

федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Тольяттинский государственный университет»

на правах рукописи

Данюк Алексей Валериевич

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

01.04.07 - Физика конденсированного состояния

диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель: д. ф.-м. н., профессор,
Мерсон Дмитрий Львович

Тольятти - 2015

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
1. АППАРАТУРА И МЕТОД АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ.....	9
1.1. Физическое явление «Акустическая эмиссия».....	9
1.2. Практическое применение метода акустической эмиссии.....	12
1.3. Архитектура аппаратуры и регистрация акустоэмиссионных событий.....	13
1.3.1. Датчики АЭ.....	14
1.3.2. Усилители для пьезоэлектрических датчиков.....	16
1.3.3. Системы регистрации параметров сигнала АЭ.....	17
1.4. Цифровые методы обработки сигнала акустической эмиссии.....	19
1.5. Выводы по разделу 1.....	23
2. АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ ПРИ ЛОКАЛИЗОВАННОЙ ДЕФОРМАЦИИ.....	24
2.1. Дислокационное скольжение и акустическая эмиссия.....	24
2.1.1. Выводы по разделу 2.1.....	27
2.2. Создание локализованного напряжения и деформации при индентировании и скрайбировании.....	28
2.2.1. О выборе типа индентора.....	29
2.2.2. О выборе режима вертикального нагружения индентора при внедрении.....	30
2.2.3. Оценка скорости деформации.....	31
2.2.4. Выводы по разделу 2.2.....	34
2.3. Прогрессивные методы детектирования сигналов акустической эмиссии.....	35
2.3.1. Описание процедур оценки параметров сигнала и детектирования.....	36
2.3.2. Процедура шумоподавления «Spectral Noise Gate».....	38
2.3.3. Процедура детектирования момента прихода сигнала на основе вейвлет преобразования «Phase Picker».....	40
2.3.4. Выводы по разделу 2.3.....	48
3. ПРИМЕНЕНИЕ ПРОГРЕССИВНЫХ МЕТОДОВ ДЕТЕКТИРОВАНИЯ СИГНАЛОВ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ ПРИ ЛОКАЛИЗОВАННОМ НАГРУЖЕНИИ МОДЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ.....	49
3.1. Акустическая эмиссия при индентировании Cu-Ge модельных сплавов.....	49
3.1.1. Описание метода и образцов для проведения испытания.....	50
3.1.2. Результаты испытания и оценка параметров сигнала АЭ.....	54
3.1.3. Выводы по разделу 3.1.....	66
3.2. Скрайбирование монокристалла алюминия.....	67
3.2.1. Описание метода и образцов для проведения испытания.....	67

3.2.2. Исследование области начальной деформации при скрайбировании инденторами различной формы.....	69
3.2.3. Исследование амплитудного отклика АЭ при скрайбировании по разным кристаллографическим направлениям.....	70
3.2.4. Выводы по разделу 2.3	76
3.3. Скрайбирование поликристалла меди.....	77
3.3.1. Описание методики испытания	77
3.3.2. Результаты испытания и анализ сигнала АЭ.....	80
3.3.3. Выводы по разделу 3.3	95
4. ИДЕНТИФИКАЦИЯ ДЕФОРМАЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ В МАГНИЕВЫХ СПЛАВАХ.....	96
4.1. Деформация в магниевом сплаве при монотонном растяжении	97
4.1.1. Описание образцов и аппаратуры испытания	97
4.1.2. Анализ сигнала АЭ, спектральные и амплитудные параметры.....	99
4.1.3. Зависимость параметров АЭ от размера зерна.....	103
4.1.4. Кластеризация сигналов АЭ и идентификация деформационного процесса	105
4.1.5. Анализ динамики деформационных механизмов в магниевом сплаве ZK60 с помощью АЭ.....	111
4.1.6. Особенности деформационных процессов магниевых сплавов ZK60, выявленные с помощью анализа сигнала АЭ	115
4.1.7. Выводы по разделу 4.1	117
4.2. Деформация в магниевом сплаве при знакопеременном нагружении	119
4.2.1. Описание аппаратуры и техники эксперимента.....	121
4.2.2. Результаты испытания при знакопеременном нагружении и деформации.....	122
4.2.3. Количественный анализ сигнала АЭ. Кластеризация фрагментов сигнала АЭ	127
4.2.4. Идентификация различных типов дислокационного скольжения	134
4.2.5. Признаки двойникования в сигнале АЭ.....	135
4.2.6. Асимметрия величины напряжения при знакопеременной деформации нетекстурированных магниевых сплавов	136
4.2.7. Выводы по разделу 4.2	137
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	138
Основные выводы	139
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	141
Приложение А	155
Приложение Б	156

ВВЕДЕНИЕ

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 материаловедом 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 двойникования.

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 двойникования.

- 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 магниевое сплава ZK60 удалось установить полную картину конкуренции двух альтернативных механизмов деформации: скольжения и двойникования, - 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; инструментированное 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.

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

1. АППАРАТУРА И МЕТОД АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ

1.1. Физическое явление «Акустическая эмиссия»

В ГОСТе 27655-88 “Акустическая эмиссия. Термины, определения и обозначения” Акустическая эмиссия определена как физическое явление, при котором объект исследования или контроля генерирует акустические волны [1]. В указанном источнике приведено самое общее определение термина и явления «Акустическая эмиссия», которое едва ли можно считать удачным, поскольку оно не раскрывает природу источников АЭ. Формальному определению соответствует множество физических процессов и явлений, сопровождаемых АЭ, например:

- структурные изменения, которые ассоциируются с источниками АЭ в твердом теле, такими как деформация – скольжение дислокаций, двойникование, фазовые превращения, вызванные напряжением или температурой и прочие;

- взаимодействия упругих тел и сред, которые ассоциируются с псевдо-источниками АЭ, такими как соударение, трение, аэро- гидро-динамические явления и прочие.

Говоря об источниках и механизмах АЭ, которые ассоциируются с источниками АЭ, мы будем подразумевать, что акустическая эмиссия - это физическое явление испускания волн упругих напряжений при локальных и быстрых структурных изменениях в материале. В данном определении ключевыми словами, подчеркивающими смысл явления, являются слова “локальные” и “быстрые”.

Деление процессов на взаимодействие и структурные изменения, сопровождаемые АЭ, весьма условно и в реальных исследуемых объектах наблюдается комплекс событий, приводящих к генерации акустической эмиссии: первый пример: рост вязкой трещины, при котором АЭ генерируется как при пластической деформации в вершине, так и при взаимодействии (трении) берегов трещины между собой; второй пример: трение двух контактирующих поверхностей, где псевдо-источником АЭ является соударение микронеровностей и одновременная их деформация и сдвиг [2-4]. При реализации указанных примеров наблюдатель может слышать характерный звук – треск / скрип - акустическая эмиссия в звуковом диапазоне, однако спектральный состав АЭ намного превышает по верхней частоте границу слухового диапазона.

При структурных изменениях в материале, также как и при деформационных процессах твердых тел, происходит частичная диссипация запасенной энергии в виде различных излучений (тепловой, экзoeлектронной, электромагнитной, акустической и др.). В 60-е и 70-е годы прошлого столетия были проведены основные фундаментальные работы в области явления АЭ: за рубежом, прежде всего, работы Kaiser (с 1950), Dunegan (с 1968), Pollock (с 1967) Schofield (с 1961) и многих других; в Советском Союзе – работы, Дробота, Корчевского, Авербуха, Брагинского, Баранова, Тутного, Вакара и др. В настоящее время считается доказанным, что причиной акустической эмиссии является локальная релаксация напряжений в материале, по аналогии с сейсмическим источником. В кристаллическом материале, такая релаксация напряжений вызывается движением дефектов решетки. Фундаментальная теория акустической эмиссии в упругом континууме была построена по аналогии с механистическими моделями землетрясений на основе формализма свертки запаздывающих функций Грина среды и момент-тензора источника усилиями Scruby, Wadley, Hill.[5] В то же время, приоритет по физической теории акустического излучения принадлежит украинским ученым Косевичу, Нацiku, Чишко, Бойко и др., в работах которых продемонстрировано, что основные дислокационные реакции, происходящие в твердом теле, такие как рождение дислокационных петель по механизму Франка-Рида, движение дислокаций, их пересечение границ упругих модулей (границ зерна или фаз), аннигиляция дислокаций в объеме и их выход на поверхность, приводят к генерации волн напряжения, причем волновые формы и соответствующие им Фурье спектры специфичны для различных источников [6-11]. К сожалению, несмотря на определенный успех данных микроскопических моделей источников, их экспериментальное подтверждение крайне затруднено из-за экспериментальных трудностей при решении обратных задач, и восстановление функций источника по регистрируемым волновым формам возможно лишь в ограниченном числе наиболее простых геометрий задачи, свойств среды (однородность и изотропность) и датчиков (широкополосность и чувствительность).

Также, к сожалению, приходится утверждать, что в последние десятилетия интерес к фундаментальным исследованиям в области АЭ угас и переключился, главным образом, в его прикладную область, связанную с регистрацией процессов разрушения в практике неразрушающего контроля. Однако, при этом часто

несправедливо забывается, что процессу разрушения всегда предшествует пластическая деформация, а начало процессов разрушения практически всегда происходит после локализации пластической деформации в определенных областях (например, образование шейки в образце при растяжении). Таким образом, проблема прогноза разрушения вообще не может быть решена в общем случае, так как принципиально игнорируется роль элементарных механизмов пластической деформации, которые подготавливают и сопровождают процесс разрушения на всех масштабных уровнях. Большой проблемой до сих пор остается плохая количественная сопоставимость результатов АЭ-испытаний принципиально одинаковых объектов, выполненных различными исследователями. Это объясняется сильной чувствительностью АЭ к множеству факторов: состоянию поверхности, геометрии объекта контроля, скорости нагружения, особенностям структуры и т.п. Кроме того, результаты зависят и от выбора датчиков и используемой аппаратуры. Все это сдерживает внедрение метода АЭ в качестве исследовательского инструмента с количественными показателями.

В настоящее время применение метода АЭ предъявляет определенные требования к физику-экспериментатору, которыми он должен обладать для постановки эксперимента:

- обладание знаниями о физических процессах и явлениях, которые могут происходить в исследуемой системе или сопровождать эксперимент;
- понимать природу и вероятные способы и формы трансформации акустических волн в исследуемых объектах и сопряженном оборудовании;
- понимать принципы преобразования и регистрации сигнала АЭ и основы работы современной лабораторной и вычислительной техники;
- понимать процессы обработки и описания сигналов и измеряемых физических величин;
- обладать инженерными навыками для поиска и устранения факторов помех электрического и механического характера.

Для выполнения испытаний, с целью оценки промышленной безопасности, требования к специалисту по акусто-эмиссионному методу неразрушающему контролю приведены в документе [12].

1.2. Практическое применение метода акустической эмиссии

Практическое применение метода АЭ развивается в различных направлениях, причем наиболее интенсивно началось с 60-х годов XX века, в связи с появлением электронных средств регистрации параметров сигнала.

Одним из наиболее востребованных направлений применения метода АЭ является проведение испытаний с целью анализа структурной целостности инженерных объектов в промышленной диагностике. Стандартной инспекции с применением метода АЭ подвергаются: сосуды давления, трубопроводы, подъемные и крановые сооружения [2, 13]. Применение методов АЭ при инспекции зданий и строительных сооружений для оценки дефектности строительных конструкций: фундаментов и опор зданий, мостов, путепроводов [14].

По мере развития приборов регистрации и анализа сигналов с помощью АЭ исследовались различные физические процессы и явления [15]:

- акустическая эмиссия при разрушении материалов, причем, рассмотренный круг материалов очень широк: это металлы, пластики, композиционные материалы, биоматериалы (древесина, кость, зубная эмаль), горные породы и прочее [2, 4, 14]. В ходе исследований научные работники рассматривали стадийность разрушения, очередность работы механизмов упрочнения и релаксаций напряжений при нагружении и разрушении;

- акустическая эмиссия трещинообразования и роста трещины при различных условиях зарождения и нагружения [16-19];

- накопление повреждений в материале под воздействием сред: коррозионное растрескивание, водородная, радиационная и изотопная повреждаемость и деградация [3, 20, 21];

- фазовые превращения и переходы [2, 4];

- аэро- гидро- динамические эффекты в жидкостях и газах и на границах сред [22, 23];

- при взаимодействиях поверхностей или при трении [24];

- деформационные процессы: дислокационное скольжение и двойникование [11, 25].

В данной работе основной интерес вызывало применение метода АЭ для наблюдения за деформационными процессами и исследования их кинетики в различных материалах в контролируемых условиях.

1.3. Архитектура аппаратуры и регистрация акустоэмиссионных событий

Акустическая эмиссия распространяется в сплошных средах от источника по всем направлениям, поэтому наиболее удобным местом ее регистрации является доступная для установки датчика свободная поверхность объекта или образца. Существует множество причин, по которым в экспериментальной физике используются электронные приборы для регистрации физических параметров и величин, АЭ не является исключением. Поэтому первым устройством на пути регистрации АЭ сигнала является датчик (сенсор) акустической эмиссии, выполняющий преобразование упругого смещения поверхности исследуемого объекта в электрический сигнал. Далее сигнал усиливается многокаскадным усилителем и подается на обрабатывающее устройство, а результат фиксируется регистрирующей аппаратурой или оператором. Можно представить архитектуру АЭ аппаратуры в виде функциональных блоков по направлению прохождения сигнала, как показано на рисунке 1.1.

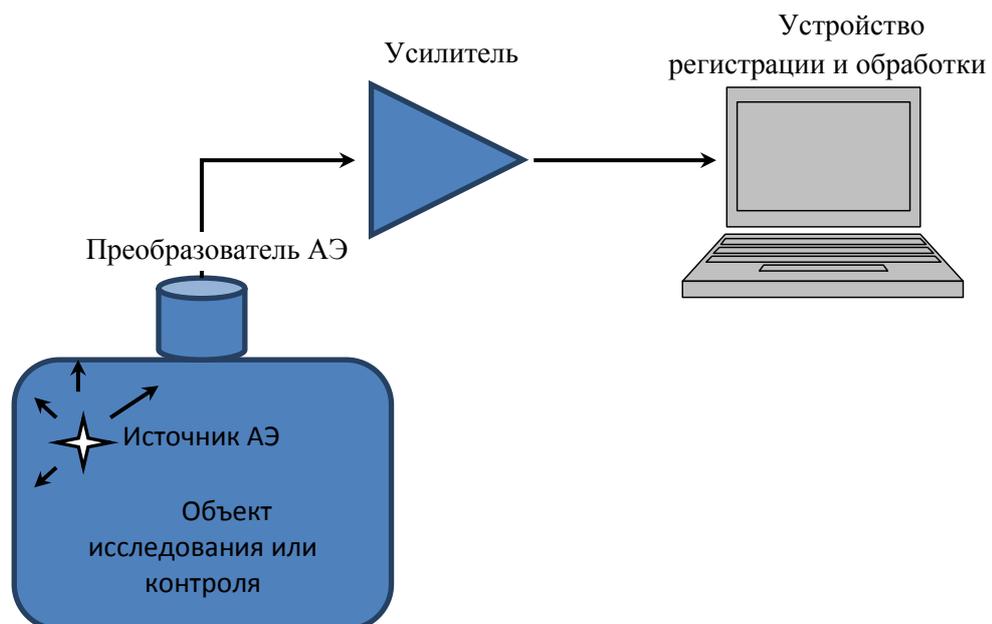


Рисунок 1.1 – Функциональная схема регистрации АЭ

Современная аппаратура с последнего десятилетия XX века проектируется специально для регистрации АЭ и состоит из единого модуля для обработки и регистрации сигнала, построенного на основе персонального или переносного компьютера. Более ранние образцы оборудования выполнялись с использованием универсальной широкополосной аппаратуры, что отражалось на высокой стоимости применения метода АЭ. Поэтому до 90-х годов вместо одного модуля обработки, в большинстве случаев, использовался комплекс приборов, например: амплитудный дискриминатор, амплитудный детектор, анализатор амплитуд, запоминающий осциллограф, спектроанализатор, устройства записи на магнитную ленту и печатающие устройства регистрации сигналов [2]. В современной аппаратуре с применением цифровой регистрации сигнала нет необходимости в таком широком наборе оборудования. Так как задачи обработки решаются алгоритмическими программными средствами. Однако ключевые требования к параметрам аналоговых устройств сохранились.

1.3.1. Датчики АЭ

Датчик акустической эмиссии или преобразователь акустической эмиссии (ПАЭ) является важнейшим прибором аппаратуры АЭ, к которому предъявляются особые требования с самого начала развития метода. Наиболее полно типы и характеристики АЭ преобразователей изложены в [26].

Датчики акустической эмиссии разделяются по принципу преобразования смещения чувствительной поверхности в электрический сигнал:

- конденсаторные преобразователи, основанные на эффекте электрической емкости: емкость чувствительного конденсатора изменяется вследствие изменения расстояния между электродами. Когда один электрод является неподвижным, а второй располагается на упругой пластине. Такие преобразователи измеряют абсолютное смещение, что позволяет использовать их в качестве эталонов, но обладают очень низкой чувствительностью;

- преобразователи на основе лазерных интерферометров, основаны на прецизионном методе измерения расстояния с точностью, превосходящей 10^{-10} м. Интерферометрические преобразователи, как и емкостные, измеряют абсолютное

смещение с высокой точностью, но имеют ограниченное быстродействие и не высокую верхнюю граничную частоту. Применение быстродействующих детекторов интерферометров существенно отражается на стоимости такого прибора;

- пьезоэлектрические преобразователи, основанные на использовании пьезоэлектрического материала, который преобразует деформацию чувствительного элемента в заряд на выходных электродах. Такие преобразователи получили самое широкое распространение для регистрации акустической эмиссии, как при АЭ контроле, так и при лабораторных испытаниях, благодаря самой высокой чувствительности до 10^{-17} м [2]. Однако, они обладают существенно неравномерной амплитудно-частотной характеристикой чувствительности и достаточно сложной передаточной функцией, которую определяют экспериментальным способом, путем сравнения с эталонными преобразователями или по отклику на короткий источник известной волновой формы.

Типовая конструкция пьезоэлектрического датчика АЭ показана на рисунке 1.2. Приведенная конструкция применяется для изготовления миниатюрных датчиков АЭ, минимальные линейные размеры которых могут быть до 4 мм.

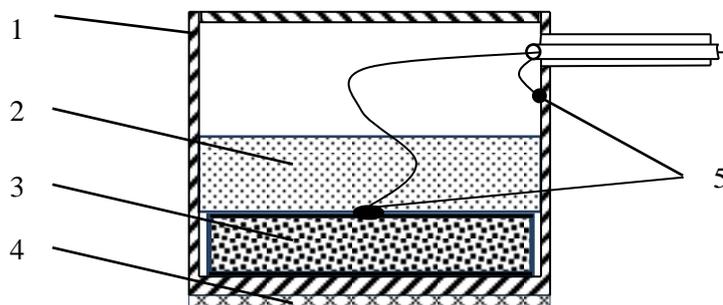


Рисунок 1.2 – Устройство пьезоэлектрического датчика АЭ.

(1 – металлический корпус датчика; 2 – клей-компаунд, выполняет функцию демпфера; 3 – пьезоэлемент; 4 – изолятор; 5 – места пайки сигнального кабеля)

На амплитудно-частотную характеристику чувствительности пьезоэлектрического ПАЭ оказывает влияние не только материал пьезоэлемента, но и конструктивные особенности корпуса, демпфера, способ крепления пьезоэлемента на чувствительную пластину и прочее.

Основными параметрами датчиков АЭ являются:

- коэффициент преобразования;
- амплитудно-частотная характеристика чувствительности (АЧХ);

- диаграмма направленности, для несимметричных преобразователей;
- характеристика и уровень собственных шумов;
- собственная электрическая емкость преобразователя;
- параметры пыле- влаго-защиты и климатического исполнения и устойчивости к внешним воздействиям.

1.3.2. Усилители для пьезоэлектрических датчиков

Основная задача усилителя для датчиков акустической эмиссии – это согласование зарядового выхода датчика, обладающим высоким сопротивлением, с длинной линией и регистрирующим устройством, имеющих существенно меньшее сопротивление.

Так как выходным сигналом пьезоэлектрического датчика является величина заряда, пропорциональная величине относительного смещения пьезоэлемента, то для согласования используют зарядовые усилители. Такие усилители выполняются по двум основным схемам:

- схема интегрирования заряда, преобразующая заряд, генерируемый пьезопреобразователем, в напряжение. Такой усилитель обладает низким входным сопротивлением, что существенно понижает чувствительность усилителя к входным шумам. Одновременно, низкоомный входной каскад усилителя является большой нагрузкой для пьезоэлемента, что негативно сказывается на чувствительности и амплитудно-частотной характеристике датчика.

- схема усиления напряжения, преобразующая напряжение на электродах чувствительного элемента в напряжение в кабельной линии, и выполняющая согласование между относительно высокоомным входом и низкоомной нагрузкой. Однако высокое входное сопротивление предварительного усилителя повышает уровень шумов в сигнале, для понижения которых требуется монтаж усилителя выполнять максимально близко к чувствительному элементу, вплоть до интегрирования усилителя в корпус датчика.

Основными параметрами усилителей для датчиков АЭ являются:

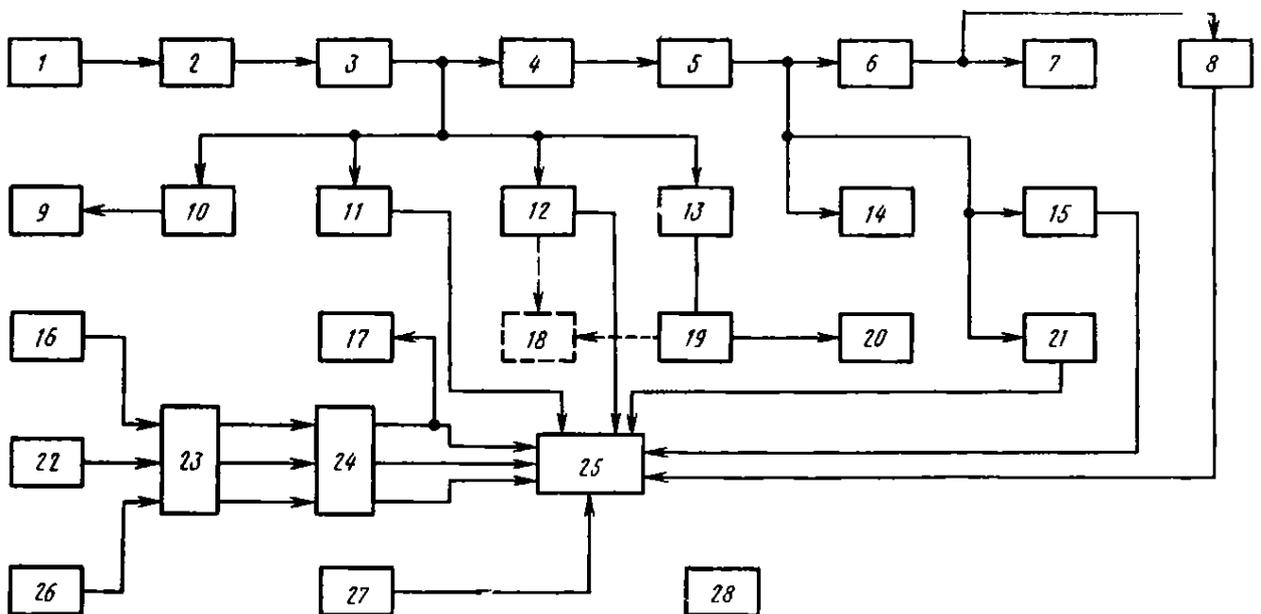
- коэффициент усиления;
- полоса пропускания и характеристики фильтров;

- амплитудный и динамический диапазоны входных и выходных сигналов;
- характеристика и уровень собственных шумов;
- величина напряжения питания и способ подключения источника питания;
- параметры пыле- влаго-защиты, климатического исполнения и устойчивости к внешним воздействиям.

1.3.3. Системы регистрации параметров сигнала АЭ

Системы регистрации сигналов АЭ и вычисление их характеристик прошли путь развития вместе с развитием электронной вычислительной техники. Первые системы регистрации АЭ основывались на аналоговых универсальных анализаторах сигналов, а по мере стандартизации и внедрения систем контроля с применением метода АЭ - разрабатывалась специализированная аппаратура, интегрированная в единый корпус или на базе персонального компьютера.

На рисунке 1.3. показана структурная схема исследовательского комплекса АЭ, предложенная в [2] в середине 70-х годов.



1 — пьезопреобразователь, 2 — предусилитель, 3 — усилитель; 4 — блок фильтров БФ I; 5 — усилитель мощности; 6 — амплитудный дискриминатор; 7 — счетчик импульсов RFT; 8 — интенсиметр; 9 — фоторегистратор; 10 — электронный осциллограф; 11 — детектор эффективных значений; 12 — спектроанализатор; 13 — нормализатор импульсов НИ I; 14 — электронный осциллограф С1-13; 15 — пиковый детектор; 16 — тензопреобразователь нагрузки; 17 — измеритель нагрузки (цифровой вольтметр Ф4202); 18 — фоторегистратор; 19 — анализатор импульсов (АИ-100, АИ 256); 20 — цифровая печатная машинка; 21 — детектор среднего уровня; 22 — емкостный преобразователь деформации; 23 — тензоусилитель; 24 — блок фильтров; 25 — светолучевой осциллограф Н-700; 26 — емкостный преобразователь малых деформаций; 27 — отметчик времени; 28 — блок питания

Рисунок 1.3 – Структурная схема аппаратуры для исследования АЭ [2]

Непосредственно в анализе и регистрации сигналов АЭ задействованы блоки №№ 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 18, 19, 20, 21, конечно для сопряжения такого количества оборудования требовались хорошие навыки не только в области физики и АЭ, но и инженера электронной техники. А, кроме того, даже по текущим ценам, такой набор аппаратуры имеет существенную стоимость.

Применение микроконтроллеров и систем цифровой регистрации сигналов перенесло обработку сигнала АЭ в алгоритмическую программную среду. А современная аппаратура регистрации сигналов АЭ состоит из: модуля (платы) регистрации - это аналого-цифровой преобразователь с набором программируемых усилителей-фильтров и программно-управляемый контроллер или персональный компьютер. Например, 2-х канальный портативный комплекс неразрушающего контроля методом АЭ производства Physical Acoustic Corporation показан на рисунке 1.4 или многоканальный масштабируемый комплекс АЭ на базе промышленного переносного компьютера производства «Интерюнис», рисунок 1.5.



Рисунок 1.4 – 2-х канальный портативный комплекс неразрушающего контроля методом АЭ производства Physical Acoustic Corporation



Рисунок 1.5 – Многоканальный масштабируемый комплекс АЭ на базе промышленного переносного компьютера производства «Интерюнис»

Основным отличием и конкурентным свойством современных АЭ комплексов является программное обеспечение. В программное обеспечение включаются различные модули и подпрограммы: сбора и первичной обработки данных, алгоритмы фильтрации и кластеризации, анализа структурного состояния инспектируемых объектов, подготовки протоколов по результатам испытаний, накопления и пост обработки данных и прочие.

Подробнее обработка цифрового сигнала АЭ алгоритмическими и программными средствами рассмотрена в следующем параграфе.

1.4. Цифровые методы обработки сигнала акустической эмиссии

Действующие нормативные документы [1, 12, 13, 26] содержат лаконичный набор параметров (признаков) сигналов акустической эмиссии, представляя очень узкий набор инструментов для анализа сигнала. Этот набор параметров обусловлен ограниченными возможностями аналоговой аппаратуры, построенной на базе амплитудных компараторов, которые использовались на раннем этапе развития метода АЭ. Оценка АЭ аналоговыми средствами основана на измерении амплитудно-динамических (временных) параметров сигнала: максимальная амплитуда, средняя амплитуда, длительность, время нарастания сигнала, суммарный счет, скорость счета, время прихода дискретного сигнала. Именно этот набор параметров уже более 40 лет позволяет решать задачи обнаружения активных дефектов с точным определением координат дефекта на контролируемом объекте.

При анализе источников АЭ неоднократно обращалось внимание исследователей не только на распределение амплитуд и времен прихода сигналов, но и на частотные свойства сигналов АЭ, т.к. именно частотный состав менее всего подвержен изменениям в упругих средах, которые можно считать линейными по отношению к АЭ волнам. И наряду с амплитудными параметрами, именно спектральная характеристика сигнала несет наиболее устойчивую информацию об источнике и свойствах среды передачи АЭ. Частотный анализ сигнала на аналоговой аппаратуре осуществлялся с помощью последовательных или параллельных анализаторов спектра,

представляющих собой приборы с перенастраиваемым узкополосным фильтром или набором полосовых фильтров соответственно.

Кроме сложности обработки сигнала, с применением аналоговой аппаратуры, возникали проблемы с регистрацией исходного сигнала для повторного анализа уже реализованного испытания. Конечно, возможность широкополосной аналоговой записи на магнитной ленте существовала, но последующая обработка такого сигнала требовала существенных материальных и временных затрат.

Большой прорыв в развитии метода АЭ и обработки сигнала вызван созданием цифровой регистрирующей аппаратуры, компьютерной техники и программно-управляемых микропроцессорных устройств.

Цифровая обработка сигналов (ЦОС) - преобразование сигналов, представленных в цифровой форме. Любой непрерывный (аналоговый) сигнал $s(t)$ может быть подвергнут дискретизации по времени и квантованию по уровню, такое преобразование называется - оцифровкой, то есть сигнал $s(t)$ представлен в цифровой форме $s_i \in \{s_1, s_2, \dots, s_n\}$, где s_i – амплитудное значение сигнала, i – отсчет - дискретное время, n – длина выборки.

В соответствии с теоремой Найквиста, корректной оцифровке поддаются сигналы при условии, что частота дискретизации сигнала F_d не меньше, чем удвоенная наивысшая частота F_{max} в спектре исходного сигнала $s(t)$ [27-29].

Обработка сигналов во временной области широко используется в современной электронной осциллографии и в цифровых осциллографах. Для представления сигналов в частотной области используются цифровые анализаторы спектра. А вычисление времени прихода АЭ события и определение его характеристик, в том числе и характеристики мощности спектральной плотности, выполняется специализированным микроконтроллером, установленном на плате регистрации сигналов.

В настоящее время прогрессируют именно методы цифровой обработки сигнала. Как правило, методы в виде алгоритмов и программного кода разрабатываются и испытываются в универсальных программных средах: LabView, MathLab, С (C++), Python и пр. После успешного испытания на синтетических – специально подготовленных, модельных сигналах и реальных – зарегистрированных в исследуемом объекте, алгоритмы и модули транслируются в программный код для внедрения в

микроконтроллер диагностического комплекса. Или же оформляются в виде отдельного модуля – программного приложения для обработки акустоэмиссионных данных.

Ключевые преимущества цифровой обработки сигнала:

- не требует изменения в аппаратной части при модификации набора или алгоритмов вычисления информативных параметров;
- реализуемость алгоритмов обработки как непосредственно при регистрации, так и в отложенном во времени режиме;
- многократность подходов при обработке уже зарегистрированных данных, позволяет выполнять оптимизацию параметров процедуры, для повышения достоверности результатов.

Направления и задачи применения цифровой обработки в акустической эмиссии:

- алгоритмы и методы определения координат источника сигнала в средах различной конфигурации;
- алгоритмы описания сигнала по различным признакам: амплитудные, энергетические, спектральные, временные; - требующие минимального времени вычисления, для непрерывной *in-situ* обработки большого числа каналов;
- алгоритмы параметрической и геометрической кластеризации – с целью выявления схожести признаков источников АЭ, их расположения, развития и движения в объекте исследования или испытания;
- алгоритмы и методы выделения полезного сигнала и его характеристик из непрерывного шумового потока, анализ сигнала с низким соотношением сигнал / шум;
- алгоритмы детектирования времени прихода сигнала АЭ, в том числе и для сигналов с очень малой амплитудой.

Данный перечень типовых направлений алгоритмов обработки сигнала АЭ является актуальным и для настоящей работы, поэтому им уделено достаточно много места в экспериментальной части данной работы. Более того, по некоторым направлениям были разработаны оригинальные способы обработки сигнала с целью извлечения полезной с материаловедческой точки зрения информации в испытаниях материалов с применением метода АЭ.

Для оценки параметров сигнал представляют либо в амплитудно-временной области или в частотной области. Переход из амплитудно-временной в частотную форму представления сигнала осуществляется через преобразование Фурье. Для

аналитически заданных функций (сигналов) используются уравнения (1.1 и 1.2), а для преобразования цифровых сигналов используется дискретное преобразование Фурье (1.3) [30, 31].

$$F(\omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(t)e^{-i\omega t} dt, \quad (1.1)$$

$$f(t) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} F(\omega)e^{i\omega t} d\omega, \quad (1.2)$$

где $F(\omega)$ – представление сигнала в частотной области;

$f(t)$ – представление сигнала во временной области;

ω - циклическая частота;

t – время.

$$F(n) = \sum_{k=0}^{N-1} f(k) e^{-i2\pi nk/N}, \quad (1.3)$$

также возможно и обратное преобразование Фурье для восстановления амплитудно-временной формы сигнала после выполнения обработки в частотной форме сигнала:

$$f(k) = \frac{1}{N} \sum_{n=0}^{N-1} F(n) e^{i2\pi nk/N}, \quad (1.4)$$

где N — количество значений сигнала, измеренных на интервале времени при прямом преобразовании, или количество компонент спектральной формы для обратного преобразования;

$f(k)$ — для прямого преобразования это измеренные значения сигнала в дискретных временных точках с номерами $k \in [0, 1, \dots, N-1]$, для обратного – это значения амплитуд восстановленного сигнала;

$F(n)$ – комплексная дискретная спектральная функция сигнала, $n \in [0, 1, \dots, N-1]$.

Поскольку результатом преобразования Фурье являются комплексные амплитуды, то по ним можно вычислить амплитуду и фазу гармонической составляющей с определенным номером n :

$|F(n)|$ — амплитуда (вещественная) n -ой синусоидальной гармоники;

$\arg(F(n))$ — фаза n -й синусоидальной гармоники (аргумент комплексного n -ого компонента).

Частота n -ой гармонической составляющей сигнала составляет (n/T) , Гц, где T — период дискретизации входных данных, с. А $T = 1/f_0$, где f_0 – частота дискретизации, Гц.

Однако для применения преобразования Фурье есть ряд допущений, основными из которых являются: ограниченность энергии сигнала на интервале обработки (отсутствие разрывов сигнала с бесконечными амплитудами), стационарность

характеристик на интервале вычисления. Вместе с тем, практически любой сигнал акусто-эмиссионной природы на малых интервалах наблюдения можно считать стационарным с конечной энергией, а вычисление состоятельной оценки энергетически-частотного спектра выполняется с помощью метода периодограмм или оконного сглаживания спектральных функций [32].

В последние годы при обработке сигналов широко используется математический базис представления сигналов с помощью вейвлетов. С его помощью могут обрабатываться нестационарные сигналы, сигналы с разрывами и иными особенностями локально-временного характера [33, 34].

Применение вейвлет преобразования в данной работе будет показано для обнаружения времени детектирования сигнала с крайне низким соотношением сигнал/шум в испытаниях на скрайбирование.

1.5. Выводы по разделу 1

1. Практически все физические процессы, связанные с перестройкой структуры материалов, генерируют акустическую эмиссию, данный факт положен в основу метода АЭ.

2. В течение 20-21 века аппаратура и способы обработки и визуализации параметров акустической эмиссии прошли существенный путь развития и в настоящее время представляют уже сформировавшийся аппаратный инструмент, как для исследователя, так и для испытателя промышленных объектов.

3. Актуальным направлением исследований является выявление и расширение пределов применения метода АЭ с точки зрения практического определения минимальных размеров и количества элементарных детектируемых источников, соответствующих различным процессам перестройки структуры. Существенно расширить предел чувствительности метода можно с помощью применения современных алгоритмов обработки, детектирования сигналов и выделения целевой информационной составляющей из потокового сигнала акустической эмиссии с относительно мощной шумовой компонентой.

2. АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ ПРИ ЛОКАЛИЗОВАННОЙ ДЕФОРМАЦИИ

2.1. Дислокационное скольжение и акустическая эмиссия

Явление акустической эмиссии при деформации материалов описано во многих научных трудах. Наиболее часто метод АЭ применяется для контроля структурных изменений в материале, зарождения и развития микро- и макро-дефектов при деформации.

Для практических нужд метод АЭ уже нашел широкое применение в качестве стандартизованного метода неразрушающего контроля опасных промышленных объектов и оборудования, что стало возможным благодаря его способности регистрировать зарождение и развитие дефектов в виде трещин, расслоений и т.д. В лабораторных условиях метод АЭ применяют для испытаний материалов при вынужденном деформировании с целью получения максимально полной информации о генерации звуковых волн (акустической эмиссии), и поэтому для их регистрации применяют высокочувствительные пьезоэлектрические датчики.

В литературе, можно найти среднюю оценку уровня чувствительности датчика АЭ [35]. Выполним такую оценку для материала с высокой чувствительностью NCE55 ф.Nolias – аналог используемого при регистрации АЭ в экспериментах:

$$D_{min} = \frac{V_{min}}{g_{33}E_x} = \frac{5 \cdot 10^{-6}}{19 \cdot 10^{-3} \cdot 5 \cdot 10^{10}} = 5,3 \cdot 10^{-15} \text{ м}, \quad (2.1)$$

где D_{min} – минимальное детектируемое смещение чувствительной поверхности;

V_{min} – измеряемое значение ЭДС, В, приведенное к выходу преобразователя, не ниже уровня регистрируемых электрических шумов;

g_{33} – коэффициент пьезоэлектрического преобразования, Вм/Н;

E_x – модуль упругости чувствительного элемента, Н/м².

Полученное значение D_{min} на два порядка ниже литературных данных [2], однако указанная керамика позволяет получить относительно широкополосный отклик, что имеет важное значение для спектральной обработки и оценки характеристик сигнала АЭ. Более того, очевидно, что реальная чувствительность датчика еще ниже рассчитанной теоретической чувствительности пьезоэлемента, из-за наличия конструктивных элементов: корпуса и демпфера, а также из-за акустического перехода,

рассеивающего АЭ волны, между объектом и датчиком. Не стоит забывать и об ослаблении акустических волн на пути распространения. Тем не менее, даже такой чувствительности АЭ датчиков, как будет показано ниже, может быть достаточно для регистрации отклика элементарных актов деформации, в зависимости от размера источника, его энергии или скорости и расстояния между преобразователем и источником сигнала.

Оценить величину упругого смещения поверхности D_{surf} , на расстоянии D от дефекта типа дислокационного сегмента движущегося со скоростью v и характерным размером $[n \cdot b \cdot r]$, можно используя формулу 2.2 [5, 8, 35].

$$D_{surf} = \frac{n \cdot b \cdot r \cdot v \cdot C_s^2}{D \cdot C_l^3}, \quad (2.2)$$

где D_{surf} – амплитуда упругого смещения поверхности, м;

n – число дислокаций в сегменте;

b – модуль вектора Бюргерса, м;

r – радиус дислокационной петли, м;

v – скорость дислокации, м/с;

D – расстояние от эпицентра источника дислокаций до датчика (глубина залегания источника), м;

C_s – скорость поперечных акустических волн, м/с;

C_l – скорость продольных акустических волн, м/с.

Так, согласно формуле 2.2, величина регистрируемого смещения поверхности линейно зависит от параметров движущегося дефекта: n , b , r и v , первые три параметра достаточно просты в определении экспериментально, например, на электронном микроскопе высокого разрешения или атомном силовом микроскопе. А для оценки скорости, рассмотрим обратную задачу: зная минимальное упругое смещение поверхности, регистрируемое на уровне шума аппаратуры АЭ (D_{min}), из формулы 2.2 найдем минимально необходимую для регистрации скорость выходящей на свободную поверхность дислокации, размером $[n \cdot b \cdot r]$:

$$v = \frac{D_{min} \cdot D \cdot C_l^3}{n \cdot b \cdot r \cdot C_s^2}. \quad (2.3)$$

Для единичной дислокации, движущейся в меди, оценка скорости составила 42 м/с, в алюминии 48 м/с. Параметры расчета для меди: $n = 1$; $b = 2,56 \cdot 10^{-10}$ м; $r = 5 \cdot 10^{-5}$ м;

$D_{\min} = 5,3 \cdot 10^{-15} \text{ м}$; $C_s = 2260 \text{ м/с}$; $D = 5 \cdot 10^{-3} \text{ м}$; $Cl = 4700 \text{ м/с}$; для алюминия: $n = 1$;
 $b = 2,87 \cdot 10^{-10} \text{ м}$; $r = 5 \cdot 10^{-5} \text{ м}$; $D_{\min} = 5,3 \cdot 10^{-15} \text{ м}$; $C_s = 3130 \text{ м/с}$; $D = 5 \cdot 10^{-3} \text{ м}$; $Cl = 6320 \text{ м/с}$.

Наблюдаемые на поверхности линии сдвига – являются следствием выхода дислокаций на поверхность, причем непосредственно перед этим событием дислокация должна преодолевать приповерхностный слой, условия движения в котором существенно отличаются от условий в сплошном пространстве. С теоретических позиций для определения мгновенной скорости движения дислокации в приповерхностном слое, в первую очередь, следует выбрать модель движения дислокации и советующие допущения, которыми необходимо воспользоваться при формировании уравнения движения.

Рассмотрим движение дислокации в условном полупространстве вязкой среды в направлении к внешней поверхности под действием силы взаимодействия с виртуальным изображением дислокации обратного знака, расположенной симметрично от внешней границы, аналогичное приближение было показано в работе [36]. Запишем уравнение движения 2.4, где слева - сила сопротивления при равномерном движении в вязкой среде, а справа - сила взаимодействия дислокации и ее изображения относительно поверхности [37, 38]:

$$B \frac{dx}{dt} = \frac{\mu b^2}{2\pi} \frac{1}{x}, \quad (2.4)$$

и оценим скорость дислокации $v = dx/dt$, которая обратно пропорциональна расстоянию (глубине расположения) дислокационной линии x до поверхности:

$$x = \frac{\mu b^2}{2\pi} \frac{1}{Bv}, \quad (2.5)$$

где v – скорость дислокации м/с ;

x – глубина движущейся к поверхности дислокации, м ;

μ - модуль сдвига, Па ;

b – вектор Бюргерса, м ;

B – коэффициент вязкого сопротивления, $\text{Па}\cdot\text{с}$.

Рассчитанная по 2.4 скорость для меди и алюминия соответственно составила: 9,5 и 3,3 м/с . Параметры расчета для меди: $\mu = 4,55 \cdot 10^{10} \text{ Па}$; $b = 2,56 \cdot 10^{-10} \text{ м}$; $B = 5 \cdot 10^{-3} \text{ Па}\cdot\text{с}$; $x = 1 \cdot 10^{-8} \text{ м}$; для алюминия: $\mu = 2,55 \cdot 10^{10} \text{ Па}$; $b = 2,87 \cdot 10^{-10} \text{ м}$; $B = 1 \cdot 10^{-2} \text{ Па}\cdot\text{с}$; $x = 1 \cdot 10^{-8} \text{ м}$.

Хотя реальную мгновенную скорость движения дислокации, достаточно сложно оценить экспериментально, тем не менее, в работах [39, 40] продемонстрированы

теоретические и экспериментальные способы оценки скорости движения дислокации в чистых материалах и сплавах и приведены результаты оценки скорости движения дислокаций в широком диапазоне температур и инициирующих сдвиговых напряжений. Для комнатной температуры значения скорости лежат в диапазоне от 5 до 28 м/с, что и для меди, и для алюминия достаточно хорошо согласуется с проведенной выше оценкой. Несомненно, увеличение количества дислокаций в одном пакете (полосе скольжения) до 10-50 штук, как это будет показано ниже при исследовании линий скольжения на поверхности образцов (см. раздел 3.3), должно приводить к пропорциональному увеличению амплитуды отклика сигнала АЭ, т.е. гарантированно будет зарегистрирована современной аппаратурой.

Таким образом, вероятность детектирования единичного дислокационного сегмента методом акустической эмиссии достаточно высока. Поскольку на практике испытанию материалов на сжатие/растяжение подвергают массивные (плоские или цилиндрические) образцы, то в таких условиях практически невозможно инициировать движение отдельных дислокаций (т.к. под напряжением находится весь объем материала) и уже в самом начале нагружения происходит массовое дислокационное скольжение во всем объеме образца. Поэтому для реализации единичного дислокационного скольжения необходимо либо образец деформировать локально, либо проводить испытания микро-образцов с применением микроманипуляторов и наблюдением за деформацией посредством электронной микроскопии.

2.1.1. Выводы по разделу 2.1

1. При выходе на поверхность дислокационного сегмента возникает волна упругих напряжений, которая вызывает смещение чувствительной поверхности пьезоэлемента на величину, достаточную для ее надежного детектирования.

2. Для меди и алюминия проведенный расчет скорости движения дислокации вблизи поверхности с учетом силы изображения дал результаты, хорошо согласующиеся с литературными экспериментальными данными.

3. Для проверки чувствительности метода АЭ к детектированию сигнала, создаваемому при движении единичного дислокационного сегмента, необходимо

провести испытание с сильной локализацией деформации для создания единичных дислокационных актов скольжения в кристаллическом материале.

2.2. Создание локализованного напряжения и деформации при индентировании и скрайбировании

Индентирование – метод механического испытания материала, в котором выполняется вдавливание более твердого, чем испытываемый материал, индентора в поверхность изучаемого образца. Индентор – инструмент, обладающий известными механическими свойствами: формой, модулем упругости и т. д. При индентировании задаются конечные значения параметров и регистрируются: сила (вес), прикладываемая к индентору, глубина внедрения индентора в поверхность образца, время нагружения, выдержки и разгрузки.

Скрайбирование (склерометрия, скрэтч-тест) – метод оценки механических свойств материалов путем нанесения царапины на изучаемый образец твердым индентором, обладающего известными механическими свойствами: формой, модулем упругости и т. д., с заданным усилием, прикладываемым к индентору в направлении перпендикулярном поверхности испытываемого образца. При выполнении склерометрии помимо параметров индентирования регистрируется касательная сила, приложенная к индентору.

В задачах исследования механических свойств материалов используются твердые инденторы, изготавливаемые из натуральных или синтетических алмазов и твердых сплавов с высоким модулем упругости. Важное значение имеет форма индентора, перечислим некоторые стандартные типы: пирамидальные и конические (Виккерс, Беркович, Кнупп, угол куба, Роквелл, и прочие с малым радиусом вершины), сферические (для выполнения испытания на твердость по методу Бриннеля).

При применении пирамидальных инденторов метод индентирования является методом высокой локальности, т.к. радиус сопряжения плоских граней на новых инденторах менее 10 нм. Благодаря этому, методы индентирования и наноиндентирования используются для оценки механических свойств отдельных металлографических элементов: зерен, включений, границ и пр.

По мере внедрения индентора площадь проекции материала под индентором может быть от $2,6 h$ (для вершины куба) до $25,5 h$ (для индентора Виккерса) в зависимости от типа индентора, где h – глубина внедрения индентора. Несомненно, площадь деформируемого под воздействием индентора материала несколько больше площади проекции внедренного индентора, т.к. поле механического напряжения распространяется существенно дальше непосредственно контактирующей поверхности. Данной теме посвящены труды многих авторов (контактные задачи Герца и пр. [41-43], измерение твердости и прочее, механические параметры при индентировании Оливер и Фар и скрайбировании Тэйбор [44, 45]). Оценка полей напряжения и деформаций выполнялись в работах Головина, Булычева, Сарычева [46-48].

Для выполнения локализованного деформирования методами индентирования необходимо выбрать инструмент и оценить параметры, с использованием которых выполняется воздействие на материал:

1. Тип (форма) индентора. Оценить локальность, объем материала, подвергающийся деформированию под индентором.
2. Описать режимы вертикального внедрения индентора.
3. Оценить средние скорости деформации при индентировании и склерометрировании, пределы их вариаций.

2.2.1. О выборе типа индентора

Аспекты выбора формы индентора для испытаний методами индентирования рассмотрены в [47]. Для оценки акустоэмиссионного отклика большой интерес представляют деформационные механизмы, которые можно наблюдать на поверхности образца, поэтому выбор типа индентора следует произаодить исходя из выполнения условий: при минимальной глубине внедрения должна реализовываться пластическая деформация большей площади образца. Такому условию при малых нагрузках соответствуют формы индентора с большим углом при вершине, инденторы типа: Виккерса и Берковича. Условие малых нагрузок для пластичных материалов (медь, алюминий составляет до 20-50Н), а точнее, малых глубин внедрения обусловлено малым размером твердого (алмазного) остря индентора, а при большем внедрении наблюдается искажение формы отпечатка из-за внедрения держателя (оснастки). Таких

нагрузок достаточно для оценки свойств отдельных кристаллитов (зерен) и граничных областей. Если необходимо выполнять внедрение на большую глубину (до 1мм, при нагрузке до 1000Н) для формирования большего объема пластически деформированного материала, то можно использовать твердосплавные инденторы конической (Роквелл) и сферической формы.

