
Diagnostics, Resource and Mechanics
of materials and structures

Editor-in-Chief: **Eduard S. Gorkunov**, RAS Academician (Russia)
Deputy Editors-in-Chief: **Sergey V. Smirnov**, **Sergey V. Gladkovsky**

Editorial Council

Chairman: **Eduard S. Gorkunov**, RAS Academician (Russia)

Anatoly A. Burenin (Russia)
Robert V. Goldshtein (Russia)
Irina G. Goryacheva (Russia)
Janez Grum (Slovenia)
Mikhail P. Lebedev (Russia)
Leopold I. Leontiev (Russia)
Evgeny V. Lomakin (Russia)
Valery P. Matveenko (Russia)
Nikolay A. Makhutov (Russia)
Mitko M. Mihovski (Bulgaria)
Nikita F. Morozov (Russia)
Vladimir V. Moskvichev (Russia)
Sergey V. Panin (Russia)
Sergey G. Psakhye (Russia)
Vasily M. Fomin (Russia)
Shao Wen-zhu (China)

Editorial Board

Boris V. Artemyev (Moscow)
Vladimir A. Bataev (Novosibirsk)
Aleksandr K. Belyaev (St.-Peterburg)
Vera V. Berezovskaya (Ekaterinburg)
Alexander A. Bogatov (Ekaterinburg)
Sergey V. Burov (Ekaterinburg)
Vladimir O. Vaskovsky (Ekaterinburg)
Dmitry I. Vichuzhanin (Ekaterinburg)
Mladen N. Georgiev (Sofia, Bulgaria)
Vladimir G. Degtyar (Miass)
Igor G. Emelyanov (Ekaterinburg)
Sergey M. Zadvorkin (Ekaterinburg)
Alexander G. Zalazinsky (Ekaterinburg)
Anatoly V. Konovalov (Ekaterinburg)
Vladimir N. Kostin (Ekaterinburg)
Aleksey V. Makarov (Ekaterinburg)
Lev A. Merzhievsky (Novosibirsk)
Radik R. Mulyukov (Ufa)
Vitaly V. Muravyov (Izhevsk)
Aleksandr P. Nichipuruk (Ekaterinburg)
Oleg A. Plekhov (Perm)
Anna M. Povlotskaya (Ekaterinburg)
Nataliya B. Pugacheva (Ekaterinburg)
Igor Yu. Pyshmintsev (Chelyabinsk)
Anatoly B. Rinkevich (Ekaterinburg)
Roman A. Savray (Ekaterinburg)
Alexander S. Smirnov (Ekaterinburg)
Yury V. Subachev (Ekaterinburg)
Alexander I. Ulyanov (Izhevsk)
Yulia V. Khudorozhkova (Ekaterinburg)

Elena E. Verstakova, editor of the English translation
Irina M. Tsiklina, editor of Russian texts
Ekaterina V. Blashchanevich, associate editor
Lyubov N. Lobova, associate editor
Galina V. Torlopova, associate editor
Raul N. Shakirov, site admin

Postal address: Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya st., 620049,
Ekaterinburg, Russian Federation
phone: +7 (343) 375-35-83,
fax: +7 (343) 374-53-30
e-mail: dream-journal@mail.ru
<http://dream-journal.org>

Главный редактор: Горкунов Эдуард Степанович – академик РАН, д.т.н.

Заместители главного редактора: **Сергей Витальевич Смирнов**, д.т.н.; **Сергей Викторович Гладковский**, д.т.н.

Редакционный совет:

Председатель совета – Горкунов Эдуард Степанович, академик РАН, д.т.н. (Россия)

Буренин Анатолий Александрович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия)

Гольдштейн Роберт Вениаминович, д.ф.-м.н., член-корр. РАН (Россия)

Горячева Ирина Георгиевна, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия)

Грум Янез, Ph.D, (Республика Словения)

Лебедев Михаил Петрович, член-корр. РАН, д.т.н. (Россия)

Леонтьев Леопольд Игоревич, академик РАН, д.т.н. (Россия)

Ломакин Евгений Викторович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия)

Матвеев Валерий Павлович, академик РАН, д.т.н. (Россия)

Махутов Николай Андреевич, член-корр. РАН, д.т.н. (Россия)

Миховски Митко Минков, д.т.н. (Республика Болгария)

Морозов Никита Федорович, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия)

Москвичев Владимир Викторович, д.т.н. (Россия)

Панин Сергей Викторович, д.т.н. (Россия)

Псахье Сергей Григорьевич, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия)

Фомин Василий Михайлович, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия)

Шао Вэнь-чжу, профессор (Китай)

Редакционная коллегия:

Главный редактор – **Горкунов Эдуард Степанович**, академик РАН, д.т.н. (Екатеринбург)

Зам. главного редактора – **Смирнов Сергей Витальевич**, д.т.н. (Екатеринбург)

Зам. главного редактора – **Гладковский Сергей Викторович**, д.т.н. (Екатеринбург)

Артемьев Борис Викторович, д.т.н., (Москва)

Батаев Владимир Андреевич, д.т.н. (Новосибирск)

Беляев Александр Константинович, д.ф.-м.н., (Санкт-Петербург)

Березовская Вера Владимировна, д.т.н., (Екатеринбург)

Богатов Александр Александрович, д.т.н. (Екатеринбург)

Буров Сергей Владимирович, к.т.н. (Екатеринбург)

Васьковский Владимир Олегович, д.ф.-м.н. (Екатеринбург)

Вичужанин Дмитрий Иванович, к.т.н. (Екатеринбург)

Георгиев Младен Николов, д.т.н. (София, Республика Болгария)

Дегтярь Владимир Григорьевич, член-корр. РАН, д.т.н. (Миасс)

Емельянов Игорь Георгиевич, д.т.н. (Екатеринбург)

Задворкин Сергей Михайлович, к.ф.-м.н. (Екатеринбург)

Залазинский Александр Георгиевич, д.т.н. (Екатеринбург)

Коновалов Анатолий Владимирович, д.т.н. (Екатеринбург)

Костин Владимир Николаевич, д.т.н. (Екатеринбург)

Макаров Алексей Викторович, д.т.н. (Екатеринбург)

Мержиевский Лев Алексеевич, д.т.н. (Новосибирск)

Мулюков Радик Рафикович, д.ф.-м.н. (Уфа)

Муравьев Виталий Васильевич, д.т.н. (Ижевск)

Ничипурук Александр Петрович, д.т.н. (Екатеринбург)

Плехов Олег Анатольевич, д.ф.-м.н. (Пермь)

Поволоцкая Анна Моисеевна, к.т.н. (Екатеринбург)

Пугачева Наталья Борисовна, д.т.н. (Екатеринбург)

Пышминцев Игорь Юрьевич, д.т.н. (Челябинск)

Ринкевич Анатолий Брониславович, д.ф.-м.н. (Екатеринбург)

Саврай Роман Анатольевич, к.т.н. (Екатеринбург)

Смирнов Александр Сергеевич, к.т.н. (Екатеринбург)

Субачев Юрий Владимирович, к.т.н. (Екатеринбург)

Ульянов Александр Иванович, д.т.н. (Ижевск)

Худорожкова Юлия Викторовна, к.т.н. (Екатеринбург)

Верстакова Елена Евгеньевна – редактор перевода текста на английский язык

Циклина Ирина Михайловна – редактор текста

Блащачевич Екатерина Владимировна – помощник редактора

Лобова Любовь Николаевна – помощник редактора

Торлопова Галина Викторовна – помощник редактора

Шакиров Рауль Нурович, к.т.н. – администратор сайта журнала

Адрес редакции:

Россия, 620049, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, д. 34., ИМАШ УрО РАН

телефон: +7 (343) 375 35 83, факс +7 (343) 374-53-30

e-mail: dream-journal@mail.ru

<http://dream-journal.org>

CONTENTS

Pugacheva N. B., Michurov N. S., Bykova T. M. The structure and properties of the 30Al-70SiC metal matrix composite material.	6
Afanasiev S. V., Volkova E. G., Sagaradze V. V. The structure and properties of hardened stainless steels with a shape memory effect.	19
Vladimirov A. P. Dynamic speckle interferometry of microscopic and macroscopic processes in deformable media.	27
S. A. Starikov, A. R. Kuznetsov, L. E. Karkina, V. V. Sagaradze Ultimate theoretical strength of fcc Fe-Ni alloy polycrystals.	58
Volkova E. G., Sagaradze V. V., Malygina I. Yu. Special features of the granular structure of the surface zone in pipe steel 12Kh18N12T.	63
Spevak L. F., Nefedova O. A., Makarov A. V., Samoiloa G. V. Mathematical modelling of plasma nitriding of austenitic stainless steel.	68
Burov S. V., Khudorozhkova Yu. V. Distributional and morphological changes in excess cementite during deformation of hypereutectoid steels.	80
Makarov A. V., Gorkunov E. S., Kogan L. Kh., Malygina I. Yu., Osintseva A. L. Eddy-current testing of the structure, hardness and abrasive wear resistance of laser-hardened and subsequently tempered high-strength cast iron.	90
Rubshtein A. P., Korkh Yu. V., Vladimirov A. B., Rinkevich A. B., Plotnikov S. A. Studying nanocomposite films with matrix-forming carbon by kelvin probe force microscopy.	104

СОДЕРЖАНИЕ

Пугачева Н. Б., Мичуров Н. С., Быкова Т. М. Строение и свойства металломатричного композиционного материала 30Al-70SiC.	6
Афанасьев С. В., Волкова Е. Г., Сагарадзе В. В. Структура и свойства упрочненных нержавеющей сталей с эффектом памяти формы.	19
Владимиров А. П. Динамическая спекл-интерферометрия микроскопических и макроскопических процессов в деформируемых средах.	27
Стариков С. А., Кузнецов А. Р., Карькина Л. Е., Сагарадзе В. В. Предельная теоретическая прочность поликристаллов ГЦК сплавов Fe-Ni.	58
Волкова Е. Г., Сагарадзе В. В., Малыгина И. Ю. Особенности зеренной структуры поверхностной зоны в трубной стали 12X18H12T.	63
Спевак Л. Ф., Нефедова О. А., Макаров А. В., Самойлова Г. В. Математическое моделирование плазменного азотирования аустенитной нержавеющей стали.	68
Буров С. В., Худорожкова Ю. В. Изменение морфологии и распределения избыточного цементита в процессе деформирования заэвтектоидных сталей.	80
Макаров А. В., Горкунов Э.С., Коган Л. Х., Малыгина И. Ю., Осинцева А. Л. Вихретоковый контроль структурного состояния, твердости и абразивной износостойкости высокопрочного чугуна, подвергнутого лазерной закалке и последующему отпуску.	90
Рубштейн А. П., Корх Ю. В., Владимиров А. Б., Ринкевич А. Б., Плотников С. А. Исследование нанокompозитных пленок с матрицеобразующим углеродом методом зонда кельвина.	104

THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF THE 30Al-70SiC METAL MATRIX COMPOSITE MATERIAL

N. B. Pugacheva*, N. S. Michurov, T. M. Bykova

Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620049, 34 Komsomolskaya st., Ekaterinburg, Russian Federation

*Corresponding author. E-mail: nat@imach.uran.ru; address for correspondence: ul. Komsomolskaya 34, 620049, Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 343 3753591; fax: +7 343 3745330

The paper presents the results of studying the structure of cylindrical workpieces made of a composite material with an aluminum-alloy matrix and silicon carbide particles as a filler. It is shown that, for the material to be highly filled with a reinforcing agent, particles of two standard sizes are used, namely, 1 to 5 μm and 15 to 20 μm , the particles being shaped mainly as irregular prisms. The studied metal matrix composite is characterized by the value of the thermal coefficient of linear expansion of $11.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ in the range between 20 °C and 100 °C, heat conductivity of 193 W/m·K, density of 2.92 g/cm³, hardness of 95 HV 0.2, and an elastic modulus of 112 GPa. Strong adhesive interaction between the metal matrix and the SiC filler particles has been revealed, which manifests itself in the nature of specimen ruptures after tensile testing.

Keywords: composite material, metal matrix, filler, hardness, heat conductivity, density, linear expansion, fracture.

DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.006-018

References

1. Kreider K. *Kompozitsionnye materialy s metallicheskoj matritsei. T. 4* [Metal Matrix Composite Materials]. Vol. 4. M, Mashinostroenie Publ., 1978, 503 p. (In Russian).
2. Evdokimov I.A., Prusov E.S., Kireev A.V. Frictional metal matrix composite materials modified with carbon nanostructures, based on aluminum and its alloys, with high mechanical and operational properties. *Polzunovskiy Almanakh*, 2010, no. 2, pp. 264–268. (In Russian).
3. Gulbin V., Popov V., Sevostianov I. Metal matrix composites hardened by highly consistent nanopowders. *Nanoindustriya*, no. 1, 2007, pp. 16–19. (In Russian).
4. Popov V.A., Kobelev A.G., Chernyshev V.N. *Nanoporoshki v proizvodstve kompozitov* [Nanopowders in the Production of Composites]. M., Intermet Inzhiniring, 2007, 336 p. (In Russian).
5. Vishnyakov L.R., Moroz V.P., Romashko I.M., Vishnyakova E.L., Yaremenko O.P. Production of composite materials with an aluminum matrix and some carbide and oxide fillers. *Kompozity i nanostruktury*, 2013, no. 1, pp. 37–45. (In Russian).
6. Fernández R., González-Doncel G. Understanding the creep fracture behavior of aluminum alloys and aluminum alloy metal matrix composites. *Materials Science and Engineering: A*, 2011, vol. 528, iss. 28, pp. 8218–8225. DOI: 10.1016/j.msea.2011.07.027.
7. Su Y., Ouyang Q., Zhang W., Li Zh., Guo Q., Fan G., Zhang D. Composite structure modeling and mechanical behavior of particle reinforced metal matrix composites. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, vol. 597, pp. 359–369. DOI: 10.1016/j.msea.2014.01.024.
8. ZHAO Long-zhi, ZHAO Ming-juan, YAN Hong, CAO Xiao-ming, ZHANG Jin-song. Mechanical behavior of SiC foam-SiC particles/Al hybrid composites. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2009, vol. 19, suppl. 3, pp. s547–s551. DOI: 10.1016/S1003-6326(10)60106-9.
9. Ortega-Celaya F., Pech-Canul M.I., Lopes-Cuevares J., Rendon-Angeles J.C., Pech-Canul M.A. Microstructure and impact behavior of Al/SiC_p composites fabricated by pressureless infiltra-

- tion with different types of SiC_p . *Journal of Materials Processing Technology*, 2007, vol. 183, iss. 2–3, pp. 368–373. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2006.10.029.
10. Nishchev K.N., Novopoltsev M.I., Fomin N.E., Yudin V.A., Shchetanov B.V., Eliseev V.V., Emikh L.A. Studying the physical properties of an AlSiC metal matrix composite material. *Izvestiya vysshykh uchebnykh zavedeniy. Povolzhskiy region. Fiziko-matematicheskie nauki*, 2011, no. 4, pp. 78–85. (In Russian).
 11. Pugacheva N.B., Bykova T.M., Trushina E.B. The steel-basis structure influence on the diffusion boride coatings structure and properties. *Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya*, 2013, no. 4, pp. 3–7. (In Russian).
 12. Konovalov A.V., Smirnov A.S. Experimental base and methods for identifying the constitutive equations of elastic-viscous-plastic medium. *Fiziko-khimicheskaya kinetika v gazovoy dinamike*, 2010, vol. 9, pp. 1–4. (In Russian). Available at: URL: <http://chemphys.edu.ru/media/published/028.pdf> (accessed 20.06.2015).
 13. Smirnov A.S., Konovalov A.V., Muizemnek O.Yu. [Modelling and Simulation of Strain Resistance of Alloys Taking into Account Barrier Effects]. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2015, iss. 1, pp. 61–72. Available at: URL: http://dream-journal.org/issues/2015-1/2015-1_18.html (accessed: 18.09.2015). DOI: 10.17804/2410-9908.2015.1.061-072.
 14. Vichuzhanin D.I. Khotinov V.A. Smirnov S.V. [The Effect of the Stress State on the Ultimate Plasticity of Steel X80]. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2015, iss. 1, pp. 73–89. Available at: URL: http://dream-journal.org/issues/2015-1/2015-1_21.html. DOI: 10.17804/2410-9908.2015.1.073-089.
 15. Portnoy K.N., Salibekov S.E., Svetlov I.L. *Struktura i svoystva kompozitsionnykh materialov* [The Structure and Properties of Composite Materials]. M., Mashinostroenie Publ., 1979, 255 p. (In Russian).
 16. Grachev S.V., Baraz V.R., Bogatov A.A., Shveikin V.P. *Fizicheskoe metallovedenie* [Physical Metallography]. Ekaterinburg, UGTU–UPI Publ., 2009, 448 p. (In Russian).
 17. Belyaev A.I. *Metallurgiya legkikh metallov* [Metallurgy of Light Metals]. M., Metallurgiya Publ., 1970, 368 p. (In Russian).
 18. Chirkin V.S. *Teplofizicheskie svoystva materialov dlya yadernoy promyshlennosti* [Thermalphysic Properties of Materials for Nuclear Industry]. M., Atomizdat Publ., 1978, 485 p. (In Russian).

Подана в журнал: 24.09.2015
УДК 620.18.186
DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.006-018

СТРОЕНИЕ И СВОЙСТВА МЕТАЛЛОМАТРИЧНОГО КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА 30Al-70SiC

Н. Б. Пугачева*, Н. С. Мичуров, Т. М. Быкова

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения
Уральского отделения Российской академии наук, ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация*

*Ответственный автор. Электронная почта: nat@imach.uran.ru; адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, 620049, Екатеринбург, Российская Федерация. Телефон: +7 (343) 375-35-91; факс: +7 (343) 374-53-30

В работе представлены результаты исследований структуры цилиндрических заготовок из композиционного материала, матрицей которого является алюминиевый сплав, а наполнителем – частицы карбида кремния. Показано, что для получения высокого наполнения материала упрочнителем использованы частицы двух типоразмеров: 1–5 мкм и 15–20 мкм, имеющие преимущественно форму неправильных призм. Исследованный металломатричный композит характеризуется значением температурного коэффициента линейного расширения в интервале температур 20–100 °С $11,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, теплопроводностью 193 Вт/м·К, плотностью 2,92 г/см³, твердостью 95 HV 0,2, модулем упругости 112 ГПа. Обнаружено прочное адгезионное взаимодействие между металлической матрицей и частицами наполнителя SiC, которое проявилось в характере изломов образцов после испытаний на растяжение.

Ключевые слова: композиционный материал, металлическая матрица, наполнитель, твердость, теплопроводность, плотность, линейное расширение, излом.

1. Введение

Композиционные материалы в настоящее время занимают лидирующие позиции среди всех известных конструкционных материалов, что обусловлено возможностью получения в них уникального сочетания свойств [1–5]. При этом металломатричные композиты (ММК) относятся к наиболее прочным материалам с оптимальным сочетанием специальных свойств: высокими значениями тепло- и электропроводности, прочности и жесткости. Среди ММК весьма перспективными являются композиты системы Al-SiC, которые являются наиболее легкими и могут быть использованы в авиации и ракетной технике [5–9]. Повышение содержания наполнителя в таких ММК до 70 мас. % интересно с точки зрения использования их в качестве теплоотводящего материала современных силовых модулей [10] за счет формирования сочетания высоких значений теплопроводности, прочности, твердости и жесткости материала с его малой плотностью и регулируемым коэффициентом термического расширения. В настоящее время существует проблема обеспечения эффективного теплоотвода силовых модулей средних и больших мощностей, осуществляемого через их основание, на котором монтируются металлокерамические платы с напаянными на них полупроводниковыми кристаллами транзисторов и диодов. Суммарная мощность тепловых потерь, выделяемых электронными компонентами модуля, может достигать 10 кВт, поэтому материал основания должен обеспечивать равномерное распределение температуры от всех полупроводниковых приборов и достаточно быструю передачу выделяемого тепла охладителю. Из-за несовпадения значений коэффициентов термического расширения материалов соединений и основания в процессах включения-выключения электронного устройства возможно возникновение значительных остаточных напряжений, которые разрушают паяные соединения, тем

самым повышая градиент температуры, что приводит к перегреву и разрушению полупроводникового элемента.

Итак, научный и практический интерес представляет исследование возможностей получения и технологической обработки ММК с содержанием наполнителя 70 об. % и более, а также исследование свойств подобных материалов. Цель работы заключалась в проведении исследований микроструктуры и свойств заготовок ММК 30Al-70SiC.

2. Материалы и методика эксперимента

В работе представлены результаты исследований структуры и свойств цилиндрических заготовок из композиционного материала, матрицей которого является алюминиевый сплав, а наполнителем – частицы карбида кремния. В отличие от рассмотренной авторами [10] технологии вакуумно-компрессионной пропитки, разработанной во Всероссийском научно-исследовательском институте авиационных материалов, методика изготовления заготовок из исследуемого ММК предусматривает склеивание частиц SiC силикатным клеем в сетчатый каркас, который пропитывается расплавленным алюминием. Микроструктуру и характер распределения наполнителя исследовали на продольном и поперечном резах заготовок с помощью оптического микроскопа НЕОРНОТ-21. Определение объемного содержания карбида кремния и определение среднего размера его частиц производились путем обработки десяти фотографий поперечных шлифов при увеличении $\times 100$ в программе для анализа изображений Image-Pro.

Для определения массовой доли карбида кремния и формы частиц SiC проводили электролитическое растворение металлической матрицы одного образца в 45 %-ном растворе гидроксида натрия с последующим добавлением в раствор соляной кислоты до образования растворимых солей алюминия и гашения щелочи. Полученный осадок отфильтровывали на предварительно взвешенной фильтровальной бумаге и промывали дистиллированной водой. После сушки взвешивали фильтровальную бумагу с карбидом кремния на весах ВЛР-200. Кроме того, для исследования формы частиц карбида кремния проводили глубокое травление поверхности исследованных шлифов в 45 %-ном растворе гидроксида натрия.

Микрорентгеноспектральный анализ поверхностей микрошлифов и разрушения проводился на растровом электронном микроскопе TESCAN VEGA II XMU с волнодисперсионной и энергодисперсионной приставками фирмы OXFORD. Физические свойства ММК определяли на оборудовании ООО НПП «Металл-композит» (г. Ульяновск) согласно методикам ASTM E831-14, ASTM B311-93, ASTM E1461-92. Микротвердость структурных составляющих исследованного ММК измеряли на инструментированном микротвердомере FISHERSCOPE 2000хум с системой кинетического микроиндентирования при нагрузках 250, 500, 1000 и 2000 мН. Характеристику ползучести, запас пластичности и модуль упругости рассчитывали по методике, описанной в работе [11].

Качественную оценку прочности сцепления наполнителя с матрицей выполняли по результатам испытаний на одноосное сжатие цилиндрических образцов на автоматизированной пластометрической установке Института машиноведения УрО РАН [12]. Для оценки прочности каркаса из наполнителя SiC проводили одноосное сжатие¹ цилиндрических образцов с переменной скоростью деформации $0,05-0,1 \text{ с}^{-1}$ при температурах 300 и 600 °С со скоростью деформации $0,05-0,1 \text{ с}^{-1}$ до степени деформации 0,2 [13]. Качественную оценку прочности сцепления наполнителя с матрицей выполняли по результатам фрактографических исследований поверхностей разрушения образцов после испытаний на растяжение² при 350 °С и испытаний по методике [14], позволяющей реализовать в образце не только нор-

¹ Испытания проводил к.т.н. А.С. Смирнов.

² Испытания на сервогидравлической испытательной машине INSTRON 8801 Центра коллективного пользования ИМАШ УрО РАН проводил к.т.н. Д.И. Вичужанин

мальные напряжения, но и тангенциальные, на растровом электронном микроскопе TESCAN VEGA II XMU с использованием терминов и определений РД 50-672-88.

3. Результаты исследований и их обсуждение

Микроструктура исследованного композиционного материала представлена на рис. 1. Обработка фотографий нескольких участков исследованных шлифов при увеличении 100 крат в программе для анализа изображений Image-Pro Plus показала, что содержание карбида кремния колеблется от 60,6 до 80,2 об. %, тем самым составляя в среднем 70 об. %. Авторами [10] ранее было показано, что для достижения высокого содержания наполнителя в ММК необходимо использовать по крайней мере 2 типоразмера частиц SiC, отличающихся в 7–10 раз. При анализе поверхности исследованных шлифов на растровом электронном микроскопе четко различимы частицы SiC размерами 1–5 мкм и 15–20 мкм (рис. 1 в). Более мелкие частицы заполняют пространство между более крупными, обеспечивая плотное заполнение ММК наполнителем. Наиболее ярко это проявилось при анализе растровых изображений поверхности шлифов после глубокого травления (рис. 2 а). Проведение максимально глубокого растравливания металлической матрицы в электролите привело к выпадению частиц размерами до 5 мкм, поэтому на анализируемой поверхности наиболее мелких частиц не наблюдали (рис. 2 б).

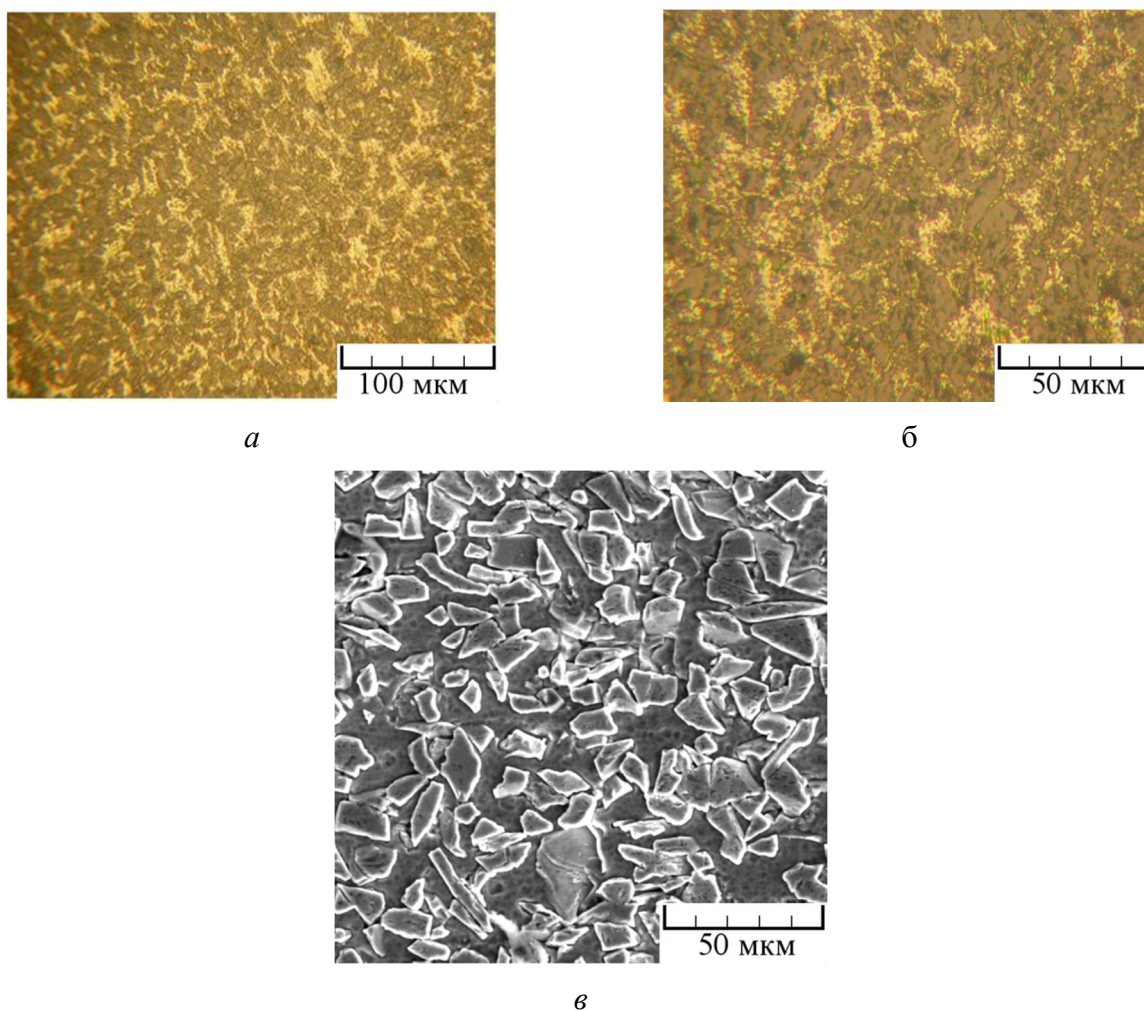


Рис. 1. Микроструктура исследованного композиционного материала: *а* и *б* – изображения в оптическом металлографическом микроскопе; *в* – изображение во вторичных электронах на растровом электронном микроскопе

Попытка полностью растворить металлическую матрицу с целью извлечения частиц наполнителя привела к тому, что после фильтрования из поля зрения большинство из частиц SiC минимальных размеров исчезли – попали в электролит или были удалены с водой при фильтрации, таким образом, оказались не проанализированными, осталась лишь их малая часть (рис. 3 *а*). Большинство частиц имеют форму неправильных призм (рис. 3 *б*), встречаются в небольшом количестве частицы в виде пластин (рис. 3 *а*).

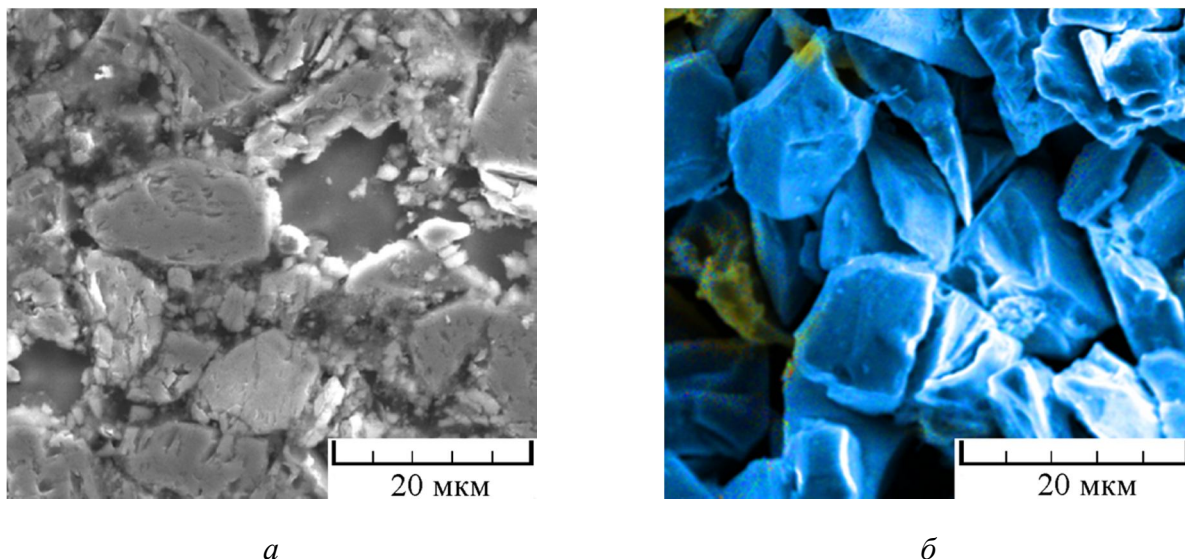


Рис. 2. Форма частиц наполнителя в исследованном ММК 30Al-70Si, выявленная на поверхности шлифов после глубокого травления в электролите: *а* – начальная стадия травления; *б* – максимальная степень растравливания металлической матрицы

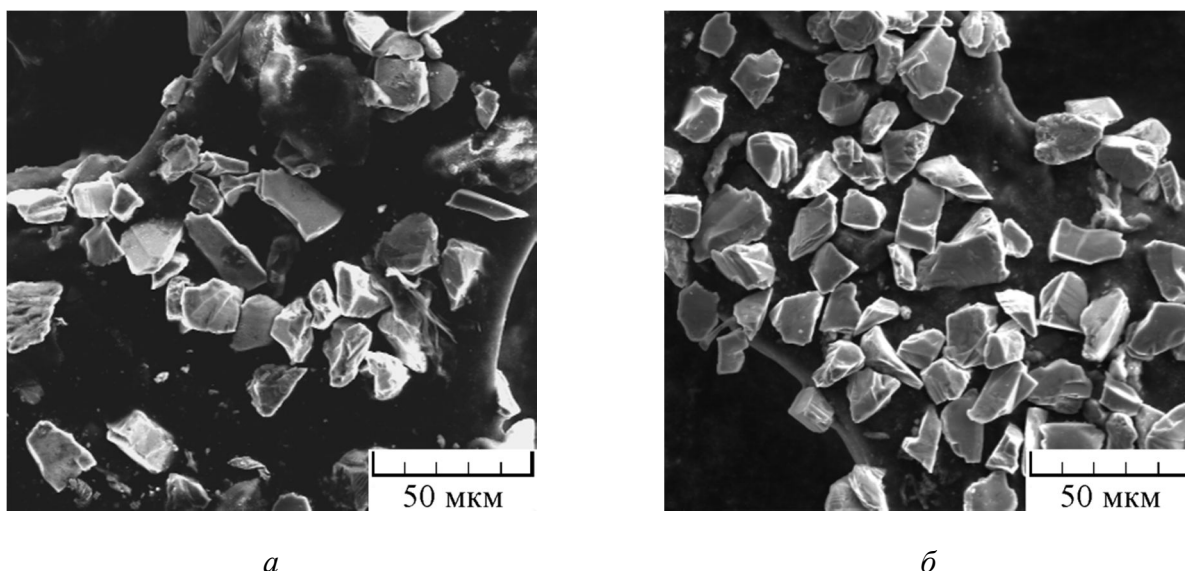


Рис. 3. Морфология частиц наполнителя SiC в исследованном ММК 30Al-70Si: *а* – участок с неправильными призмами; *б* – участок с частицами в виде пластин

Из теории создания композиционных материалов известно [15, 16], что значение любого физического свойства композиционного материала в первом приближении можно определить по правилу фаз, т.е. когда любое свойство композиционного материала определяется

по значениям свойств отдельных его компонентов с учетом их объемной доли в материале по формуле:

$$C_k = C_n \times V_n + C_m \times V_m,$$

где C_k – свойство композита; C_n – свойство наполнителя; C_m – свойство матрицы; V_n – объемная доля наполнителя; V_m – объемная доля матрицы.

Экспериментально полученные значения температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) и плотности исследованного композиционного материала совпадают с расчетными значениями, тогда как значение теплопроводности в 2 раза выше расчетного (табл. 1). Очевидно, в случае теплопроводности алюминиевая матрица играет ведущую роль в исследованном ММК, не смотря на малую её долю в общем объеме. Кроме того, возможно, что при изготовлении ММК реализуется прочное адгезионное взаимодействие между металлической матрицей и частицами наполнителя, за счет которого нивелируется влияние межфазных границ, которые не снижают теплопроводности всего материала в целом.

Таблица 1 – Физические свойства композитного материала 30Al-70SiC, технически чистого алюминия и карбида кремния

Свойство	Al/SiC (50 % SiC)	Al[17]	SiC[18]
ТКЛР 20–100 °С, 10 ⁻⁶ К ⁻¹	11,5/10,2*	24,6	4,0
Теплопроводность, Вт/(м·К)	193/97	209	49
Плотность, г/см ³	2,92/3,1	2,69	3,21

*В числителе экспериментальное значение, в знаменателе – расчетное

Проведение кинетического индентирования при разных нагрузках показало, что структурные составляющие исследованного материала взаимодействуют друг с другом: при микроиндентировании с нагрузкой 250 мН наблюдали плавный переход от свойств матрицы к наполнителю (рис. 4 а). Внешний вид полученного после одноосного сжатия при 300 °С образца представлен на рис. 5.

Как и следовало ожидать, увеличение нагрузки на индентор привело к усреднению и выравниванию свойств ММК как в исходном состоянии, так и после деформации (рис. 4 в, г). При этом максимальные различия значений микротвердости и модуля упругости соответствуют индентированию с максимальной нагрузкой 250 мН (табл. 2), а минимальные – с нагрузкой 2 Н (табл. 3). При испытаниях с максимальной нагрузкой 250 мН, которые можно отнести к микроиндентированию, фиксируются свойства отдельно металлической матрицы и наполнителя SiC, для которого максимальное значение микротвердости составило 569 HV 0,025. Увеличение нагрузки до 2 Н привело к тому, что при индентировании определяли свойства ММК уже на мезоуровне, когда учитывается несколько частиц наполнителя совместно с металлической матрицей, поэтому уменьшается разброс данных по свойствам материала. Значения показателя пластичности ММК при переходе от микро- к мезоуровню незначительно увеличивается от 83 до 92 %, а склонность к ползучести – снижается от 1,24 до 0,81 % (табл. 2 и 3).

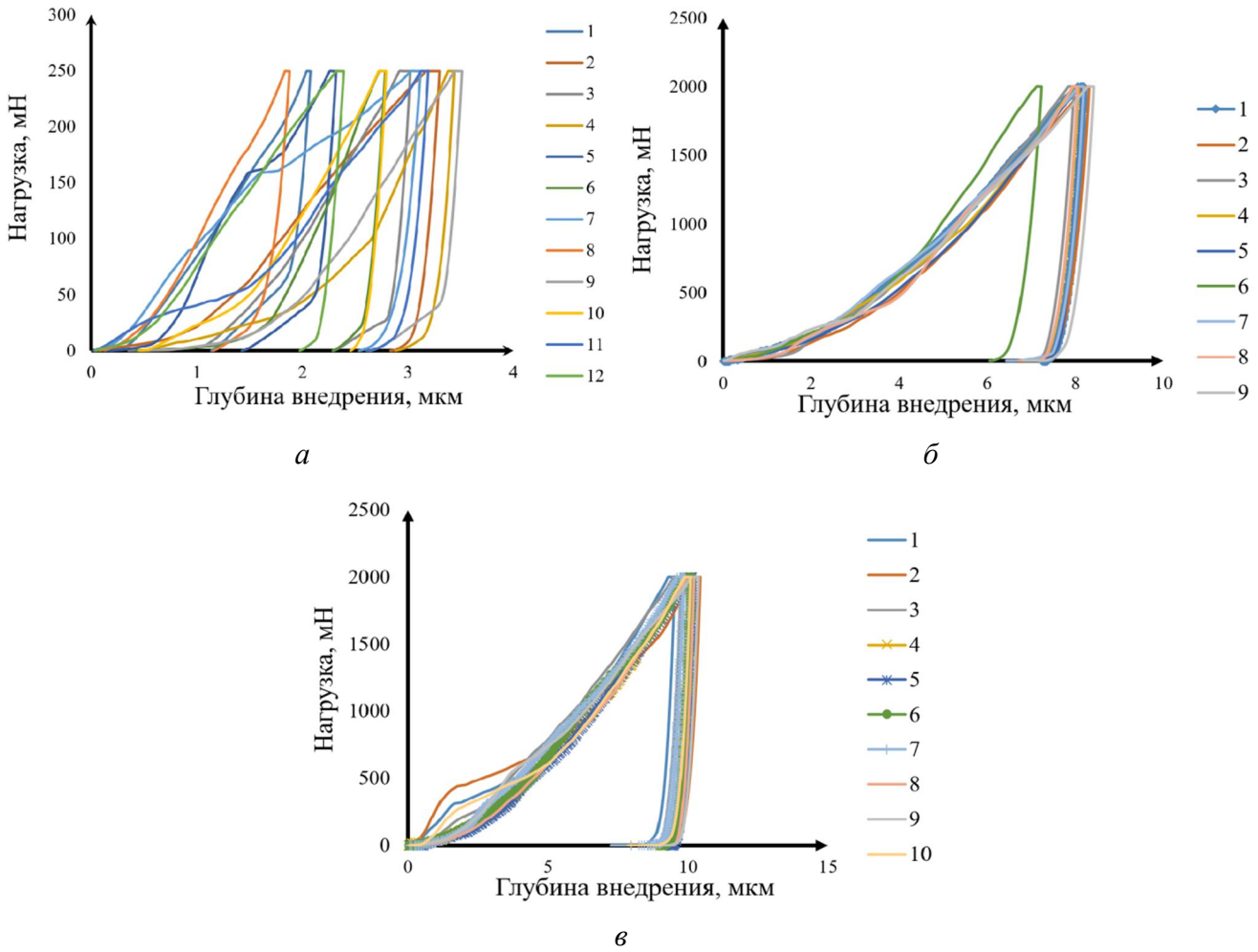


Рис. 4. Кривые кинетического микроиндентирования образца ММК 30Al-70SiC: *а, б* – в исходном состоянии; *в* – после одноосного сжатия при 300 °С; *а* – максимальная нагрузка 250 мН; *б, в* – максимальная нагрузка 2 Н

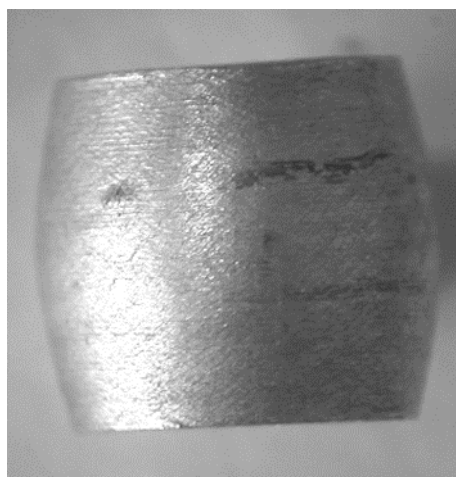


Рис. 5. Внешний вид образца ММК 30Al-7-SiC после одноосного сжатия при 300 °С

Таблица 2 – Результаты микроиндентирования поверхности шлифа ММК 30Al-70Si при максимальной нагрузке 250 мН

№ отпечатка	HV	h_{max} , мкм	$E_{упр.}$, ГПа	ϕ , %	Ползучесть, %
1	271	1,9	162	86	1,01
2	128	2,8	85	92	1,03
3	142	2,7	85	90	0,67
4	170	2,4	95	85	0,98
5	198	2,2	115	87	0,85
6	127	2,8	81	85	0,99
7	169	2,5	77	81	0,62
8	352	1,7	132	76	1,11
9	332	1,8	87	83	0,97
10	183	2,4	95	87	1,18
11	171	2,4	89	86	0,61
12	569	1,4	115	76	5,32
13	283	1,9	97	79	1,40
14	534	1,4	166	72	0,61
Среднее	259	1,9	105,8	83	1,24

Таблица 3 – Результаты микроиндентирования поверхности шлифа ММК 30Al-70Si при максимальной нагрузке 2 Н

№ отпечатка	HV	h_{max} , мкм	$E_{упр.}$, ГПа	ϕ , %	Ползучесть, %
1	97	9,1	126	93	0,91
2	70	10,5	125	94	0,54
3	124	8,1	97	90	1,14
4	114	8,4	106	91	1,07
5	118	8,3	100	90	0,85
6	116	8,4	97	91	1,07
7	107	8,6	141	92	0,80
8	117	8,4	94	89	1,08
9	103	8,8	107	92	0,96
10	84	9,7	120	93	0,75
11	91	9,3	116	93	0,71
Среднее	94,6	8,9	111,7	92	0,81

После одноосного сжатия при 600 °С произошло разрушение образца, рельеф поверхности разрушения блестящий кристаллический, характерный для нафталинистого излома, свойственного сильно перегретым сталям и сплавам (рис. 6 а). Микрорельеф поверхности разрушения свидетельствует о потере устойчивости металлической матрицы при температуре 600 °С за счет перехода в вязкотечучее состояние, предшествующее расплавлению, при котором алюминиевый сплав течет в процессе нагружения, а разрушение композиционного материала происходит по поверхностям частиц наполнителя, выступающих над поверхно-

стью излома (рис. 4 б). Месторасположение частиц наполнителя SiC на микроизломе можно определить при анализе изображения поверхности разрушения в характеристическом рентгеновском излучении алюминия и кремния (рис. 6 в, г).

