

Исследование динамики двойникования в титане ВТ1-0 методом акустической эмиссии

Н. В. Камышанченко, И. С. Никулин, М. С. Кунгурцев,
И. М. Неклюдов, О. И. Волчок

Использование сигналов акустической эмиссии (АЭ) позволяет анализировать протекание деформационных процессов в объеме кристаллической структуры титана, возникших в результате действия концентрированного напряжения, созданного нагрузкой на алмазную пирамидку. Полученные результаты процесса развития деформационных двойников дают возможность утверждать, что их образование, выход и сохранение на поверхности образца возможно при определенном значении внешнего напряжения, превышающего значение внутреннего напряжения в объеме кристалла.

Ключевые слова: титан, двойникование, скольжение, акустическая эмиссия.

Using of acoustic emission allows to analyze in real time the deformation processes in the crystalline structure of titanium VT1-0 caused by concentrated strain, obtained by the load on diamond pyramid. The results of the process of deformation twins make it possible to assert that their formation, output and storage on the sample surface may be a particular value of the external voltage that exceeds the value of internal stresses in the crystal.

Key words: titanium, twinning, glide, acoustic emission.

Введение

При исследовании титана ВТ1-0 после горячей прокатки с остаточной деформацией ~75% и последующего полного отжига при 700°C были обнаружены непропорциональные изменения количества двойников, вышедших на поверхность образца, их линейных размеров от одинакового приложенного внешнего напряжения. Как следует из экспериментальных результатов, стабильные концентраторы напряжений, созданные алмазной пирамидкой, обеспечивают воспроизводимость подавляющей части двойниковых прослоек с ростом нагрузки на индентор. Зарождение деформационных двойников у стабильного концентратора напряжений, изменение их параметров в процессе повторных увеличивающихся нагружений дает возможность утверждать о преимуществе зарождения деформационных двойников двойникованию скольжением.

Цель работы — исследование взаимодействия двойникующих дислокаций с другими дислокациями

в поликристаллическом титане и влияния протекающих при этом реакций на АЭ.

Материалы, оборудование и методика исследования

Образование деформационных двойников и их развитие исследовали на образцах поликристаллического титана ВТ1-0, изготовленных из полосы, полученной горячей прокаткой прутка до ~75% деформации при температуре 500°C с обжатием за проход 15 – 20%. Образцы размером 10 × 10 мм вырезали электроискровым способом на установке “Sodick AQ 300 L”. Поверхность исследуемых образцов подвергали механической и электролитической полировке после предварительного полного отжига при 700°C. Все последующие исследования проводили при комнатной температуре.

Объектами исследования в данной работе были клиновидные двойники в кристалле титана, возникшие у отпечатка алмазной пирамидки [1], образованные

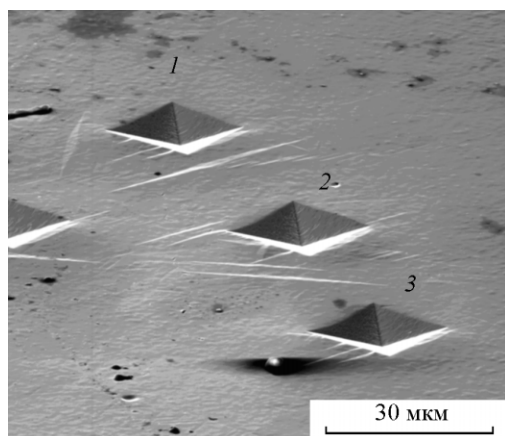


Рис. 1. Расположение отпечатков 1 – 3 пирамидки на материнском участке поверхности образца.

при помощи микротвердомера “DM8” нагружением на индентор прибора. Зарождение двойников инициировали концентраторами напряжений, которые связаны с геометрическими особенностями индентора. При таком способе деформирования механические двойники занимают ограниченный объём у концентратора напряжений и никогда не захватывают все сечение кристалла. Исследование проводили в трёх близко расположенных участках одной и той же кристаллографической плоскости (0001). Ориентацию кристаллической решетки к поверхности образца определяли с помощью растрового микроскопа “Quanta 200 3D” и методики (EBSD-анализа). Расстояние между центрами отпечатков не превышало 75 мкм (рис. 1, обозначения 1 – 3).