Однако при склерометрировании угол наклона поверхности индентора по направлению нанесения следа более существенен, т.к. при большей величине угла наблюдается переход от пластического течения материала под индентором к отрыву пластов (кусков, чипов) и переход к макро сдвигам с отрывом и резанию материала [49]. Поэтому для склерометрических испытаний применялись инденторы с максимальным углом при вершине, типа: Берковича, Виккерса, при ориентации индентора гранью по направлению движения.

2.2.2. О выборе режима вертикального нагружения индентора при внедрении

Существенным аспектом является выбор режима индентирования, т.к. именно это обеспечивает параметры скорости пластической деформации под индентором при вертикальном внедрении.

В литературе [47] рассматриваются два режима: режим «мягкой» машины, при котором задается скорость нагружения ($dP/dt = const$) и режим «жесткой» машины при котором задается скорость деформации ($d\varepsilon/dt = const$).

Режим «мягкой» машины, реализован на большинстве систем микро- и макро-индентирования, в виду достаточно тривиальной конструкции нагружающего привода с обратной связью и линейным законом нагружения. Усредненная скорость деформации может быть оценена пост-фактум по данным перемещения индентора, зарегистрированным при испытании. На практике такой режим может быть реализован при задании постоянной скорости внедрения индентора ($dh/dt = const$) до достижения граничной нагрузки (P_{max}). Этот режим испытания позволяет на различных сплавах создать идентичный профиль скорости деформации от начала испытания. Т.о. на начальных этапах нагружения есть возможность сравнения АЭ отклика на образцах различных сплавов и материалов, т.к. от начала испытания происходит деформирование

материала эквивалентного объема с эквивалентной динамической скоростью деформации.

Режим «жесткой» машины, реализуется при задании функции нагружения $(dP/dt)/P = const$, что достаточно сложно реализовать при макро- и микро-индентировании т.к. нагрузка должна экспоненциально возрастать, что трудно выполнимо при использовании шагового электромеханического привода с малым динамическим диапазоном системы электропривода. В данной работе режим «жесткой» машины не был реализован.

2.2.3. Оценка скорости деформации

При выполнении индентирования область пластической деформации материала очень неоднородна, а распределение полей деформации и напряжений в области под индентором показано в работах [44, 46-55]. Изучение деформации, вызванной внедрением индентора, достаточно сложное направление современного материаловедения, т.к. при индентировании реальных материалов сказываются различные факторы: анизотропия, механизмы упрочнения, размер зерна и границы зерен и пр. Скорость деформации осредненной по объему пластически деформируемого материала определяется соотношением:

$$\dot{\epsilon} = f(dh/dt)/h \sim (dh/dt)/h \sim 0.5(dP/dt)/P, \quad (2.6)$$

где f – функция, учитывающая скоростную зависимость деформации материала [56].

Данная формула справедлива для идеального индентора пирамидальной или конической формы, однако на практике вершина индентора имеет форму близкую к сферической. Поэтому указанное уравнение действительно при глубине внедрения более нескольких десятков-сотен нанометров, т.е. применима для оценки деформации при макро-индентировании [47, 57].

Для оценки скорости деформации при макро-индентировании со скоростями перемещения индентора 10мкм/с и 20мкм/с по формуле 2.6 было выполнено моделирование при следующих условиях испытания: длительность испытания – до 60 секунд, глубина внедрения – более 10 мкм. Результаты вычислений показаны на диаграмме, рисунок 2.1.

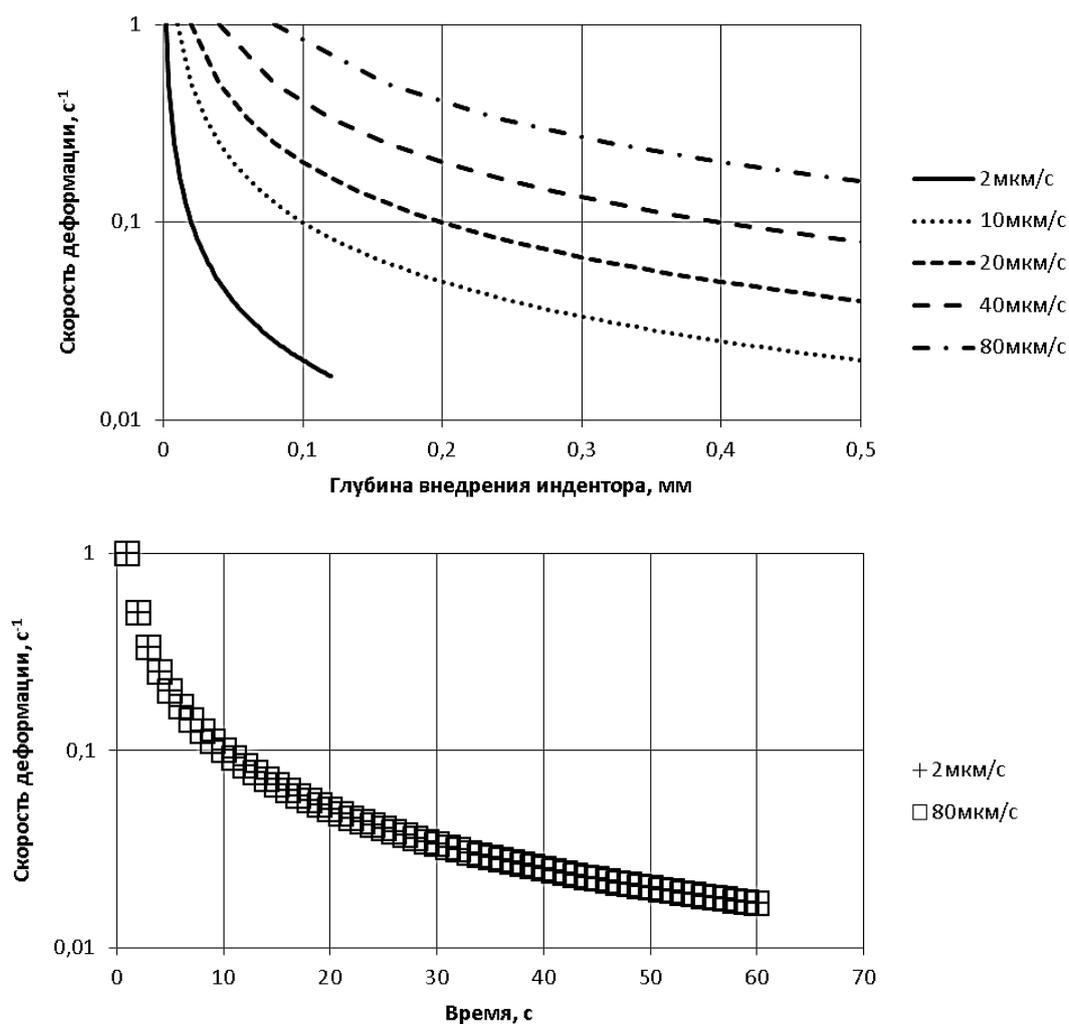


Рисунок 2.1 – Диаграммы изменения средней скорости деформации в области индентирования, при внедрении идеального конического или пирамидального индентора, в зависимости от глубины внедрения индентора – сверху, в зависимости от времени испытания – снизу

Для оценки скорости деформации при начальном внедрении сферического индентора применяется формула [47, 58]:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{dh/dt}{2 \cdot \sqrt{h \cdot R}}, \quad (2.7)$$

где h – глубина внедрения индентора,

R – радиус острия индентора.

Инвариантность к скорости внедрения индентора при использовании сферического индентора не наблюдается, показано на рисунке 2.2.

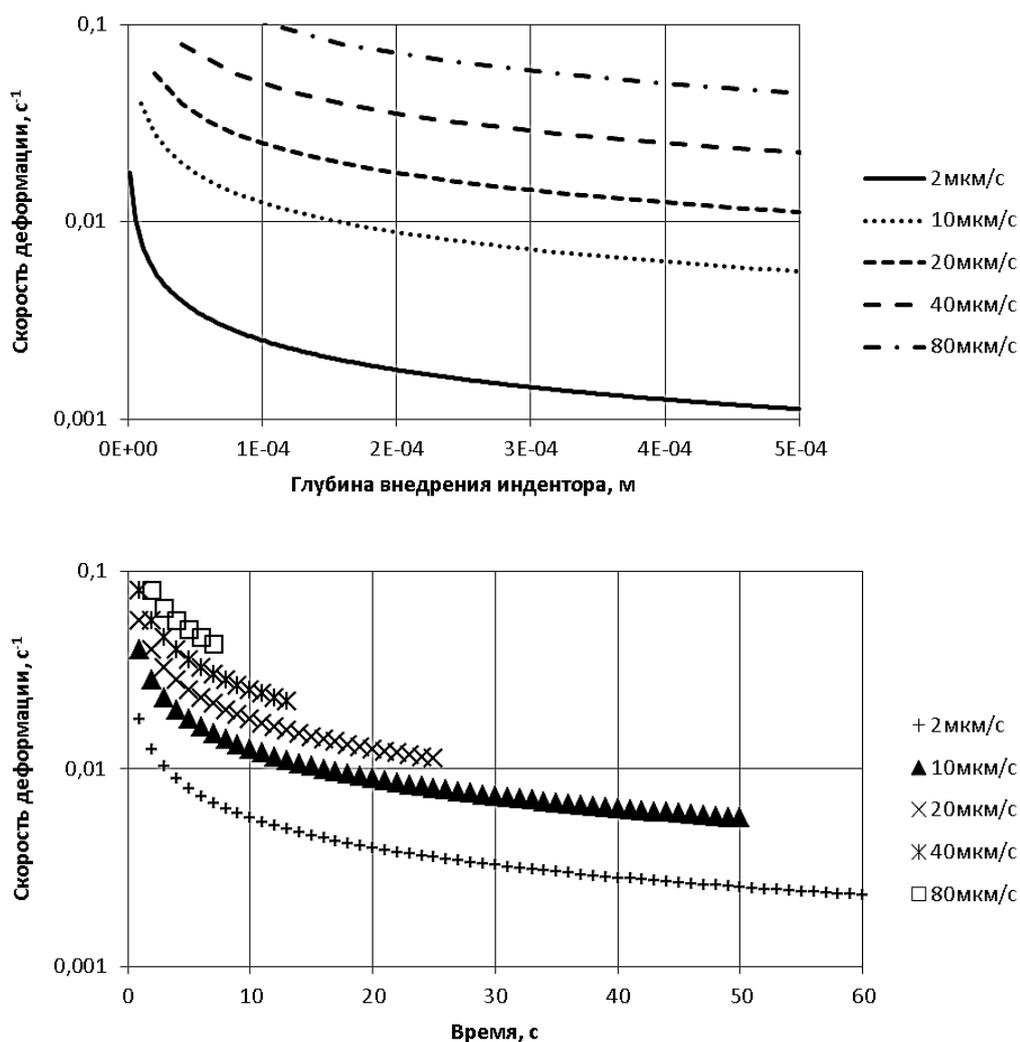


Рисунок 2.2 – Диаграммы изменения средней скорости деформации в области индентирования, при внедрении сферического индентора ($R=1,588\text{мм}$), в зависимости от глубины внедрения индентора – сверху, в зависимости от времени испытания – снизу

Скорость деформации при скрайбировании оценивалась из уравнения:

$$\dot{\epsilon} = \frac{v}{h}, \quad (2.8)$$

где v – скорость латерального (в плоскости поверхности образца) перемещения индентора;

h – глубина внедрения индентора.

Оценка средней скорости деформации представлена на рисунке 2.3.

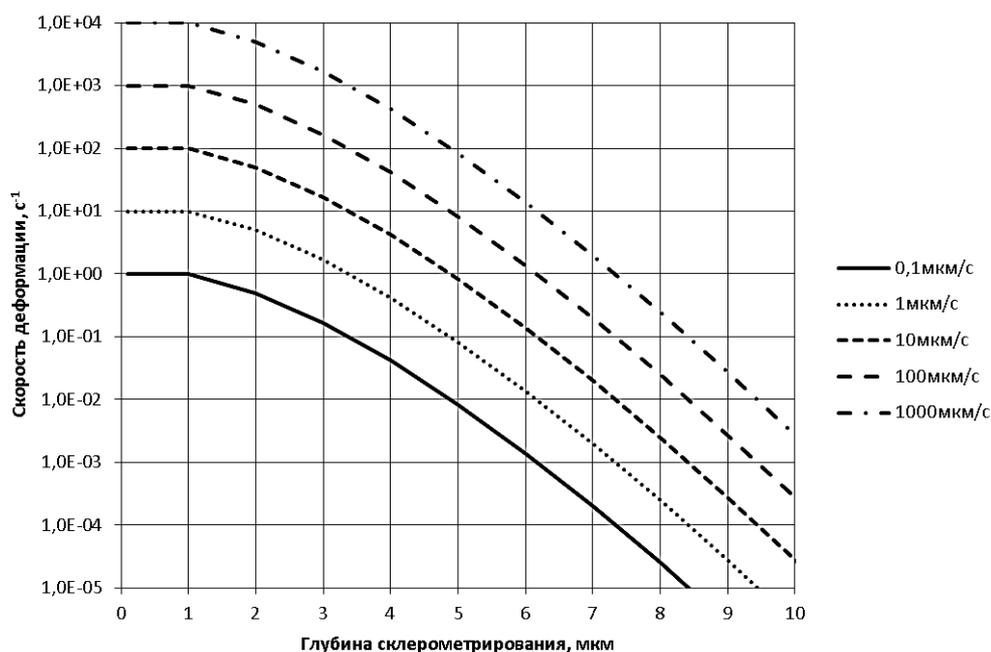


Рисунок 2.3 – Диаграммы изменения средней скорости деформации при скрайбировании в зависимости от глубины внедрения и скорости латерального смещения индентора

Методы инструментального индентирования и склерометрии позволяют с высокой точностью оценивать величину энергии, затрачиваемой на протекание пластической деформации, что весьма важно при оценке энергетических параметров и поиска корреляционных зависимостей между процессом деформации и сигналами акустической эмиссии. Оценка акустоэмиссионного отклика при движении единичного дефекта (дислокация или двойникование) является актуальной задачей настоящего исследования, однако сформировать и зарегистрировать единичный скачок дислокации довольно сложно. В данной работе была предпринята попытка активации дефектов в малом объеме путем создания контролируемой деформации в локализованном объеме материала при индентировании и скрайбировании.

2.2.4. Выводы по разделу 2.2

1. При выполнении испытаний острым индентором вызываемая локализованная деформация хорошо контролируется с использованием параметров: область индентирования, объем деформируемого материала, средняя скорость деформации.

2. При испытании пирамидальными и коническими инденторами скорость деформации в макро- области составляет от $\sim 1 \cdot 10^1$ вначале индентирования до $\sim 1 \cdot 10^{-2}$ в конце внедрения. Средняя скорость деформации пренебрежимо мало зависит от скорости внедрения пирамидального индентора, но для сферического индентора такая зависимость существенна.

3. При индентировании в микро- и нано- режимах скорость деформации вначале испытания существенно выше и может достигать $\sim 1 \cdot 10^3$ и $\sim 1 \cdot 10^5$ соответственно.

4. Склерометрирование позволяет выполнять испытание с контролем скорости деформации путем выбора глубины внедрения индентора и скорости латерального перемещения. Но основными преимуществами являются: постоянство скорости в процессе испытания, при условии однородности свойств испытуемого материала; выбор длительности испытания.

2.3. Прогрессивные методы детектирования сигналов акустической эмиссии

Системы регистрации сигналов акустической эмиссии за тридцать лет существенно изменились, следуя за развитием электроники. Наиболее значимые, или даже революционные, изменения в системах регистрации АЭ произошли с применением широкополосной цифровой аппаратуры регистрации и обработки сигнала.

В общем случае источник и сигнал АЭ относится к нестационарным сигналам со сплошным спектром в широкой полосе частот от единиц Гц до нескольких десятков МГц. Однако от источника до приемника сигнал АЭ претерпевает ряд воздействий: среда распространения, трансформация – на переходах и границах, преобразование в датчике, которые изменяют (искажают) сигнал. В общем виде в литературе приводят математическую запись функции регистрируемого сигнала АЭ, как:

$$Y(t) = A(t) * E(t), \quad (2.9)$$

где Y – регистрируемый сигнал;

A – функция источника акустической эмиссии;

E – передаточная функция среды от источника до регистрирующего устройства.

Выбор алгоритма оценки параметров сигнала АЭ, который зависит от решаемой задачи и вида регистрируемого сигнала, должен быть выбран исследователем или оператором, выполняющим АЭ контроль или испытание. В нормативных документах [1,

12, 13, 26] описаны термины и ключевые измеряемые параметры при регистрации АЭ. Но стандартные методики надежно работают для источников АЭ, сигнал которых регистрируется с существенным (не менее 3-6 дБ) превышением уровня окружающего шума и электрического шума, регистрируемого аппаратурой АЭ.

При испытании объемных образцов материала на растяжение/сжатие, вследствие большого объема деформируемого материала и площади внешней поверхности генерируется высокоамплитудная акустическая эмиссия. Однако, при использовании локализованного воздействия индентором на материал деформации подвергается малый объем материала, приводя к АЭ малой амплитуды.

Как уже было показано, чувствительность пьезоэлектрического датчика АЭ – достаточная для формирования электрического отклика от смещения на поверхности образца. А применение малощумящих усилителей позволяют усилить сигнал, до амплитуды соответствующей входному диапазону регистрирующей аппаратуры. Однако есть ряд эффектов, снижающих чувствительность АЭ системы и повышающих зашумленность сигнала, например, чувствительный элемент датчика имеет некоторую площадь чувствительной поверхности. Следовательно проявляется апертурный эффект при прохождении волны, а применение аппаратуры с низким уровнем собственных шумов не в полной мере исключают влияние шума. Также, большой коэффициент усиления, более 1000 (60dB), по напряжению существенно усиливают тепловые шумы чувствительного элемента и входных каскадов усилителя. Поэтому приходится использовать способы цифровой пост-обработки сигнала с целью детектирования сигнала с минимальным соотношением сигнал-шум, выделяя параметры сигнала, соответствующие деформационным событиям.

2.3.1. Описание процедур оценки параметров сигнала и детектирования

Испытания первоначально включают проверку содержательности АЭ сигнала, т.е. после выполнения пробных испытаний необходимо убедиться, что сигнал содержит целевую АЭ информацию, отличающуюся от шумового сигнала и от сигнала работающего активного (нагружающего) устройства.

В ранних сериях испытаний материалов применялся метод амплитудного порога для детектирования АЭ сигналов. Пороговый метод детектирования АЭ является

общепринятым и регламентированным для выполнения испытаний с целью определения промышленной безопасности оборудования. Алгоритм детектирования достаточно прост и реализуем на различных уровнях аппаратуры и программного обеспечения, регистрация события происходит при превышении амплитуды сигнала $u(t)$, заранее установленного порогового уровня $U_{пор}$. Детектированный сигнал регистрируется, т.е. определяются его параметры на некотором интервале времени T , или длине выборки N (кадр или фрейм), с последующим сохранением цифровой записи сигнала для дальнейшей обработки. При исследовании материалов, как и при технической диагностике, используются правила исключения шумовых источников: «Все шумы должны быть идентифицированы, минимизированы, должны быть зарегистрированы их параметры. После проведения настройки аппаратуры и до выполнения рабочего испытания в течение 15 мин проверяется шумовой фон, который должен быть ниже установленного порогового уровня. При регистрации шумов, уровень которых превышает порог, источник шумов должен быть исключен, либо должно быть остановлено испытание» [13]. Однако анализ сигнала не ограничен параметрами, перечисленными в [10, 13, 59].

Основные параметры сигнала АЭ, используемые при испытании материалов:

- Пиковая амплитуда и амплитудное распределение;
- Среднее квадратичное значение амплитуды на интервале;
- Энергия (или мощность) сигнала;
- Спектральная характеристика (состав) – спектральная плотность мощности;
- Медианная частота спектральной характеристики и прочие.

Перечисленные параметры являются ключевыми для выполнения данной работы, однако их следует отличать от параметров АЭ, используемых при контроле и диагностике технологических конструкций, где помимо амплитудного параметра применяются оценка временных параметров, например, время нарастания, время пика и длительность – по отношению к дискретным сигналам. Фактическая оценка времени прихода детектированного АЭ события является качественным признаком срабатывания источника АЭ, в отличие от анализа частотно-временных параметров событий, которые характеризуют сам источник, трансформацию среды распространения и источника сигнала АЭ.

Как правило, испытание материалов с применением метода АЭ выполняется на специально подготовленных установках, с минимальным уровнем механических шумов и электрических помех, что позволяет оценивать сигнал на уровне собственных шумов аппаратуры АЭ, что часто приводит к отказу от аппаратного порогового метода детектирования сигналов. Однако для выделения целевой информации из сигнала применяются различные процедуры обработки сигнала.

2.3.2. Процедура шумоподавления «Spectral Noise Gate»

В настоящей работе, для анализа потоков слабых АЭ сигналов, была адаптирована процедура фильтрации, известная как “Noise Gating”. Данный метод широко применяется для обработки звуковых рядов с целью снижения фонового шума в телефонии или музыкальной индустрии, и не получал широкого распространения для обработки сигналов с высокой частотой дискретизации [60]. А для обработки акустической эмиссии этот алгоритм является новым и не применялся ранее из-за большой вычислительной нагрузки, которая требуется для восстановления амплитудно-динамической формы сигнала. Данный алгоритм требует не только вычисления спектра сигнала (прямого преобразования Фурье), но и обратное преобразование - восстановление сигнала в амплитудно-динамическую форму.

Алгоритм эффективного шумоподавления основан на методах «Noise Gate» и «Spectral Noise Gating». Ключевым моментом указанных методов является предварительное изучение характеристик шумового сигнала, с последующим ослаблением, возможно, до полного исключения, в анализируемом сигнале амплитудных составляющих во временной или спектральной области, относящихся к шуму. При уменьшении шума со спектральной обработкой для исходного временного ряда, алгоритм вычисляет частотный спектр скользящим кадром (фреймом) размером от 0,25 кСлов до 16 кСлов, вдоль всего анализируемого сигнала. Затем, спектральные компоненты, которые не выше, чем их средние уровни в статистическом спектральном образе шумового сигнала, ослабляются. Наилучший результат шумоподавления при обработке по данному алгоритму достигается для источников, проявляющих гармоническую резонансную природу, например, у пьезоэлектрического датчика акустической эмиссии.

Непосредственно использование алгоритма спектрального шумоподавления можно сформулировать в следующих этапах обработки:

А. Измеряется статистический спектральный образ шумового сигнала. Для каждого фрагмента сигнала, вычисляется преобразования Фурье (2.10), и рассчитывается спектральная плотность мощности G (2.11) в широкой полосе частот от 0 Гц до $0.5F_d$, где F_d – частота дискретизации.

$$F(\omega) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\infty} x(t)e^{-i\omega t} dt \quad (2.10)$$

$$G = \frac{1}{T} \int_{-\infty}^{\infty} x^2(t)dt = \frac{1}{T} \int_{-\infty}^{\infty} |F(\omega)|^2 d\omega \quad (2.11)$$

Б. Шумоподавление. Проверяется условие для каждой полосы частот: если амплитуда спектральной составляющей превышает порог, то амплитуда спектральной составляющей сигнала сохраняется, в противном случае применяется подавление (от -6дБ до -100дБ) шумовой компоненты.

В. Сглаживание спектра, очищенного от шумовых спектральных компонент, выполняется прямоугольным окном, с целью устранения разрывов (точек непрерывности) спектральной функции после подавления шумовых компонент.

Г. Восстановление сигнала. К сглаженному спектру обработанного сигнала применяется обратное преобразование Фурье, с последующим сглаживанием амплитудно-динамической формы сигнала плавающим окном.

Д. Детектирование времени прихода амплитудным пороговым методом. Непрерывный обработанный сигнал собирается из фрагментов, полученных в ходе непрерывной «бегущей» обработки сигнала, с помощью перекрытия от 10% до 50% размера окна.

Любое Фурье-преобразование реального (не синтетического) сигнала в основе алгоритма шумоподавления будет иметь некоторые артефакты, например, «щелчки» или «дребезг», вызванные, например, эффектом “утекания” энергии в боковые лепестки из-за конечности выборки, на которой вычислялось преобразование Фурье, или с применением порога дискриминации подавляемых частотных компонент, или с медленной нестационарностью в характеристиках шума. Но обычно амплитуда таких артефактов меньше, чем амплитуда исходного шума. Недостатки данного алгоритма в

виде артефактов, возникающих после обработки, практически, не влияют на дальнейший амплитудно-временной анализ сигналов.

Результаты применения алгоритма шумоподавления при обработке и анализе сигнала АЭ отражены в наших работах [61-65].

2.3.3. Процедура детектирования момента прихода сигнала на основе вейвлет преобразования «Phase Picker»

В настоящей работе, разработана и апробирована новая процедура детектирования сигнала на основе Вейвлет-преобразования, названная «Phase Picker». Вейвлет-преобразование (ВП), как в непрерывной (НВП), так и в дискретной (ДВП) форме, является популярным и мощным инструментом для анализа нестационарных данных. Оно широко применяется для анализа АЭ, подавления шума [66-68] и локации источника [69, 70]. Привлекательность данного метода заключается не только в его способности осуществлять временную локализацию, но и в возможности выполнения мульти-масштабного анализа, что открывает новые возможности решения таких сложных задач, как модальный анализ, характеристический анализ источника и т.д. [67, 71, 72]. Прежде чем описывать алгоритм детектирования шума, следует вспомнить важные свойства ВП и его возможности подавления шума, вейвлет-сжатие и дискриминационное сжатие [73].

С целью повышения надежности обнаружения и детектирования сигналов малой амплитуды и повышения точности локации слабых источников АЭ, возможно использовать частотно-временной подход, основанный на:

- временной когерентности сигнала АЭ;
- резонансной природе датчиков АЭ;
- подавлении шумов методом вейвлет-дискриминации.

При большом отношении сигнал/шум хорошо работают традиционные пороговые методы, но этого явно мало для выявления малоамплитудных сигналов, например, от элементарных и единичных событий пластической деформации. Проблема состоит в нахождении сигнала в сильно зашумленном временном ряду и определении точного положения. Иными словами, нужно динамически оценивать разницу между фоновым шумом и полезным сигналом АЭ, что позволяет автоматизировать

дискриминацию шума на основе параметров, характеризующих его статистические свойства. Фильтрация на основе вейвлет-дискриминации хорошо известна в классе методов шумоподавления, которые показали себя гораздо более надежными, чем обычная фильтрация в Фурье области [73]. Однако специфика обработки АЭ сигнала заключается в том, что пьезоэлектрические АЭ датчики имеют максимумы чувствительности на резонансных частотах преобразователя (их может быть довольно много). Мульти-резонансный отклик датчика позволяет ожидать полезный сигнал в определенных частотных диапазонах и, следовательно, можно построить более надежный алгоритм детектирования при выборе блока порогов коэффициентов вейвлет-фильтрации в сочетании с характеристикой преобразователя. Более того, учитывая особенность хорошей временной локализации (т.е. точного разрешения по времени), анализ на основе вейвлет-преобразования способен определять фазу (момент появления сигнала) с небольшой погрешностью даже в случае низкого отношения сигнал/шум.

Стратегическая идея заключается в следующем: коэффициент вейвлет-преобразования относится или не относится к шуму не только в зависимости от его величины, но и от значений определенного числа соседних коэффициентов, т.е. от временной когерентности. Предложенный алгоритм «Phase Picker» оценивает, насколько большим является временной интервал когерентности с учетом реальной АЧХ датчиков АЭ. Алгоритм объединяет полученную длину когерентности со свойствами локальности вейвлет-преобразования и позволяет увеличить точность определения времени прихода АЭ сигнала по сравнению с обычным пороговым методом для сигналов с малым отношением сигнал/шум.

Для целей данной работы, мы ограничимся стратегией зависимых блоков (Neighbours или «NeighBlock» согласно Cai [73]), так как она является одной из наиболее успешных с точки зрения эффективности подавления шума, среди работ, которые были созданы после [74], хотя, потенциально, другие блоковые ВП и методы подавления шума могут быть тоже использованы.

Формально алгоритм состоит из следующих шагов:

- А. Аппроксимация амплитудно-частотной характеристики датчика и определение минимального времени нарастания переднего фронта полезного сигнала.
- Б. Оценка размера фрагмента анализируемого сигнала и изучение ключевых пороговых характеристик детектирования относительно измеренного времени

нарастания путем вычисления вейвлет коэффициентов на определенных масштабах разложения, соответствующих временам, вычисленным по п.1.

В. Вычисление последовательности вероятностей присутствия сигнала в исходном потоке, нормализация непрерывного числового ряда коэффициентов вейвлет разложения.

Г. Определение амплитудным способом положений больших вероятностей, данное положение является временем прихода сигнала.

Основные свойства вейвлет преобразования.

Основные свойства вейвлет преобразования, используемые в данном алгоритме, подробно рассмотрены в [73, 75, 76]. Рассмотрим ортонормированный вейвлет базис, где Ψ обозначает базисную функцию с компактным ядром, функция Ψ - называется функцией вейвлет или материнским вейвлетом. Любая функция $y(t)$ может быть представлена в виде ряда:

$$y(t) = \sum_{m \in Z} \sum_{n \in Z} F[m, n] \cdot \Psi_{m,n}(t), \quad (2.12)$$

где $F[m, n]$ - коэффициенты вейвлет разложения, и могут быть вычислены:

$$F[m, n] = \langle y(t), \Psi_{m,n}(t) \rangle = \int_R y(t) \Psi_{m,n}(t) dt, \quad (2.13)$$

$$m, n \in Z$$

где m – масштабный коэффициент;

n – коэффициент положения или смещения;

$$\Psi_{m,n}(t) = 2^{-\frac{m}{2}} \Psi(2^{-m}t - n). \quad (2.14)$$

Уравнения (2.12) и (2.13) являются формулами прямого и обратного вейвлет преобразования, а уравнение (2.14) – является уравнением базисной функции.

Вейвлет преобразование имеет высокое разрешение по оси времени или положения. Например, при локализации сигнала в исходном числовом ряду $y(t)$ в момент времени t_0 . При выборе базовой вейвлет функции $\Psi(t)$ имеет компактное ядро в интервале $[-n_1, +n_2]$. Таким образом, в масштабе m все вейвлет коэффициенты индекса n , удовлетворяющие условию:

$$2^{-m}t_0 - n_2 \leq n \leq 2^{-m}t_0 + n_1, \quad (2.15)$$

Таким образом, временная локализация определяется как набор коэффициентов, удовлетворяющих уравнению (2.15), на каждом масштабе m . Графическое представление временной локализации вейвлет-преобразования приведено на рисунке

2.4, где черные точки обозначают весовые вейвлет коэффициенты в анализируемом сигнале.

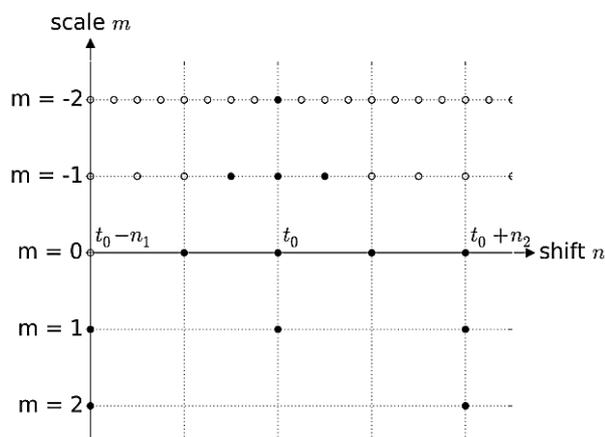


Рисунок 2.4 – Временная (пространственная) локализация значащих вейвлет коэффициентов. Масштаб материнского вейвлета (Scale), m ; Сдвиг во времени(пространстве) (Shift), n

Учет амплитудно-частотной характеристики преобразователя акустической эмиссии (датчика)

Спектральный состав регистрируемых сигналов АЭ ограничен различными факторами, как например параметрами аналоговой цепи регистрации сигнала и амплитудно-частотной характеристикой датчика. В современных системах аналоговыми элементами обработки и передачи сигнала являются: усилители, частотные фильтры и кабели, которые проектируются по требованиям широкополосной аппаратуры, таким образом, что в измерительной полосе частот неравномерность частотной характеристики минимальна. Однако наиболее неравномерной частотной характеристикой обладает отклик пьезоэлектрического датчика, который является определяющим элементом полосы частот пропускания (преобразования) всей аналоговой цепи регистрации сигнала АЭ. Из этого следует, что от максимальной частоты амплитудно-частотной характеристики датчика зависит минимальная длительность сигнала, который может быть зарегистрирован с помощью такого преобразователя. Т.о. важно знать именно амплитудно-частотную характеристику используемого пьезоэлектрического преобразователя для точного детектирования времени прихода самых коротких сигналов. Оценка характеристики преобразования датчиков АЭ не поддается аналитическому описанию, т.к. на нее влияют не только

характеристики чувствительного элемента, но и элементы конструктивного исполнения преобразователя, лицевая мембрана, волновод, корпус, контактная среда и пр. Несмотря на встречающиеся в литературе расчетные формулы рабочих частот пьезоэлементов, характеристика реального преобразователя может быть определена более точно, путем измерения частотного отклика выходного сигнала для определенного типа волн (рисунок 2.5.), который можно использовать для математической модели – функции чувствительности преобразователя. В данной работе характеристикой датчика АЭ является «минимальное» время нарастания сигнала t_r (время реакции), которое можно зарегистрировать на выходе датчика. Наиболее чувствительные преобразователи АЭ построены на пьезоэлектрическом чувствительном элементе, что дает им резонансную или мульти-резонансную амплитудно-частотную характеристику [26]. Сначала рассмотрим датчик с единичным резонансом, для которого частотная характеристика может быть аппроксимирована функцией Гаусса $|H(\omega)| = e^{-\frac{\omega^2}{\sigma^2}}$, где ω - угловая частота, а $\sigma > 0$ является константой, которая характеризует ширину BW полосы пропускания на уровне -3дБ от пика амплитуды частотной характеристики. Приближенную оценку времени нарастания сигнала до максимума можно найти из выражения:

$$t_r \approx \frac{0.35}{BW}. \quad (2.16)$$

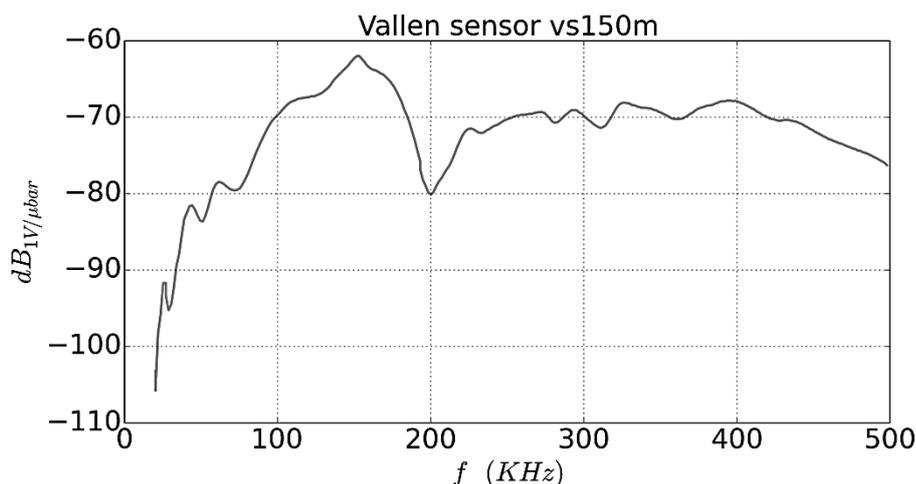


Рисунок 2.5 – Характеристика чувствительности $dB(f)$ датчика для определенного типа волн

Следующий шаг - это обобщение вычисления t_r в случае мульти-резонансной системы, когда простая функция Гаусса не может адекватно описать характеристику преобразователя.

Для случая мульти-резонансной характеристики датчика подберем набор хорошо локализованных (в частотной области) гауссовых функций $S_g = \{g_i(\mu_i, \sigma_i), i=1, \dots, n\}$, где i - соответствует индексу резонанса, а μ_i и σ_i - среднее значение и стандартное отклонение для i -функции Гаусса g_i , соответственно. На рисунке 2.6. показан отклик датчика VS150M производства Vallen Systeme GmbH, на котором для сравнения показаны функции аппроксимирующие резонансы. На рисунке 2.7. показан более сложный пример аппроксимации частотной характеристики датчика фирмы Physical Acoustic Corporation типа PICO.

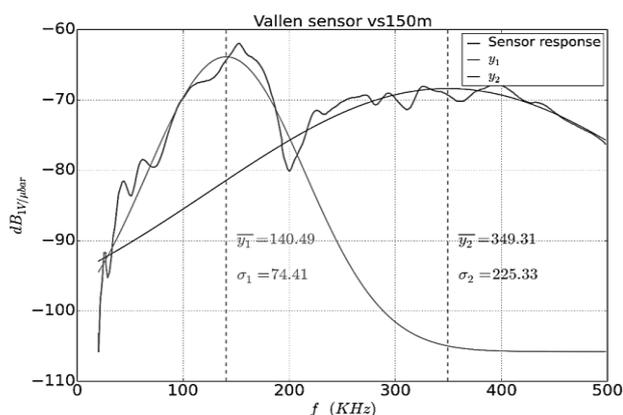


Рисунок 2.6 – Амплитудно-частотная характеристика датчика Vallen-Systeme и функции аппроксимации резонансных пиков

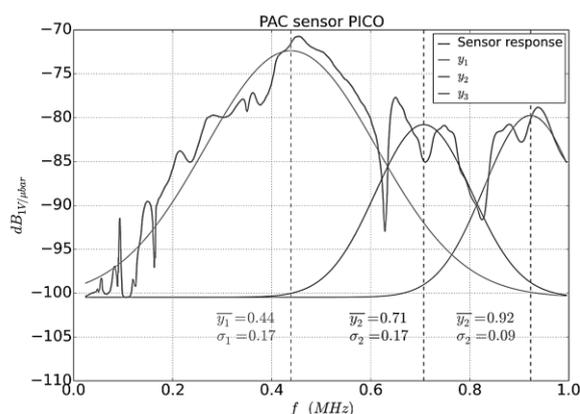


Рисунок 2.7 – Амплитудно-частотная характеристика датчика PICO Physical Acoustic Corporation (PAC) и функции аппроксимации резонансных пиков

После того, как отклик датчика был аппроксимирован набором функций Гаусса, необходимо оценить t_r , которое необходимо знать для определения уровня декомпозиции (масштаба) вейвлет преобразования и обработки сигнала в

предопределенной датчиком полосе частот. При оценке величины t_r моделируемого отклика датчика было обнаружено, что модель аппроксимации второго порядка для расчета времени нарастания по отношению к каждой резонансной частоте f_r работает лучше, чем модель первого порядка. Для автоколебательной затухающей системы второго порядка, время t_r характеризуется коэффициентом затухания:

$$t_r \cdot \omega_0 = \frac{1}{\sqrt{1-\zeta^2}} \left(\pi - \tan^{-1} \left(\frac{\sqrt{1-\zeta^2}}{\zeta} \right) \right), \quad (2.17)$$

$$\zeta = \frac{1}{2Q}, \quad (2.18)$$

$$Q = \frac{f_r}{\Delta f}, \quad (2.19)$$

где ζ - фактор затухания, выражается через добротность Q , которая, в свою очередь, определяется как отношение между резонансной частотой f_r и шириной полосы $\Delta f = \text{WB}$. Также выполняются оценки параметров резонансной частоты и ширины полосы пропускания для каждого уровня декомпозиции ВП. А количество уровней разложения в вейвлет преобразовании ограничивается половиной частоты дискретизации регистрирующей аппаратуры, что следует из фундаментальных законов Найквиста, Шеннона, Котельникова из теории сигналов.

Выбор минимального размера блока обработки.

Согласно работе[73], длина блока L_0 в методе «NeighBlock» определяется как:

$$L_0^{orig} = \log(n)/2. \quad (2.20)$$

Чтобы учесть свойства датчика, вычислим время нарастания на каждом уровне декомпозиции, в соответствии с вышеописанной процедурой. Нижняя граница оценки продолжительности сигнала АЭ t_{min}^j прямо получена из пропорционального отношения между: $t_{min}^j \propto t_r^j$.

Например, предполагаем, что $t_{min}^j = 2 \cdot t_r^j$. Из этого значения можно получить соответствующую длину блока, которая может быть определена по формуле:

$$L_0^{AE} = t_j^{min} \cdot f_s. \quad (2.21)$$

Затем находим длину блока для каждого уровня разложения j :

$$L_0 = \max(L_0^{orig}, L_0^{AE}). \quad (2.22)$$

Описание процедуры детектирования сигналов

После аппроксимации характеристики датчика и вычисления минимальных времен переднего фронта сигнала были определены длина фрагментов (фреймов) анализа исходного сигнала. Однако вместо коэффициентов свертки для вычисления вейвлет коэффициента сохраняется полученная маска (равная 1 для блоков, удовлетворяющих условию присутствия сигнала, и 0 для пустых блоков) на каждом уровне вейвлет декомпозиции. Эта маска будет показывать вероятность присутствия сигнала на определенном уровне вейвлет декомпозиции. Чтобы получить одномерную характеристику, являющуюся оценкой одновременно всех масштабов вейвлет декомпозиции, мы объединим значения рядов коэффициентов, удовлетворяющих правилу 2.15, и нормируем к единице присутствие сигнала на всех уровнях вейвлет декомпозиции.

Графический пример детектирования фронта и длительности сигнала с применением описанного алгоритма приведены на рисунке 2.8. Время прихода можно оценить по положению первой ненулевой точки объединенного ряда вероятностей присутствия сигнала – левая шкала. На данном рисунке показан пример работы алгоритма на синтетическом сигнале, а его практическое применение на реальных сигналах с крайне низким соотношением сигнал/шум будет приведено ниже в разделе 3.3 при описании экспериментов по скрайбированию поликристаллического медного образца.

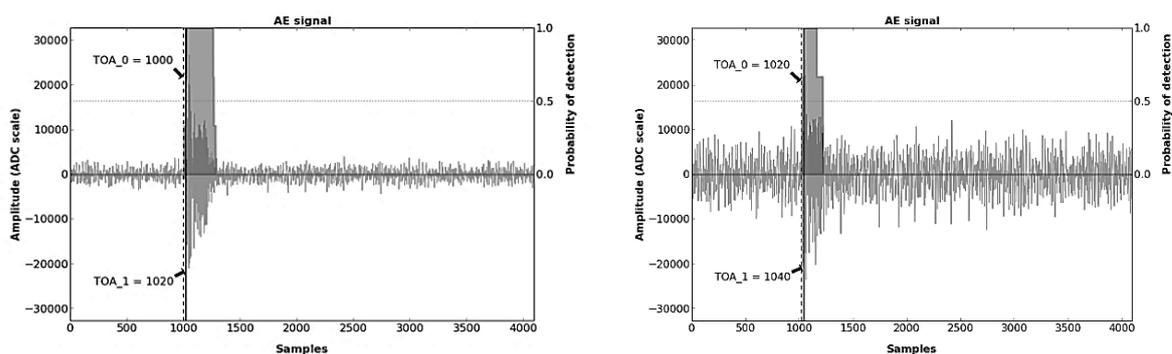


Рисунок 2.8 – Пример вычисления функции вероятности присутствия сигнала (Probability of detection) и определение времени прихода фронта (TOA), для соотношения сигнал/шум 20дБ (слева) и 6дБ (справа)

Результаты применения алгоритма детектирования сигналов АЭ на основе вейвлет преобразования описаны в работе [77].

2.3.4. Выводы по разделу 2.3

1. Классические способы детектирования сигналов по превышению порога дискриминации и последующая оценка параметров сигнала АЭ имеют широкое практическое применение и позволяют описать регистрируемый процесс только при наличии достаточно весомой статистической выборки и относительно мощного источника АЭ. Но данный способ обладает низкой чувствительностью для исследования процессов элементарного дислокационного скольжения по причине низкого соотношения сигнал/шум, даже на малозумящем (при комнатной температуре) оборудовании.

2. Использование непрерывной беспороговой регистрации сигнала АЭ позволяет наиболее эффективно применить для обработки не только статистические, но и спектральные методики обработки сигнала, такие как Фурье- и Вейвлет-преобразования. Это позволяет охарактеризовать сигнал одновременно в двух взаимнообратных пространствах: амплитудно-временном и амплитудно-частотном.

3. Процедуры шумоподавления «Spectral Noise Gate» и «Noise Gate» позволяют обнаруживать нестационарности в сигнале благодаря повышению соотношения сигнал/шум с помощью спектрального и/или амплитудного шумоподавления. Шумоподавление основано на вычитании статистических признаков предварительно изученного шумового сигнала. Данные процедуры позволяют усилить и показать в явном виде свойство дискретности дислокационных источников скольжения в сигнале АЭ.

4. Процедура детектирования сигнала «Phase Picker», позволяет обнаруживать нестационарность в сигнале, благодаря высокому спектральному и временному (пространственному) разрешению, что позволяет с высокой точностью детектировать время активации источника и длительность его сигнала с крайне низким соотношением сигнал/шум.

3. ПРИМЕНЕНИЕ ПРОГРЕССИВНЫХ МЕТОДОВ ДЕТЕКТИРОВАНИЯ СИГНАЛОВ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ ПРИ ЛОКАЛИЗОВАННОМ НАГРУЖЕНИИ МОДЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

3.1. Акустическая эмиссия при индентировании Cu-Ge модельных сплавов

Индентирование – метод испытания, при котором выполняется внедрение твердого индентора в исследуемый материал. Таким видом механического испытания традиционно является измерение твердости, которое характеризуется сильной локальностью. Размер области пластически деформированного материала зависит от формы индентора, приложенной конечной нагрузки и, собственно, от характеристик сопротивления материала внедрению. Для регистрации АЭ данный вид испытания имеет некоторые существенные преимущества, важнейшие из которых: воспроизводимость условий испытания и короткий путь распространения волн АЭ от места индентирования до датчика, что позволяет получить высокую чувствительность. Однако при внедрении индентора сложно оценить объем деформируемого материала, величину и скорость деформации, можно только оценить усредненные параметры, о которых было сказано выше.

Для измерения и оценки отклика сигнала акустической эмиссии при внедрении твердосплавного сферического 1,588 мм индентора были подготовлены образцы модельных сплавов на основе меди с легированием германием.

Одним из основных следствий легирования является снижение энергии образования дефекта упаковки (ЭДУ), которая является важной характеристикой металлов и сплавов. Она определяет величину расщепления полной дислокации на частичные, тем самым, влияя на ход эволюции дислокационной структуры. При пониженном значении ЭДУ образуются широкие дефекты упаковки, которые затрудняют поперечное скольжение и переползание дислокаций, и, в результате чего, существенно снижается общая мобильность дислокаций, сменяется характер скольжения от волнообразного к планарному, тем самым провоцируя начало альтернативного механизма пластической деформации – двойникования [78]. Акустическая эмиссия при растяжении плоских образцов из меди с различным содержанием легирующего элемента и размера зерна рассматривалась в работах [6, 7, 9].

Исходя из представленных в литературе сведений, были подготовлены образцы для испытаний с целью оценки отклика АЭ, при макро индентировании бинарного сплава Cu-Ge с содержанием Ge в количестве 0,5; 5,7; 9,0%, при эквивалентном размере зерна 200 мкм и серию образцов с размером зерна 40, 80, 200 мкм при концентрации германия 9,0%.

3.1.1. Описание метода и образцов для проведения испытания

Образцы сплава Cu-Ge в виде пластин размером 20×50 мм, толщиной 2 мм предварительно были механически отшлифованы. Для снятия остаточных напряжений после прокатки образцы были отожжены в инертной атмосфере (вакуум) при температуре 950 °С. Размер зерна образцов варьировался длительностью отжига в печи от 1 до 3 часов. Размер зерна был определен методом оптической микроскопии на полированном травленном шлифе контрольного образца. Параметры образцов приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Маркировка и параметры образцов

Размер зерна, мкм	Содержание Ge, % (ЭДУ, МДж/м ²)		
	9,0 (8)	5,7 (15)	0,5 (50)
200	1334	1233	1133
80	1344	-	-
40	1354	-	-

Подготовленные образцы подвергались механическому воздействию, вдавливаю сферу размером 1,588 мм из карбида вольфрама с постоянной скоростью в диапазоне от 0,1 до 5 мм/мин. Выбор сферы обусловлен скоростной чувствительностью материала к скорости деформации, которая в большей степени зависит от скорости линейного перемещения индентора при использовании сферического наконечника. Т.к. скорость деформации слабо зависит от линейной скорости внедрения конического индентора.