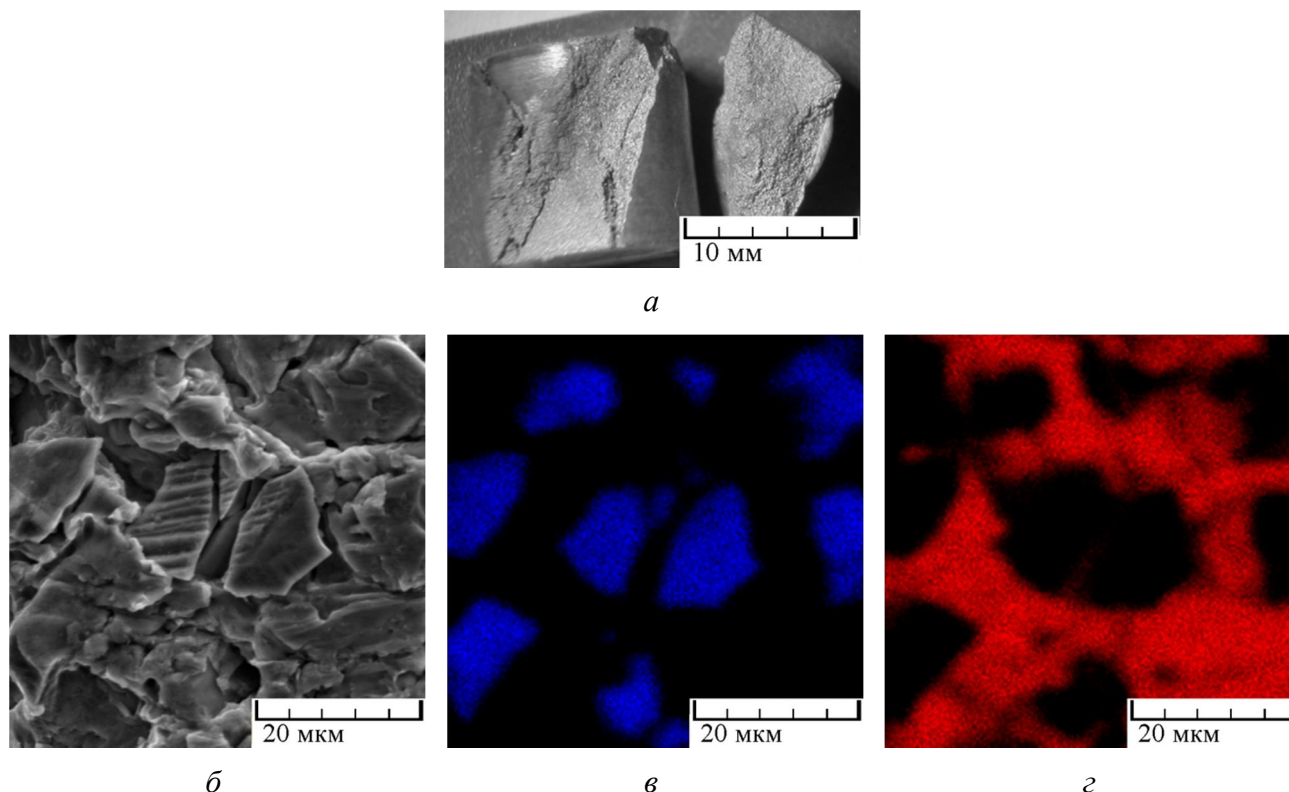


Рис. 6. Поверхность разрушения образца, подвергнутого одноосному сжатию при 600 °С: а – макроизлом; б – микроизлом; в – изображение поверхности разрушения на участке микроизлома в характеристическом рентгеновском излучении алюминия; г – изображение поверхности разрушения на участке микроизлома в характеристическом рентгеновском излучении кремния

После испытаний на статическое растяжение при температуре 350 °С, когда алюминиевая матрица обладает достаточной прочностью, характер макрорельефа поверхности разрушения образцов относится к однородному вязкому излому (рис. 7 а). На микроуровне зафиксировано вязкое разрушение металлической матрицы с образованием характерного ямочного излома (рис. 7 б). Частицы SiC прочно соединены с металлической матрицей и удерживаются на её поверхности при разрушении образца (рис. 7 в). Сами по себе частицы SiC показали высокую прочность в условиях испытаний: растрескиваний или сколов внутри частиц не зафиксировано. Разрушение образца при испытаниях произошло по межфазным границам, т.е. по наружным поверхностям частиц SiC. Анализ выделенного в центральной части фрагмента излома на рис. 7 б показал, что алюминиевая матрица прочно удерживает частицу наполнителя (зеленый цвет на рис. 7 г соответствует SiC, красный – Al).

Испытания на растяжение образцов по методике авторов [13], в разных зонах образца в виде колокола создаются нормальные и касательные напряжения, дали возможность оценить тип разрушения исследованного ММК под действием сдвиговых нагрузок. Рельеф поверхности разрушения испытанных образцов соответствует пластической деформации (рис. 8 а), на ней весьма сложно выделить частицы наполнителя. Только при использовании характеристического рентгеновского излучения видно, что происходит пластическая деформация матрицы, адгезионно связанной с частицами наполнителя (рис. 8 б–г).

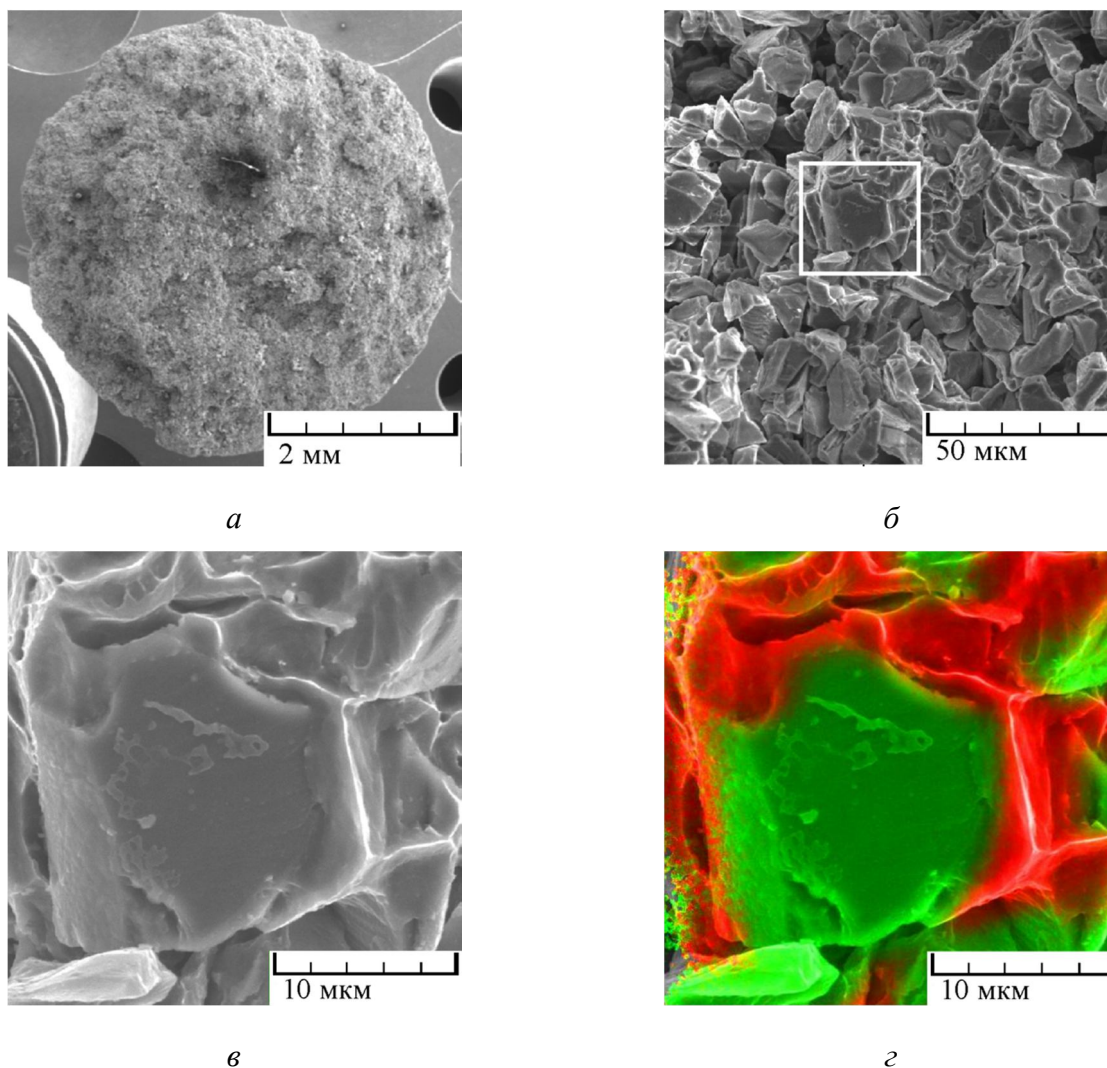


Рис. 7. Участок разрушения по частице SiC, видно, что алюминиевая матрица прочно удерживает частицу наполнителя (зеленый цвет соответствует SiC, красный – Al):
a – макроизлом; *б* – микроизлом; *в* – участок разрушения по частице SiC;
г – распределение элементов на участке

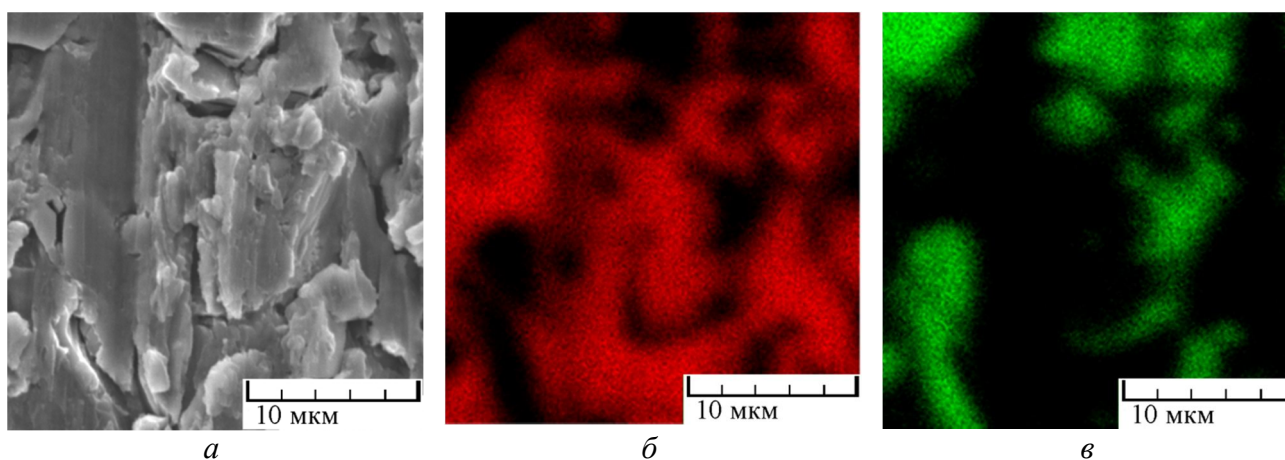


Рис. 8. Рельеф поверхности разрушения образца из ММК 30Al-7-Si на участке действия тангенциальных напряжений: *a* – изображение во вторичных электронах; *б* – изображение в характеристическом рентгеновском излучении алюминия; *в* – кремния

4. Выводы

Установлено использование двух типоразмеров частиц наполнителя SiC для получения композита 30Al-70Si: частицы размерами 1–5 мкм и 15–20 мкм. Более мелкие частицы заполняют пространство между крупными, обеспечивая плотное заполнение ММК упрочнителем. Большинство частиц SiC имеют форму неправильных призм, обнаружены также частицы в виде пластин.

Исследованный композит характеризуется значением температурного коэффициента линейного расширения в интервале от 20 до 100 °С, равным $11,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, значение теплопроводности – 193 Вт/м·К; плотность – 2,92 г/см³; твердость – 95 HV 0,2; модуль упругости – 112 ГПа; показатель запаса пластичности – 92 %; ползучесть при нагрузке 2 Н – 0,8 %.

Кинетическое индентирование поверхности шлифов из ММК 30Al-70Si позволило оценить значения микротвердости, модуля упругости, запаса пластичности и показателя ползучести структурных составляющих на микро- и мезоуровнях. Структурное состояние материала на мезоуровне начинает проявляться при индентировании нагрузкой 500 мН. Индентирование с нагрузками не более 250 мН характеризует микроуровень ММК.

Одноосное сжатие образцов до степени деформации 0,2 при 300 °С позволило сформировать заготовку заданного размера за счет пластической деформации ММК, а при 600 °С – привело к разрушению из-за потери устойчивости матрицы. При этом поверхность излома – блестящая кристаллическая, характерная для нафталинистого излома, свойственного сильно перегретым сталям и сплавам.

Показано достаточно прочное адгезионное сцепление металлической матрицы с наполнителем, проявляющееся в сохранении алюминиевого сплава на поверхности частиц SiC после разрушения образцов по двум схемам нагружения: первая – одноосное растяжение, вторая – растяжение образцов в форме колокола для анализа действия тангенциальных нагрузок. Разрушение образцов по обеим схемам нагружения происходит по механизму вязкого разрушения металлической матрицы.

Благодарность

Работа выполнена при поддержке проекта РФФ № 14-19-01358.

Литература

1. Крейдер К. Композиционные материалы с металлической матрицей. Т. 4. – М. : Машиностроение, 1978. – 503 с.
2. Евдокимов И. А., Прусов Е. С., Киреев А. В. Модифицированные углеродными наноструктурами фрикционные металломатричные композиционные материалы на основе алюминия и его сплавов с повышенными механическими и эксплуатационными свойствами // Ползуновский альманах. – 2010. – № 2. – С. 264–268.
3. Гульбин В., Попов В., Севостьянов И. Металломатричные композиты, упрочненные высокотвердыми нанопорошками // Наноиндустрия. – 2007. – № 1. – Р. 16–19.
4. Попов В. А., Кобелев А. Г., Чернышев В. Н. Нанопорошки в производстве композитов. – М. : Интернет Инжиниринг, 2007. – 352 с.
5. Получение композиционных материалов с алюминиевой матрицей и некоторыми карбидными и оксидными наполнителями / Л. Р. Вишняков, В. П. Мороз, И. М. Ромашко, Е. Л. Вишнякова, О. П. Яременко // Композиты и наноструктуры. – 2013. – № 1. – С. 37–45.
6. Fernández R., González-Doncel G. Understanding the creep fracture behavior of aluminum alloys and aluminum alloy metal matrix composites // Materials Science and Engineering: A. – 2011. – Vol. 528, iss. 28. – P. 8218–8225. – DOI: 10.1016/j.msea.2011.07.027.
7. Composite structure modeling and mechanical behavior of particle reinforced metal matrix composites / Y. Su, Q. Ouyang, W. Zhang, Zh. Li, Q. Guo, G. Fan, D. Zhang // Materials Science and Engineering: A. – 2014. – Vol. 597. – P. 359–369. – DOI: 10.1016/j.msea.2014.01.024.

8. Mechanical behavior of SiC foam-SiC particles/Al hybrid composites / Long-zhi ZHAO, Ming-juan ZHAO, Hong YAN, Xiao-ming CAO, Jin-song ZHANG // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2009. – Vol. 19, suppl. 3. – P. s547–s551. – DOI: 10.1016/S1003-6326(10)60106-9.
9. Microstructure and impact behavior of Al/SiC_p composites fabricated by pressureless infiltration with different types of SiC_p / F. Ortega-Celaya, M. I. Pech-Canul, J. Lopes-Cuevars, J. C. Rendon-Angeles, M. A. Pech-Canul // Journal of Materials Processing Technology. – 2007. – Vol. 183, iss. 2–3. – P. 368–373. – DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2006.10.029.
10. Исследование физических свойств металломатричного композиционного материала AlSiC / К. Н. Нищев, М. И. Новопольцев, Н. Е. Фомин, В. А. Юдин, Б. В. Щетанов, В. В. Елисеев, Л. А. Эмих // Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. Физико-математические науки. – 2011. – № 4. – С. 78–85.
11. Пугачева Н. Б., Быкова Т. М., Трушина Е. Б. Влияние состава стали-основы на структуру и свойства диффузионных боридных покрытий // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2013. – № 4. – С. 3–7.
12. Коновалов А. В., Смирнов А. С. Экспериментальная база и методика идентификации определяющих соотношений упруговязкопластической среды [Электронный ресурс] // Физико-химическая кинетика в газовой динамике. – 2010. – Том 9. – P. 1–4. – URL: <http://chemphys.edu.ru/media/published/028.pdf> (дата обращения: 20.06.2015).
13. Smirnov A. S., Konovalov A. V., Muizemnek O. Yu. Modelling and Simulation of Strain Resistance of Alloys Taking into Account Barrier Effects // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2015. – Iss. 1. – P. 61–72. – URL: http://dream-journal.org/issues/2015-1/2015-1_18.html (дата обращения: 18.09.2015). – DOI: 10.17804/2410-9908.2015.1.061-072.
14. Vichuzhanin D. I., Khotinov V. A., Smirnov S. V. The Effect of the Stress State on the Ultimate Plasticity of Steel X80 // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2015. – Iss. 1. – P. 73–89. – URL: http://dream-journal.org/issues/2015-1/2015-1_21.html. – DOI: 10.17804/2410-9908.2015.1.073-089.
15. Портной К. Н., Салибеков С. Е., Светлов И. Л. Структура и свойства композиционных материалов. – М. : Машиностроение, 1979. – 255 с.
16. Грачев С. В., Бараз В. Р., Богатов А. А., Швейкин В. П. Физическое металловедение. – Екатеринбург : изд-во УГТУ–УПИ, 2009. – 448 с.
17. Беляев А. И. Металлургия легких металлов. – М. : Metallurgia, 1970. – 368 с.
18. Чиркин В. С. Теплофизические свойства материалов для ядерной промышленности. – М. : Атомиздат, 1978. – 485 с.

THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF HARDENED STAINLESS STEELS WITH A SHAPE MEMORY EFFECT

S. V. Afanasiev, E. G. Volkova*, V. V. Sagaradze

M.N. Miheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of Russian Academy of Sciences, 18 S. Kovalevskoy st., Ekaterinburg, Russian Federation

*Corresponding author. E-mail: volkova@imp.uran.ru; address for correspondence: 18, ul. S. Kovalevskoy, 620990, Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 343 3783527; fax: +7 343 3745244

A possibility of obtaining the shape memory effect has been investigated as a result of $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \gamma$ transformations in stainless steels hardened by VC carbides. Age hardening conditions at 650 and 720 °C for stainless steels containing (in mass %) 0.20 – 0.35 C, 1 V, 3 – 4 Si, 9 and 13 – 14 Cr are presented. The values of reversible strain e determined after heating to 400 °C in specimens preliminarily deformed by 3.5 – 4 % vary from 0.15 to 2.7 % depending on the composition of the steels and the conditions of stabilizing and destabilizing aging.

Keywords: shape memory effect, stainless steel, VC carbide, martensite transformation, ε -phase, electron microscopy.

DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.019-026

References

1. Sagaradze V.V., Belozarov Ye.V., Pecherkina N.L., Mukhin M.L., Zaynutdinov Yu.R. The shape memory effect in high-strength precipitation-hardening austenitic steels. *Materials Science and Engineering: A*, 2006, vol. 438–440, pp. 812–815. DOI:10.1016/j.msea.2006.01.113.
2. Sagaradze V.V., Belozarov E.V., Mukhin M.L., Zainutdinov Yu.R., Pecherkina N.L., Zavalishin V.A. A new approach to creation of high-strength austenitic steels with a controlled shape-memory effect. *The Physics of Metals and Metallography*, 2006, vol. 101, iss. 5, pp. 506–512. DOI: 10.1134/S0031918X06050127.
3. Sagaradze V.V., Mukhin M.L., Belozarov E.V., Zainutdinov Yu.R., Pecherkina N.L., Filippov Yu.I. Controlled shape memory effect in high strength Mn and Cr-Mn steels. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, vol. 481–482, pp. 742–746. DOI:10.1016/j.msea.2007.02.155.
4. Sagaradze V.V., Kositsyna I.I., Mukhin M.L., Belozarov E.V., Zaynutdinov Yu.R. High-strength precipitation-hardening austenitic Fe-Mn-V-Mo-C steels with shape memory effect. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, vol. 481–482, pp. 747–751. DOI: 10.1016/j.msea.2007.02.158.
5. Sagaradze V.V., Voronin V.I., Filippov Yu.I., Kazantsev V.A., Mukhin M.L., Belozarov E.V., Pecherkina N.L., Kataeva N.V., Popov A.G. Martensitic transformations γ - $\varepsilon(\alpha)$ and the shape-memory effect in aging high-strength manganese austenitic steels. *The Physics of Metals and Metallography*, 2008, vol. 106, iss.6, pp 630–640. DOI: 10.1134/S0031918X08120120.
6. Sagaradze V. V., Afanas'ev S. V., Kataeva N. V. Shape memory effect in Mn-V-C austenitic steels involving deformation reorientation of ε -martensite. *The Physics of Metals and Metallography*, 2013, vol. 114, iss. 4, pp. 322–326. DOI: 10.1134/S0031918X13020117.
7. Gavriljuk V.G., Bliznuk V.V., Shanina V.D., Kolesnik S.P. Effect of silicon on atomic distribution and shape memory in Fe-Mn base alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2005, vol. 406, iss. 1–2, pp. 1–10. DOI: 10.1016/j.msea.2005.05.043.
8. Baruj A., Kikuchi T., Kajivara S., Shinya N. Improved shape memory properties and internal structures in Fe-Mn-Si-based alloys containing Nb and C. *J. Phys. IV France*, 2003, vol. 112, pp. 373–376. DOI: 10.1051/jp4:2003904.

9. Dong Z.Z., Kajiwara S., Kikuchi T., Sawaguchi T. Effect of pre-deformation at room temperature on shape memory properties of stainless type Fe-15Mn-5Si-9Cr-5Ni-(0.5-1.0)NbC alloys. *Acta Materialia*, 2005, vol. 53, iss. 15, pp. 4009–4018. DOI: 10.1016/j.actamat.2005.04.035.
10. Malyshev K.A., Vasilevskaya M. A change in the physical properties of martensite in titanium-alloyed iron-nickel alloys under tempering. *Fizika Metallov i Metallovedenie*, 1964, vol. 18, no. 5, pp. 793–795. (In Russian).
11. Sagaradze V.V., Uvarov A.I. *Uprochnenie i svoistva austenitnykh staley* [Hardening and Properties of Austenitic Steels]. Ekaterinburg, RIO UO RAS Publ., 2013, 720 p. (In Russian).
12. Romanova R.R., Pushin V.G., Uksusnikov A.N., Buinov N.N. *Strukturnyy mekhanizm stareniya austenitnykh zhelezomargantsevykh i zhelezonikelevykh staley, uprochnyaemykh karbidom vanadiya*. In: *Struktura i svoistva nemagnitnykh staley* [Structure and Properties of Non-Magnetic Steels]. M., Nauka Publ., 1982, pp. 107–114.
13. Van Aswegen J.S.T., Honeycombe R.W.K. Segregation and precipitation in stacking faults. *Acta Metallurgica*, 1962, vol.10, iss. 3, pp. 262–264.

Подана в журнал: 28.09.2015 г.
УДК 669.74'292'784:536.424.1
DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.019-026

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА УПРОЧНЕННЫХ НЕРЖАВЕЮЩИХ СТАЛЕЙ С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ

С. В. Афанасьев, Е. Г. Волкова*, В. В. Сагарадзе

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, ул. С.Ковалевской, 18, 620990, Екатеринбург, Российская Федерация

*Ответственный автор. Электронная почта: volkova@imp.uran.ru; адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620990, Екатеринбург, Российская Федерация. Телефон: +7 (343) 374-40-54; факс: +7 (343) 374-52-44

Исследована возможность получения эффекта памяти формы (ЭПФ) в результате $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \gamma$ превращений в стареющих нержавеющей сталях, упрочняемых карбидами VC. Представлены режимы упрочняющего старения при 650 и 720 °C нержавеющей сталей, преимущественно содержащих (мас. %) 0,20–0,35 C, 1 V, 3–4 Si, 9 и 13–14 Cr. Значения обратной деформации e (величины ЭПФ), определенные после нагрева до 400 °C в предварительно деформированных на 3,5–4 % образцах, изменяются от 0,15 до 2,7 % в зависимости от состава сталей и режимов стабилизирующего и дестабилизирующего старения.

Ключевые слова: эффект памяти формы, стареющие нержавеющей стали, карбид VC, мартенситное превращение, ϵ -фаза, электронная микроскопия.

1. Введение

Дисперсионно-твердеющие Mn-Si-V стали с 0,2 – 1,0 мас. % углерода (0,2C-20Mn-2Si-1V; 0,4C-18Mn-2Si-2V и др.), обладающие эффектом памяти формы (ЭПФ) до ~ 2,5 %, впервые были предложены и исследованы в работах [1–6]. Предложенные стали упрочняются за счет выделения наноразмерных карбидов VC при старении, испытывают прямое $\gamma \rightarrow \epsilon$ и обратное $\epsilon \rightarrow \gamma$ мартенситные превращения и имеют преимущества перед известными [7] ЭПФ-сталями на основе Fe-28Mn-6Si. Они являются высокопрочными за счет возможности дисперсионного твердения, содержат существенно меньше марганца и кремния, позволяют регулировать величину ЭПФ в результате стабилизирующего или дестабилизирующего старения. Эффект дисперсионного твердения в этих ванадийсодержащих сталях с 0,2–1,0 мас. % углерода выше, чем в ЭПФ-сталях с 0,5–1,0 мас. % ниобия [8, 9]. Однако предложенные [1–6] дисперсионно-твердеющие стали с эффектом памяти формы не являются коррозионностойкими. Представляет значительный интерес получить эффект памяти формы на стареющих нержавеющей сталях с повышенным содержанием хрома. В настоящее время нет ясности, как будет проходить старение в сталях с повышенным содержанием сильных карбидообразующих элементов – ванадия и хрома как изменятся механические свойства и величина ЭПФ в сталях с двумя видами карбидов разного размера, морфологии и расположения. Настоящая работа посвящена исследованию Cr-Mn-V-Si аустенитных нержавеющей сталей с эффектом памяти формы.

2. Материал и методика

Исследованию подвергали дисперсионно-твердеющие аустенитные стали с эффектом памяти формы, имеющие разное содержание углерода, хрома, марганца, никеля, кремния и ванадия (таблица) и образующие при старении карбиды ванадия и хрома. Стали выплавляли в индукционной печи, разливали в слитки преимущественно массой 0,2 кг, проковывали и гомогенизировали при 1150–1200 °C. Определение величины ЭПФ выполняли после старе-

ния, прямого мартенситного $\gamma \rightarrow \epsilon$ превращения при холодной деформации и обратного мартенситного превращения $\epsilon \rightarrow \gamma$ в результате нагрева до 450–500 °С. Старение осуществляли при 650–750 °С с выдержкой до 10 ч. После закалки от 1100–1150 °С и старения пластинчатые образцы подвергали холодной деформации изгибом на 180 ° вокруг цилиндрических оправок диаметром 30 или 60 мм с целью осуществления мартенситного γ - ϵ превращения. Исходную деформацию (e_0 , %) на внешней поверхности изогнутого пластинчатого образца рассчитывали по известной формуле $e_0 = 100 b/D$, где b – толщина пластины, а D – диаметр изогнутого образца. При этом деформация растяжения на внешней поверхности изогнутого образца была равна 3,5–4 %. Температурный интервал обратного ϵ - γ превращения при нагреве определяли дилатометрически. В частности, в закаленной и деформированной на 3,5 % стали 0,20C-9Cr-15Mn-3Ni-4Si-1V $\epsilon \rightarrow \gamma$ превращение происходит в интервале 80–320 °С. Обратимую деформацию e (величину ЭПФ, %) рассчитывали по разнице между исходной холодной деформацией и оставшейся деформацией (e_r , %) после распрямления образца в результате нагрева. Структуру и фазовый состав сталей анализировали методом рентгенографии и трансмиссионной электронной микроскопии в электронном микроскопе JEM-200CX.

3. Результаты и обсуждение

Изменение величины обратимой деформации от времени старения при 650 °С и 720 °С в сталях с 9 и 13–14 мас. % хрома и 0,20–0,35 мас. % углерода представлено в таблице. В дальнейшем для удобства будем указывать стали по номерам (таблица).

Увеличение времени «высокотемпературного» дестабилизирующего старения сталей с 14 % Cr при 720 °С приводит к прогрессирующему освобождению аустенитной матрицы от углерода и ванадия, что интенсифицирует образование ϵ -мартенсита деформации и способствует повышению величины ЭПФ в результате $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \gamma$ превращения. Однако, в стали № 2 с повышенным содержанием углерода наблюдается перестаривание и охрупчивание образцов после выдержки в течение 6 ч при 720 °С. Сталь с меньшим содержанием хрома (9 мас. %) и 0,2 мас. % углерода в закаленном и состаренном (при 720 °С, 5–10 ч) состояниях имеет высокие значения ЭПФ ($e=2,4$ – $2,7$ %) (таблица).

Величина эффекта памяти формы (e , %) в нержавеющей сталях № 1–4 в зависимости от времени старения при 650 °С и 720 °С.

№	Сталь	Обработка	e , %
1	0,20C-14Cr-15Mn-1Ni-4Si-1V	Закалка от 1100 °С	1,0
		650 °С, 3 ч	0,8
		650 °С, 6 ч	0,9
		720 °С, 3 ч	1,0
		720 °С, 6 ч	1,4
2	0,35-14Cr-15Mn-3Ni-4Si-1V	Закалка от 1100 °С	0,2
		720 °С, 1 ч	0,8
		720 °С, 3 ч	1,3
3	0,30C-13Cr-15Mn-3Si-1V	Закалка от 1100 °С	0,5
		720 °С, 1 ч	0,6
		720 °С, 3 ч	0,5
		720 °С, 6 ч	1,1
4	0,20C-9Cr-15Mn-3Ni-4Si-1V	Закалка от 1100 °С	2,4
		720 °С, 1 ч	1,5
		720 °С, 3 ч	1,8
		720 °С, 5 ч	2,6
		720 °С, 6 ч	2,7
		720 °С, 10 ч	2,5

Сопоставим структуру и свойства ЭПФ-сталей с 9 (№ 4) и 13–14 (№ 1–3) мас. % хрома (таблица) после старения, $\gamma \rightarrow \epsilon$ превращения при деформации $\sim 4\%$ и обратного $\epsilon \rightarrow \gamma$ превращения при нагреве до $500\text{ }^\circ\text{C}$. На примере стали № 1, с 14 мас. % Cr, видно, что «низкотемпературное» старение ($650\text{ }^\circ\text{C}$, 3 и 6 ч) не приводит к увеличению эффекта памяти формы. Как известно [2, 10, 11], в этом случае происходит частичная стабилизация аустенита по отношению к мартенситному $\gamma \rightarrow \epsilon$ превращению (образуется меньше ϵ -мартенсита при исходной деформации и, как следствие, снижается величина обратимой деформации при нагреве). Такая стабилизация аустенита имеет место [10, 11] несмотря на обеднение аустенитной матрицы углеродом и ванадием в процессе старения при $650\text{ }^\circ\text{C}$. Увеличение температуры старения до $720\text{ }^\circ\text{C}$ (6 ч) приводит к дестабилизации аустенита и росту ЭПФ до $1,4\%$ (таблица).

В структуре сталей № 1–3, с 13–14 % Cr, после старения при $720\text{ }^\circ\text{C}$ (6 ч) и цикла $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \gamma$ превращений (рис. 1 а–в) сохраняются карбиды VC, дефекты упаковки и вновь появляются отдельные редкие кристаллы ϵ -мартенсита. В результате подобной обработки в стали № 1, с меньшим пересыщением по углероду, частицы VC (с размером до 12 нм и плотностью $7 \times 10^{14}\text{ см}^{-3}$) расположены преимущественно гетерогенно на дислокациях (рис. 1 а), как и в работе [12]. В стали № 3, с $0,30\text{ мас. \% C}$, карбидная фаза VC располагается достаточно равномерно по объему зерен, имеет средний размер $\sim 6\text{ нм}$ и более высокую плотность $3 \times 10^{15}\text{ см}^{-3}$ (рис. 1 в). Кроме дисперсных карбидов VC в процессе старения при $720\text{ }^\circ\text{C}$ в отдельных случаях появляются более крупные частицы карбида Cr_{23}C_6 (рис. 1 з), которые обычно ответственны за уменьшение пластичности и охрупчивание сталей. Таким образом, в сталях с повышенным содержанием хрома (13–14 мас. %) старение не вызывает необходимую дестабилизацию аустенита (для получения наибольшего количества ϵ -мартенсита деформации), что определяет не очень высокие значения ЭПФ ($e = 1,3\text{--}1,4\%$).

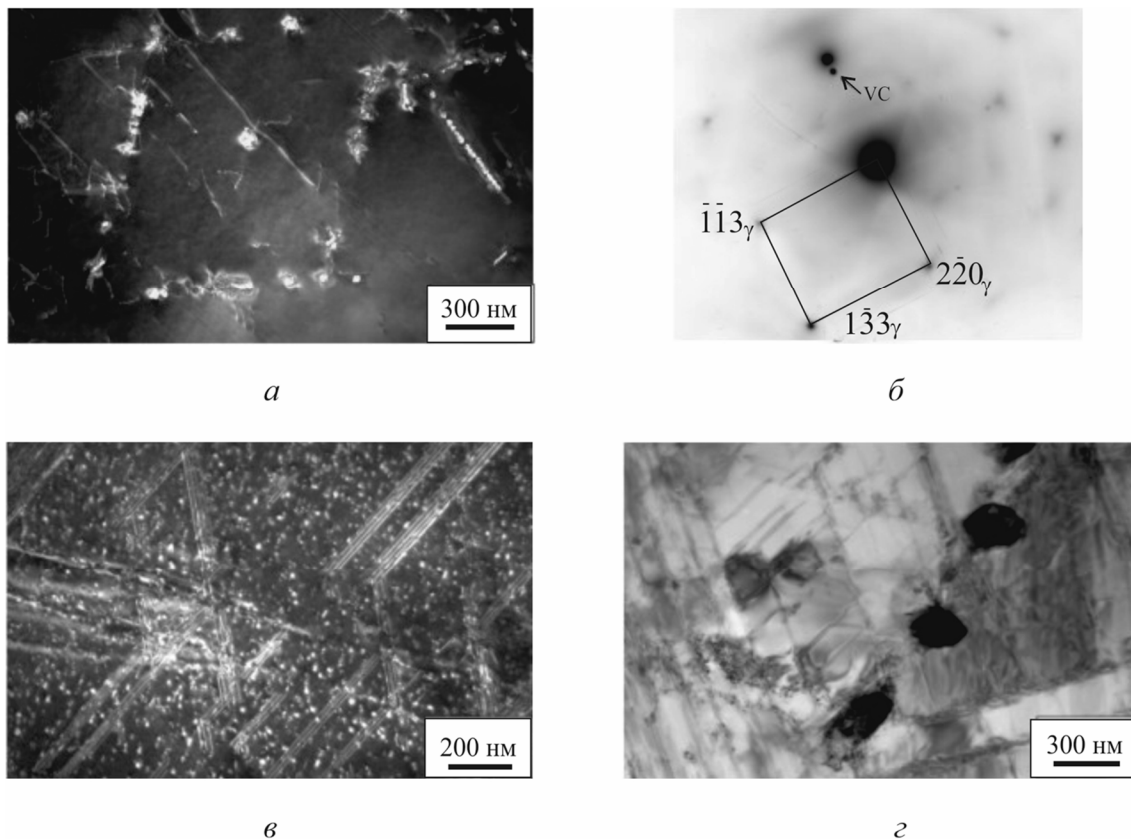


Рис. 1. Структура и электронограмма сталей № 1 (а, б), № 3 (в), № 2 (г) с темнопольным изображением в рефлексе VC (а, в). Обработка: закалка от $1100\text{ }^\circ\text{C}$; старение при $720\text{ }^\circ\text{C}$, 6 ч; холодная деформация $\sim 4\%$ ($\gamma \rightarrow \epsilon$ превращение) и нагрев до $500\text{ }^\circ\text{C}$ ($\epsilon \rightarrow \gamma$ превращение)

В стали № 4, с 9 мас. % хрома и 0,2 мас. % углерода, наблюдается максимальная величина обратимой деформации ($e = 2,5-2,7\%$) после дестабилизирующего старения ($720\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5–10 ч). Малое время старения (1–3 ч) при $720\text{ }^{\circ}\text{C}$ в этой стали приводит к некоторой стабилизации аустенита и уменьшает величину ЭПФ ($e = 1,5-1,8\%$). На рентгенограмме (рис. 2) представлены отражения от γ и ϵ фаз в стали № 4 – 0,20C-9Cr-15Mn-3Ni-4Si-1V после старения при $720\text{ }^{\circ}\text{C}$ (3 ч) и деформации изгибом на $\sim 4\%$. Количество ϵ -мартенсита после такой обработки составляет $\sim 40\%$, что больше, чем во всех исследованных деформированных образцах сталей с 13–14 мас. % хрома.

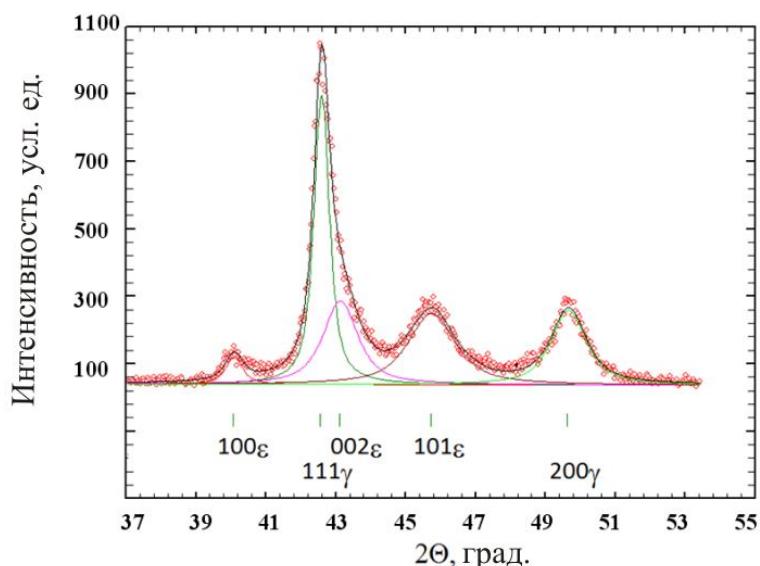


Рис. 2. Рентгенограмма стали № 4 с отражениями от ϵ - и γ -фаз. Обработка: закалка от $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$, старение при $720\text{ }^{\circ}\text{C}$ (3 ч), холодная деформация на 3,5 % изгибом

На рис. 3 *a, б* показана структура стали после предварительной закалки и старения ($720\text{ }^{\circ}\text{C}$, 1 ч). Видны частицы VC размером $\sim 10\text{ нм}$, равномерно распределенные в матрице (плотность $5 \times 10^{14}\text{ см}^{-3}$). Присутствуют множественные дефекты упаковки. Вокруг частиц хорошо заметны поля напряжений, создающие контраст в виде крыльев бабочки (рис. 3 *a*). При увеличении времени старения до 3 ч структура существенно не меняется. Отдельные частицы VC зарождаются на дислокациях при старении и становятся источниками расщепления полных дислокаций на частичные с образованием дефектов упаковки. На образующихся дефектах упаковки формируются новые мелкие частицы, которые своим упругим полем способствуют дальнейшему расщеплению дислокаций. На рис. 3 *в, г* в состаренной при $720\text{ }^{\circ}\text{C}$, 6 ч, стали № 4 можно видеть дефекты упаковки, на которых выделились частицы VC (средний размер 9 нм, плотность $3 \times 10^{15}\text{ см}^{-3}$). Аналогичная ситуация наблюдалась в работе [13], в которой на аустенитной стали 0,1C-18Cr-10Ni-1Nb впервые было показано, что старение при $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ (5 ч) снижает энергию дефектов упаковки и приводит к диссоциации полных дислокаций с образованием дефектов упаковки. Увеличение времени старения при $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ также вызвало формирование дисперсных карбидов (NbC) на дефектах упаковки [13].