В результате действия приложенной нагрузки на индентор, начиная с 10 г, на поверхности образца остается отпечаток. После фотографирования состояния поверхности вокруг отпечатка кристалл в том же месте подвергался воздействию последовательно 25, 50, 100 и 200 г нагрузке с выдержкой в течение 15 с. После снятия очередной нагрузки производили повторное фотографирование поверхности. Процесс

зарождения и развития двойников в объеме кристалла контролировали с помощью регистрации сигналов АЭ [2]. Клиновидные двойники исследовали с помощью сканирующего зондового микроскопа “Ntegra Aura”. Фотографии микроструктуры были получены с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEM-2100.

Экспериментальные результаты и их анализ

Известно, что для существования деформационного двойника необходимо наличие достаточно быстро убывающего в глубину кристалла упругого поля [3, 4]. Именно такое поле возникает в результате действия концентрированного нагружения с помощью алмазной пирамидки [5].

Полученные результаты позволяют утверждать, что образование остаточного двойника на поверхности возможно при определенном пороговом значении приложенного напряжения (рис. 2). Сигналы АЭ подтверждают протекание деформационных процессов в объеме кристалла под действием проникающей в тело матрицы пирамидки.

Двойниковый зародыш может образоваться, когда величина внешней силы, действующей на источник дислокаций, превышает суммарную силу торможения двойнивающей дислокации в объеме действия концентрированного напряжения, включающую в себя силу трения и силу поверхностного натяжения. Наблюдаемое в данном опыте минимальное значение нагрузки приводит в ячейках 2 и 3 к образованию нескольких остаточных двойников, а в ячейке 1 — их нет на поверхности, что дает возможность утверждать, что для образования механических двойников недостаточно действия только внешнего концентрированного напряжения.

Величина энергии, затраченной при проникновении пирамидки в материнское тело образца в отпечатке 1 на порядок меньше по сравнению с затраченной энергией в отпечатке 2 и 3, что связано

Таблица

Некоторые характеристики двойников, образованных в ячейках 1,2,3 в результате действия приложенной нагрузки

№ ячейки	Нагрузка, г	Количество двойников	Линейные размеры двойника, мм										Суммарная энергия E , Дж	Значение амплитуды U , В
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
1	10	0											$8 \cdot 10^{-17}$	0,45
	25	2	2,8	9,0									$9,5 \cdot 10^{-14}$	1,8
	50	3	4,2	13,7	16,1								$1,7 \cdot 10^{-15}$	1,9
2	10	4	4,1	4,0	4,57	4,1							$9 \cdot 10^{-16}$	2,05
	25	6	8,4	3,2	4,3	13,6	4,2	4,4					$9,5 \cdot 10^{-14}$	2,1
	50	8	8,4	3,2	12,0	1,2	—	—	17,7	13,6	4,5	1,5	$1,55 \cdot 10^{-15}$	2,2
3	10	3	7,4	6,5	4,6								$3,5 \cdot 10^{-16}$	1,4
	25	8	15,5	6,4	12,0	4,1	4,0	8,8	9,8	7,5			$1,6 \cdot 10^{-15}$	2,05
	50	10	23,2	4,4	11,4	1,5	7,8	5,8	10,0	23,1	14,5	3,1	$1,45 \cdot 10^{-15}$	2,2

с различным противодействием зарождению и перемещению упругого двойника в объеме кристаллической решетки [5]. Акустические сигналы также отличаются и временными величинами, затраченными на проникновение пирамидки вглубь образца до полной ее остановки.

Рост внешней нагрузки приводит к увеличению не только параметров сигналов АЭ (рис. 3), количества и линейных размеров двойников (таблица), но и времени развития деформационных процессов в объеме кристалла, а также возрастанию относительных величин суммарной энергии в сравнении с нагрузкой в 10 г (рис. 4).

Известно, что с развитием процесса скольжения в кристалле образуются деформированные области,

являющиеся первопричиной зарождения двойников. Но поскольку в близко расположенных друг по отношению к другу отпечатках при одних и тех же условиях плотность механических двойников вокруг них различна, можно предположить о наличии и других причин, способствующих развитию двойникового. Такой причиной может быть состояние дефектной структуры в объеме воздействия концентрированного напряжения [6].