Контролируемым условием выполнения испытания является величина нагрузки при внедрении индентора: испытание останавливалось при достижении усилия на инденторе 1000 Н. Из-за различий в величинах предела текучести и прочности сплавов с

различным содержанием германия величина конечной глубины внедрения индентора будет различной, однако динамика деформируемого объема и скорость деформации зависит от абсолютного значения мгновенной глубины внедрения и скорости перемещения и не зависит от приложенной нагрузки. Т.о. результаты испытания можно оценивать на протяжении всего испытания, а для более точного сравнения выполнить анализ на эквивалентных глубинах внедрения индентора. Но даже такой, тщательный, подход не учтет разницу в размере упругопластичной зоны отпечатка индентора, вследствие различной прочности сплавов.

Синхронно, в процессе нагружения регистрируется АЭ по двум каналам. Первый канал высокой частоты дискретизации – для регистрации АЭ событий, превышающих предустановленный порог, с последующей оценкой энергетических и спектральных параметров сигнала; и второй канал – для непрерывной регистрации среднеквадратичного значения амплитуды сигнала акустической эмиссии. Второй канал позволяет оценить характер и интенсивность сигнала акустической эмиссии непрерывно, без «мертвого времени». Спектральная обработка сигнала выполняется после завершения испытания.

Описание оборудования для выполнения испытания и регистрации АЭ

Индентирование выполнялось с помощью универсальной испытательной машины TiniusOlsen H50KT. Оснастка и принципиальные узлы показаны на рисунке 3.1. Регистрация параметров нагружения выполнялась непрерывно с частотой дискретизации 100 Гц, разрешение по шкале нагрузки 1 Н, разрешение по шкале внедрения (перемещения) 1 мкм.

Образец располагался непосредственно на лицевой (чувствительной) поверхности датчика для выполнения условий наименьших потерь энергии АЭ волн при распространении. При выполнении пробных испытаний проверялось качество регистрируемого сигнала и отсутствие ложных сигналов при деформировании упругих элементов датчика: повторные испытания индентирования выполнялись в одно и то же место и с прежней нагрузкой с целью подтверждения эффекта Кайзера [8, 79]. Такой тест выполнялся успешно.

Так как испытательная машина спроектирована с рабочим пространством под траверсой, то при испытании по схеме «сжатие» существует точка перехода опоры в

силовой шариковинтовой передаче машины – эффект повисания траверсы на объекте испытания при нагрузке, соизмеримой с весом траверсы и оснастки. Данный эффект был устранен путем существенного увеличения массы траверсы свыше испытательной нагрузки, т.е. заведомо более $120 \div 150$ кг.

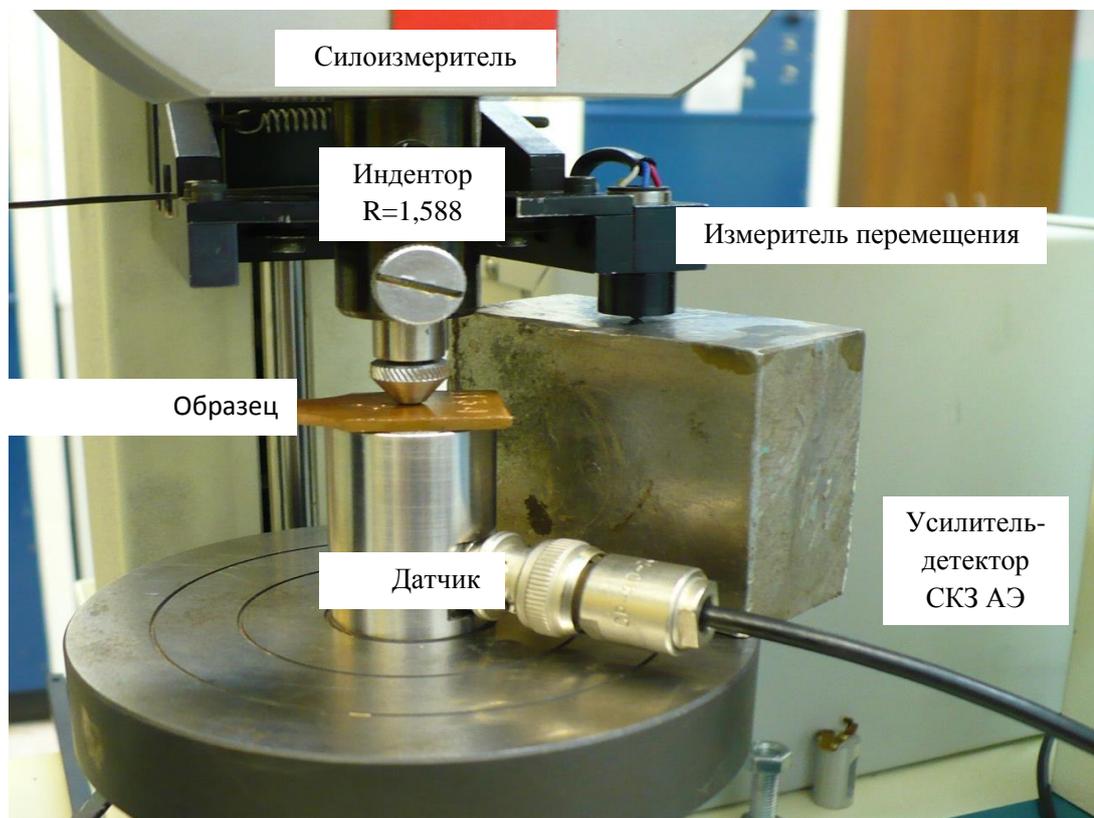


Рисунок 3.1 – Установка индентирования конечной величиной нагрузки до 1000 Н



Рисунок 3.2 – Акустоэмиссионный комплекс ЭЯ-2

Для регистрации сигналов АЭ применялся акустоэмиссионный комплекс «ЭЯ-2», показанный на рисунке 3.2, основные характеристики приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Основные технические характеристики ЭЯ-2

№пп	Наименование параметра	Значение
1	Количество каналов регистрации дискретной акустико-эмиссионной информации, шт.	2
2	Количество каналов регистрации непрерывной параметрической информации, шт.	от 3 до 16
3	Разрядность АЦП каналов регистрации дискретной АЭ-информации, бит	12
4	Разрядность АЦП каналов регистрации параметрической информации, бит	14
5	Частота дискретизации АЦП каналов регистрации дискретной АЭ-информации, МГц	0,390 – 50
6	Частота дискретизации АЦП каналов регистрации непрерывной параметрической информации, Гц	1000
7	Размер одного непрерывного кадра АЦП для регистрации АЭ-информации, кСлов	1 – 128
8	Общий коэффициент усиления, dB	0 – 100
9	Приведенный ко входу шум, не более, мкВ	10
10	Диапазон частот регистрации АЭ (при неравномерности 6 дБ), МГц	0,050 – 1,2
11	Диапазоны регистрации АЭ каналов, ±В	0,2; 0,4; 1; 2
12	Диапазоны регистрации параметрических каналов, ±В	0,05; 0,1; 0,25; 0,5; 1; 2,5; 5; 10

Режим регистрации дискретных сигналов АЭ: датчик MSAE-400, полоса частот на уровне -3дБ – (50 ÷ 400) кГц, со встроенным предварительным усилителем +27дБ. Основной усилитель MSAE-FA-010 со встроенным детектором среднего квадратичного значения амплитуды сигнала с интервалом осреднения 100 мс, программно-управляемым фильтром частоты от 50 кГц до 1200 кГц и усилением +54дБ. Т.о. суммарное усиление тракта регистрации временной формы сигнала составило +80 ÷ +81 дБ, с учетом потерь в кабельных линиях и соединителях. Параметры регистрации платы аналого-цифрового преобразования: амплитудный диапазон ±2В (±2047 единицы), амплитудный порог детектирования сигналов ±489 мВ (±500 единицы), что на (5÷10) мВ (5-10 единиц) выше пиковых амплитуд шумового сигнала, зарегистрированного при работающем приводе испытательной машины. Частота дискретизации при оцифровке волновой формы сигналов АЭ составляла 6250 кГц, что позволяет выполнять регистрацию сигнала в полосе частот от 0 Гц до 3125 кГц, согласно теореме

Котельникова – Шеннона. Размер фрагмента, содержащий единичное событие АЭ, состоит из 4096 отсчетов амплитуд, что эквивалентно 655 мкс, из которых 164 мкс сигнал до срабатывания порога, предыстория.

Параметры записи среднеквадратичного значения амплитуды, как непрерывного параметра АЭ осуществлялся с частотой дискретизации 100 Гц в амплитудном диапазоне от 0 до 1В.

3.1.2. Результаты испытания и оценка параметров сигнала АЭ

Первичными результатами испытания, однократного вдавливания индентора в образец, является набор оцифрованных рядов: глубина внедрения, приложенная нагрузка, среднеквадратичное значение амплитуды, сигналы АЭ, зарегистрированные по превышению порога. Типичные зависимости, регистрируемые за время испытания, показаны на примере образца 1233 (5,7%Ge 200 мкм) испытание 1, рисунки 3.3÷3.6.

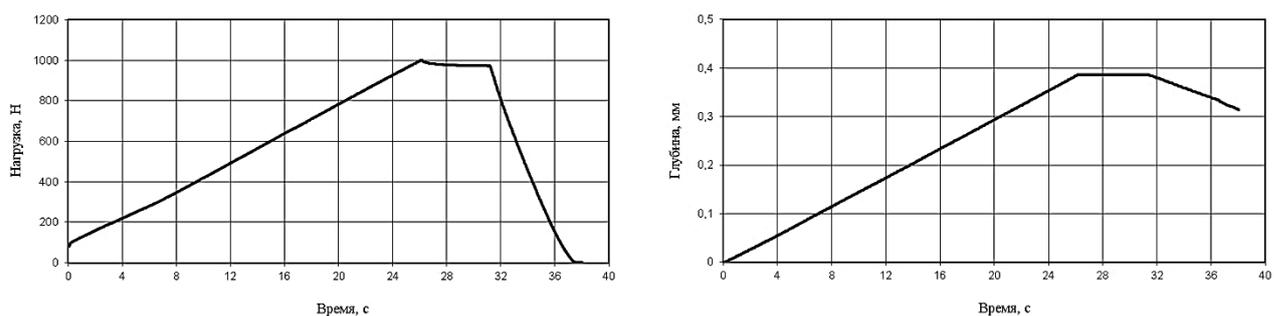


Рисунок 3.3 – Диаграмма нагружения (сверху) и глубины внедрения (снизу) индентора от времени

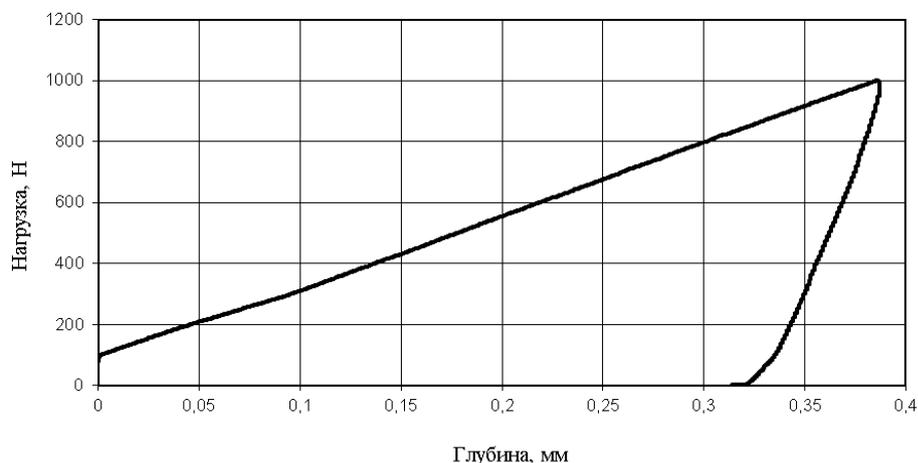


Рисунок 3.4 – Кинетическая диаграмма вдавливания индентора

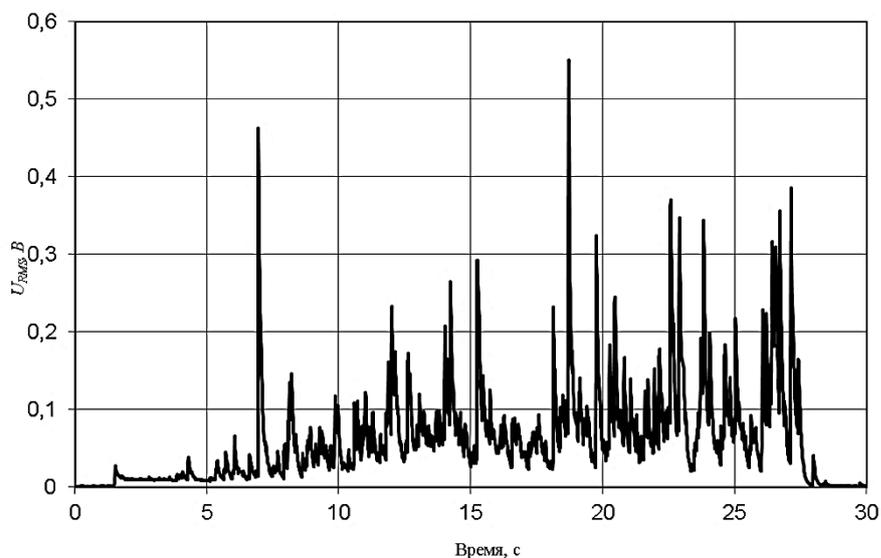


Рисунок 3.5 – Диаграмма непрерывной регистрации сигнала среднего квадратичного значения акустической эмиссии (U_{RMS}) на этапе внедрения-нагрузки

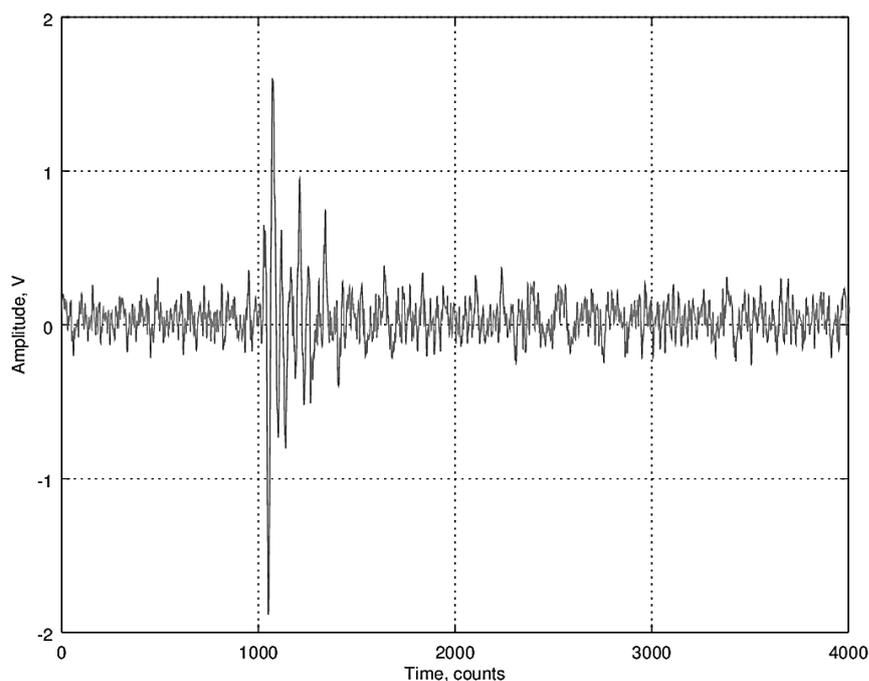


Рисунок 3.6 – Осциллограмма импульсного события акустической эмиссии, например, при регистрации сигналов по превышению порога

Оценка доли энергии АЭ по отношению к механической энергии, затраченной на деформацию

По диаграмме вдавливания, рисунок 3.7, определяли механические параметры испытания: максимальная глубина внедрения; работа, затраченная на внедрение

индентора на эквивалентную глубину; работа при максимальной нагрузке; работа, затраченная на пластическую деформацию; полная совершенная работа, - которые были определены автоматическим способом в среде Octave при помощи скрипта, приведенного в Приложении А.

Для приближенной количественной оценки АЭ, предпочтительно выполнять деформацию одинакового объема материала на одинаковую величину, что сложно реализуемо при индентировании. Т.к. различия в прочности и пластичности материала сформируют разную по объему зону пластично деформированного материала.

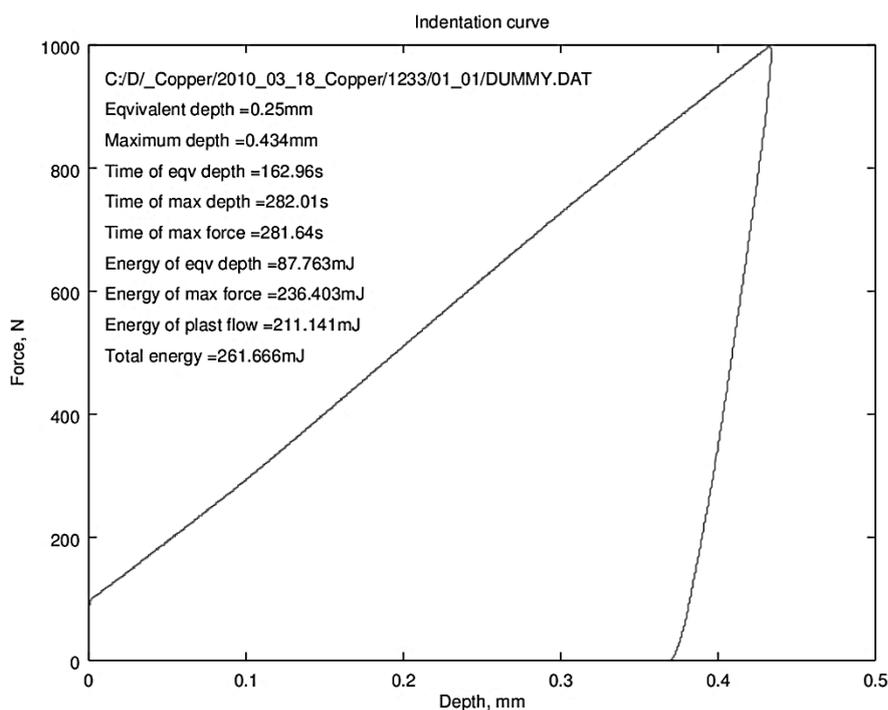


Рисунок 3.7 – Диаграмма кинетического индентирования в координатах сила (Force) – перемещение (Depth) при внедрении в пластичный образец

Поэтому для меры сравнения количественных (интенсивных) параметров сигнала АЭ используем: а) отношение энергии сигнала среднеквадратичной амплитуды за время испытания к единице работы, затраченной на пластическую деформацию (Energy of plast flow) при внедрении индентора и б) отношение энергии сигнала среднеквадратичной амплитуды за время до достижения глубины 0.25 мм к единице работы, затраченной на внедрение индентора до достижения глубины 0.25 мм (Energy of eqv depth); такая глубина была достигнута во всех испытаниях.

Энергия, затраченная на пластическую деформацию, для исследуемых образцов показана на рисунке 3.8.

Т.к. только пластическая деформация активизирует источники АЭ сигнала, то по непрерывному сигналу АЭ можно установить количество энергии, преобразовавшейся в

виде акустического излучения. Для оценки общей энергии сигнала АЭ выполним интегрирование квадрата сигнала среднеквадратичной амплитуды (RMS) за время испытания, при условии постоянства нагрузки электрической измерительной цепи 1 Ом.

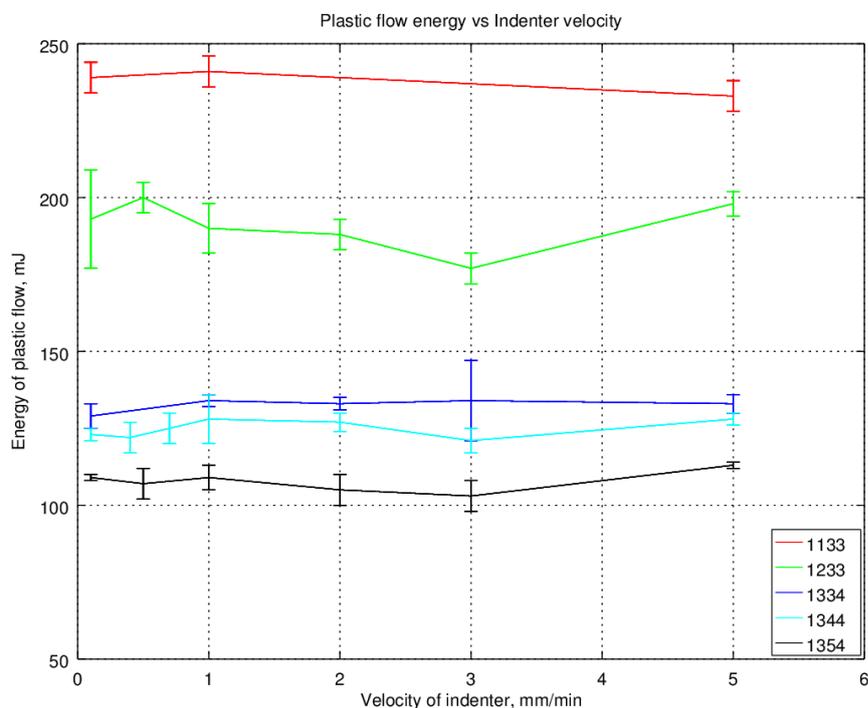


Рисунок 3.8 – Зависимость энергии пластической деформации (Energy of plastic flow) от скорости внедрения индентора (Velocity of indenter) в серии образцов

Результат получим в единицах $[V^2 \cdot c / 1 \text{ Ом}] = [\text{Дж}]$ с точностью до линейного масштабного коэффициента, учитывающего коэффициент усиления и полосу пропускания системы регистрации.

При анализе сигнала среднеквадратичной амплитуды акустической эмиссии требовалось: (1) вычесть шумовой уровень сигнала; (2) пороговым методом установить начало испытания (воздействия на материал) по превышению 0,002 В; (3) выполнить интегрирование на интервале испытания или внедрения до 0,25 мм, которое проводили по алгоритму, приведенному в Приложении Б. Результат обработки показан на рисунке 3.9.

Диаграммы оценки интенсивности зарегистрированного акустоэмиссионного излучения на единицу работы, направленной на пластическую деформацию, показаны на рисунке 3.10.

Отношение Энергии сигнала АЭ на единицу механической работы, затраченной на пластическую деформацию материала образца, в зависимости от скорости внедрения индентора показаны на рисунке 3.11.

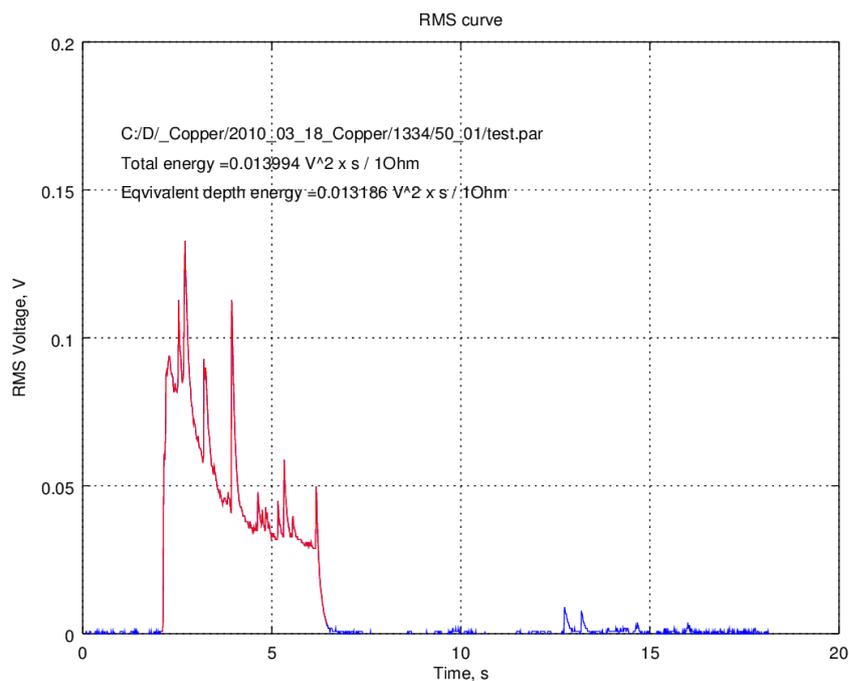


Рисунок 3.9 – Сигнал среднеквадратичной амплитуды акустической эмиссии (RMS Voltage), интервал оценки энергии сигнала (выделен красный)

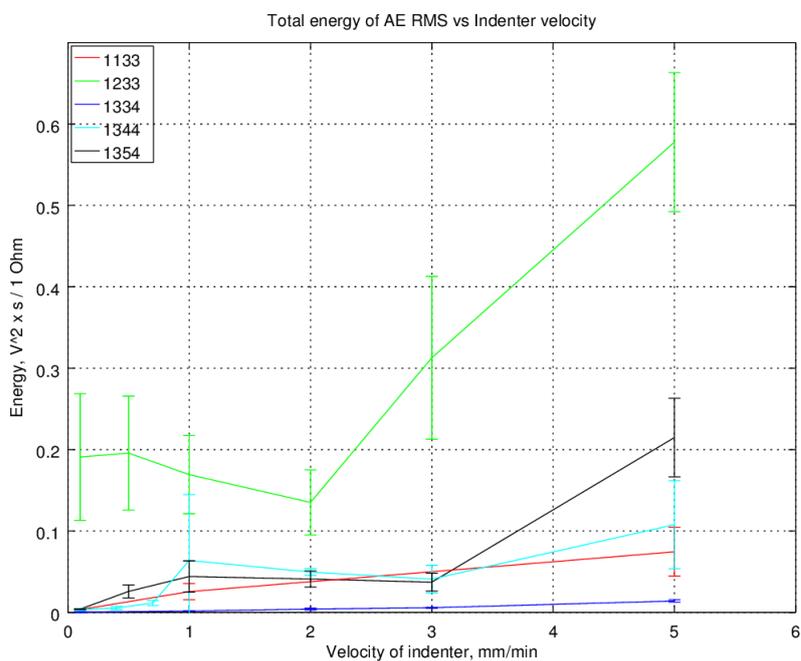


Рисунок 3.10 – Энергия сигнала среднеквадратичной амплитуды акустической эмиссии (Energy), в зависимости от скорости внедрения индентора (Velocity of indenter) для всей серии образцов

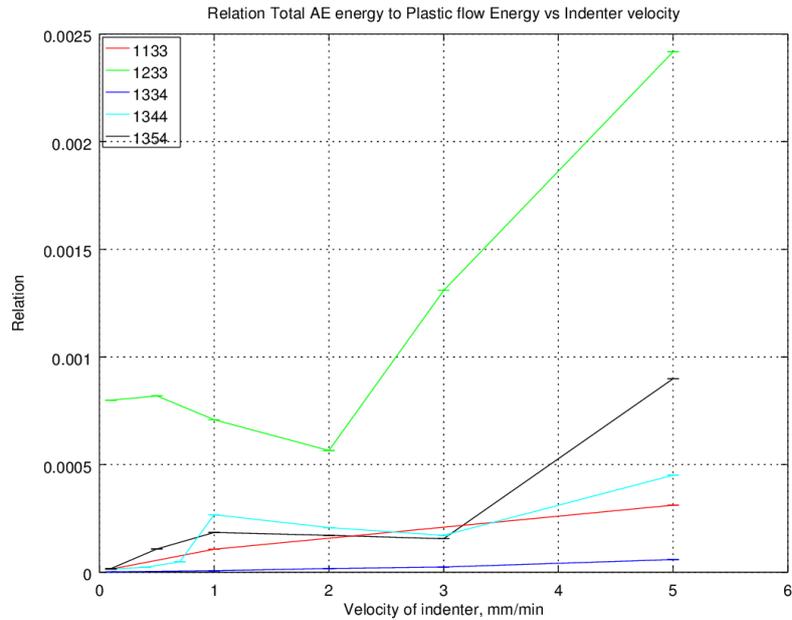


Рисунок 3.11 – Отношение Энергии сигнала АЭ на единицу механической работы, затраченной на пластическую деформацию материала образца (Relation), в зависимости от скорости внедрения индентора (Velocity of indenter) для серии образцов

Выполним оценку энергии и ее части в виде АЭ излучения при внедрении индентора на эквивалентную глубину для всей серии испытаний, результат показан на рисунках 3.12. – 3.14.

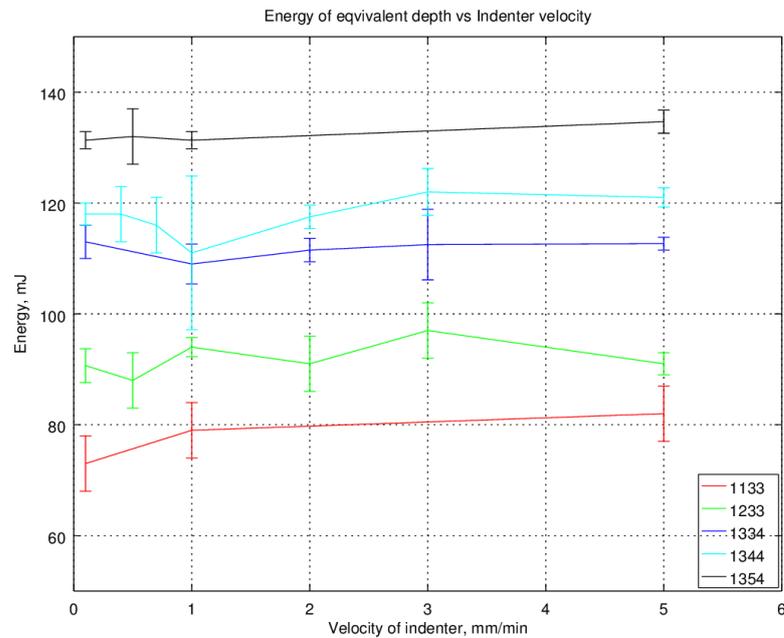


Рисунок 3.12 – Механическая энергия (Energy), затраченная на внедрение индентора на эквивалентную глубину 0,25 мм, в зависимости от скорости внедрения индентора (Velocity of indenter)

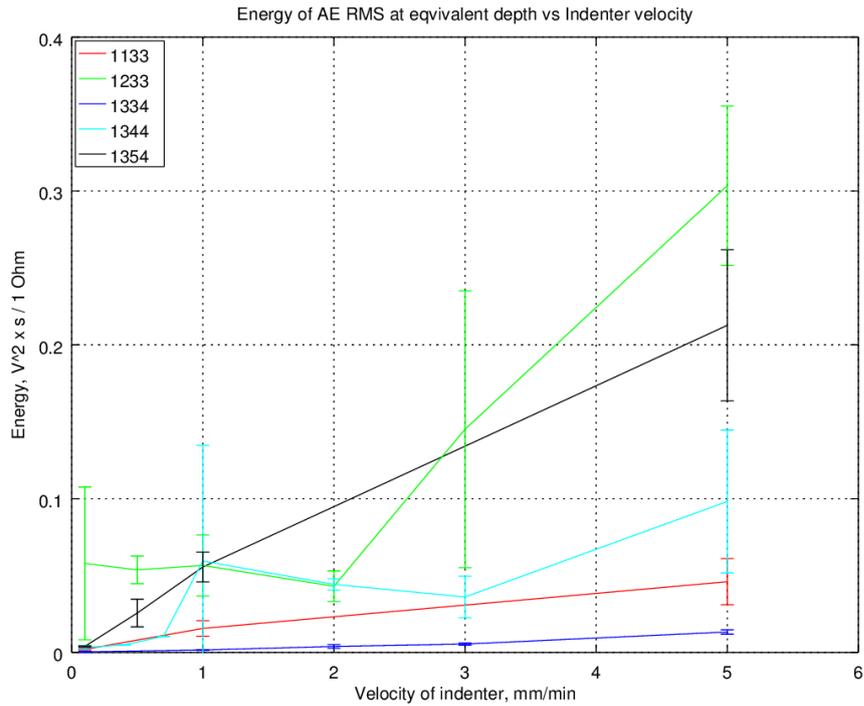


Рисунок 3.13 – Энергия сигнала АЭ (Energy) при внедрении индентора на эквивалентную глубину 0,25 мм, в зависимости от скорости внедрения индентора (Velocity of indenter)

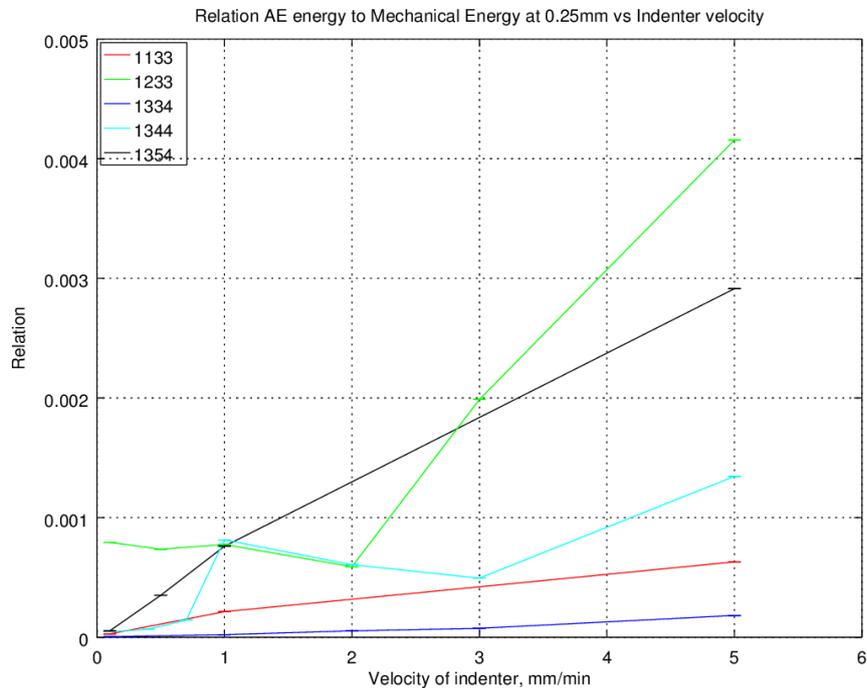


Рисунок 3.14 – Отношение Энергии сигнала АЭ на единицу механической работы, затраченной на внедрение индентора до эквивалентной глубины 0,25 мм (Relation), в зависимости от скорости внедрения индентора (Velocity of indenter)

Оценка спектральных параметров АЭ при индентировании модельных сплавов

Сигналы, детектированные по превышению порога, подвергались спектральной обработке и вычислению параметров:

- вычисление кривой спектральной плотности мощности;
- оценка медианной частоты – характеризует положение линии симметрии спектральной плотности мощности;
- оценка куртозиса (эксцесса) спектральной характеристики – оценка остроты вершины характеристики спектральной плотности мощности, для выявления резонансных свойств сигнала;
- оценка полной энергии спектра;
- классификация (кластеризация) сигналов в группы по алгоритму ASKC (адаптивного приближения k-среднего).

Вычисление кривой спектральной плотности мощности выполняется по методу Велча (Welch) – метод усовершенствованных периодограмм [32]. Метод основан на вычислении серии периодограмм, вычисленных, возможно с перекрытием, в пределах интересующего временного интервала с последующим усреднением. Результатом применения процедуры Велча является дискретная последовательность $G(i)$, где i -индекс спектральной составляющей преобразования Фурье.

Оценка медианной частоты f_{med} спектральной характеристики сигнала является чувствительной характеристикой сигнала и хорошо показывает изменение (перераспределение) спектральной композиции сигнала, оценивается по формуле:

$$\int_{f_{min}}^{f_{med}} G(f)df = \int_{f_{med}}^{f_{max}} G(f)df. \quad (3.1)$$

Полная энергия спектральной характеристики оценивается по формуле:

$$E = \int_{f_{min}}^{f_{max}} G(f)df. \quad (3.2)$$

Форма спектральной характеристики была оценена по величине куртозиса, которая была рассчитана для нормализованной к единице частотной характеристике:

$$P(f) = \frac{G(f)}{E}. \quad (3.3)$$

Оценка куртозиса выполнялась по формуле:

$$K = \frac{\sum_{i=1}^n ((X_i - \bar{X})^4 P_i)}{(\sum_{i=1}^n ((X_i - \bar{X})^2 P_i))^2} - 3, \quad (3.4)$$

где X_i – значение частот гармонических составляющих, Гц;

$\bar{X} = \sum_{i=1}^n (X_i P_i)$ – средняя частота, Гц.

Для каждого проведенного испытания были построены диаграммы, содержащие результаты кластеризации по алгоритму ASKC (адаптивная последовательная кластеризация по критерию к-средних) [80] и распределения Энергия – Медианная частота и Куртозис – Медианная частота, пример показан на рисунке 3.15. На рисунке крупным знаком обозначены центроиды распределений соответствующих кластеров, которые были внесены в таблицу 3. В таблице указаны данные для двух кластеров с наибольшим числом сигналов. Если меньший кластер содержал менее 3 сигналов, он исключался из дальнейшего анализа.

Данные в таблице 3 имеют существенный разброс значений до 50% от средних величин для некоторых образцов и режимов испытаний, однако медианные значения в серии подобных испытаний имеют существенно меньший разброс, что позволяет выполнить достоверный анализ данных. Причиной такого разброса данных могут служить различные факторы, наиболее существенным из которых, по-видимому, локальность испытательного метода и проявление свойств анизотропии кристаллической решетки зерен под индентором. Действительно, как будет показано ниже в разделах 3.2 и 3.3, влияние анизотропии кристаллической решетки на АЭ достаточно велико.

Анализ таблицы 3 позволяет выделить несколько зависимостей:

- Зависимость количества сигналов с характеристиками АЭ, относящимися к кластеру с максимальным объемом от скорости внедрения индентора, для сплавов 1233 (5,7%Ge 200 мкм), 1344 (9,0%Ge 80 мкм), 1354 (9,0%Ge 40 мкм) отрицательная, т.е. при увеличении скорости внедрения, число регистрируемых сигналов уменьшается. Для сплава 1334 наблюдается приблизительно постоянное количество зарегистрированных сигналов.

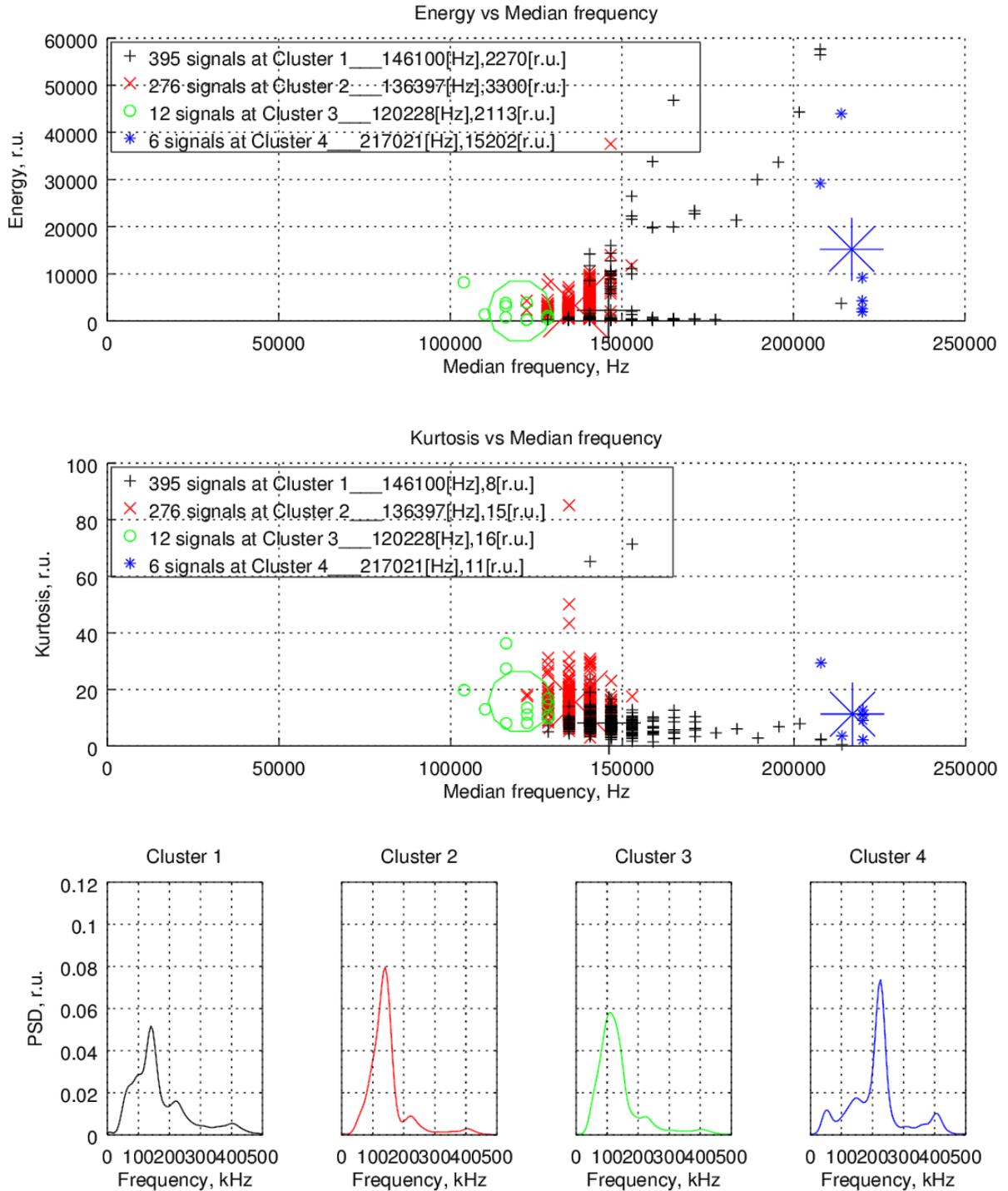


Рисунок 3.15 – Результат обработки сигналов АЭ, зарегистрированных по порогу, индентирование образца «1233» (5,7%Ge 200мкм), скорость вдавливания 1мм/мин. а)

а) Диаграмма распределения Энергия - Медианная частота (верхняя);

б) Диаграмма распределения Куртозис – Медианная частота (средняя);

в) Диаграммы усредненной спектральной характеристики кластера (4 шт. внизу)

Таблица 3 - Параметры кластеров сигналов АЭ при индентировании

Шифр образца	Линейная скорость внедрения индентора, мм/мин	Порядковый номер испытания	Кластер с максимальным объемом				Кластер, второй по объему				
			Объем, шт.	Медианная частота, кГц	Энергия, отн.ед.	Куртозис отн.ед.	Объем, шт.	Медианная частота, кГц	Энергия, отн.ед.	Куртозис отн.ед.	
1133 0,5 % Ge 200 мкм	0,1	1	54	157	496	14	18	150	185	7	
	1,0	1	69	153	338	7	3	151	239	4	
	5,0	1	202	144	658	9	3	151	358	3	
1233 5,7 % Ge 200 мкм	0,1	1	839	148	4339	7	732	139	3781	13	
		2	846	145	3806	6	755	137	3347	12	
		3	697	141	4684	7	606	134	3008	16	
	0,5	1	462	138	3937	13	424	145	2737	7	
		1	395	146	2270	8	276	136	3300	15	
		2	302	138	3700	18	296	143	524	8	
	1,0	3	595	139	2245	11	30	151	6900	5	
		1	197	143	1124	9	149	137	4254	19	
		1	125	137	4696	20	106	143	1042	9	
	5,0	1	100	135	3929	16	76	142	4417	7	
		2	126	136	3503	15	40	150	5358	5	
		3	83	136	3682	15	81	147	2527	8	
	1334 9,0 % Ge 200 мкм	0,1	1	65	144	228	9	11	140	614	19
			2	40	140	274	12	20	140	2387	26
			3	55	147	231	8	8	141	1858	20
1,0		1	46	141	311	14	18	143	265	6	
		2	58	139	583	14					
		3	49	142	286	13	8	146	234	8	
2,0		1	61	141	636	16					
		2	62	142	346	15	6	132	4317	39	
3,0		1	67	144	505	13	8	134	3170	29	
		2	94	149	1343	14					
5,0		1	58	140	1097	21	18	144	327	7	
		2	69	140	838	16	12	140	314	8	
		3	91	143	1148	17					
1344 9,0 % Ge 80 мкм		0,1	1	1436	146	355	13	4	165	1035	20
			2	1328	145	323	11	25	139	950	23
	3		1201	148	291	12	416	167	425	14	
	0,4	1	667	146	339	11	107	126	789	17	
	0,7	1	575	151	444	12					
	1,0	1	669	150	686	17	5	130	891	23	
		2	413	150	503	13					
		3	393	160	448	15	5	157	226	6	
	2,0	1	179	139	637	13	110	158	603	11	
		2	292	148	626	12	14	148	412	7	
	3,0	1	184	142	615	13	9	142	718	7	
		2	201	149	671	13	5	153	381	7	
	5,0	1	76	174	688	9	48	151	1011	20	
		2	129	142	865	12					
		3	129	154	1260	21					
1354 9,0 % Ge 40 мкм	0,1		837	148	335	11	17	186	547	8	
			955	151	328	9	4	183	371	7	
			825	143	284	12	23	152	590	23	
	0,5		788	154	387	9					
			504	146	472	9					
	1,0		462	172	505	10	28	195	417	6	
			330	174	508	9	3	139	2566	19	
			326	142	368	8	8	135	727	20	
			403	147	478	9					
			267	145	527	9					
	2,0		172	142	583	10					
	5,0		125	146	1266	11					
			115	149	1574	8					
			116	166	1678	11					

- Зависимость средней энергии АЭ в доминирующем кластере с максимальным объемом от скорости внедрения индентора, для сплавов 1334, 1344, 1354 (9,0%Ge с размером зерна 200 мкм, 80 мкм, 40 мкм) – положительная, т.е. при увеличении скорости внедрения, энергия сигнала увеличивается и слабо меняется от размера зерна. Для сплава 1334 (9,0%Ge 200 мкм) наблюдается приблизительно постоянное количество зарегистрированных сигналов.

- Зависимость величины куртозиса спектральной характеристики АЭ в доминирующем кластере с максимальным объемом от скорости внедрения индентора выявляется для сплавов 1233 и 1334 (сплавы с содержанием Ge 5,7% и 9,0%, зерном 200 мкм) положительная, т.е. при увеличении скорости внедрения, куртозис увеличивается и формируется резонансный спектр.

- Однако для образца 1233 (5,7%Ge 200 мкм) характерно наличие второго кластера, сопоставимого по объему с первым, с обратной зависимостью куртозиса от скорости, что указывает на скоростную чувствительность механизмов деформации при увеличении скорости. Сигнал с малой величиной куртозиса советует более широкому спектру, что указывает на массовый стохастический процесс – скольжение дислокаций, а большая величина куртозиса советует узкому (резонансному) спектру локализованного процесса двойникования. Скоростная чувствительность механизмов деформации для данного сплава установлена ранее в работах [6, 7]. В указанных работах отмечается чувствительность спектральных характеристики сигнала АЭ к действующему механизму деформации на примере анализа медианной частоты спектра АЭ сигнала.

Результаты анализа деформационных процессов в рассмотренных испытаниях при индентировании модельных сплавов Cu-Ge, с применением спектральной обработки сигнала АЭ отражены в наших работах [81,82].

3.1.3. Выводы по разделу 3.1.

1. При оценке энергетических параметров диаграммы вдавливания и сигнала АЭ наблюдается разброс значений в пределах 10% (для непрерывно регистрируемых сигналов) и 50% (для сигналов, зарегистрированных по порогу) от измеряемой величины, что вероятно обусловлено локальностью метода и свойством анизотропии ГЦК решетки.

2. Образец 1233, с содержанием Ge 5,7% и размером зерна 200 мкм, в режиме эквивалентной конечной нагрузки на инденторе демонстрирует наибольшую скоростную чувствительность параметров АЭ. Это связано со сменой деформационного механизма и было подробно исследовано в работе [9] при испытании на одноосное растяжение. Однако оценка механической энергии, затраченной на внедрение индентора, не выявляет существенного отклонения свойств образца 1233.

3. Спектральная обработка позволяет идентифицировать смену деформационного механизма в образце 1233, с содержанием Ge 5,7% и размером зерна 200 мкм, по мере увеличения скорости деформации, на основании перераспределения количества сигналов в кластере 1 и кластере 2.

3.2. Скрайбирование монокристалла алюминия

3.2.1. Описание метода и образцов для проведения испытания

Недостатком испытания на индентирование, является существенное уменьшение средней скорости деформации по мере внедрения, например, более чем в 10 раз для индентора в форме сферы, диаметром 1,588 мм на глубину 0,5 мм. Для получения достаточно интенсивного АЭ отклика требуется внедрение сферического индентором с относительно большой контактной площадью, что теряет смысл при высокой локальности испытания. Однако, если выполнить перемещение индентора при постоянной глубине внедрения, средняя скорость деформации в области перед индентором будет оставаться постоянной, а деформированная область от следа индентора представлена царапиной или бороздой. Такой вид испытаний называется скрайбированием, склерометрированием или скрэтч-тестом, в литературе используется несколько терминов очень похожих по схеме испытаний [45,47-49,83-87]. Так как, из-за технологической погрешности изготовления образца, сложно реализовать скрайбирование с постоянной глубиной внедрения, то в экспериментальных установках используют схему с постоянной величиной нагрузки, направленной на внедрение индентора, при этом проводится латеральное смещение индентора по поверхности образца. Кроме того, в литературе хорошо представлено проявление анизотропии деформации различных типов кристаллической решетки при скрайбировании [49,55,86,88-90].