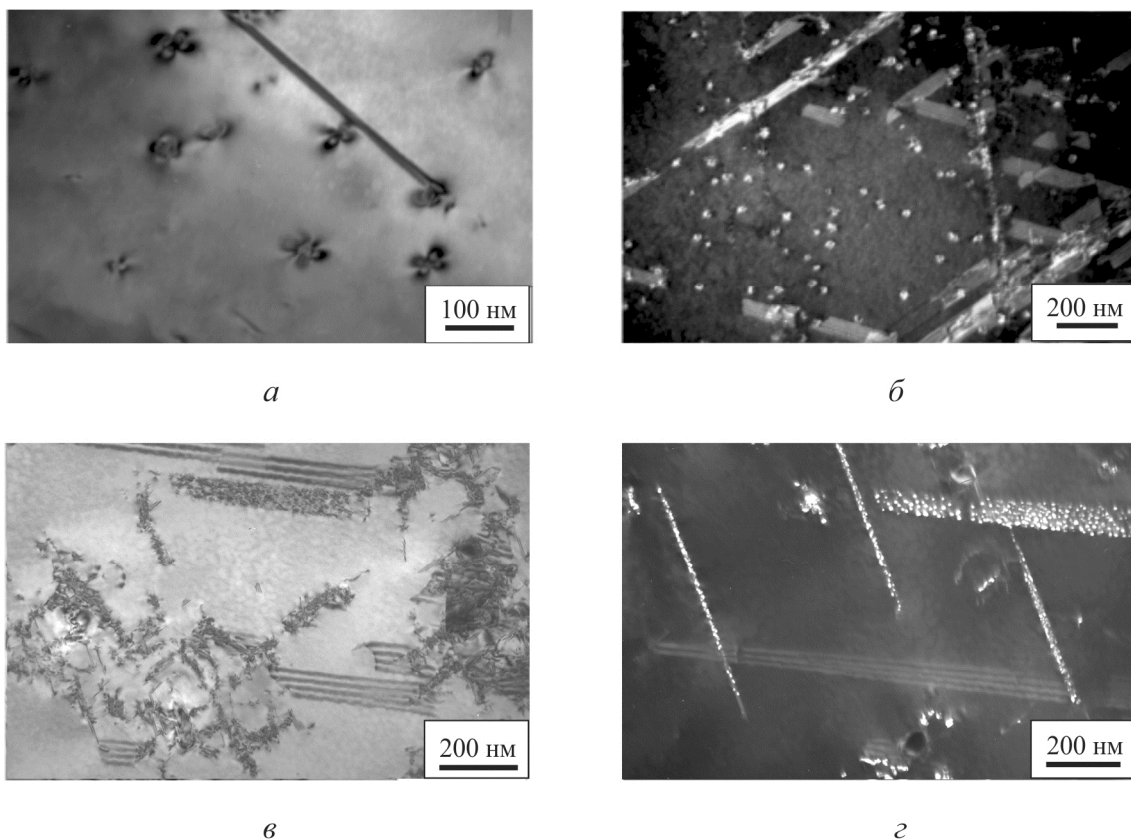


Рис. 3. Светлопольные (*а, в*) и темнопольные – в составном рефлексе $\gamma+VC$ (*б, г*) изображения структуры стали № 4. Обработка: закалка от 1100 °С, старение при 720 °С, 1 ч (*а, б*), или 720 °С, 6 ч (*в, г*), с последующим $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \gamma$ превращением

Таким образом, увеличение времени старения стали № 4 до 6 ч при 720 °С способствует смене механизма зарождения карбидов с гомогенного на гетерогенный, что приводит к увеличению ЭПФ ($e = 2,7\%$).

4. Заключение

1. Показано, что наибольшая величина обратимой деформации наблюдается в коррозионно-стойких ЭПФ-сталях с 9 мас. % хрома, 0,20 мас. % углерода и высоким содержанием кремния (4 мас. %), который уменьшает энергию дефекта упаковки, способствует образованию ε -фазы с ГПУ-решеткой и увеличивает ЭПФ ($e = 2,50\text{--}2,70\%$).
2. В исследованных коррозионно-стойких ЭПФ-сталях с 13–14 мас. % хрома наблюдаются существенно меньшие значения обратимой деформации (преимущественно $e = 1,0\text{--}1,4\%$), чем в сплаве с 9 мас. % хрома, даже после дестабилизирующего старения при 720 °С (6 ч) с выделением карбидов VC и Cr₂₃C₆.
3. Смена механизма выделения карбидов с гомогенного на гетерогенный при повышении температуры и времени старения способствует росту величины обратимой деформации в нержавеющих ЭПФ-сталях.

Благодарность

Электронно-микроскопические исследования проведены в ОЭМ ЦКП ИФМ УрО РАН. Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Структура», № 01201463331) и при частичной поддержке Уральского отделения РАН (проект № 15-9-2-16).

Литература

1. The shape memory effect in high-strength precipitation-hardening austenitic steels / V. V. Sagaradze, Ye. V. Belozerov, N. L. Pecherkina, M. L. Mukhin, Yu. R. Zaynutdinov // *Materials Science and Engineering: A*. – 2006. – Vol. 438–440. – P. 812–815. – DOI:10.1016/j.msea.2006.01.113.
2. A new approach to creation of high-strength austenitic steels with a controlled shape-memory effect / V. V. Sagaradze, E. V. Belozerov, M. L. Mukhin, Yu. R. Zainutdinov, N. L. Pecherkina, V. A. Zavalishin // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2006. – Vol. 101, iss. 5. P. 506–512. – DOI: 10.1134/S0031918X06050127.
3. Controlled shape memory effect in high strength Mn and Cr-Mn steels / V. V. Sagaradze, M. L. Mukhin, E. V. Belozerov, Yu. R. Zainutdinov, N. L. Pecherkina, Yu. I. Filippov // *Materials Science and Engineering: A*. – 2008. – Vol. 481–482. – P. 742–746. – DOI: 10.1016/j.msea.2007.02.155.
4. High-strength precipitation-hardening austenitic Fe-Mn-V-Mo-C steels with shape memory effect / V. V. Sagaradze, I. I. Kositsyna, M. L. Mukhin, E. V. Belozerov, Yu. R. Zaynutdinov // *Materials Science and Engineering: A*. – 2008. – Vol. 481–482. – P. 747–751. – DOI: 10.1016/j.msea.2007.02.158.
5. Martensitic transformations γ - ϵ (α) and the shape-memory effect in aging high-strength manganese austenitic steels / V. V. Sagaradze, V. I. Voronin, Yu. I. Filippov, V. A. Kazantsev, M. L. Mukhin, E. V. Belozerov, N. L. Pecherkina, N. V. Kataeva, A. G. Popov // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2008. – Vol. 106, iss.6. – P. 630–640. – DOI: 10.1134/S0031918X08120120.
6. Sagaradze V. V., Afanas'ev S. V., Kataeva N. V. Shape memory effect in Mn-V-C austenitic steels involving deformation reorientation of ϵ -martensite // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2013. – Vol. 114, iss. 4. – P. 322–326. – DOI: 10.1134/S0031918X13020117.
7. Effect of silicon on atomic distribution and shape memory in Fe-Mn base alloys / V. G. Gavriljuk, V. V. Bliznuk, V. D. Shanina, S. P. Kolesnik // *Materials Science and Engineering: A*. – 2005. – Vol. 406, iss. 1–2. – P. 1–10. – DOI: 10.1016/j.msea.2005.05.043.
8. Improved shape memory properties and internal structures in Fe-Mn-Si-based alloys containing Nb and C / A. Baruj, T. Kikuchi, S. Kajiwara, N. Shinya // *J. Phys. IV France*. – 2003. – Vol. 112. – P. 373–376. – DOI: 10.1051/jp4:2003904.
9. Effect of pre-deformation at room temperature on shape memory properties of stainless type Fe-15Mn-5Si-9Cr-5Ni-(0.5–1.0)NbC alloys / Z. Z. Dong, S. Kajiwara, T. Kikuchi, T. Sawaguchi // *Acta Materialia*. – 2005. – Vol. 53, iss. 15. – P. 4009–4018. – DOI: 10.1016/j.actamat.2005.04.035.
10. Малышев К. А., Василевская М. Изменение физических свойств при отпуске мартенсита в железоникелевых сплавах, легированных титаном // *ФММ*. – 1964. – Т. 18, № 5. – С. 793–795.
11. Сагарадзе В. В., Уваров А. И. Упрочнение и свойства аустенитных сталей. – Екатеринбург : РИО УрО РАН, 2013. – 720 с.
12. Структурный механизм старения аустенитных железомарганцевых и железоникелевых сталей, упрочняемых карбидом ванадия / Р. Р. Романова, В. Г. Пушин, А. Н. Укусников, Н. Н. Буйнов // *Структура и свойства немагнитных сталей*. – М. : Наука, 1982. – С. 107–114.
13. Van Aswegen J. S. T., Honeycombe R. W. K. Segregation and precipitation in stacking faults // *Acta Metallurgica*. – 1962. – Vol.10, iss. 3. – P. 262–264.

DYNAMIC SPECKLE INTERFEROMETRY OF MICROSCOPIC AND MACROSCOPIC PROCESSES IN DEFORMABLE MEDIA

A. P. Vladimirov

Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya st., Ekaterinburg, Russian Federation

*Corresponding author. E-mail: yap52@bk.ru; address for correspondence: ul. Komsomolskaya 34, 620049, Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 343 3753598; fax: +7 343 3745330.

The paper briefly considers the theory of the dynamic variant of optical speckle interferometry and its application to study in real time macroscopic and microscopic processes in deformable media. In the theoretical part, it is shown that it is convenient to study the macroscopic translational displacement, rotation and deformation of bodies by the movement of the whole picture of speckles and the shift of interference fringes of the two speckle fields, while the microscopic phenomena are conveniently studied by the change of the structure of speckle images. The paper presents some applications of original techniques developed by the author to determine rotations and strains of bodies under elastic and plastic deformations, to detect ultrasonic waves and to study the characteristics of crack initiation in high-cycle fatigue. Practical application of the developed techniques for testing macro- and microprocesses in living cells is shown.

Keywords: speckles, speckle dynamics, speckle interferometry, displacement, deformation, rotation, damage, high-cycle fatigue, crack, residual life, living cells, metabolism.

DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.027-057

References

1. Anisimov I.V., Kozel S.M., Lokshin G.R. Space-time statistical properties of coherent radiation scattered by a moving diffuse reflector. *Optics and Spectroscopy*, 1969, vol. 27, iss. 3, pp. 483–491.
2. Yoshimura T. Statistical properties of dynamic speckles. *Journal of the Optical Society of America A*, 1986, vol. 3, no. 2, pp. 1032–1054.
3. Veselov L.M., Popov I.A. Information properties of a time-varying speckle pattern. *Optics and Spectroscopy*, 1993, vol. 74, iss. 6, pp. 685–686.
4. Ruth B., Haina D., Waidelich W. Vibration analysis by speckle counting. *Optica Acta: International Journal of Optics*, 1983, vol. 30, iss. 6, pp. 841–848. DOI: 10.1080/713821265.
5. Aleksandrov E.B., Bonch-Bruevich A. M. Investigation of Surface Strains by the Hologram Technique. *Soviet Physics-Technical Papers*, 1967, vol. 12, pp. 258–265.
6. Leendertz J.A. Interferometric displacement measurement on scattering surfaces utilizing speckle effect. *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, vol. 3, no. 3, pp. 214–218. DOI: 10.1088/0022-3735/3/3/312.
7. Vladimirov A.P., Mikushin V.I. Interferometric determination of vector components of relative displacements: theory and experiment. In: Valery V. Tuchin, Vladimir P. Ryabukho, Dmitry A. Zimnyakov, eds. *Saratov Fall Meeting '98: Light Scattering Technologies for Mechanics, Biomedicine, and Material Science*, Proceedings of SPIE. Saratov, Russia, 1999, vol. 3726, pp. 38–43. DOI: 10.1117/12.341416.
8. Yamaguchi I. Speckle displacement and decorrelation in the diffraction and image fields for small object deformation. *Optica Acta: International Journal of Optics*, 1981, vol. 27, iss. 10, pp. 1359–1376. DOI: 10.1080/713820454.

9. Vladimirov A.P. *Dinamicheskaya spekl-interferometriya deformiruemyykh obyektov* [Dynamic Speckle Interferometry of Objects under Deformation]. *A Doctoral Thesis*, Ekaterinburg, 2002, 393 p. (In Russian).
10. Vladimirov A.P. *Dinamicheskaya spekl-interferometriya deformiruyemykh tel.* [Dynamic Speckle Interferometry of Bodies under Deformation]. Ekaterinburg, UrO RAN Publ., 2004, 241 p. (In Russian).
11. Vladimirov A.P., Udartsev E.V. The second-order speckle mechano-optical effect: theory and experiment. In: Dmitry A. Zimnyakov, Vladimir L. Derbov, Leonid A. Melnikov, Lev M. Babkov, eds. *Saratov Fall Meeting 2002: Laser Physics and Photonics, Spectroscopy, and Molecular Modeling III; Coherent Optics of Ordered and Random Media III*, Proceedings of SPIE. Saratov, Russian Federation, 2003, vol. 5067, pp. 99–106. DOI: 10.1117/12.518491.
12. Vladimirov A.P., Mikushin V.I., Lisin A.L. Optical method of determining the components of the relative displacement vector. *Technical Physics Letters*, 1999, vol. 25, iss. 24, pp. 1008–1010.
13. Vladimirov A.P., Popov D.O. Rigid Rotations of a plate and the related speckle displacements in the image plane. *Technical Physics Letters*, 2003, vol. 29, iss. 10, pp. 855–857.
14. Popov D.O., Vladimirov A.P. Methods for the determination of strains by speckle displacements. In: *Proceedings of the 4th Scientific-Technical Conference “Resurs i diagnostika materialov i konstruktsiy”*, Ekaterinburg, 2009, pp. 51. (In Russian).
15. Wolf E. Intensity fluctuations in stationary optical fields. *Philosophical Magazine*, 1957, vol. 2, iss. 5, pp. 351–354. DOI: 10.1080/14786435708243824.
16. Vladimirov A.P., Druzhinin A.V., Malygin A.S., Mikitas K.N. Theory and calibration of speckle dynamics of phase object. In: Valery V. Tuchin; Elina A. Genina; Igor V. Meglinski, eds. *Saratov Fall Meeting 2011: Optical Technologies in Biophysics and Medicine XIII*, Proceedings of SPIE. Saratov, Russian Federation, 2012, vol. 8337, pp. 83370C: 1–15. DOI: 10.1117/12.924800.
17. Vladimirov A.P. Dynamic speckle interferometry of the microscopic processes. In: Ángel F. Doval, Cristina Trillo, J. Carlos Lopez-Vazquez, eds. *Speckle 2012: V International Conference on Speckle Metrology*, Proceedings of SPIE. Vigo, Spain, 2012, vol. 8413, pp. 8413 841305: 1–6. DOI: 10.1117/12.2184567.
18. Pugachev V.S. *Teoriya sluchainykh funktsiy* [Theory of Random Functions]. M, Fizmatgiz Publ., 1962, 884 p. (In Russian).
19. Vladimirov A.P. Time-average dynamic speckle interferometry. In: Enrico Primo Tomasini, ed. *11th International Conference on Vibration Measurements by Laser and Noncontact Techniques – Aivela 2014: Advances and Applications, Proceedings of AIP Conference Ancona, Italy, 2014*, vol. 1600, pp. 237–242. DOI: 10.1063/1.4879588.
20. Vladimirov A.P. Dynamic speckle interferometry of microscopic processes in thin biological objects. *Radiophysics and Quantum Electronics*, 2015, vol. 57, iss. 8, pp. 564–576. DOI: 10.1007/s11141-015-9540-2.
21. Yamaguchi I., Takemori T., Kobayachi K. Stabilized and accelerated speckle strain gauge. In: Ryszard J. Pryputniewicz, ed. *Laser Interferometry: Quantitative Analysis of Interferograms: Third in a Series*, Proceedings of SPIE. San Diego, 1989, vol. 1162, pp. 187–200. DOI: 10.1117/12.962746.
22. Vladimirov A.P., Eremin P.S. Relative displacement determination of surfaces of two objects by means of speckle-field dynamic interference in the image plane. In: Dmitry A. Zimnyakov; Vladimir L. Derbov; Leonid A. Melnikov; Lev M. Babkov, eds. *Laser Physics and Photonics, Spectroscopy, and Molecular Modeling III; Coherent Optics of Ordered and Random Media III, Proceedings of SPIE*. Saratov, Russian Federation, 2003, vol. 5067, pp. 91–98. DOI: 10.1117/12.518490.
23. Vladimirov A.P., Kapustin D.S. Comparative analysis of dynamic and holographic interferometry methods with reference to deformations of a membrane. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2004, vol. 40, iss. 1, pp. 61–65.

24. Ed. Aleshin A. P. *Metody akusticheskogo kontrolya metallov* [Methods for Acoustic Testing of Metals]. M., Mashinostroenie Publ., 1989, 456 p. (In Russian).
25. Bazylev P.V., Bondarenko A.N., Lugovoy V.A. A laser unit designed for measuring Rayleigh surface wave velocity. *Defektoskopiya*, 1990, no. 10, pp. 91–93. (In Russian).
26. Trillo C., Doval A.F., Cernadas D., Lopez O., Lopez J.C., Dorrio B.V., Fernandez J.L., Perez-Amor M. Measurement of the complex amplitude of transient surface acoustic waves using double-pulsed TV holography and a two-stage spatial Fourier transform method. *Measurement Science and Technology*, 2003, vol. 14, no. 12, pp. 2127–2134. DOI: 10.1088/0957-0233/14/12/012.
27. Vladimirov A.P., Gorkunov E.S., Eremin P.S., Zadvorkin S.M. Microdistortions in the crystal lattice of steel IIIХ15 as estimated via the optoacoustic method and velocimetry. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2006, vol. 42, iss. 9, pp. 582–585. DOI: 10.1134/S1061830906090038.
28. Vladimirov A.P., Gorkunov E.S., Eremin P.S., Zadvorkin S.M., Shadrin M.V., Solov'ev K.E. A speckle-interferometric setup for contactless measurements of the velocity of Rayleigh ultrasonic waves. *Instruments and Experimental Techniques*, 2010, vol. 53, iss. 1, pp. 118–121. DOI: 10.1134/S0020441210010197.
29. Vladimirov A.P., Gorkunov E.S., Goruleva L.S., Zadvorkin S.M., Shadrin M.V. A speckle-interferometric setup for determining the velocity of ultrasonic rayleigh waves on millimeter-size segments. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2011, vol. 47, iss. 3, pp. 153–157. DOI: 10.1134/S1061830911030107.
30. Gilanyi A., Morishita K., Sukegawa T., Uesaka M., Miya K. Magnetic nondestructive evaluation of fatigue damage of ferromagnetic steels for nuclear fusion energy systems. *Fusion Engineering and Design*, 1998, vol. 42, iss. 1–4, pp. 485–491.
31. Tupikin D.A. Thermoelectric testing of fatigue phenomena. *Kontrol. Diagnostika*, 2003, no. 11, pp. 53–61. (In Russian).
32. Ignatovich S.R., Shmarov V.N., Yutskevich S.S. Peculiarities of the formation of the deformation relief on the surface of the D16AT alloy under fatigue. *Aviatsionno-kosmicheskaya tekhnika i tekhnologiya*, 2009, no. 10 (67), pp. 132–136.
33. Ermishkin V.A., Murat D.P., Podbelsky V.V. Application of the photometric analysis of structural images to the evaluation of resistance to fatigue fracture. *Avtomatizatsiya i sovremennye tekhnologii*, 2008, no. 2, pp. 11–21.
34. Plekhov O.A., Panteleev I.A., Leontiev V.A. Особенности выделения тепла и генерации сигналов акустической эмиссии при циклическом деформировании армко-железа. *Fizicheskaya mezomekhanika*, 2009, vol. 12, no. 5, pp. 37–43.
35. Marom E. Holographic correlation. In: *Golograficheskie nerazrushayushchie issledovaniya* [Holographic Nondestructive Investigations]. M., Mashinostroenie Publ., 1979, pp. 164–194.
36. Marom E., Muller R.K. Optical correlation for impending fatigue failure detection. *International Journal of Nondestructive Testing*, 1971, vol. 3, iss. 2, pp. 171–187.
37. Kozubenlo V.P., Potichenko V.A., Borodin Yu.S. Examination of fatigue of metals by the speckle-correlation. *Strength of Materials*, 1989, vol. 21, iss. 7, pp. 953–958. DOI: 10.1007/BF01529623.
38. Kamantsev I.S., Vladimirov A.P., Borodin E.M. Исследование процессов зарождения трещин при многоциклового усталости трубной стали 09Г2С с использованием метода спеклинтерферометрии. *Vestnik TGU*, 2013, vol. 18, iss. 4, pp. 1881–1882. (In Russian).
39. Vladimirov A.P., Kamantsev I.S., Ishchenko A.V., Gorkunov E.S., Gladkovsky S.V. Изучение процесса зарождения усталостной трещины по изменению рельефа поверхности образца и ее спекловых изображений. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2015, no. 1, pp. 21–26. (In Russian).
40. Vladimirov A.P., Kamantsev I.S., Veselova V.E., Gladkovski S.V. Using speckle images correlation for real-time inspection of fatigue crack initiation and propagation. In: Peter Lehmann, Wolfgang Osten, Amanda Albertazzi G. Jr., eds. *Optical Measurements Systems for Industrial Inspection IX*, Proceedings of SPIE. Munich, Germany, 2015, vol. 9525, pp. 952525: 1–6. DOI: 10.1117/12.2184703.

41. Eds. Rabal H.J, Braga R.A. *Dynamic Laser Speckle and Applications*, CRC Press, 2008.
42. Briers J.D. Laser speckle contrast imaging for measuring blood flow. *Optica Applicata*, 2007, vol. 37, iss. 1–2, pp 139–152.
43. Malygin A.S., Bebenina N.V., Vladimirov A.P., Mikitas K.N., Baharev A.A. A speckle-interferometric device for studying the cell biological activity. *Instruments and Experimental Techniques*, 2012, vol. 55, iss. 3, pp. 415–418.
44. Vladimirov A.P., Malygin A.S., Mikhailova Yu.A., Bakharev A.A., Poryvaeva A.P. Retrofit Device for Real-Time Evaluation of Metabolic Activity in Herpes Virus Infected Cell Cultures. *Biomedical Engineering*, 2014, vol. 48, iss. 14, pp. 178–181. DOI: 10.1007/s10527-014-9447-9.
45. Vladimirov A.P., Baharev A.A., Malygin A.S., Mikhailova J.A., Novoselova I.A., Yakin D.I. Application of speckle dynamics for studies of cell metabolism. In: Pietro Ferraro, Simonetta Grilli, Monika Ritsch-Marte, David Stifter, eds. *Optical Methods for Inspection, Characterization, and Imaging Biomaterials II*, Proceedings of SPIE. Bellingham, WA, 2015, vol. 9529, pp. 95291F: 1–10. DOI: 10.1117/12.2184605.
46. Baharev A.A., Vladimirov A.P., Malygin A.S., Mikhailova Y.A., Novoselova I.A., Yakin D.I., Druzhinin A.V. Dynamic speckle-interferometer for intracellular processes analyses at high optical magnification. In: Pietro Ferraro, Simonetta Grilli, Monika Ritsch-Marte, David Stifter, eds. *Optical Methods for Inspection, Characterization, and Imaging Biomaterials II*, Proceedings of SPIE. Bellingham, WA, 2015, vol. 9529, pp. 95291G: 1–9. DOI: 10.1117/12.2184622.
47. Tikhomirov A.M. Impedans biologicheskikh tkanei i ego primeneniye v meditsine [Impedance of biological tissues and its application in medicine]. M, RGMU Publ., 2006, 12 p.

Подана в журнал: 17.08.2015 г.
УДК 535.417:620.16
DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.027-057

ДИНАМИЧЕСКАЯ СПЕКЛ-ИНТЕРФЕРОМЕТРИЯ МИКРОСКОПИЧЕСКИХ И МАКРОСКОПИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ В ДЕФОРМИРУЕМЫХ СРЕДАХ

А. П. Владимиров

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения
Уральского отделения Российской академии наук, ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация*

*Ответственный автор. Электронная почта: vap52@bk.ru; адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, 620049,
Екатеринбург, Российская Федерация. Телефон: +7 (343) 375–35–98; факс: +7 (343) 374–53–30

Кратко рассмотрены теория динамического варианта оптической спекл-интерферометрии и ее применение для изучения в реальном масштабе времени макроскопических и микроскопических процессов, протекающих в деформируемых средах. В теоретической части показано, что макроскопические поступательные перемещения, повороты и деформации тел удобно изучать по перемещению всей картины спеклов, а также по смещению интерференционных полос двух спекл-полей, в то время как микроскопические явления – по изменению структуры спекловых изображений. В работе приведены примеры применения разработанных автором оригинальных методик для определения поворотов, деформаций при упругих и пластических деформациях тел, регистрации ультразвуковых волн, а также для изучения особенностей зарождения трещины при многоциклового усталости материалов. Показано практическое применение разработанных методов для контроля макро- и микропроцессов в живых клетках.

Ключевые слова: спеклы, динамика спеклов, спекл-интерферометрия, перемещения, деформации, повороты, повреждения, многоциклового усталость, трещина, остаточный ресурс, живые клетки, метаболизм.

1. Введение

Если шероховатый объект осветить когерентным оптическим излучением, то вблизи объекта и за линзой, которая формирует изображение объекта, возникает макроскопически однородное, но в микроскопическом смысле неоднородное распределение интенсивности рассеянного излучения. В силу того, что высоты микрорельефа поверхности случайны, волны, отраженные от разных микроскопических площадок поверхности, имеют случайные амплитуды и фазы. В результате взаимной интерференции множества таких волн и возникает пятнистая или «спекловая» структура рассеянного излучения.

При нарушении по какой-либо причине поверхности объекта изменяются амплитуды и фазы отраженных волн, следовательно, изменяется и картина спеклов. Изменение амплитуд и фаз волн может быть обусловлено перемещением объекта как целого и его жестким поворотом или малыми изменениями расстояний между площадками вследствие упругих деформаций поверхности. Причиной может быть малое или сильное изменение микрорельефа поверхности из-за коррозии, разрыхления материала ионизирующим излучением, усталостью материалов и т.д. Указанные макроскопические и микроскопические процессы могут протекать одновременно.

Следует отметить, что картину спеклов можно сформировать и при изучении объектов с зеркальной поверхностью, а также прозрачных объектов, осветив их через матовое стекло. К примеру, таким объектом являются живые клетки, культивированные или осажденные на прозрачной подложке. Установлено, что при наличии свободного пространства

клетки могут изменять свою форму, а внутриклеточные процессы случайным образом изменяют фазы прошедших сквозь клетку волн.

Таким образом, по характеру изменения картины спеклов становится возможным изучать и контролировать явления, происходящие на поверхности или вблизи поверхности отражающих тел или внутри прозрачных сред.

Если два деформируемых тела осветить когерентным излучением от одного источника света, а затем с помощью систем зеркал наложить спекловые их изображения, то в области перекрытия спеклов возникнет квазипериодическое изменение интенсивности излучения, вызванное относительным перемещением двух тел. Данное явление также можно использовать для анализа деформаций тел.

В настоящее время известно использование изменений, смещений и интерференции спекл-полей для изучения макроскопических явлений, а именно: для определения перемещений, скорости движения, поворотов и упругих деформаций тел [1–7]. Вместе с тем логика развития оптики спеклов и нужды практики ставят задачу анализа не только макроскопических, но и микроскопических процессов, протекающих на структурном уровне. Например, подобная задача возникает при изучении явлений, сопровождающих зарождение трещины при многоциклового усталости металлических материалов, а также при анализе процессов, протекающих в мембране клеток живых систем. Актуальность таких исследований связана с разработкой методики оценки остаточного ресурса элементов конструкций, а в случае биологических объектов выбором лекарственных средств для конкретного пациента.

В данной статье под микроскопическим процессом понимается процесс, протекающий на структурном уровне. Считается, что параметры, характеризующие такой процесс, получаются усреднением на отрезке, длина которого равна характерному размеру структуры объекта. Параметры, характеризующие макроскопическое явление, определяются на базах, превышающих пространственный интервал корреляции параметров, характеризующих микроскопический процесс.

Поскольку свойства материалов на структурном уровне случайны, то амплитуды и фазы, отраженных от объекта или прошедших сквозь объект волн, случайным образом изменяются в пространстве и во времени. В общем случае решение задачи по установлению связи между параметрами, характеризующими динамику фаз волн, и динамикой спеклов, является очень непростой задачей. В последнее время наблюдается определенный прогресс в решении подобных задач. Целью данного обзора является обсуждение известных, а также новых результатов, полученных при разработке методов динамической спекл-интерферометрии и ознакомление с возможностями их практического применения. В краткой теоретической части статьи рассматриваются связи между перемещениями, поворотами и деформациями элементов среды, детерминировано изменяющими фазы отраженных или прошедших сквозь объект волн и параметрами, характеризующими динамику спеклов и интерференцию спекл-полей. Анализируются также соотношения между величинами, характеризующими случайные изменения фаз волн и параметрами динамики спеклов. Обосновывается метод усреднения спеклов во времени, использование которого позволило при изучении микроскопических процессов получать хорошо воспроизводимые данные. Рассматриваются недавно полученные результаты по практическому применению метода усреднения во времени, а именно: для изучения процесса зарождения трещин при многоциклового усталости материалов без останковки циклического нагружения и для анализа активности живых клеток при наличии внешних воздействий.

2. Теория рассеяния когерентного излучения деформируемой средой

2.1 Геометрия свободного пространства

2.1.1 Динамика спеклов в свободном поле

Динамика спеклов в свободном пространстве, вызванная деформациями освещенного участка поверхности, впервые теоретически подробно была изучена И. Ямагучи [8]. Он рассмотрел случай, когда направления освещения и наблюдения близки к нормали изучаемой плоской поверхности. Рассматривались двумерные перемещения спеклов в плоскости, расположенной на некотором расстоянии от объекта. В работе [9] были изучены закономерности динамики спеклов в более общей постановке задачи. Рассматривался малый трехмерный прозрачный объект с точечными центрами рассеяния при произвольном расположении в пространстве источника света и точки наблюдения. Исследовались трехмерные перемещения, повороты, однородные деформации объекта, и вызванные ими трехмерные смещения спеклов. Кроме того, в отличие от Ямагучи, предполагалось, что фазы волн вблизи центров рассеяния могут изменяться случайным образом. Предполагалось также, что отсутствует многократное рассеяние волн, случайные амплитуды и фазы волн, координаты, число центров рассеяния независимы, но имеется корреляция случайных фаз волн во времени. Используя эти приближения, мы получили выражение для функции взаимной корреляции интенсивности излучения в двух пространственно-временных точках \vec{q}, t и $\vec{q} + \Delta\vec{q}, t_2$, равное произведению двух функций:

$$B_{1,2}(\vec{q}, t_1; \vec{q} + \Delta\vec{q}, t_2) = B_{1,2}(\vec{u}, \varepsilon, \Omega, \Delta\vec{q}) \times B_{1,2}(t_1, t_2). \quad (1)$$

Первая функция, зависящая от пространственных координат, определялась следующим выражением:

$$B_{1,2}(\vec{u}, \varepsilon, \Omega, \Delta\vec{q}) = \left\langle N \right\rangle \frac{1}{V_0} \iiint_V \sqrt{I_{01}(\vec{r}) I_{02}(\vec{r} + \vec{u})} \exp\{-ikF_0(x, y, z)\} dx dy dz \Big|^2, \quad (2)$$

где \vec{u} – вектор поступательного перемещения объекта; ε – тензор малых деформаций; Ω – тензор поворотов объекта; $\Delta\vec{q}$ – вектор, соединяющий две точки наблюдения; $\langle N \rangle$ – среднее по ансамблю число центров рассеяния; V_0 – объем области V ; $I_{01}(\vec{r})$ и $I_{02}(\vec{r} + \vec{u})$ – распределения освещающего излучения в моменты времени t_1 и t_2 соответственно; начало декартовой системы координат находилось в пределах области V ; $F_0(x, y, z)$ – кубическая форма уравнения $F_0(x, y, z) = 0$:

$$F_0(x, y, z) = e_{111}x^3 + e_{222}y^3 + e_{333}z^3 + e_{112}x^2y + e_{113}x^2z + e_{221}y^2x + e_{223}y^2z + e_{331}z^2x + e_{332}z^2y + e_{123}xyz + e_{11}x^2 + e_{22}y^2 + e_{33}z^2 + e_{12}xy + e_{13}xz + e_{23}yz + e_1x + e_2y + e_3z + e_0. \quad (3)$$

Выражения для коэффициентов кубической формы e_{111}, \dots, e_3 , кроме несущественного члена e_0 , приведены в Приложении 1 работы [9].

Коэффициенты e_i, e_{ij}, e_{ijk} ($i, j, k = 1, 2, 3$) зависят от расстояний ρ_S, ρ_q от начала координат до источника излучения и до точки \vec{q} соответственно, от компонент векторов $\vec{u}, \Delta\vec{q}$,

тензоров Ω и ε , а также от компонент единичных векторов \vec{l}_s и \vec{l} , направленных от начала координат к источнику излучения и \vec{q} , соответственно.

Автокорреляционная функция $B_{1,2}(t_1, t_2)$, зависящая только от временных координат, в точности совпадает с аналогичной функцией, полученной при изучении динамики спеклов в области изображения объекта. Поэтому свойства этой функции будут рассмотрены в разд. 2.2.2.

Вектор $\Delta\vec{q}$, соединяющий точку \vec{q} и положение пика функции $B_{1,2}(\Delta\vec{q})$, является и вектором перемещения спеклов. Автору не удалось установить для общего случая аналитические соотношения между перемещениями, деформациями, поворотами области V и компонентами вектора перемещения спеклов из-за сложности аналитического вычисления интеграла в (2). Вывод таких соотношений может быть предметом дальнейших исследований. Вместе с тем анализ формул (2) и (3) показал, что если углы между направлением освещения и направлениями наблюдения достаточно велики ($\geq \pi/6$), то в выражении (3) членами, содержащими в виде сомножителей e_{ij} и e_{ijk} , можно пренебречь. В этом случае интеграл в (2) легко берется, а между компонентами вектора $\Delta\vec{q}$, вектора \vec{u} , тензоров ε, Ω появляется линейная связь. Таким образом, освещая лучом лазера участок поверхности и определяя из эксперимента в окрестности разных точек наблюдения компоненты вектора смещения спеклов $\Delta\vec{q}$, из системы линейных уравнений можно определить все девять неизвестных – компоненты вектора \vec{u} , тензоров ε и Ω . Конкретная реализация этой методики в общем виде является предметом дальнейших исследований.

В монографии [10] были представлены некоторые частные случаи, в которых динамика спеклов возникает вследствие различных типов поступательных перемещений, поворотов, деформаций или их комбинаций. Модельные эксперименты показали хорошее согласие с теорией. Теоретически было показано, что если на поверхности плоского объекта деформации ε_{xx} и ε_{yy} не равны нулю, то имеет место перемещение спеклов по нормали поверхности. Данный эффект был выявлен при термическом расширении образца в форме цилиндра. Описание этого опыта можно найти в работах [10, 11].

2.1.2 Интерференция спекловых волн, отраженных от двух деформируемых тел

Если два отдельных шероховатых объекта или два участка одного объекта осветить когерентным излучением от одного источника света, то в свободном пространстве возникнут два спекл-поля. Поскольку в пределах одного спекла волновой фронт в первом приближении можно рассматривать как однородный, то в области перекрытия двух спеклов возникает картина интерференции, как в опыте Юнга по интерференции двух волн. Период или ширина интерференционных полос Δ равна $\lambda/[2\sin(\theta/2)]$, где θ – угол между линиями, проведенными от точки наблюдения к центрам освещенных участков.

В [10] представлено решение теоретической задачи об интерференции спекл-полей, отраженных от двух деформируемых тел. В этой задаче использовалась рассмотренная в предыдущем параграфе модель деформируемого рассеивающего тела. Предполагалось, что тела перемещаются поступательно, поворачиваются и деформируются произвольным образом, а вблизи центров рассеяния фазы волн изменяются случайным образом. Было установлено, что повороты, деформации и случайные изменения фаз волн приводят к смещениям и изменению картины спеклов, а изменение периода интерференционных полос (сдвиг полос) возможен только при поступательном перемещении объектов. Для интенсивности излучения I в произвольной точке наблюдения была получена формула:

$$I = I_1 + I_2 + 2I_{12} \cos \left\{ k \left[\Delta \rho - \vec{u}_{10} (\vec{l}_{s1} + \vec{l}_{q1}) + \vec{u}_{20} (\vec{l}_{s2} + \vec{l}_{q2}) + \varphi_0 \right] \right\}, \quad (4)$$

где I_1 и I_2 – интенсивности излучения в точке при отсутствии поочередно второго и первого тела соответственно; I_{12} – амплитуда периодически изменяющейся интенсивности, зависящая от перемещений, поворотов и деформаций тел, а также от случайно изменяющихся фаз волн; $k = \lambda / (2\pi)$; $\Delta \rho$ – разность величин $\rho_s + \rho_q$ для двух тел; \vec{u}_{10} и \vec{u}_{20} – поступательные перемещения первого и второго тела соответственно; $\vec{l}_{s1} + \vec{l}_{q1}$ – сумма единичных векторов, направленных от центра первого объекта к источнику света и в точку наблюдения соответственно; $\vec{l}_{s2} + \vec{l}_{q2}$ – аналогичная сумма для второго объекта; φ_0 – константа, учитывающая случайный скачок фазы при переходе от одного спекла к другому.

Из формулы следует, что если в шести точках свободного пространства зафиксировать периоды интерференции, то можно определить компоненты векторов \vec{u}_{10} и \vec{u}_{20} . В [10, 11] экспериментально было показано, что если направления освещения и наблюдения объектов выбраны таким образом, что сумма $-\vec{u}_{10} (\vec{l}_{s1} + \vec{l}_{q1}) + \vec{u}_{20} (\vec{l}_{s2} + \vec{l}_{q2})$ равна нулю, то положение интерференционных полос не меняется вплоть до уменьшения I_1 или I_2 до нуля. В том случае, когда указанная сумма не равна нулю, происходит смещение интерференционных полос.

Пусть $\vec{l}_{s1} = \vec{l}_{s2} = \vec{l}_s$, $\vec{l}_{q1} = \vec{l}_{q2} = \vec{l}_q$, что можно обеспечить на практике с помощью систем зеркал. Введем вектор относительного перемещения $\Delta \vec{u} = \vec{u}_{20} - \vec{u}_{10}$. Тогда из (4) следует, что

$$\Delta \vec{u} (\vec{l}_s + \vec{l}_q) = \lambda \Delta N, \quad (5)$$

где $\Delta N = N - N_0$; N и N_0 – порядки полос до и после перемещения тел на $\Delta \vec{u}$. Отметим, что выражение (5) точно совпадает с аналогичной формулой в голографической интерферометрии. Выведенная в работе [12] формула (5) была использована для определения разности перемещения двух освещенных участков упруго деформированного цилиндра и определения его деформации. Было установлено хорошее совпадение между деформациями, найденными по интерференции спекл-полей и с помощью электрического тензометра. Применение этого варианта интерференции спекл-полей для регистрации ультразвуковых колебаний рассмотрено в разд. 3.

Из формулы (4) следует, что когда мы работаем с одним объектом, то $\vec{u}_{10} = \vec{u}_{20} = \vec{u}$, $\vec{l}_{s1} = \vec{l}_{s2} = \vec{l}_s$. При выборе двух направлений наблюдения и совмещении с помощью системы зеркал спекловых волн, распространяющихся вдоль выбранных направлений, в области перекрытия двух спеклов действует формула $\vec{u} (\vec{l}_{q1} - \vec{l}_{q2}) = \lambda \Delta N$. Как видно, данная формула позволяет реализовать эксперимент по определению компонент вектора \vec{u} .

2.2 Однолинзовая система наблюдения

2.2.1 Динамика спеклов в области изображения деформируемого тела

Для плоского отражающего объекта при направлениях освещения и наблюдения, близких к нормали, на основе модели точечных рассеивателей, непрерывно занимающей некоторую область, задача о динамике спеклов в области изображения поверхности была решена

И. Ямагучи [8]. В отличие от [8], в работе [9] сделано обобщение на случай трехмерного деформируемого тела, произвольного расположения источника излучения и при наличии случайных изменений фаз вблизи рассеивающих центров. Динамика спеклов рассчитывалась на основе модели трехмерной деформируемой рассеивающей среды, рассмотренной в разд. 2.1.1. Обозначения, принятые в расчетах работы [9], приведены на рис.1.