В системах скольжения образуются дислокации леса. При двойниковании ГПУ-кристаллов дислокации леса являются базисные дислокации (система $\{0001\}<1120>$), призматические дислокации (система $\{1010\}<1120>$) и пирамидальные дислокации (система $\{1122\}<1123>$). В данной работе рассматривается

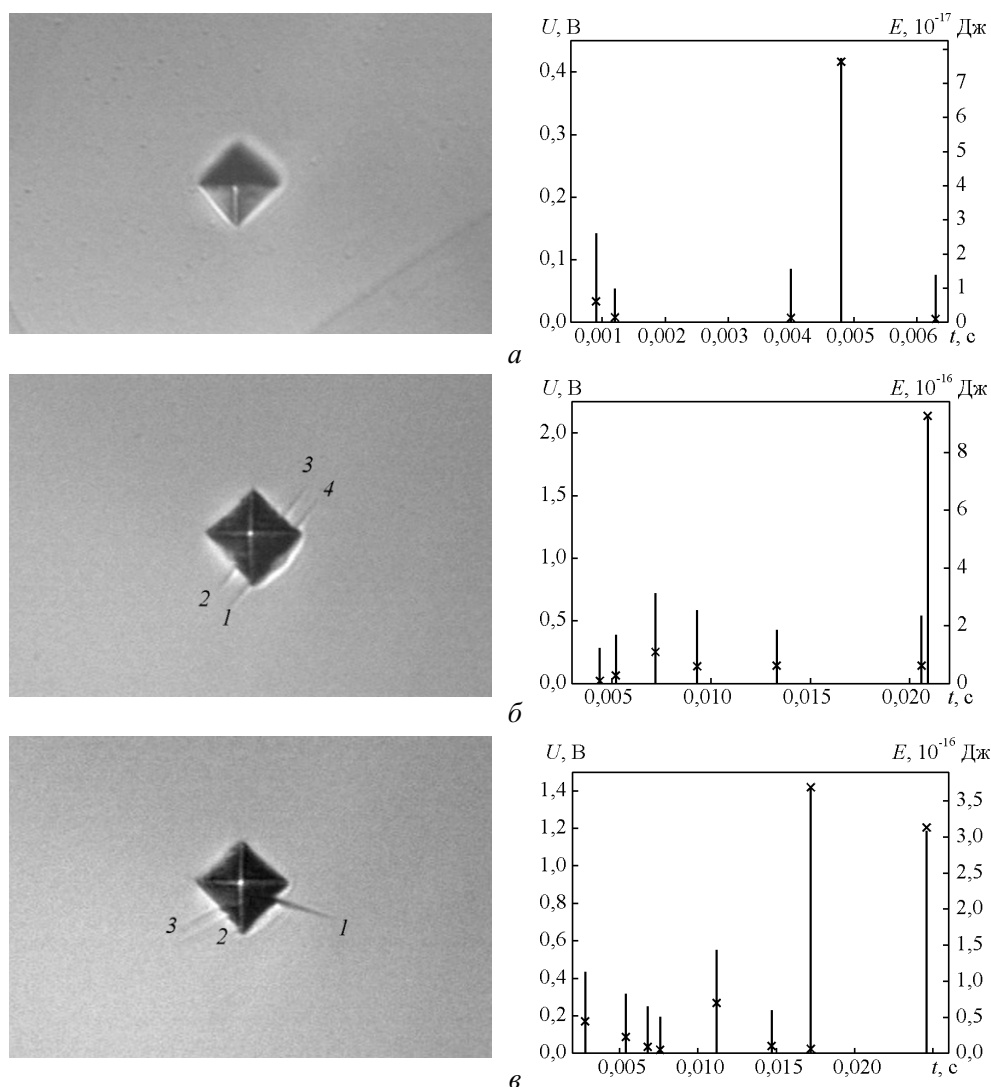


Рис. 2. Состояние двойников, величины импульса АЭ и энергии, выделенной протекающими процессами при индентировании нагрузкой 10 г в ячейках 1 (а), 2 (б) и 3 (в). Цифрами возле отпечатков отмечена условная нумерация двойников. Увеличение $\times 1500$. "x" обозначена энергия, затраченная на зарождение дефектов в данный момент времени, при соответствующей величине сигнала АЭ.