Снижение активно деформируемой площади образца до размера в несколько кв. мкм может позволить связать параметры сигнала акустической эмиссии с количеством дислокационных сегментов, выходящих на поверхность и образующих полосы сдвига. Индентирование и скрайбирование являются испытаниями с контролируемой локальностью деформации. Скрайбирование является более интересным с точки зрения получения дополнительного отклика от различных элементов металлографической структуры образца в одном испытании. А локализованная деформация поверхности, позволяет активировать непосредственно выход дислокаций на свободную поверхность, что генерирует наиболее мощную АЭ [91].

Скрайбирование совместно с АЭ широко применяемая методика для определения локального разрушения хрупкого характера в области концентрации механического напряжения под индентором. Свойства хрупкого разрушения с созданием интенсивной акустической эмиссии проявляют многие керамические материалы и некоторые функциональные покрытия [49,92-96]. В работах [97,98] рассматриваются испытания и методы спектральной обработки АЭ, примененные в данной работе. Вместе с тем, хорошо известно, что выход дислокаций на поверхность также является источником АЭ, а энергия излучения, связанная с таким источником, пропорциональна площади свободной поверхности деформируемого образца [91]. При традиционных испытаниях плоских или круглых образцов на растяжение объем деформируемого материала достаточно большой (от нескольких куб. мм, в т.ч. при использовании монокристалла) и генерируемая при этом непрерывная АЭ имеет относительно высокую энергию. С началом пластической деформации происходит активация первичной системы скольжения с наибольшим фактором Шмидта, что в большом объеме образца создает распределенное поле источников АЭ. Суммарный отклик сигнала АЭ от большого числа дислокаций, выходящих на поверхность, представляется сигналом подобным белому шуму с широким спектром [11,25].

Для сравнительной оценки параметров анизотропии отклика сигнала АЭ при скрайбировании воспользовались три-кристаллом чистого (99,999%) алюминия. Кристалл был выращен из расплава по методу Бриджмена из затравки. Данный образец оказался достаточно большим для осуществления всех необходимых этапов подготовки и испытаний.

Для выполнения испытания использовался испытательный комплекс Nanovea Scratch Tester с поворотным механизмом крепления образца, с точностью отсчетного лимба один градус. Отклонение горизонтальной плоскости вращения относительно оси индентора составляло не более одного градуса.

Предварительно выполнялось исследование микроструктуры: на рисунке 3.16 показана карта кристаллографической ориентации центральной части, где сходятся границы трех монокристаллов в образце.

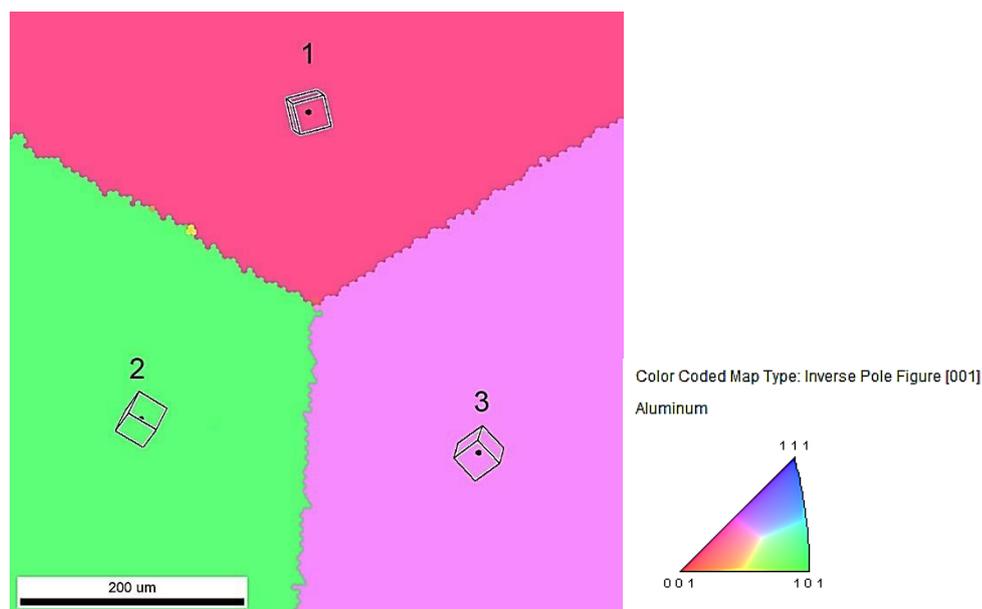


Рисунок 3.16 – Карта кристаллографической ориентации монокристаллов в образце алюминия (EBSD)

Наиболее близким расположением плоскости (001) к поверхности испытания обладает монокристалл с маркировкой «1» на рисунке 3.16.

На полированной поверхности монокристалла алюминия было проведено две серии испытаний при постоянной нагрузке 2 Н, приложенной вертикально к индентору и скорости перемещения индентора по поверхности образца 12 мм/мин: (1) в первой серии испытаний анализировалась картина линий скольжения в области начальной стадии пластической деформации впереди направления движения индентора для инденторов различной геометрии; (2) во второй серии испытаний проверялся факт количественной связи амплитудного отклика АЭ для различного направления нанесения царапины.

3.2.2. Исследование области начальной деформации при скрайбировании инденторами различной формы

Для анализа картины линий скольжения в области начальной стадии пластической деформации впереди направления движения инденторов различной геометрии были опробованы инденторы: типа конус, пирамида Виккерса, пирамида Берковича ребром и гранью к направлению перемещения индентора. В результате испытаний было установлено, что форма индентора малозначительно влияет на картину

выхода линий скольжения на ранней стадии пластической деформации, во время которой активируются наиболее мощные источники АЭ.

Для проверки влияния формы индентора на активацию системы скольжения выполнили микроскопическую оценку деформированной зоны перед индентором, для трех направлений 0, 30, 180 градусов, для инденторов трех форм: трехгранная пирамида Берковича ребром по направлению движения; четырехгранная пирамида Виккерса ребром по направлению движения и конический индентор 120 градусов при вершине, радиус сферы 100 мкм. Результат сведен в таблицу 4. Подобным образом сравнивались области деформации, сформированные индентором Берковича, но обращенных гранью или плоскостью к направлению движения, таблица 5.

На снимках электронной микроскопии поверхность перед индентором. Полосы скольжения выглядят контрастными светлыми линиями. В области наименьших напряжений конфигурация полос сдвига практически не зависит от формы индентора, таблица 4 и 5. Поле напряжения сжатия на некотором расстоянии от индентора имеет условно четверть сферическую форму, наследование формы индентора минимально. Поэтому, в кристалле активируются идентичные системы скольжения. Конечно, форма полей напряжения зависит от формы индентора и формы концентраторов напряжения в виде ребер индентора, но это сказывается на более поздних этапах деформации по мере приближения материала непосредственно к грани или ребру индентора, с последующим «обтеканием» поверхности инструмента.

3.2.3. Исследование амплитудного отклика АЭ при скрайбировании по разным кристаллографическим направлениям

В пластичных и хорошо отожденных ГЦК металлах при деформировании таких малых объемов, как в испытании при индентировании, генерируется АЭ малой амплитуды. А для достоверного анализа сигнала акустической эмиссии требуется максимальное, насколько это возможно, отношение амплитуды сигнала к амплитуде шума. Поэтому была проведена специальная подготовка испытательной установки с целью минимизации механических и электрических шумов: были отрегулированы параметры механических приводов для выполнения монотонного выполнения теста, при этом, форма индентора и нагрузка выбирались таким образом, чтобы минимизировать силу трения по граням индентора [99].

Таблица 4 - Область деформации и полосы сдвига перед индентором

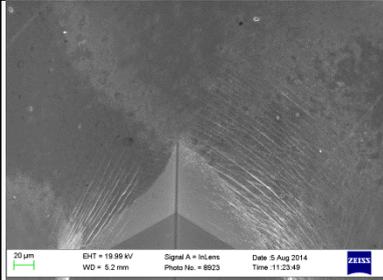
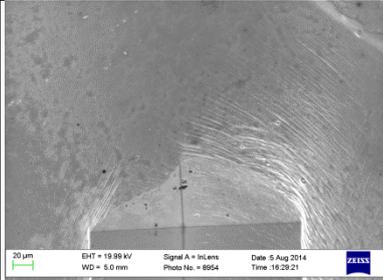
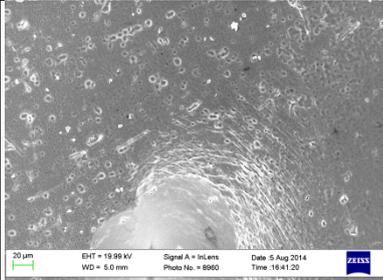
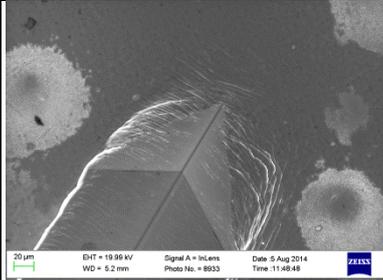
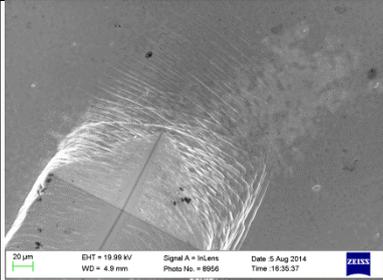
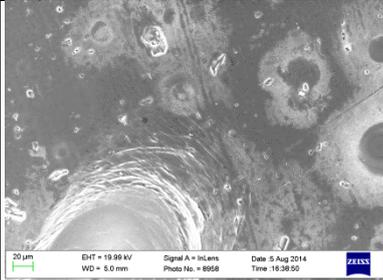
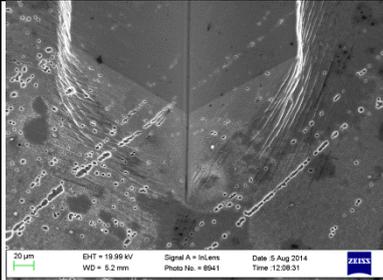
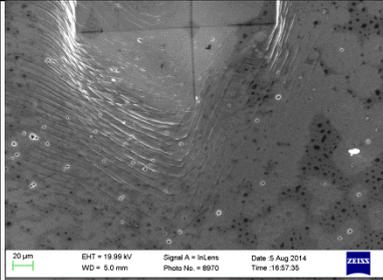
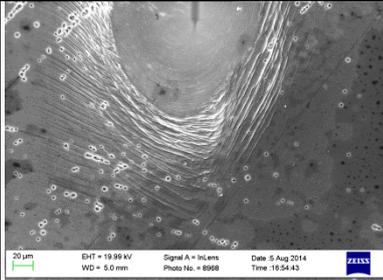
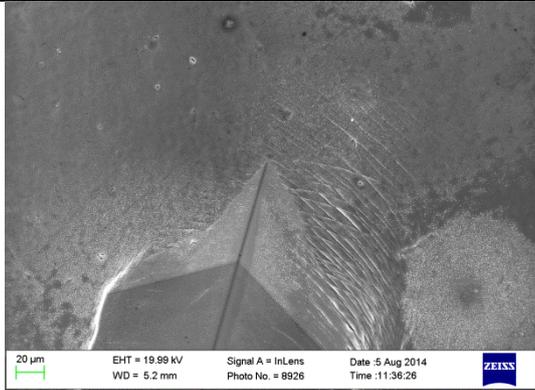
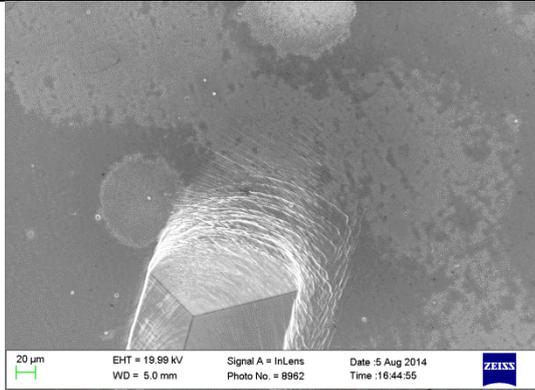
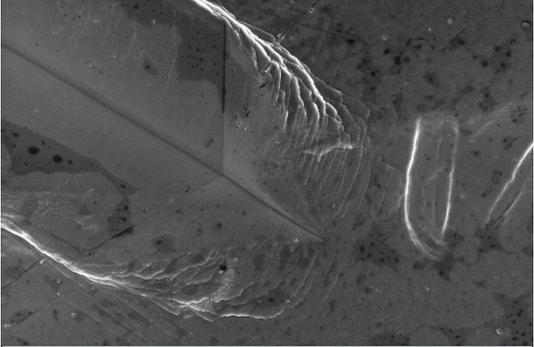
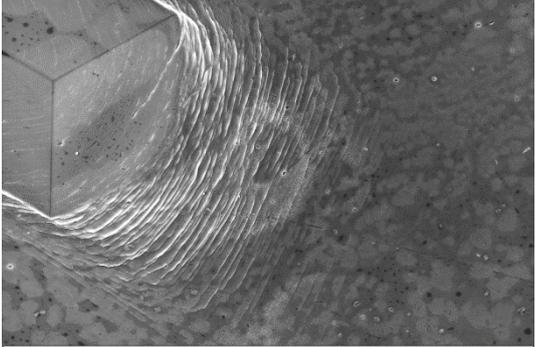
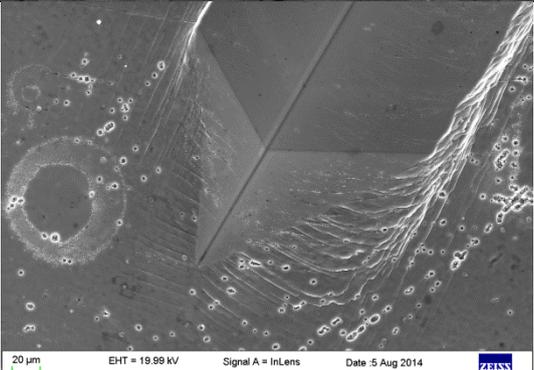
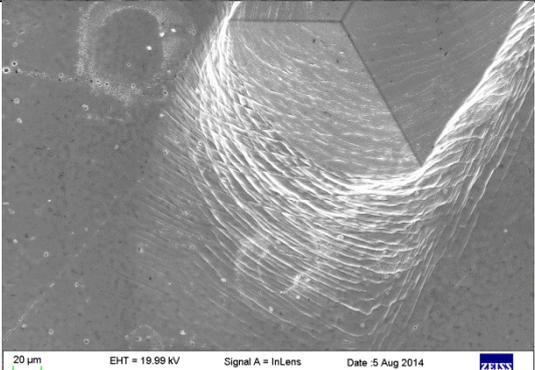
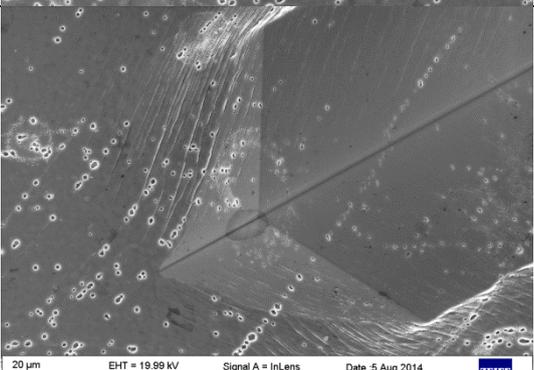
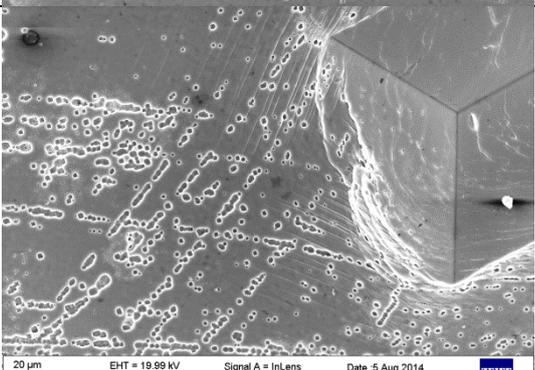
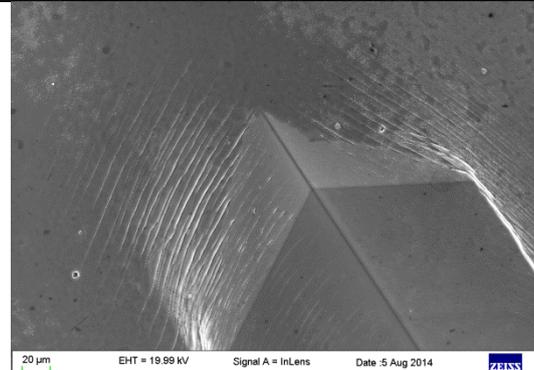
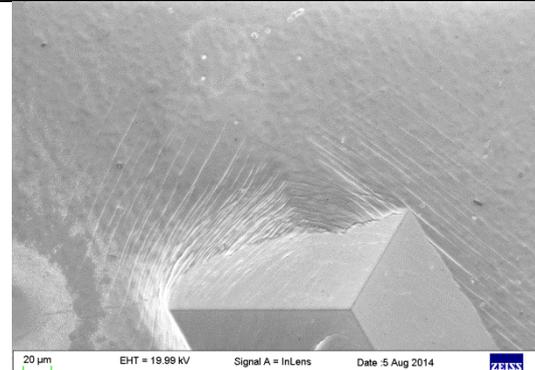
Направление, градусов	Тип индентора		
	Пирамида Берковича	Пирамида Виккерса	Конус 120 градусов $R_{\text{вершины}} = 100 \text{ мкм}$
0			
30			
180			

Таблица 5 - Область деформации и полосы сдвига перед индентором Берковича

Направление, градусов	Рабочий элемент индентора Берковича по направлению движения	
	Ребро	Грань
15		

Продолжение таблицы 5

120	 <p>20 µm EHT = 19.99 kV Signal A = InLens Date :5 Aug 2014 WD = 5.2 mm Photo No. = 8939 Time :12:04:50 ZEISS</p>	 <p>20 µm EHT = 19.99 kV Signal A = InLens Date :5 Aug 2014 WD = 4.9 mm Photo No. = 8972 Time :17:02:31 ZEISS</p>
210	 <p>20 µm EHT = 19.99 kV Signal A = InLens Date :5 Aug 2014 WD = 5.2 mm Photo No. = 8942 Time :12:11:28 ZEISS</p>	 <p>20 µm EHT = 19.99 kV Signal A = InLens Date :5 Aug 2014 WD = 5.0 mm Photo No. = 8974 Time :17:06:46 ZEISS</p>
240	 <p>20 µm EHT = 19.99 kV Signal A = InLens Date :5 Aug 2014 WD = 5.2 mm Photo No. = 8943 Time :12:13:05 ZEISS</p>	 <p>20 µm EHT = 19.99 kV Signal A = InLens Date :5 Aug 2014 WD = 5.0 mm Photo No. = 8966 Time :16:50:52 ZEISS</p>
330	 <p>20 µm EHT = 19.99 kV Signal A = InLens Date :5 Aug 2014 WD = 5.2 mm Photo No. = 8946 Time :12:18:06 ZEISS</p>	 <p>20 µm EHT = 19.99 kV Signal A = InLens Date :5 Aug 2014 WD = 26.3 mm Photo No. = 8975 Time :17:11:21 ZEISS</p>

Предполагая, что доминирующим источником АЭ при царапании чистой меди является выход дислокационного сегмента на свободную поверхность [91] и рассеяние энергии поля упругой деформации дислокационного сегмента происходит быстро, то отклик АЭ волны от единичного сегмента может быть представлен дельта-функцией с широким энергетическим спектром мощности.

Кроме того, для записи низкоамплитудных сигналов от дислокационных источников в малом деформируемом объеме, регистрирующая аппаратура должна удовлетворять следующим условиям:

- минимальный уровень электрического шума для получения приемлемого соотношения сигнала к шуму;
- максимальная чувствительность преобразователя при возможно широком частотном диапазоне для применения спектрального анализа.

Для регистрации АЭ использовалась аппаратура, построенная на широкополосных компонентах, основные технические параметры указаны в таблице 4. Преобразователь акустической эмиссии АЕ-900S-WB (100–1000 kHz, NF Electronics, Japan) был установлен на образец как можно ближе к области испытания. Сигнал с датчика усиливается малошумящим предварительным усилителем РАС 2/4/6 с усилением +60 dB. Регистрация сигнала выполнялась в непрерывном режиме без использования порога дискриминации шума на аппаратуре РАС PCI-2 (Physical Acoustics Corporation, USA). Параметры регистрации: усиление +6 dB; частота дискретизации 5 MSPS; аналоговая фильтрация в полосе 20 kHz – 2 MHz., прочие технические параметры системы регистрации приведены в таблице 6.

При использовании вышеуказанного оборудования отсутствует возможность аппаратной синхронизации момента запуска и останова испытательного воздействия и начала записи АЭ сигнала. Поэтому, при выполнении испытания придерживались следующего алгоритма:

Шаг 1. Запуск системы регистрации АЭ сигнала, регистрация параметров шума перед испытанием.

Шаг 2. Пауза 0,5 ... 1 сек. Запуск испытательной установки и системы нагружения индентора и нанесения царапины.

Шаг 3. Процедура испытания. Параллельная регистрация параметров нагружения и АЭ.

Таблица 6 - Параметры платы регистрации акустической эмиссии

№пп	Наименование параметра	Значение
1	Количество каналов регистрации акустико-эмиссионной информации, шт.	2
2	Количество каналов регистрации параметрической информации, шт.	2
3	Разрядность АЦП каналов регистрации АЭ-информации, бит	аппаратурная – 18 программная - 16
4	Разрядность АЦП каналов регистрации параметрической информации, бит	16
5	Частота дискретизации АЦП каналов регистрации АЭ-информации, МГц	0,1 – 40
6	Частота дискретизации АЦП каналов регистрации параметрической информации, Гц	100
7	Размер одного кадра АЦП для регистрации АЭ-информации, кСлов	1 - 16
8	Общий коэффициент усиления, dB	66
9	Приведенный ко входу шум, не более, мкВ	10
10	Диапазон частот регистрации АЭ (при неравномерности 6 дБ), МГц	0,001 – 3
11	Диапазоны регистрации параметрических каналов, ±В	0,01; 0,1; 1; 10

Шаг 4. Останов испытательной установки. Пауза 0,2...0,5 секунды. Автоматический быстрый (неотключаемый) возврат индентора на исходную позицию.

Шаг 5. Регистрация параметров шума сигнала АЭ после испытания.

Шаг 6. Пауза 3...4 секунды. Останов системы регистрации сигнала АЭ.

Так как в данном испытании нас интересовал факт количественной связи амплитудного отклика и деформационного процесса, то ограничимся анализом амплитудной формы сигнала для различного направления нанесения царапины. Общий результат показан на рисунке 3.46. Испытание выполнялось в 15 направлениях с шагом 15 градусов в диапазоне направлений 0 – 90 градусов и с шагом 30 градусов для направлений от 90 до 360 градусов, что и показано на рисунке 3.17.

На рисунке 3.17 следует обратить внимание на разницу амплитуды сигнала на интервале выполнения деформации и последующим уровнем шума, после остановки индентора. В основном регистрировалась АЭ очень низкой амплитуды, так в направлениях: 0°, 15°, 60°, 75°, 90°, 120°, 150°, 240°, 270°, 300°, 330° максимальные амплитуды сигнала соответствовали 30÷40 мВ, при уровне шума 15÷25 мВ. Однако в направления 180° и 210° наблюдалось существенное повышение амплитуды АЭ отклика

до ≈ 300 мВ, а в направлениях 30° , 45° до ≈ 600 мВ. Для направления 30 градусов испытание было проведено трехкратно в различных местах монокристалла, однако, отклик с высокой амплитудой АЭ сигнала воспроизводился, независимо от указанных факторов.

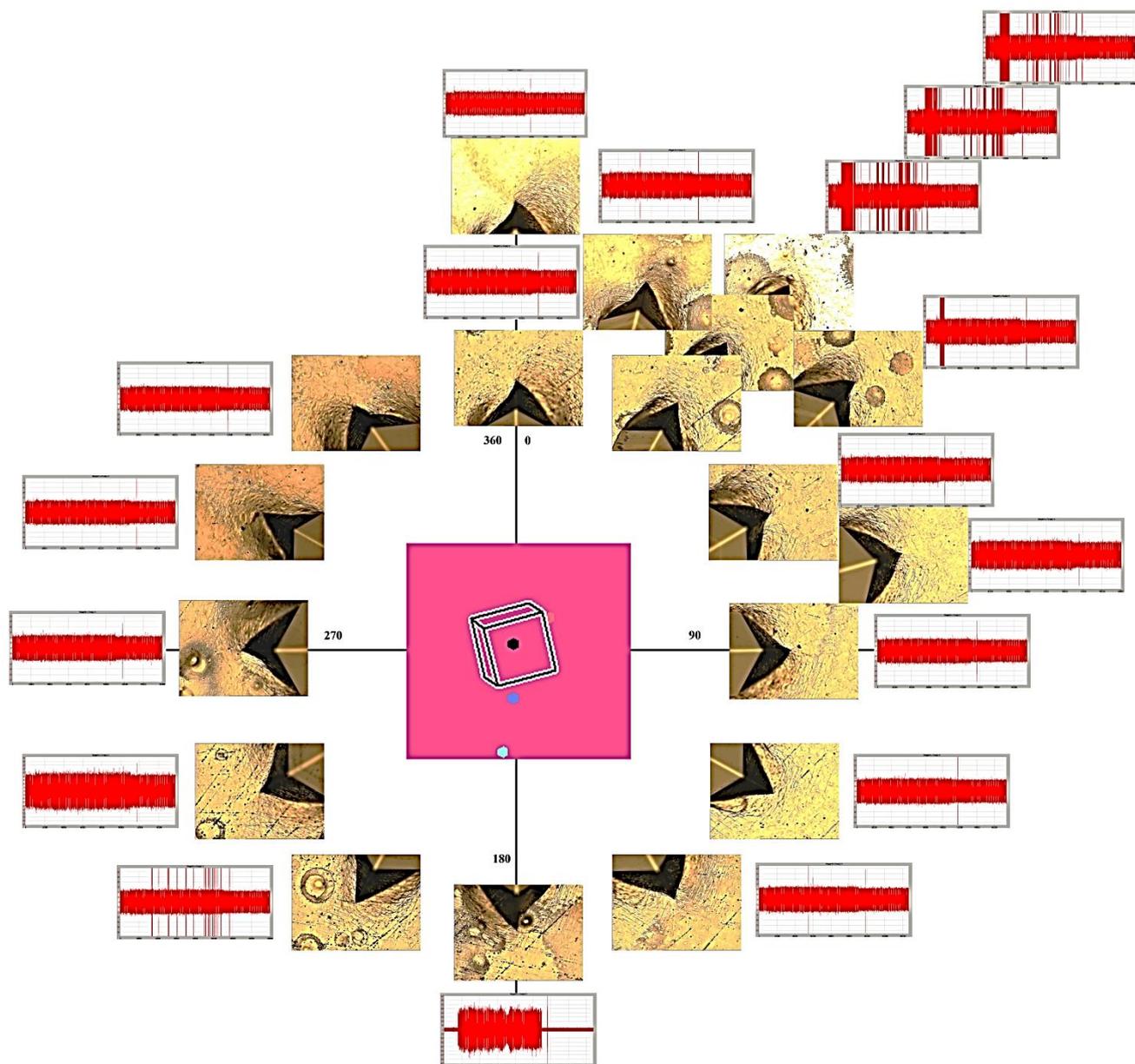


Рисунок 3.17 – Коллаж: вид деформированной зоны перед индентором (фото микроскопии); амплитудного отклика (диаграммы сигнала АЭ, красным) при выполнении скрайбирования монокристалла алюминия в направлениях с шагом 15 градусов в диапазоне 0 – 90 градусов и с шагом 30 градусов для направлений от 90 до 360. Кристаллографическая ориентировка показана в центре

Результаты исследования АЭ при скрайбировании монокристалла алюминия представлены на конференциях: VII Евразийской научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур" (Москва, 2014), 13th International symposium on physics of materials (Чехия, Прага, 2014) и в работе [61].

3.2.4. Выводы по разделу 2.3

1. Параметры сигнала АЭ зависят от пространственной конфигурации актививной системы скольжения, заключающейся в положении плоскостей скольжения относительно направления воздействия индентора.

2. Свойства сигнала АЭ регистрируемые при скрайбировании границ смежных монокристаллов обусловлены дислокационной кинетикой, что позволяет зарегистрировать отклик при переходе через границу даже при малоразличимом отклике в каждом отдельном монокристалле.

3. Тип и форма индентора влияют на формирование рельефа царапины и создание условий деформирования материала с уже существенно накопленной деформацией в непосредственной близости от индентора. На начальном этапе деформирования поверхности и формирования крупных полос скольжения, являющимися мощными источниками АЭ сигнала, форма индентора практически не оказывает влияния. Но влияние концентраторов напряжения, существенно искажающих поле напряжения, таких как величина угла ребра индентора, подробно не рассматривалось в данной работе.

4. Перспективным продолжением работы является понимание взаимосвязи между АЭ и механизмами активации деформационных систем при скрайбировании. Идентификация скольжения и двойникования. Например, контролируемые параметрами могут быть: энергия дефекта упаковки, фактор Шмидта.

3.3. Скрайбирование поликристалла меди

Целью испытания является изучение чувствительности параметров сигнала АЭ к элементам микроструктуры, зернам и границам, при выполнении скрайбирования поликристаллического образца меди с ориентировочным размером зерна 200÷500 мкм.

3.3.1. Описание методики испытания

Скрайбирование выполнялось на образце поликристаллического медного сплава, с содержанием Ge 0,1%. Образец подвергался предварительному механическому шлифованию и полировке, отжигу при 1170 К длительностью один час с последующим медленным охлаждением в камере вакуумной печи. Необходимость глубокого отжига обусловлена желанием получения крупного размера зерна для обеспечения длительного стационарного АЭ отклика при движении индентора в пределах каждого зерна и последующей смены режима сигнала при переходе в соседнее зерно с другой кристаллографической ориентировкой. Глубокий предварительный отжиг снижает концентрацию дислокаций в материале, которые были накоплены в образце при деформировании и прокатке на этапах изготовления и шлифовки, тем самым, исключая влияние предварительной истории деформации кристаллов. Выполненная таким образом подготовка исключает влияние эффекта Кайзера [8, 38]. Непосредственно перед испытанием грань образца, предназначенная для выполнения скрайбирования, подвергалась электрополировке с последующим изучением микроструктуры в камере электронного микроскопа с применением метода анализа дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) [100-102].

Затем выбиралась область испытания в соответствии со следующими условиями:

- по направлению нанесения и ориентировочной длине 2 мм следа индентора должно находиться несколько крупных зерен;
- границы зерен должны располагаться по возможности поперек к направлению царапины;
- окончание следа индентора должно располагаться в центре крупного зерна.

Описание оборудования для выполнения испытания

Испытание проводилось на инструментованном скрэтчтестере Nanovea. Для выполнения царапины использовался индентор Берковича, установленный ребром к направлению движения. Исходные параметры испытания: скорость перемещения индентора 12–24 мм/мин; постоянная нормальная нагрузка 1–2 Н; длина царапины 2 мм. Внешний вид образца, смонтированного в испытательной установке показан на рисунке 3.18.

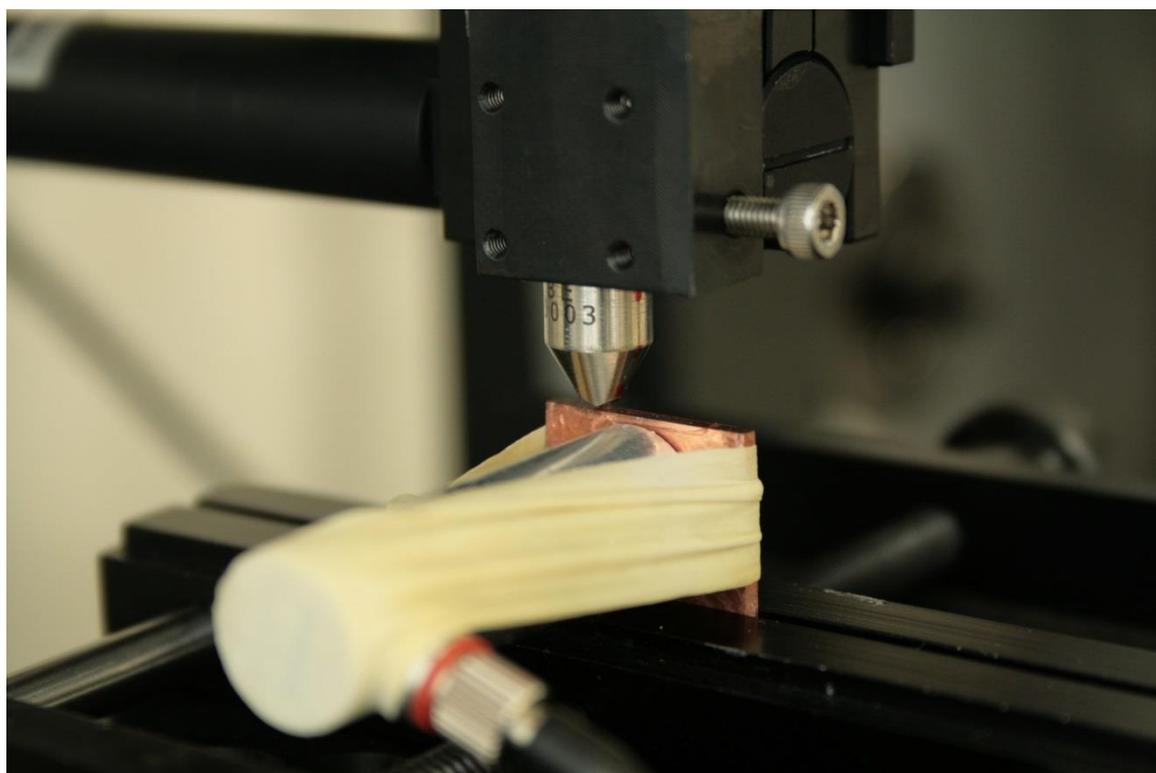


Рисунок 3.18 – Медный образец под индентором, на боковой поверхности образца установлен датчик АЭ

Результаты подготовки образца и испытательного оборудования

После подготовки и исследования структуры на испытательной поверхности образца были выбраны места нанесения «царапины», как показано на рисунке 3.19.



Рисунок 3.19 – EBSD карта микроструктуры поверхности испытания на образце, темным следом отмечены места нанесения царапин (по 2 мм каждый)

Вид микроструктуры испытательной поверхности образца соответствует поперечному сечению по отношению к направлению прокатки. Размер зерен соответствует диапазону 0,2 – 1 мм, с наличием двойников отжига, что свидетельствует о глубоком отжиге.

Динамические параметры скрэтч-тестера Nanovea не позволяют задавать широкий диапазон скоростей поперечного перемещения индентора, оптимальным диапазоном является от 6 до 24 мм/мин. В данном диапазоне латеральной скорости уровень акустических шумов привода остается приемлемым для регистрации и обработки АЭ сигнала и движение индентора происходит монотонно, без рывков или шагов. Согласно выше изложенному, глубина внедрения индентора не должна быть большой, т.к. в противном случае существенно падает скорость деформации и как следствие, амплитуда отклика АЭ, однако минимальная нагрузка, которую поддерживает система автоматического регулирования с точностью 10% находится в диапазоне от 1 Н до 2 Н. При меньших нагрузках стабильность поддержания нормальной нагрузки не гарантируется. На образец было нанесено 3 царапины с параметрами, приведенными в таблице 7.

Нет практической необходимости выполнять повторные испытания при идентичных параметрах нагружения и перемещения, т.к. целью испытания является АЭ отклик, который при перемещении индентора в области одного зерна регистрирует множество АЭ реализаций актов пластической деформации в идентичных условиях. Да и физически нет возможности выполнить повторное испытание на том же самом пути, как и нет последовательности идентично ориентированных зерен.

Таблица 7 – Режимы нанесения царапины

Порядковый номер испытания	Нормальная нагрузка, приложенная к индентору, Н	Скорость латерального смещения индентора, мм/мин
1	2	24
2	1	24
3	1	12

3.3.2. Результаты испытания и анализ сигнала АЭ

В ходе испытания регистрируются силы, приложенные к индентору: нормальная нагрузка и сила перемещения, показанные на диаграмме 3.20.

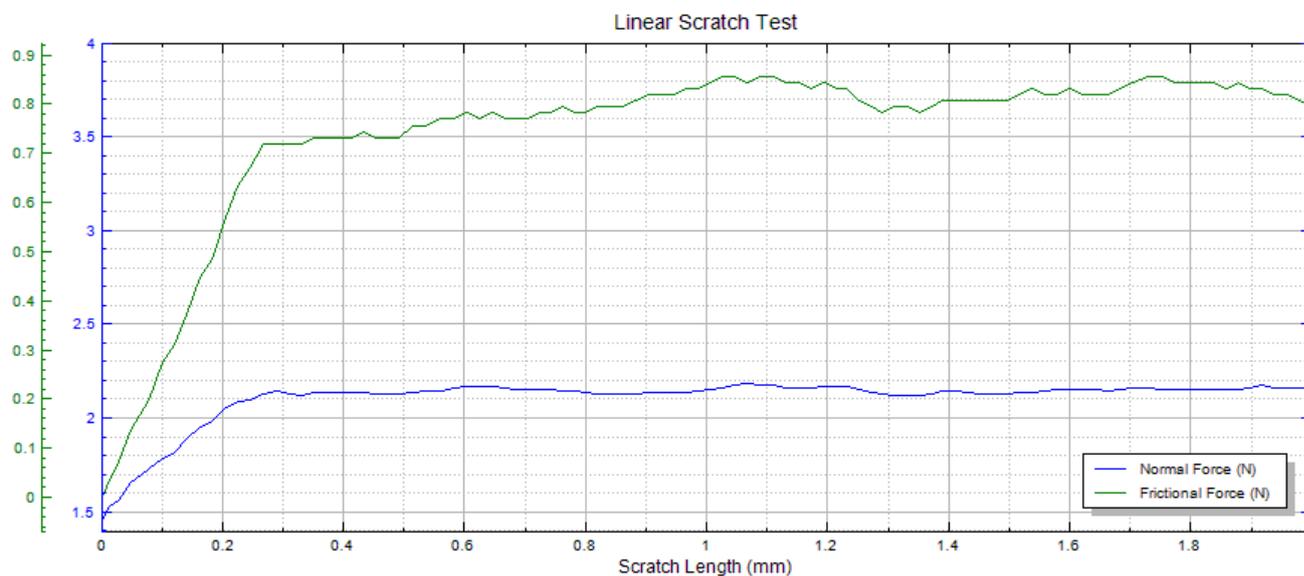


Рисунок 3.20 – Диаграмма нагружения индентора при нанесении царапины, порядковый номер испытания 1 (Нагрузка на инденторе ~2Н (синий), скорость перемещения индентора 24мм/мин, длина следа 2мм (Scratch Length), сила сопротивления - зеленый)

Внешний вид следа индентора показан на рисунке 3.21. На краях и в области перед индентором хорошо различимы полосы скольжения. По характерному изменению направления полос можно установить положение границ зерен или двойников отжига.

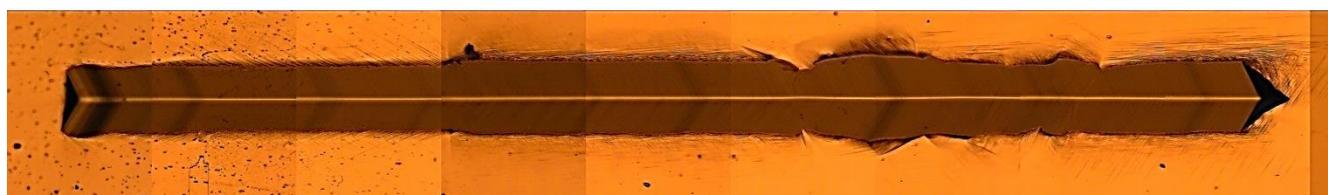


Рисунок 3.21 – Форма следа индентора, оптическая микроскопия 5×, длина следа 2 мм, испытание 1 (24 мм/мин, 2Н)

Для более детального анализа была проведена электронная микроскопия области перед индентором, где хорошо различимы диагональные, в данном случае, полосы скольжения, генерируемые в плоскости легкого скольжения в области с минимальными напряжениями (перед индентором). По мере продвижения индентора и нарастания поперечного напряжения, вызванного полем напряжения в области индентора,

наблюдается активация вторичных систем скольжения, в которых заметны короткие горизонтальные полосы скольжения (верхний левый угол на рисунке 3.22).

Обработка сигнала акустической эмиссии

В процессе нанесения царапины выполнялась непрерывная регистрация сигнала акустической эмиссии. Общий вид сигнала для каждого испытания показан на рисунке 3.23.

Несмотря на крайне низкое соотношение сигнала/шум, в несколько десятков единиц дискретной шкалы АЦП, возможно выделить интервал, на котором происходило движение индентора и деформирование материала. Кроме того, на диаграмме АЭ первого испытания виден интервал времени, на котором амплитуда АЭ существенно, в 20 раз, превосходит средний уровень сигнала.

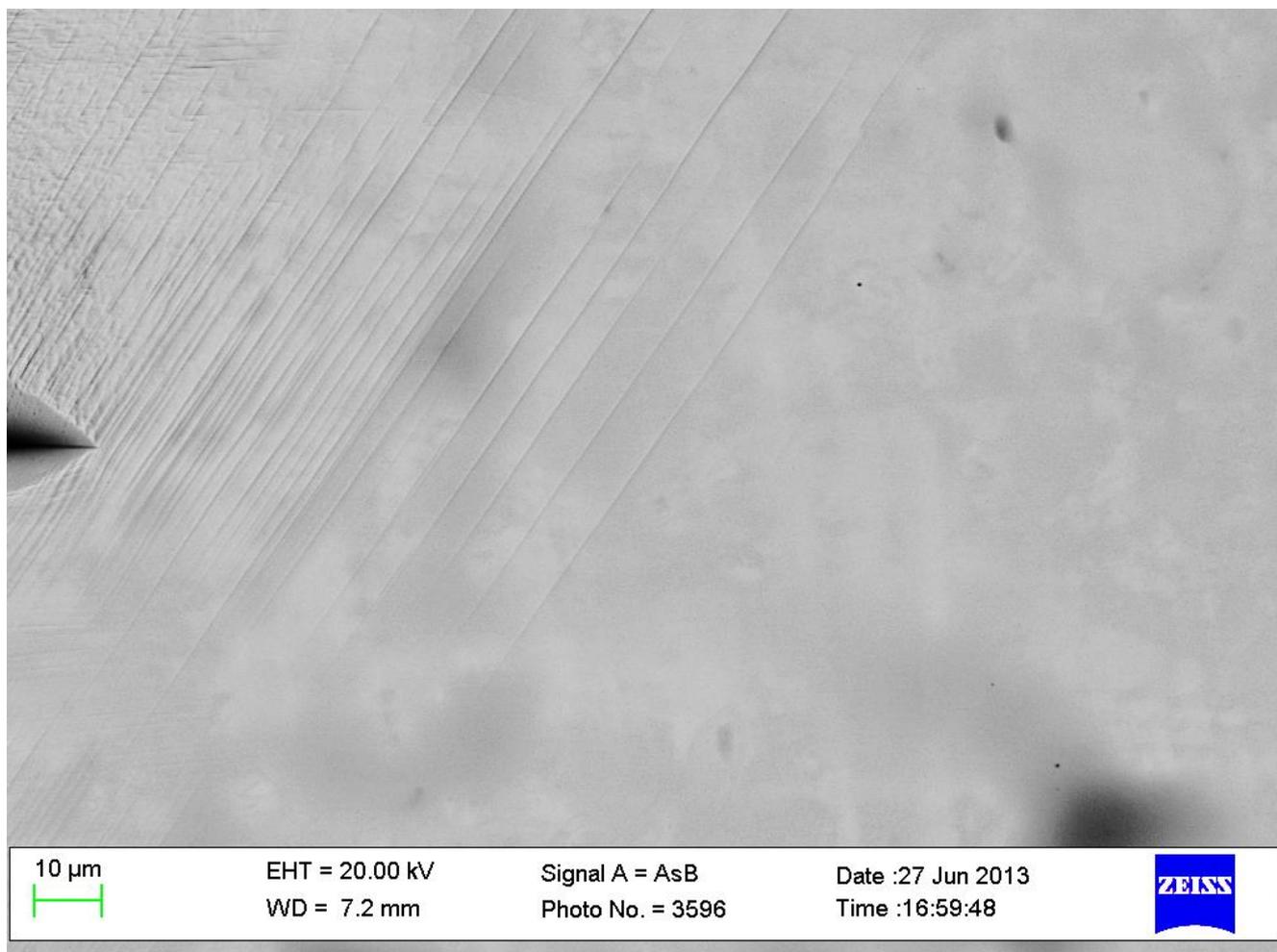


Рисунок 3.22 – Электронная микроскопия деформированной зоны перед индентором (сдвиг индентора осуществляется слева направо), испытание 1 (24 мм/мин, 2Н)

При скрайбировании медного поликристаллического образца в Испытании 1, наблюдалось существенное увеличение амплитуды на интервале времени от 5с до 5,2с, при кластеризации сигналы из этого интервала сформировали обособленный кластер –

Cluster3 в количестве 87 сигналов, что существенно меньше 2957 сигналов в кластере испытания, и были исключены из обработки. Однако кристаллографическая структура под индентором на интервале $5 \div 5,2$ секунды была насыщена границами зерен и двойников и имела локальное заметное снижение твердости при скрайбировании, т.о. локальное устойчивое увеличение амплитуды АЭ отклика представляется не случайным.

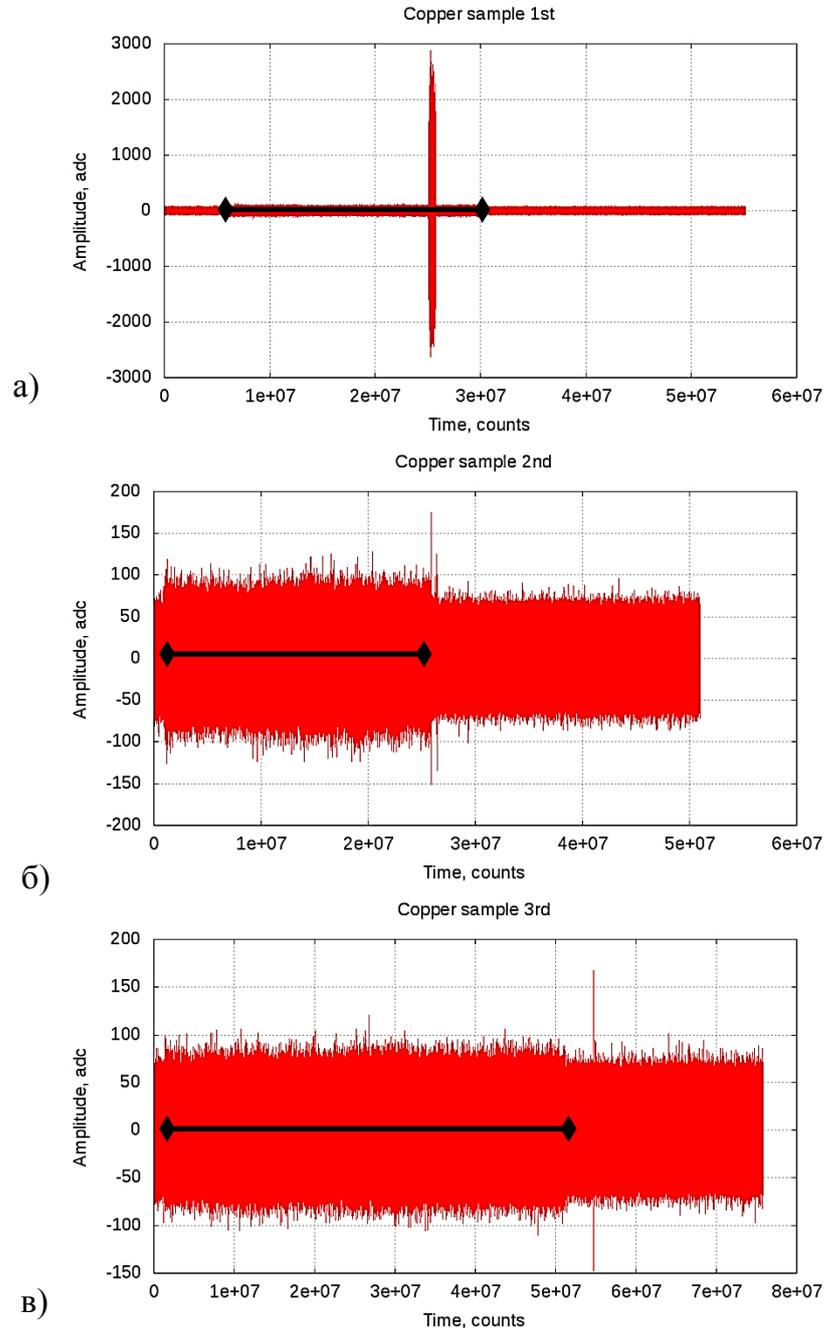


Рисунок 3.23 – Общий вид сигнала АЭ при нанесении царапины на образец поликристаллической меди, линией обозначен интервал нанесения царапины.