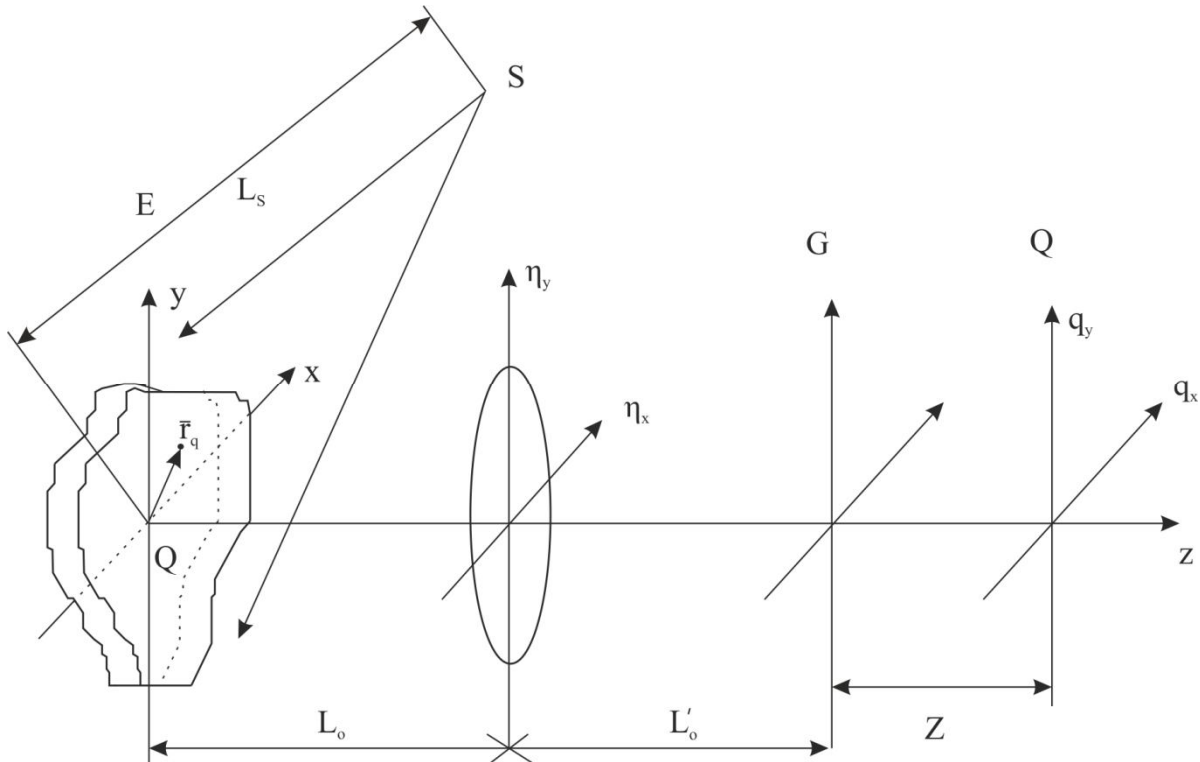


Рис. 1. Система координат и обозначения

Здесь E и G – это сопряженные плоскости; Q – плоскость наблюдения, которая располагается на расстоянии Z от плоскости G. Прозрачное тонкое трехмерное тело толщиной 2Z₀ с расположенными внутри точечными рассеивающими центрами освещается источником когерентного излучения с длиной волны λ из точки S. Главной задачей анализа, как и ранее, являлось вычисление функции корреляции интенсивности излучения B_{1,2}(t₁, t₂, q̄, q̄ + Δq̄). В расчете используются следующие приближения: в окрестности точки r̄_q, сопряженной точке q̄, имеется большое число центров рассеяния; повороты и деформации среды однородны; случайные изменения разности фаз пар волн вблизи центров рассеяния скоррелированы во времени. В этих приближениях выражение для функции корреляции интенсивности излучения в двух пространственно-временных точках имеет вид:

$$B_{1,2}(t_1, t_2, \vec{q}, \vec{q} + \Delta\vec{q}) = B_{1,2}(t_1, t_2) \left| \frac{1}{2Z_0} \int_{-Z_0}^{Z_0} e^{-ikF_{0sz}} dz \int \int p(\vec{\eta}) p^*(\vec{\eta} + \vec{A}_p) \cdot \exp \left\{ + ik \frac{\vec{\eta}}{L'_0 + Z} [\Delta\vec{q} - \vec{A}(\vec{u}, \Omega, \varepsilon)] \right\} d^2\vec{\eta} \right|^2, \quad (6)$$

где B_{1,2}(t₁, t₂) – временная автокорреляционная функция интенсивности излучения; F_{0sz}, A_p и A(u, Ω, ε) – величины, зависящие от вектора поступательного перемещения ū точки r̄_q и от

поворотов и деформаций в ее окрестности [9, 10]. В частности для компоненты вектора перемещения спеклов $A_y(\vec{u}_0, \Omega, \varepsilon)$ было получено следующее выражение:

$$A_y(\vec{u}_0, \Omega, \varepsilon) = -mu_{y0} + \frac{Z}{L_0} \left\{ (-mu_{y0} - u_{y0}) - L_0 [(\varepsilon_{xy} - \Omega_z)l_{sx} + \varepsilon_{yy}l_{sy} + (\varepsilon_{yz} + \Omega_x)l_{sz} + 1] + \frac{1}{L_s} u_{x0} l_{sx} l_{sy} + \frac{1}{L_s} u_{y0} (l_{sy}^2 - 1) + \frac{1}{L_s} u_{z0} (l_{sy} l_{sz}) \right\}. \quad (7)$$

Из формулы (6) следует, что функция достигает максимума при $\Delta \vec{q} = \vec{A}(\vec{u}, \Omega, \varepsilon)$, следовательно, вектор \vec{A} является вектором перемещения спеклов. Анализ формулы (6) показал также, что если $Z=0$, т.е. динамика спеклов регистрируется в плоскости изображения объекта, то смещения спеклов вызываются только поступательными перемещениями объекта, а декорреляция спекл-поля может быть обусловлена как перемещениями, так и деформациями и поворотами. В том же случае, когда плоскость наблюдения смещена относительно плоскости изображения объекта ($Z \neq 0$), смещения спеклов могут быть вызваны также деформациями и поворотами. Эти случаи были подробно рассмотрены при разработке методик определения поворотов [13] и деформаций [14] элементов поверхности (разд. 3).

2.2.2 Микроскопические процессы и динамика спеклов

Временная функция корреляции интенсивности излучения $B_{1,2}(t_1, t_2)$, учитывающая случайные изменения фаз волн, фигурирующая в формулах (1) и (6), имела следующий вид:

$$B_{1,2}(t_1, t_2) = e^{-k_{11} - k_{22} + 2k_{12}}, \quad (8)$$

где k_{11} и k_{22} – дисперсии фаз волн в моменты времени t_1 и t_2 соответственно; k_{12} – смешанный корреляционный момент фаз волн в моменты времени t_1 и t_2 . Следует отметить, что при выводе выражения (8) было использовано часто применяющееся предположение, что функция корреляции интенсивности излучения равна квадрату модуля взаимной интенсивности [15]. Равенство справедливо, если в точке наблюдения реальная и мнимая части суммарной комплексной амплитуды распределены по закону Гаусса, а фаза однородно распределена в интервале от $-\pi$ до $+\pi$. В работах [16, 17] выражение $B_{1,2}(t_1, t_2)$ для отражающего и тонкого прозрачного объекта было получено без использования такого упрощения. В предположении, что случайной величиной является не фаза волны, а разность фаз x пар волн, вместо (8) было получено

$$B_{1,2}(t_1, t_2) = I^2 N(N-1) \cos(\langle x_1 \rangle - \langle x_2 \rangle) e^{-\frac{1}{2}k_{11} - \frac{1}{2}k_{22} + k_{12}}, \quad (9)$$

где I – интенсивность, соответствующая одному центру рассеяния; N – число центров рассеяния, расположенных в области, размер которой равен линейному разрешению линзы; $\langle x_1 \rangle$ и $\langle x_2 \rangle$ – средние по ансамблю объектов значения x в моменты времени t_1 и t_2 соответственно. Из формулы (9) следует, что если микроскопические процессы случайным образом изменяют фазы прошедших сквозь тонкий объект или отраженных волн, то по величине $B_{1,2}(t_1, t_2)$ мож-

но контролировать среднее значение, отклонения от среднего и время корреляции (релаксации) фаз волн.

Если процесс изменения разности фаз волн стационарен и однороден, то $\langle x_1 \rangle = \langle x_2 \rangle$, $k_{11} = k_{22}$, $k_{12} = k_{11} \times \rho(\tau)$ [18], и для нормированной временной автокорреляционной функции интенсивности излучения $\eta(\tau)$ получаем

$$\eta(\tau) = e^{-k_{11} + k_{11}\rho(\tau)}. \quad (10)$$

где $\tau = t_2 - t_1$, а $\rho(\tau)$ – нормированная функция автокорреляции разности фаз x волн. В случае, когда τ превышает τ_0 (значение времени корреляции величины x), $\rho(\tau)$ стремится к нулю. Тогда функция $\eta(\tau)$ выходит на постоянный уровень η^* , равный $\exp(-k_{11})$, по которому легко можно определить величину k_{11} . В работах [17, 19] было показано, что в случае, когда разность оптических путей пар волн меньше длины волны λ при выделении флуктуационной части интенсивности нормированная автокорреляционная функция $\eta'(\tau)$ флуктуаций интенсивности совпадает с $\rho(\tau)$. Следовательно, равны и спектральные функции разности фаз волн и флуктуаций интенсивности. Причем, если функция $\rho(\tau)$ является гауссовой, а разности оптических путей превышают λ , спектры разностей фаз волн и интенсивности подобны с фактором k_{11} .

В работе [17] был поставлен эксперимент по проверке корректности формулы (10). Динамика спеклов авторами создавалась путем перемещения моторизованным транслятором тонкой стеклянной пластины, шероховатость которой была аккуратно измерена оптическим профилометром WYKO NT-1100 с погрешностью измерения высоты 3 нм. Значения η находили по изображению участка размером 2×4 мм, а параметр шероховатости R_a – на отрезке длиной 1 мм. Экспериментальная функция $\eta(\tau)$ выходит на постоянный уровень и различие в R_a (среднеквадратическое отклонение высот), найденное по динамике спеклов и профилометром, не превышает 6 %.

2.2.3 Динамическая интерференция спекл-полей, возникающая при совмещении изображения двух деформируемых тел

Задача о динамической интерференции спекл-полей, возникающей при наложении спекловых изображений двух деформируемых тел, теоретически была рассмотрена в работе [9]. В работе использовалась трехмерная модель деформируемого рассеивающего тела (разд. 2.1.1). На рис. 2. приведены основные обозначения теории: два трехмерных деформируемых тела V_1 и V_2 одновременно освещаются одним и тем же источником S когерентного излучения. Два пучка рассеянного излучения, проходя сквозь линзы D_1 и D_2 , с помощью системы зеркал совмещаются. Картина интерференции наблюдается в точке q . Формула, описывающая интенсивности излучения в точке, точно совпадает с выражением (4). Если обеспечить совпадение направлений освещения и наблюдения, то вновь из формулы (4) следует выражение (5). Таким образом, становится возможным определение относительного перемещения точек объектов и по числу периодов интерференции в точке согласно формуле (5).

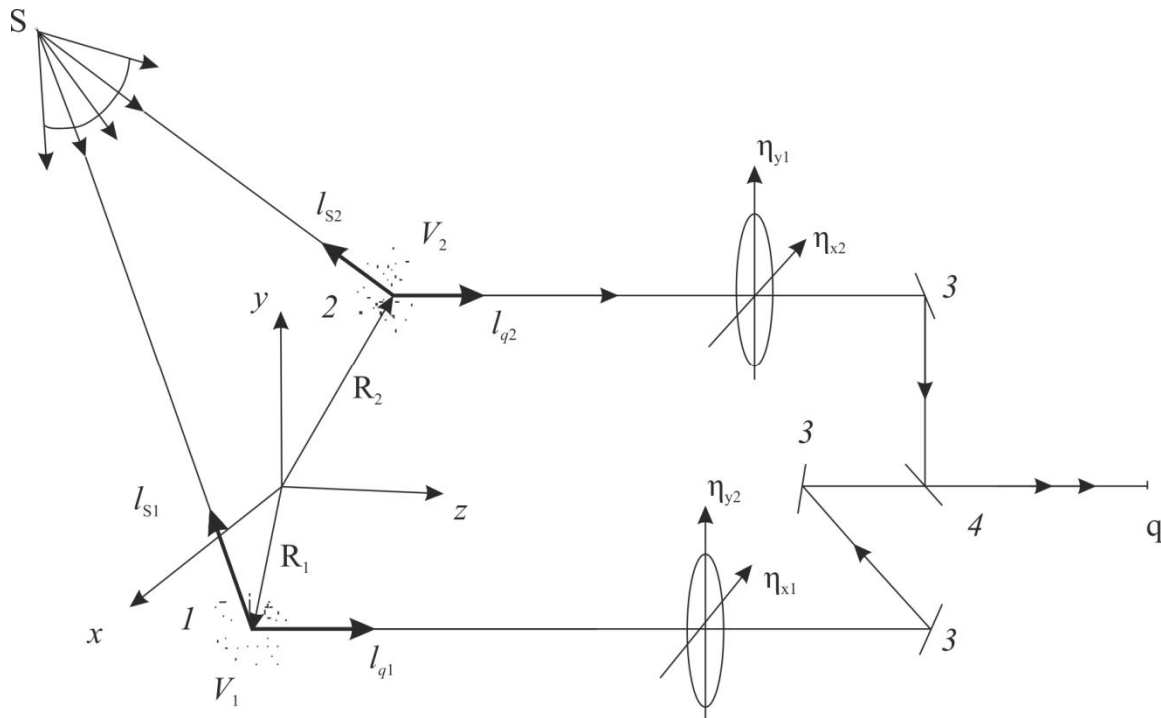


Рис. 2. Система координат и обозначения: 1, 2 – объекты; 3 – зеркала; 4 – полупрозрачное зеркало

2.3 Метод усреднения во времени

2.3.1 Теория динамики спеклов в плоскости изображения периодически деформируемого объекта

Теория динамики спеклов (разд. 2.2.2) была разработана для однородных в пространстве и стационарных во времени случайных процессов. На практике в значительном большинстве случаев микроскопические процессы, протекающие на структурном уровне (изменяющие разность фаз волн), не являются стационарными. В качестве примеров нестационарных процессов можно указать явления, возникающие при многоциклового усталости металлов, в клетках живых биологических объектов, и плоском перемещении шероховатой поверхности. При многоциклового усталости металлов по мере увеличения числа циклов нагружения могут возникать самые различные типы дефектов. В процессе жизнедеятельности клеток изменяются различные параметры, влияющие на длину оптического пути волн. В опыте с шероховатым объектом можно столкнуться с разномасштабностью рельефа поверхности. В указанных примерах возможно наличие различных процессов, протекающих одновременно и с разной скоростью. При анализе подобных процессов зависимости $\eta(\tau)$ не выходят на постоянный уровень, а изменяются сложным образом, плохо воспроизводятся, а интерпретация полученных данных затрудняется.

Для устранения указанных недостатков методика, предложенная в разд. 2.2.2, была усовершенствована. Основная идея модернизации заключалась в использовании усреднения динамики спеклов во времени. Если известно характерное время τ_0 изменения разности фаз волн, соответствующее наиболее быстрому процессу, то время усреднения T_1 регистрируемых оптических сигналов необходимо взять много большим, чем τ_0 . В этом случае динамика спеклов будет формироваться вследствие протекания более медленных процессов, а интерпретация экспериментальных данных может значительно упроститься.

Задача о динамике усредненных во времени спеклов, возникающей в плоскости изображения периодически деформируемой поверхности, была рассмотрена в работе [19]. Точечные рассеивающие центры, расположенные на поверхности, одновременно участвуют в трех

типах движения: периодические (по гармоническому закону с периодом T) и малые поступательные вдоль оси OX , а также малые перемещения, случайные во времени и в пространстве. Усредненная по времени интенсивность излучения \tilde{I} в некоторой точке \vec{q} плоскости изображения регистрируется в течение времени $T_1 \gg T$. Предположим также, что случайные перемещения могут возникать только после завершения очередного цикла периодического движения, а в течение времени T_1 поступательные перемещения по оси X можно считать неизменными. В итоге были получены следующие выражения для $\tilde{I}(\vec{q})$ и $B_{1,2}(t_1, t_2)$:

$$\tilde{I}(\vec{q}) = I_1 + I_2 e^{-k^2 \sigma^2 / 2} \cos(x + \alpha); \quad (11)$$

$$B_{1,2}(t_1, t_2) = I^2 N(N-1) C_0^2 R_{12}(u_x) \cos[(\langle x_2 \rangle - \langle x_1 \rangle)] \times e^{-\frac{1}{2} k_{11} - \frac{1}{2} k_{22} + k_{12}}, \quad (12)$$

где I_1, I_2, α, C_0^2 – константы;

$$R_{12}(u_x) = \frac{2x_s - u_x}{2x_s}, \quad (13)$$

где $2x_s$ – линейное разрешение линзы в направлении оси OX ; $R_{12}(u_x)$ – автокорреляционная функция интенсивности излучения, которая в отсутствие случайных перемещений определяет декорреляцию спекл-поля, вызванную поступательным перемещением поверхности.

В отличие от выражения (9), в формулах (11) и (12) величина x , усредненная по времени T_1 , является разностью фаз пар волн. Величина σ^2 в формуле (11) – дисперсия величины x .

В выражениях (11) и (12) отсутствует параметр, характеризующий периодические движения поверхности. Это обусловлено тем, что в них фигурирует усредненная по времени интенсивность, которая в отсутствие поступательного перемещения и случайных смещений центров рассеяния не будет изменяться. При этом наблюдатель не будет видеть изменяющееся во времени спекловое изображение поверхности. Когда в малой области поверхности произойдут процессы, приводящие к необратимому смещению центров рассеяния, структура спеклов изменится.

В работе [19] было найдено также выражение для \tilde{I} в случае, когда в окрестности сопряженной точки на поверхности объекта случайные процессы неоднородны. Предполагалось, что область, размер которой равен разрешению линзы, состоит из двух участков 1 и 2. Для каждого из участков микроскопические процессы однородны, но параметры, характеризующие изменения оптических путей волн, для разных участков различаются. Выражение для \tilde{I} имеет следующий вид:

$$\tilde{I}(\vec{q}) = \tilde{I}_1 + \tilde{I}_2 + 2\tilde{I}_{12} \cos[k\Delta\mu + \theta], \quad (14)$$

где \tilde{I}_1 и \tilde{I}_2 – средние по времени интенсивности, формируемые участками 1 и 2 по отдельности; $\tilde{I}_{12} = I_0 e^{-\sigma_1^2 / 2 - \sigma_2^2 / 2} A_{12}$; I_0, A_{12} и θ – константы; $\Delta\mu = \mu_1 - \mu_2$ – разность средних по времени случайных перемещений μ_1 и μ_2 на участках 1 и 2 соответственно; σ_1^2 и σ_2^2 – их дисперсии.

Похожесть формул (11) и (14) имеет вполне определенный физический смысл. Обе формулы устанавливают связь между $\tilde{I}(\vec{q})$ и случайными перемещениями $u_n = \bar{u}_n(\vec{l}_s + \vec{l}_q)$ центров рассеяния, где n – номер центра рассеяния; \vec{l}_s и \vec{l}_q – единичные векторы, направленные от объекта к источнику излучения и в точку наблюдения соответственно. Величина μ_1 – среднее значение u_n на участке 1, найденное усреднением по участку и по времени; μ_2 – то же самое для участка 2; $\Delta\mu$ – разность средних перемещений. В формуле (11) величина x это усредненные по области и по времени разности перемещений u_n , взятых для различных пар центров рассеяния. Величину x , по-видимому, можно рассматривать как разность перемещений двух точек поверхности, расположенных на некотором «среднем» расстоянии в пределах линейного разрешения линзы.

В целом формулы (9), (10), (11), (12) и (14) можно рассматривать как базу для анализа среднего значения, дисперсии и времени релаксации микроскопических перемещений на поверхности отражающих объектов методом динамической спекл-интерферометрии.

2.3.2 Макро- и микро-процессы в тонких прозрачных средах и динамика спеклов

Задача по установлению связи между динамикой фаз волн, зондирующих тонкий прозрачный (фазовый) объект, и динамикой спеклов в плоскости изображения объекта, рассматривалась в работах [16, 17, 19, 20]. В [16, 17, 19] определялась интенсивность излучения, взятая в фиксированный момент времени, а в [20] было получено точное теоретическое решение задачи для усредненных во времени спеклов. Оптическая система, рассмотренная в работе [20], а также принятые обозначения представлены на рис. 3. Когерентное излучение от точечного источника света (1) освещает тонкий прозрачный диффузор (2), состоящий из точечных центров рассеяния. Волны, рассеянные в области размером $2a_s$ в окрестности точки (6) проходят через разные участки фазового объекта и достигают точки (7). Интерференция множества волн формирует в точке (7) случайное значение интенсивности, а в плоскости q_x, q_y – спекл-поле.

Динамика спеклов появляется при изменении фазы волны на величину ζ_j , равную

$$\zeta_j = \frac{2\pi}{\lambda} \left\{ \int_{l_j} [n_j(l) - n_0] dl \right\} = \frac{2\pi}{\lambda} u_j = k u_j, \quad (15)$$

где $n_j(l)$ – распределение показателя преломления в фазовом объекте вдоль пути j -й волны; l_j – длина пути j -й волны в объекте; n_0 – показатель преломления в отсутствие фазового объекта, интегрирование ведется вдоль пути волны; u_j – оптическая разность хода j -й волны в фазовом объекте.

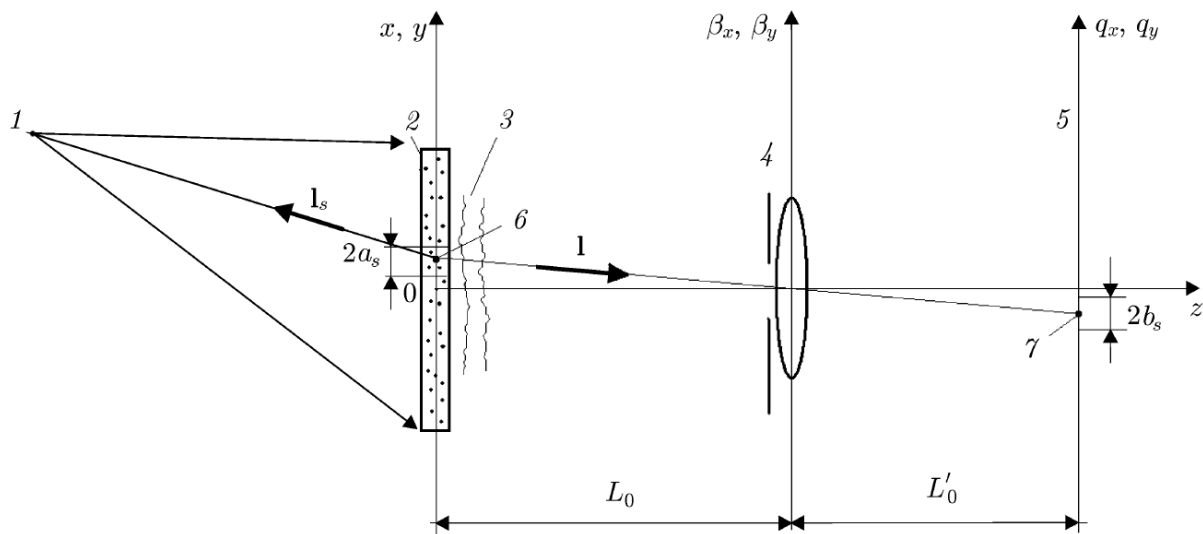


Рис. 3. Оптическая система и обозначения: 1 – освещающий пучок; 2 – диффузор; 3 – фазовый объект; 4 – тонкая линза с диафрагмой; 5 – плоскость изображения; 6, 7 – точки

В результате проведенных расчетов было получено выражение для средней по времени интенсивности излучения \tilde{I} и временной автокорреляционной функции в точке (7). Формула для \tilde{I} точно совпадает с выражением (11), а для автокорреляционной функции справедливо выражение (12), если в нем принять, что $R_{12}(u_x)=1$. Совпадение формул является отражением схожести задач о динамике спеклов для отражающего объекта и для пропускающего тонкого объекта. Различие заключается лишь в том, что в первом случае изменение оптической длины пути j -й волны возникает при изменении величины $u_j = \vec{u}_j(\vec{l}_s + \vec{l}_q)$, где \vec{u}_j – вектор перемещения j -го рассеивающего центра, а для фазового объекта определяется изменением показателя преломления.

Из формулы (12) следует, что если время усреднения превышает время корреляции величины x , то последний член в экспоненте исчезает и автокорреляционная функция зависит от среднего значения и дисперсии величины x . Если теперь значения u_j малы по сравнению с длиной волны λ , то согласно [20] связь между \tilde{I} и x , а также между коэффициентом корреляции η спекловых изображений и k_{22} становится линейной:

$$\tilde{I} \cong \tilde{I}_0 - \tilde{I}_f x, \quad \eta(t) = 1 - (k_{22}(t) - k_{11})/2, \quad (16)$$

где \tilde{I}_0 и \tilde{I}_f – константы; $\eta = B(t_1, t_2)/B(t_1, t_1)$; $t = t_2 - t_1$.

На практике могут встретиться ситуации, когда параметры, находящиеся в формулах (11), (12) и (14) в экспоненте, являются малыми величинами, а расположенные под знаком косинуса, наоборот, относительно большими. В этом случае возможно наблюдение квазипериодического во времени изменения значений \tilde{I} , а также появления отрицательных значений η . Анализ указанных формул показал, что подобные ситуации могут возникать при относительно больших (пластических) локальных деформациях поверхности отражающих объектов и изменении формы прозрачных тел.

3. Применение динамической спекл-интерферометрии

3.1 Определение поворотов и деформаций участков деформируемых тел по смещению спеклов

Ямагучи с соавторами в работе [21] сообщили о спекл-датчике малых деформаций, разработанного на основе своих теоретических исследований [8]. Для определения деформации ε_{xx} поверхность контролируемого объекта освещалась лучом лазера по нормали к поверхности, т.е. по оси OZ , а в плоскости XOZ на расстоянии $L_0 = 20$ см симметрично нормали располагали две фотодиодные линейки, которые регистрировали интенсивность спекловых волн, распространяющихся под углом 45° относительно нормали. Согласно Ямагучи [8], если в выбранной оптической системе с помощью двух линеек определить перемещения спеклов в направлении оси X , то их разность будет пропорциональна только величине ε_{xx} . Проведенные эксперименты показали правильность выбранной модели: получено хорошее совпадение значений ε_{xx} , найденных по смещению спеклов и тензодатчиком.

К недостатку этого метода следует отнести возможность определения деформаций только одной малой ($\approx 10^{-4}$ м) области объекта. На практике же часто появляется необходимость изучения пространственного распределения деформаций. Возможность такого анализа [14] по смещению спеклов рассмотрена в разд. 2.2.1. Из приведенной формулы (7) следует, что если освещать объект двумя пучками с различными длинами волн λ_1 и λ_2 в единой плоскости падения под одинаковыми углами к нормали (ось OZ), а наблюдение производить вдоль оси OZ , и регистрировать на расстоянии Z от плоскости изображения смещения спеклов A_{y1} и A_{y2} от разных источников, то их разность ΔA_y будет связана с деформацией ε_{xx} в окрестности сопряженной точки по формуле:

$$\varepsilon_{xx} = \frac{\Delta A_y}{2Z \cos \theta_y}, \quad (17)$$

где θ_y – угол между осью OY и направлением освещения.

В эксперименте был использован образец из вулканизированной резины. Растяжение образца в направлении оси OY осуществляли моторизованным транслятором с шагом 0,2 мкм. Величину ε_{xx} , найденную по формуле (17), сравнивали с величиной $\varepsilon = \Delta l / l_0$, где Δl – перемещение подвижного захвата; l_0 – длина рабочей части образца. Авторами была выявлена очень хорошая корреляция между значениями ε_{xx} и ε .

Формула (7) была использована для разработки методики, позволяющей определять локальные повороты поверхности [13]. При отсутствии поступательного перемещения объекта из формулы следует, что при освещении и наблюдении по нормали и $Z \neq 0$, жесткие повороты поверхности $\omega_x = \partial u_z / \partial y$ вызовут смещение спеклов по оси OY на величину

$$\Delta A_y = \omega_x 2Z.$$

Для проверки справедливости данной формулы была собрана экспериментальная установка, объектом исследования выбрана шероховатая пластина, которую вращали вокруг оси OX , лежащую на ее поверхности. Полученные данные в целом согласуются с теорией. Как видно из вышеприведенной формулы, имеется положение плоскости наблюдения, где при повороте объекта спеклы не смещаются. В том случае, когда телекамера располагается ближе или дальше от этого положения, на экране наблюдается перемещение спеклов. В этом

опыте обнаружена линейная зависимость смещения спеклов от угла поворота. Величина перемещения, приходящегося на единицу угла поворота, также линейно зависит от расстояния между линзой и плоскостью наблюдения. Однако тангенс угла наклона этой зависимости, найденный равным $1,54 \pm 0,03$, не согласуется с теоретическим значением – 2. Положение плоскости наблюдения с нулевым смещением спеклов также несколько отличается от теоретического положения. Авторы объясняют найденные расхождения несовершенством эксперимента.

3.2 Анализ полей деформационных перемещений по интерференции двух спекл-полей

Корректность теории, изложенной в разд. 2.2.3, и экспериментальная возможность ее использования для изучения полей перемещений деформируемых тел предстали в работах [22, 23]. Схема экспериментальной установки, реализованной в работе [23], приведена на рис. 4. Главной особенностью установки является комбинация трех методов регистрации картин интерференционных полос в плоскости изображения деформируемого объекта: во-первых, классического метода голографической интерферометрии, во-вторых, метода корреляционной спекл-интерферометрии и, в-третьих, нового метода динамической спекл-интерферометрии.

В установке в качестве деформируемого (5) и неподвижного (6) объектов были использованы две одинаковые латунные мембраны диаметром 12 мм, толщиной 200 мкм. Для формирования двух изображений мембран использовалась линза (12) с фокусным расстоянием 100 мм и круглой диафрагмой (11) с диаметром около 0,4 мм. Такая малая диафрагма была необходима для формирования спеклов достаточно больших размеров, для того чтобы минимальный размер спеклов был больше размера отдельного элемента матрицы фотоприемников. Наложение двух спекловых изображений обеспечивали зеркалом (10) и светоделительным кубиком (9).

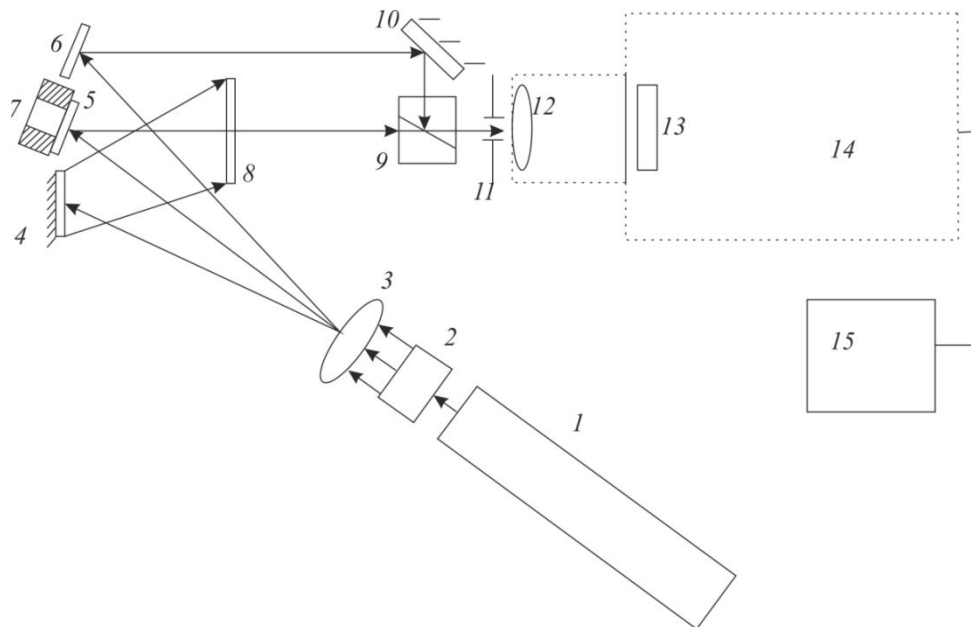


Рис. 4. Схема экспериментальной установки: 1 – лазер; 2 – расширитель луча; 3 – линза; 4 – зеркало; 5, 6 – мембрана; 7 – втулка; 8 – фотопластинка; 9 – светоделительный кубик; 10 – зеркало; 11 – диафрагма; 12 – фокусирующая линза; 13 – матрица фотоприемника видеокамеры; 14 – телекамера; 15 – компьютер

В плоскости изображения мембраны 5 располагалась приемная матрица 13 монохромной телекамеры 14. Видеокадры в формате AVI вводились в компьютер 15. Деформацию мембраны 5 осуществляли пьезоэлементом, наклеенным на ее тыльной стороне. На пьезо-

зоэлемент подавали плавно увеличивающееся напряжение от нуля до 15 Вольт с типичной скоростью 0,2 В/с. После регистрации в память компьютера динамики интерференции спекл-полей, отраженных от объектов 5 и 6, была зарегистрирована серия двухэкспозиционных голограмм. Первое экспонирование фотопластинки 8 осуществляли при напряжении 0 В, вторые экспозиции – при напряжениях от 4 до 15 Вольт. После химической обработки голограмму возвращали на место экспонирования, освещали ее опорным пучком, при этом пучки, освещающие мембраны, перекрывали. Восстановленное изображение мембраны с интерференционными полосами вводили в память компьютера с помощью той же телекамеры 14, при этом малая диафрагма удалялась.

Динамика интерференции в области наложения спекл-полей была обработана с помощью специально разработанного программного обеспечения. Программа в каждой пиксели изображения объекта строила зависимость сигнала от времени, затем подсчитывала число периодов видеосигнала. Доли периодов определяли путем линейной временной интерполяции. Затем на изображение мембраны выводили линии равных периодов интерференции.

Сначала сравнивали данные, полученные методами голографической интерферометрии и динамической спекл-интерферометрии. Сравнение линий равных периодов, полученных с помощью программного обеспечения, с картиной полос, введенной в компьютер с двухэкспозиционной голограммы, показало, что при равенстве напряжений, поданных на пьезоэлемент, имеется хорошее сходство картин полос двух методов (рис.5). Некоторая «негладкость» полос нового метода была связана с несовершенством использованного программного обеспечения. В работе [23] приведен график зависимости порядка интерференции в центре мембраны, найденного новым методом, от порядка полосы, найденного методом голографической интерферометрии. Тангенс угла наклона зависимости в пределах погрешностей был равен единице. Имела место отличная корреляция массивов данных, полученных двумя методами.

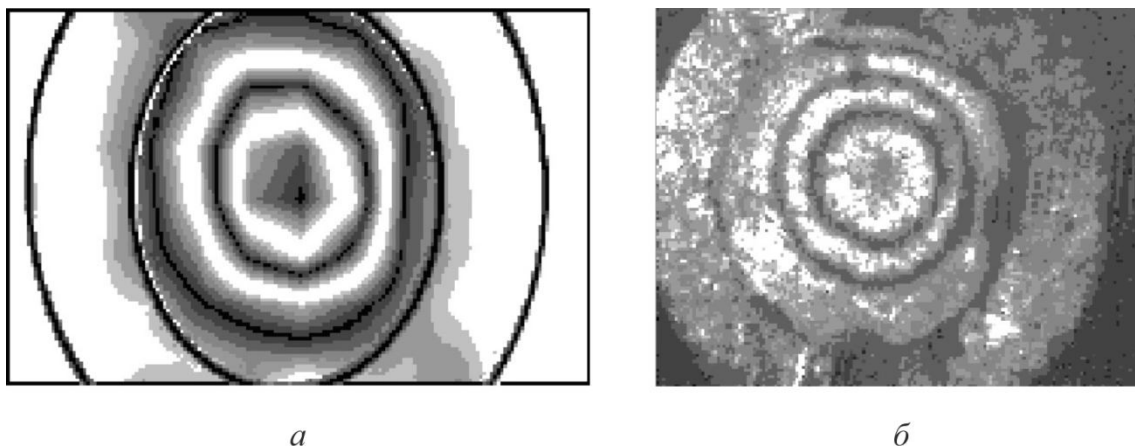


Рис. 5. Картины полос, полученных методами динамической спекл-интерферометрии (а) и голографической интерферометрии (б)

Кадры видеофильма, соответствующие разным деформациям мембраны, были использованы также для регистрации полос корреляции методом корреляционной спекл-интерферометрии (TV-holography). Сигналы в пикселях начального кадра вычитали из сигналов соответствующих пикселей другого кадра. Было обнаружено, что форма полос корреляции соответствует форме полос, представленных новым методом. В работе [10] приведен график зависимости порядка полосы в центре мембраны, найденного по картинам полос корреляции, от величины ΔN , подсчитанной новым методом. Тангенс угла наклона линейной зависимости, найденный методом наименьших квадратов, равен $1,01 \pm 0,01$.

Таким образом, установлено, что имеется совпадение порядков интерференции, а следовательно, и деформационных перемещений, найденных тремя методами: голографической

интерферометрии, корреляционной спекл-интерферометрии и динамической интерферометрии. Такое совпадение свидетельствует о корректности модели рассеивающего объекта, принятых приближений и расчетов, проведенных в разд. 2.2.3.

Отметим, что в работе [10] обсуждался сдвиговый вариант динамической спекл-интерферометрии, аналогичный сдвиговому варианту корреляционной спекл-интерферометрии (shearography), позволяющий определять производные от перемещений по координатам.

В работе [10] дано полное разъяснение факту совпадения данных, полученных методами голографической, корреляционной и динамической интерферометрии. В частности, было показано, что в методе двух экспозиций с помощью голограммы регистрируются и восстанавливаются две спекл-модулированные волны. Эти две волны соответствуют двум состояниям поверхности объекта во время экспозиций. Если же мы наблюдаем восстановленное изображение глазом, то два спекл-поля также накладываются на сетчатке глаза. Волны в идентичных спеклах, соответствующих неперемещенной сопряженной части поверхности, точно совпадают по фазе и совокупность таких спеклов формирует полосу нулевого порядка. В то время как (разд. 2.2) при перемещении элемента поверхности в области перекрытия идентичных спеклов возникает сдвиг фаз волн. Если сдвиг фаз равен π , то в этих областях будет иметь место гашение света, и наблюдатель будет воспринимать совокупность таких областей как темную полосу порядка 0,5. Связь между перемещениями точек поверхности и порядком полос определяем выражением (5). С увеличением величины перемещений область перекрытия в идентичных спеклах уменьшается, а контраст полос падает. Когда величина смещения спеклов превысит его средний размер или произойдет полная декорреляция двух спекл-полей, интерференционные полосы полностью исчезнут.

В новом методе динамической спекл-интерферометрии также имеет место интерференция волн в области перекрытия спеклов. Только в этом случае мы имеем дело с наложением неидентичных спеклов – спеклов от разных объектов. Когда направления освещения объектов и распространения рассеянных волн совпадают, справедлива формула (5), т.е. перемещения поверхности и порядок интерференции связаны таким же образом, как и в методе голографической интерферометрии [5]. В новом методе регистрируются временные периодические изменения интенсивности света, а в методе голографической интерферометрии регистрация полос осуществляется в фиксированный момент времени.

Методы корреляционной и голографической интерферометрии (в настоящее время цифровой вариант последней) активно используются для изучения деформаций тел. Однако недостатки методов ограничивают их применение. Прежде всего, оба метода имеют небольшой диапазон измеряемых перемещений (несколько микрон). Выход за пределы этого диапазона крайне осложняет процесс анализа деформаций в силу плохой различимости интерференционных и корреляционных полос. Метод динамической спекл-интерферометрии позволяет преодолеть указанный недостаток. Уменьшая диаметр точечной диафрагмы линзы, достигаем величины минимального размера спеклов, немного превышающего размера ячейки матрицы фотоприемников. В процессе деформации в конкретной ячейке интенсивность света от одного из спеклов может достигнуть нуля. В этом случае временное квазипериодическое изменение интенсивности прекращается. Тогда мы можем продолжить измерения в соседней ячейке, расположенной в области перекрытия другой пары спеклов. Опыт показал, что такое решение позволяет увеличить диапазон определяемых перемещений до двух порядков.

3.3 Регистрация ультразвуковых волн

Ультразвуковые, в том числе и релеевские волны, традиционно применяются для решения различных задач неразрушающего контроля [24]. В тех случаях, когда требуются бесконтактные измерения, применимы методы двойного электромагнитного акустического пре-

образования (ЭМАП) [24] и интерферометрического [25–29] преобразования акустических колебаний в электрические сигналы. Подобные методики и устройства на их основе важны для определения остаточных напряжений и обнаружения повреждений, влияющих на остаточный ресурс объектов. В работах [26] и [27] были предложены спекл-интерферометрические методики, в которых не требуется предварительной подготовки поверхности. В статье [28] дано подробное описание методики и устройства для регистрации ультразвуковой волны Релея. Показано, что если освещение и наблюдение участков осуществляются перпендикулярно поверхности, то при малых по сравнению с длиной волны перемещениях из формулы (5) для переменной части интенсивности следует, что

$$I = -I_{12} \times \sin\{\varphi_0\} \times \frac{2\pi}{\lambda} (u_1 - u_2), \quad (18)$$

где u_1 и u_2 – соответственно проекции векторов \vec{u}_1 и \vec{u}_2 на нормаль. Регистрацию смещения поверхности при последовательном прохождении по освещенным участкам волны Релея осуществляли с помощью фотоприемника, помещенного в область перекрытия спеклов. Данный способ формирования сигнала, пропорционального величине разности $(u_1 - u_2)$, был реализован в установке, схематически представленной на рис. 6. В качестве источника излучения был использован лазерный модуль 1, луч лазера направлялся на линзу 2. Линза фокусировала луч лазера на поверхность образца 6. Диаметр светового пятна на поверхности был равен 40 мкм. После линзы излучение попадало на светоделительную не поляризационную призму 3, которая разделяла излучение на равные по интенсивности пучки. Вышедшие из призмы 3 лучи попадали на зеркала 4 и 5, которые направляли излучение на поверхность образца 6 по нормали. Освещенные участки поверхности могли располагаться на расстояниях от 5 до 100 мм. Отраженные по нормали пучки зеркалами 4 и 5 направлялись на призму 3, накладывались друг на друга и далее попадали на фотодиод 7. Электрический сигнал с фотодиода поступал на вход усилителя 8, а затем запоминался осциллографом 9. Преобразователь 10, используемый для генерации волны Релея, жестко фиксировали относительно образца с помощью специального узла.