взаимодействие границ двойника (двойникующие дислокации) с базисными и пирамидальными дислокациями леса при переходе последних из материнского кристалла в двойник. Двойник вводится в образец посредством индентора на плоскости (0001). Базисные дислокации образовывались в процессе развития скольжения.

Микроскопический анализ (рис. 6) отожженного титана показал наличие винтовых компонент пирамидальных дислокаций с плотностью $\sim 10^{-2} \text{ см}^{-2}$.

При малых (исходных) нагрузках на индентор основную роль играет скольжение, которое протекает неоднородно. Неоднородность проявляется в том, что пластическая деформация осуществляется путем

образования линий и полос скольжения, неравномерно распределенных в образце. Большая часть кристалла при этом остается недеформированной.

Скольжение в материнском кристалле происходит в основном по плоскостям базиса. Дислокации, осуществляющие это скольжение, скапливаются у одной из границ двойниковой прослойки и параллельных плоскостях базиса, образуя изменения рельефа у границ двойника. Перед плоскостью двойника образуется узкая область аккомодации, которая является результатом взаимодействия двойникующих и полных дислокаций [7]. С увеличением нагрузки на индентор зона, в которой работает дислокационный источник, расширяется в

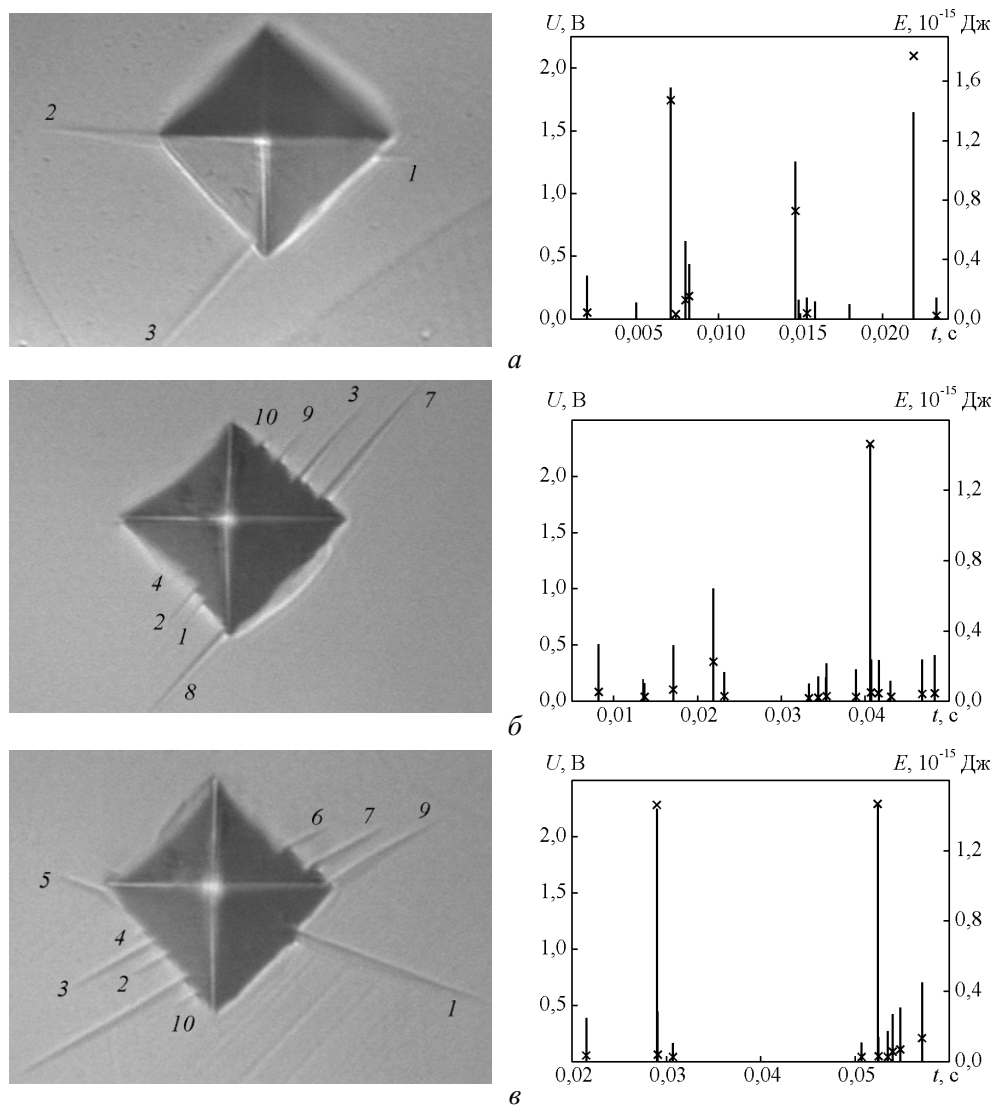