а) испытание 1 – 24 мм/мин, 2 Н, б) испытание 2 – 24 мм/мин, 1 Н,

в) испытание 3 – 12 мм/мин, 1 Н

Анализ амплитудного распределения

Целью данного анализа является необходимость оценить содержательность зарегистрированного сигнала и убедиться в чувствительность АЭ к воздействию на образец в процессе испытания.

Для выполнения анализа воспользовались процедурой кластеризации ASKC и расчетом параметров сигнала АЭ, как в предыдущих испытаниях. В данном случае исходный непрерывный сигнал разделялся («нарезался») для обработки на смежные фрагменты по 8192 отсчета, которые при частоте дискретизации 5 МГц имели длительности 1,6 мс, что для АЭ события является относительно длительным интервалом, и было выбрано исходя из желания регистрировать несколько АЭ событий в каждом смежном фрагменте. Или не иметь таких событий, когда не производилось воздействие на материал.

Результат накопления сигналов в кластерах показан на рисунке 3.24, ниже приведены усреднённые спектры по кластеру деформации и шумового сигнала.

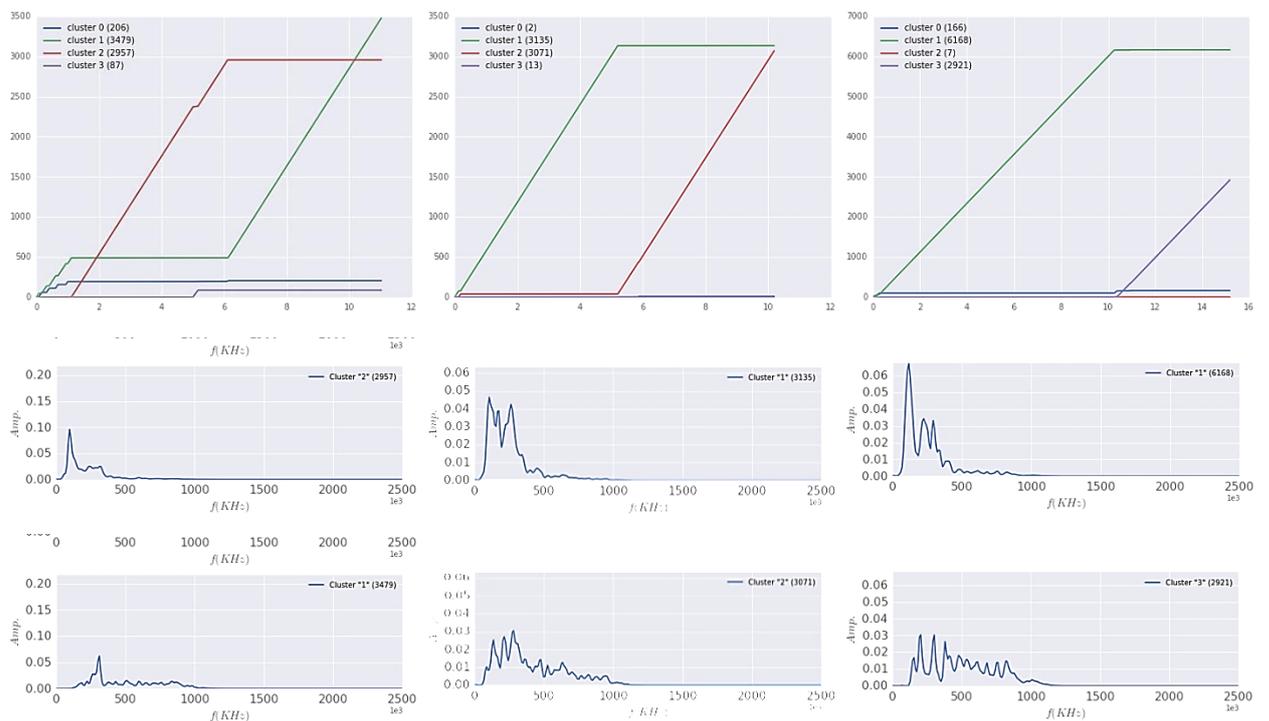


Рисунок 3.24 – Диаграммы накопления сигналов в кластерах (сверху), средние спектры при деформировании материала под индентором (середина), средние спектры шумового сигнала (снизу). Столбцы Испытание 1 (24 мм/мин, 2 Н) – слева; Испытание 2 (24 мм/мин, 1 Н) – в центре; Испытание 3 (12 мм/мин, 1 Н) – справа

Для сигналов, относящихся к кластерам деформирования за время испытания и шумовых сигналов вне интервала времени испытания, построили диаграммы распределения пиковой амплитуды сигнала АЭ (рисунок 3.25).

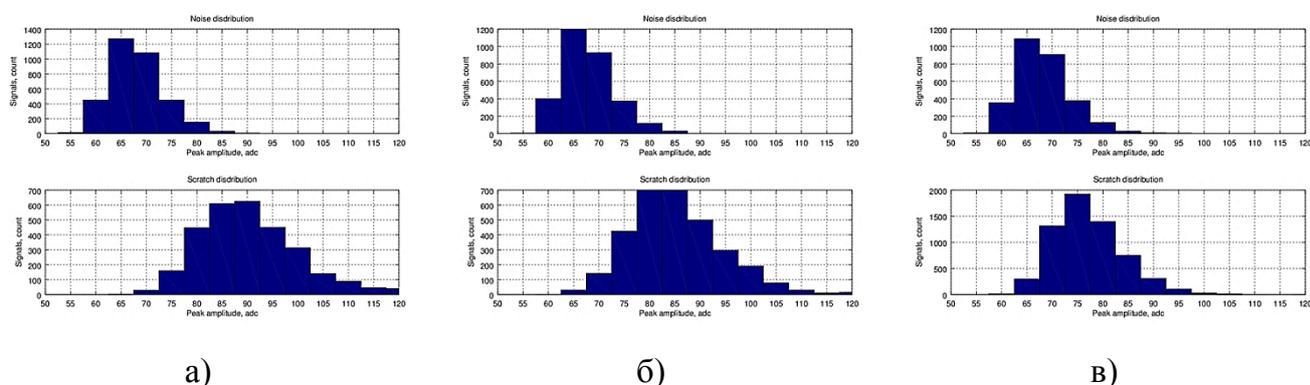


Рисунок 3.25 – Амплитудные распределения шумового (верхние) и при деформировании индентором (нижние) сигналов АЭ. а - Испытание 1 (24 мм/мин, 2 Н); б - Испытание 2 (24 мм/мин, 1 Н); в - Испытание 3 (12 мм/мин, 1 Н)

Смещение пика амплитудного распределения свидетельствует о содержании в сигнале АЭ энергии, диссипируемой при деформационном процессе, вызванном внедрением индентора в материал под нагрузкой. Причем величина амплитуды АЭ сигнала при деформации связана с масштабом деформационного процесса: при большей нагрузке на инденторе, большая площадь материала вовлекается в деформационный процесс. Также, при большей латеральной скорости перемещения индентора повышается амплитуда отклика сигнала АЭ, что однозначно показывает состоятельность изучения и анализа сигнала АЭ в связи с деформационными процессами, вызываемыми локализованным напряжением в микрообъеме. Однако, как будет показано ниже, более чувствительными являются спектральные параметры АЭ сигнала.

Анализ спектральных и энергетических параметров сигнала

Цель анализа - выявление чувствительности спектральных параметров сигнала АЭ к особенностям поведения дислокаций в различно ориентированных зернах и к границам.

Большую чувствительность АЭ к деформационным процессам демонстрирует медианная частота функции спектральной плотности, как показано на диаграммах

распределения, рисунок 3.26. Очевидно, что во время испытания медианная частота существенно смещается в сторону низких частот от медианной частоты шумового сигнала.

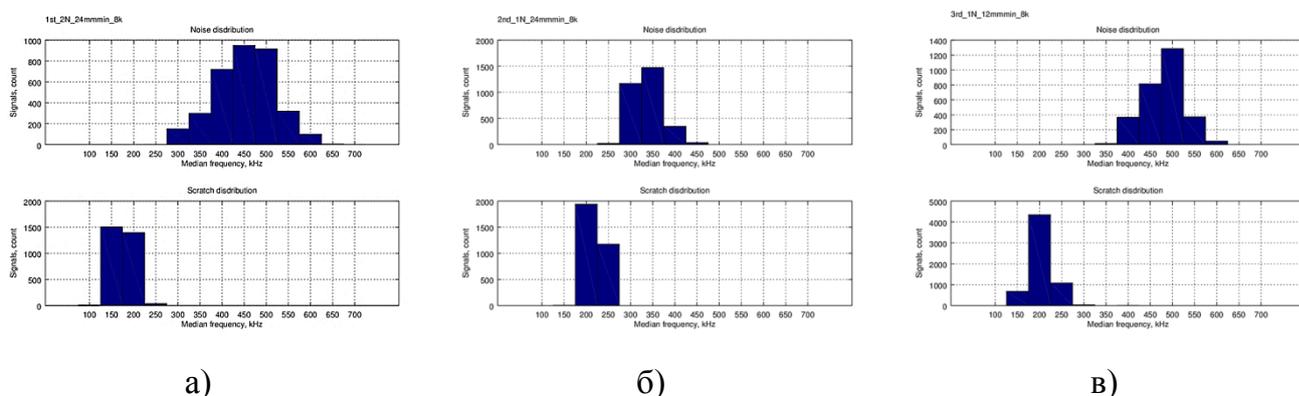
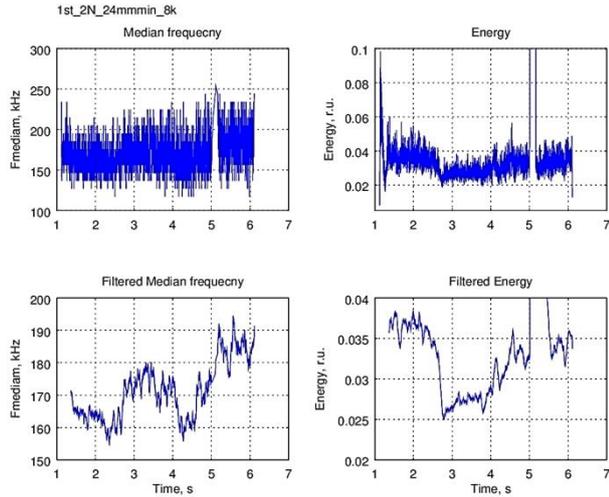


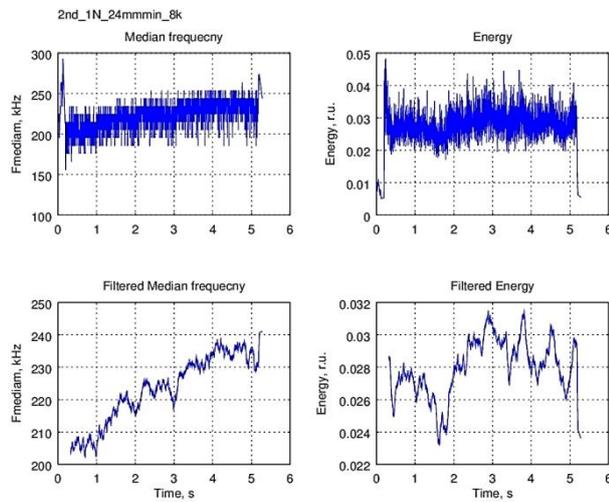
Рисунок 3.26 – Распределения медианной частоты шумового (верхние) и при деформировании индентором (нижние) сигналов АЭ. а - Испытание 1 (24 мм/мин, 2 Н); б - Испытание 2 (24 мм/мин, 1 Н); в - Испытание 3 (12 мм/мин, 1 Н)

Большой интерес вызывает анализ параметров сигнала акустической эмиссии от времени или положения индентора во взаимосвязи с деформацией элементов микроструктуры. На рисунке 3.27 показаны временные диаграммы энергии сигнала АЭ и медианной частоты, полученные на интервале времени нанесения царапины. Исходные диаграммы параметров имеют сильный разброс на коротких интервалах времени, что вероятно имеет место из-за дискретного (прерывистого) характера образования деформационных полос (полосы сброса напряжения), поэтому для сглаживания (выравнивания) этого разброса применяем фильтр нижних частот Баттерворта первого порядка с частотой среза 25 кГц. Результат с существенно меньшим разбросом приведен на нижних диаграммах для каждого испытания.

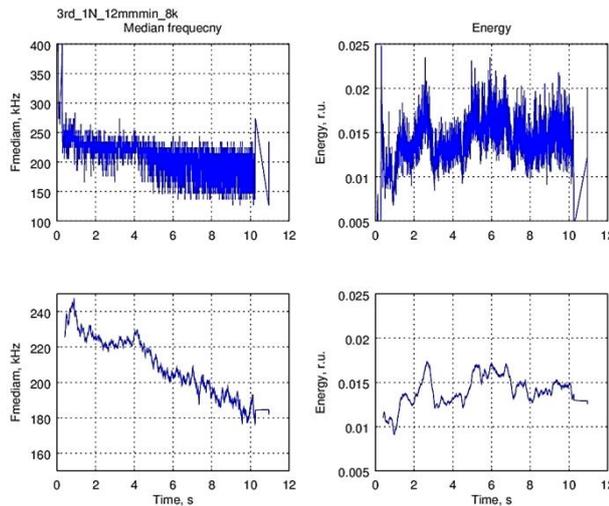
Построенные распределения для фильтрованных значений независимых параметров сигнала АЭ (Энергия – Медианная частота) демонстрируют компактно локализованные группы с неразрывными траекториями перехода (рисунок 3.28).



a)



б)



в)

Рисунок 3.27 – Диаграммы Медианной частоты и Энергии на интервале времени нанесения царапины: исходные (сверху), применение фильтра низкой частоты Баттерворта 1-го порядка, частота среза 25 кГц. а - Испытание 1 (24 мм/мин, 2 Н); б - Испытание 2 (24 мм/мин, 1 Н); в - Испытание 3 (12 мм/мин, 1 Н)

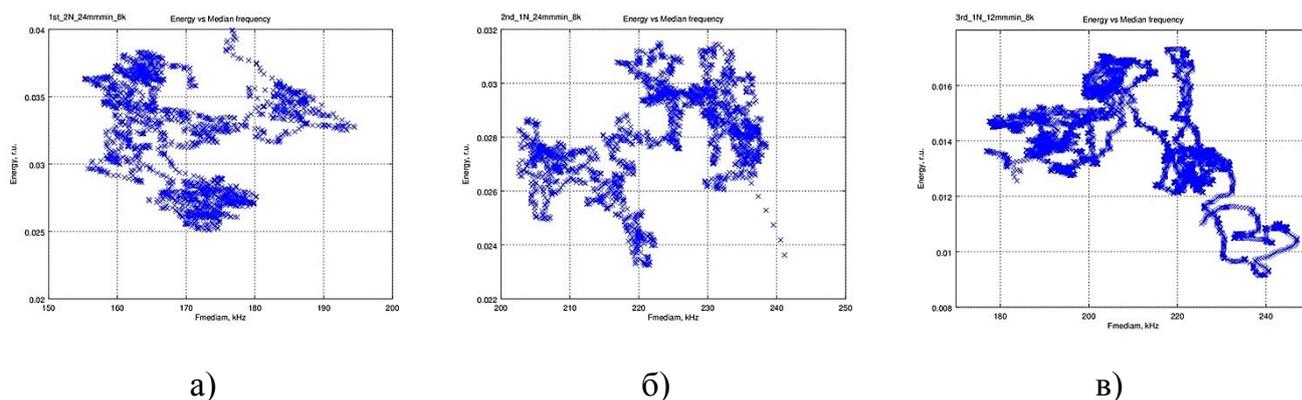


Рисунок 3.28 – Распределения Энергия – Медианная частота. а - Испытание 1 (24 мм/мин, 2 Н); б - Испытание 2 (24 мм/мин, 1 Н); в - Испытание 3 (12 мм/мин, 1 Н)

Совмещая пространственное положение индентора с моментом времени регистрации параметров сигнала, можно установить точное соответствие между группой сигналов на карте распределения Энергия-Медианная частота и областью деформации на карте микроструктуры поверхности, что показано на рисунке 3.29. Таким образом, изменение относительной кристаллографической ориентации зерна при переходе индентора через границу приводит к изменению АЭ отклика, вследствие изменения геометрии системы легкого скольжения по отношению к свободной поверхности и, соответственно, изменения конфигурации выхода дислокационных сегментов и полос скольжения на свободную поверхность.

Анализ интервала и частоты прихода сигналов АЭ при скрайбировании

При амплитудно-частотном анализе сигнала АЭ путем непрерывного деления исходного сигнала на равные фрагменты был выявлен разброс значений параметров, вычисленных для смежных интервалов, что может означать неравномерность деформации во времени. Для повышения соотношения сигнал-шум применили процедуру обработки спектрального шумоподавления (Spectral Noise Gate) на основе алгоритма, описанного выше, и программного обеспечения Audacity. Общий вид сигнала после обработки показан на рисунке 3.30.

Исходная амплитуда сигнала составляла 100-120 цифровых единиц, что, крайне недостаточно, для непосредственного применения процедур спектрального преобразования, из-за высокой накопительной погрешности при цифровой обработке и

вычисления. Поэтому предварительно сигнал был подвергнут цифровому усилению +40дБ, а затем применена процедура шумоподавления «Noise Removal».

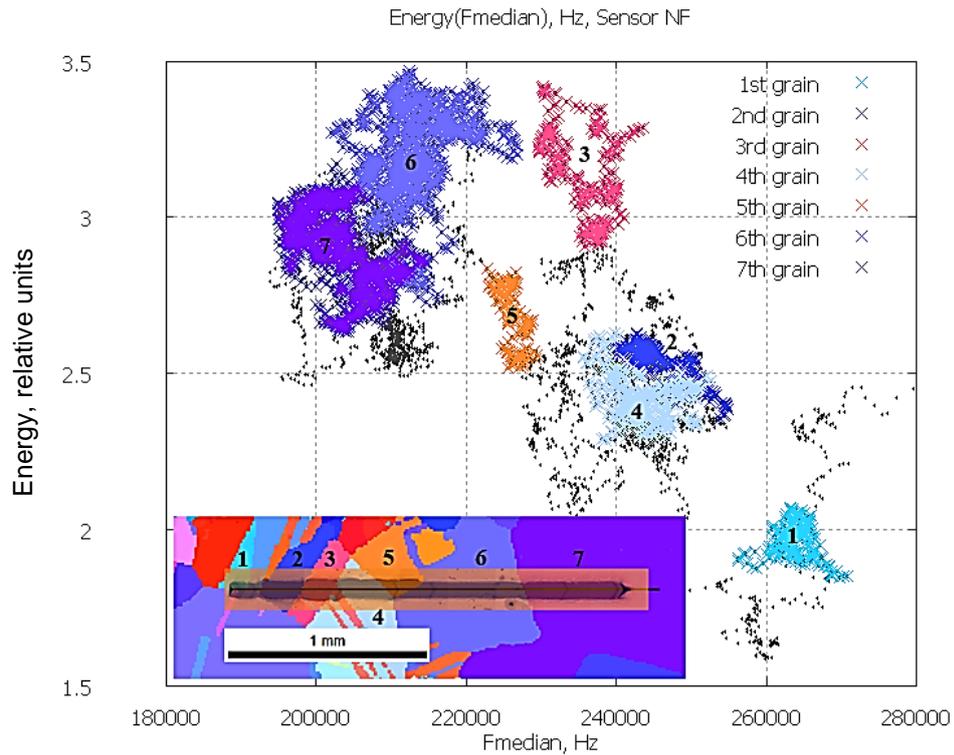


Рисунок 3.29 – Пространственно-временное соответствие положения индентора и параметров сигнала АЭ (Энергия - Медианная частота). (12 мм/мин, 1 Н)

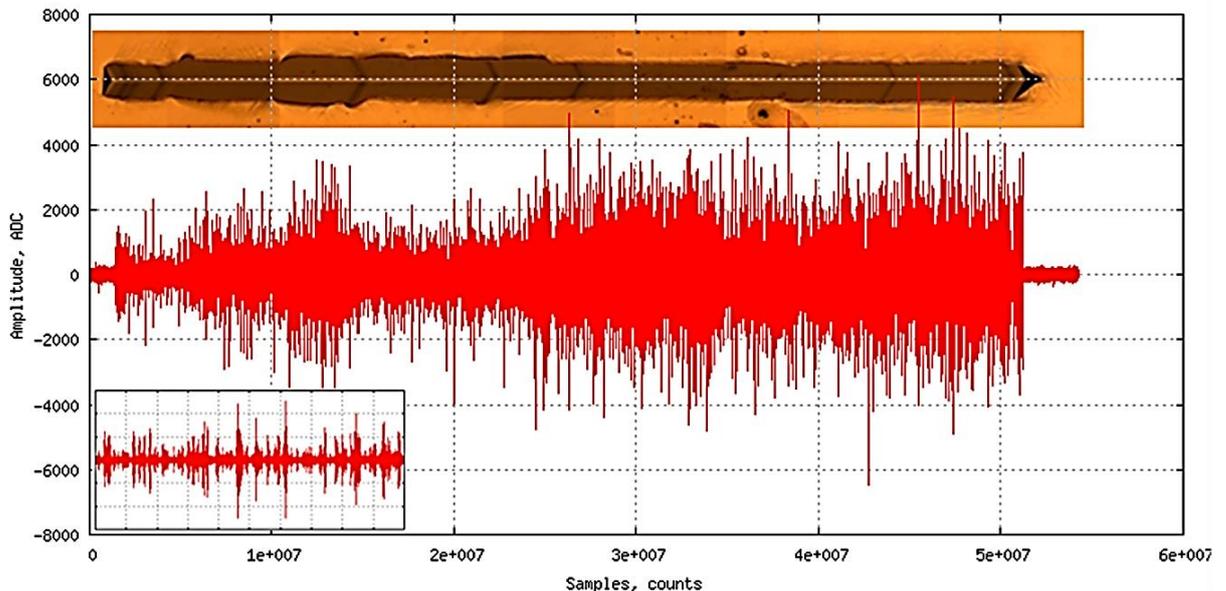


Рисунок 3.30 – Результат обработки сигнала Испытание 3 (12 мм/мин, 1 Н) процедурой спектрального шумоподавления (Audacity). На врезке - увеличение по оси время (Samples, counts)

На рисунке 3.30, во врезке показан фрагмент сигнала, зарегистрированного в середине испытания, на котором хорошо виден дискретный характер АЭ импульсов (ср. с рис. 3.23). Что и объясняет разброс параметров, вычисляемых для равномерно нарезанных фрагментов. Однако обрабатывать сигнал после применения процедур усиления и шумоподавления не перспективно, т.к. в нем практически подавлена информация об исходном спектре, сохранились только резонансные составляющие максимальной чувствительности, что является характеристикой датчика, а не источника сигнала. К тому же, после спектральной обработки и восстановления динамической формы сигнала, применяются методы сглаживания сигнала, что существенно затягивает резкие фронты сигнала и увеличивает ошибку при оценке длительности и интервалов прихода сигнала.

Для получения более точных временных параметров было решено использовать алгоритм детектирования времени прихода низкоамплитудных сигналов на основе анализа нестационарности частотных параметров сигнала с помощью алгоритма Phase-Picker, описанного выше [77]. Целью анализа является получение распределений интервалов между событиями и длительности событий.

Длительность АЭ событий слабо зависит от режима испытания, как показано на гистограммах распределения, рисунок 3.31. Что достаточно хорошо согласуется со сведениями из литературы, т.к. единичный дислокационный источник в приближении может быть смоделирован функцией Хэвисайда (функция единичного шага или ступени), однако в точке приема (установки датчика) АЭ регистрируется отклик после распространения сигнала в упругой среде и трансформации на границе установки датчика. Т.е. длительность сигнала обусловлена упругими и демпфирующими свойствами среды распространения, что в данной серии было неизменным параметром.

Анализ гистограмм распределения интервалов между событиями АЭ показывает, что вид диаграммы и положение пика распределения меняются в зависимости от параметров испытания, рисунок 3.32. На верхних гистограммах показаны полные распределения от минимальной до максимальной величины интервала между АЭ событиями. Хорошо видно, что вид распределений существенно меняется для интервалов более 1 мкс в зависимости от режима испытания. Так, при большем деформируемом объеме, испытание 1: 24 мм/мин, 2 Н, наблюдается монотонно убывающая на больших интервалах гистограмма распределения с самым большим числом событий АЭ. В режиме испытание 2: 24 мм/мин, 1Н, наблюдается несколько пиков на гистограмме распределения интервалов с существенно меньшим числом АЭ событий. В этом режиме из-за меньшей глубины внедрения индентора была меньшая по

размеру область деформации, однако средняя скорость деформации была больше. При уменьшении скорости перемещения индентора испытание 3: 12 мм/мин, 1 Н, наблюдалось еще большее расширение гистограммы в сторону длинных интервалов между событиями с еще меньшим общим количеством зарегистрированных сигналов.

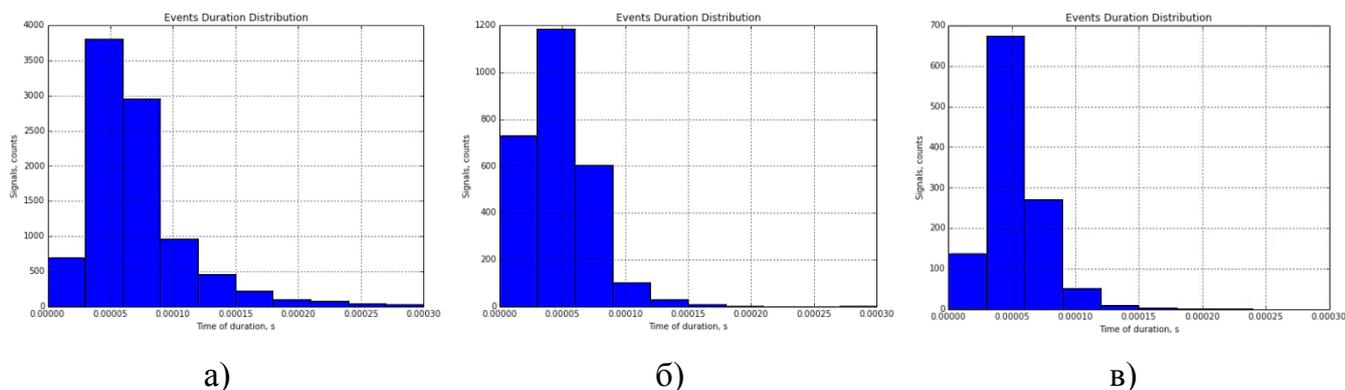


Рисунок 3.31 – Распределения длительности сигналов, детектированных по алгоритму PhasePicker. а - Испытание 1 (24 мм/мин, 2 Н); б - Испытание 2 (24 мм/мин, 1 Н); в - Испытание 3 (12 мм/мин, 1 Н)

Анализ пика малых интервалов гистограммы приведен на нижних гистограммах на рисунке 3.32 и, в отличие от больших интервалов, не обнаруживает сильной зависимости от параметров испытания. Вместе с тем, наблюдается небольшое уменьшение ширины пика (более короткие интервалы между АЭ событиями) при большей скорости деформации в Испытании 2 (24 мм/мин, 1 Н), чем при более низкой скорости деформации Испытание 1 (24 мм/мин, 2 Н) и Испытание 3 (12 мм/мин, 1 Н).

Положение максимума гистограммы распределения интервалов между АЭ событиями находится в диапазоне (100÷200) мкс, за такой временной интервал индентор смещается на (20÷40) нм при линейной скорости латерального смещения индентора (12÷24) мм/мин. Величина смещения дислокационного домена размером $100|b|$, где $|b|=0,2555$ нм – величина вектора Бюргерса для медного монокристалла, и соответствует величине 25,55 нм. Данное значение находится очень близко к величине смещения индентора за интервал времени (паузы) между АЭ событиями. Конечно, деформация происходит не от единого источника, т.к. по мере приближения к индентору поле напряжения становится все более неравномерным и способно вызывать разнонаправленное скольжение в материале [50,103]. Однако перед индентором в направлении движения на начальных этапах напряжения формируется область с дискретными высокими и редкими, полосами сдвига. Что свидетельствует о дискретности дислокационного механизма деформации.

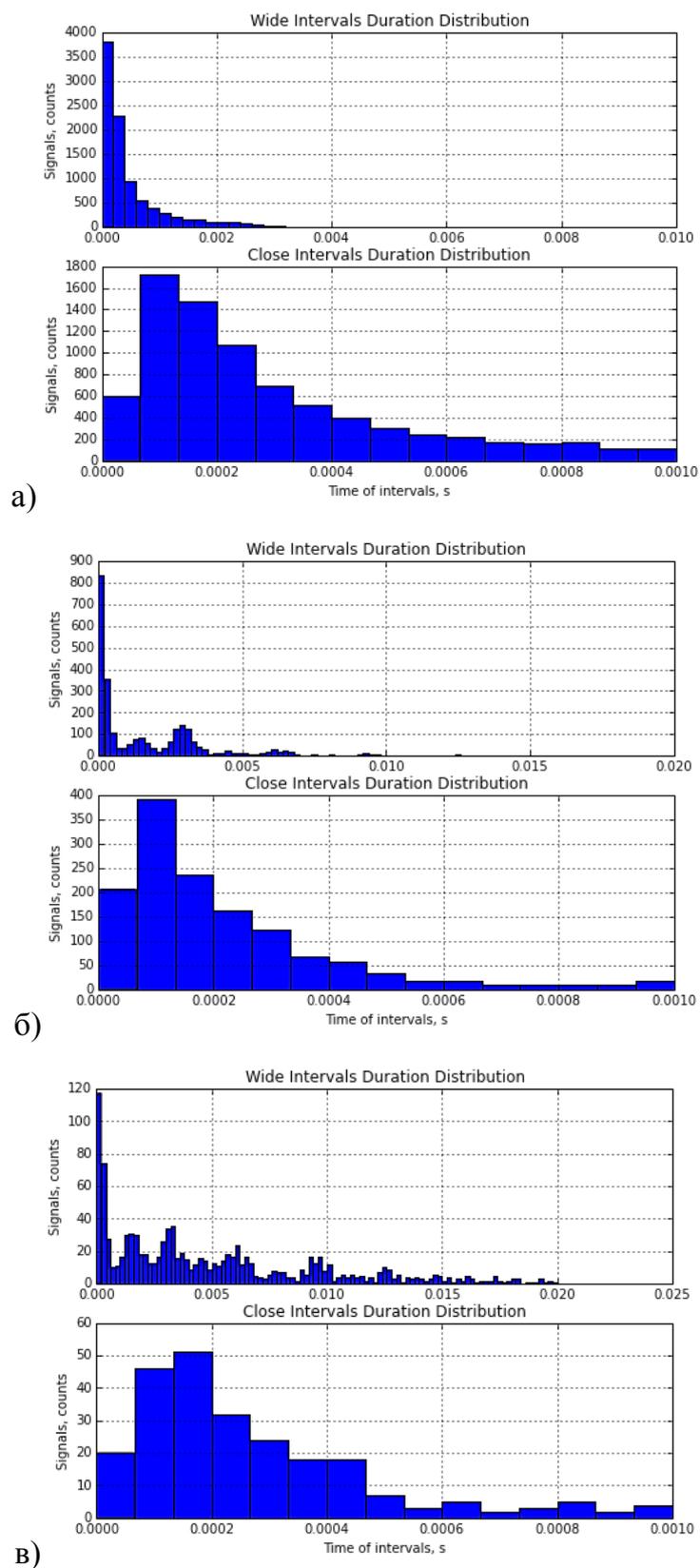


Рисунок 3.32 – Распределение длительности интервалов между моментами регистрации сигналов, детектированных по алгоритму PhasePicker. Диаграммы больших интервалов – сверху, коротких интервалов – снизу. а - Испытание 1 (24 мм/мин, 2 Н); б - Испытание 2 (24 мм/мин, 1 Н); в - Испытание 3 (12 мм/мин, 1 Н)

Исследование поверхности деформации перед индентором с помощью интерферометра белого света

На рисунке 3.33 показана деформированная область, сформированная перед индентором при движении слева направо ребром вперед. Данный снимок был получен на приборе Zygo NewView 7100 с высоким разрешением 0,1 нм по z-координате (глубина). На диаграмме, показывающей профиль поверхности отчетливо различимы ступени высоты – полосы (линии) скольжения.

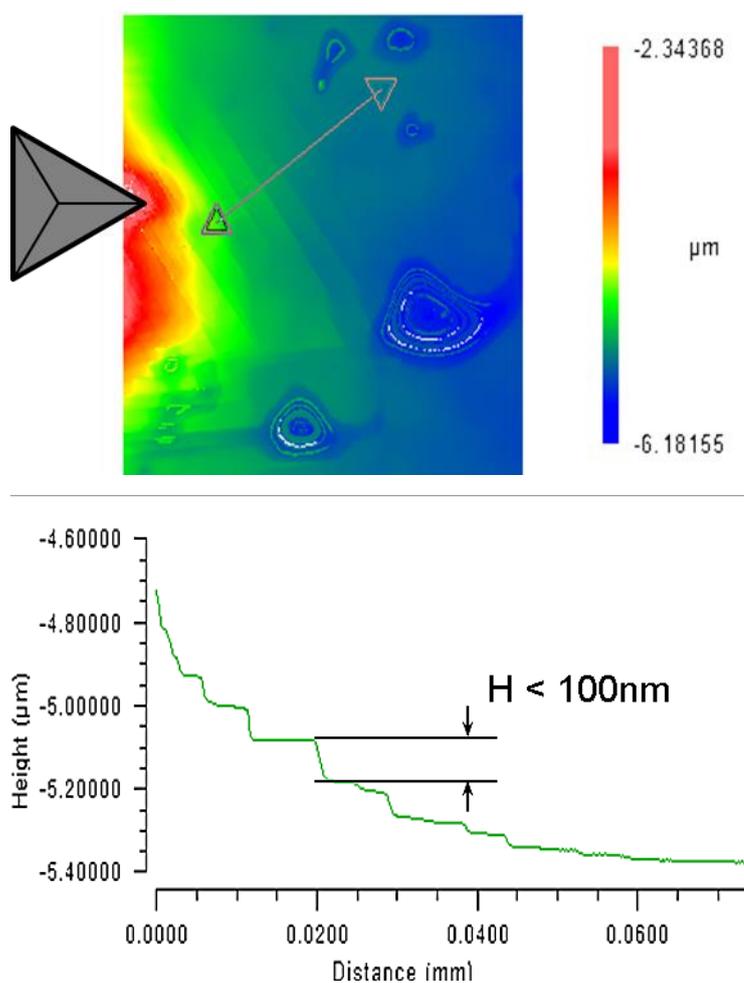


Рисунок 3.33 – Карта профиля высоты поверхности перед индентором (сверху).
Профиль поверхности, траектория отмечена треугольниками на карте (снизу)

Характерные геометрические размеры наблюдаемой поверхности образца после деформирования хорошо согласуются с литературными сведениями о геометрических параметрах полос скольжения при механической деформации.

В зависимости от расположения активированной системы скольжения с максимальным фактором Шмидта в кристалле, профиль полос скольжения может быть образован в виде двух характерных форм, показанных на рисунке 3.34. Проекция вектора скольжения в плоскости скольжения может быть сонаправлена или встречно направлена относительно направления движения индентора. Исследованный образец (Испытание 3), показанный на рисунке 3.33, имеет сонаправленное направление, что видно по ступенчатому профилю поверхности, иное направление имело бы пилообразный профиль.

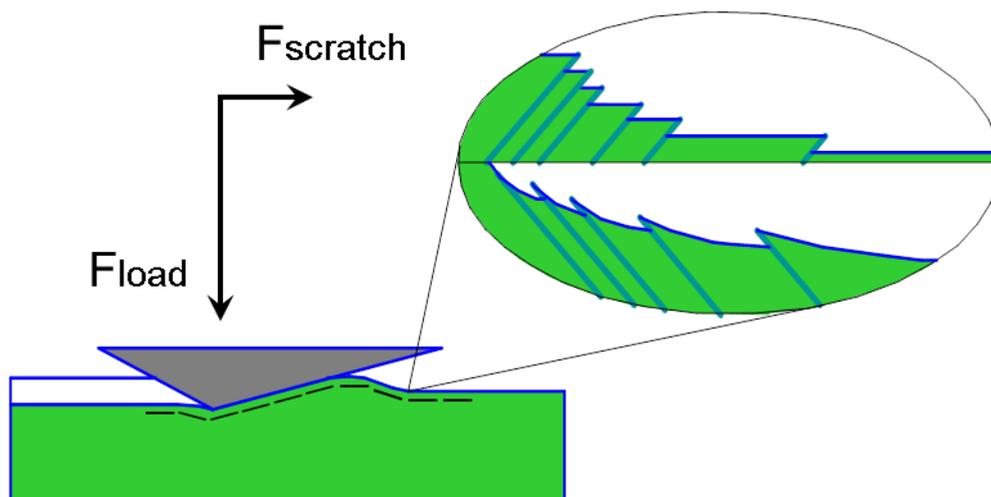


Рисунок 3.34 – Направление выхода линий скольжения, и образуемый профиль на поверхности (схема)

Исследование области остановки индентора, на рисунке 3.35, в сканирующем электронном микроскопе, позволяет сделать снимок с хорошим латеральным разрешением. На снимке хорошо различимы длинные диагональные полосы скольжения, расположенные поперек направления движения. Размер и расположение этих полос в наименее деформированной зоне позволяет сделать вывод, что именно выход дислокаций по ним является наиболее мощным источником АЭ.

По рисунку 3.35 можно представить, как появляются полосы скольжения при рассмотрении рельефа образования новых полос скольжения справа-налево. Первыми формируются длинные с высокими ступенями полосы скольжения, т.к. работает источник дислокаций в условиях низкой плотности накопленных дислокаций. Затем, по мере накопления плотности дислокаций, включаются источники с меньшим радиусом дислокационной петли. Так, например, если сравнить показанную деформированную область с сигналом АЭ после процедуры шумоподавления (рисунок 3.36), зарегистрированного в том же кристалле, что и снимок сканирующей микроскопии, то можно заключить, что на участке в 10 – 20 мкм наблюдается выход нескольких единиц крупных дислокационных доменов (длинные полосы скольжения) и счетное множество более мелких доменов (коротких полос).

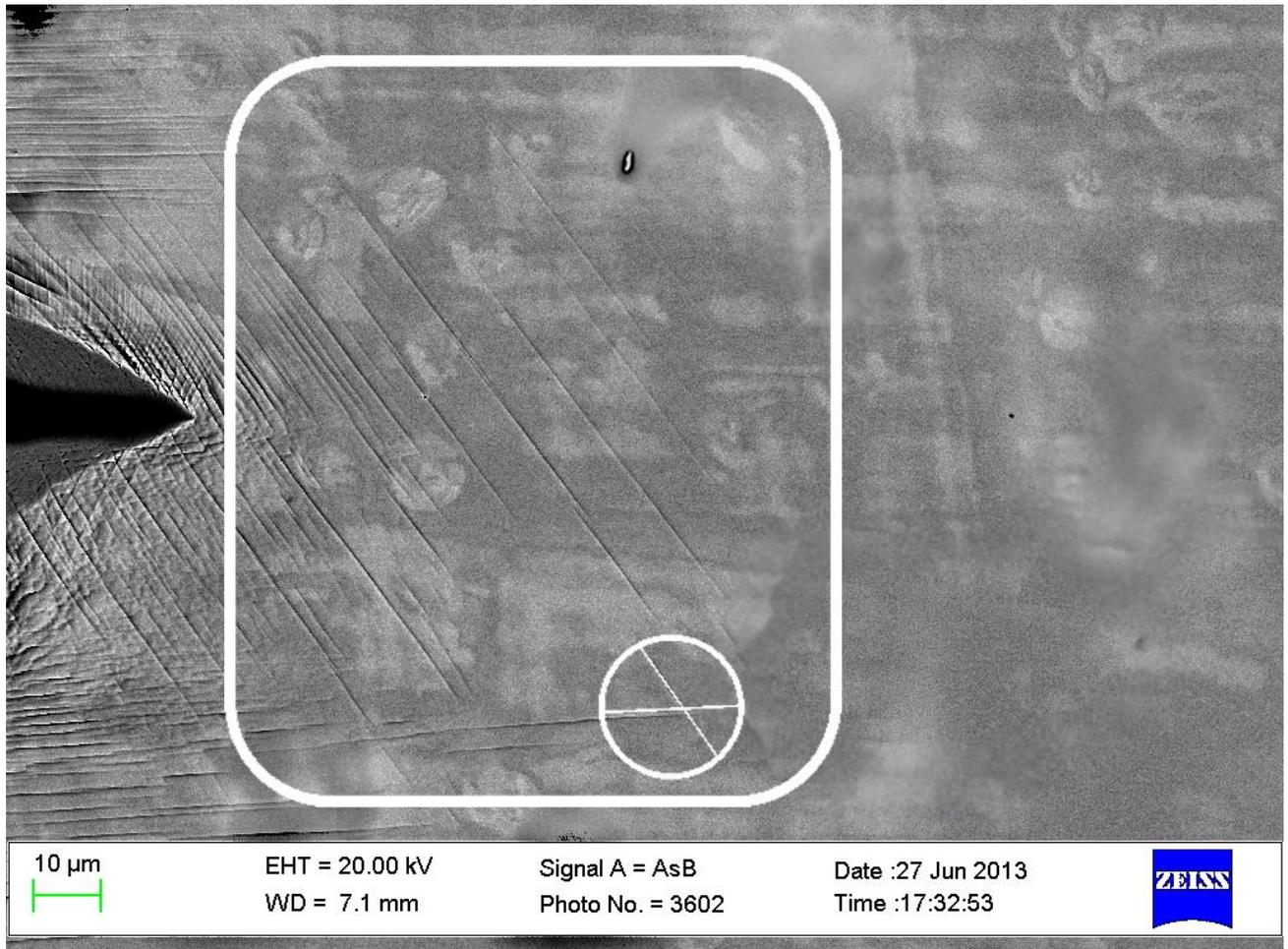


Рисунок 3.35 – Область деформации перед индентором (прямоугольная зона), Испытание 3(12 мм/мин, 1 Н). Направление выхода линий скольжения легкой и перекрестной системы скольжения (показано в круге)

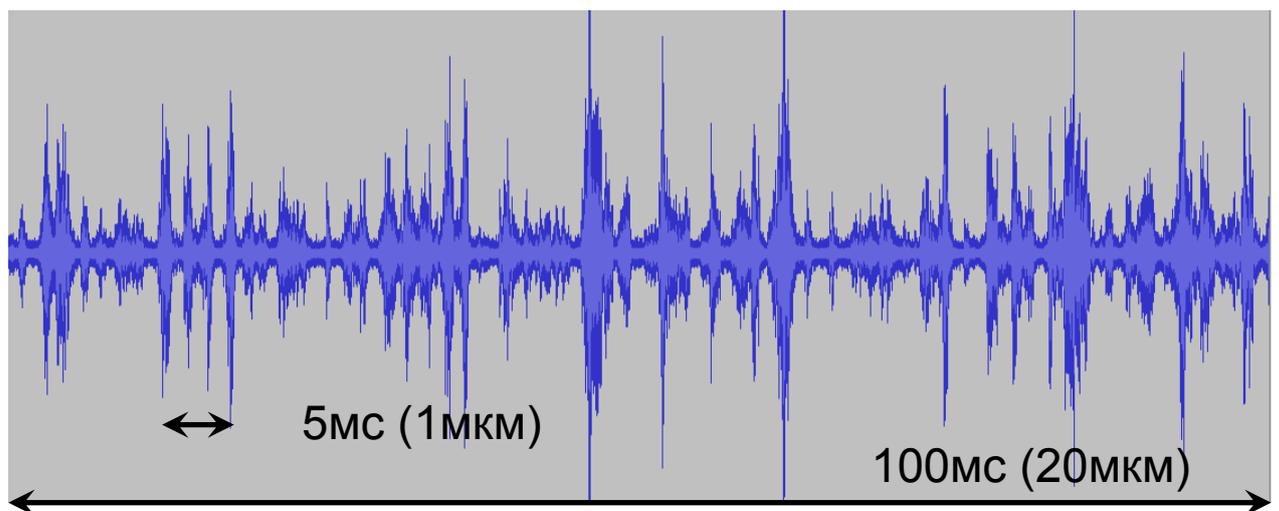


Рисунок 3.36 – Фрагмент сигнала, зарегистрированный при движении индентора перед остановкой в крайнем зерне. Испытание 3 (12 мм/мин, 1 Н)

Сопоставляя рисунки 3.35 и 3.36, можно сделать вывод, что количество полос скольжения перед индентором очень хорошо коррелирует с количеством пиков амплитуд в сигнале АЭ.

Основные результаты анализа сигнала АЭ с применением спектральной обработки при скрайбировании медного поликристаллического материала отражены в наших работах [61,62,77].

3.3.3. Выводы по разделу 3.3

1. Скрайбирование – метод, обладающий сильной локальностью, позволяет деформировать поверхность с хорошо контролируемыми условиями и создавать элементарные деформационные события, такие как скольжение дислокаций.

2. Метод АЭ обладает достаточной чувствительностью для регистрации движения элементарных дислокационных сегментов, формирующих полосы скольжения в зоне перед индентором при скрайбировании. Вместе с тем, пороговые методы детектирования сигнала АЭ совершенно непригодны для такого анализа.

3. Спектральный анализ и процедуры шумоподавления и детектирования сигналов АЭ позволяют выявлять характеристики и свойства сигнала, чувствительные к элементарным, единичным актам деформации при крайне низком соотношении сигнал/шум.

4. Распределения сигналов в пространстве Энергия – Медианная частота позволяют дифференцировать отклик сигнала АЭ от различных элементов микроструктуры образца при скрайбировании. При скрайбировании отдельных элементов структуры параметры сигналов формируют компактные группы с непрерывными переходами, однако велика вероятность формирования групп схожих по значению параметров, но регистрируемых от различных элементов структуры.

4. ИДЕНТИФИКАЦИЯ ДЕФОРМАЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ В МАГНИЕВЫХ СПЛАВАХ

Анализ деформационных процессов в магниевых сплавах отличается от приведенного анализа деформации в меди и алюминии. Это обусловлено особенностями деформации материалов с гексагональной плотноупакованной (ГПУ) решеткой, при деформации которых при комнатных температурах происходит почти одновременная активация дислокационного скольжения по базисной плоскости и двойникового по одной из нескольких возможных систем. Основные деформационные системы для магния приведены в таблице 8 [104,105]. В магнии, имеющем ГПУ решетку, при комнатной температуре инициируются системы легкого дислокационного скольжения в базисных плоскостях (0001) в направлении $\langle 11-20 \rangle$ с величиной порогового напряжения $0,45 \div 0,81$ МПа и систем легкого двойникового сжатия и растяжения: растяжения $\{10-12\} \langle 10-1-1 \rangle$, пороговое напряжение 2 МПа; сжатия $\{10-11\} \langle 10-1-2 \rangle$, пороговое напряжение $2,5 \div 4,4$ МПа [104-106]. Количество систем легкого дислокационного скольжения только 2 против систем легкого двойникового сжатия и растяжения по 5 на каждое направление. Так как накопленная деформация, происходящая по механизму дислокационного скольжения в базисной плоскости, ограничена, то по мере накопления плотности дислокаций и упрочнения будет происходить переход к двойникованию. Таким образом, при деформировании объемных образцов магниевых сплавов наблюдаются оба деформационных механизма, изучение которых позволит улучшить понимание процесса деформирования магниевых сплавов с целью улучшения технологических параметров обработки и инжиниринга перспективных материалов из магниевых сплавов.

Как было показано в предыдущих разделах, метод АЭ обладает высоким разрешением, как в частотной для идентификации типа источника, так и во временной области для идентификации интервалов между работой источников сигнала.