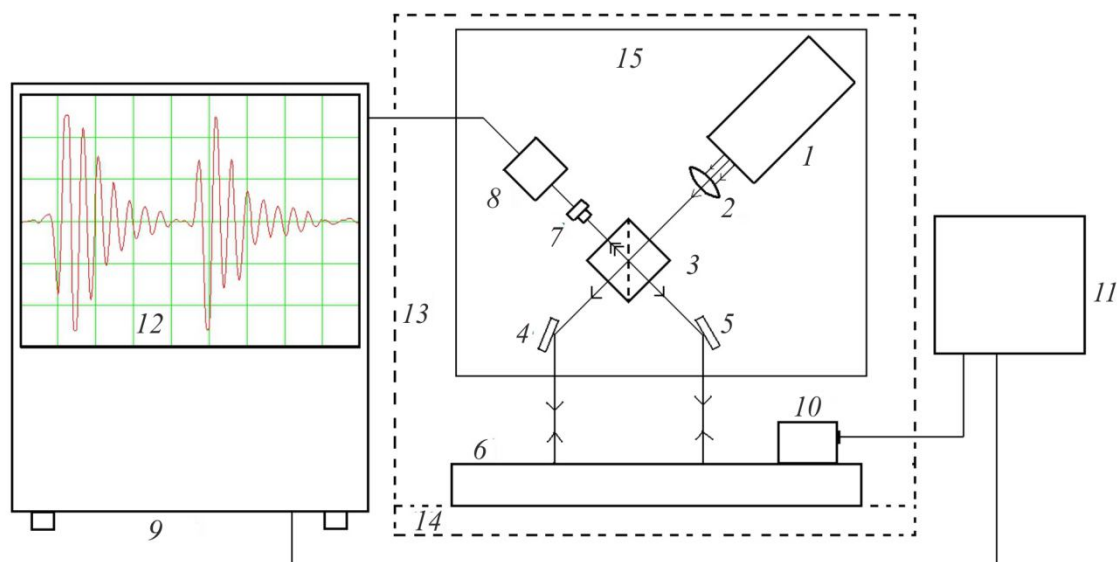


Рис. 6. Схема спекл-интерферометрической установки: 1 – лазер; 2 – линза; 3 – светоделитель; 4, 5 – зеркала; 6 – фиксатор с образцом; 7 – фотодиод; 8 – усилитель; 9 – осциллограф; 10 – преобразователь; 11 – генератор импульсов; 12 – осциллограмма; 13 – плата; 14 – основание; 15 – пластина

В работе [29] методика была модернизирована. Образец вместе с закрепленным на нем пьезо-преобразователем с помощью механического устройства перемещали относительно оптической системы, тем самым изменяли расстояние S между преобразователем и первым освещенным лазером участком. Это устройство позволяло перемещать образец вдоль его оси с шагом 0,2 мкм. В эксперименте фиксировали величину $\Delta S = S - S_0$ (S_0 – начальное значение S) и время распространения Δt_1 упругой волны от преобразователя к первому освещенному участку (рис. 6). В данной методике второй освещенный участок играет второстепенную роль, формируя пучок для интерференции спекл-полей в области фотоприемника. Скорость волны Релея рассчитывали как тангенс угла наклона зависимости ΔS от Δt_1 .

Рассмотренные методики были использованы в работах [27–29] для изучения корреляции между скоростью волны Релея и искажениями кристаллической решетки, возникшими в результате термической обработки и пластической деформации металлов.

3.4 Мониторинг процесса зарождения усталостной трещины без остановки циклического нагружения

В работах [30–34] были проведены исследования возможности использования различных физических методов для выявления повреждений при многоциклового усталости. Подобные исследования, направленные на поиск предвестников макроскопического разрушения, актуальны как с научной, так и с практической точки зрения. Значительный интерес представляют методы, позволяющие изучать накопление усталостных повреждений без остановки циклического нагружения. Так, в работе [34] были изучены особенности выделения тепла и генерации сигналов акустической эмиссии (АЭ) при циклическом деформировании образца из армо-железа. Авторы указали на ряд методических трудностей, возникающих при использовании тепловых эффектов и сигналов АЭ в качестве предвестников усталостного разрушения.

После создания лазеров и обнаружения пятнистой или спекловой структуры когерентного излучения были предприняты многочисленные попытки использовать спеклы для изучения процесса усталости материалов [35–37]. Однако предложенные методы на первых порах не нашли широкого применения из-за их значительной трудоемкости и немоного характера изменения сигналов. Дальнейшее развитие спекл-интерферометрии применительно к процессам усталостного разрушения [38–40] показало, что метод корреляции усредненных во времени спекловых изображений может быть использован для изучения усталости материалов без остановки циклического нагружения.

В разд. 2.3.1 было показано, что отличительной особенностью метода усреднения спеклов является выбор времени экспозиции τ_0 , используемой в эксперименте телекамеры равным или кратным периоду T циклического нагружения. При $\tau_0 = T$ элемент матрицы фотоприемников телекамеры откликается на усредненную за промежуток времени T интенсивность излучения. Если же в объекте отсутствуют необратимые процессы, то при следующих интервалах времени длительностью T оцифрованные значения сигналов будут неизменными. В случае, когда в процессе колебания в объекте начинаются необратимые процессы, влияющие на микрорельеф поверхности, спекл-поле, а за ним и регистрируемые сигналы, будут изменяться.

Этот подход впервые был успешно апробирован в работе [38]. В ней при линейном разрешении линзы в 60 мкм были обнаружены квазипериодические изменения интенсивности излучения и близкая к линейной связь между коэффициентом корреляции спекловых изображений и числом циклов нагружения. В работах [39, 40] была исследована корреляция между изменениями рельефа поверхности и ее спекловых изображений при зарождении, старте и распространении усталостной трещины. Объект исследования – призматический образец размером 10×10×55 мм из низкоуглеродистой стали 09Г2С. С целью локализации места возможного зарождения усталостной трещины на образец был нанесен острый

V-образный надрез типа Шарпи глубиной 2 мм и радиусом в вершине 0,25 мм. После фрезерования и тонкой шлифовки с последующим отжигом в вакууме наблюдаемая сторона некоторых образцов подвергалась полировке для создания хорошей зеркальной поверхности с параметром шероховатости R_a в диапазоне 1÷50 нм.

Циклическое нагружение образца проводили на высокочастотной резонансной испытательной машине MIKROTRON (RUMUL) по схеме трехточечного изгиба с максимальным усилием цикла 1,2 кН при частоте нагружения ≈100 Гц, с коэффициентом асимметрии цикла $R = 0,1$.

Для регистрации спекл-полей была использована оптическая система, схема и геометрические размеры которой представлены на рис.7. Оптическая установка размещалась на платформе испытательной машины. Объект 4 освещали пучком 2 от лазерного модуля 1 типа KLM-N650-40-5 с длиной волны 0,65 мкм и мощностью 40 мВт. При испытании образцов с зеркальной поверхностью в освещающий пучок вводили матовое стекло 3. Картину спеклов регистрировали в плоскости изображения образца. Увеличение, формируемое оптической системой, составляло 0,7 крат. Размер диафрагмы у линзы 5 подбирали таким образом, чтобы минимальный размер спеклов был несколько больше размера фотоэлемента матрицы фотоприемников (6) телекамеры. В экспериментах использовалась монохромная телекамера ВИДЕОСКАН-415М-USB с матрицей, содержащей 782×582 фотоэлемента размером 8,3×8,3 мкм. Выбранное время экспозиции телекамеры, составляющее 0,5 сек, соответствовало 50 циклам нагружения. Регистрацию кадров спекловых изображений в формате BMP осуществляли через 1000 – 2500 циклов нагружения после стабилизации резонансной частоты испытательной машины. Изменение спекл-полей определяли с помощью коэффициента корреляции η двух 8-битных цифровых изображений одинакового размера. Цифровые изображения представляли собой двумерные матрицы, соответствующие одному участку кадра в начальный момент времени t_1 и текущий момент времени t_2 при значениях числа циклов нагружения N_1 и N_2 соответственно. Значения η находили по формуле

$$\eta = \frac{\frac{1}{nm} \sum_{i=0}^{n-1} \sum_{j=0}^{m-1} (A_{ij} - \bar{A})(B_{ij} - \bar{B})}{\left(\frac{1}{nm} \sum_{i=0}^{n-1} \sum_{j=0}^{m-1} (A_{ij} - \bar{A})^2 \right)^{1/2} \left(\frac{1}{nm} \sum_{i=0}^{n-1} \sum_{j=0}^{m-1} (B_{ij} - \bar{B})^2 \right)^{1/2}}, \quad (19)$$

где i, j – номера элементов (пикселей) строки и номера строк матрицы соответственно; n, m – число пикселей строки и число строк матрицы; A_{ij} – числовое значение пикселя с номерами i и j при t_1 ; B_{ij} – числовое значение этого пикселя в момент времени t_2 ; \bar{A} – среднеарифметическая величина числовых значений элементов матрицы при t_1 ; \bar{B} – среднеарифметическая величина числовых значений элементов матрицы в момент времени t_2 .

При достижении 50 000, 100 000 и 110 000 циклов нагружения образец снимали с испытательной машины для регистрации профилей поверхности и определения среднеарифметического отклонения высот рельефа на выбранном участке. Исследование поверхности образцов проводили на оптическом профилометре WYKO NT-1100 и с помощью зондового микроскопа NTEGRA Maximus (NT-MDT) с погрешностями измерения высоты 3 и 0,1 нм соответственно.

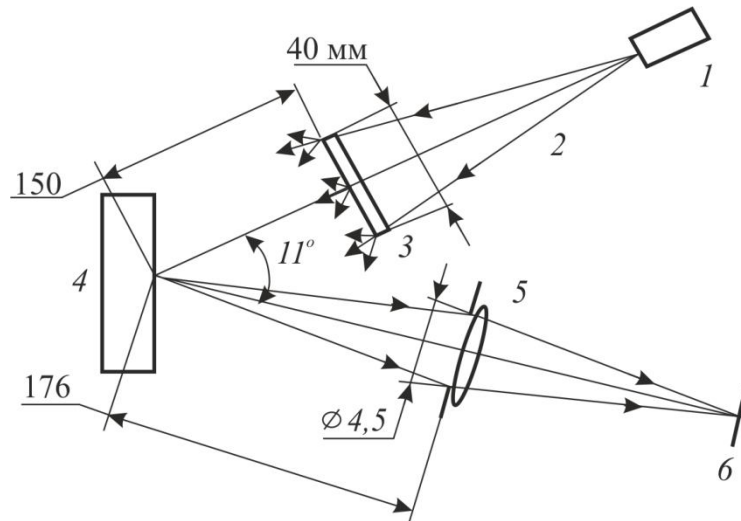


Рис. 7. Схема оптической установки: 1 – лазерный модуль; 2 – освещающее излучение; 3 – матовое стекло; 4 – образец; 5 – линза с диафрагмой; 6 – матрица фотоприемников телекамеры

На рис. 8 приведены взятые из работы [39] трехмерные профили поверхности образца на разных этапах циклического деформирования. Для сравнения на рис. 9 показано распределение величины η при тех же циклах нагружения (значения η определяли на участках размером 8×8 пикселей). На рис.8 видно, что вблизи надреза образовалась зона пластической деформации в виде впадины диаметром ≈ 300 мкм и глубиной около 0,5 мкм. Кроме того, в вершине надреза появилась дополнительная зона размером примерно 30×40 мкм, рельеф которой существенно отличается от окружающего и состоит из хаотично расположенных выступов. Рельеф поверхности в этой зоне характеризуется совокупностью участков диаметром примерно 5–10 мкм, а перепад высот достигает сотен нанометров. Приблизительно на середине этого участка формируется и стартует усталостная трещина.

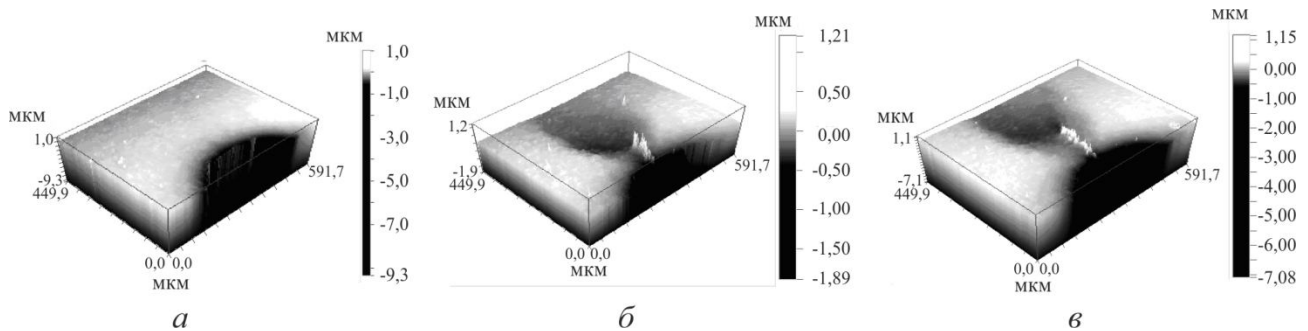


Рис. 8. Трехмерные профили поверхности вблизи надреза: а – N=50 000; б – N= 100 000; в – N= 110 000

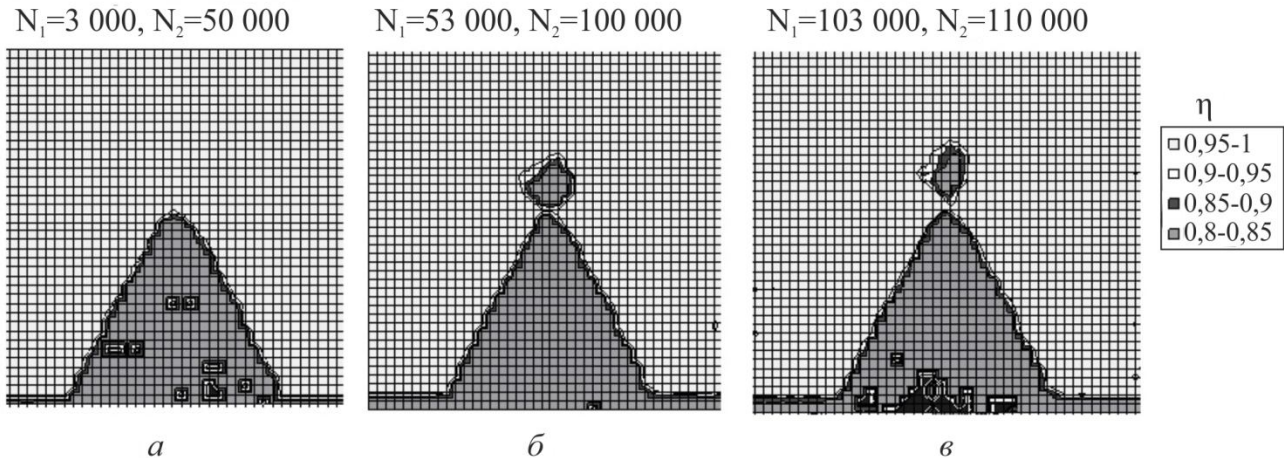


Рис. 9. Распределения величины η на разных этапах испытания образца

Сопоставление динамики спекл-полей и рельефа поверхности в промежутке от 50000 до 100000 циклов нагружения показало, что изменения величины η вызваны четырьмя факторами:

- малыми поступательными перемещениями объекта, по-видимому, связанных с появлением и постепенным накоплением остаточных деформаций. Такие смещения вызывали уменьшение величины η от единицы до 0,99;
- небольшими изменениями шероховатости поверхности в пределах впадины, приводящими к увеличению значения параметра R_a на десятки нанометров при уменьшении значения η примерно на величину 0,05;
- хаотическими изменениями высоты рельефа на сотни нанометров в зоне зарождения усталостной трещины, приводящими к падению значения η в этой зоне до величины 0,7–0,8;
- детерминированным формированием впадины глубиной порядка 1 μm , при котором коэффициент корреляции η резко уменьшается до отрицательных значений, достигающих величины (–0,5) на изображении наиболее крутых склонах впадины.

На основе исследований, проведенных в работах [17, 18, 38–40], можно сделать вывод о том, что разработана новая спекловая методика, позволяющая в процессе циклического нагружения без его остановки находить области поверхности образца, где появляются первые признаки необратимых процессов. Методика позволяет контролировать изменение размеров таких областей вплоть до появления и старта усталостной трещины. Использование этой методики в сочетании с другими методами изучения свойств материалов открывает перспективы выявления механизмов усталостных повреждений и их накопления. Методика перспективна с точки зрения создания физических моделей многоциклового усталости материалов, а на их базе – методов оценки остаточного ресурса элементов конструкций.

3.5 Контроль активности живых клеток

3.5.1 Анализ активности ансамбля клеток

В настоящее время динамика спеклов успешно применяется для изучения процессов в биологических объектах [41], для исследования динамики кровотока [42]. Вместе с тем логика развития оптики спеклов и нужды практики выдвигают задачу изучения микроскопических процессов, протекающих на структурном уровне в клетках человека. В частности, в медицине проблема выбора лекарства для конкретного пациента выдвигает задачу изучения

процессов в клетках и в их мембранах. Поскольку на структурном уровне свойства биологических сред случайны, то при прохождении волн через различные участки клетки, их фаза также случайным образом изменяется во времени. Вследствие этого изменение интенсивности излучения в точке наблюдения становится случайным процессом.

Методические разработки автора в области динамической спекл-интерферометрии деформируемого твердого были успешно использованы им при изучении живых клеток. Принципиальная возможность создания прибора для изучения процессов в живых клетках основана на том, что у человека как замкнутой биологической системы с возрастом функционирование мембран всех клеток становится примерно одинаковым. Поскольку многие болезни людей прямо или косвенно связаны с нарушением функционирования мембран клеток, изучение процессов, происходящих в клетках-свидетелях, позволяет выявить эти нарушения и подобрать средства для их исключения.

Теоретической базой для создания такой методики могут быть закономерности, рассмотренные в разделе 2.3.2, где приводятся соотношения, связывающие параметры оптических путей в тонких биологических объектах и результирующих спеклов в плоскости их изображения. После успешной проверки в работе [16] корректности формулы (12), в работе [43] была исследована и продемонстрирована возможность применения этой теории для изучения активности монослоя клеток, культивированных на прозрачной подложке. Подложка с клетками, помещенная в прозрачную кювету с питательной средой, в качестве объекта исследования устанавливалась в оптическую систему (рис.3). Было установлено, что зависимость $\eta(\tau)$ для клеток в питательном растворе, а также для питательного раствора без клеток, через 5–8 секунд (время релаксации) выходит на постоянный уровень η^* . По этим двум значениям η^* находится величина среднеквадратического отклонения σ_u разности оптических путей Δu пар волн в клетках. Как для питательного раствора, так и для клеток в растворе время релаксации с увеличением температуры линейно уменьшается. Классические культуральные методы доказали, что скорости метаболических процессов в клетках линейно зависят от температуры. Поэтому было предложено использовать величину σ_u в качестве параметра, характеризующего активность ансамбля клеток.

В работе [44] было показано, что при использовании метода усреднения спеклов во времени (разд. 2.3.2), воспроизводимость результатов высокая. В работе [44] изучался процесс изменения активности клеток при воздействии вирусов простого герпеса. Было установлено, что изменение активности можно обнаружить уже через 10 минут после начала измерений. Это время во много раз меньше времени, необходимого для обнаружения наличия герпеса в клетках традиционными методами.

В статье [45] впервые по аналогичной методике изучалась активность клеток, осажденных на прозрачную подложку сразу после их размораживания. Размороженные клетки, в отличие от культивированных, постоянно находились в двумерном движении и взаимодействии друг с другом. Проведенное исследование показало, что если для определения величины η по формуле (19) выбирается участок поля зрения, содержащий от 4 до 200 клеток, то зависимости $\eta(t)$ примерно через полчаса после размораживания выходили на постоянный уровень η^* . Такая асимптотическая зависимость наблюдалась для разных участков поля зрения. Коэффициент множественной корреляции для четырех зависимостей $\eta(t)$, взятых на разных участках, а также при регистрации их последовательно друг за другом, находился в пределах от 0,8 до 0,9.

3.5.2 Изучение внутриклеточных процессов

В статье [46] представлен спекл-интерферометр для изучения внутриклеточных процессов по методике, рассмотренной в предыдущем разделе. Объекты исследования – отдель-

ные клетки, осажденные на стеклянную пластину после их размораживания. Исследовались как изолированные клетки, так и находящиеся в монослое (рис.10).

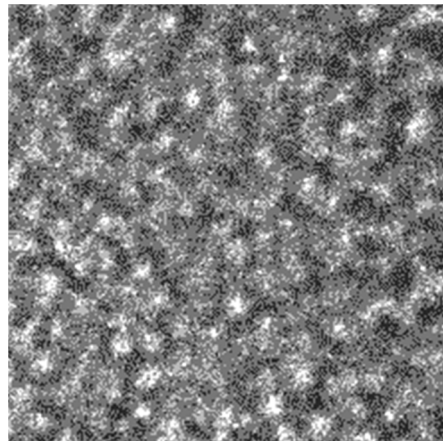


Рис. 10. Типичный фрагмент спеклового изображения клеток

Просмотр фильма, составленного из зарегистрированных кадров, показал, что большая часть клеток находится в непрерывном движении. Были выбраны клетки неподвижные с точки зрения наблюдателя. Анализ зависимостей $\tilde{I}(t)$ и $\eta(t)$, найденных вне и внутри изображения такой клетки, показал, что методика различает процессы, протекающие в этих областях. В частности, было обнаружено, что изменения \tilde{I} в пространстве и во времени независимы, а величина \tilde{I} в центре клетки значительно выше, чем на периферии. Факт существенного различия величины \tilde{I} в центре и на периферии авторы объясняют тем, что на периферии имеют место более сильные изменения величины σ , фигурирующей в формуле (11). Из этой формулы следует, что при увеличении σ значение \tilde{I} уменьшается.

Кроме того, было обнаружено, что в зависимостях $\eta(t)$, найденных путем усреднения по многим клеткам, значения η уменьшаются до положительных значений 0,1–0,3. В отличие от этого, для участков внутри клетки величина η может принимать и отрицательные значения. Как было отмечено при обсуждении теории в разделе 2.3.2, появление отрицательного значения можно объяснить изменениями среднего значения разности оптических путей волн, проходящих через участки, размеры которых равны линейному разрешению линзы. Из формулы (12) следует, что если по какой-либо причине указанная разность, входящая в аргумент косинуса, превысит четверть длины волны, то величина η принимает отрицательное значение. По-видимому, появление отрицательного значения величины η указывает на изменение формы клетки из-за ее деления или перемещения. На это же указывает и тот факт, что в монослое культивированных клеток, где отсутствуют возможности перемещения и деления клеток, значения η уменьшаются с единицы до 0,7–0,8.

Таким образом, для изучения микроскопических процессов, протекающих внутри клеток, желательно использовать тесно расположенные культивированные клетки не способные к перемещению. В этом случае в формуле (15) влиянием толщины клетки l на длину пути u можно пренебречь, при этом изменение длины пути зондирующих волн будет происходить исключительно вследствие изменения показателя преломления среды. Известно, что показатель преломления n связан с характеристиками среды формулой Лоренц-Лоренца:

$$\frac{n^2 - 1}{\rho(n^2 + 1)} = \bar{r}, \quad (20)$$

где ρ – плотность среды, а \bar{n} – ее удельная преломляющая способность. Для многокомпонентных сред величина \bar{n} равна произведению удельной преломляющей способности отдельных веществ на их относительную концентрацию. Следовательно, изменение показателя преломления в клетках может быть вызвано либо изменением состава среды вследствие процессов массопереноса, либо плотности. Для регистрации изменения последней необходимо проводить измерения на временных интервалах, существенно отличающихся от времени релаксации величины n , обусловленной массопереносом веществ. В этом случае изменения интенсивности излучения будут связаны с вариациями плотности. Поскольку в клетках протекают необратимые процессы, связанные с выделениями и поглощениями тепла, сопровождающиеся локальными изменениями температуры, а следовательно, и плотности, то временной спектр флуктуации интенсивности излучения в этом случае является фактически энергетическим спектром химических реакций в контролируемой области клетки.

Известно, что время релаксации процессов, протекающих в мембранах клеток, находятся в микросекундном диапазоне [47]. Поэтому с целью изучения процессов в мембранах клеток, а также особенностей метаболических процессов внутри отдельных клеток, направлением дальнейших исследований может быть модернизация методики по значительному расширению временного диапазона регистрируемых сигналов.

4. Заключение

В настоящей статье рассмотрена связь между макроскопическими перемещениями, деформациями, поворотами рассеивающих тел, с одной стороны, и смещениями и изменениями спекловой структуры рассеянного излучения – с другой. Показана связь между случайными изменениями фаз волн, вызванными микроскопическими процессами, протекающими на структурном уровне в отражающих и прозрачных средах, и динамикой спекловых изображений. Рассмотрена динамическая интерференция двух спекл-полей, возникающая в процессе деформации рассеивающих сред.

Показано, что перемещения, деформации и повороты участков тел целесообразно определять по смещению спеклов. В частности, если одновременно определять смещения спеклов в разных местах свободного пространства, то можно найти значения компонент вектора перемещения, тензоров деформаций и поворота одного малого участка поверхности. В то время как для анализа полей деформаций и поворота необходимо определять перемещения спеклов в плоскости, отстоящей на некотором расстоянии от плоскости изображения объекта.

В работе приведены примеры использования динамической интерференции двух спекл-полей для регистрации ультразвуковых колебаний шероховатой поверхности и анализа полей деформационных перемещений.

Детально описан оригинальный авторский метод, основанный на усреднении спеклов во времени. Показано, что путем регистрации параметров, характеризующих пространственно-временную динамику спеклов, можно определять средние значения, дисперсию и время корреляции разности путей пар волн, зондирующих объект. Показано также, что при изучении многоциклового усталости и реакции живых клеток на внешние воздействия применение метода позволяет получать надежные и хорошо воспроизводимые результаты. Метод позволяет в процессе циклического нагружения, без его остановки, обнаруживать области, где возникают первые признаки необратимых процессов, контролировать размеры этой области, фиксировать старт усталостной трещины. Оптическая методика в комбинации с другими известными подходами может быть использована для моделирования усталостных процессов, разработки датчиков многоциклового усталости и аппаратуры контроля остаточного ресурса деталей.

Все вышеизложенное позволяет сделать вывод о перспективности использования методов динамической спекл-интерферометрии для изучения процессов в деформируемых средах.

Благодарность

Статья подготовлена при поддержке проектов УрО РАН № 15-15-1-52, №15-10-1-22 и № 15-7-1-20.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Пластометрия». Автор благодарит руководителей и сотрудников Института машиноведения УрО РАН, НОЦ НАНОТЕХ УРФУ, Екатеринбургского НИИ вирусных инфекций за поддержку проводимых автором исследований.

Литература

1. Anisimov I. V., Kozel S. M., Lokshin G. R. Space-time statistical properties of coherent radiation scattered by a moving diffuse reflector // *Optics and Spectroscopy*. – 1969. – Vol. 27, iss. 3. – P. 483–491.
2. Yoshimura T. Statistical properties of dynamic speckles // *Journal of the Optical Society of America A*. – 1986. – Vol. 3, no. 2. – P. 1032–1054.
3. Veselov L. M., Popov I. A. Information properties of a time-varying speckle pattern // *Optics and Spectroscopy*. – 1993. – Vol. 74, iss. 6. – P. 685–686.
4. Ruth B., Haina D., Waidelich W. Vibration analysis by speckle counting // *Optica Acta: International Journal of Optics*. – 1983. – Vol. 30, iss. 6. – P. 841–848. – DOI: 10.1080/713821265.
5. Aleksandrov E. B., Bonch-Bruevich A. M. Investigation of Surface Strains by the Hologram Technique // *Soviet Physics-Technical Papers*. – 1967. – Vol. 12. – P. 258–265.
6. Leendertz J. A. Interferometric displacement measurement on scattering surfaces utilizing speckle effect // *Journal of Physics E: Scientific Instruments*. – Vol. 3, no. 3. – P. 214–218. – DOI: 10.1088/0022-3735/3/3/312.
7. Vladimirov A. P., Mikushin V. I. Interferometric determination of vector components of relative displacements: theory and experiment // *Saratov Fall Meeting '98: Light Scattering Technologies for Mechanics, Biomedicine, and Material Science*, 38: proc. SPIE. – 1999. – Vol. 3726. – P. 38–43. – DOI: 10.1117/12.341416.
8. Yamaguchi I. Speckle displacement and decorrelation in the diffraction and image fields for small object deformation // *Optica Acta: International Journal of Optics*. – 1981. – Vol. 27, iss. 10. – P. 1359–1376. – DOI: 10.1080/713820454.
9. Владимиров А. П. Динамическая спекл-интерферометрия деформируемых объектов: дис. ... доктора техн. наук : 05.11.13. – Екатеринбург, 2002. – 393 с.
10. Владимиров А. П. Динамическая спекл-интерферометрия деформируемых тел. – Екатеринбург : УрО РАН, 2004. – 241 с.
11. Vladimirov A. P., Udartsev E. V. The second-order speckle mechano-optical effect: theory and experiment // *Saratov Fall Meeting 2002: Laser Physics and Photonics, Spectroscopy, and Molecular Modeling III; Coherent Optics of Ordered and Random Media III*, 99: proc. SPIE. – 2003 – Vol. 5067. – P. 99–106. – DOI: 10.1117/12.518491.
12. Vladimirov A. P., Mikushin V. I., Lisin A. L. Optical method of determining the components of the relative displacement vector // *Technical Physics Letters*. – 1999. – Vol. 25, iss. 24. – P. 1008–1010.
13. Vladimirov A. P., Popov D. O. Rigid Rotations of a plate and the related speckle displacements in the image plane // *Technical Physics Letters*. – 2003 – Vol. 29, iss. 10. – P. 855–857.
14. Попов Д. О., Владимиров А. П. Методика определения деформаций по смещениям спеклов // *Ресурс и диагностика материалов и конструкций: тезисы докладов IV Российской научно-технической конференции*. – Екатеринбург, 2009. – С. 51.

15. Wolf E. Intensity fluctuations in stationary optical fields // *Philosophical Magazine*. – 1957. – Vol. 2, iss. 5. – P. 351–354. – DOI: 10.1080/14786435708243824.
16. Vladimirov A. P., Druzhinin A. V., Malygin A. S., Mikitas K. N. Theory and calibration of speckle dynamics of phase object // *Proc. SPIE*. – 2012. – Vol. 8337. – P. 8337OC: 1–15. – DOI: 10.1117/12.924800.
17. Vladimirov A. P. Dynamic speckle interferometry of the microscopic processes // *Proc. SPIE*. – 2012. – Vol. 8413. – P. 841305: 1–6. – DOI: 10.1117/12.2184567.
18. Пугачев В. С. Теория случайных функций. М : Физматгиз, 1962. – 884 с.
19. Vladimirov A. P. Time-average dynamic speckle interferometry // *AIP Conf. Proc.* – 2014. – Vol. 1600. P. 237–242. – DOI: 10.1063/1.4879588.
20. Vladimirov A. P. Dynamic speckle interferometry of microscopic processes in thin biological objects // *Radiophysics and Quantum Electronics*. – 2015. – Vol. 57, iss. 8. – P. 564–576. – DOI: 10.1007/s11141-015-9540-2.
21. Yamaguchi I., Takemori T., Kobayachi K. Stabilized and accelerated speckle strain gauge // *Proc. SPIE*. 1989. – Vol. 1162. – P. 187–200. – DOI: 10.1117/12.962746.
22. Vladimirov A. P., Eremin P. S. Relative displacement determination of surfaces of two objects by means of speckle-field dynamic interference in the image plane // *Proc. SPIE*. – 2003, – Vol. 5067. – P. 91–98. – DOI: 10.1117/12.518490.
23. Vladimirov A. P., Kapustin D. S. Comparative analysis of dynamic and holographic interferometry methods with reference to deformations of a membrane // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 2004. – Vol. 40, iss. 1. – P. 61–65.
24. Методы акустического контроля металлов / Под ред. Н. П. Алешина. – М.: Машиностроение, 1989. – 456 с.
25. Базылев П. В., Бондаренко А. Н., Луговой В. А. Лазерная установка для измерения скорости распространения поверхностных волн Рэлея // *Дефектоскопия*. – 1990. – № 10. – С. 91–93.
26. Measurement of the complex amplitude of transient surface acoustic waves using double-pulsed TV holography and a two-stage spatial Fourier transform method / C. Trillo, A. F. Doval, D. Cernadas, O. Lopez, J. C. Lopez, B. V. Dorrio, J. L. Fernandez, M. Perez-Amor // *Measurement Science and Technology*. – 2003. – Vol. 14, no. 12. – P. 2127–2134. – DOI: 10.1088/0957-0233/14/12/012.
27. Microdistortions in the crystal lattice of steel ПХ15 as estimated via the optoacoustic method and velocimetry / A. P. Vladimirov, E. S. Gorkunov, P. S. Eremin, S. M. Zadvorkin // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 2006. – Vol. 42, iss. 9. – P. 582–585. – DOI: 10.1134/S1061830906090038.
28. A speckle-interferometric setup for contactless measurements of the velocity of Rayleigh ultrasonic waves / A. P. Vladimirov, E. S. Gorkunov, P. S. Eremin, S. M. Zadvorkin, M. V. Shadrin, K. E. Solov'ev // *Instruments and Experimental Techniques*. – 2010. – Vol. 53, iss. 1. – P. 118–121. – DOI: 10.1134/S0020441210010197.
29. A speckle-interferometric setup for determining the velocity of ultrasonic rayleigh waves on millimeter-size segments / A. P. Vladimirov, E. S. Gorkunov, L. S. Goruleva, S. M. Zadvorkin, M. V. Shadrin // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 2011. – Vol. 47, iss. 3. – P. 153–157. – DOI: 10.1134/S1061830911030107.
30. Magnetic nondestructive evaluation of fatigue damage of ferromagnetic steels for nuclear fusion energy systems / A. Gilanyi, K. Morishita, T. Sukegawa, M. Uesaka, K. Miya // *Fusion Engineering and Design*. – 1998. – Vol. 42, iss. 1–4. – P. 485–491.
31. Тупикин Д. А. Термоэлектрический метод контроля усталостных явлений // *Контроль. Диагностика*. – 2003. – № 11. – С. 53–61.
32. Игнатович С. Р., Шмаров В. Н., Юцкевич С. С. Особенности формирования деформационного рельефа на поверхности сплава Д16АТ при усталости // *Авиационно-космическая техника и технология*. – 2009. – Т. 67. – № 10. – С. 132–135.

33. Ермишкин В. А., Мурат Д. П., Подбельский В. В. Применение фотометрического анализа структурных изображений для оценки сопротивления усталостному разрушению // Автоматизация и современные технологии. – 2008. – № 2. – С. 11–21.
34. Плехов О. А., Пантелеев И. А., Леонтьев В. А. Особенности выделения тепла и генерации сигналов акустической эмиссии при циклическом деформировании армко-железа // Физическая мезомеханика. – 2009. – Т. 12, № 5. – С. 37–43.
35. Маром Е. Голографическая корреляция // Голографические неразрушающие исследования. – М.: Машиностроение, 1979. – С. 164–194.
36. Marom E., Muller R. K. Optical correlation for impending fatigue failure detection // International Journal of Nondestructive Testing. – 1971. – Vol. 3, iss. 2. – P. 171–187.
37. Kozubenlo V. P., Potichenko V. A., Borodin Yu. S. Examination of fatigue of metals by the speckle-correlation // Strength of Materials. – 1989. – Vol. 21, iss. 7. – P. 953–958. – DOI: 10.1007/BF01529623.
38. Kamantsev I. S., Vladimirov A. P., Borodin E. M. Исследование процессов зарождения трещин при многоциклового усталости трубной стали 09Г2С с использованием метода спекл-интерферометрии // Vestnik TGU. – 2013. – Vol. 18, iss. 4. – P. 1881–1882.
39. Изучение процесса зарождения усталостной трещины по изменению рельефа поверхности образца и ее спекловых изображений / А. П. Vladimirov, I. S. Kamantsev, A. V. Ishchenko, E. S. Gorkunov, S. V. Gladkovsky // Deformatsiya i razrushenie materialov. – 2015. – No. 1. – P. 21–26.
40. Using speckle images correlation for real-time inspection of fatigue crack initiation and propagation / A. P. Vladimirov, I. S. Kamantsev, V. E. Veselova, S. V. Gladkovski // Proc. SPIE. – 2015. – Vol. 9525. – P. 952525: 1–6. – DOI: 10.1117/12.2184703.
41. Dynamic Laser Speckle and Applications / Edited by H. J. Rabal and R. A. Braga. – CRC Press, 2008.
42. Briers J. D. Laser speckle contrast imaging for measuring blood flow // Optica Applicata. – 2007. – Vol. 37, issue 1–2. – P 139–152.
43. A speckle-interferometric device for studying the cell biological activity / A. S. Malygin, N. V. Bebenina, A. P. Vladimirov, K. N. Mikitas, A. A. Baharev // Instruments and Experimental Techniques. – 2012. – Vol. 55, iss. 3. – P. 415–418.
44. Retrofit Device for Real-Time Evaluation of Metabolic Activity in Herpes Virus Infected Cell Cultures / A. P. Vladimirov, A. S. Malygin, Yu. A. Mikhailova, A. A. Bakharev, A. P. Poryvaeva // Biomedical Engineering. – 2014. – Vol. 48, iss. 14. – P. 178–181. – DOI: 10.1007/s10527-014-9447-9.
45. Application of speckle dynamics for studies of cell metabolism / A. P. Vladimirov, A. A. Baharev, A. S. Malygin, J. A. Mikhailova, I.A. Novoselova, D. I. Yakin // Proc. SPIE. 2015. Vol. 9529. P. 95291F: 1–10.
46. Dynamic speckle-interferometer for intracellular processes analyses at high optical magnification / A. A. Baharev, A. P. Vladimirov, A. S. Malygin, Y. A. Mikhailova, I. A. Novoselova, D. I. Yakin, A. V. Druzhinin // Proc. SPIE. – 2015. – Vol. 9529. P. 95291G: 1–9.
47. Тихомиров А.М. Импеданс биологических тканей и его применение в медицине. М : РГМУ, 2006. – 12 с.

ULTIMATE THEORETICAL STRENGTH OF FCC Fe-Ni ALLOY POLYCRYSTALS

S. A. Starikov, A. R. Kuznetsov*, L. E. Karkina, V. V. Sagaradze

M.N. Miheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of Russian Academy of Sciences, 18 S. Kovalevskoy st., Ekaterinburg, Russian Federation

*Corresponding author. E-mail: a_kuznetsov@imp.uran.ru; address for correspondence: 18, ul. S. Kovalevskoy, 620990 Ekaterinburg, Russian Federation; phone: +7 (343) 374 42 14; fax: +7 (343) 374 52 44

An atomistic analysis of the fracture in fcc iron and the Fe-30 at. % Ni alloy (for an ideal lattice and near the special grain boundary) has been performed with the application of the molecular dynamics method. To characterize the fracture energy, the decohesion energy and Griffith surface energy for the crack planes have been calculated. A slight difference has been obtained in the tendency of Fe to fracture along the body and along the grain boundary. The Fe-30 at. % Ni alloy is more prone to fracture along the grain boundary. The energy of interaction between Ni and the grain boundary has been calculated, and it is shown that Ni atoms in the Fe-30 at. % Ni alloy do not have their own thermodynamic impetuses for segregation on the special boundary.

Keywords: intergranular fracture, atomistic modeling, grain boundary, energy of decohesion, segregation.

DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.058-062

References

1. Bitzek E., Kermode J.R., Gumbsch P. Atomistic aspects of fracture. *International Journal of Fracture*, 2015, vol. 191, iss. 1, pp. 13–30. DOI: 10.1007/s10704-015-9988-2.
2. Terentyev D., He X. Properties of grain boundaries in BCC iron and iron-based alloys. An atomistic study. In: *Open Report of the Belgian Nuclear Research Centre*. SCK•CEN-BLG-1072, 2010, 70 p. ISSN 1379-2407.
3. [XMD] *Sait paketa programm* [Software Pack Site]. Available at: <http://xmd.sourceforge.net/about.html>. (In Russian).
4. Meyer R., Entel P. Martensite-austenite transition and phonon dispersion curves of Fe_{1-x}Ni_x studied by molecular-dynamics simulations. *Physical Review B*, 1998, vol. 57, iss. 9, pp. 5140–5143. DOI: 10.1103/PhysRevB.57.5140.
5. Chen S.P., Voter A.F., Albers K.C., Boring A.M., Hay P.J. Investigation of the effects of boron on Ni₃Al grain boundaries by atomistic simulations. *Journal of Material Research*, 1990, vol. 5, iss. 05, pp. 955–970. DOI: 10.1557/JMR.1990.0955.
6. Gornostyrev Yu.N., Katsnelson M.I., Medvedeva N.I., Mryasov O.N., Freeman A.J., Tretyakov A.V. Peculiarities of defect structure and mechanical properties of iridium: Results of *ab initio* electronic structure calculations. *Physical Review B*, 2000, vol. 62, iss 12, pp. 7802–7808. DOI: 10.1103/PhysRevB.62.7802

Подана в журнал: 30.10.2015
УДК 669.14:539.4
DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.058-062

ПРЕДЕЛЬНАЯ ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ПРОЧНОСТЬ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ ГЦК СПЛАВОВ Fe-Ni

С. А. Стариков, А. Р. Кузнецов*, Л. Е. Карькина, В. В. Сагарадзе

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени
М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, ул. С.Ковалевской, 18, 620990,
Екатеринбург, Российская Федерация*

*Ответственный автор. Электронная почта: a_kuznetsov@imp.uran.ru; адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620990, Екатеринбург, Российская Федерация. Телефон: +7 (343) 374-42-14; Факс: +7 (343) 374-52-44

Проведен атомистический анализ разрушения в ГЦК железе и сплаве Fe-30 ат. % Ni (как для идеальной решетки, так и вблизи специальной границы зерна) с использованием метода молекулярной динамики. Для характеристики разрушения рассчитана энергия декогезии и поверхностная энергия Гриффитса для плоскостей раскрытия трещин. Получено небольшое различие в склонности Fe к разрушению по телу и по границе зерна. Сплав Fe-30 ат. % Ni скорее склонен к разрушению по границе зерна. Рассчитана энергия взаимодействия Ni с границей зерна, и показано, что атомы Ni в сплаве Fe-30 ат. % Ni не имеют собственных термодинамических стимулов для сегрегации на специальной границе.

