниевом сплаве ZK60, на ветвях растяжения и сжатия во время знакопеременного нагружения.

Механические испытания были проведены на плоских образцах с лопатками, предназначенными для жесткой фиксации в захватах испытательной машины и установки датчика АЭ. Выбранная геометрия рабочей части образца: длина 10 мм, ширина 5 мм и толщина 4 мм; - позволяла выполнять испытание на сжатие без потери устойчивости. Особенностью данного вида деформации является то, что образцы подвергались непрерывной последовательной знакопеременной деформации по определенному циклу. Для рассмотрения свойств асимметрии механизмов деформации при знакопеременном нагружении, были выбраны два альтернативных начальных направления нагружения: растяжение (цикл Т-С-Т: растяжение – сжатие – растяжение) и сжатия (цикл С-Т-С: сжатие – растяжение – сжатие), с номинальной скоростью деформации $1 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$.

Анализ деформационного процесса осуществлялся таким же способом как в разделе 1 текущей главы. В результате были получены сведения о динамике элементарных деформационных процессов в сплаве ZK60, показанные на рис.8. Представленная диаграмма демонстрирует, что эволюция кинетики деформационных механизмов сильно зависит от направления нагрузки и предварительной истории деформации. Показана активность формирования кластеров, т.е. число сигналов данного типа, регистрируемых за единицу времени. Это изменение явно отражается в поведении F_{med} сигнала АЭ. Спектр мощности АЭ развивается в сторону более высоких или более низких частот в зависимости от доминирования того или иного деформационного механизма. Что указывает на переходы от одного преобладающего механизма деформации к другому.

В результате анализа можно выделить существенные различия в динамике деформационных процессов при смене направления начального нагружения - растяжение или сжатие. Указанные различия активных деформационных механизмов на первом этапе нагружения лежат в основе асимметричного поведения пределов текучести и активации пластической деформации в магниевом сплаве ZK60.

Приведенная в работе методика наблюдения за деформацией с точки зрения работы элементарных деформационных процессов, может быть применена не только для контроля уже существующих сплавов, но может являться этапом оценки деформационной стабильности при разработке текстуры перспективных материалов со специальными требованиями к усталостной выносливости при знакопеременном нагружении.

В заключении приводятся основные результаты и выводы диссертационной работы.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Регистрация АЭ, основанная на применении амплитудных дискриминаторов (порогов) и детекторов, построенных на их основе, принципиально, не позволяет приблизиться к теоретической чувствительности метода АЭ и эффективно проводить

идентификацию отклика АЭ от элементарных деформационных источников. Методы детектирования и анализа сигнала с применением спектральной обработки позволяют существенно повысить чувствительность метода АЭ для идентификации сигналов от элементарных деформационных процессов.

2. Выход единичной дислокации на поверхность обладает скоростью и энергией достаточной для возбуждения электрического отклика на выходе датчика-преобразователя. Однако амплитуда такого отклика соизмерима с регистрируемой амплитудой электрических и тепловых шумов, существенно затрудняющих его распознавание.

3. Методы индентирования и скрайбирования позволяют деформировать материал с высокой степенью локальности, и, несмотря на малый размер области деформирования, сформировать последовательность единичных деформационных актов, различимых во времени и способных к анализу методом АЭ при условии применения процедур спектрального шумоподавления и вейвлет-анализа.

4. Индентирование серии модельных сплавов Cu-Ge (0,5-9,0 ат.%) с различной энергией дефекта упаковки и зависимостью доминирующего механизма деформации от скорости деформации позволило установить связь между формой спектральной плотности мощности регистрируемого сигнала АЭ и типом активного деформационного механизма.

5. Скрайбирование монокристаллического образца алюминия демонстрирует чрезвычайно сильную зависимость отклика АЭ от направления движения индентора (направления приложения сдвигающего напряжения относительно кристаллографической ориентации решетки) и при этом по средней амплитуде может отличаться более, чем на порядок.

6. Установлено, что регистрируемые при скрайбировании поликристаллического образца меди сигналы АЭ формируют набор квазистационарных значений параметров энергии и медианной частоты, причем строго индивидуальных для каждого деформируемого зерна, что объясняется их различной кристаллографической ориентацией относительно направления движения индентора.

7. Показано, что при монотонном растяжении образцов из магниевого сплава ZK60, активация альтернативных деформационных механизмов (скольжение и двойникование) начинается при близких по величине напряжениях, при этом метод АЭ позволяет на любом этапе нагружения выявлять преобладающий (доминирующий) деформационный механизм и отображать все тонкости эволюции смены доминирующего деформационного процесса в реальном времени.

8. Установлено, в том числе с помощью развиваемой в диссертационной работе методики анализа АЭ, что при знакопеременном нагружении магниевого сплава ZK60, очередность активации деформационных механизмов на первых циклах существенно зависит от знака напряжения (растяжение или сжатие) на первоначальной ветви нагружения, что объясняется асимметричным поведением пределов текучести и активации пластической деформации в указанном сплаве.

Автор выражает искреннюю признательность А.Ю. Виноградову за предоставленные для исследования материалы, постоянный интерес к работе, ценные замечания и плодотворные дискуссии при обсуждении результатов.

СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

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

1. Vinogradov, A. Effect of grain size on the mechanisms of plastic deformation in wrought Mg-Zn-Zr alloy revealed by acoustic emission measurements / A. Vinogradov, D. Orlov, **A. Danyuk**, Y. Estrin // Acta Materialia.: – 2013. Volume 61, Issue 6. – С.2044-2056.

2. Pomponi, E. Wavelet Based Approach to Signal Activity Detection and Phase Picking: Application to Acoustic Emission / E. Pomponi, A. Vinogradov, **A. Danyuk** // Signal Processing.: – 2015. №115. – С.110–119.

3. Vinogradov, A. Deformation Mechanisms Underlying Tension-Compression Asymmetry in Magnesium Alloy ZK60 Revealed by Acoustic Emission Monitoring / A. Vinogradov, D. Orlov, **A. Danyuk**, Y. Estrin // Materials Science And Engineering A.: – 2015. Volume 621. – С.243-251.

4. **Danyuk, A.** New prospects to use acoustic emission during scratch testing for probing fundamental mechanisms of plastic deformation / A. Danyuk, D. Merson, A. Vinogradov // The 12th International Conference of the Slovenian Society for Non-Destructive Testing titled Application of contemporary non-destructive testing in engineering, ICNDT 2013 - Conference proceedings.: – 2013. – С.567-574.

5. **Данюк, А.В.** Идентификация локальной деформации при скрайбировании поликристаллической меди / А.В. Данюк, Д.Л. Мерсон, А.Ю.Виноградов // Вектор науки ТГУ.: – 2013. №3(25). – С.144-147.

6. **Данюк, А.В.** Влияние размера зерна в магниевом сплаве ZK60 на циклическую усталость при комнатной температуре / А.В. Данюк, Д.Л. Мерсон, А.Ю.Виноградов, Д.В. Орлов // Вектор науки ТГУ.: – 2013. №3(25). – С.148-152.

7. Rastegaev, I.A. Location of Noise-Like Sources of Acoustic Emissions Using the Spectral Similarity Method / I.A. Rastegaev, **A.V. Danyuk**, A.Yu. Vinogradov, D.L. Merson, A.V. Chugunov // Russian Journal of Nondestructive Testing.: – 2013. Vol.49 No.10. – С.553–561.

8. Растегаев, И.А. Анализ шумоподобных сигналов акустической эмиссии способами широкополосной фильтрации / И.А. Растегаев, **А.В. Данюк**, А.Ю. Виноградов, Д.Л. Мерсон, И.И. Растегаева // Журнал «Контроль. Диагностика»: – 2014. №8. – С.49-56.

Публикации в научных изданиях не входящих в список ВАК:

9. **Данюк, А.В.** Изменение спектральных характеристик сигнала-иммитатора акустической эмиссии при испытаниях на растяжение (тезисы) / А.В. Данюк, Д.Л. Мерсон, С.И. Дементьев // Тезисы докладов IV Евразийской научно-практической конференции Прочность неоднородных структур: – 2008. – С.187.

10. Мерсон, Д.Л. Влияние концентрации легирующего элемента и размера зерна на параметры акустической эмиссии при индентировании Cu-Ge сплавов. / Мерсон Д.Л., Мещеряков Д.Е., **Данюк А.В.**, Попова Л.И., Чернышова О.О. // Сборник трудов. IV Международной школы «Физическое материаловедение»: – 2009. – С.135-136.

11. Черняева, Е.В. Акустическая эмиссия при индентировании медных сплавов / Е.В. Черняева, Д.Л. Мерсон, **А.В. Данюк** // Сборник трудов. IV Международной школы «Физическое материаловедение».: – 2009. – С.122-124.

12. **Данюк, А.В.** Исследование параметров акустической эмиссии при скретч-тестировании износостойких покрытий / А.В. Данюк, Д.Л. Мерсон, А.Ю.Виноградов // Сборник трудов конференции. VI-я Евразийской научно-практической конференции Прочность неоднородных структур.: – 2012. – С.168.

13. Vinogradov, A. Mechanisms of Plastic Deformation and Acoustic Emission in ZK60 Mg Alloy [Электронный ресурс] / A. Vinogradov, **A. Danyuk**, E. Pomponi // 30th European Conference on Acoustic Emission Testing & 7th International Conference on Acoustic Emission. University of Granada.: – 2012. – Режим доступа: <http://www.ndt.net/article/ewgae2012/content/toc.htm>

14. **Патент** RU(11)2515423(13)C1 Способ повышения точности локации шумоподобных источников акустической эмиссии на основе спектрально-временного самоподобия» / Растегаев И. А., **Данюк А. В.**, Виноградов А. Ю., Мерсон Д. Л., Чугунов А. В. / Опубликовано: 10.05.2014 Бюл. № 13.

Автореферат отпечатан с разрешения диссертационного совета Д 212.217.01
ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет»
(протокол № 15 от 24 декабря 2015 г.)
Заказ № Тираж 100 экз.
Отпечатано на ризографе.
ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет»
443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244.