Таблица 8 - Системы скольжения в магнии при комнатной температуре [107]

Наименование системы скольжения	Кристаллографическое описание системы скольжения		Пороговое напряжение сдвига, МПа	Количество независимых систем скольжения
	Плоскость	Направление		
Базовая	(0001) (0001)	$\langle 11-20 \rangle$	0,45–0,81	2
Призматическая	{10-10}	$\langle 11-20 \rangle$	39,2	2
Пирамидальная 1	{10-11}	$\langle 11-20 \rangle$	48–87	4
Пирамидальная 2	{11-22}	$\langle 11-2-3 \rangle$	-	5
Двойникование сжатия	{10-11}	$\langle 10-1-2 \rangle$	2,5–4,4	5
Двойникование растяжения	{10-12}	$\langle 10-1-1 \rangle$	2	5

4.1. Деформация в магниевом сплаве при монотонном растяжении

4.1.1. Описание образцов и аппаратуры испытания

Для анализа АЭ отклика деформационных процессов были подготовлены образцы из магниевых сплавов ZK60 ($Mg - 5,8Zn - 0,44Zr$), в двух состояниях. Первое состояние - это образец в отожженном состоянии с крупным зерном, с размером зерна до 70 мкм. Второе состояние – это образец после специальной механической обработки: интегрированная прямая экструзия и равноканальное угловое прессование (РКУП) при температуре 623К, накопленная деформация в образце составила 5,4 (540%), а средний размер зерна 2 мкм. В образце после интегрированной экструзии +РКУП наблюдается выраженная текстура материала с преимущественной ориентировкой базисной плоскости параллельно направлению экструзии [108,109]. Были подготовлены плоские образцы для испытания на монотонное растяжение с удлиненными «лопатками» для захватов и установки датчика АЭ. Образцы заданной формы вырезались с помощью электроискрового оборудования, а поверхность образцов подвергалась шлифовке и полировке до зеркального блеска, параметры рабочей части образца: длина 10 мм, ширина 5 мм, толщина 4 мм.

Испытание выполнялось на жесткой механической испытательной машине Instron 5900 в режиме постоянной скорости перемещения активного захвата, для обеспечения номинальной скорости деформации рабочей части образца $5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Образец, установленный в захваты испытательной машины, показан на рисунке 4.1.

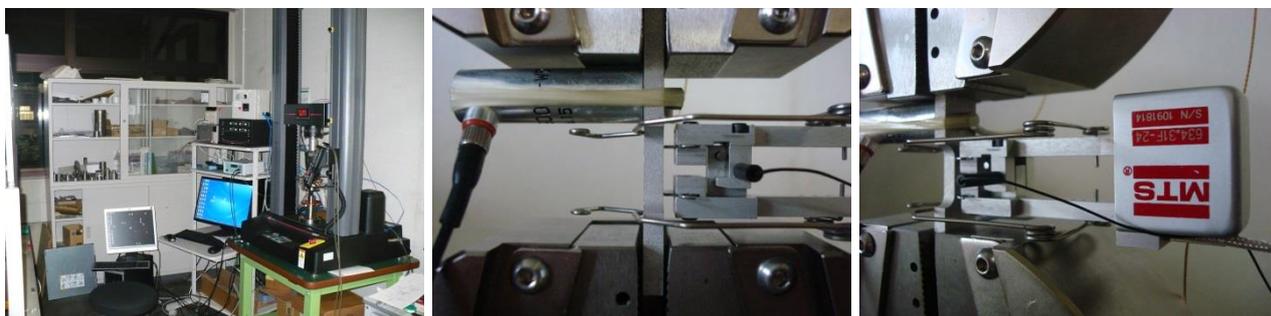


Рисунок 4.1 – Слева направо: общий вид испытательной машины Instron5900 и АЭ комплекса; образец ZK60 с установленными датчиками АЭ и экстензометром

Для регистрации сигнала АЭ использовался аппаратно-программный комплекс, построенный на базе специализированной платы PCI-2 производства фирмы Physical

Acoustics Corporation, USA. Данная плата регистрации АЭ имеет существенное преимущество, заключающееся в максимальном динамическом диапазоне (более 100дБ), 18бит аппаратное разрешение модуля АЦП, и непрерывной неограниченной по объему цифровой записью сигнала, среди представленных на рынке плат регистрации АЭ сигналов. Что позволяет регистрировать малоамплитудный отклик источников дислокационного скольжения и высокоамплитудный отклик источников двойникования без искажения амплитудной формы сигнала на протяжении полного цикла испытания. Для приема сигналов АЭ использовался датчик акустической эмиссии производства фирмы NF Electronix, Япония, модель AE900S-WB, с высокой чувствительностью в широкой полосе частот до 900 кГц, подключенный к малошумящему усилителю с коэффициентом усиления 60дБ и полосой пропускания 50÷1200 кГц. Согласно теореме Котельникова (Шеннона-Найквиста) [27-29] необходимой и достаточной частотой дискретизации в 2 МГц для регистрации сигнала с частотным составом менее 1 МГц.

Так как образец на растяжение является объемным, в деформацию вовлечено не менее 200 мм³, т.е. существенно более одного зерна, то ожидать последовательное действие единичных актов дислокационного скольжения, как было описано выше при испытаниях на инденторивание или скрайбирование, не приходилось. Поэтому невозможно, и нет необходимости, детектирования времен прихода отдельных событий, и для оценки характеристик сигнала по мере накопления деформации достаточно деление исходного сигнала на фрагменты, длина которых обусловлена: снизу – требуемым разрешением по частоте, сверху – половиной интервала между «громкими» событиями двойникования. С целью идентификации характера деформации на интервалах времени между формированием двойников, размер фрагмента был выбран 2048 отсчетов (~1мс), смещение фрагмента вдоль оси времени выполнялось на половину размера, т.е. на 1024 отсчета. Выбранное смещение основано на том, что при таком смещении гарантированно оценивается спектр события, не допуская его разделения и частичной оценки. Однако, даже если происходит оценка параметров частичного события, попавшего в анализируемый фрагмент, фрагмент просто будет содержать признаки нескольких источников, что в свою очередь может быть отнесено к некоторому среднему состоянию сигнала или, если же при менее «жестких» (с избыточным числом кластеров) условиях кластеризации, отнесено к кластеру с наиболее вероятным (близким) положением. В объемных материалах высока вероятность

одновременного вовлечения в деформационный процесс нескольких механизмов, в такой ситуации можно говорить не о вероятности срабатывания механизма, а о мощности того или иного распределенного источника деформации и связанного с ним сигнала АЭ. Несмотря на относительно простую макро модель испытания материала на одноосное растяжение плоского образца, в поперечном сечении реального поликристаллического образца возникает неоднородность напряжения, вызванная анизотропией разноориентированных кристаллографически по отношению к направлению главного напряжения, положением отдельных зерен. Поэтому, в реальном объемном образце из магния, практически, невозможно получить отклик отдельного вида деформации.

Сложно подобрать способ наблюдения за деформацией в процессе механического испытания: методы исследования микроструктур на прерванных тестах показывают грубое, фрагментарное приближение к динамике деформационных процессов. АЭ метод, как метод пассивного наблюдения за деформацией и разрушением, позволяет оценить с высокой точностью моменты запуска и остановки различных источников перестройки внутренней структуры в процессе испытания.

4.1.2. Анализ сигнала АЭ, спектральные и амплитудные параметры

Акустическая эмиссия, зарегистрированная при растяжении двух образцов магниевого сплава ZK60 с различной подготовкой и размером зерна, показана на рисунке 4.2. Внешний вид сигналов показывает наличие большого числа событий, в широком амплитудном диапазоне. Подробная форма сигнала на начальном этапе нагружения (отмечено треугольником) показана на рисунке 4.3. Хорошо видно, что представленный фрагмент сигнала длительностью 2048 отсчета, демонстрирует высокую плотность импульсных сигналов.

Амплитуда сигнала, зарегистрированного при деформации образца с крупным зерном (рисунки 4.2*а* и 4.3*а*), существенно выше, чем на образце с мелким зерном (рисунки 4.2*б* и 4.3*б*).

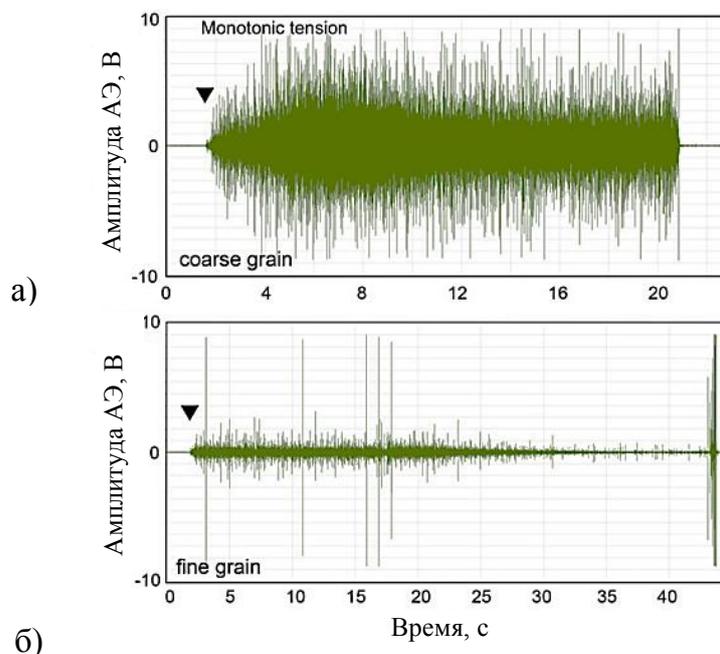


Рисунок 4.2 – Общий вид сигнала АЭ при растяжении образца сплава ZK60,

а – крупное зерно, б – мелкое зерно

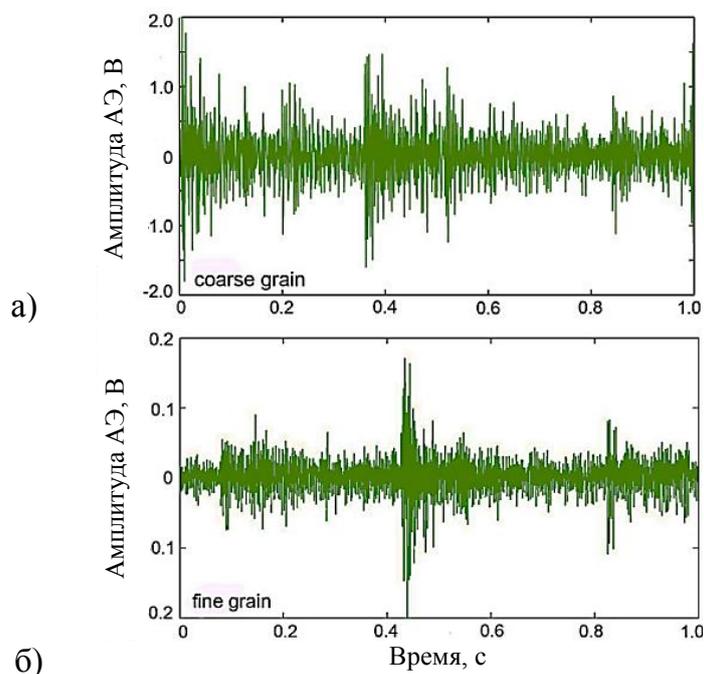


Рисунок 4.3 – Фрагмент сигнала АЭ при растяжении образца сплава ZK60,

а – крупное зерно, б – мелкое зерно

Сигнал акустической эмиссии в общем случае представляется случайным процессом, который можно представить локально стационарным для вычисления спектральных характеристик с помощью преобразования Фурье и выявления

особенностей работы различных источников сигнала и связанных с ними процессами деформации.

На рисунке 4.4 показана динамика параметров сигнала АЭ, U_{rms} - среднее квадратичное значение (СКЗ) и f_m – медианная частота функции спектральной плотности мощности сигнала совместно с диаграммой нагружения образцов. Амплитудные и энергетические параметры сигнала существенно отличаются от уровня шумового сигнала, регистрируемого до и после проведения деформирования образцов.

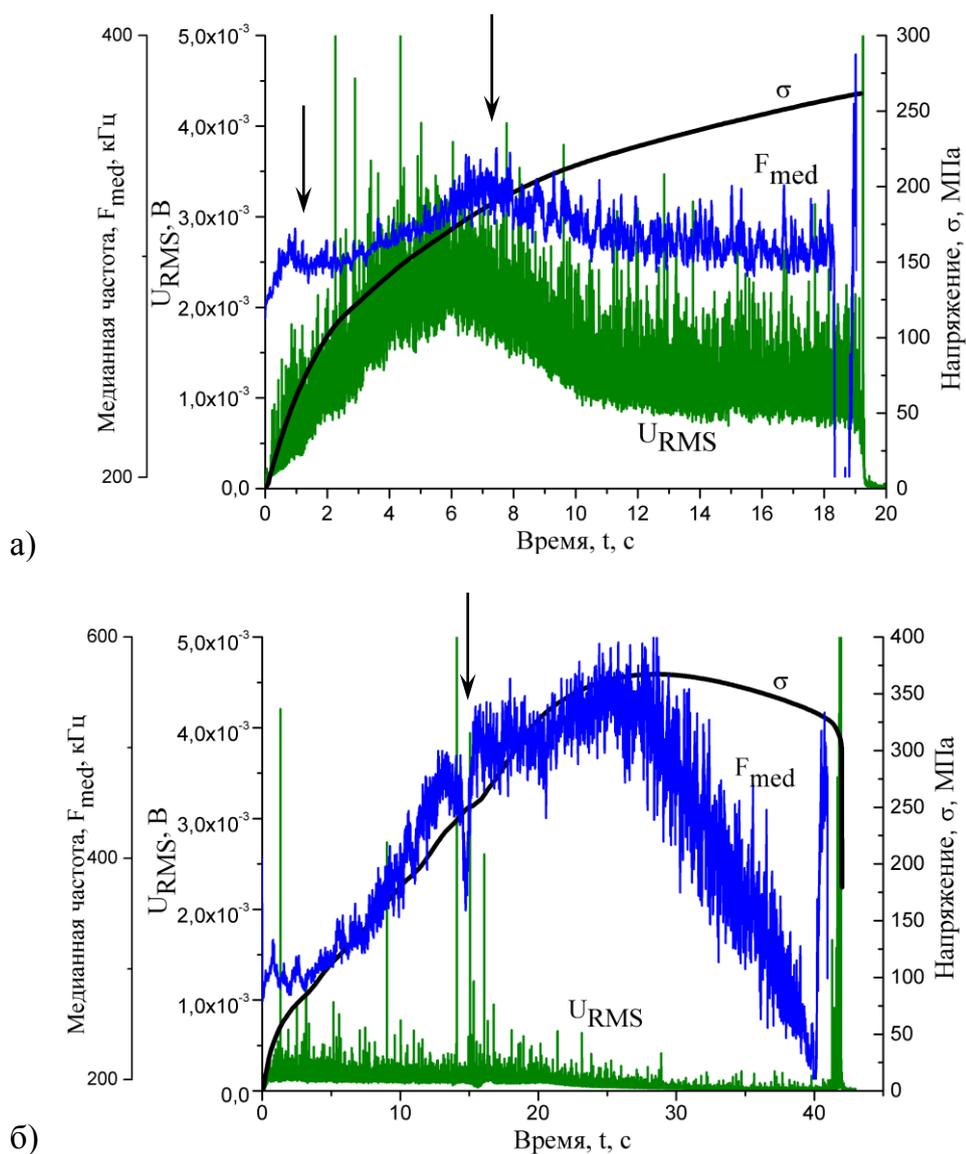


Рисунок 4.4 – Диаграммы параметров сигнала АЭ при растяжении образцов магниевого сплава ZK60. а – крупное зерно, б – мелкое зерно

На рисунке 4.4 показано, что сигнал АЭ существенно возрастает при очень низких значениях приложенного напряжения, т.е. сразу после начала нагружения, как крупно-, так и мелко- зернистого образца. Такое поведение акустической эмиссии указывает на то, что пластическая деформация материала начинается при малом напряжении, что соответствует очень низкому значению порогового сдвигового напряжения для скольжения по базисным плоскостям в магнии и его сплавах.

В крупнозернистом образце наблюдался постепенное увеличение уровня АЭ (амплитудное значение и среднее квадратичное значение) с последующим насыщением амплитуды к моменту времени 6 с от начала нагружения, что соответствует примерно 3% пластической деформации. Затем АЭ постоянно убывает с перегибом около 11 с, однако, не уменьшаясь до шумового уровня на протяжении всего испытания. Начало снижения амплитуды сигнала АЭ происходит с постоянной скоростью до 11 с. После резкого падения параметров интенсивности АЭ наблюдается интервал импульсных сигналов, происходящих со случайными интервалами и амплитудой.

Динамика медианной частоты (f_m) на рисунке 4.4 показывает несколько этапов пластической деформации в крупнозернистом образце. Эти этапы заключаются в специфическом поведении медианной частоты около некоторых характерных точек, показанных на рисунке стрелками. В начале нагружения медианная частота быстро растет, достигая пика примерно около 1,5 с. Затем наблюдается небольшой, но характерный провал, с последующим ростом более медленными темпами, до глобального максимума около 7,5 сек. После этого, медианная частота постепенно уменьшается с резким падением непосредственно в момент разрушения (разрыва) образца. Максимумы медианной частоты на 1,5 с и 7,5 с, указывают локальную особенность поведения деформации и источников сигнала. В указанных точках можно наблюдать локальное изменение – «надлом» на диаграмме нагружения образца.

Поведение спектрально-энергетических параметров сигнала АЭ при растяжении мелкозернистого образца существенно отличается (рисунок 4.4б). Во-первых, в сравнении с крупнозернистым образцом уровень АЭ в мелкозернистом образце заметно ниже (рисунок 4.4). Во-вторых, после короткого периода увеличения в пределах первых 1,5 секунд, U_{rms} монотонно уменьшается до разрыва образца, однако наблюдается несколько всплесков между 14 с и 17 с и непосредственно перед разрывом. Стоит отметить, что диапазон изменения медианной частоты существенно больше для мелкозернистого материала, чем для крупнозернистого материала. Значение медианной частоты постепенно увеличивается в среднем за весь этап однородной деформации. Это совпадает с интервалом увеличения напряжения, до глобального максимума,

соответствующего пределу прочности при растяжении, после примерно 28 секунды (или 14% деформации) (рисунок 4.4б). Характерно, что во время этого роста на диаграмме медианной частоты наблюдается локальный максимум, около 1,5 сек и локальный минимум 14÷17 сек. После достижения глобального максимума значение медианной частоты монотонно уменьшается и имеет локальный пик непосредственно перед разрушением (рисунок 4.4б).

Важно отметить, что в обоих микроструктурных состояниях (крупнозернистый и мелкозернистый образец) медианная частота АЭ снижается до очень низких значений по мере приближения к моменту разрыва. Тем не менее, в крупнозернистом и мелкозернистом состояниях разрушение происходит при различной конечной деформации. В крупнозернистом образце падение медианной частоты происходит непосредственно перед разрывом, однако в мелкозернистом состоянии этот процесс растягивается на значительный интервал времени и деформации, примерно с начала образования шейки до момента разрыва.

4.1.3. Зависимость параметров АЭ от размера зерна

Магний и его сплавы проявляют склонность к двойникованию при деформации. В литературе рассмотрены теоретические и экспериментальные аспекты наблюдения двойникования при деформировании магния и его сплавов с регистрацией АЭ [110-115]. Размер зерна является одним из ключевых факторов, от которого зависят параметры и общий вид сигнала АЭ. Как видно из приведенных диаграмм амплитудной формы сигналов (рис. 4.5), на образце с крупным зерном регистрируется АЭ существенно большей амплитуды, Это связано с тем, что более крупное зерно предоставляет больше пространства для одновременного протекания и двойникования и дислокационного скольжения, что и отражается на амплитуде АЭ сигнала.

Как уже было показано выше, согласно модели Scruby и др. [5] амплитуда АЭ принципиально связана с размером и скоростью источника АЭ. Модель основана на расчёте динамических смещений поверхности упругого полупространства за счет локальной релаксации напряжений в источнике. Используя такое приближение, источник АЭ моделируется набором силовых диполей. При этом АЭ сигнал вычисляется как свертка функции источника и функции передачи среды, в которой распространяются упругие волны акустической эмиссии. Простейшим сдвиговым

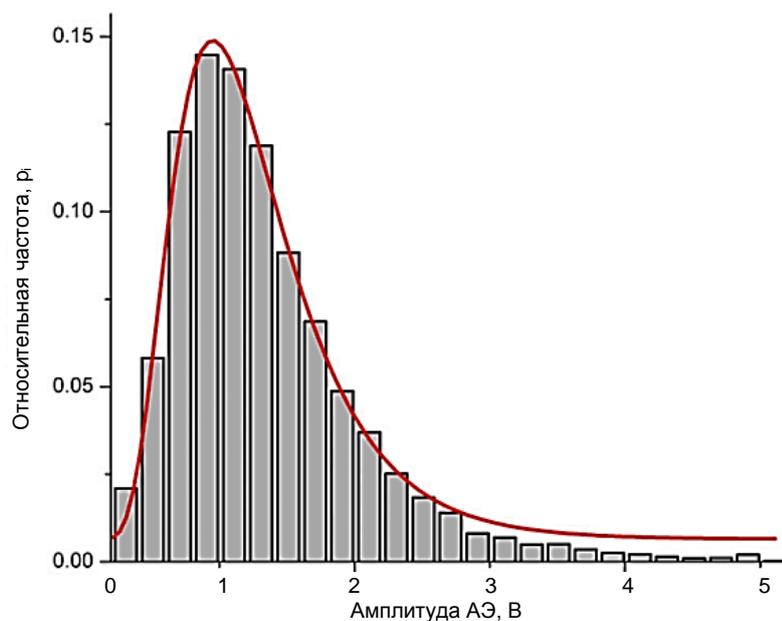
источником в полубесконечной упругой среде является дислокационная петля, расширяющаяся вдоль плоскости сдвига со скоростью V , радиусом a , расположенная на расстоянии r от поверхности. При этом, опять же, можно оценить смещение на поверхности установки датчика АЭ по формуле 2.1.

Датчик акустической эмиссии в рабочем диапазоне частот является датчиком, преобразующим смещение чувствительной поверхности в заряд, соответственно, на выходе зарядового усилителя регистрируется сигнал пропорциональный смещению на поверхности образца. Механизм образования двойников при деформации может быть смоделирован, как скопление n дислокаций величиной b , распределенных на расстоянии a , эквивалентному толщине двойника, тогда $n = as/b$, где s – величина сдвига двойника [116]. При $a \gg b$, что означает, что двойникование создается когерентным движением большого количества дислокационных сегментов. Механические двойники распространяются очень быстро со скоростью, близкой к скорости звука. Так как чувствительность обычных пьезокерамических датчиков АЭ по смещению на поверхности составляет около 10^{-14} м, а оценка отклика смещения на поверхности от двойника по приведенному выше уравнению существенно выше, то, следовательно, даже минимальные двойники могут быть зарегистрированы с применением техники АЭ.

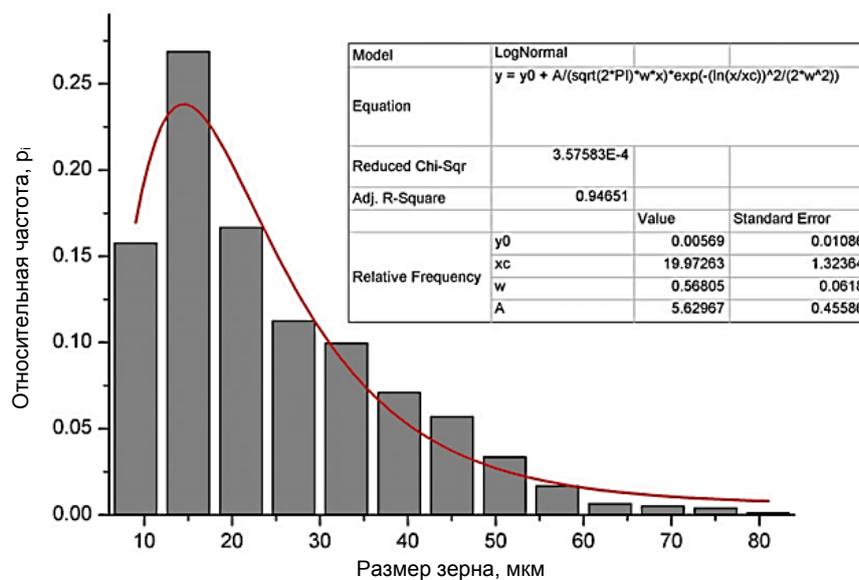
Распределение пиковой амплитуды (U_p) сигнала АЭ для образца с крупным зерном показано на рисунке 4.5. Большие по размеру двойники производят большее упругое смещение поверхности в месте установки датчика, и соответственно большую амплитуду АЭ импульсов (высоко амплитудный "хвост" распределения на гистограмме распределения). Примечательно, что распределение U_p может быть аппроксимировано лог-нормальной функцией, показанной сплошной линией на рисунке 4.5. Исходя из уравнения смещения и при условии, что скорость распространения двойника постоянна, то такой результат можно считать логичным. Действительно, предполагая, что двойник, зарождаясь в зерне, проходит через все его сечение и приобретает длину, соответствующую размеру этого зерна, поэтому форма распределения пиковых амплитуд АЭ должна соответствовать форме распределения зерен по размерам. Действительно, экспериментальные данные этих двух распределений очень хорошо согласуются между собой (ср. рисунки 4.5а и б. Таким образом, можно утверждать, что источниками высоко амплитудных АЭ сигналов являются процессы двойникования.

4.1.4. Кластеризация сигналов АЭ и идентификация деформационного процесса

Несмотря на то, что двойникование является очень мощным источником АЭ, но пластическая деформация, связанная с единичным двойником совершенно невелика. В магнии двойникованием может осуществляться только до 6,4% деформации вдоль *c*-оси [117], однако вторичная система двойникования активируется практически сразу после деформации по первичной системе. Таким образом, интенсивность двойникования



а)



б)

Рисунок 4.5 – Гистограммы распределения: а – пиковых амплитуд сигнала АЭ, б – размера зерна в образце с крупным зерном

должна быть очень высокой, чтобы формировать вынужденную пластическую деформацию по мере растяжения образца. Следовательно, часть пластической деформации должна быть осуществлена за счет дислокационного скольжения. Достаточно сложно различать два типа АЭ источников (дислокационное скольжения и двойникование), так как оба механизма работают одновременно, из-за близких значений порогового напряжения сдвига. Таким образом, в любом фрагменте АЭ с большой вероятностью содержатся вклады обоих механизмов. Однако такие деформационные источники вызывают акустическую эмиссию с характерными, различимыми в спектральной области, особенностями сигнала. Так как относительные мощности источников изменяются в процессе деформации, то можно сделать качественные выводы относительно роли (или доли) каждого из двух механизмов на различных стадиях деформации.

Характерная разница между двумя механизмами обычно связана, как с амплитудной формой сигнала АЭ (непрерывной для скольжения дислокаций и импульсной для двойникования) и мощности сигналов АЭ (низкая амплитуда / низкая мощность АЭ для скольжения дислокаций, против большой амплитуды / высокая мощность при двойниковании). Следовательно, можно попытаться разделить эти механизмы с помощью количественного сравнения характеристики спектральной плотности мощности (спектров) АЭ.

На рисунке 4.4а, б, хорошо видно, что U_{rms} АЭ имеет широкий максимум, в области предела текучести для обоих образцов, однако природа этого пика не очевидна и может быть обусловлена как дислокационным скольжением, так и двойникованием. Выполнение процедуры кластеризации фрагментов непрерывного сигнала АЭ по подобию спектральной характеристики, описанной выше, показывает, что сигналы АЭ формируют четыре группы со статистически различимыми спектрами (на рисунке 4.6 показаны средние спектры мощности для каждого типа источника АЭ). Редкие выбросы или отклонения параметров сигнала, такие как случайная помеха или механический шум, автоматически исключаются из дальнейшей обработки.

Сигналы, относящиеся к кластерам 1 (рисунок 4.6а, б) имеют практически идентичные распределения частот в обоих образцах. Эти сигналы характеризуются очень широким спектром частот с относительно высокой медианной частотой и малой энергией. Они связаны с электрическим шумом, зарегистрированным перед

нагрузением образца и после разрыва. Также стоит обратить внимание на резонансный характер частотной характеристики пьезо-керамического преобразователя АЭ. Частотная характеристика, так называемых "широкополосных" датчиков, в том числе, который был использован, состоит из нескольких резонансных пиков, охватывающих рабочий диапазон частот. Тем не менее, резонансный характер преобразователей АЭ не исключает применения методов кластеризации по кривой спектральной плотности мощности. Действительно, различные резонансные моды возбуждаются различными деформационными механизмами, т.е. источниками АЭ, так что перераспределение энергии между частотными модами остается необходимым условием для успешного разделения источников АЭ.

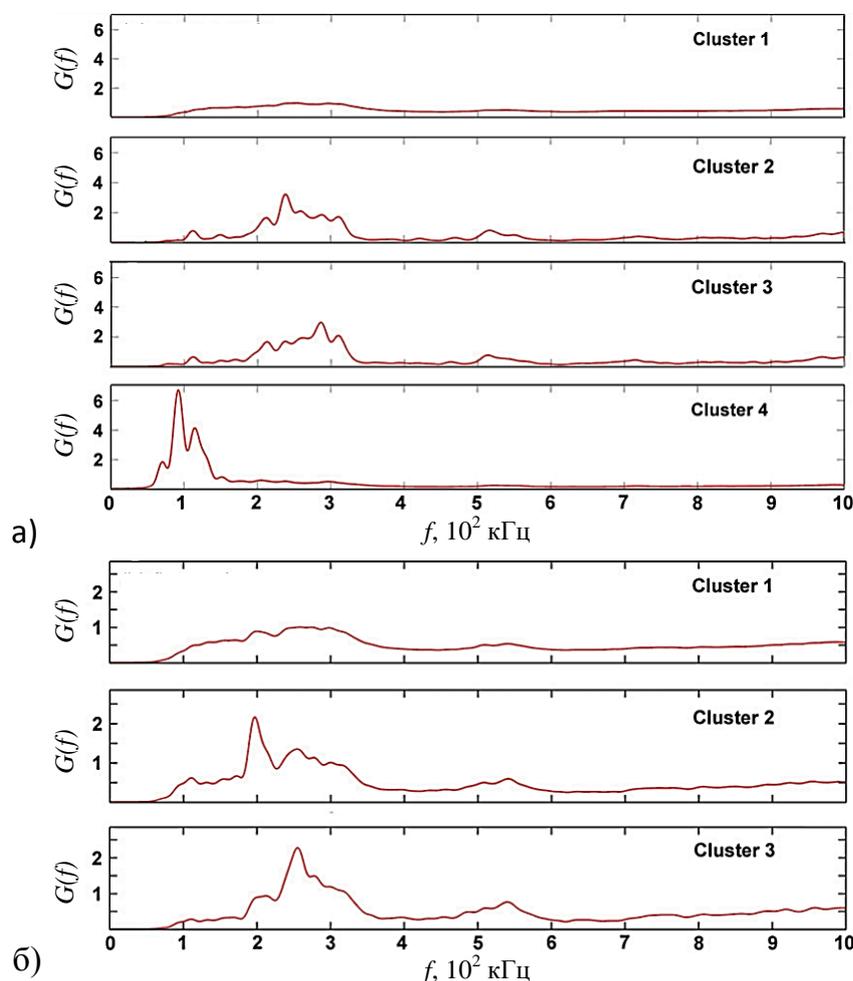


Рисунок 4.6 – Усредненные по кластеру (в группе) спектральные характеристики сигнала АЭ. $G(f)$ – нормализованная функция СПМ, f – частота.

а – образец с крупным зерном; б – образец с мелким зерном;
 Cluster 1 – «шум»; Cluster 2 – «дислокационное скольжение»;
 Cluster 3 – «двойникование»; Cluster 4 – «разрушение»

Сигналы кластера 4 в крупнозернистом образце характеризуются самым низким диапазоном частот. Сигналы этого кластера регистрируются только на очень поздней стадии деформации, непосредственно в момент излома, когда значение медианной частоты резко падает (рисунок 4.4). Подобные низкочастотные сигналы наблюдаются также и в мелкозернистом образце. Кластер 4 может быть связан с локализацией деформации и, возможно, образованием микротрещин непосредственно перед и во время необратимого разрушения. Однако в ходе данной работы подробнее будем рассматривать процесс пластической деформации.

Для дальнейшего анализа сигнала акустической эмиссии рассмотрим распределение сигналов в координатах Энергия – Медианная частота, как показано на рисунке 4.7. Каждый фрагмент АЭ сигнала обозначен точкой, которая окрашена в цвет соответствующего кластера, вычисленного при кластеризации, а эллипсами показано с 95% доверительным интервалом местоположение каждого из кластеров. Однако, используя эти диаграммы различать кластеры источников АЭ достаточно сложно, так как эллипсы значительно пересекаются. Такой вывод можно сделать практически для любого произвольно выбранного двумерного и более распределения параметров АЭ сигнала. По той же причине, достаточно сложно и практически невозможно классифицировать сигналы, используя обычные методы кластеризации, такие как К-средних, применяемых к сжатому набору параметров. Поэтому наиболее целесообразно для кластеризации применить исходную характеристику спектральной плотности мощности сигнала [80]. Тем не менее, расстояние между «шумовым» и «деформационными» кластерами ощутимо и на указанных распределениях. Кластеры 2 и 3 различны в области высокочастотных компонентов спектра, так как кластер 2 связан с преобладанием дислокационного скольжения, в то время как кластер 3 состоит из сигналов с более высокими пиковыми амплитудами и соответствует преобладанию механического двойникования.

Действительно, визуальное сходство между усредненными спектрами кластеров 2 и 3 на рисунке 4.6 может ввести в заблуждение. Однако, в действительности, существуют значительное различие в спектральных составляющих, которые хорошо различимы при наборе статистики в соответствующих кластерах.

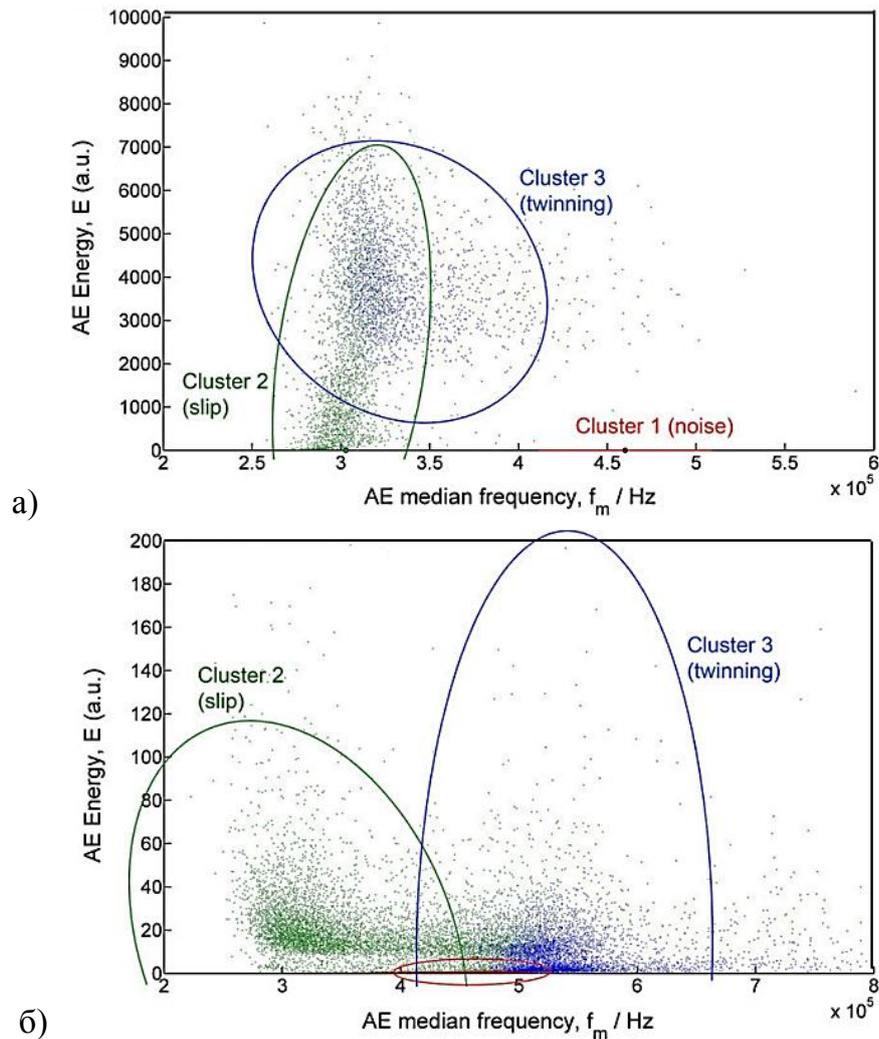


Рисунок 4.7 – Двумерное распределение параметров сигнала АЭ: Энергия АЭ (AE Energy) – Медианная частота АЭ (AE median frequency);

а – образец с крупным зерном, б – образец с мелким зерном;

Cluster 1 – шум (красный); Cluster 2 – дислокационное скольжение (зеленый);

Cluster 3 – двойникование (синий)

Кластеры 2 и 3 являются самыми объемными по числу сигналов в обоих микроструктурных состояниях и уже, очевидно, что они соответствуют активным механизмам пластической деформации при растяжении образцов. Вследствие очень низкого сдвигового напряжения активации базисного скольжения (таблица 8) сигналы в кластере 2 могут быть связаны с дислокационным скольжением, так как они появляются почти сразу после начала нагружения, что показано на рисунках 4.8 и 4.9.

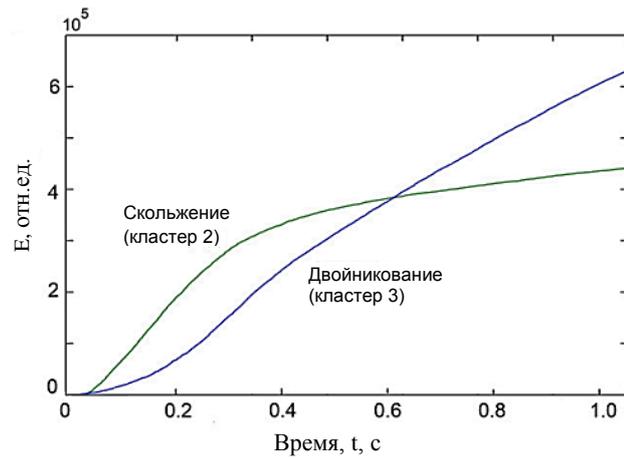


Рисунок 4.8 – Динамика накопления энергии в кластерах 2 и 3 на начальном этапе нагружения крупнозернистого образца

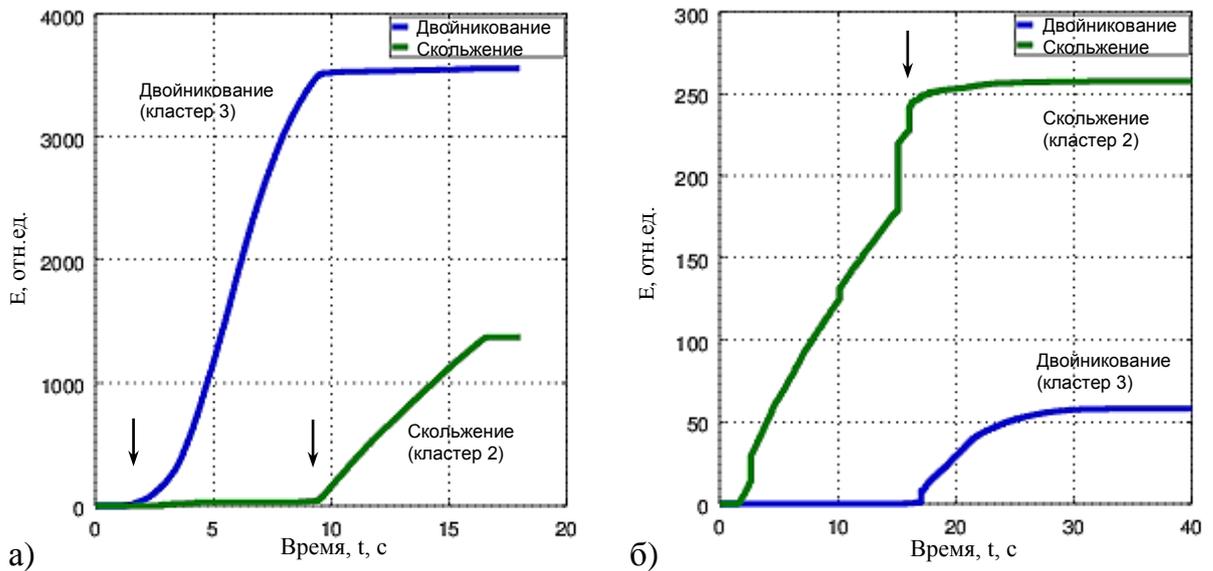


Рисунок 4.9 – Динамика накопления энергии в кластерах 2 и 3 при растяжении:
а – крупнозернистого образца, б – мелкозернистого образца

Прежде чем обсуждать относительные роли двух механизмов пластической деформации, важно обратить внимание на некоторые особенности процедуры кластеризации. Во-первых, в отличие от нечетких алгоритмов, таких как кластеризация по С-среднему, в настоящей работе используется процедура кластеризации К-среднего, что позволяет отнести каждый сигнал только к одному кластеру, например, представляющих определенный механизм деформации. В процессе деформации образцов кластеры 2 и 3, постоянно растут по количеству событий, что можно увидеть на рисунках 4.8 и 4.9, также как это происходит с механизмами деформации, т.е.

наблюдается одновременное дислокационное скольжение и двойникование, так как нет критической точки перехода между этими механизмами. В каждом фрагменте АЭ, например состоящем из 4096 отсчетов, сигнал содержит признаки обоих механизмов. На ранних стадиях деформации (за исключением начально пластического течения показанного на рисунке 4.8) - двойникование является основным источником акустической эмиссии в крупнозернистом образце (рисунок 4.9). А на более поздних стадиях деформации преобладает дислокационное скольжения. Во-вторых, предложенный способ кластеризации является не итеративным, а эволюционным без повторных ревизий. Т.к. источники АЭ развиваются в процессе деформации и их спектральные свойства изменяются, например, в результате деформационного упрочнения, то центр тяжести кластера смещается, и его дисперсия имеет тенденцию к увеличению с увеличением числа членов кластера. Это приводит к слиянию кластеров с близкими центроидами и схожими спектрами. В частности, оценивается статистический вес двух процессов, фактически различных, однако более "тяжелый" кластер с большим числом членов и большей дисперсией поглощает "легкий" кластер, таким образом, выделяется доминирующий деформационный процесс в характеристике сигнала АЭ. Это позволяет уверенно соотнести сигнал с доминирующим механизмом деформации. Однако слабый механизм с небольшим числом членов или низкой энергией может остаться незамеченным. Чтобы избежать такой ситуации, сигнал должен быть проанализирован с использованием меньшего размера фрагмента для расчета характеристик и кластеризации. Например, на этапе начала деформации крупнозернистого образца, для разделения кластеров, длина фрагмента была ограничена в 1024 отсчета. Результат применения процедуры показан на рисунке 4.8.

4.1.5. Анализ динамики деформационных механизмов в магниевом сплаве ZK60 с помощью АЭ

Прежде всего, акустическая эмиссия показывает, что нет строго локализованного момента переключения вида и механизма деформации, т.е. отсутствует критическое напряжение «текучести», разделяющее упругую и пластическую часть кривой растяжения, по которой может быть определен предел текучести для данного магниевого сплава. Это напоминает известные экспериментальные данные для сплавов

на основе меди [9,118] и результаты теоретического исследования [119]. Другими словами, пластическая деформация уже происходит при минимальном нагружении, хотя и с минимальной скоростью, что является следствием термически активируемой природы пластической деформации. Что также согласуется с результатами Лу и др. [120,121] для сплава AZ31B на основе магния.

Тем не менее, из-за быстрого деформационного упрочнения в крупнозернистом образце напряжение активации механического двойникования достигается уже в течение первой секунды нагружения (приблизительно 0,5% деформации). Это наблюдение связано с активацией конкретной системы скольжения и механизма деформации, которые можно ожидать при разных значениях критического сдвигового напряжения (см. табл. 8). Критическое напряжение сдвига для системы двойникования очень мало, немного выше, чем у системы скольжения по базисным плоскостям. В результате, двойникование, являясь более «громким» процессом, перекрывает АЭ сигнал от скольжения, следовательно, дислокационное скольжение в сигнале АЭ становится менее заметным. Переход от скольжения к двойникованию соответствует первому локальному пику медианной частоты на рисунке 4.4, который указан черной стрелкой. Такое изменение механизма деформации на столь ранней стадии деформации не может быть обнаружено какими-либо альтернативными методами, кроме АЭ.

Так как в деформационный процесс вовлечены оба механизма, которые генерируют АЭ, то в сигнале можно заметить, что преобладает двойникование (кластер 3). Около 2-й секунды на рисунке 4.9а можно наблюдать, что активны одновременно оба механизма, кластер 3 (двойникование), кластер 2 (дислокационное скольжение), это совпадение может быть случайным. Однако, после 8-й секунды нагружения (около 4% деформации) энергия, связанная с кластером 2 продолжает более интенсивный рост, в то время как рост кластера 3 существенно замедляется. Подобное характерное изменение параметров можно наблюдать на рисунке 4.4а, где максимум параметра среднее квадратичное значение амплитуды сигнала АЭ приходится на момент 6 с и медианная частота имеет максимум на отметке 7 с, ясно, что эти изменения отражают изменение в режиме доминирующего деформационного процесса от двойникования к дислокационному скольжению. Двойникование, если рассматривать его в качестве единственного механизма деформации, может произвести максимум 6,4% пластической деформации, затем пластическая деформация должна происходить преимущественно по

дислокационному механизму. Следует отметить, что используемый кластерный анализ, позволяет выявить доминирующий механизм деформации, не исключая конкурирующий механизм, который параллельно вносит вклад в деформацию. Кроме того, видимое «насыщение» (стабилизация уровня) кластера 3 в крупнозернистом образце и кластера 2 в мелкозернистом образце не означает, что соответствующие источники АЭ перестают генерировать акустические сигналы. Эти же механизмы деформации остаются активными с самого начала растяжения до разрушения образца. Тем не менее, различаются относительные вклады конкретного механизма деформации на различных стадиях деформирования.

Мелкозернистый образец демонстрирует различное поведение в отношении различных доминирующих мод деформации, что отражается в динамике отдельных кластеров, содержащих сигналы АЭ (рисунок 4.9б). В этом случае деформация начинается с дислокационного скольжения, что приводит к увеличению низкочастотного кластера 2. Это сопровождается общим увеличением медианной частоты с одновременным увеличением напряжения до стадии локализации деформации и образования локального сужения (шейки) (рисунок 4.4б). Такое поведение спектра мощности АЭ было хорошо изучено во многих чистых ГЦК металлах (например, медь, алюминий и никель) и сплавов (например, альфа-латунь) [118,122], в которых АЭ генерируется исключительно дислокационным скольжением. В действительности же, латунь (CuZn) является материалом, склонным к двойникованию [106,123]. Однако в латуни, имеющей ГЦК решетку, двойникование активируется только после того, как произойдет существенная пластическая деформация и упрочнение. Также склонность к двоникованию сильно зависит от металлографических параметров материала (размер зерна и текстуры) и параметров испытания и деформирования (скорость деформации и температура). Чтобы избежать путаницы, стоит отметить, что испытания в работе [118] проводилось при условии подавления двойникования и пластическая деформация могла происходить только дислокационным скольжением, которое также согласуется с исследованиями [123]. Преобладание дислокационного скольжения в сплаве ZK60 с мелким зерном продолжается до 16 с (около 7% деформации), а судя по четко различимому падению медианной частоты и импульсного характера параметра U_{rms} сигнала акустической эмиссии, это проявление двойникования.

После однородной деформации, т.е. после 14÷17 с, произошло резкое увеличение энергии кластера АЭ, связанного с дислокационным скольжением (кластер 2) (см. рисунок 4.9б). Одно из важных изменений в АЭ сигнала после 17 с состоит в том, что спектр сигнала смещается в сторону низких частот и среднее значение медианной частоты уменьшается, что соответствует стадии локализации деформации.

В целом, поведение АЭ для мелкозернистого состояния сплава ZK60 похоже на АЭ отклик от чистых ГЦК металлов, таких как Cu, Al и Ni. В этих материалах медианная частота обычно возрастает на этапе равномерного удлинения до начала локализации деформации. Локализация деформации может происходить, либо в виде сужения и грубых полос скольжения на стадии III деформационного упрочнения при монотонной деформации, либо через образование полос скольжения при циклической деформации ГЦК металлов. Кроме того, распределение в координатах Энергия - Медианная частота для сигналов, входящих в кластер 2, показанное на рисунке 4.7б, подобно чистым металлам с ГЦК решеткой, в которых пластичность определяется только дислокационным скольжением.