Ключевые слова: межкристаллитное разрушение, атомистическое моделирование, граница зерна, энергия декогезии, сегрегации.

1. Введение

Способность трещины к нормальному раскрытию характеризуется значением поверхностной энергии Гриффитса. Очевидно, что макроскопические процессы разрушения практически полностью определяются процессами, происходящими на атомном уровне [1]. В то время как моделированию разрушения в ОЦК-железе и сплавах на его основе уделялось большое внимание в последнее время [1, 2], ГЦК-железо и сплавы на его основе в этом плане менее изучены на атомном уровне. Следует отметить, что при изучении разрушения по границе зерна (ГЗ) в сплаве необходимо учитывать возможность сегрегации компонентов на ГЗ. В работе на атомном уровне рассмотрены процессы разрушения в ГЦК-железе, в сплаве Fe-30 ат. % Ni и влияние ГЗ с учетом возможности сегрегации никеля на ГЗ.

2. Постановка задачи и методика моделирования

При анализе процессов разрушения и сегрегации на ГЗ применен метод молекулярной динамики (МД), использован известный пакет программ XMD, разработанный Центре компьютерного моделирования Университета Коннектикута (США) [3]. Использовались ЕАМ-потенциалы [4], хорошо апробированные для описания когезионных характеристик и полиморфного превращения в системе Fe-Ni. Моделирование проводилось для достаточно большого поликристалла, содержащего несколько зерен с границами наклона различного типа, в работе рассмотрена несимметричная специальная граница $\Sigma 5[001]\{710\}/\{110\}$ (ось разориентации $[001]$, угол разориентации $\Theta = 53,13^\circ$). На рис. 1 изображен кристаллит с тройным стыком, а также кристаллит с изучаемой границей зерна ($\Sigma 5$).

С целью определить термодинамические стимулы для образования сегрегаций на ГЗ провели расчет энергии взаимодействия Ni с ГЗ в ГЦК-сплаве Fe-30 ат. % Ni. Поскольку в сплаве энергия легирующего элемента зависит от локального окружения, энергия его взаимодействия с границей вычислялась путем усреднения по набору конфигураций (атом Ni за-

мещал атом Fe на заданном расстоянии от ГЗ, и считалась энергия кристаллита; такой расчет повторялся десятки раз для данного расстояния от ГЗ, а затем энергия усреднялась), в которых наблюдаемый атом Ni находился на заданном расстоянии от границы.

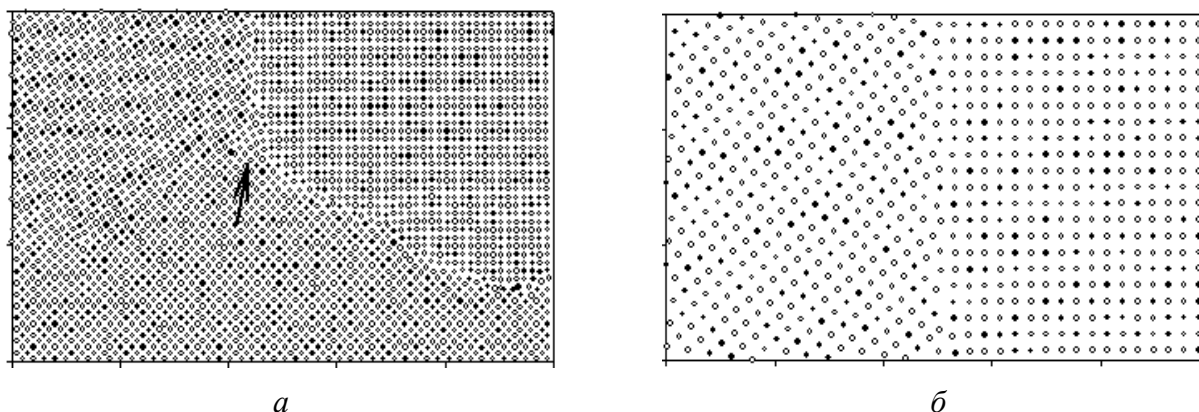


Рис. 1. Кристаллит сплава Fe-30 ат. % Ni (темные кружки – Ni) с тройным стыком (а) (обозначен стрелкой) и с ГЗ $\Sigma 5[001]\{710\}/\{110\}$ (б)

Энергию декогезии как функцию расстояния между атомными плоскостями вычисляли для одной из экспериментально наблюдаемых плоскостей скола $\{100\}$ как в кристаллите без дефектов, так и вблизи ГЗ.

3. Результаты и обсуждение

На рис. 2 представлена зависимость разности средних энергий $E-E_0$, где E – средняя по конфигурациям энергия кристаллита, в котором наблюдаемый атом Ni в сплаве Fe-30 ат. % Ni находился на заданном расстоянии; E_0 – средняя по конфигурациям энергия кристаллита, в котором наблюдаемый атом Ni находился вдали от ГЗ; от расстояния X до ГЗ (указаны доверительные интервалы), что соответствует средней энергии взаимодействия Ni с ГЗ. $X = 0$ соответствует точке, расположенной в центре ГЗ.

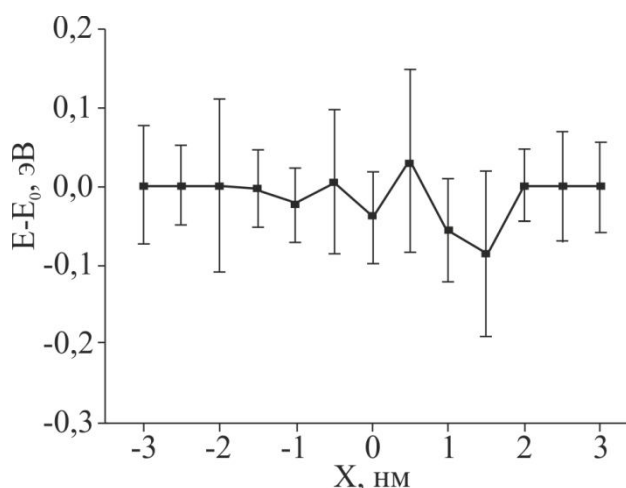


Рис. 2. Средняя энергия взаимодействия Ni с ГЗ $\Sigma 5[001]\{710\}/\{110\}$

Из рис. 2 следует, что атомы никеля довольно слабо взаимодействуют с данной специальной ГЗ (энергия сегрегации менее 0,1 eV), поскольку имеют близкие к атомам матрицы ионный радиус и электронную структуру. Таким образом, атомы никеля в сплаве Fe-30 ат. % Ni не имеют собственных термодинамических стимулов для сегрегации на ГЗ. Это обстоятельство дает возможность изучать разрушение по ГЗ в сплаве Fe-30 ат. % Ni без учета сегрегации на ГЗ.

На рис. 3 а сопоставлены значения выигрыша поверхностной энергии G кристаллита для чистого Fe с ГЦК-решеткой (кривая 1) и неупорядоченного сплава Fe-30 ат. % Ni (кривая 2). В табл. 1 даны значения энергии декогезии G_c и поверхностной энергии Гриффитса $\gamma_c = \frac{G_c}{2}$. Энергия Гриффитса вычисляется как разность поверхностной энергии кристаллита и энергии ГЗ [5]: $\gamma_c = \frac{(G-\gamma_{ГЗ})}{2}$ (для идеальной решетки $\gamma_{ГЗ} = 0$). Видно, что в идеальной решетке легирование Ni увеличивает значение поверхностной энергии, что затрудняет процесс раскрытия трещины (табл. 1).

На рис. 3 б и в табл. 1 приведены вычисленные значения энергии декогезии и энергии поверхностных дефектов вблизи несимметричной границы зерна $\Sigma 5\{001\}\{710\}/\{110\}$. Плоскость ГЗ $\{710\}$ приблизительно на 8° отличается от плоскости $\{100\}$. Из сопоставления данных в табл. 1 следует, что значения энергии декогезии вблизи ГЗ ниже, чем в идеальной решетке. Влияние легирования при разрушении по ГЗ противоположно случаю идеальной решетки. Легирование уменьшает значение энергии поверхностных дефектов, что свидетельствует о том, что процесс раскрытия трещины в этом случае осуществляется легче.

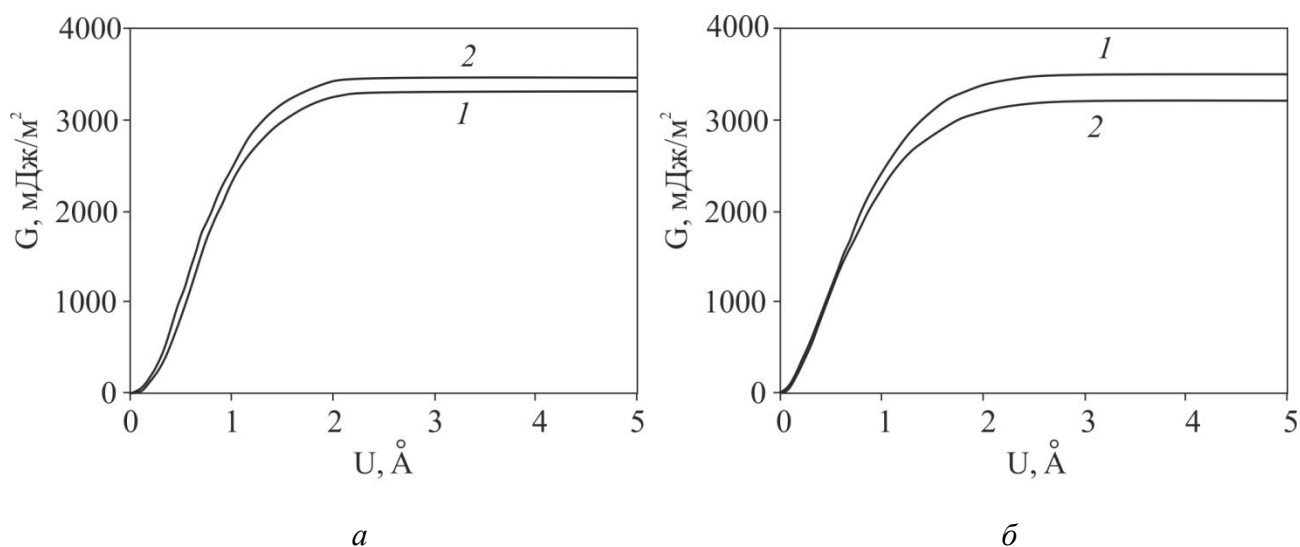


Рис. 3. Изменение энергии кристаллита G в зависимости от расстояния между атомными плоскостями $\{100\}$: а – для идеальной решетки; б – для плоскости по ГЗ. Кривая 1 – ГЦК-Fe; кривая 2 – Fe-30 ат. % Ni

Таблица 1 – Энергия декогезии G_c и поверхностная энергия Гриффитса $\gamma_c = G_c/2$ для плоскостей $\{100\}$ раскрытия трещин в Fe и Fe-30 ат. % Ni

Материал	Объект	G_c , мДж/м ²	γ_c , мДж/м ²
Fe	Идеальная ГЦК решетка	3304	1652
Fe-30ат.%Ni	-//-	3456	1728
Fe	Для ГЗ	3238	1619
Fe-30ат.%Ni	-//-	2618	1309

Для хорошо деформируемых чистых металлов экспериментальные значения поверхностной энергии $\gamma_c \approx 1200-2300$ мДж/м² [6].

4. Заключение

Таким образом, как Fe, так и сплав Fe-30 ат. % Ni, относятся к хорошо деформируемым металлам, обладающим сравнительно высоким значением поверхностной энергии

Гриффитса. Значения поверхностной энергии Гриффитса в целом выше для транскристаллитного разрушения по сравнению с межкристаллитным разрушением. Можно отметить небольшое различие в склонности Fe к разрушению как по телу, так и по границе зерна. Сплав Fe-30 ат. % Ni скорее разрушается по ГЗ (табл. 1). Атомы Ni в сплаве Fe-30 ат. % Ni не имеют собственных термодинамических стимулов для сегрегации на ГЗ.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России по теме «Структура» ИФМ УрО РАН. Авторы благодарны Ю.Н. Горностыреву за полезное обсуждение.

Литература

1. Bitzek E., Kermode J. R., Gumbsch P. Atomistic aspects of fracture // International Journal of Fracture. – 2015. – Vol. 191, iss. 1. – P. 13–30. – DOI: 10.1007/s10704-015-9988-2.
2. Terentyev D., He X. Properties of grain boundaries in BCC iron and iron-based alloys. An atomistic study // Open Report of the Belgian Nuclear Research Centre. – SCK•CEN-BLG-1072 Belgium, 2010. – 70 p. – ISSN 1379-2407.
3. XMD [Электронный ресурс] // Сайт пакета программ. URL: <http://xmd.sourceforge.net/about.html>.
4. Meyer R., Entel P. Martensite-austenite transition and phonon dispersion curves of $Fe_{1-x}Ni_x$ studied by molecular-dynamics simulations // Physical Review B. – 1998. – Vol. 57, iss 3. – P. 5140–5143. – DOI 10.1103/PhysRevB.57.5140.
5. Chen S. P., Voter A. F., Albers K. C., Boring A. M., Hay P. J. Investigation of the effects of boron on Ni_3Al grain boundaries by atomistic simulations // Journal of Material Research. – 1990. – Vol. 5, iss. 05. – P. 955–970. – DOI: 10.1557/JMR.1990.0955.
6. Gornostyrev Yu. N, Katsnelson M. I., Medvedeva N. I., Mryasov O. N., Freeman A. J., Trefilov A. V. Peculiarities of defect structure and mechanical properties of iridium: Results of *ab initio* electronic structure calculations // Physical Review B. – 2000. – Vol. 62. – P. 7802–7808. – DOI 10.1103/PhysRevB.62.7802.

SPECIAL FEATURES OF THE GRANULAR STRUCTURE OF THE SURFACE ZONE IN PIPE STEEL 12Kh18N12T

E. G. Volkova^{1*}, V. V. Sagaradze¹, I. Yu. Malygina²

¹*M.N. Miheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of Russian Academy of Sciences, 18 S. Kovalevskoy st., Ekaterinburg, Russian Federation*

²*Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620049, 34 Komsomolskaya st., Ekaterinburg, Russian Federation*

*Corresponding author. E-mail: volkova@imp.uran.ru; address for correspondence: 18, ul. S. Kovalevskoy, 620990, Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 343 3783527; fax: +7 343 374 5244

The structure of 12Kh18N12T austenitic pipe steel has been studied by scanning and electron microscopy. It has been shown that the lubricant remaining on the internal surface of a pipe after rolling causes an increase in the carbon content in the near-surface layer under subsequent annealings. Carbide particles are formed in the structure near the internal surface, and considerable grain refining is observed.

Keywords: austenitic steels, carbide particles, heterogranularity, electron and scanning microscopy.

DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.063-067

References

1. Gorelik S.S. *Rekristallizatsiya metallov i splavov* [Recrystallization of Metals and Alloys]. M., Metallurgiya Publ., 1978, 567 p. (In Russian).
2. Gorbachev S.V., Shchipachev A.M., Lutfullin R.Ya. Studying the heterogranularity of steel 20 welded joints under thermomechanical processing. *Elektronnyi nauchnyi zhurnal Neftegazovoe delo*, 2014, no. 1, pp. 302–316. DOI: 10.17122/ogbus-2014-1-289-301. (In Russian).
3. Nastich S.Yu., Soya S.V., Molostov M.A., Vasiliev I.S., Dyakonova N.B. Effect of temperature for the start of finish rolling on coiled steel X70 microstructure and cold resistance. *Metallurgist*, 2012, vol. 56, iss. 7–8, pp. 519–525. DOI: 10.1007/s11015-012-9608-6.
4. Goli-Oglu E.A., Efron L.I., Morozov Yu.D. Effect of deformation regime in main stages of controlled rolling on pipe steel microstructure. *Metal Science and Heat Treatment*, 2013, vol. 55, iss. 5–6, pp. 294–297. DOI: 10.1007/s11041-013-9622-8.
5. Vorobyov Yu.Ya. Thermodynamics, phase composition and structure of steel carbides. I. Carbides of 3D elements. *Voprosy materialovedenia*, 2007, no. 2, pp. 34–43. (In Russian).

Подана в журнал: 29.10.2015 г.
УДК 669.14:536.424.1
DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.063-067

ОСОБЕННОСТИ ЗЕРЕННОЙ СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТНОЙ ЗОНЫ В ТРУБНОЙ СТАЛИ 12X18H12T

Е. Г. Волкова^{1*}, В. В. Сагарадзе¹, И. Ю. Малыгина²

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, 620990, ул. С.Ковалевской, 18, Екатеринбург, Российская Федерация

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, 620049, ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация

*Ответственный автор. Электронная почта: volkova@imp.uran.ru; адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620990, Екатеринбург, Российская Федерация. Телефон: +7 (343) 374-40-54; факс: +7 (343) 374-52-44

Методами сканирующей и просвечивающей микроскопии исследована структура аустенитной трубной стали 12X18H12T. Показано, что смазка, оставшаяся на внутренней поверхности трубы после прокатки, при последующих отжигах приводит к увеличению содержания углерода в приповерхностном слое. В структуре вблизи внутренней поверхности формируются карбидные частицы и наблюдается существенное измельчение зерна.

Ключевые слова: аустенитные стали, карбидные частицы, разнотернистость, электронная и сканирующая микроскопия.

1. Введение

В настоящее время на предприятиях, выпускающих трубную продукцию, часто остается нерешенной проблема создания труб с одинаковыми по размерам зёрнами. Известно [1–4], что размер зёрна в значительной степени влияет на физико-химические свойства металлов и сплавов. Разнотернистость весьма разнообразна по своим проявлениям и может отрицательно воздействовать на механические свойства. Обычно наблюдается измельчение зёрна вблизи внутренней поверхности трубы. Настоящая работа посвящена анализу причин появления поверхностной разнотернистости в трубной стали 12X18H12T.

2. Материал и методика исследования

Сталь 12X18H12T является коррозионно-стойкой и выпускается, в основном, в виде прутков, листа и труб. В работе исследуется труба с толщиной стенки 6 мм из стали 12X18H12T. Методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии на установках Quanta 200 и JEM 200CX соответственно была изучена микроструктура стали вблизи внешней и внутренней поверхностей трубы. Фольги для электронно-микроскопического исследования были вырезаны из внешнего и внутреннего участков трубы. Утонение проводили стандартным методом электрополировки в электролите $H_3PO_4 + CrO_3$. В работе выполнен микроанализ состава стали 12X18H12T на сканирующем микроскопе Quanta 200 и спектрометре SPECTROMAX.

3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

На рис. 1 представлена зеренная структура внутреннего участка трубы, выявленная на продольном срезе. Наблюдаемые полиэдрические зёрна аустенита характерны для рекристаллизованной стали 12X18H12T, закаленной от высокой температуры. Размер зёрна в поверхностном слое толщиной около 150 мкм существенно меньше, чем в остальном объеме

материала. Во внутреннем поверхностном слое трубы мелкое зерно составляет 2–17 мкм, что почти на порядок меньше, чем зерно в середине стенки трубы, где оно достигает величины 50–80 мкм.

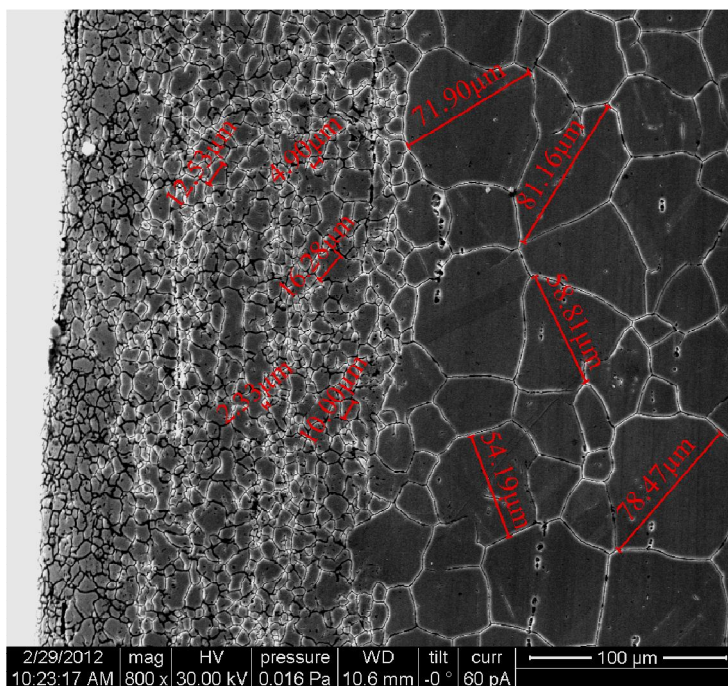


Рис. 1. Зеренная структура внутреннего участка трубы из стали 12X18H12T

На поверхности образца (рис. 2) встречаются ограненные частицы размером 3–4 мкм и меньше, по внешнему виду похожие на карбид TiC [5]. Данные по микроанализу состава этих частиц также свидетельствуют об образовании карбида TiC с повышенным содержанием титана (сведения по содержанию углероду сильно разнятся и это связано с методическими особенностями сканирующей микроскопии, которая дает большую ошибку в определении количества легких элементов). Кроме этого, в образце наблюдаются строчечные выделения более мелких углеродсодержащих частиц с увеличенной концентрацией Ti и в некоторых случаях – Cr.

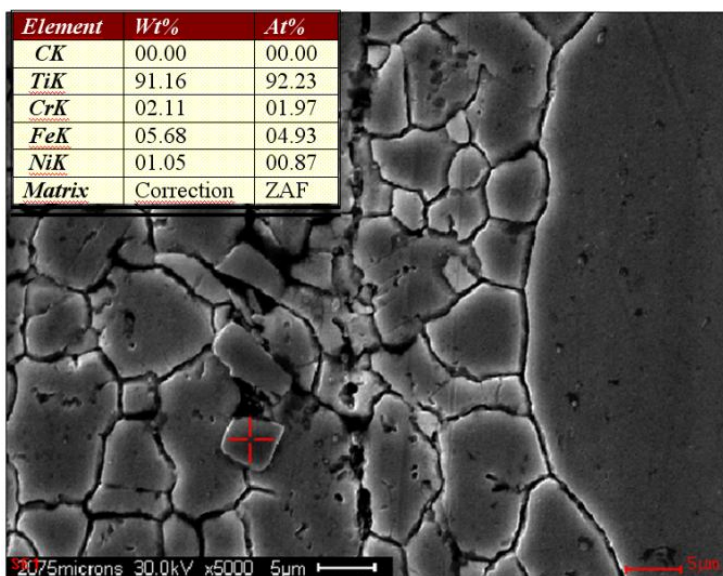


Рис. 2. Структура поверхностной зоны и состав ограненных частиц типа TiC в трубе из стали 12X18H12T (крестиком отмечена частица, с которой проводился микроанализ)

Электронно-микроскопическое исследование тонкой структуры образцов проводили на фольгах, вырезанных как из внутренней приповерхностной зоны трубы, так и из ее средней части. На рис. 3 *а* показана структура образца, вырезанного из средней части трубы. Хорошо видны крупные зерна, а также двойники отжига. Достаточно редко встречаются крупные частицы карбида титана, характерные для легированной титаном нержавеющей стали. На рис. 3 *б* показана структура образца, вырезанного из участка вблизи к внутренней поверхности трубы. В отличие от предыдущего образца во всех зернах присутствует существенно большее количество карбидных частиц типа TiC. Возможно здесь же располагаются и карбиды хрома. Карбидные частицы имеют размеры до 100 нм и когерентно не связаны с матрицей. Частицы расположены как в объеме зерен, так и по их границам. Такие частицы должны сдерживать миграцию границ зерен, что приводит к сохранению мелкозернистого состояния при высоких температурах. Поэтому в этой поверхностной зоне трубы (в области интенсивного выделения карбидов) наблюдается более мелкое зерно, чем в участках, удаленных от внутренней поверхности трубы и содержащих существенно меньшее количество карбидов.

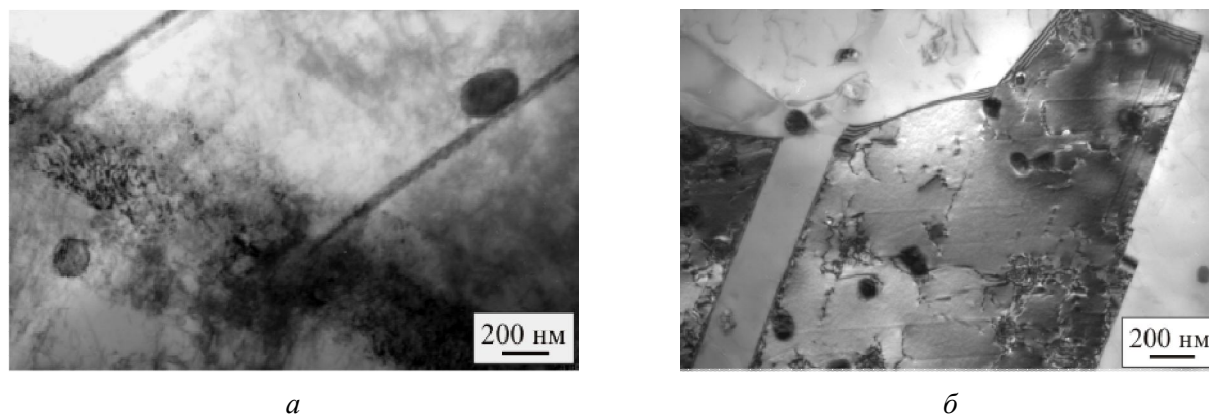


Рис. 3. Структура образцов стали 12X18H12T, вырезанных крупнозернистой средней части стенки трубы (*а*) и из мелкозернистой внутренней поверхностной зоны трубы (*б*)

Для определения разницы в содержании углерода вблизи внутренней и внешней поверхности трубы были проведены исследования на спектрометре Spektromax, данные которого по углероду намного точнее, чем результаты, получаемые на сканирующем микроскопе Quanta 200. В таблице представлены результаты анализа состава по 22 элементам как с внутренней поверхности трубы (1–3 строки), так и с ее внешней поверхности (4–5 строки). Хорошо видно, что содержание углерода (0,12–0,14 мас. %) по крайней мере в 1,5 раза выше во внутреннем мелкозернистом участке трубы (по сравнению с крупнозернистым внешним участком (0,8–0,9 мас. %), который не контактировал с углеродсодержащей смазкой при изготовлении трубы. По остальным элементам значения меняются незначительно.

Таким образом, причиной значительной разнородности стали 12X18H12T вблизи внутренней и наружной поверхностей трубы, является дополнительное легирование углеродом внутренней зоны трубы (из углеродсодержащей смазки) в условиях высокотемпературной обработки трубной заготовки. Легирование углеродом внутренней поверхностной зоны трубы вызывает образование дополнительного количества карбидов титана (и возможно карбидов хрома), которые сдерживают миграцию границ зерен при высокотемпературной обработке и способствуют сохранению мелкокристаллической структуры.

Данные спектрального анализа по элементам (спектрометр Spektromax), мас. %

№	C, %	Si, %	Mn, %	P, %	S, %	Cr, %	Ni, %	Mo, %	Al, %	Cu, %	Co, %
1	0,094	0,59	1,31	0,047	0,022	17,75	10,57	0,211	0,049	0,230	0,057
2	0,080	0,58	1,28	0,046	0,018	17,49	10,63	0,212	0,048	0,235	0,055
3	0,079	0,58	1,29	0,046	0,019	17,63	10,62	0,212	0,048	0,231	0,050
4	0,124	0,59	1,29	0,054	0,021	17,54	10,62	0,211	0,051	0,239	0,056
5	0,141	0,59	1,28	0,055	0,022	17,35	10,78	0,212	0,050	0,236	0,057
№	Ti, %	Nb, %	V, %	W, %	Pb, %	B, %	Sn, %	As, %	Bi, %	Ca, %	Fe, %
1	0,418	0,016	0,058	0,070	0,0063	0,0021	0,012	0,025	<0,0020	0,0011	68,5
2	0,420	0,017	0,056	0,077	0,0073	0,0021	0,010	0,020	<0,0020	0,0007	68,7
3	0,434	0,016	0,057	0,070	0,0054	0,0021	0,0091	0,019	<0,0020	0,0008	68,6
4	0,429	0,015	0,057	0,071	0,0054	0,0022	0,0091	0,024	<0,0020	0,0020	68,6
5	0,440	0,015	0,056	0,066	0,0045	0,0022	0,011	0,023	<0,0020	0,0021	68,6

Примечание. № 1–3 получены с внешней стороны трубы; № 4, 5 – с внутренней стороны трубы.

Заключение

Показано, что содержание углерода во внутреннем слое (толщиной около 150 мкм) трубы из стали 12X18H12T ~1,5 раза превышает концентрацию углерода в остальной части трубы, что связано с технологией изготовления труб с использованием углеродсодержащей смазки. Такое увеличение углеродной компоненты приводит к появлению значительного количества карбидов TiC (и возможно карбидов хрома) во внутреннем поверхностном слое, что сдерживает рост зерна и сохраняет в этой зоне мелкое зерно размером 2–17 мкм.

Благодарность

Электронно-микроскопические исследования проведены в ОЭМ ЦКП ИФМ УрО РАН. Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Структура», № 01201463331) и при частичной поддержке Уральского отделения РАН (проект № 15-9-2-16).

Авторы благодарны за помощь в работе И. Ю. Пышминцеву, Б. В. Баричко, А. А. Бакуновой (открытое акционерное общество «РосНИТИ»).

Литература

1. Горелик С. С. Рекристаллизация металлов и сплавов. – М. : Металлургия, 1978. –567 с.
2. Горбачев С. В., Щипачев А. М., Лутфуллин Р. Я. Исследование разнотерности при деформационно-термической обработке сварных соединений из стали 20 // Электронный научный журнал «Нефтегазовое дело». – 2014. – № 1. – С. 302–316.
3. Nastich S. Yu., Soya S. V., Molostov M. A., Vasiliev I. S., Dyakonova N. B. Effect of temperature for the start of finish rolling on coiled steel X70 microstructure and cold resistance // Metallurgist. – 2012. – Vol. 56, iss. 7–8. – P. 519–525. – DOI: 10.1007/s11015-012-9608-6.
4. Goli-Oglu E. A., Efron L. I., Morozov Yu. D. Effect of deformation regime in main stages of controlled rolling on pipe steel microstructure // Metal Science and Heat Treatment. – 2013. – Vol. 55, iss. 5–6. – P. 294–297. – DOI: 10.1007/s11041-013-9622-8.
5. Воробьев Ю. Я. Термодинамика, фазовый состав и структура карбидов стали. I. Карбиды 3D-элементов // Вопросы материаловедения. – 2007. – № 2. – С. 34–43.

MATHEMATICAL MODELLING OF PLASMA NITRIDING OF AUSTENITIC STAINLESS STEEL

L. F. Spevak¹, O. A. Nefedova^{1*}, A. V. Makarov^{1,2}, G. V. Samoilova²

¹ *Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya st., Ekaterinburg, Russian Federation*

² *M.N. Miheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of Russian Academy of Sciences, 18 S. Kovalevskoy st., Ekaterinburg, Russian Federation*

*Corresponding author. E-mail: nefedova@imach.uran.ru; address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 (343) 375 35 92; fax: 3745330

Two mathematical models of diffusion are discussed as applied to the description of ion nitriding of austenitic stainless steel in electron beam plasma. One model is based on the assumption of the diffusion coefficient dependent on concentration, and this corresponds to the nonlinear boundary value problem of diffusion. The other model takes into account the effect of internal stresses, occurring in the surface layer and induced by introduced nitrogen atoms, on the diffusion process, and this leads to the inhomogeneous boundary value problems of diffusion. Algorithms for solving the boundary value problems are proposed, which are based on the boundary element method. Model examples have been solved to illustrate the functioning of the algorithms.

Keywords: mathematical modelling, nitrogen diffusion, plasma nitriding, boundary element method.

DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.068-079

References

- Berlin E.V., Koval N.N., Seidman L.A. *Plazmennaya khimiko-termicheskaya obrabotka poverkhnosti stalnykh detalei* [Plasma Thermochemical Treatment of Steel Part Surfaces]. Moscow, Tekhnosfera Publ., 2012, 464 p. (In Russian).
- Gavrilov N.V., Mamaev A.S. *A Method for Plasma Nitriding of a Steel or Non-Ferrous Product*. Russ. Federation Patent 2009100619/02. (In Russian).
- Gavrilov N.V., Men'shakov A.I. A source of broad electron beams with a self-heated hollow cathode for plasma nitriding of stainless steel. *Instruments and Experimental Techniques*, 2011, vol. 54, no. 5, pp. 732–739. DOI: 10.1134/S0020441211050046.
- Gavrilov N.V., Menshakov A.I. Low-temperature nitriding of stainless steel in electron beam plasma at 400 °C. *Fizika i khimiya obrabotki materialov*, 2012. no. 5, pp. 31–36. (In Russian).
- Lo K.H., Shek C.H., Lai J.K.L. Recent developments in stainless steels. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 2009, vol. 65, iss. 4–6, pp. 39–104. DOI: 10.1016/j.mser.2009.03.001.
- Laleh M., Kargar F., Velashjerdi M. Low-Temperature Nitriding of Nanocrystalline Stainless Steel and Its Effect on Improving Wear and Corrosion Resistance. *Journal of Material Engineering and Performance*, 2013, vol. 22, iss. 5, pp. 1304–1310. DOI: 10.1007/s11665-012-0417-7.
- Makarov A.V., Skorynina P.A., Osintseva A.L., Yurovskikh A.S., Savray R.A. Improving the tribological properties of austenitic steel 12Kh18N10T by nanostructuring frictional treatment. *Obrabotka metallov: tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty*, 2015, vol. 69, no. 4, pp. 80–92. (In Russian).
- Tikhonov A.N., Samarsky A.A. *Uravneniya matematicheskoy fiziki* [Equations of Mathematical Physics]. M., Moscow University Publ., 1999, 799 p. (In Russian).
- Brebbia C.A., Telles J.F.C., Wrobel L.C. *Boundary Element Techniques*. Berlin, Neidelberg, New-York, Tokyo, Springer–Verlag, 1984, 466 p. DOI: 10.1007/978-3-642-48860-3.

10. Fedotov V.P., Spevak L.F. *Modifitsirovannyi metod granichnykh elementov v zadachakh mekhaniki, teploprovodnosti i diffuzii* [A Modified Boundary Element Method in Problems of Mechanics, Heat Conduction and Diffusion]. Ekaterinburg, UrO RAN Publ., 2009, 164 p. (In Russian).
11. Christiansen T., Somers M.A.J. Avoiding ghost stress on reconstruction of stress- and composition-depth profiles from destructive X-ray diffraction depth profiling. *Materials Science and Engineering: A*, 2006, vol. 424, iss. 1–2, pp. 181–189. DOI: 10.1016/j.msea.2006.03.007.
12. Galdikas A., Moskalioviene T. Stress induced nitrogen diffusion during nitriding of austenitic stainless steel. *Computational Materials Science*, 2010, vol. 50, iss. 2, pp. 796–799. DOI: 10.1016/j.commatsci.2010.10.018.
13. Galdikas A., Moskalioviene T. Modeling of stress induced nitrogen diffusion in nitrided stainless steel. *Surface & Coatings Technology*, 2011, vol. 205, iss. 12, pp. 3742–3746. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2011.01.040.
14. Moskalioviene T., Galdikas A. Stress induced and concentration dependent diffusion of nitrogen in plasma nitrided austenitic stainless steel. *Vacuum*, 2012, vol. 86, iss. 10, pp. 1552–1557. DOI: 10.1016/j.vacuum.2012.03.026.
15. Moskalioviene T., Galdikas A., Rivière J.P., Pichon L. Modeling of nitrogen penetration in polycrystalline AISI 316L austenitic stainless steel during plasma nitriding. *Surface & Coatings Technology*, 2011, vol. 205, iss. 10, pp. 3301–3306. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2010.11.060.
16. Christiansen T.L., Somers M.A.J. Stress and Composition of Carbon Stabilized Expanded Austenite on Stainless Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2009, vol. 40, iss. 8, pp. 1791–1798. DOI: 10.1007/s11661-008-9717-9.
17. Christiansen T.L., Somers M.A.J. The Influence of Stress on Interstitial Diffusion - Carbon Diffusion Data in Austenite Revisited. *Defect and Diffusion Forum*, 2010, vol. 297–301, pp. 1408–1413. DOI: 10.4028/www.scientific.net/DDF.297-301.1408.
18. Fedorov A.A. *Diffuziya azota v nerzhaveyushchei stali. Tekhnicheskie nauki v Rossii i za rubezhom*. In: Technical Sciences in Russia and Abroad. Proceedings of the Third International Scientific Conference. Moscow, Buki-Vedi Publ., 2014, pp. 85–88. (In Russian).
19. Einstein A. *Sobranie nauchnykh trudov v chetyrekh tomakh. T. III. I.E. Tamm, Ya.A. Smorodinsky, B.G. Kuznetsov, ed. Raboty po kineticheskoy teorii, teorii izlucheniya i osnovam kvantovoi mekhaniki 1901-1955* [A Collection of Scientific Studies. Vol. III. I.E. Tamm, Ya.A. Smorodinsky, B.G. Kuznetsov, ed. Works on Kinetic Theory, Radiation Theory and Foundations of Quantum Mechanics]. M., Nauka Publ., 1966, pp. 108–117. (In Russian).
20. Kazakov A.L., Spevak L.F. The boundary element method and the power series method in one-dimensional problems of nonlinear filtering. *Izv. Irkutskogo gos. un-ta. Ser. Matematika*, 2012, vol. 5, no. 2, pp. 2–17. (In Russian).
21. Kazakov A.L., Spevak L.F. Numerical and analytical studies of a nonlinear parabolic equation with boundary conditions of a special form. *Applied Mathematical Modelling*, 2013, vol. 37, iss. 10–11, pp. 6918–6928. DOI: 10.1016/j.apm.2013.02.026.

Подана в журнал: 23.11.2015 г.
УДК 533.6:519.6
DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.068-079

МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПЛАЗМЕННОГО АЗОТИРОВАНИЯ АУСТЕНИТНОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ

Л. Ф. Спёвак¹, О. А. Нефедова^{1*}, А. В. Макаров^{1,2}, Г. В. Самойлова²

¹ Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, 620990, ул. С.Ковалевской, 18, Екатеринбург, Российская Федерация

² Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, 620990, ул. С.Ковалевской, 18, Екатеринбург, Российская Федерация

*Ответственный автор. Электронная почта: nefedova@imach.uran.ru; адрес для переписки: 620049, ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация.
Телефон: +7 (343) 375–35–92; факс: +7 (343) 374–53–30

Рассматриваются две математические модели процесса диффузии применительно к описанию ионного азотирования аустенитной нержавеющей стали в плазме электронного пучка. В основе первой модели лежит предположение о зависимости коэффициента диффузии от концентрации, что соответствует нелинейной краевой задаче диффузии. Вторая модель учитывает влияние на диффузионный процесс внутренних напряжений, возникающих в поверхностном слое и индуцированных внедренными атомами азота, что приводит к последовательности неоднородных краевых задач диффузии. Предложены алгоритмы решения краевых задач, основанные на методе граничных элементов. Решены модельные примеры, иллюстрирующие работу алгоритмов.

Ключевые слова: математическое моделирование, диффузия азота, плазменное азотирование, метод граничных элементов.

1. Введение

Широкое применение во многих отраслях промышленности (нефтегазовой, химической, пищевой и др.) находят аустенитные хромоникелевые стали, обладающие высокой коррозионной стойкостью и технологичностью. Хотя эти стали обладают низкими прочностными свойствами и склонностью к адгезии при трении, которые не улучшаются термической обработкой. Кардинальное повышение функциональных характеристик хромоникелевых аустенитных сталей может быть достигнуто модифицированием их поверхностного слоя атомами азота путем проведения низкотемпературного ионно-плазменного азотирования [1]. Перспективным методом ионно-плазменного азотирования является азотирование в плазме электронного пучка [2–4].

Снижение температуры азотирования нержавеющей сталей ниже 450 °С позволяет формировать высокопрочную (твердостью 12–15 ГПа) коррозионностойкую фазу пересыщенного азотом твердого раствора. При низкотемпературном плазменном азотировании удастся избежать нежелательного образования нитридов хрома, при котором снижается поток атомов хрома к поверхности, что приводит к потере способности формировать антикоррозийный защитный оксидный слой [5, 6]. Скорость диффузии азота в материал зависит от энергии активации диффузии и уменьшается с понижением температуры азотирования. Коэффициент диффузии азота и, соответственно, скорость азотирования и глубина азотированных слоев могут быть повышены проведением перед азотированием деформационного наноструктурирования поверхностного слоя [6]. В качестве наноструктурирующей обработки по-

верхности аустенитных нержавеющей сталей перспективно применение фрикционной обработки скользящим индентором [7].