Рис. 3. Состояние механических двойников, величины импульса АЭ и энергии, выделенной при индентировании нагрузкой 50 г в ячейках 1 (а), 2 (б), 3 (в). Увеличение $\times 1500$. "x" обозначена энергия, затраченная на зарождение дефектов в данный момент времени, при соответствующей величине сигнала АЭ.

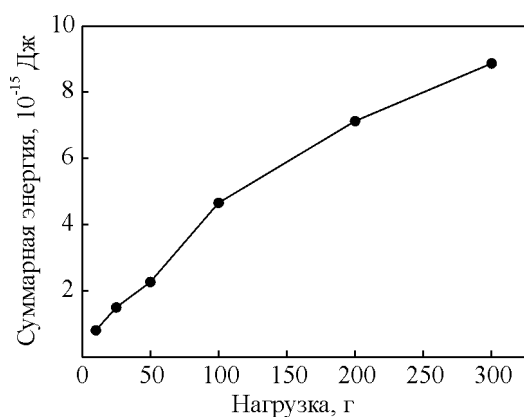


Рис. 4. Зависимость суммарной энергии импульсов АЭ от нагрузки на индентор.

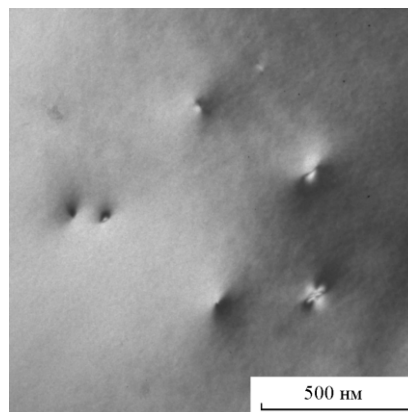


Рис. 6. Микроструктура отожженного титана.

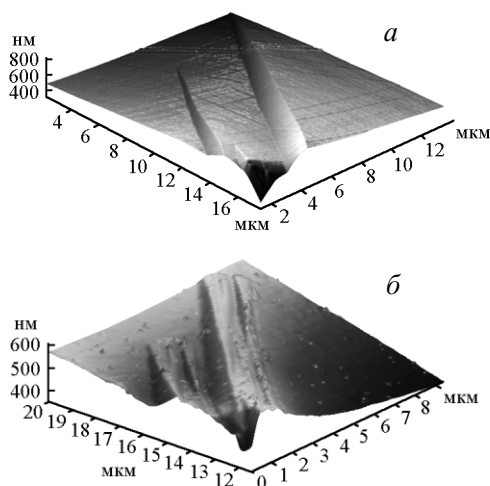


Рис. 5. Вид двоянного клиновидного двойника, полученного в результате индентирования в отожженном при 700°C титане (а); и тот же двойник, прошедший дополнительное химическое травление (б).

пределах данного кристаллического блока. Происходит последовательное вовлечение в деформацию слоев недеформированной кристаллической решетки (рис. 5а), что приводит к увеличению плотности базисных дислокаций. Одновременное протекание скольжения и двойникования, как правило, сопровождается взаимодействием полных двойнивающих дислокаций, что оказывает существенное влияние на закономерности упрочнения [8]. Этот процесс наглядно проявляется в скорости проникновения пирамидки в кристаллическую структуру титана (рис. 2, 3).

Непосредственное исследование дислокационной структуры титана проводили методом избирательного химического травления. Характерный вид

фигур травления на плоскости (0001), где хорошо видны винтовые компоненты пирамидальных дислокаций, показан на рис. 5б.