Кривые накопления энергии сигналов АЭ, относящихся к определенному кластеру, имеют s-образную форму, демонстрирующую динамику двух механизмов деформации, т.е. отражают их естественную эволюцию в ходе деформации. Когда активный источник, связанный либо с двойникованием, либо с дислокационным скольжением, перестает излучать акустические сигналы, это означает, что способность доминирующего механизма деформации исчерпана, а другой альтернативный механизм, наоборот, становится доминирующим. Доминирующий механизм может снова измениться при дальнейшем повышении напряжения. Можно сделать вывод, что при равномерной деформации мелкозернистого материала параметры АЭ показывают преобладание дислокационного скольжения при поддержке двойникования. В противоположность, характер АЭ в крупнозернистом материале показывает сложную многоступенчатую природу процесса деформации, которая зависит от взаимодействия между дислокационным скольжением и двойникованием. Когда оба механизма деформации достигают предела своих возможностей, начинается локализация деформации и, соответственно, появляется низкочастотный кластер 4. Локализация деформации в крупнозернистом образце приводит к быстрому разрыву образца, без

заметного сужения. Однако мелкозернистый образец выдерживает более длительный этап после локализации деформации.

4.1.6. Особенности деформационных процессов магниевого сплава ZK60, выявленные с помощью анализа сигнала АЭ

В литературе ранее исследовано, что в ГЦК меди и альфа-латуни и ОЦК железе, медианная частота сигнала акустической эмиссии падает при локализации деформации: распространение полос Людерса или Портевина-Ле-Шателье или «шейко»-образование [118,124]. Следовательно, и в данной работе поведение АЭ при локализации деформации у мелкозернистого образца находится в соответствии с результатами более ранних работ, с отличием только в том, что магниевые сплавы имеют ГПУ кристаллическую решетку. Это фундаментальное снижение медианной частоты АЭ при локализации деформации связано с естественным увеличением пространственных и временных взаимодействий в поведении дислокационных доменов при локализации деформации.

В крупнозернистом образце не наблюдается локализации деформации в виде сужения («шейки»). Скорее всего, это проявление деформационного упрочнения по мере растяжения образца. Таким образом, сдвиг спектра АЭ крупнозернистого образца в низкочастотную область после 8-й секунды, не может быть связан с локализацией деформации. Объяснение этого сдвига может быть объяснено статистическими свойствами анализируемого временного ряда (сигнала АЭ). Так, активное двойникование в крупнозернистом образце проявляется в виде нескольких импульсов в одном анализируемом фрагменте из 2048 отсчетов, формируя низкочастотные составляющие в спектре сигнала АЭ. По мере накопления деформации происходит уменьшение скорости деформационного упрочнения, и, следовательно, с уменьшением интенсивности двойникования, так как в пластическую деформацию включаются все меньшие зерна. Следовательно, меньшие по размеру двойники образуются при увеличении напряжения, а амплитуда АЭ снижается и, как следствие, увеличиваются временные интервалы между отдельными двойниками и их АЭ откликами, в результате чего происходит смещение спектра сигнала к низким частотам.

При равномерной пластической деформации элементарные процессы пластической деформации (дислокационное скольжение и двойникование) случайно и равномерно распределены по всей длине рабочей части образца. Таким образом, они могут рассматриваться как статистически связанные, т.е. соотношение времени между последующими событиями активности источника АЭ невелика. Однако, как только появляется неоднородность пластической деформации и напряжения, то непременно возникнет локализованная деформация, которая увеличивает время корреляции между элементарными актами деформации, что, соответственно, приводит к появлению низкочастотных компонент в спектре сигнала АЭ. Что и происходит во время поздней стадии деформации непосредственно перед разрывом образца.

Замечательной особенностью поведения мелкозернистого магниевого сплава при растяжении является большая пластичность при локализации деформации, которая составляет существенную часть от общего удлинения. Увеличение пластичности при растяжении мелкозернистого образца, необычное явление, т.к. общей особенностью сплавов после применения интенсивной пластической деформации является потеря равномерности деформации по длине, что является «платой» за их повышенную прочность. Однако в нашем случае не наблюдалось раннее образование шейки в мелкозернистом состоянии. Как и в крупнозернистом образце, разрушение произошло прежде, чем сформировалось утонение, что не может быть следствием измельчения структуры с помощью методов интенсивной пластической деформации, которая оказывает негативное влияние на однородность деформации. Можно лишь утверждать, что в мелкозернистом образце не было сформировано локального сужения, при деформации (или времени), эквивалентной деформации на момент разрушения крупнозернистого образца.

Кроме того, можно утверждать, что мелкозернистый материал показал большую деформацию после локализации деформации, так как в целом пластичность материала при растяжении определяется полным удлинением при растяжении, то можно заключить, что обработка магниевого сплава с применением интегрированной экструзии и РКУП повышает конечную пластичность материала. Повышенная прочность при локализованной пластической деформации не является редкостью для мелкозернистых материалов [115].

Как известно из работы [109], наряду с измельчением зерна интегрированная экструзия совместно с процессом РКУП приводит к существенному изменению текстуры материала. Текстуры мелкозернистых образцов напоминают характерные текстуры для прямого прессования [126], но с меньшей интенсивностью. При этом виде текстуры *c*-ось ГПУ кристаллов, как правило, расположена перпендикулярно к направлению экструзии. Когда образцы с такой текстурой подвергаются растяжению вдоль направления экструзии, то они деформируются двойниками сжатия, однако их количество быстро уменьшается, что и отражается на АЭ отклике. Увеличение совокупного числа двойников сжатия уменьшает эффективное пространство, в котором двойники могут образовываться. Следовательно, величина импульсов в сигнале АЭ должна уменьшаться. Именно это видно в сигнале на рисунке 4.4б в течение более поздних стадий деформации мелкозернистого материала. Крупнозернистый материал, содержит более разнообразную текстуру [109], и поведение сигнала АЭ не столь однозначно, так как в случайно ориентированных зернах, активируются разные системы двойникования.

Основные результаты по данному разделу представлены в публикациях [107, 108, 127].

4.1.7. Выводы по разделу 4.1

Руководствуясь необходимостью лучшего понимания деформационных механизмов в основе механического поведения деформируемых магниевых сплавов, были исследованы роли первичных механизмов деформации: дислокационного скольжения и двойникования в сплаве ZK60 для двух микроструктурных состояний, отличающихся размером зерна. Техника широкополосного анализа сигнала АЭ хорошо подходит для различения деформационных механизмов, даже если они происходят одновременно.

1. Оба процесса: дислокационное скольжение и двойникование, - активны на протяжении всего процесса деформации от самого начала нагружения до разрыва, однако их вклады в АЭ существенно отличаются в зависимости, прежде всего, от начального размера зерна. АЭ показывает активность указанных деформационных

процессов, независимо от начального размера зерна и текстуры, хотя вклады двух режимов деформирования в энергию сигнала АЭ могут быть разными.

2. При деформировании сплава в крупнозернистом состоянии согласно анализу зарегистрированной АЭ, пластическая деформация начинается с дислокационного скольжения, которое доминирует в течение очень короткого периода деформирования, примерно до 0,5% деформации. Преобладание дислокационного скольжения на ранних стадиях деформации могут быть обнаружены относительно легко только с использованием техники и метода АЭ. При дальнейшем нагружении происходят изменения в относительных вкладах дислокационного скольжения и двойникования: чтобы поддерживать пластическую деформацию доминирующим механизмом становится двойникование. Тем не менее, скорость двойникования стремится к насыщению, которое происходит на фоне растущего вклада дислокационного скольжения на более поздних стадиях деформации.

3. В мелкозернистом состоянии сплава пластическая деформация преимущественно происходит дислокационным скольжением с существенно меньшим вкладом двойникования, которое становится более выраженным на поздних стадиях деформации.

4. Измельчение зерна и управление текстурой при интегрированной экструзии с РКУП позволяет приводить к изменению доминирующего механизма деформации. Дальнейшие исследования механизмов деформации магниевых сплавов могут помочь в разработке технологий обработки для повышения потребительских свойств магниевых сплавов.

5. На основе выявления различий в спектральных характеристиках сигнала АЭ можно объяснить динамику деформационных механизмов, происходящих в материале.

4.2. Деформация в магниевом сплаве при знакопеременном нагружении

В ГПУ металлах двойникование имеет несимметричный характер при изменении направления нагружения на противоположное. Это связано с тем, что при смене знака напряжения активируются различные системы двойникования, т.е. двойникование при растяжении и двойникование при сжатии происходит по различным кристаллографическим системам [106]. В магнии приложение напряжения растяжения вдоль c -оси вызывает двойникование в плоскостях $\{1012\}$ и активируется двойникование растяжения [104-106,128]. Напротив, сжатие вдоль оси c , как правило, связано с двойникованием в плоскостях $\{1011\}$, $\{1013\}$ и $\{3034\}$, в результате чего активируется двойникование сжатия [105,129-131]. Другие системы двойникования тоже могут быть активированны, как показано в обзорной статье Кристиана и Махаяна [106], однако активация таких систем менее вероятна и поэтому практически не рассматривается. При низкой гомологической температуре магния критическое напряжение сдвига активации дислокационного скольжения в базисной плоскости $\{a\}$ является самым низким, а критическое напряжение сдвига двойников растяжения в несколько раз больше. Однако критическое напряжение активации двойников сжатия даже еще несколько больше [132]. Так как система деформации, активируемая при сжатии, требует более высоких напряжений, то прочностные характеристики магния при сжатии выше. Поэтому для создания деформации эквивалентной величины, как при сжатии так и при растяжении, приходится при сжатии прикладывать большую нагрузку. Микроструктура и морфология двойников сжатия и растяжения существенно отличается [127,129].

Двойники растяжения проявляются в лентикулярной форме, угол разориентировки решетки двойника относительно матрицы (исходной решетки) $86.31^\circ \langle 1-210 \rangle$ [104,106]. Увеличение истинной деформации приводит к росту двойника такого типа, пока он не займет весь объем кристалла [128]. При смене направления нагружения и направления деформации происходит уменьшение размера двойника, т.к. активируется скольжение «обратного» (зеркального) двойника в противоположном направлении, что приводит к исчезновению двойника растяжения. В литературе встречается наименование – раздвойникование [133], в результате этого процесса образовавшиеся двойники растяжения исчезают [134]. Причиной такого поведения является то, что напряжение для активации раздвойникования ниже, чем для

формирования двойников сжатия [135]. Последовательное, двухстадийное нагружение растяжение-сжатие (Т-С) приводит к последовательному процессу двойникования - раздвойникования, после чего наблюдаются следы скольжения на границах исчезнувших двойников, после каждого цикла [133-137]. При такой последовательности нагружения получается асимметричная по напряжению диаграмма растяжения-сжатия [105,135,136].

Двойники сжатия выглядят узкими прослойками шириной не более 1 мкм [132]. Такое двойникование, происходит в плоскостях {10-11} и {10-1-3} с углами разориентировки решетки $123,81^\circ$ и $64,01^\circ$ соответственно [130, 132]. Дальнейшее деформирование при сжатии приводит к последующему двойникованию в плоскости {10-12} и образованию двойников в плоскости {30-34} с разориентировкой 82.21° по отношению к исходной матрице [131,132]. При дальнейшем сжатии и увеличении напряжения происходит значительное скольжение в плоскости двойников сжатия {30-34}, поэтому происходит дальнейшее увеличение количества (и плотности) двойников сжатия, а не размера образовавшихся ранее двойников [129,131]. При смене направления нагружения и деформации, т.е. при растяжении предварительно сжатого материала, двойники сжатия не уменьшаются, и раздвойникование не активируется [105]. Скорее всего, двойники растяжения закрепляются в микроструктуре, поскольку напряжение для их активации ниже, чем напряжение их раздвойникования. Таким образом, при стадийности нагружения сжатие-растяжение-сжатие (С-Т-С), когда на первом этапе происходит сжатие, процесс двойникования-раздвойникования происходит только при повторе цикла, т.е. на третьем этапе, повторного сжатия. Однако диаграмма нагружения при таком порядке приложения нагрузки более симметрична, чем на первых стадиях растяжение-сжатие (Т-С) [105].

Все вышеупомянутые механизмы деформации полностью применимы к монокристаллу магния. Легирование обычно приводит к уменьшению различий между критическими напряжениями сдвига для различных механизмов деформации. Повышение температуры материала существенно меняет соотношение между критическими напряжениями сдвига при растяжении и сжатии [131,132]. В поликристаллическом магнии и его сплавах, зависимость активации пластической деформации от направления нагрузки менее выражена и сильно зависит от текстуры [138]. Текстура в магниевых сплавах такова, что после прокатки ось-с имеет склонность к расположению параллельно с нормальным направлением прокатки (ND), а при

экструзии ось «с» перпендикулярна направлению экструзии (ED). Таким образом, последующая растягивающая нагрузка в направлении прокатки (RD) или ED приводит к активации двойников сжатия, в то время, как сжатие вызывает активацию двойникования растяжения [128,129]. Такое различие активных деформационных механизмов приводит к асимметричным механическим свойствам и различию механических параметров при растяжении и сжатии и, чем сильнее текстурирован материал, тем больше эта разница. Уменьшение размера зерна в поликристаллическом магнии может привести к более интенсивному раздвойникованию по сравнению с монокристаллом [137].

Асимметричные механические свойства магния и изделий из него, изготовленных путем деформации, является одним из факторов, ограничивающих применение магния в областях, где требуется высокая стойкость к циклическим нагрузкам. Например, высокие прочностные свойства экструдированных стержней из магния при растяжении, не позволяют в полной мере воспользоваться ими из-за низкой усталостной прочности, обусловленной малым пределом прочности при сжатии. Поэтому, представляет интерес выявление моментов активации механизмов деформации, контролирующих параметры асимметричного поведения магниевых сплавов при приложении знакопеременной нагрузки.

4.2.1. Описание аппаратуры и техники эксперимента

В качестве материала образца был выбран коммерческий магниевый сплав ZK60 (номинальный химический состав Mg-6,0 мас% Zn-0,5% вес Zr), со средним размером зерен около 70 мкм. Детальный анализ текстуры описан в работе [109] и был выполнен с помощью электронной микроскопии и техники анализа дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD). Анализ стержней магния показал разнонаправленную ориентацию текстуры, с некоторыми особенностями горячего экструдирования. А именно, небольшая часть зерен была с преимущественной ориентации базисной плоскости параллельно направлению экструзии.

Механические испытания были проведены на плоских образцах с лопатками под захваты испытательной машины и местом установки датчика АЭ, длина рабочей части 10 мм, ширина 5 мм и толщина 4 мм. 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). Испытания выполнены на жесткой универсальной машине Instron 5990, с малошумящим шариковинтовым приводом, и постоянной скоростью перемещения траверсы и контролем деформации рабочей части образца, номинальная скорость деформации $1 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$.

Параметры регистрации сигнала АЭ были те же, что и в испытании на монотонное растяжение (см раздел 4.1): непрерывная регистрация широкополосным датчиком в полосе частот $50 \div 1200 \text{ кГц}$ с высоким усилением до 60дБ и скоростью оцифровки сигнала 2МГц. Процедуры определения амплитудных, энергетических и спектральных характеристики сигнала применялась к непрерывному потоку данных, разделенных на смежные фрагменты размером 4096 отсчетов.

Для кластеризации анализируемых сигналов применялся алгоритм ASKC (адаптивный последовательный алгоритм кластеризации по методу k -средних). Для кластеризации использовалась нормализованная характеристика спектральная плотности мощности (PSD или спектр) сигнала АЭ. Оценка подобия нормализованных спектральных распределений выполняется алгоритмом ASKC, используя статистическую меру сходства между двумя наборами данных, симметричную меру расстояния Кульбака-Лейблера.

4.2.2. Результаты испытания при знакопеременном нагружении и деформации

На рисунке 4.10 показана диаграмма нагружения $\sigma(\Delta l)$, где σ - напряжение (МПа), Δl – деформация (мм). На рисунке заметна значительная разница в поведении деформационного упрочнения а также асимметрия напряжения при деформировании. Первые два этапа, демонстрирующие динамику деформационных процессов противоположных последовательностей приложения напряжения Т-С и С-Т, показаны на рисунке 4.11. Анализ этого участка показывает, что предел текучести при растяжении (образец Т-С-Т) примерно 45 МПа, а при сжатии (образец С-Т-С) почти в два раза выше,

около 88 МПа. При нагружении образцов в противоположном направлении, предел текучести образца Т-С-Т становится около 115 МПа, а у образца С-Т-С 2 МПа. Важно отметить, что эта асимметрия предела текучести выявлена в материале со случайной текстурой.

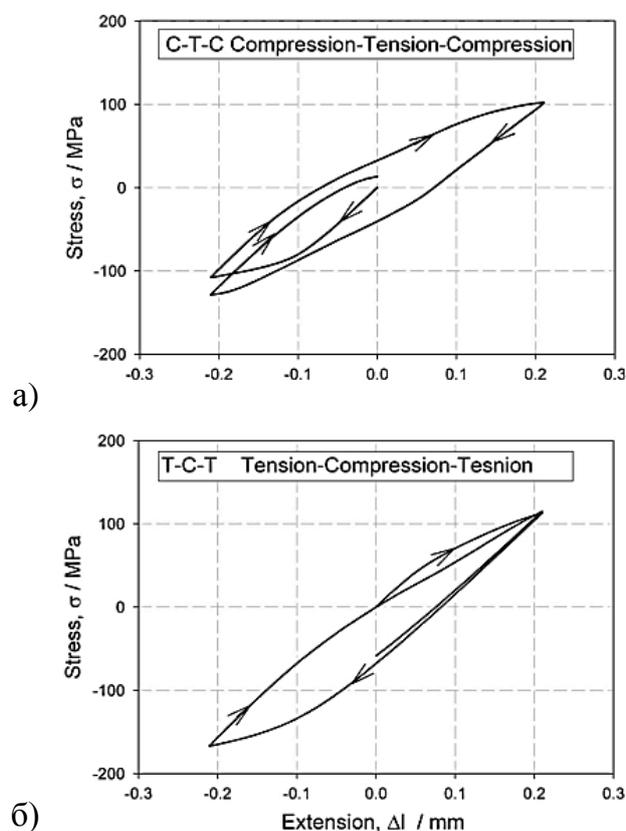


Рисунок 4.10 – Диаграмма нагружения Напряжение(Stress) – Деформация (Extension), а – начальный этап сжатие (С-Т-С), б – начальный этап растяжение (Т-С-Т)

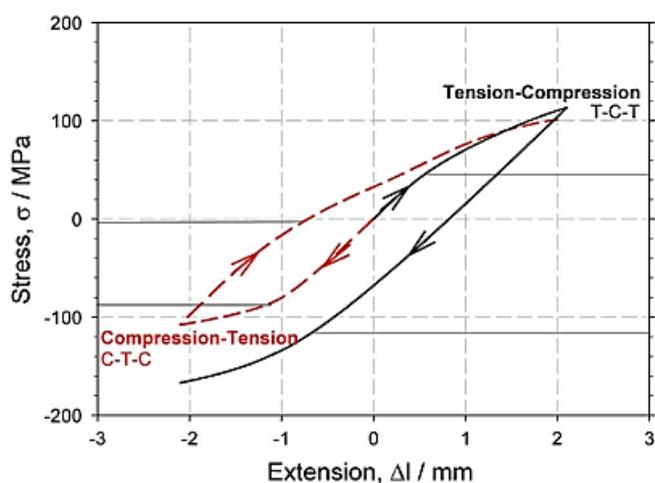


Рисунок 4.11 – Совмещенная диаграмма нагружения Напряжение(Stress) – Деформация (Extension), начальных этапов при испытании начинающегося со сжатия С-Т-С и растяжения Т-С-Т

На рисунке 4.12 показаны осциллограммы сигналов акустической эмиссии, записанных непрерывным беспороговым способом. На рисунке показаны три способа деформации образца: *а* - монотонное растяжение до разрушения (эксперимент, описанный в предыдущем разделе данной работы), *б* – стадийность нагружения С-Т-С, *в* – стадийность нагружения Т-С-Т. Исходные сигналы АЭ в любом из показанных режимов испытания состоят из большого числа импульсных сигналов. Статистика таких сигналов характеризуется случайным временем прихода сигнала и широким диапазоном амплитуды. Показанные диаграммы сигналов АЭ существенно отличаются для разных способов испытания и зависят от предварительной истории нагружения. В частности, они сильно зависят от направления деформации на первом этапе нагружения.

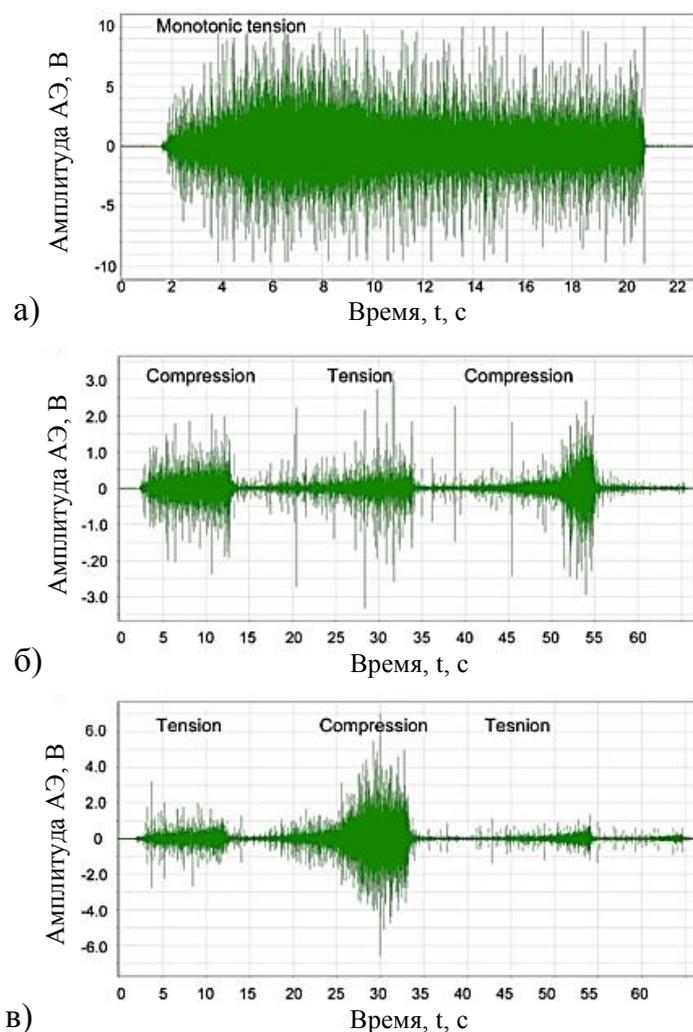


Рисунок 4.12 – Амплитудная форма сигнала АЭ: а – монотонное растяжение;

б – стадии нагружения сжатие-растяжение-сжатие;

в – стадии нагружения растяжение-сжатие-растяжение

Подробнее о качественных различиях характеристик сигналов АЭ и образцов показано на рисунке 4.13. Параметры сигнала АЭ представлены параметрами: среднеквадратичное значение напряжения сигнала и медианной частотой функции спектральной плотности мощности сигнала. На данном рисунке динамика параметров сигнала АЭ синхронизирована с кривой нагружения $\sigma(t)$ и кривой деформационного упрочнения $h(t)=\sigma(t)/dt$. Это определение деформационного упрочнения как производной от напряжения по времени незначительно отличается от общепринятого вычисления, производной напряжения по отношению к деформации, однако при монотонной деформации характер кривой деформационного упрочнения будет подобным.

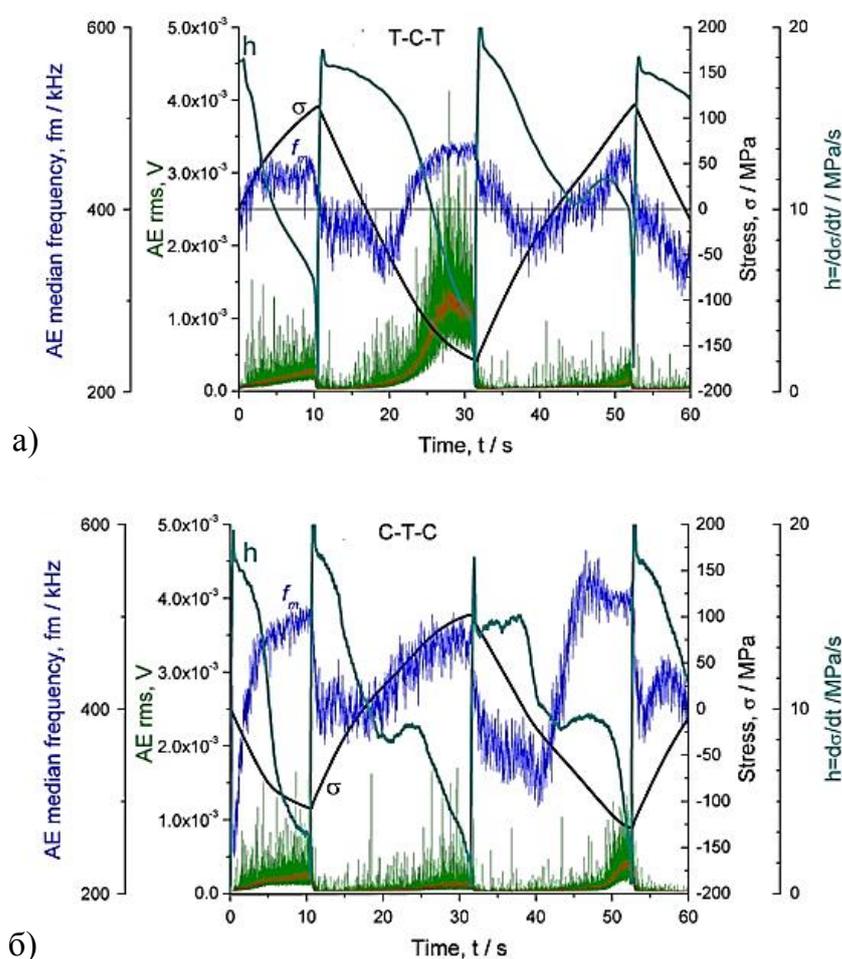


Рисунок 4.13 – Динамика параметров: напряжение (Stress), упрочнение (h) и сигнала акустической эмиссии U_{RMS} (AE rms) и f_m (AE median frequency) при знакопеременном нагружении: а – стадии нагружения растяжение – сжатие - растяжение, б – стадии нагружения сжатие – растяжение - сжатие

АЭ появляется сразу после начала нагружения, т.е. при очень низком напряжении, что и было показано в предыдущем разделе работы. Аналогичные сведения можно найти и у других авторов [139]. Такое поведение материала обусловлено довольно низкими значениями критических напряжений сдвига скольжения в базисной плоскости $\langle a \rangle$ и двойникования растяжения на первоначальном этапе нагружения в любом направлении.

В зависимости от направления нагружения, по параметрам АЭ можно выделить несколько этапов, которые оказываются в сильной зависимости от характеристики деформационного упрочнения.

Во время начальной растягивающей нагрузки образца Т-С-Т (рисунок 4.13а) поведение АЭ подобно рассмотренному выше испытанию на монотонное растяжение сплава ZK60 в том же структурном состоянии. Уровень среднеквадратичного значения амплитуды АЭ постепенно и монотонно возрастает, в то время как значение медианной частоты сначала возрастает, но затем, после 2 секунды деформирования (примерно 3% деформации), стабилизируется. АЭ характеризуется существенным разбросом значения среднеквадратичной амплитуды сигнала с относительно большим средним значением. Такой разброс свидетельствует о многочисленных АЭ событиях с существенно различающейся амплитудой, и это связано с механическим двойникованием.

В режиме испытания С-Т-С нагружение начинается в направлении сжатия, рисунок 4.13б, и поведение АЭ значительно отличается от испытания с последовательностью нагружения Т-С-Т. Это различие, прежде всего, отражается в поведении медианной частоты (f_m). Медианная частота в режиме С-Т-С монотонно возрастает и, в отличие от режима Т-С-Т, не выходит на постоянный уровень. Это приводит к постепенному смещению спектра АЭ в область более высоких частот при сравнительно небольших величинах деформации. Тем не менее, наблюдаемое значение энергии (или уровня параметра U_{RMS}) для начального этапа нагружения при растяжении и сжатии сопоставимы.

При смене направления нагружения медианная частота АЭ спадает вместе со значением параметра U_{RMS} для всех режимов нагружения. Однако этот переход более интенсивен при способе нагружения С-Т-С. Диапазон изменения медианной частоты сигнала АЭ за время испытания для режима С-Т-С гораздо шире, чем для режима Т-С-Т. Аналогичные изменения в поведении параметров сигнала АЭ наблюдаются также и при последующих изменениях в направлении нагружения.

В целом, наиболее ярким результатом испытания является то, что АЭ хорошо демонстрирует специфику поведения магниевого сплава при деформировании в разных направлениях даже образцов со случайной текстурой и существенным фактором является направление нагружения на первом этапе. Выявленная асимметрия механических характеристик и сигнала АЭ при знакопеременном нагружении определяется поведением основных механизмов деформации и полярной природой двойникования.

4.2.3. Количественный анализ сигнала АЭ. Кластеризация фрагментов сигнала АЭ

Как было показано в предыдущем разделе, различить дислокационное скольжение и механические двойникование в магневом сплаве по сигналу АЭ не просто, потому что оба механизма работают одновременно, и любой фрагмент сигнала АЭ содержит вклады обоих механизмов. Тем не менее, эти два источника генерируют АЭ с различными характерными особенностями, и их относительные вклады в общий процесс деформации происходят различными способами. Следовательно, становится возможным проследить роль каждого из двух механизмов на разных этапах деформации при количественном анализе сигнала АЭ. Характерные различия между этими механизмами деформации обычно связаны с формой АЭ сигналов, амплитудой и мощностью сигналов АЭ (низкая амплитуда / низкая мощность АЭ характерна для дислокационного скольжения, в отличие от высокой амплитуды / высокой мощности характерной для процесса двойникования) [80]. Алгоритм кластеризации ASKC применяется к исходному сигналу АЭ, который показан на рисунке 4.12. В результате кластеризации по форме кривой спектральной плотности мощности сигналы разделяются на три основных кластера. Следует отметить, что количество кластеров, которые могут быть получены, а также их характеристики, не фиксированы заранее, а формируются самим потоком входящих данных, т.е. сигналом. Это делает данный анализ более адаптированным к свойствам сигнала в сравнении с классической реализацией алгоритмов k -средних или c -средних.

Кривые спектральной плотности мощности, представляющие усредненные спектры, каждого кластера, вычисленного в ходе анализа сигналов, показаны на рисунке 4.14. Сигналы кластера «0» ассоциируются с фоновым шумом, который был предварительно записан в начале каждого испытания. Этот кластер практически не изменяется для обоих режимов испытаний, рисунок 4.14а и б. Сигналы, связанные с

кластером «0», даже зарегистрированные во время нагружения или смены направления, исключались из дальнейшей обработки. Наиболее интересные сигналы принадлежат кластерам «1» и «2», они явно отличаются от шумовых. Однако некоторые спектральные составляющие, относящиеся к сигналам кластера «шума», могут присутствовать в спектрах сигналов кластеров «1» и «2» и, особенно, кластера «1», это следствие аддитивности сигнала от источников пластической деформации и фонового шума. Кластеры «1» и «2» представляют основной интерес в обоих режимах испытания, так как, по сути, они являются различимыми откликами сигнала, связанного с различными механизмами пластической деформации в ходе всех испытаний.

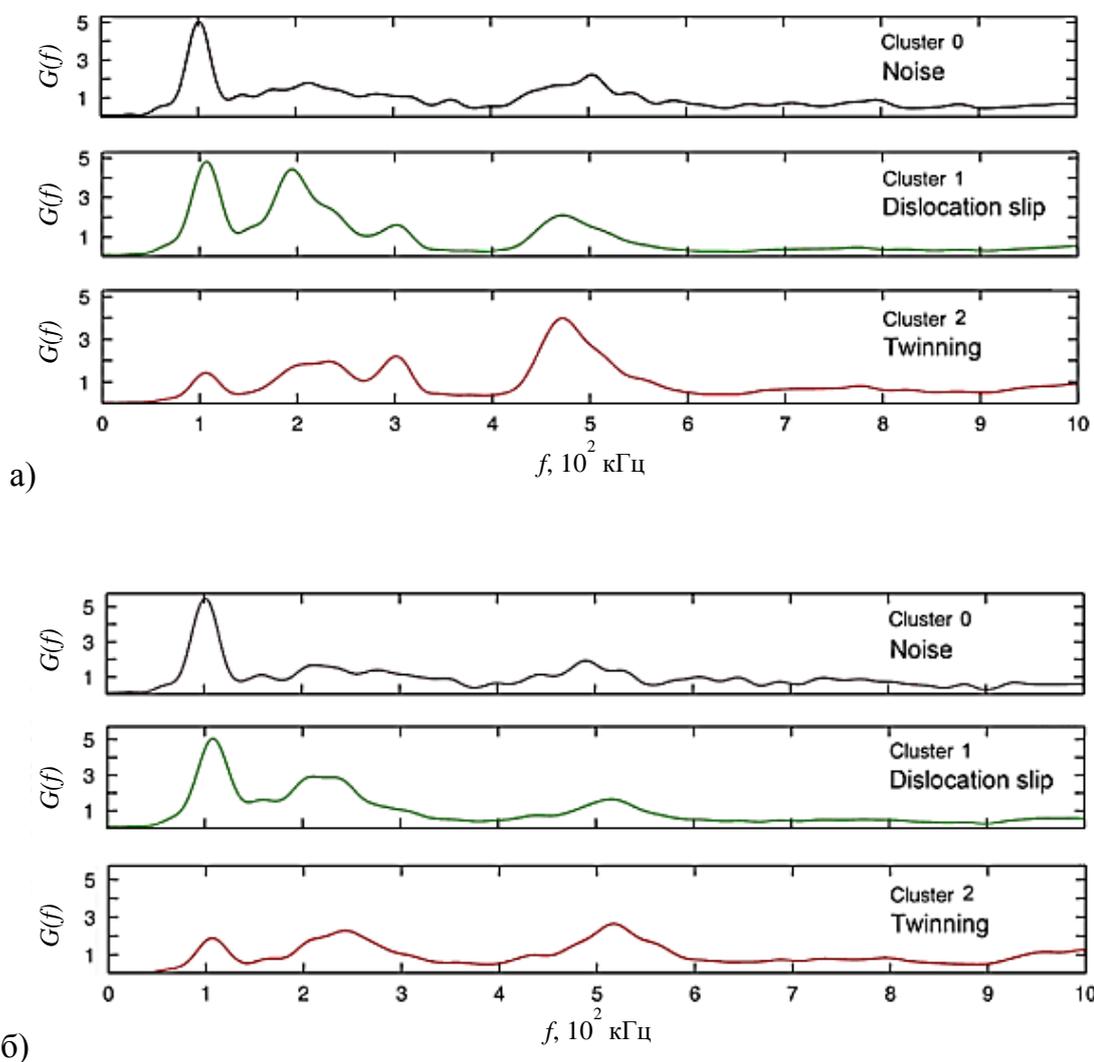


Рисунок 4.14 – Нормализованные усредненные спектральные характеристики $G(f)$ (спектральная плотность мощности) кластеров сигнала АЭ. Стадийность нагружения:

а – растяжение – сжатие - растяжение, б – сжатие – растяжение – сжатие

Cluster 0 – «шум»; Cluster 1 – «дислокационное скольжение»;

Cluster 2 – «двойникование»

Спектры сигналов с доминирующей низкочастотной областью (кластеры «1») ближе по распределению энергии к спектру шума. Такая шумо-подобная спектральная характеристика является типичной для сигналов, генерируемых во время дислокационного скольжения ГЦК-металлов [9,140]. Следовательно, целесообразно связать сигналы кластера «1» с преобладанием дислокационного скольжения. Сигналы, относящиеся к этому кластеру, регистрируются сразу же после начала нагружения в обоих режимах (Т-С-Т и С-Т-С), рисунок 4.15а, б. Это объясняется очень низким критическим сдвиговым напряжением для скольжения дислокаций в базисной плоскости для магния и его сплавов.

Сигналы кластера «2» на рисунке 4.14 имеют схожее распределение энергии по частотам для обоих режимов испытания и не зависят от начального направления нагружения. Сигналы этого кластера характеризуется очень широким спектром с относительно большим значением медианной частоты и содержат выраженный пик в области высоких частот. Что касается амплитудной формы, то сигналы этого кластера имеют большую амплитуду с коротким временем переднего фронта (время нарастания). Указанные характеристики типичны для сигналов механического двойникования и, следовательно, ассоциируются с активацией деформационного двойникования.

Динамика отдельных кластеров за время выполнения испытания показана на рисунке 4.15 и демонстрирует несколько «переключений» доминирования механизмов деформации на разных этапах нагружения. Работа деформационных механизмов, а также их последовательность доминирования, существенно отличаются между режимами С-Т-С и Т-С-Т.

Зависимость накопления энергии и общее количество событий АЭ показывает динамику механизмов деформации, рисунок 4.15. На рисунке можно увидеть, что, когда один источник (дислокационное скольжение или двойникование) снижает активность, то другой механизм играет ведущую роль. Диаграммы также демонстрируют, что эволюция кинетики деформационных механизмов сильно зависит от направления нагрузки и предварительной истории деформации. На рисунке 4.16 показана активность формирования кластеров, т.е. число сигналов данного типа, регистрируемых за единицу времени. Это изменение явно отражается в поведении медианной частоты (f_m) сигнала АЭ. Спектр мощности АЭ развивается в сторону более высоких или более низких частот в зависимости от доминирования того или иного деформационного механизма. Характерные изменения в поведении медианной частоты видны на рисунке 4.16 и

хорошо согласуются с результатами кластерного анализа, которые указывают переходы от одного преобладающего механизма деформации к другому.

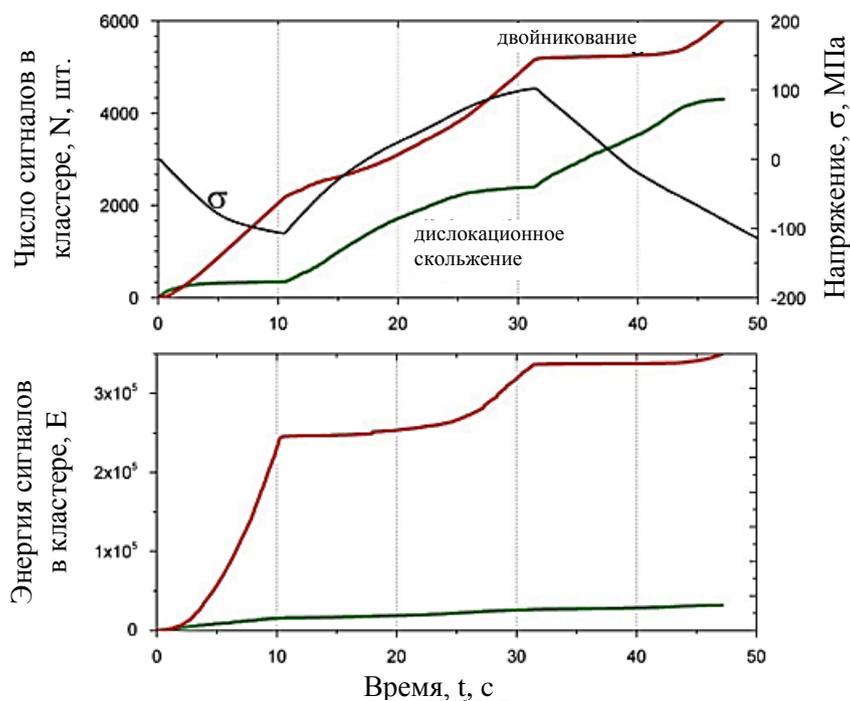
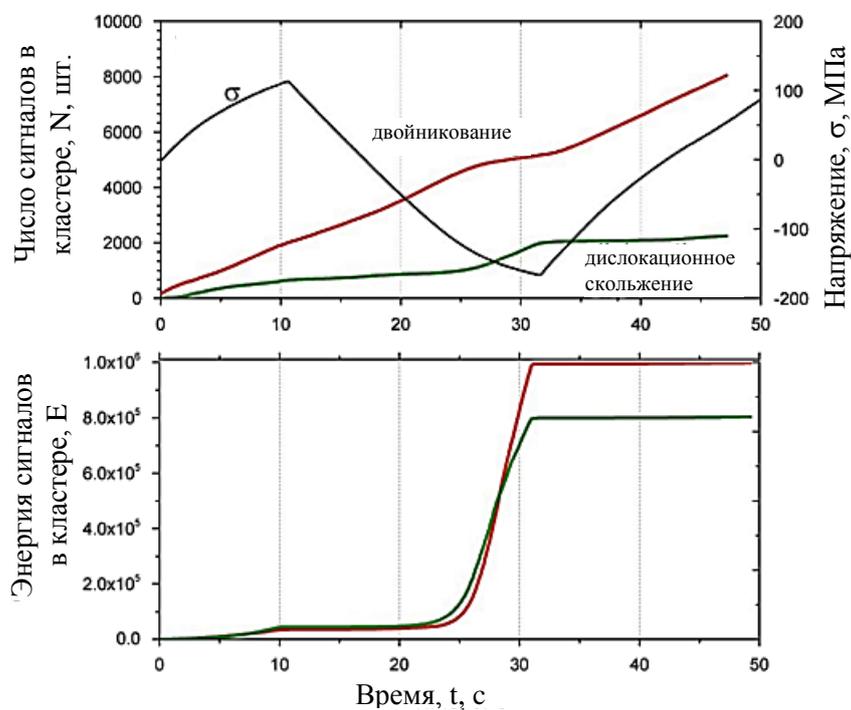


Рисунок 4.15 – Накопление сигналов и энергии в кластерах, относящихся к «Дислокационному скольжению» и «Двойникованию». Этапы нагружения: а – растяжение–сжатие–растяжение, б – сжатие–растяжение–сжатие

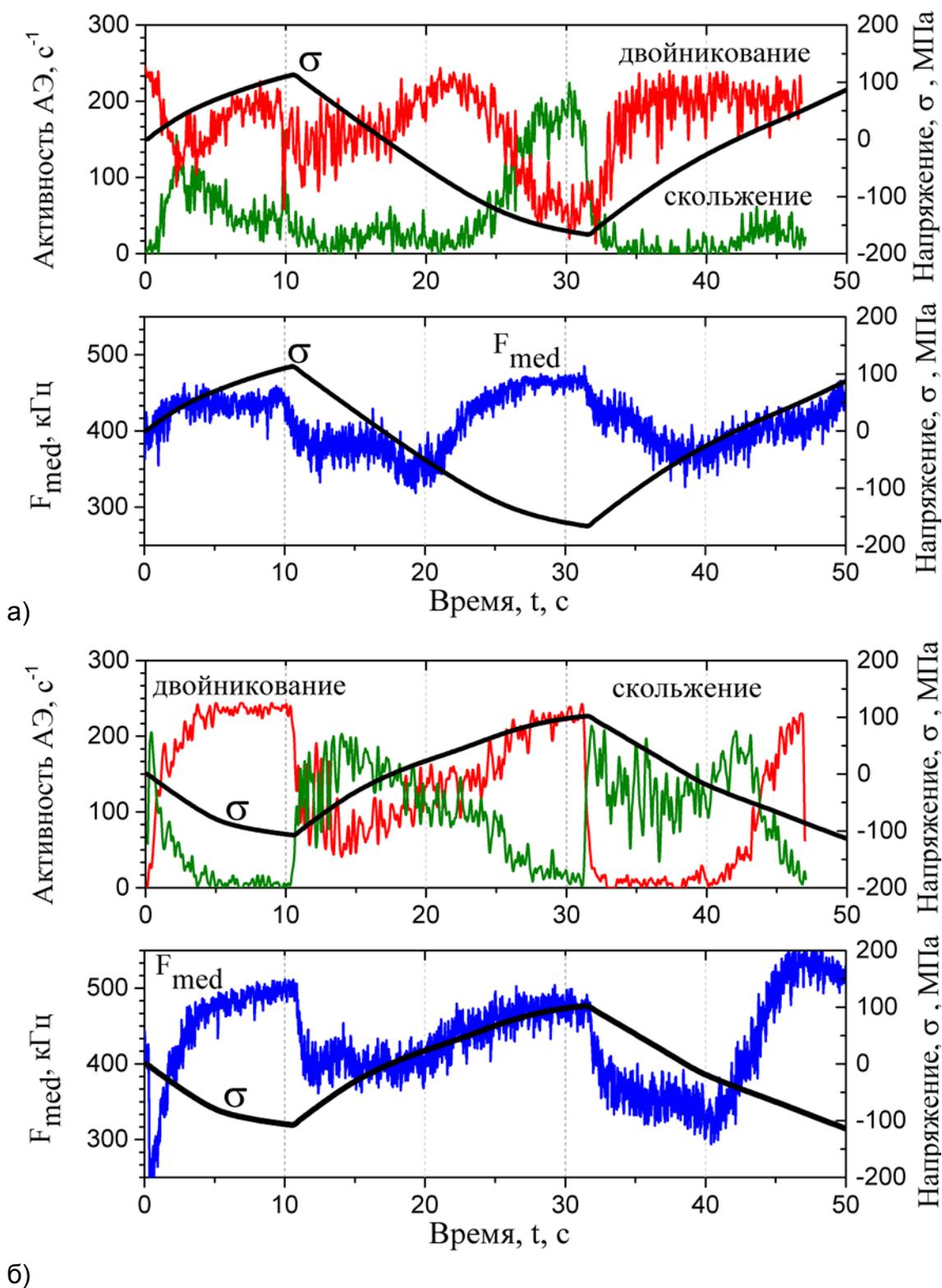


Рисунок 4.16 – Динамика деформационных процессов, представленная параметрами сигнала АЭ. Стадийность нагружения: а – растяжение – сжатие – растяжение, б – сжатие – растяжение – сжатие

На рисунке 4.16 при доминировании двойникования форма сигнала АЭ обусловлена возникновением высокоамплитудных импульсных сигналов, а статистика времен прихода и форма такого сигнала очень схожа с динамикой процесса двоникования. Индивидуальные двойники образуются очень быстро с последующим независимым друг от друга увеличением. Поэтому отличие в мощности спектра такого события можно объяснить тем, что суммарный спектр некоторого количества независимых событий одного типа может быть получен путем масштабирования спектральной характеристики одного события (теорема Карсона).

Если разные по относительному положению в материале механические двойники ведут себя сходным образом (с точки зрения их развития и динамики), то изменение спектральной характеристики АЭ происходит медленно или незначительно при условии, что пластическая деформация определяется одним механизмом двойникования. Как следствие, значение медианной частоты стабилизируется на относительно большом значении. Однако, когда дислокационное скольжение доминирует в качестве основного механизма пластической деформации, спектр мощности сигнала АЭ постепенно изменяется с увеличением нагрузки в область более высоких частот. Такое смещение энергии в спектре в сторону более высоких частот обычно ассоциируется со снижением длины свободного пробега дислокаций. Кроме того, в работе [141] показано, что при пластической деформации, обусловленной дислокационным скольжением с деформационным упрочнением, медианная частота АЭ пропорциональна напряжению. Обычно, активность АЭ, связанная со скольжением дислокаций, начинает расти сразу после начала нагружения и достигает максимума в непосредственной близости к деформации, соответствующей напряжению текучести, а затем постепенно падает до момента разрушения образца [8,10]. Ранние этапы именно такого поведения АЭ могут быть идентифицированы на рисунках 4.15 и 4.16 на начальных этапах нагружения в обоих режимах испытания. При изменении направления нагрузки, такое поведение повторяется, но только качественно.

При испытании в режиме Т-С-Т, рисунок 4.16а, двойникование преобладает на большей части испытания. Тем не менее, в начале нагружения (в течение примерно 3с) до растягивающего напряжения 45 МПа роль дислокационного скольжения постепенно увеличивается. С этого момента активность дислокационного скольжения начинает уменьшаться по мере увеличения растягивающего напряжения. Далее дислокационное

скольжение становится менее активным, даже после изменения направления нагружения. Однако, когда напряжение сжатия достигает примерно 115 МПа, активность дислокационного скольжения начинает снова расти и в течение интервала времени между 27с и 32с уже двойникование становится менее активным, чем дислокационное скольжение. Этот период времени соответствует пластическому течению при сжимающем напряжении, превышающем 150 МПа. После смены направления нагружения на 32с, активность дислокационного скольжения падает стремительно и остается очень низким до момента времени около 41 с. Когда уровень напряжения достигает примерно 5 МПа, что соответствует величине «нового» предела текучести при растяжении, то активность скольжения дислокаций начинает снова увеличиваться. И затем снова уменьшается на 46 с, когда уровень напряжения достигает примерно 45 МПа. Такое поведение сохраняется до окончания испытания. В общем, дислокационная активность в режиме Т-С-Т (кластер 1, на рисунок 4.15а) имеет следующие закономерности:

1. Возрастание на начальном этапе нагружения, однако медленнее, чем в режиме С-Т-С;
2. Очень сильное увеличение во время второй половины стадии сжатия (22÷32 с);
3. Стабилизация на низком уровне с небольшим увеличением во время последней стадии растяжения (41÷46 с).