Все больший интерес вызывают вопросы математического моделирования процессов диффузии атомов внедрения (азот, углерод) в кристаллическую решетку сталей и сплавов. В основе этих моделей лежит дифференциальное уравнение параболического типа – уравнение диффузии. Теория решения линейных задач для уравнений математической физики разработана довольно хорошо [8–10], однако в нелинейном случае, наиболее интересном как с теоретической точки зрения, так и для приложений, имеются только отдельные научные результаты. А моделирование таких процессов, как формирование упрочненного поверхностного слоя при азотировании, приводит к нелинейным задачам, требующим разработки специальных методов решения. В литературе приводятся примеры моделирования этого процесса, однако они используют для оценки напряжений известные решения задач для однородных сред [11]. В работах [12–14] предложены модели процесса азотирования, учитывающие усиление диффузии за счет внутренних напряжений, возникающих в поверхностном слое с высокой концентрацией внедренных атомов азота в крупнокристаллическую аустенитную сталь, которые, однако, не учитывают изменения напряженного состояния в градиентном поверхностном слое при деформационном наноструктурировании. Делаются попытки учета при моделировании низкотемпературного плазменного азотирования анизотропии коэффициентов диффузии для различных кристаллографических ориентировок аустенитной стали [15]. В работах [16, 17] предложены модели процесса диффузии углерода, но физическое влияние азота несколько отличается и напрямую эти результаты использовать затруднительно.

Таким образом, актуальной и востребованной задачей является проведение теоретического исследования процессов низкотемпературного азотирования аустенитных сталей с использованием современных подходов к решению краевых задач математической физики. В дальнейшем проведение совместного теоретического и прямого экспериментального определения концентраций азота по глубине азотированных слоев позволит решать обратные задачи диффузии с целью корректировки моделей, включая определение коэффициентов диффузии в недеформированных и наноструктурированных поверхностных слоях, а также граничных условий для краевых задач. Это важно в связи с существенной неравномерностью распределения примеси азота в пограничном слое, что приводит к большим градиентам изменения физических и механических свойств слоя. Представляется, что только совместное использование экспериментальных методов и методов физического и математического моделирования позволит корректно решать задачу оптимизации химического и структурно-фазового состава градиентного поверхностного слоя для заданных условий эксплуатации.

Цель настоящей работы заключается в обзоре постановок краевой задачи диффузии, описывающей процесс плазменного азотирования, и разработке алгоритмов решения этой задачи. На основе предложенных алгоритмов в дальнейшем будет создана компьютерная программа, позволяющая путем сравнения теоретических и экспериментально полученных распределений концентраций азота по глубине азотированных слоев решать обратные задачи диффузии для корректировки математической модели и для определения коэффициента диффузии.

2. Математическая постановка задачи

2.1 Нелинейное уравнение диффузии

Процесс диффузии газа описывается дифференциальным уравнением диффузии – вторым законом Фика. В работе рассматривается одномерный диффузионный процесс в области $x \in [0, h]$, где h – толщина плоского образца, граница $x = 0$ соответствует поверхности, контактирующей с азотом. Нелинейность процесса диффузии определяется зависимостью коэффициента диффузии от концентрации. Уравнение диффузии в этом случае имеет вид:

$$\frac{\partial c(x, t)}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D(c) \frac{\partial c(x, t)}{\partial x} \right) \quad (1)$$

при заданных начальных и граничных условиях. Здесь $c(x, t)$ – распределение концентрации азота в образце; t – время азотирования.

Предполагается, что в начальный момент времени $t = 0$ азота в образце не было, начальное условие задается в виде:

$$c(x, t) \Big|_{t=0} = 0. \quad (2)$$

Так как при ионном азотировании аустенитной нержавеющей стали в плазме электронного пучка происходит диффузия азота вглубь образца [18], то можно считать концентрацию азота на поверхности постоянной

$$c(x, t) \Big|_{x=0} = c^*(t), \quad (3)$$

полагая, что равновесная с окружающей средой концентрация азота на поверхности достигается за пренебрежимо малое время.

Альтернативным граничным условием при $x = 0$ является задание диффузионного потока:

$$f(x, t) \Big|_{x=0} = f^*(t). \quad (3')$$

Как правило, толщина диффузионного слоя при азотировании много меньше соответствующего размера образца, поэтому рассматриваемая задача подобна диффузии в полуограниченной области, когда выполняется условие $f(x, t) \Big|_{x \rightarrow \infty} = 0$. В связи с этим на удаленной границе принимается условие

$$f(x, t) \Big|_{x=h} = 0. \quad (4)$$

В качестве вида зависимости коэффициента диффузии от концентрации при плазменном азотировании аустенитной нержавеющей стали в работах [12 – 14] предложено использовать широко известное соотношение Эйнштейна-Смолуховского $D(c) = F(1/c)$ [19] в виде

$$D(c) = \frac{\alpha}{c}; \quad \alpha = RTL, \quad (5)$$

где R – универсальная газовая постоянная; T – абсолютная температура; L – коэффициент Онзагера. Подстановка (5) в уравнении (1) приводит уравнение диффузии к виду

$$\frac{\partial c(x, t)}{\partial t} = \frac{\alpha}{c} \frac{\partial^2 c(x, t)}{\partial x^2} - \frac{\alpha}{c^2} \left(\frac{\partial c(x, t)}{\partial x} \right)^2. \quad (6)$$

2.2 Модель, учитывающая усиление диффузии за счет градиента внутренних напряжений

Насыщение стали азотом в процессе плазменного азотирования приводит к увеличению ее удельного объема. Кроме того, вблизи поверхности образца происходит образование и взаимодействие различных дефектов кристаллической решетки, накопление атомов азота, образование новых фаз и интенсивное ионное распыление. Совокупность этих эффектов приводит к возникновению сжимающих внутренних напряжений в азотированном слое.

Вторая модель рассматривает диффузию с учетом влияния внутренних напряжений, вызванных внедренными атомами азота. Известно, что внутренние напряжения оказывают влияние на диффузию азота в соответствии со следующим уравнением:

$$f(x, t) = -D \frac{\partial c(x, t)}{\partial x} + \frac{DV_N}{RT} c(x, t) \frac{\partial \sigma(x, t)}{\partial x}. \quad (7)$$

Здесь V_N – парциальный молярный объем азота в стали; $\sigma(x, t)$ – внутренние напряжения. Уравнение (7) и закон сохранения вещества

$$\frac{\partial f(x, t)}{\partial x} = -\frac{\partial c(x, t)}{\partial t} \quad (8)$$

приводят к уравнению для концентрации

$$\frac{\partial c(x, t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c(x, t)}{\partial x^2} - \frac{DV_N}{RT} \left(\frac{\partial c(x, t)}{\partial x} \frac{\partial \sigma(x, t)}{\partial x} + c(x, t) \frac{\partial^2 \sigma(x, t)}{\partial x^2} \right). \quad (9)$$

В силу малости множителя $\frac{\partial^2 \sigma(x, t)}{\partial x^2}$ вторым слагаемым, стоящим в скобках в правой части уравнения (9), можно пренебречь, тогда

$$\frac{\partial c(x, t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c(x, t)}{\partial x^2} - \frac{DV_N}{RT} \frac{\partial c(x, t)}{\partial x} \frac{\partial \sigma(x, t)}{\partial x}. \quad (10)$$

В работах [12 – 14] предложено при азотировании аустенитной нержавеющей стали использовать линейную зависимость внутренних напряжений от концентрации в виде:

$$\sigma(x, t) = -X \cdot c(x, t), \quad (11)$$

где коэффициент пропорциональности принимается равным $X = 200 \frac{МПа}{ат. \%}$. После подстановки зависимости (11) в (10) получаем

$$\frac{\partial c(x, t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c(x, t)}{\partial x^2} + X \frac{DV_N}{RT} \left(\frac{\partial c(x, t)}{\partial x} \right)^2. \quad (12)$$

Дополняя уравнение (12) краевыми условиями (2) – (4), получаем еще одну краевую задачу, описывающую процесс диффузии.

3. Алгоритмы решения методом граничных элементов

3.1 Алгоритм решения линейного однородного уравнения

Краевая задача (1), (2), (3), (4) в случае постоянного коэффициента диффузии имеет известное решение методом граничных элементов [9, 10]. В момент наблюдения t_F в произвольной точке $\xi \in [0, h]$ справедливо равенство

$$c(\xi, t_F) = D \int_0^{t_F} [q(0, t) u^*(\xi, 0, t_F, t) - c^* q^*(\xi, 0, t_F, t) - c(h, t) q^*(\xi, h, t_F, t)] dt. \quad (13)$$

Здесь $t_F > 0$; $q(x, t) = \frac{\partial c(x, t)}{\partial n}$ – производная концентрации по внешней нормали к границе, в граничной точке с внешней нормалью $n(x)$ величина $q(x, t) = -\frac{f(x, t)}{D} n(x)$; $n(0) = -1$,

$$n(h) = 1; u^*(\xi, x, t_F, t) = \frac{1}{\sqrt{4\pi k(t_F - t)}} \exp\left(-\frac{(\xi - x)^2}{4k(t_F - t)}\right);$$

$$q^*(\xi, x, t_F, t) = -\frac{(x - \xi)n(x)}{4\sqrt{\pi}(k(t_F - t))^{\frac{3}{2}}} \exp\left(-\frac{(\xi - x)^2}{4k(t_F - t)}\right).$$

Граничные интегральные уравнения имеют вид:

$$\frac{1}{2} c^* = D \int_0^{t_F} [q(0, t) u^*(0, 0, t_F, t) - c^*(t) q^*(0, 0, t_F, t) - c(h, t) q^*(0, h, t_F, t)] dt; \quad (14)$$

$$\frac{1}{2} c(h, t) = D \int_0^{t_F} [q(0, t) u^*(h, 0, t_F, t) - c^*(t) q^*(h, 0, t_F, t) - c(h, t) q^*(h, h, t_F, t)] dt. \quad (15)$$

Рассмотрим процесс диффузии на интервале $t \in [0, t_M]$, разбитом точками $t_0 = 0, t_1, t_2, \dots, t_M$ на M шагов. На интервале $t \in [t_{n-1}, t_n]$, считаем постоянными $q(0, t) = q_0^{(n)}$, $c(0, t) = c_0^{(n)}$, $c(h, t) = c_h^{(n)}$. Тогда в момент наблюдения t_n граничные интегральные уравнения имеют вид:

$$\frac{1}{2} c_0^{(n)} = D \left[\sum_{i=1}^n \left(q_0^{(i)} \int_{t_{i-1}}^{t_i} u^*(0, 0, t_n, t) dt - c_0^{(i)} \int_{t_{i-1}}^{t_i} q^*(0, 0, t_n, t) dt - c_h^{(i)} \int_{t_{i-1}}^{t_i} q^*(0, h, t_n, t) dt \right) \right]; \quad (16)$$

$$\frac{1}{2} c_h^{(n)} = D \left[\sum_{i=1}^n \left(q_0^{(i)} \int_{t_{i-1}}^{t_i} u^*(h, 0, t_n, t) dt - c_0^{(i)} \int_{t_{i-1}}^{t_i} q^*(h, 0, t_n, t) dt - c_h^{(i)} \int_{t_{i-1}}^{t_i} q^*(h, h, t_n, t) dt \right) \right]. \quad (17)$$

Здесь $q_0^{(i)}, c_h^{(i)}, i=1, 2, \dots, n-1$, найдены на предыдущих шагах; $q_0^{(n)}, c_h^{(n)}$ – неизвестные, определяемые из решения системы (16), (17). Тогда решение краевой задачи (1)–(4) в момент времени $t = t_n$ определяется по формуле:

$$c(\xi, t_n) = D \left[\sum_{i=1}^n \left(q_0^{(i)} \int_{t_{i-1}}^{t_i} u^*(\xi, 0, t_n, t) dt - c_h^{(i)} \int_{t_{i-1}}^{t_i} q^*(\xi, h, t_n, t) dt \right) - c^* \int_0^{t_n} q^*(\xi, 0, t_n, t) dt \right]. \quad (18)$$

В результате на каждом шаге по времени получаем непрерывное по пространственной координате решение вида (18). Решение задачи в случае граничного условия (3') проводится аналогично.

В случае, когда граничное условие (3) (или (3')) не зависит от времени, $c^* = const$ ($f^* = const$), соотношения (13)–(15) приводят к известным аналитическим решениям соответственно

$$c(\xi, t) = c^* \left(1 - \operatorname{erf} \left(\frac{\xi}{2\sqrt{Dt}} \right) \right) \quad (19)$$

или

$$c(\xi, t) = \frac{2f^* \sqrt{t}}{\sqrt{D}} \left(\frac{1}{\sqrt{\pi}} \exp \left(-\frac{\xi^2}{4Dt} \right) - \frac{\xi}{2\sqrt{Dt}} \operatorname{erf} \left(\frac{\xi}{2\sqrt{Dt}} \right) \right), \quad (19')$$

где $\operatorname{erf}(y) = \left(\frac{2}{\sqrt{\pi}} \right) \int_0^y \exp(-z^2) dz$ – функция ошибок.

3.2 Алгоритмы решения нелинейного уравнения диффузии

В случае, когда коэффициент диффузии зависит от концентрации, уравнение диффузии становится нелинейным, как, например, уравнение (6). Тогда применение алгоритма, описанного в предыдущем разделе, может оказаться невозможным. В этом случае на каждом шаге по времени исходное уравнение (1) может быть представлено в виде уравнения Пуассона

$$\frac{\partial^2 c(x, t)}{\partial x^2} = \frac{1}{D(c)} \left(\frac{\partial c(x, t)}{\partial t} - \frac{\partial D(c)}{\partial c} \left(\frac{\partial c(x, t)}{\partial x} \right) \right), \quad (20)$$

которое при граничных условиях (3) (или (3')), (4) решается итерационно на основе подхода, предложенного в работах [20, 21]. При условиях (3), (4) k -я итерация имеет вид:

$$c^{(k)}(\xi) = q_1^{(k)} \bar{u}^*(\xi, 0) - c^* \bar{q}^*(\xi, 0) - c_2^{(k)} \bar{q}^*(\xi, h) - \int_0^h \frac{1}{D(c^{(k-1)})} \left(\frac{\partial c^{(k-1)}(x, t)}{\partial t} - \frac{\partial D(c^{(k-1)})}{\partial c} \left(\frac{\partial c^{(k-1)}(x, t)}{\partial x} \right) \right) \bar{u}^*(\xi, x) dx, \quad (21)$$

где $\xi \in (0, h)$; $c_2 = c|_{x=h}$, $q_1 = q|_{x=0}$; $\bar{u}^*(\xi, x) = \frac{1}{2}(h - |r|)$; $\bar{q}^*(\xi, x) = -\frac{1}{2} \operatorname{sgn}(r)n$, $r = x - \xi$. Неизвестные величины $q_1^{(k)}$ и $c_2^{(k)}$ определяются на каждой итерации из решения граничных интегральных уравнений

$$\begin{cases} \frac{1}{2}c^* = \frac{h}{2}q_1 + \frac{1}{2}c_2 - \int_0^h \frac{1}{D(c^{(k-1)})} \left(\frac{\partial c^{(k-1)}(x,t)}{\partial t} - \frac{\partial D(c^{(k-1)})}{\partial c} \left(\frac{\partial c^{(k-1)}(x,t)}{\partial x} \right) \right) \bar{u}^*(0,x) dx, \\ \frac{1}{2}c_2 = \frac{1}{2}c^* - \int_0^h \frac{1}{D(c^{(k-1)})} \left(\frac{\partial c^{(k-1)}(x,t)}{\partial t} - \frac{\partial D(c^{(k-1)})}{\partial c} \left(\frac{\partial c^{(k-1)}(x,t)}{\partial x} \right) \right) \bar{u}^*(h,x) dx. \end{cases} \quad (22)$$

Итерационный процесс закачивается, когда выполнено условие близости двух последовательных итераций. В результате мы вновь на каждом шаге получим распределение концентрации в образце в непрерывном виде.

Уравнение (12), учитывающее влияние градиента внутренних напряжений, также является нелинейным. Однако линейность слагаемого, содержащего старшую производную, позволяет решать это уравнение при краевых условиях (2)–(4) аналогично задаче (1)–(4). При этом нелинейная задача сводится к последовательности решения линейных неоднородных задач. На каждом шаге по времени это вновь приводит к итерационному процессу. На k -й итерации граничные интегральные уравнения

$$\begin{aligned} \frac{1}{2}c^{*(n)} = D \left[\sum_{i=1}^n \left(q_0^{(i)} \int_{t_{i-1}}^{t_i} u^*(0,0,t_n,t) dt - c^{*(i)} \int_{t_{i-1}}^{t_i} q^*(0,0,t_n,t) dt - c_h^{(i)} \int_{t_{i-1}}^{t_i} q^*(0,h,t_n,t) dt \right) \right] + \\ + X \frac{DV_N}{RT} \int_0^{t_n} \int_0^h \frac{\partial c^{(k-1)}(x,t)}{\partial x} u^*(0,x,t_n,t) dx dt ; \end{aligned} \quad (23)$$

$$\begin{aligned} \frac{1}{2}c_h^{*(n)} = D \left[\sum_{i=1}^n \left(q_0^{(i)} \int_{t_{i-1}}^{t_i} u^*(h,0,t_n,t) dt - c^{*(i)} \int_{t_{i-1}}^{t_i} q^*(h,0,t_n,t) dt - c_h^{(i)} \int_{t_{i-1}}^{t_i} q^*(h,h,t_n,t) dt \right) \right] + \\ + X \frac{DV_N}{RT} \int_0^{t_n} \int_0^h \frac{\partial c^{(k-1)}(x,t)}{\partial x} u^*(h,x,t_n,t) dx dt \end{aligned} \quad (24)$$

определяют неизвестные $q_0^{(n)}$, $c_h^{(n)}$ на данной итерации. Тогда k -я итерация решения краевой задачи в момент времени $t = t_n$ имеет вид:

$$\begin{aligned} c^{(k)}(\xi,t_n) = D \left[\sum_{i=1}^n \left(q_0^{(i)} \int_{t_{i-1}}^{t_i} u^*(\xi,0,t_n,t) dt - c_h^{(i)} \int_{t_{i-1}}^{t_i} q^*(\xi,h,t_n,t) dt \right) - c^* \int_0^{t_n} q^*(\xi,0,t_n,t) dt \right] + \\ + X \frac{DV_N}{RT} \int_0^{t_n} \int_0^h \frac{\partial c^{(k-1)}(x,t)}{\partial x} u^*(\xi,x,t_n,t) dx dt . \end{aligned} \quad (25)$$

4. Примеры

Предложенные алгоритмы были применены для решения модельных задач при следующих значениях параметров задач. Алгоритм (13)–(18) при постоянном коэффициенте диффузии $D = 6 \cdot 10^{-11} \frac{см^2}{с}$ и постоянном значении $f^* = -1,8 \cdot 10^{-8} \frac{1}{с \cdot см^2}$, соответствующем

$q(0, t) = -\frac{f^*}{D} = 300 \frac{1}{\text{см}^4}$, привел к решению, показанному на рис. 1 и совпадающему с решением (19').

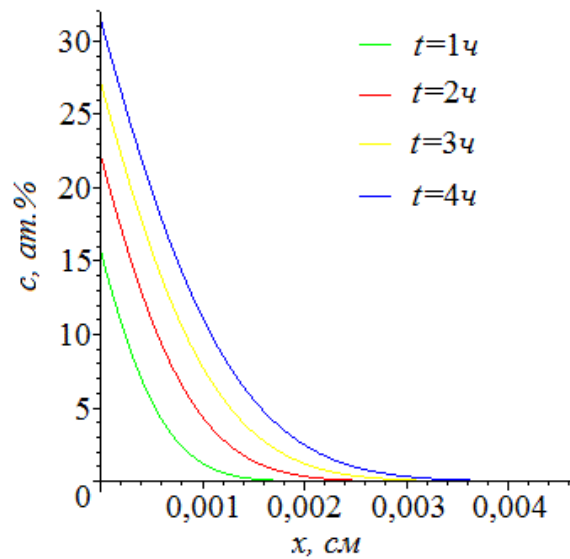


Рис. 1. Концентрация азота при постоянном коэффициенте диффузии при различных периодах азотирования

Решение с помощью алгоритма (23)–(25) неоднородной задачи, учитывающей влияние градиентов напряжений при тех же граничных условиях и следующих значениях параметров: $X = 200 \frac{\text{МПа}}{\text{ат.}\%}$, $V_N = 40 \text{ см}^3$, $R = 8,314 \frac{\text{Дж}}{\text{К} \cdot \text{моль}}$, $T = 673 \text{ К}$, показано на рис. 2.

Сравнение графиков на рис. 1 и 2, соответствующих одинаковым периодам азотирования, показывает ускорение процесса диффузии вследствие влияния внутренних напряжений.

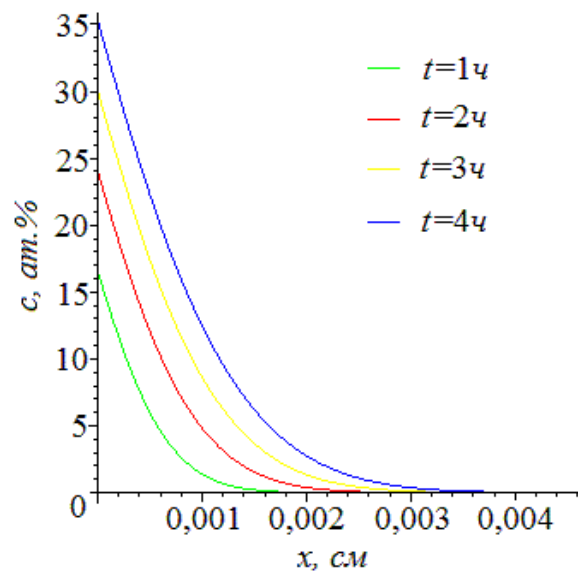


Рис.2. Концентрация азота с учетом внутренних напряжений при различных периодах азотирования

5. Заключение

Обоснована актуальность построения математических моделей и теоретического изучения процессов диффузии азота при низкотемпературном ионно-плазменном азотировании, в частности, в плазме электронного пучка, нержавеющей аустенитных сталей. Отмечается важность разработки эффективных алгоритмов решения краевых задач диффузии. Предложенные алгоритмы решения линейной и нелинейных краевых задач диффузии на основе метода граничных элементов могут быть использованы для создания компьютерных программ и решения обратной задачи диффузии азота.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Структура» № 01201463331) при поддержке РФФИ (проект № 15-08-07947).

Литература

1. Берлин Е. В., Коваль Н. Н., Сейдман Л. А. Плазменная химико-термическая обработка поверхности стальных деталей. – М. : Техносфера, 2012. – 464 с. – ISBN 978–5–94836–328–8.
2. Способ плазменного азотирования изделия из стали или из цветного сплава : пат. 2413033 Рос. Федерация / Гаврилов Н. В., Мамаев А. С., Государственное учреждение Институт электрофизики УрО РАН. – № 2009100619/02 ; заявл. 11.01.09 ; опубл. 27.02.11, Бюл. № 6. – 9с.
3. Gavrilov N. V., Men'shakov A. I. A source of broad electron beams with a self-heated hollow cathode for plasma nitriding of stainless steel. *Instruments and Experimental Techniques*. – 2011. – Vol. 54, no. 5. – P. 732–739. – DOI: 10.1134/S0020441211050046.
4. Гаврилов Н. В., Меньшаков А. И. Низкотемпературное азотирование нержавеющей стали в плазме электронного пучка при 400°C // *Физика и химия обработки материалов*. – 2012. – № 5. – С. 31–36.
5. Lo K. H., Shek C. H., Lai J. K. L. Recent developments in stainless steels // *Materials Science and Engineering: R: Reports*. – 2009. – Vol. 65, iss. 4–6. – P. 39–104. – DOI: 10.1016/j.mser.2009.03.001.
6. Laleh M., Kargar F., Velashjerdi M. Low-temperature Nitriding of Nanocrystalline Stainless Steel and Its Effect on Improving Wear and Corrosion Resistance // *Journal of Material Engineering and Performance*. – 2013. – Vol. 22, iss. 5. – P. 1304–1310. – DOI: 10.1007/s11665–012–0417–7.
7. Повышение трибологических свойств аустенитной стали 12X18H10T наноструктурирующей фрикционной обработкой / А. В. Макаров, П. А. Скорынина, А. Л. Осинцева, А. С. Юровских, Р. А. Саврай // *Обработка металлов: технология, оборудование, инструменты*. – 2015. – Т. 69, № 4. – С. 80–92. – DOI: 10.17212/1994–6309–2015–4–80–92.
8. Тихонов А.Н., Самарский А.А. Уравнения математической физики. – М. : Изд-во Моск. ун-та, 1999. – 799 с. – ISBN 5–211–04138–0.
9. Brebbia C. A., Telles J. F. C., Wrobel L. C. *Boundary Element Techniques*. – Berlin, Heidelberg, New-York, Tokyo : Springer-Verlag, 1984. – 466 p. – ISBN 978–3–642–48862–7. – DOI: 10.1007/978–3–642–48860–3.
10. Федотов В. П., Спевак Л. Ф. Модифицированный метод граничных элементов в задачах механики, теплопроводности и диффузии. – Екатеринбург : УрО РАН, 2009. – 164 с.
11. Christiansen T., Somers M. A. J. Avoiding ghost stress on reconstruction of stress- and composition-depth profiles from destructive X-ray diffraction depth profiling // *Materials Science and Engineering: A*. – 2006. – Vol. 424, iss 1–2. – P. 181–189. – DOI: 10.1016/j.msea.2006.03.007.
12. Galdikas A., Moskaliuviene T. Stress induced nitrogen diffusion during nitriding of austenitic stainless steel // *Computational Materials Science*. – 2010. – Vol. 50, iss. 2. – P. 796–799. – DOI: 10.1016/j.commatsci.2010.10.018.

13. Galdikas A., Moskalioviene T. Modeling of stress induced nitrogen diffusion in nitrided stainless steel // *Surface & Coatings Technology*. – 2011. – Vol. 205, iss. 12. – P. 3742–3746. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2011.01.040.
14. Moskalioviene T., Galdikas A. Stress induced and concentration dependent diffusion of nitrogen in plasma nitrided austenitic stainless steel // *Vacuum*. – 2012. – Vol. 86, iss 10. – P. 1552–1557. – DOI: 10.1016/j.vacuum.2012.03.026.
15. Modeling of nitrogen penetration in polycrystalline AISI 316L austenitic stainless steel during plasma nitriding / T. Moskalioviene, A. Galdikas, J. P. Rivière, L. Pichon // *Surface & Coatings Technology*. – 2011. – Vol. 205, iss. 10. – P. 3301–3306. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2010.11.060.
16. Christiansen T. L., Somers M. A. J. Stress and Composition of Carbon Stabilized Expanded Austenite on Stainless Steel // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2009. – V. 40, iss. 8. – P. 1791–1798. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2010.11.060.
17. Christiansen T. L., Somers M. A. J. The Influence of Stress on Interstitial Diffusion - Carbon Diffusion Data in Austenite Revisited // *Defect and Diffusion Forum*. – 2010. – Vol. 297–301. – P. 1408–1413. – DOI: 10.4028/www.scientific.net/DDF.297–301.1408.
18. Федоров А. А. Диффузия азота в нержавеющей стали // *Технические науки в России и за рубежом: материалы III междунар. науч. конф.* – М. : Буки–Веди, 2014. – С. 85–88. – ISBN 978–5–4465–0465–7.
19. О движении взвешенных в покоящейся жидкости частиц, требуемом молекулярно-кинетической теорией теплоты. Гл. 8 // *Эйнштейн А. Собрание научных трудов в четырех томах. Том III / Под ред. И. Е. Тамма, Я. А. Смородинского, Б. Г. Кузнецова.* – М. : Наука, 1966. – С. 108–117. – ISBN 978–5–458–33554–6.
20. Казаков А. Л., Спёвак Л. Ф. Методы граничных элементов и степенных рядов в одномерных задачах нелинейной фильтрации // *Изв. Иркутского гос. ун-та. Сер. Математика*. – 2012. – Т. 5, № 2. – С. 2–17.
21. Kazakov A. L., Spevak L. F. Numerical and analytical studies of a nonlinear parabolic equation with boundary conditions of a special form // *Applied Mathematical Modelling*. – 2013. – Vol. 37, iss. 10–11. – P. 6918–6928. – DOI: 10.1016/j.apm.2013.02.026.

DISTRIBUTIONAL AND MORPHOLOGICAL CHANGES IN EXCESS CEMENTITE DURING DEFORMATION OF HYPEREUTECTOID STEELS

S. V. Burov*, Yu. V. Khudorozhkova

Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620049, 34 Komsomolskaya st., Ekaterinburg, Russian Federation

*Corresponding author. E-mail: burchitai@mail.ru; address for correspondence: ul. Komsomolskaya 34, 620049, Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 343 3753583; fax: +7 343 3745330

Obtaining of layered excess cementite distribution in hypereutectoid steel by deformation in the intercritical temperature range is considered. The initial state prior to deformation is cast steel and heat treated cast steel. It has been revealed that in the cast state excess cementite can be represented in the form of plates in a volume of austenite grains, in the form of network along austenite grain boundaries, in the form of liquation-induced aggregates (tangles) in the interaxial intervals of austenite dendrites. Typically a cast structure contains all of these morphologies. Sometimes excess cementite can be represented as primary cementite in nonequilibrium ledeburite. It has been found that a reliable method to obtain the layered structure without the presence of coarse particles of cementite is deformation in the intercritical temperature range of hypereutectoid carbon steel with an initial Widmanstätten morphology of excess carbide phase.

Keywords: excess cementite, Widmanstätten cementite, wootz steel, hypereutectoid steel, cementite network.

DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.80-89

References

1. Wadsworth J., Sherby O.D. On the bulat-damascus steels revisited. *Progress in Materials Science*, 1980, vol. 25, no. 1, pp. 35–68. DOI: 10.1016/0079-6425(80)90014-6.
2. Feuerbach A. Crucible Damascus steel: A fascination for almost 2,000 years. *Jom*, 2006, vol. 58, no. 5, pp. 48–50. DOI: 10.1007/s11837-006-0023-y.
3. Sherby O.D., Wadsworth J. Ancient blacksmiths, the Iron Age, Damascus steels, and modern metallurgy. *Journal of Materials Processing Technology*, 2001, vol. 117, no. 3, pp. 347–353. DOI: 10.1016/s0924-0136(01)00794-4.
4. Verhoeven J.D., Pendray A.H., Dauksch W.E. The key role of impurities in ancient damascus steel blades. *Jom-Journal of the Minerals Metals & Materials Society*, 1998, vol. 50, no. 9, pp. 58–64. DOI: 10.1007/s11837-998-0419-y.
5. Wadsworth J., Sherby O.D. Response to Verhoeven comments on Damascus steel. *Materials Characterization*, 2001, vol. 47, no. 2, pp. 163–165. DOI: 10.1016/s1044-5803(01)00184-x.
6. Taleff E.M., Bramfitt B.L., Syn C.K., Lesuer D.R., Wadsworth J., Sherby O.D. Processing, structure, and properties of a rolled, ultrahigh-carbon steel plate exhibiting a damask pattern. *Materials Characterization*, 2001, vol. 46, no. 1, pp. 11–18. DOI: 10.1016/s1044-5803(00)00087-5.
7. Burov S.V., Khudorozhkova Yu.V., Ryzhkov M.A. Peculiarities of austenite transformation under continuous cooling of hypereutectoid steel. *Obrabotka Metallov. Metal Working and Material Science*, 2013, no. 4 (61), pp. 65–70. (In Russian).
8. Barnett M.R., Sullivan A., Balasubramaniam R. Electron backscattering diffraction analysis of an ancient wootz steel blade from central India. *Materials Characterization*, 2009, vol. 60, no. 4, pp. 252–260. DOI: 10.1016/j.matchar.2008.10.004.
9. Sherby O.D. Ultrahigh carbon steels, Damascus steels and ancient blacksmiths. *ISIJ International*, 1999, vol. 39, no. 7, pp. 637–648. DOI: 10.2355/isijinternational.39.637.
10. Verhoeven J.D. Genuine Damascus steel: a type of banded microstructure in hypereutectoid steels. *Steel Research*, 2002, vol. 73, no. 8, pp. 356–365.

11. Bataev V.A., Bataev A.A., Kotorov S.A., Tushinskii L.I. Special features of the fracture of ordered segregated excess cementite in eutectoid steels. *Metal Science and Heat Treatment*, 1999, vol. 41, no. 3–4, pp. 101–104. DOI: 10.1007/bf02467693.
12. Bataev I.A., Bataev, A.A., Burov, V.G., Lizunkova, Ya.S., Zakharevich, E.E. Structure of widmanstatten crystals of ferrite and cementite. *Steel in translation*, 2008, vol. 38, no. 8, pp. 684–687.

Подана в журнал: 30.10.2015
УДК 669.017
DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.80-89

ИЗМЕНЕНИЕ МОРФОЛОГИИ И РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ИЗБЫТОЧНОГО ЦЕМЕНТИТА В ПРОЦЕССЕ ДЕФОРМИРОВАНИЯ ЗАЭВТЕКТОИДНЫХ СТАЛЕЙ

С. В. Буров*, Ю. В. Худорожкова

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация

*Ответственный автор. Электронная почта: burchitai@mail.ru; адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, 620049, Екатеринбург, Российская Федерация. Телефон: +7 (343) 375–35–83; факс: +7 (343) 374–53–30

В работе рассмотрено получение слоистого распределения избыточного цементита в заэвтектоидной стали за счет деформации в межкритическом интервале температуры. В качестве исходного состояния, предшествовавшего деформированному, рассматривалась сталь как с литой, так и сформированной в процессе термообработки структурой. Выявлено, что в литом состоянии избыточный цементит может быть представлен в виде пластин в объеме аустенитного зерна, сетки по границам аустенитного зерна и скоплений (клубков) ликвационной природы в межосевых промежутках дендритов аустенита. Обычно в структуре представлен цементит нескольких морфологий. Отдельно можно выделить первичный цементит в составе неравновесного ледебурита. Установлено, что надежным методом получения слоистой структуры без наличия грубодисперсных частиц цементита является деформирование в межкритическом интервале температур заэвтектоидной углеродистой стали с избыточной карбидной фазой исходной видманштеттовой морфологии.

Ключевые слова: избыточный цементит, Видманштеттов цементит, булат, цементитная сетка, заэвтектоидная сталь.

1. Введение

В современных представлениях булат – это первая литая углеродистая сталь, имеющая в ковном состоянии композиционную структуру [1–3]. По данным работы [4], структура булата представляет собой композицию, в которой глобулярные мелкодисперсные частицы вторичного цементита залегают в сорбитной матрице слоями. Они же подчеркивают, что главную роль в образовании слоистости булатов играют примеси активных карбидообразователей, таким образом неявно указывая, что механизмы формирования слоистого распределения карбидов схожи с механизмами формирования карбидной строчечности современных легированных сталей.

Их научные оппоненты Шерби и Водсворт [5] в многочисленных публикациях заявляют, что современные исследования исторических образцов булатов показывают отсутствие сколь-либо значительных примесей карбидообразующих элементов, а формирование структуры со слоистым залеганием мелкодисперсных глобулярных частиц избыточного цементита происходит исключительно благодаря деформированию в межкритическом интервале (между A_{c1} и A_{cM}) [6]. Неравномерность залегания примесей практически всегда имеет дендритную природу, далекую от характера распределения цементитных частиц в булатах. По мнению Шерби и Водсворта, слоистое распределение формируется при дроблении и сфероидизации частиц цементитной сетки, полученной отжигом [1, 6]. Высокотемпературный длительный отжиг и последующая деформация в межкритическом интервале составляют основу механизма Шерби – Водсворта. Мнение этих ученых с материаловедческой позиции более обоснованны и аргументированны, однако их собственные результаты [6] далеки от истинно слоистого распределения карбидных частиц в деформированной стали.

Настоящие исследования базировались на предположении, что для формирования слоистой композиционной структурыковка должна проводиться при температурах ниже су-

ществования гомогенного аустенита. Была поставлена задача выявить исходную морфологию избыточного цементита, пригодную для получения естественного композиционного материала на основе заэвтектоидной стали.

Реконструкция исторической булатной технологии не входила в задачи настоящего исследования.

Цели работы – исследовать морфологию и характер распределения избыточного вторичного цементита в литых и кованных углеродистых заэвтектоидных сталях и определить микроструктуру, пригодную для формирования естественного композиционного материала со слоистым распределением мелкодисперсного глобулярного цементита.

2. Материалы и методика эксперимента

В качестве материалов исследований использовали заэвтектоидные углеродистые стали. Исследовали сталь, полученную тигельной плавкой в пламенной печи, сталь У16 индукционной выплавки, а также сталь У16ш, полученную методом электрошлакового переплава (ЭШП) стали У16.

Объекты исследований – слитки в кристаллизованном по различным режимам состоянии, слитки, подвергнутые полному отжигу, а также полосы, полученные протяжкой слитков в интервале температурковки 850–700 °С, гарантированно ниже точки A_{Cm} , составлявшей 960 °С [7].

Исследования проводились на металлографическом инвертированном микроскопе АльтамиМЕТ1М, был использован метод светлопольного металлографического анализа на микрошлифах, полученных по традиционной технологии, включающей в себя такие операции как вырезка образцов, шлифование на шлифовальных шкурках с последовательным уменьшением зернистости, шлифование на алмазных пастах и полирование на суспензии оксида хрома. Травление шлифов производили ниталем (5 %-й раствор азотной кислоты в спирте).

3. Результаты исследований и их обсуждение

3.1 Структура литой заэвтектоидной стали

Исследовали структуру литой стали, закристаллизованной с различными скоростями охлаждения. Структура стали У16 индукционной выплавки, разлитой в холодную керамическую изложницу (рис. 1), показывает, что в морфологии избыточного цементита литой стали влияние оказывают процессы внутризеренной ликвации. Избыточный цементит представлен в виде сетки по границам бывшего аустенитного зерна (столбчатые зерна с диаметром около 300–500 мкм и длиной до 4 мм), массивных цементитных *клубков* или узелков ликвационной природы, декорирующих межосевые промежутки бывших аустенитных дендритов, а также пластин, выглядящих как иглы, вторичного цементита видманштеттова типа. Видно (рис. 1 б), что цементитные *клубки* являются скоплением повышенного числа игл видманштеттова цементита, следовательно их происхождение определяется выделением из твердого раствора с повышенной концентрацией углерода.

Структура стали после ЭШП, при которой кристаллизация ведется в медном водоохлаждаемом кристаллизаторе, т. е. с высокой скоростью, схожа, но характеризуется более высокой дисперсностью (рис. 2).

Структура заэвтектоидной стали опытной тигельной плавки, подвергнутой выдержке в интервале температур между солидусом и ликвидусом с последующим быстрым охлаждением тигля на спокойном воздухе, характеризуется наличием неравновесного ледебурита по границам, а также игл видманштеттова цементита внутри бывшего аустенитного зерна (рис. 3).