Кроме того, после травления наблюдается большая плотность дислокаций вдоль гребня двойнивающей плоскости на границе области аккомодации, в результате происходящего процесса скольжения.

Граница области аккомодации и двойниковой прослойки сильно растравливаются, что затрудняет определение выходов отдельных дислокаций.

Растравленность, как следует из эксперимента, непропорционально увеличивается от истока к устью двойниковой прослойки, что говорит о неравномерности возникшего внутреннего напряжения в процессе двойникования.

Образованные под действием возрастающего внешнего напряжения полные дислокации не скомпенсированы двойнивающими дислокациями.

Выводы

1. Распределение двойнивающих дислокаций на двух границах двойниковой прослойки совершенно различно, а именно:

а) перед плоскостью двойника сохраняется структура материнского кристалла благодаря взаимодействию двойнивающих дислокаций и полных дислокаций, и при этом полные дислокации отталкиваются от двойниковой границы, а область вблизи границы при этом освобождается от дислокаций и принимает ориентацию материнского кристалла;

б) за плоскостью двойника наблюдается большая плотность дислокаций вдоль гребня двойнивающей области, которые образовались вследствие взаимодействия полных дислокаций в двойнике с двойнивающими дислокациями.

2. Большая растравленность границы области аккомодации и двойниковой прослойки говорит о больших напряжениях в структуре в области двойникования.

3. АЭ позволяет систематизировать протекание дислокационных преобразований в объеме кристалла в результате действия концентрированного напряжения на поверхность исследуемого образца и установить активность и энергетическое состояние источников двойникующих дислокаций.

Исследования выполнены с использованием оборудования Центра коллективного пользования БелГУ.

Литература

1. Боярская Ю.С., Гробко Д.З., Кац М.С. Физика процессов микроиндентирования. Кишинев.: Штинца, 1986, 484 с.
2. Грешников В.А., Дробот Ю.Б. Акустическая эмиссия. М.: Изд. Стандартов, 1976, 272 с.
3. Гарбер Р.Н. Образование упругих двойников при двойниковании кальцита. ДАН СССР, 1938, т. 21, с. 233 – 235.
4. Косевич А.М., В.С. Бойко. Дислокационная теория упругого двойникования кристаллов. Успехи физических наук, 1971, т. 104, вып. 2, с. 201 – 254.
5. Косевич А.М. Некоторые вопросы дислокационной теории двойников. ФТТ, 1962, т. 4, вып. 5, с. 1103 – 1112.
6. Косевич А.М., Пастур Л.А. О дислокационной модели двойника. ФТТ, 1961, т. 3, вып. 4, с. 1290 – 1297.
7. Лаврентьев Ф.Ф., Владимиров В.Л. О роли дислокаций леса в пластической деформации монокристаллов цинка. ФММ, 1970, т. 29, № 1, с. 150 – 156.
8. Старцев В.И., Бенгус В.З., Комник С.Н., Лаврентьев Ф.Ф. Взаимодействие дислокаций при двойниковании кристаллов. Кристаллография, 1963, т. 8, № 4, с. 632 – 640.

Камышанченко Николай Васильевич — Белгородский государственный университет (г. Белгород), доктор физико-математических наук, профессор. Специалист в области материаловедения, металлофизики, упрочнения металлов. E-mail: kamysh@bsu.edu.ru.

Никулин Иван Сергеевич — Белгородский государственный университет (г. Белгород), аспирант. Специалист в области материаловедения, металлофизики, упрочнения металлов. E-mail: nikulin@bsu.edu.ru.

Кунгурцев Максим Сергеевич — Белгородский государственный университет (г. Белгород), аспирант. Специалист в области материаловедения, металлофизики, упрочнения металлов. E-mail: argus1985@rambler.ru.

Неклюдов Иван Матвеевич — ННЦ “Харьковский физико-технический институт” НАНУ (Украина), доктор физико-математических наук, профессор. Специалист в области материаловедения, металлофизики, упрочнения металлов. E-mail: neklyudov@kipt.kharkov.ua.

Волчок Олег Иосифович — ННЦ “Харьковский физико-технический институт” НАНУ (Украина), кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник. Специалист в области материаловедения, металлофизики, упрочнения металлов. E-mail: volchok.oleg@hotmail.com.