В режиме С-Т-С, рисунок 4.16б, двойникование не доминирует, как и в случае Т-С-Т: скольжение дислокаций начинается почти сразу после начала нагружения, но уже после первой секунды нагружения начинает доминировать двойникование и активность этого процесса быстро растет. Оба механизма достигают стабилизации активности (двойникование максимального, а скольжения дислокаций минимального уровня) примерно к 6 с испытания, что соответствует локальному пределу текучести, 115 МПа. Затем, при более высоких напряжениях, относительные активности механизмов деформации остаются неизменными почти до изменения направления нагружения. С началом приложения растягивающей нагрузки средний уровень активности дислокационного скольжения быстро увеличивается до момента, соответствующего «новому» пределу текучести, 2 МПа. Отметим, сильное колебание поведения накопления сигналов АЭ в крупных кластерах, что демонстрирует сильную конкуренцию дислокационного скольжения и двойникования. После перехода через

предел текучести (после 14 с) и перехода к растяжению вклад двойникования растет слабо, вплоть до смены знака нагрузки. В это время дислокационное скольжение, тоже менее активно. Локальная область упругой деформации под нагрузкой сжатия соответствует прекращению обоих механизмов пластической деформации. Резкое увеличение активности скольжения дислокаций на 40 с соответствует пределу текучести при сжатии 30 МПа. Аналогично первой стадии сжатия, дислокационное скольжение является доминирующим механизмом в начале второй стадии сжатия. Доминирующий в течение примерно трех секунд механизм скольжения в течение следующих 40 с по мере приближения к концу теста постепенно теряет свою активность, а активность двойникования, наоборот, постепенно растет. Что касается активности дислокационного скольжения в режиме С-Т-С (кластер 1 на рисунке 4.15б), то для него следует отметить:

1. На стадии растяжения (10÷30 с) скорость спада АЭ существенно ниже, чем на начальном этапе сжатия (0÷10 с);
2. На второй стадии сжатия (32÷50 с):
 - 2.1 существенно заметна область упругого разгрузки, из-за деформационного упрочнения на предыдущем этапе нагружения;
 - 2.2 на интервале упругого разгрузки (32÷39 с) дислокационная активность минимальна до тех пор, пока напряжение не достигнет перехода через ноль (смена знака) и не начнется деформационное упрочнение при сжатии;
 - 2.3 в ходе дальнейшего пластического течения (43÷50 с), дислокационная активность напоминает начальную стадию сжатия (1÷10 с), но пластическое течение начинается при существенно меньшем напряжении, чем на первом этапе сжатия.

4.2.4. Идентификация различных типов дислокационного скольжения

Алгоритм кластеризации ASKC, используемый для анализа сигнала АЭ, не различает отдельные типы дислокационного скольжения, например, скольжение в базовых плоскостях, призматических, пирамидальных типа I, или пирамидальных типа II. Тем не менее, уровень напряжений, при котором происходит дислокационное скольжение, определяется с помощью алгоритма ASKC на основе совместного анализа с известными значениями критических напряжений сдвига для различных систем

скольжения. Это дает представление о наиболее вероятной активации определенной системы скольжения, срабатывающей при деформации.

Анализ динамики дислокационного скольжения и двойникового, изложенный выше, предполагает, что в режиме Т-С-Т (рисунок 4.16а) скольжение в базисной плоскости $\langle a \rangle$ доминирует. Снижение активности двойникового при значениях напряжения свыше 45 МПа, начиная с 5 секунды перед изменением направления деформации, может указывать на преобладание скольжения в не-базисной плоскости (призматической или пирамидальной I). Альтернативным вкладом на данном этапе может быть скольжение в пирамидальной II плоскости $\langle c+a \rangle$ -скольжение в благоприятно ориентированных зернах. При испытании в режиме С-Т-С (рисунок 4.16б) роль пирамидальной II системы скольжения практически не заметна. Как правило, можно утверждать, что в этом режиме деформация вдоль оси c в кристалле магния происходит в основном с помощью двойникового.

Стоит также упомянуть, что в то время, как скольжение по базисным плоскостям обязательно требует активации дополнительных систем деформации для компенсации изменения формы кристаллографической структуры зерна, то пирамидальная система скольжения, а, следовательно, и двойникование, может работать самостоятельно при удовлетворении условия Тейлора о наличии пяти независимых систем скольжения.

4.2.5. Признаки двойникового в сигнале АЭ

Признаки АЭ, связанные с двойникованием в сильно текстурированном чистом магнии, рассмотрено Епокі и соавторами [142,143]. Особенности сигнала АЭ проявляются в режиме испытания С-Т-С в момент первого перехода от сжатия к растяжению. Можно заметить, что между 11 сек и 14 сек на рисунке 4.16б происходит сильное колебание пиковой амплитуды АЭ – это чередование дислокационной активности и мощного двойникового. Такое поведение АЭ связано с раздвойникованием после изменения направления деформации. Подобный переход от напряжения сжатия происходил и в режиме Т-С-Т на втором этапе нагружения с 30 секунды, тем не менее, в этом случае поведение АЭ во время переходного периода (32÷35 с. на рисунке 4.16а) отличается. А именно, быстро растет активность двойникового, хотя колебание амплитуд АЭ и происходит на фоне низкого и

уменьшающегося дислокационного скольжения. Тем не менее, процедура ASKC не выявляет каких-либо особенностей в спектральной функции АЭ, которые были бы характерны для раздвойникового, ни в режиме Т-С-Т (11÷14 секунда на рисунке 4.15а), ни в режиме С-Т-С (32÷35 секунды на рисунок 4.15б). Другими словами, никакого особого кластера АЭ со специфическими признаками раздвойникового при изменении деформации с растяжения на сжатие не создается. Тем не менее, считается, что интенсивное скольжение дислокаций происходит одновременно с активностью двойникового, которое связано с предварительной историей деформирования и может вызывать раздвойникование. Если эта гипотеза верна, то она приводит к важному следствию: исчезновение двойников растяжения происходит относительно медленно (по сравнению с процессом двойникового) и происходит по механизму дислокационного скольжения.

Применяемый метод кластеризации сигналов АЭ позволяет выявить доминирующий механизм деформации, но не позволяет исключительно оценить объемы конкурирующих деформационных механизмов, происходящих одновременно.

4.2.6. Асимметрия величины напряжения при знакопеременной деформации нетекстурированных магниевых сплавов

Асимметрия механической характеристики в нетекстурированных и слабо текстурированных магнии и сплавах достаточно хорошо согласуется с работами [139,144,145]: предложенный Agnew и др. [144] анализ на основе моделирования текстуры подтвержден анализом, основанном на исследовании дифракции нейтронов совместно с АЭ, Чапек и др. [139]. Обе исследовательские группы связали такое поведение магниевых сплавов с полярной природой двойникового в ГПУ металлах. В частности, предполагается, что:

1. Деформация и пластическое течение в магнии и его сплавах начинается при очень низких уровнях напряжения;
2. В нетекстурированном магнии и магниевых сплавах количество зерен, наиболее благоприятно ориентированных к двойникованию растяжением, при сжатии значительно выше, чем при растяжении.

Оба предположения были подтверждены и в текущей работе. А именно: низкое напряжение начала пластического течения связано с активацией скольжения в базисной

плоскости, в то время как асимметрия диаграммы напряжение-деформация, в первую очередь, вызвано различиями в поведении двойникования и последующего деформационного упрочнения. Действительно, при нагружении образцов с этапа сжатия (С-Т-С режим) механические свойства, прежде всего, контролируются двойниками растяжения. Затем возобновляется скольжение дислокаций в базисной плоскости, только кратковременно при изменении направления нагружения. Тем не менее, при первом этапе растяжения (Т-С-Т режим), $\langle a \rangle$ -скольжение в базисной плоскости преобладает в механическом поведении материала.

Основные результаты по данному разделу представлены в публикации [146].

4.2.7. Выводы по разделу 4.2

1. Современные методы анализа сигналов акустической эмиссии позволяют идентифицировать механизмы, лежащие в основе особенностей механического деформирования Mg-Zn-Zr сплава ZK60, в зависимости от направления нагружения (растяжение или сжатие). Кластеризация сигналов акустической эмиссии по форме кривой спектральной функции позволяет определить доминирующие деформационные механизмы при знакопеременном нагружении и деформации магниевых сплавов, а также выявить различия при активации систем двойникования с учетом истории предварительной деформации, на первом этапе - растяжение или сжатие.

2. Указанные различия активных деформационных механизмов позволяют объяснить асимметричные значения пределов текучести и активации пластической деформации. Следствием этого является то, что изделия, изготовленные из такого материала, могут обеспечить разнообразный набор свойств (таких как выносливость и прочность) в зависимости от конечной стадии обработки при изготовлении или от начальных условий использования. Настоящее исследование выявило вклад механизмов деформации на ранних стадиях знакопеременного нагружения, которые позволили расширить понимание возможностей деформирования магниевых сплавов, что может быть в будущем использовано для дальнейшего совершенствования этих сплавов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Существует очень ограниченный набор экспериментальных средств, позволяющих непрерывное наблюдение за эволюцией внутренней структуры материала при деформации. Одним из таких методов «наблюдения» деформации во всем деформируемом объеме материала является метод акустической эмиссии. Однако анализ суммарного акустоэмиссионного отклика со всего деформируемого объема совместно с аддитивными шумами существенно осложняют интерпретацию регистрируемого сигнала. Наиболее сложным этапом в изучении и исследовании с применением метода акустической эмиссии являются задачи регистрации и интерпретации сигналов. После корректно установленных ключевых параметров и характеристики сигнала АЭ, относящихся к определенному типу источника сигнала, проводилось исследование и изучение непосредственно объекта наблюдения – процесса деформации кристаллических материалов с ГЦК и ГПУ решеткой.

Ранее было показано, что существует теоретическая вероятность детектирования одиночных дислокационных событий, однако на практике этого не демонстрировалось из-за ряда технических проблем. Многие такие проблемы были успешно решены с помощью выбора малозумящего оборудования и спектрального шумоподавления на этапе цифровой обработки сигнала. Предложенные в данной работе методы детектирования и обработки сигнала АЭ позволяют существенно улучшить чувствительность метода АЭ, что позволяет детерминировать и исследовать процессы пластической деформации в ГЦК металлах при воздействии индентором. При создании хорошо контролируемой локализованной пластической деформации появляется возможность оценки акустоэмиссионного отклика при деформировании малого объема материала, что позволяет убедиться в достаточной чувствительности метода АЭ к регистрации элементарных актов пластической деформации – скольжения дислокаций.

Некоторыми из интересных и новых фактов, обнаруженных при выполнении данной работы, являются: высокая чувствительность акустической эмиссии к пространственной ориентации кристаллографической решетки и направлению скрайбирования; существенное увеличение амплитуды отклика АЭ при скрайбировании в определенных «громких» направлениях. Количественная оценка параметров АЭ в зависимости от конфигурации воздействия на монокристалл при скрайбировании и исследование указанных явлений с оценкой параметров активации

деформационных систем могут быть рассмотрены в перспективных теоретических и экспериментальных исследованиях.

При изучении деформации в объемных образцах элементарные деформационные события происходят в большем количестве, и становится невозможным идентифицировать единичные события, однако, даже в таком случае спектрально-энергетические параметры сигнала акустической эмиссии являются индикатором деформационного процесса, и позволяют судить о типе преобладающего механизма деформации. Например, в настоящей работе на основе анализа акустической эмиссии при испытании ГПУ магниевого сплава ZK60 удалось установить, что деформация осуществляется сложным сочетанием различных механизмов, которое связано с различием пороговых напряжений элементарного сдвига в различных кристаллографических системах для разных механизмов деформации, и необходимостью материала постоянно адаптироваться под возрастающее напряжение.

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.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. ГОСТ 27655-88 Акустическая эмиссия. Термины, определения и обозначения. – М.: Издательство стандартов, 1988 - 12с.
2. Грешников, В.А. Акустическая эмиссия / В.А. Грешников, Ю.Б. Дробот. - М: Издательство стандартов, 1976. – 272 с.
3. Поллок, А. Акустико-эмиссионный контроль: Металлы (Metals Handbook). 9-ое издание / А.Поллок. - ASM International, 1989. – С. 278–294
4. Семашко, Н.А. Акустическая эмиссия в экспериментальном материаловедении / Н.А. Семашко, В.И. Шпорт, Б.Н. Марьин, А.И. Пекарш, В.И. Муравьев, А.И. Евстигнеев. - М: Машиностроение, 2002. - 240 с.
5. Scruby, C.V. Dynamic elastic displacements at the surface of an elastic half-space due to defect sources / C.V. Scruby, H.N.G. Wadley, J.J. Hill // J. Phys. D. Appl. Phys. - 1983. - Том. 16, № 6. – С. 1069–1083.
6. Мерсон, Д.Л. Закономерности поведения акустической эмиссии в процессе деформации бинарных сплавов меди в широком диапазоне концентраций легирующих элементов / Д.Л. Мерсон, Л.И. Кучерук, М.А. Выбойщик // Межвузовский сборник научных трудов «Наука, техника, образование. г.Тольятти и Волжского региона». - 1999. - № 2. - С. 325–335.
7. Мерсон, Д.Л. Роль легирующих элементов в формировании пика акустической эмиссии в области предела текучести твердых растворов на основе меди / Д.Л. Мерсон, Л.И. Попова, Э.В. Козлов // Деформация и разрушение. - 2005. - №11. - С. 33–39.
8. Heiple, C. R. Acoustic emission produced by deformation of metals and alloys - A review / C. R. Heiple, S.H. Carpenter // J. Acoust. Emiss. - 1987. – Том 6, № 3. – С. 177–204.
9. Vinogradov, A. Effect of solid solution hardening and stacking fault energy on plastic flow and acoustic emission in Cu–Ge alloys / A. Vinogradov, D.L. Merson, V. Patlan, S. Hashimoto // Mater. Sci. Eng. A. - 2003. - Том 341, № 1-2. – С. 57–73.
10. Vinogradov, A. Spectral analysis of acoustic emission during cyclic deformation of copper single crystals / A. Vinogradov, V. Patlan, S. Hashimoto // Philos. Mag. A. - 2001. - Том. 81, № 6. – С. 1427–1446.

11. Vinogradov, A. Acoustic Emission Spectrum and Its Orientation Dependence in Copper Single Crystals / A. Vinogradov, M. Nadtochiy, S. Hashimoto, S. Miura // Mater. Trans. JIM. - 1995. - Том. 36, № 4. С. 496–503.
12. РД 03-379-00 Требования к квалификации специалистов по акустико-эмиссионному методу неразрушающего контроля. Утверждены Постановлением Госгортехнадзора России № 49 от 30 августа 2000 г. // Госгортехнадзор. - 2001.
13. ПБ 03-593-03 Правила организации и проведения акустико-эмиссионного контроля сосудов, аппаратов, котлов и технологических трубопроводов. Утверждены Постановлением Госгортехнадзора России № 77 от 09 июня 2003 г. // Госгортехнадзор. - 2003.
14. Carpinteri, A. Earthquakes and Acoustic Emission. / A. Carpinteri, G. Lacidogna - Taylor & Francis/Balkema. - 2007. – 201с.
15. Muravin, B. Acoustic Emission Science and Technology [Электронный ресурс] / B. Muravin //, - 2009. - Режим доступа: <http://www.muravin.com/downloads/Muravin - Acoustic Emission Science and Technology.pdf>.
16. Kral, Z. Crack Propagation Analysis Using Acoustic Emission Sensors for Structural Health Monitoring Systems / Z. Kral, W. Horn, J. Steck // Sci. World J. - 2013. – С. 1–13.
17. Keshtgar, A. Detecting Crack Initiation Based on Acoustic Emission / A. Keshtgar, M. Modarres // Chem. Eng. - 2013. - Том. 33. - С. 547–552.
18. Sinclair, C.E. Acoustic emission analysis during fatigue crack growth in steel / C.E. Sinclair, D.C. Connors, C.L. Formby // Mater. Sci. Eng. - 1977. - Том. 28, № 2. - С. 263–273.
19. Ido, N. Evaluation of Fatigue Crack Propagation Rate by Acoustic Emission Method / N. Ido, M. Tagami, K. Katou, T. Tsuji, T. Isoda // NDE 2009. - 2009. - № 1. – С.801-808.
20. Ханжин, В.Г. Водородное охрупчивание сталей. Анализ кинетики процесса по измерениям акустической эмиссии / В.Г. Ханжин, С.А. Никулин, В.А. Белов, В.Ю. Турилина, А.Б. Рожнов // Деформация и разрушение материалов. - 2011. - №8. -С. 44–48.
21. Ханжин, В.Г. Применение метода акустической эмиссии при испытаниях материалов для ядерной энергетики. Учебное пособие. / В.Г. Ханжин, С.А. Никулин // МИСиС, М.: - 2008. - 93 с.

22. Zaslavsky, Y. Investigation of Acoustic Emission Caused by Filtration of an Air Flow through a Porous Medium / Y. Zaslavsky, V. Zaslavsky // *Open J. Acoust.* - 2012. - Том. 2, № 1. - С. 60–65.
23. Chang, N.A. The acoustic emissions of cavitation bubbles in stretched vortices / N.A. Chang, S.L. Seccio // *J. Acoust. Soc. Am.* - 2011. - Том. 130, № 5. – С. 3209.
24. Тарасов, С.Ю. Приповерхностная деформация в монокристаллах меди при возвратно-поступательном фрикционном контакте. / С.Ю. Тарасов, Д.В. Лычагин, А.В. Чумаевский, Е.А. Колубаев, С.А. Беляев // *Физика твердого тела.* - 2012. – Том.54, № 10. – С. 1909–1913.
25. Vinogradov, A. Correlation between Spectral Parameters of Acoustic Emission during Plastic Deformation of Cu and Cu-Al Single and Polycrystals / A. Vinogradov, M. Nadtochiy, S. Hashimoto, S. Miura // *Mater. Trans. JIM.* - 1995. - Том. 36, № 3. – С. 426–431.
26. РД 03-300-99 Требования к преобразователям акустической эмиссии применяемым для контроля опасных производственных объектов. Утверждены постановлением Госгортехнадзора России №53 от 15.07.99. - Госгортехнадзор. - 1999.
27. Nyquist, H. Certain topics in telegraph transmission theory / H. Nyquist // *Trans. Am. Inst. Electr. Eng.* - 1928. – Том.47, № 2. - С.617–644.
28. Котельников, В.А. Опропускной способности “эфира” и проволоки в электросвязи (Приложение) / В.А. Котельников // сб. Всесоюзный энергетический комитет. Материалы к I Всесоюз. съезду по вопросам технической реконструкции дела связи и развития слаботочной промышленности. По радиосекции. - М.: - 1933. - С.1–19.
29. Shannon, C.E. A mathematical theory of communication / C.E. Shannon // *Bell Syst. Tech. J.* - 1948. - Том. 27, №7 - 1928. – С.379–423.
30. Сергиенко, А.Б. Цифровая обработка сигналов. / А.Б. Сергиенко. - Санкт-Петербург: Питер. - 2002. - 608 с.
31. Рабинер, Л. Теория и применение цифровой обработки сигналов. / Л. Рабинер, Б. Гоулд – М.: Издательство «МИР». - 1977. – 848 с.
32. Welch, P.D. The Use of Fast Fourier Transform for the Estimation of Power Spectra: A Method Based on Time Averaging Over Short, Modified Periodograms / P.D. Welch // *IEEE Trans. Audio Electroacoust.* - 1967. - Том. 15. - С. 70–73.

33. Addison, P.S. The Illustrated Wavelet Transform Handbook: Introductory Theory and Applications in Science, Engineering, Medicine and Finance. / P.S. Addison. - CRC Press. - 2002. - 368 с.
34. Merry, R. Wavelet theory and applications / R. Merry, M. Steinbuch // Lit. Study, Eindhoven Univ.: - 2005. - С. 41.
35. Agarwal, A.B.L. Detection of Plastic Microstrain in Aluminum by Acoustic Emission / A.B.L. Agarwal, J.R. Frederick, D.K. Felbeck // Metall. Trans. - 1970. - Том. 1, № 4. - С. 1069–1071.
36. Мерсон, Д.Л. Физическая природа акустической эмиссии при деформационных процессах в металлах и сплавах : дис. ... д-ра физ.-мат. наук: 01.04.07 / Мерсон Дмитрий Львович. – Барнаул., 2001. – 327 с.
37. Hirth, J.P. Theory of Dislocations. (2nd ed.) / J.P. Hirth, J. Lothe. – 1982.
38. Gurrutxaga-Lerma, B. Elastodynamic image forces on dislocations / B. Gurrutxaga-Lerma, D.S. Balint, D. Dini, A.P. Sutton // Proc. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci. - 2015. - Том.471, № 2181.
39. Судзуки, Т. Динамика дислокаций и пластичность. / Т. Судзуки, Х. Есиага, С. Такеути // Пер. с япон. – М.: Мир., - 1989. – 296 с.
40. Gorman, J. A. J.A. Mobility of Dislocations in Aluminum / Gorman, D.S. Wood, T. Vreeland // Journal of Applied Physics. – 1969. – Том.40, №2. – С. 833-841.
41. Новацкий, В. Теория упругости. / В. Новацкий, Пер. с польск. Б.Е. Победри. – М.: Мир., - 1975. – 872с.
42. Галин, В.А. Развитие теории контактных задач в СССР / В.А. Галин. – М.: Наука., - 1976. – 493с.
43. Пинегин, С.В. Контактная прочность и сопротивление качению. / С.В. Пинегин, М.: Машиностроение. -1969. – 244с.
44. Oliver, W.C. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology / W.C. Oliver, G.M. Pharr // J. Mater. Res. - 2011. - Том. 19, № 01. – С. 3–20.
45. Tabor, D. The physical meaning of indentation and scratch hardness / D. Tabor // Br. J. Appl. Phys. - 1956. - Том. 7, № 5. – С. 159–166.

46. Головин, Ю.И. Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикроробъектах, тонких приповерхностных слоях и пленках (Обзор) / Ю.И. Головин // Физика твердого тела. - 2008. - Том.50, № 12. - С. 2113–2142.
47. Головин, Ю.И. Наноиндентирование и его возможности. / Ю.И. Головин. – М.:Машиностроение. - 2009. - 312 с.
48. Хрущов, М.М. Склерометрия. Теория, методика, применение испытаний на твердость царапанием. / М.М. Хрущев. – М.: Наука. – 1968. – 220 с.
49. Williams, J.A. Analytical hardness models of scratch hardness / J.A. Williams // Tribol. Int. - 1996. - Том. 29, № 8. - С. 675–694.
50. Bucaille, J.L. Finite-element analysis of deformation during indentation and scratch tests on elastic-perfectly plastic materials / J.L. Bucaille, E. Felder // Philos. Mag. A. 2002. - Том. 82, № 10. - С. 2003–2012.
51. Bucaille, J.L. Hochstetter G. Mechanical analysis of the scratch test on elastic and perfectly plastic materials with the three-dimensional finite element modeling / J.L. Bucaille, E. Felder // Wear. 2001. - Том. 249, № 5-6. - С. 422–432.
52. Larsson, P. L. On indentation and scratching of thin films on hard substrates / P.L. Larsson, F. Wredenberg // J. Phys. D. Appl. Phys. - 2008. - Том. 41, № 7.
53. Lawn, B.R. Indentation analysis: applications in the strength and wear of brittle materials / B.R. Lawn, B.J. Hockey, H. Richter // J. Microsc. Blackwell Publishing Ltd. - 1983. - Том. 130, № 3. - С. 295–308.
54. Mesarovic, S.D. Spherical indentation of elastic-plastic solids / S.D. Mesarovic, N.A. Fleck // Proc. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci. - 1999. - Том. 455, № 1987. - С. 2707–2728.
55. Swadener, J.G. Crystal orientation effects in scratch testing with a spherical indenter / J. G. Swadener, H. Bögershausen, B. Sander, D. Raabe // J. Mater. Res. - 2011. - Том. 25, № 05. - С. 921–926.
56. Булычев, С.И. Зависимость твердости материалов от скорости деформации при кинетическом индентировании / С.И. Булычев, О.Е. Узинцев, А.Н. Кравченков // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. - 2009. - Том. 75, № 12. - С. 45–49.
57. ГОСТ Р 8.748-2011 (ИСО 14577-1:2002) Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытаний. - Москва: Стандартинформ, - 2011.

58. Hutchings, I.M. The contributions of David Tabor to the science of indentation hardness / I.M. Hutchings // *J. Mater. Res.* - 2009. - Том. 24, № 03. - С. 581–589.
59. РД 03-299-99 Требования к акустико-эмиссионной аппаратуре, используемой для контроля опасных производственных объектов. Утверждены постановлением Госгортехнадзора России № 52 от 15.07.99. - 1999.
60. Klapuchinski, D.M., Spectral Noise Gate Technique Applied to Birdsong Preprocessing on Embedded Unit / D.M. Klapuchinski, C.R. Lima, C.A. Kaestner // 2012 IEEE Int. Symp. Multimed. IEEE. - 2012. - С. 24–27.
61. 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.
62. 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.
63. 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.
64. 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.
65. 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.
66. Serrano, E.P. Application of the wavelet transform to acoustic emission signals processing / E.P. Serrano, M.A. Fabio // *IEEE Trans. Signal Process.* - 1996. - Том. 44, № 5. - С. 1270–1275.

67. Qi, G. Wavelet-based AE characterization of composite materials / G. Qi // *NDT E Int.* - 2000. - Том. 33, № 3. - С. 133–144.
68. Grosse, C.U. Improvements of AE technique using wavelet algorithms, coherence functions and automatic data analysis / C.U. Grosse, F. Finck, J. H. Kurz, H. W. Reinhardt // *Constr. Build. Mater.* - 2004. - Том. 18, № 3. - С. 203–213.
69. Jiao, J. Application of wavelet transform on modal acoustic emission source location in thin plates with one sensor / J. Jiao, C. He, B. Wu, R. Fei, X. Wang // *Int. J. Press. Vessel. Pip.* - 2004. - Vol. 81, № 5. - С. 427–431.
70. Lympertos, E.M. Acoustic emission source location in dispersive media / E.M. Lympertos, E.S. Dermatas // *Signal Processing.* - 2007. - Том. 87, № 12. - С. 3218–3225.
71. Oskouei, A.R. Wavelet-based acoustic emission characterization of damage mechanism in composite materials under mode I delamination at different interfaces / A.R. Oskouei // *eXPRESS Polym. Lett.* - 2009. - Том. 3, № 12. - С. 804–813.
72. Hamstad, M.A. A wevelet transform applied to acoustic emission signals: Part 2: Source location / M.A. Hamstad, A. O’Gallagher, J. Gary // *J. Acoust. Emiss.* - 2002. - Том. 20. - С. 62–82.
73. Cai, T.T. Incorporating information on neighbouring coefficients into wavelet estimation / T.T. Cai, B.W. Silverman // *Indian J. Stat. Ser. B.* - 2001. - Том. 63, Special issue on Wavelets. - С. 127–148.
74. Donoho, D.L. Ideal spatial adaptation by wavelet shrinkage / D.L. Donoho, J.M. Johnstone // *Biometrika.* - 1994. - Том. 81, № 3. - С. 425–455.
75. Heil, C. Ten Lectures on Wavelets (Ingrid Daubechies) / C. Heil // *SIAM Rev.* - 1993. - Том. 35, № 4. - С. 666–669.
76. Mallat, S. *A Wavelet Tour of Signal Processing.* / S. Mallat. - A Elsevier Inc, - 2009.
77. 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.
78. Дударев, Ф.Б. Корниенко Л.А., Бакач Г.П. Влияние энергии дефекта упаковки на развитие дислокационной субструктуры, деформационное упрочнение и пластичность ГЦК твердых растворов / Ф.Б. Дударев, Л.А. Корниенко, Г.П. Бакач // *Изв.вузов. Физика.* - 1991. - Том. 3. С. 35–46.

79. June, D. Acoustic Emission in Structural Health Monitoring - corrosion detecting in post-tensioned girders. / D. June, S. Engineering, E.T.H. Zurich // 2010. - Том. 1. - С. 1–6.
80. Pomponi, E. A real-time approach to acoustic emission clustering / E. Pomponi, A. Vinogradov // Mech. Syst. Signal Process. 2013. - Том. 40, № 2. - С. 791–804.
81. Мерсон, Д.Л. Влияние концентрации легирующего элемента и размера зерна на параметры акустической эмиссии при индентировании Cu-Ge сплавов. / Д.Л. Мерсон, Д.Е. Мещеряков, А.В. Данюк, Л.И. Попова, О.О. Чернышова // Сборник трудов. IV Международной школы «Физическое материаловедение»: – 2009. – С.135-136.
82. 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.
83. Гадалов, В.Н. К исследованию механических свойств защитных покрытий методом царапания / В.Н. Гадалов, Ю.В. Болдырев, Ю.Г. Алехин // Конструирование, использование и надежность машин с/х назначения Сб. науч. работ межвуз. научн.-практ. конф. Брянск БрянскГСХА. Курск: КГТУ., - 2004. - С. 245–250.
84. Матюнин, В.М. Определение механических свойств и адгезионной прочности ионно-плазменных покрытий склерометрическим методом / В.М. Матюнин, П.В. Быков, Р.Х. Сайдахмедов // МИТОМ. - 2002. - Том. 3. - С. 36–39.
85. Гадалов, В.Н. Использование метода склерометрии для оценки металлов и сплавов с электрофизическими покрытиями / В.Н. Гадалов, О.А. Бредихина, Ю.П. Камышников, Ю.В. Скрипкина, В.И. Шкодкин, Б.Н. Квашнин // Новые материалы и технологии в машиностроении. Сборник научных трудов. - 2006. –Том.6, - С. 10–15.
86. Wo, P.C. TEM study of the deformation structures around nano-scratches / P.C. Wo, I.P. Jones, H.W. Ngan // Philos. Mag. - 2008. - Том. 88, № 9. - С. 1369–1388.
87. Sutoki, T. Scratch hardness. I. Relation to Cold-Working. / T. Sutoki, T. Hikage. - 1958.
88. Jardret, V. Understanding and quantification of elastic and plastic deformation during a scratch test / V. Jardret, H. Zahouani, J. L. Loubet, T. G. Mathia // Wear. - 1998. - Том. 218, № 1. - С. 8–14.
89. Wo, P.C. Incipient plasticity during nano-scratch in Ni 3 Al / P.C. Wo, A.H.W. Ngan // Philos. Mag. - 2004. - Том. 84, № 29. - С. 3145–3157.

90. Brookes, C. Anisotropy in the Scratch Hardness of Cubic Crystals / C. Brookes, P. Green // Proc. R. Soc. Lond. A. - 1979. - Том. 368. - С. 37–57.
91. Merson, D. On the role of free surface in acoustic emission / D. Merson, M. Nadtochiy, V. Patlan, A. Vinogradov, K. Kitagawa, // Mater. Sci. Eng. A. - 1997. - Том. 234-236. - P. 587–590.
92. Piotrkowski, R. Acoustic emission during the scratch-test on galvanized steel. / R. Piotrkowski, A. Gallego, J.D.M. Vico, B. Aires, // - 2004. - С. 753–760.
93. Gitis, N.V. Advanced Methods of Coating Adhesion Testing / N.V. Gitis, J. Xiao, M. Vinogradov // Journal of Testing and Evaluation. – 2002. – Том.20, №10. – С.1-5.
94. Мерсон, Д.Л. Исследование адгезионных свойств тонкопленочного покрытия оксида циркония на титановом сплаве ВТ-20 / Д.Л. Мерсон, О.М. Боброва, А.В. Данюк, М.А. Афанасьев // Вестник ТГУ, Томск. - 2013. –Том.18,№4. - С. 1809–1810.
95. Gitis, N. Nano and micro indentation and scratch tests of mechanical properties of thin films. / N. Gitis, I. Hermann, S. Kuiry //Proceedengs of the 7th international conference The coatings in manufacturing engineering. - 2008. - С. 1–3.
96. Malzbender, J. Measuring mechanical properties of coatings: a methodology applied to nano-particle-filled sol–gel coatings on glass / J. Malzbender, J.M.J. den Toonder, A.R. Balkenende, G. de With, // Mater. Sci. Eng. R Reports. - 2002. - Том. 36, № 2-3. - С. 47–103.
97. 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.
98. Патент RU(11)2515423(13)С1 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.
99. Challen, J.M. Plastic Deformation of a Metal Surface in Sliding Contact with a Hard Wedge: Its Relation to Friction and Wear / J.M. Challen, L.J. McLean, P.L.V. Oxley // Proc. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci. - 1984. - Том 394, № 1806. - С. 161–181.
100. Миронов, С.Ю. Анализ пространственного распределения ориентировок элементов структуры поликристаллов, получаемого методами просвечивающей

электронной микроскопии и обратно рассеянного пучка электронов в сканирующем электронном микроскопе / С.Ю. Миронов, В.Н. Даниленко, М.М. Мышляев, А.В. Корнева, // Физика твердого тела. - 2005. - Том. 47, № 7. - С. 1217–1225.

101. Шварц, А. Метод дифракции отраженных электронов в материаловедении. / А. Шварц, М. Кумар, В. Адамс, Д. Филд, // Москва: ТЕХНОСФЕРА. - 2014. - 544 с.

102. Maitland, T. Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples / T. Maitland, S. Sitzman // Scanning Microsc. Nanotechnol. Tech. Appl. - 2007. - С. 522.

103. Holmberg, K. Tribological contact analysis of a rigid ball sliding on a hard coated surface Part I : Modelling stresses and strains / K. Holmberg, A. Laukkanen, H. Ronkainen, K. Wallin, S. Varjus, J. Koskinen // Surf. Coatings Technol. - 2006. - Том. 200. - С. 3793–3809.

104. Yoo, M.H. Slip, twinning, and fracture in hexagonal close-packed metals / M.H. Yoo // Metall. Trans. A. - 1981. - Том. 12, № 3. - С. 409–418.

105. Lou, X. Hardening evolution of AZ31B Mg sheet / X. Lou, M. Li, R. Boger, S. Agnew, R. Wagoner // Int. J. Plast. - 2007. - Том. 23, № 1. - С. 44–86.

106. Christian, J.W. Deformation twinning / J.W. Christian, S. Mahajan // Prog. Mater. Sci. - 1995. - Vol. 39, № 1-2. - С. 1–157.

107. 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.

108. 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.

109. Orlov, D. Improvement of mechanical properties of magnesium alloy ZK60 by integrated extrusion and equal channel angular pressing / D. Orlov, G. Raab, Lamark, T. Torbjorn, M. Popov, Y. Estrin // Acta Mater. - 2011. - Том. 59, № 1. - С. 375–385.

110. Dobron, P. Acoustic emission during stress relaxation of pure magnesium and AZ magnesium alloys / P. Dobron, J. Bohlen, F. Chmelik, P. Lukac, D. Letzig, K.U. Kainer // Mater. Sci. Eng. A. - 2007. Том. 462, № 1-2. - С. 307–310.

111. Meza-Garcia, E. Deformation mechanisms in an AZ31 cast magnesium alloy as investigated by the acoustic emission technique / E.Meza-Garcia, P. Dobron, J. Bohlen, D.

Letzig, F. Chmelik, P. Lukac, D. Letzig, K.U. Kainer // Mater. Sci. Eng. A. - 2007. - Vol. 462, № 1-2. - C. 297–301.

112. Janecek, M. Mechanisms of plastic deformation in AZ31 magnesium alloy investigated by acoustic emission and transmission electron microscopy / M. Janecek, R. Kral, P. Dobron, F. Chmelik, V. Supik, F. Hollander // Mater. Sci. Eng. A. - 2007. - Vol. 462, № 1-2. - C. 311–315.

113. Li, Y. Deformation and Anelastic Recovery of Pure Magnesium and AZ31B Alloy Investigated by AE / Y. Li, M. Enoki // Mater. Trans. - 2007. - Tom. 48, № 9. - C. 2343–2348.

114. Li, Y. Evaluation of the Twinning Behavior of Polycrystalline Magnesium at Room Temperature by Acoustic Emission / Y. Li, M. Enoki // Mater. Trans. - 2007. - Tom. 48, № 6. - C. 1215–1220.

115. Li, Y. Recovery Behaviour of Pure Magnesium in Cyclic Compression–Quick Unloading-Recovery Process at Room Temperature Investigated by AE / Y. Li, M. Enoki // Mater. Trans. - 2008. - Tom.49, № 8. - C. 1800–1805.

116. Friedel, J. Dislocations. // Oxford [etc.]: Pergamon Press, - 1964.

117. Knock, U.F. The importance of twinning for the ductility of CPH polycrystals / U.F. Knock, Westlake D.G. // Trans. Met. Soc. AIME. - 1967. - Tom. 239. - C. 1107–1109.

118. Vinogradov, A. Continuous acoustic emission during intermittent plastic flow in α -brass / A. Vinogradov, A. Lazarev // Scr. Mater. - 2012. - Tom. 66, № 10. - C. 745–748.

119. Beygelzimer, Y.E. The thick yield surface: Idea and approach for investigating its structure / Y.E. Beygelzimer, A.V. Spuskanyuk // Philos. Mag. A. - 1999. - Tom. 79, № 10. - C. 2437–2459.

120. Lu, Y. Effect of texture on acoustic emission produced by slip and twinning in AZ31B magnesium alloy—part II: clustering and neural network analysis / Y. Lu, M. Gharghouri, F. Taheri // Nondestruct. Test. Eval. - 2008. - Tom. 23, № 3. - C. 211–228.

121. Lu, Y. Effect of texture on acoustic emission produced by slip and twinning in AZ31B magnesium alloy / Y. Lu, M. Gharghouri, F. Taheri // Nondestruct. Test. Eval. - 2008. - Vol. 23, № 2. - C. 141–161.

122. Sarafanov, G.F. Screening of the elastic field in a dislocation ensemble / G.F. Sarafanov // Phys. Solid State. - 1997. - Tom. 39, № 9. - C. 1403–1406.

123. Meyers, M.A. The onset of twinning in metals: a constitutive description / M.A. Meyers, O. Vohringer, V.A. Lubarda // Acta Mater. - 2001. - Tom. 49, № 19. - C. 4025–4039.

124. Lazarev, A. About plastic instabilities in iron and power spectrum of acoustic emission / A. Lazarev, A. Vinogradov // *J. Acoust. Emiss.* - 2009. - Том. 27.

125. Estrin, Y. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science / Y. Estrin, A. Vinogradov // *Acta Mater.* - 2013. - Том. 61, № 3. - С. 782–817.

126. Agnew, S.R. Texture evolution of five wrought magnesium alloys during route A equal channel angular extrusion: Experiments and simulations / S.R. Agnew, P. Mehrotra, T.M. Lillo, G.M. Stoica, P.K. Liaw // *Acta Mater.* - 2005. - Том. 53, № 11. - С. 3135–3146.

127. 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>

128. Barnett, M.R. Twinning and the ductility of magnesium alloys / M.R. Barnett // *Mater. Sci. Eng. A.* - 2007. - Том. 464, № 1-2. - С. 1–7.

129. Barnett M.R. Twinning and the ductility of magnesium alloys / M.R. Barnett // *Mater. Sci. Eng. A.* - 2007. - Том. 464, № 1-2. - С. 8–16.

130. Yoshinaga, H. Twinning deformation in magnesium compressed along the C-axis / H. Yoshinaga, T. Obara, S. Morozumi // *Mater. Sci. Eng.* - 1973. - Том. 12, № 5-6. - С. 255–264.

131. Reed-Hill, R. Additional modes of deformation twinning in magnesium / R. Reed-Hill, W. Robertson // *Acta Metall.* - 1957. - Том. 5, № 12. - С. 717–727.

132. Yoshinaga, H. Deformation Mechanisms in Magnesium Single Crystals Compressed in the Direction Parallel to Hexagonal Axis / R. Yoshinaga, R. Horiuchi // *Trans. Japan Inst. Met.* - 1963. Том. 4, № 1. - С. 1–8.

133. Башмаков, В.И. Двойникование и раздвойникование сдвойникованных кристаллов висмута и цинка при индентировании / В.И. Башмаков, Т.С. Чикова, Н.Н. Дуб // *Вестник ТГУ, Томск.* - 2003. - Том. 8, № 4. - С. 601–603.

134. Yu, Q. Direct observation of twinning–detwinning–retwinning on magnesium single crystal subjected to strain-controlled cyclic tension–compression in [0 0 0 1] direction / Q. Yu, J. Zhang, Y. Jiang // *Philos. Mag. Lett.* - 2011. - Том. 91, № 12. - С. 757–765.

135. Wu, L. Twinning–detwinning behavior during the strain-controlled low-cycle fatigue testing of a wrought magnesium alloy, ZK60A / L. Wu, A. Jain, D.W. Brown, G.M. Stoica, S.R. Agnew, B. Clausen, D.E. Fielden, P.K. Liaw // *Acta Mater.* - 2008. - Tom. 56, № 4. - C. 688–695.

136. Wang, Y.N. The role of twinning and untwinning in yielding behavior in hot-extruded Mg–Al–Zn alloy / Y.N. Wang, J.C. Huang // *Acta Mater.* - 2007. - Tom. 55, № 3. - C. 897–905.

137. Stevenson, R. The cyclic deformation of magnesium single crystals / R. Stevenson, J.B.V. Sande // *Acta Metall.* - 1974. - Tom. 22, № 9. - C. 1079–1086.

138. Hirsch, J. Superior light metals by texture engineering: Optimized aluminum and magnesium alloys for automotive applications / J. Hirsch, T. Al-Samman // *Acta Mater.* - 2013. - Tom. 61, № 3. - C. 818–843.

139. Capek, J. Study of the loading mode dependence of the twinning in random textured cast magnesium by acoustic emission and neutron diffraction methods / J. Capek, K. Mathis, B. Clausen, J. Straska, P. Beran, P. Lukas // *Mater. Sci. Eng. A.* - 2014. - Tom. 602. - C. 25–32.

140. Vinogradov, A. Acoustic emission during cyclic deformation of ultrafine-grain copper processed by severe plastic deformation / A. Vinogradov, V. Patlan, S. Hashimoto, K. Kitagawa // *Philos. Mag. A.* - 2002. - Tom. 82, № 2. - C. 317–335.

141. Vinogradov, A. Stochastic dislocation kinetics and fractal structures in deforming metals probed by acoustic emission and surface topography measurements / A. Vinogradov, I.S. Yasnikov, Y. Estrin // *J. Appl. Phys.* - 2014. - Tom. 115, № 23.

142. Yasutomi, T. In-Situ Evaluation of Detwinning Behavior in Extruded AZ31 Mg Alloy by AE / T. Yasutomi, M. Enoki // *Mater. Trans.* - 2012. - Tom. 53, № 9. - C. 1611–1616.

143. Li, Y. Anelastic recovery of pure magnesium quantitatively evaluated by acoustic emission / Y. Li, M. Enoki // *J. Mater. Res.* - 2011. - Tom. 26, № 24. - C. 3098–3106.

144. Agnew, S.R. Application of texture simulation to understanding mechanical behavior of Mg and solid solution alloys containing Li or Y / S.R. Agnew, M.H. Yoo, C.N. Tome // *Acta Mater.* - 2001. - Tom. 49, № 20. - C. 4277–4289.

145. Mann, G.E. Reversible plastic strain during cyclic loading–unloading of Mg and Mg–Zn alloys / G.E. Mann, T. Sumitomo, C.H. Caceres, J.R. Griffiths // *Mater. Sci. Eng. A.* - 2007. - Tom. 456, № 1-2. - C. 138–146.

146. 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. Tom 621. – C.243-251.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Процедура для автоматизированной оценки затраченной энергии при механическом нагружении и перемещения индентора при вдавливании, на алгоритмическом языке математической обработки Octave:

```
function retval = mechanical_data ()
    clear all;
    filename = 'C:/D/_Copper/2010_03_18_Copper/1133/01_01/DUMMY.DAT'
    fileout = 'C:/D/_Copper/2010_03_18_Copper/1133_01_01.png'
    eqivalent_depth = 0.250
    DUMMY = load(filename, '-ascii');
    init_depth = min(DUMMY(:,9));
    depth_curve = DUMMY(:,9) - init_depth;
    force_curve = DUMMY(:,7);
    Maximum_depth = max(depth_curve)
    index_of_max_depth = find(depth_curve==Maximum_depth);
    index_of_eqv_depth = find(depth_curve>=eqivalent_depth);
    index_of_max_force = find(force_curve==max(force_curve));
    Time_eqivalent_depth = DUMMY(index_of_eqv_depth(1), 1)
    Time_maximum_depth = DUMMY(index_of_max_depth(1), 1)
    Time_maximum_force = DUMMY(index_of_max_force(1), 1)
    Energy_eqv_depth = trapz(depth_curve(1:index_of_eqv_depth(1)), force_curve(1:index_of_eqv_depth(1)))
    Energy_max_force = trapz(depth_curve(1:index_of_max_force(1)), force_curve(1:index_of_max_force(1)))
    Energy_plastic_flow = trapz(depth_curve, force_curve)
    Energy_total = 2* Energy_max_force - Energy_plastic_flow
    plot(depth_curve, force_curve);
    text(0.01, 950, filename);
    text(0.01, 900, strcat('Eqivalent depth =', num2str(eqivalent_depth), 'mm'));
    text(0.01, 850, strcat('Maximum depth =', num2str(Maximum_depth), 'mm'));
    text(0.01, 800, strcat('Time of eqv depth =', num2str(Time_eqivalent_depth), 's'));
    text(0.01, 750, strcat('Time of max depth =', num2str(Time_maximum_depth), 's'));
    text(0.01, 700, strcat('Time of max force =', num2str(Time_maximum_force), 's'));
    text(0.01, 650, strcat('Energy of eqv depth =', num2str(Energy_eqv_depth), 'mJ'));
    text(0.01, 600, strcat('Energy of max force =', num2str(Energy_max_force), 'mJ'));
    text(0.01, 550, strcat('Energy of plast flow =', num2str(Energy_plastic_flow), 'mJ'));
    text(0.01, 500, strcat('Total energy =', num2str(Energy_total), 'mJ'));
    xlabel('Depth, mm');
    ylabel('Force, N');
    title('Indentation curve');
    saveas (1, fileout);
    retval = 1;
endfunction
```

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Процедура оценки интегральных параметров сигнала U_{RMS} АЭ при вдавливании индентора, на алгоритмическом языке математической обработки Octave:

```

clear all;
filename = 'C:/D/_Copper/2010_03_18_Copper/1334/50_01/test.par';
fileout = 'C:/D/_Copper/2010_03_18_Copper/rms_1334_50_01.png';
Length_Time = 4.45;
Equivalent_Time = 3.38;
Threshold = 0.002; # Порог начала испытания, после вычитания уровня шума
Shift_Start_Time = 0;
Shift_Stop_Time = 1;
RMS = load(filename, '-ascii');
TS = RMS(1,1);
RMS(:,1) = RMS(:,1) - TS;
array_time = find(RMS(:,1)>=Shift_Start_Time);
Index_Shift_Start_Time = array_time(1);
array_time = find(RMS(:,1)>=Shift_Stop_Time);
Index_Shift_Stop_Time = array_time(1);
Shift_level = mean(RMS(Index_Shift_Start_Time:Index_Shift_Stop_Time,2));
RMS_Shifted = RMS(:,2) - Shift_level;
RM = RMS_Shifted .^ 2;
array_time = find(RMS_Shifted>=Threshold);
Index_Start_Time = array_time(1)-2; # -3 Позиции - компенсация порога
Stop_Time = RMS(Index_Start_Time,1)+Length_Time;
array_time = find(RMS(:,1)>= Stop_Time);
Index_Stop_Time = array_time(1) + 2;
Eqv_Stop_Time = RMS(Index_Start_Time,1)+Equivalent_Time;
array_time = find(RMS(:,1)>= Eqv_Stop_Time);
Index_Eqv_Stop_Time = array_time(1) + 2;
clf ();
hold on;
grid("on");
h1 = plot(RMS(:,1), RMS_Shifted, "color", "blue");
h2 = plot(RMS(Index_Start_Time:Index_Stop_Time,1), RMS_Shifted(Index_Start_Time:Index_Stop_Time),
"color", "red");
text(1, 0.17, filename);
Energy_AE = trapz(RMS(Index_Start_Time:Index_Stop_Time,1), RM(Index_Start_Time:Index_Stop_Time));
text(1, 0.16, strcat('Total energy =', num2str(Energy_AE), ' V^2 x s / 10hm'));
Energy_Eqv_AE = trapz(RMS(Index_Start_Time:Index_Eqv_Stop_Time,1),
RM(Index_Start_Time:Index_Eqv_Stop_Time));
text(1, 0.15, strcat('Equivalent depth energy =', num2str(Energy_Eqv_AE), ' V^2 x s / 10hm'));
ylim([0.0 0.2]);
xlabel('Time, s');
ylabel('RMS Voltage, V');
title('RMS curve');
saveas (1, fileout);
hold off;

```