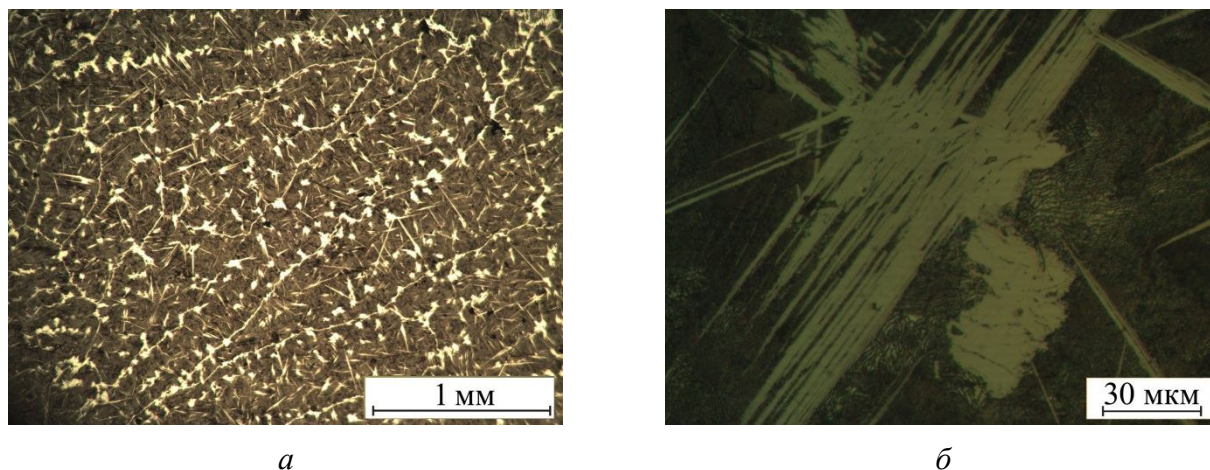


Рис. 1. Структура стали У16, подвергнутой разливке в холодную керамическую изложницу, при разных увеличениях (а, б). Слиток массой 20 кг

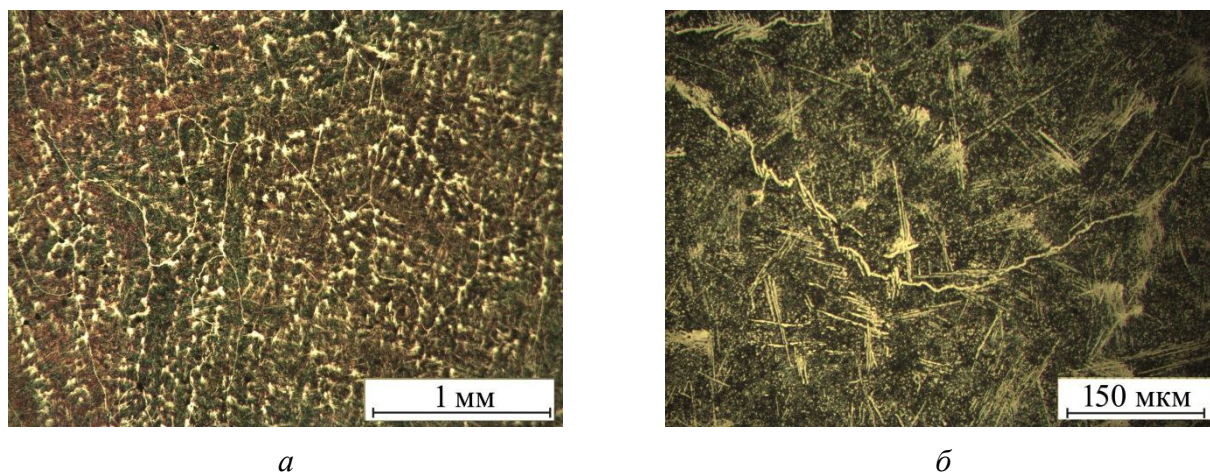


Рис. 2. Структура литой стали У16ш при разных увеличениях (а, б)

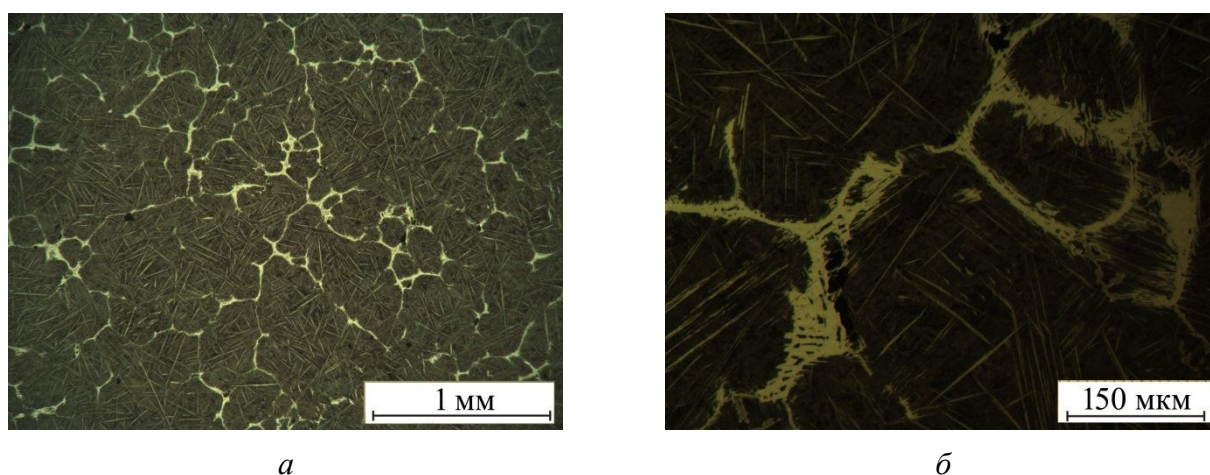


Рис. 3. Структура стали У16, подвергнутой выдержке в интервале между ликвидусом и солидусом и последующему быстрому охлаждению, при разных увеличениях (а, б)

Полный отжиг стали У16 с температурой гомогенизации аустенита 1100 °С (время выдержки 120 минут) приводит к классическому выделению избыточного (вторичного) це-

ментита в виде массивной цементитной сетки по границам бывшего аустенитного зерна (рис. 4).

Кристаллизация при тигельной плавке в условиях, предельно снижающих дендритную ликвацию, приводит к формированию тонкой цементитной сетки, незначительному количеству *клубков*, а основной объем избыточного цементита выделяется в виде пластин видманшеттова типа (рис. 5). Применение разработанных режимов охлаждения не позволило получить однородную пластинчатую морфологию при кристаллизации легированной стали (проводились опытные плавки на основе ШХ15 с добавками графита).

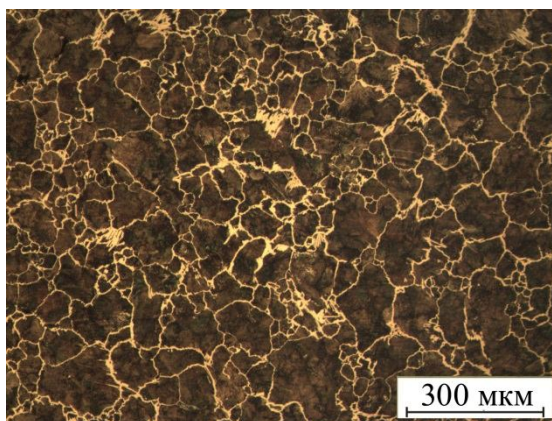
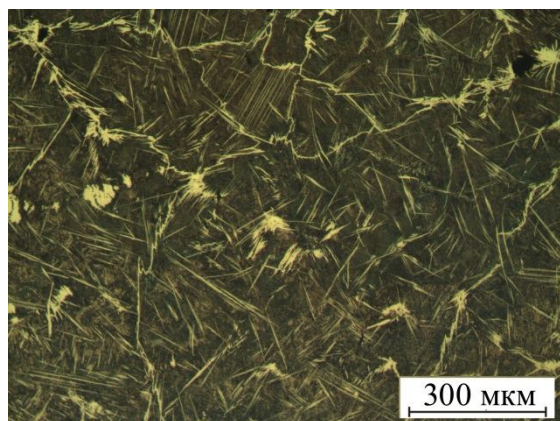
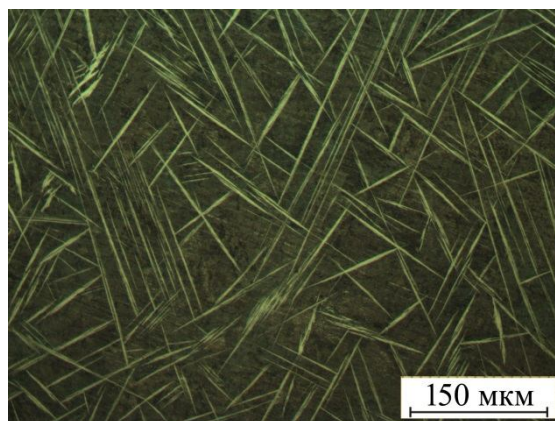


Рис. 4. Структура стали У16, подвергнутой отжигу с температурой аустенитизации 1100 °С



a



б

Рис. 5. Пластинчатая морфология избыточного цементита видманшеттова типа в заэвтектоидной углеродистой стали при разных увеличениях (*a, б*)

При анализе полученных структур выявлено, что избыточный цементит в литой заэвтектоидной стали может быть представлен в виде пластин в объеме аустенитного зерна, в виде сетки по границам аустенитного зерна, в виде скоплений (*клубков*) ликвационной природы в межосевых промежутках дендритов аустенита. Отдельно можно выделить первичный цементит в составе неравновесного ледебурита.

С позиции наследования распределения избыточного цементита в процессе дробления и сфероидизации при ковке, «претендентами» на формирование слоистого распределения глобулярного мелкодисперсного цементита в ковальной заэвтектоидной стали являются структуры с исходно двухмерными построениями: с видманшеттовыми пластинами и сеткой.

3.2 Структура поковок

Образцы исследованных сталей подвергли ковке с вытяжкой в полосу. В процессековки вытяжка составила около 1000 %.

Распределение избыточных карбидов в разлитой в изложницу и подвергнутой ковке при температуре не выше $A_{сm}$ стали У16, а также в кованой стали У16ш, однотипно и представлено на рис. 6 и 7. В структуре произошло диспергирование и измельчение карбидной фазы, однако не приходится говорить о строго слоистом распределении, скорее имеется карбидная строчечность и карбидная неоднородность по типу легированных инструментальных сталей. Размер избыточных карбидных частиц неравномерен, имеются включения частиц размером около 10...20 мкм. Эти крупные выделения могут расцениваться с позиции обеспечения свойств как неметаллические включения. Подобная структура заэвтектоидной стали, содержащая избыточные цементитные частицы разных размеров, описана в работе [8].

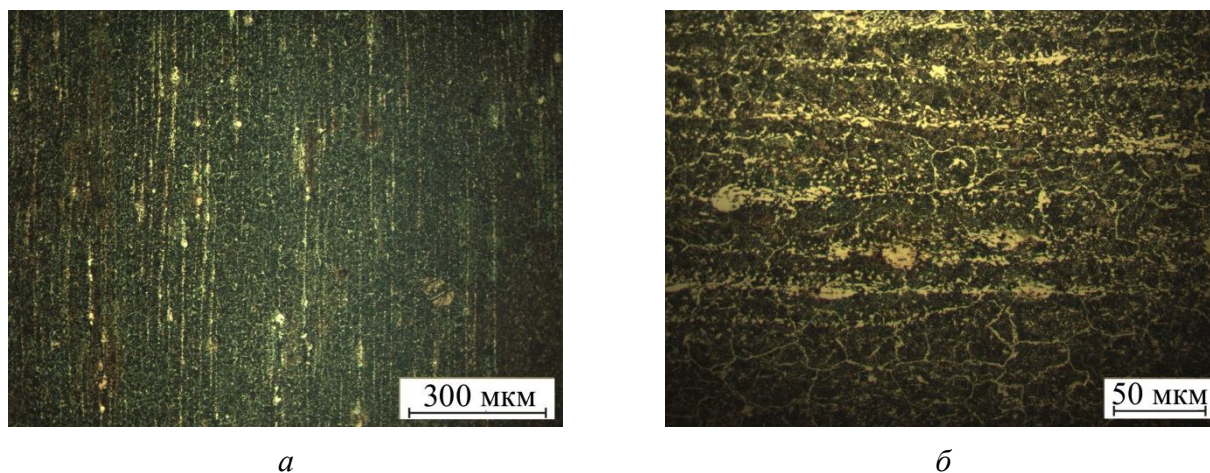


Рис. 6. Структура стали У16ш, подвергнутой ковке при температуре ниже $A_{сm}$.
Микрошлиф продольного сечения при разных увеличениях (а, б)

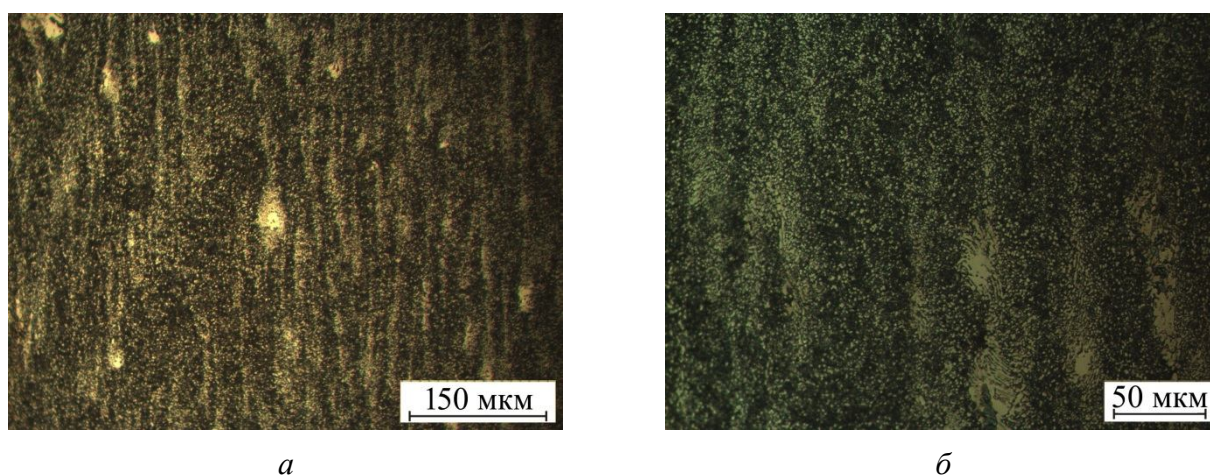


Рис. 7. Структура стали У16ш, подвергнутой ковке при температуре ниже $A_{сm}$.
Микрошлиф поперечного сечения при разных увеличениях (а, б)

Распределение карбидных частиц в кованой стали при наличии в исходной структуре неравновесного ледебурита также не может быть охарактеризовано как чисто слоистое. Сильно выражена неоднородность размера карбидных частиц (рис. 8). В структуре имеются карбидные включения до 50 мкм (рис. 8 б).

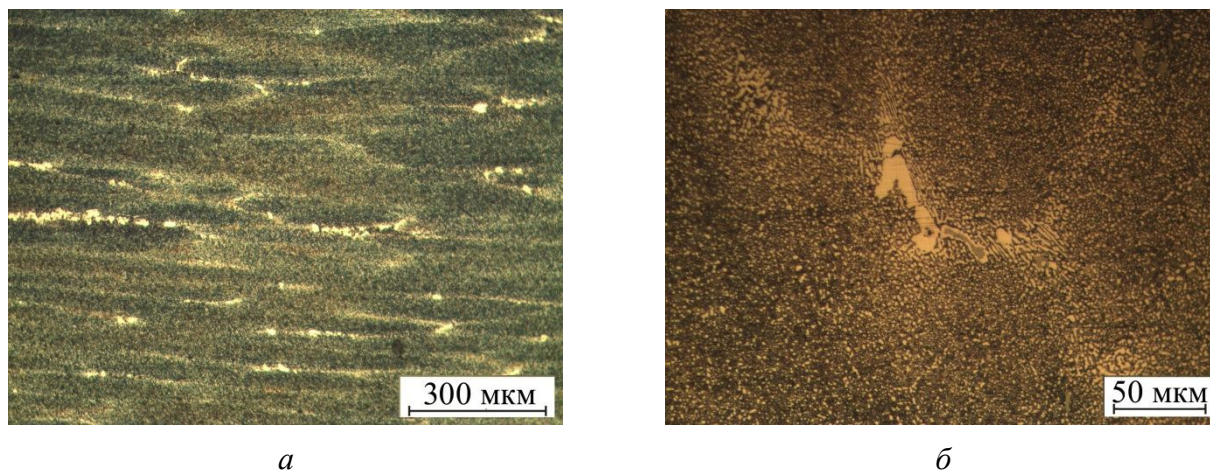


Рис. 8. Структура заэвтектоидной стали с исходным наличием неравновесного ледебурита послековки при температуре ниже A_{c_m} . Микрошлиф поперечного сечения при разных увеличениях (*a*, *б*)

Структура ковальной в межкритическом интервале стали У16 с исходной морфологией вторичного цементита в виде грубой сетки показывает (рис. 9) как отсутствие четко выраженной слоистости с параллельными слоями, так и наличие карбидной неоднородности. Однако структура, сформированная по механизму Водсворта-Шерби, менее контрастна, чем в работах авторов, применявших для деформирования прокатку и не получивших в структуре карбидной неоднородности по размерам частиц [9].

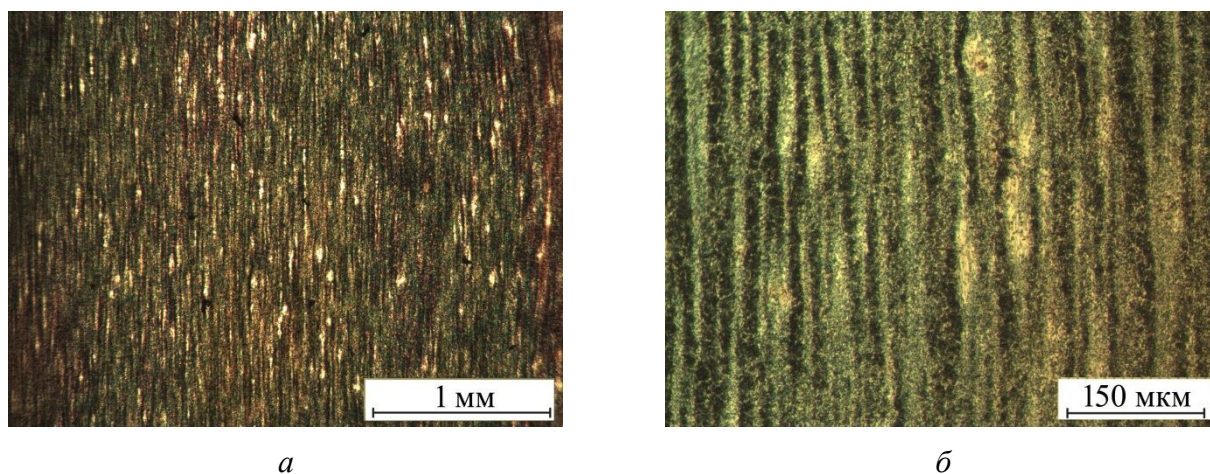


Рис. 9. Структура ковальной в межкритическом интервале стали У16 с исходной сеточной морфологией избыточного цементита при разных увеличениях (*a*, *б*)

Ковка в межкритическом интервале стали с исходной видманштеттовой морфологией избыточного цементита и отсутствием сильно выраженных ликвационных карбидных неоднородностей приводит к формированию слоистой структуры с мелкодисперсными (менее 1–3 мкм) частицами избыточного цементита (рис. 10) и получению макроструктуры слоистого композиционного материала (рис. 11). Эта структура соответствует искомой, т. е. не содержит крупных частиц цементита, которые имеют четко выраженное слоистое залегание, а также соответствует микроструктуре исторических образцов булатной стали [4, 10]. Поведение пластин видманштеттова цементита, их дробление на начальных стадиях деформирования описано в работах [11, 12].

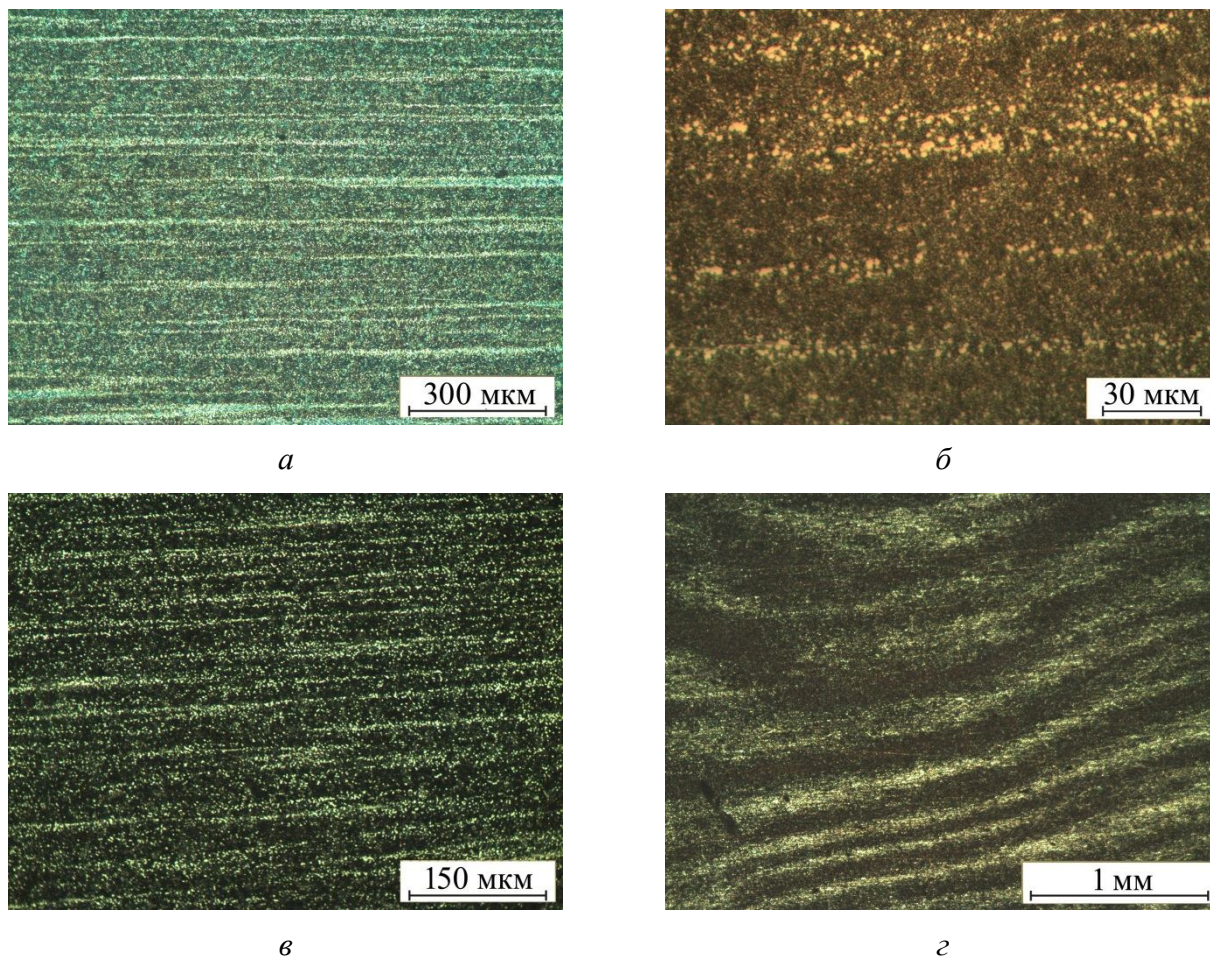


Рис. 10. Структура кованой в межкритическом интервале заэвтектоидной стали с исходной игольчатой видманштеттовой морфологией избыточного цементита:
а, б – продольное сечение; *в* – поперечное сечение; *г* – структура поверхности полосы

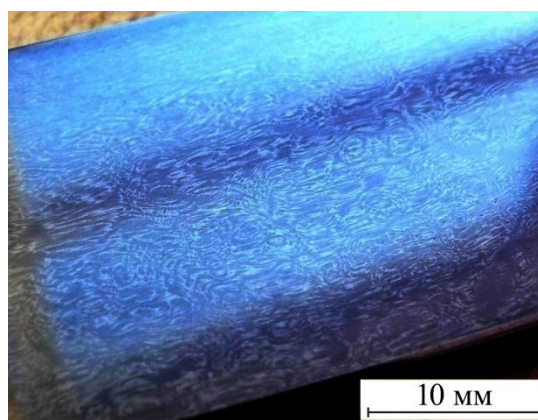


Рис. 11. Макроструктура полученного композиционного материала

4. Выводы

1. В работе показано, что избыточный цементит в литой заэвтектоидной стали может быть представлен в виде пластин в объеме бывшего аустенитного зерна, в виде сетки по границам зерна, в виде скоплений (клубков) ликвационной природы в межосевых промежутках дендритов аустенита. Отдельно можно выделить первичный цементит в составе неравновесного ледебурита.

2. В результате проведенных исследований установлено, что надежным методом получения слоистой структуры без наличия грубодисперсных частиц цементита является деформирование заэвтектоидной углеродистой стали с исходной видманштеттовой морфологией избыточной карбидной фазы в межкритическом интервале температур. При выполнении этих условий естественный слоистый композиционный материал на основе заэвтектоидной стали может быть получен без применения специальных видов обработки, направленных на измельчение и сфероидизацию избыточной карбидной фазы.

Литература

1. Wadsworth J., Sherby O. D. On the bulat-damascus steels revisited // *Progress in Materials Science*. – 1980. – Vol. 25, № 1. – P. 35–68. DOI: 10.1016/0079-6425(80)90014-6.
2. Feuerbach A. Crucible Damascus steel: A fascination for almost 2,000 years // *Jom*. – 2006. – Vol. 58, № 5. – P. 48–50. DOI: 10.1007/s11837-006-0023-y.
3. Sherby O. D., Wadsworth J. Ancient blacksmiths, the Iron Age, Damascus steels, and modern metallurgy // *Journal of Materials Processing Technology*. – 2001. – Vol. 117, № 3. – P. 347–353. DOI: 10.1016/s0924-0136(01)00794-4.
4. Verhoeven J. D., Pendray A. H., Dauksch W. E. The key role of impurities in ancient damascus steel blades // *Jom-Journal of the Minerals Metals & Materials Society*. – 1998. – Vol. 50, № 9. – С. 58–64. DOI: 10.1007/s11837-998-0419-y.
5. Wadsworth J., Sherby O. D. Response to Verhoeven comments on Damascus steel // *Materials Characterization*. – 2001. – Vol. 47, № 2. – P. 163–165. DOI: 10.1016/s1044-5803(01)00184-x.
6. Taleff E. M., Bramfitt B. L., Syn C. K., Lesuer D. R., Wadsworth J., Sherby O. D. Processing, structure, and properties of a rolled, ultrahigh-carbon steel plate exhibiting a damask pattern // *Materials Characterization*. – 2001. – Vol. 46, № 1. – P. 11–18. DOI: 10.1016/s1044-5803(00)00087-5.
7. Буров С. В., Худорожкова Ю. В., Рыжков М. А. Особенности распада аустенита при непрерывном охлаждении перегретой заэвтектоидной стали // *Обработка металлов. (Технология, Оборудование, Инструменты)*. – 2013. № 4 (61). – С. 65–70.
8. Barnett M. R., Sullivan A., Balasubramaniam R. Electron backscattering diffraction analysis of an ancient wootz steel blade from central India // *Materials Characterization*. – 2009. – Vol. 60, № 4. – P. 252–260. DOI: 10.1016/j.matchar.2008.10.004.
9. Sherby O. D. Ultrahigh carbon steels, Damascus steels and ancient blacksmiths // *ISI International*. – 1999. – Vol. 39, № 7. – P. 637–648. DOI: 10.2355/isijinternational.39.637.
10. Verhoeven J. D. Genuine Damascus steel: a type of banded microstructure in hypereutectoid steels // *Steel Research*. – 2002. – Vol. 73, № 8. – P. 356–365.
11. Bataev V. A., Bataev A. A., Kotorov S. A., Tushinskii L. I. Special features of the fracture of ordered segregated excess cementite in eutectoid steels // *Metal Science and Heat Treatment*. – 1999. – Vol. 41, № 3–4. – P. 101–104. DOI: 10.1007/bf02467693.
12. Bataev I. A., Bataev, A. A., Burov, V. G., Lizunkova, Ya. S., Zakharevich, E. E. Structure of widmanstätten crystals of ferrite and cementite // *Steel in translation*. – 2008. – Vol. 38, № 8. – P. 684–687.

EDDY-CURRENT TESTING OF THE STRUCTURE, HARDNESS AND ABRASIVE WEAR RESISTANCE OF LASER-HARDENED AND SUBSEQUENTLY TEMPERED HIGH-STRENGTH CAST IRON

A. V. Makarov^{1,2}, E. S. Gorkunov¹, L. Kh. Kogan², I. Yu. Malygina^{1*}, A. L. Osintseva¹

¹*Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya st., Ekaterinburg, Russian Federation;*

²*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 18 Kovalevskoy st., Ekaterinburg, Russian Federation*

*Corresponding author. E-mail: labkm@imach.uran.ru; address for correspondence: ul. Komsomolskaya, Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 (343) 375-35-78; fax: +7 (343) 374-53-30

Features of eddy-current testing to control the structure, hardness and the abrasive wear resistance of high-strength cast iron (3.6 C, 2.15 Si, 1.4 Mn, 0.07 S, 0.06 P, base – Fe, mass. %) subjected to hardening using continuous laser radiation are investigated. The distribution of hardness, retained austenite content, wear rate and indicated eddy-current values through hardened layer depth is analyzed. The changes in the reading of the eddy-current instrument depend mainly on changes in retained austenite content. The influence of tempering in the interval from 100 °C to 600 °C on characteristics of laser-hardened layer is investigated. The possibility of eddy-current testing of the abrasive wear resistance of laser-hardened high-strength cast iron in the interval from 100 °C to 600 °C is established.

Keywords: laser treatment, tempering, hardened layer thickness, structure, hardness, abrasive wear, eddy-current testing.

DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.090-103

References

1. Vengrinovich V.L., Astapchik S.A., Babushkin V.B., Velichko O.A., Avramchenko P.F. Special Features of Nondestructive Inspection of the Structure of Laser Hardened Zones. *Physics and chemistry of materials treatment*, 1984, vol. 18, iss. 6, pp. 565–568.
2. Vengrinovich V.L., Yakunin V.P., Legotin S.D., Busko V.N. Testing the parameters of the laser-hardened layers of ferromagnetic materials by the Barkhausen effect method. *Defektoskopiya*, 1986, no 2, pp. 87–89. (In Russian).
3. Malyshev V.S., Mashkovich S.B., Lomaev G.V., Goruchkin A.I., Kutanov Yu.I. Inspection of Pulsed Laser Hardening of 30khra Steel by the Barkhausen Effect Method. *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1986, vol. 22, iss. 12, pp. 860–863.
4. Malko I.I., Zatsepin N.N., Maksimkov V.E. Eddy-current testing of laser-hardened layers on products made of steels Kh12M, 45, U10 and ShKh15. *Defektoskopiya*, 1989, no 1, pp. 95–96. (In Russian).
5. Morgner W., Reuter M. Prüfung lasergehärteter Oberflächen mit dem Wirtbelstromverfahren. *Neue Hütte*, 1989, vol. 34, iss. 6, pp. 213–214.
6. Schneider D., Brenner B. Zerstörungsfreie Bestimmung der Einhärtungstiefe des lasergehärteten Stahls X20Cr13 mit Ultraschall-Oberflächenwellen. *Neue Hütte*, 1989, vol. 34, iss. 10, pp. 374–378.
7. Gorkunov E.S., Somova V.M., Makarov A.V., Kogan L.Kh., Korshunov L.G. Magnetic and electromagnetic methods for evaluating the wear resistance of steel products. *Defektoskopiya*, 1989, no 1, pp. 95–96. (In Russian).
8. Makarov A.V., Gorkunov E.S., Kogan L.Kh., Kolobylin Yu.M., Korshunov L.G., Osintseva A.L. Features of electromagnetic methods for evaluating the wear resistance of medium-carbon

Makarov A. V. et al. / Eddy-current testing of the structure, hardness and abrasive wear resistance of laser-hardened and subsequently tempered high-strength cast iron

- structural steel subjected to laser or bulk hardening and tempering. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2006, vol.42, iss. 7, pp. 443–451. DOI: 10.1134/S1061830906070035.
9. Kuznetsov A.I., Rodionova S.S., Gorkunov E.S., Pasechnik A.L., Skvortsova E.V. Testing of the graphite shape and the metal base structure in cast-iron castings for various applications. *Defektoskopiya*, 1996, no 9, pp. 3–15. (In Russian).
 10. Morozova V.M., Nichipuruk A.P., Gavrilova L.D., Somova V. M. Temperature dependences of the coercive force of gray and white iron. *Defektoskopiya*, 1993, iss. 12, pp. 23–24.
 11. Gorkunov E.S., Kharlamov V.V., Kogan L.Kh., Zadvorkin S.M. Evaluating the wear in steel-steel and iron-iron friction pairs by the eddy-current method. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2005, vol. 41, iss. 4, pp. 218–223. DOI: 10.1007/s11181-005-0153-2.
 12. Grigoryants A. G., Safonov A. N. *Metody poverkhnostnoi lasernoi obrabotki* [Methods of Surface Laser Processing]. M., Vyssh. Shk. Publ., 1987, 191 p. (In Russian).
 13. Mordike B.L., Bergmann H.W. Laser melting and surface alloying. *Rapidly Solidified Metastable Materials: Proceedings of Symposium*, Boston, N.Y., 1984, p. 45–64.
 14. Makarov A.V., Malygina I.Yu., Osintseva A.L. The effect of laser processing on the structure, wear resistance and fatigue properties of high-strength cast iron. *Fizika i khimiya obrabotki materialov*, 2006, no 4, pp. 46–55. (In Russian).
 15. Makarov A.V., Korshunov L.G., Osintseva A.L. The effect of tempering and frictional heating on the wear resistance of the laser-hardened U8 steel. *Treniye i iznos*, 1991, vol. 12, no 5, pp. 870–878. (In Russian).
 16. Gorkunov E.S., Kogan L.Kh., Baraz E.M., Korolev A.L. Cementation quality inspection in 12Kh2N4A steel articles by electromagnetic methods, *Defektoskopiya*, 1993, iss.12, pp. 3–12.
 17. Mayorov V.S., Mayorov S.V. Solid laser hardening of iron parts. *Metal Science and Heat Treatment*, 2009, vol. 51, iss. 3–4, pp. 106–108. DOI: 10.1007/s11041-009-9125-9.
 18. Burlachenko O.V., Tikhvinskaya A.Yu., Zelensky A.A. Hardening of high-strength cast iron by a YAG:Nd-laser beam. *Fizika i khimiya obrabotki materialov*, 2009, no 3, pp.55–57. (In Russian).
 19. Minakov V.N., Bloshanevich A.M., Rudyk N.D., Puchkova V.Yu., Khomenko G.E. The effect of laser processing on the properties of VCh40 cast iron. *Uprochnyayushchiye tekhnologii i pokrytiya*, 2011, no. 10, pp. 12–14. (In Russian).
 20. Safonov A.N. Structure and properties of the surface of iron-carbon alloys melted by laser radiation. *Metal Science and Heat Treatment*, 2009, vol. 41, iss. 1, pp. 7–11. DOI: 10.1007/BF02466262.
 21. Yur'yev A.B., Chinokalov V.Ya., Efimov O.Yu., Simakov V.P., Shitik E.V. Effect of plasma surface treatment on the structure and hardness of spherulitic iron. *Metal Science and Heat Treatment*, 2006, vol. 48, iss. 5–6, pp. 264–267. DOI: 10.1007/s11041-006-0082-2.
 22. Safonov E.N. Structure and hardness of cast iron after surface hardening. *Metal Science and Heat Treatment*, 2005, vol. 47, no 9–10, pp. 434–439. DOI: 10.1007/s11041-006-0007-0.
 23. Zhuravlev V.I., Safonov E.N., Starikov V.V., Farber V.M., Cheremnykh V.G., Potemkina T.G. Surface hardening of ductile cast iron by a transferred electric arc. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Chernaya metallurgiya*, 1996, no. 10, pp. 48–49. (In Russian).
 24. Fernandez-Vicente A, Pellizzari M., Arias J.L. Feasibility of laser surface treatment of pearlitic and bainitic ductile irons for hot rolls. *Journal of Materials Processing Technology*, 2012, vol. 212, iss. 5, pp. 989–1002. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2011.11.013.
 25. Slatter T., Taylor H., Lewis R., King P. The influence of laser hardening on wear in the valve and valve seat contact. *Wear*, 2009, vol. 267, iss. 5–8, pp. 797–806. DOI: 10.1016/j.wear.2009.01.040.

26. Dyakin V.V., Sandovsky V.A. *Teoriya i raschet nacladnykh vikhretokovykh preobrazovatelei* [Theory and Calculation of Attached Eddy-Current Transducers]. M., Nauka Publ., 1981, 136 p. (In Russian).
27. Makarov A.V., Gorkunov E.S., Kogan L.Kh., Kolobylin Yu.M., Osintseva A.L. Eddy-current and coercive-force testing of abrasion-resistant ball bearing steel IIIX15 subjected to laser and bulk thermal processing. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2006, vol. 42, iss. 10, pp. 639–647. DOI: 10.1134/S1061830906100019.
28. Makarov A.V., Gorkunov E.S., Kolobylin Yu.M., Kogan L.Kh., Korshunov L.G., Malygina I.Yu., Osintseva A.L. Eddy-current testing of the durability of laser-hardened carburized chromonickel steel and quality of laser hardening of drill bits. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2009, vol. 45, iss.10, pp. 698–710. DOI: 10.1134/S1061830909100052.
29. Dorofeev A.L. *Induktsionnaya strukturoskopiya* [Induction Structuroscopy]. M., Energiya Publ., 1973. 177 p. (In Russian).
30. Belous M.V., Cherepnin V.T., Vasiliev M.A. *Prevrashcheniya pri otpuske stali* [Transformations in Steel under Tempering]. M., Metallurgiya Publ., 1973, 232 p. (In Russian).
31. Makarov A.V., Kogan L.Kh., Gorkunov E.S., Korshunov L.G., Atangulova L.V. An estimate of the abrasive wear resistance of low-alloy instrument steels by magnetic and electromagnetic methods. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 1998, vol. 34, iss. 5, pp. 305–312.
32. Makarov A.V., Kogan L.Kh., Gorkunov E.S., Kolobylin Yu.M. Eddy current testing of wear-resistance of surface-carbonized chromium-nickel 20KhN3A steel grade. *Defektoskopiya*, 2001, iss. 2, pp. 67–78.
33. Gorkunov E.S., Kogan L.Kh., Morozova V.M., Baraz E.M. Eddy current testing to thermal treatment of "thin sheet" articles made of carbon steel with deviation of carbon percentage. *Defektoskopiya*, 1993, iss. 3, pp. 62–66.
34. Makarov A.V., Korshunov L.G., Kogan L.Kh., Gorkunov E.S., Solodova I.L., Osintseva A.L. Abrasive wear resistance of carbon and low-alloy tool steels and its evaluation by the nondestructive methods. *Treniye i iznos*, 1998, vol. 19, no 5, pp. 633–641. (In Russian).
35. Gorkunov E.S., Makarov A.V., Kogan L.Kh. Magnetic and electromagnetic methods for testing the wear resistance of steel products. *Kontrol. Diagnostika*, 2000, no. 11, pp. 13–15. (In Russian).

Подана в журнал: 30.11.2015
УДК 620.179.14.662.223.662.09
DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.090-103

ВИХРЕТОКОВЫЙ КОНТРОЛЬ СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ, ТВЕРДОСТИ И АБРАЗИВНОЙ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ ВЫСОКОПРОЧНОГО ЧУГУНА, ПОДВЕРГНУТОГО ЛАЗЕРНОЙ ЗАКАЛКЕ И ПОСЛЕДУЮЩЕМУ ОТПУСКУ

А. В. Макаров^{1,2}, Э.С. Горкунов¹, Л. Х. Коган², И. Ю. Малыгина^{1*}, А. Л. Осинцева¹

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, ул. С.Ковалевской, 18, 620990, Екатеринбург, Российская Федерация

*Ответственный автор. Электронная почта: labkm@imach.uran.ru; адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация. Телефон: +7 (343) 375-35-78; факс: 374-53-30

Исследованы особенности применения вихретокового метода для контроля структурного состояния, твердости и абразивной износостойкости высокопрочного чугуна ВЧ 60-2 (3,6 С; 2,15 Si; 1,4 Mn; 0,07 S; 0,06 P; остальное – Fe, мас.%), закаленного непрерывным излучением лазера. Изучено распределение по глубине упрочненного слоя твердости, содержания остаточного аустенита, интенсивности абразивного изнашивания и показаний вихретокового прибора. Показано, что изменения вихретоковых характеристик определяются, главным образом, изменением содержания остаточного аустенита. Изучено влияние отпуска в интервале температур 100–600 °С на характеристики закаленного лазером слоя. Установлено, что у чугуна ВЧ 60-2, подвергнутого лазерной закалке как с оплавлением поверхности, так и закаленного из твердого состояния, вихретоковым методом можно контролировать изменения абразивной износостойкости при отпуске в интервале температур 100–600 °С.

Ключевые слова: лазерная обработка, отпуск, глубина упрочненного слоя, структура, твердость, абразивное изнашивание, вихретоковый контроль

1. Введение

Поиск эффективных путей неразрушающего контроля структурного состояния и прогнозирования физико-механических свойств поверхностных слоев железоуглеродистых сплавов, упрочненных современными методами высокоэнергетического воздействия, в частности лазерным излучением, представляет большой научный и практический интерес. Использование физических методов направлено, как правило, на контроль глубины упрочненного при лазерной обработке слоя [1–6]. Возможности применения электромагнитных методов для контроля износостойких структур, сформированных при лазерном воздействии на поверхности железоуглеродистых сплавов, обсуждаются значительно реже [7, 8]. Контроль чугунов производится прежде всего с целью определения формы графита, контроля твердости и определения наличия на поверхности серых чугунов отбеленных участков [9, 10]. Оценка величины износа пары трения *чугун–чугун* вихретоковым методом была проведена в работе [11].

В настоящем исследовании была поставлена задача применения вихретокового метода для контроля износостойкости структур, сформированных в поверхностном слое высокопрочного чугуна при лазерном воздействии по различным режимам.

Важен также вопрос контроля изменений структуры и свойств лазерноупрочненных поверхностей при отпуске (нагреве), так как изделия после лазерной закалки могут дополни-

тельно подвергаться отпуску с целью повышения их трещиностойкости, усталостной прочности и других прочностных характеристик [12–14]. Кроме того, значительный нагрев упрочненных лазером изделий может происходить при последующих технологических операциях (шлифование, сварка и др.), а также в условиях эксплуатации при повышенных температурах и в процессе трения (фрикционный нагрев) [15]. Поэтому в работе проводился анализ изменений при отпуске механических (твердости, износостойкости) и вихретоковых характеристик чугуна, подвергнутого лазерной закалке.

2. Материал и методика

Исследования выполняли на образцах высокопрочного чугуна ВЧ 60-2 химического состава (мас. %): 3,60 С; 2,15 Si; 1,40 Mn; 0,07 S; 0,06 P; остальное Fe. Обработку непрерывным излучением CO₂-лазера в режимах с оплавлением поверхности проводили на установке ЛТ1-2М в защитной атмосфере аргона при мощности излучения P=1,6–1,9 кВт, скорости перемещения образцов под лучом V = 66 мм/мин. Луч на поверхности образцов имел форму прямоугольника длиной 8 и шириной 1,5–2,0 мм. Для увеличения поглощения лазерного излучения поверхность образцов обрабатывали 10–20 %-ным раствором персульфата аммония при температуре 60 °С. Отпуск чугуна после лазерной обработки проводили при температурах 100–600 °С в течение часа. Образцы для исследований размером 7×7×20 мм вырезали из центральной части лазерной дорожки.

Испытания на абразивную износостойкость проводили при скольжении торцевых поверхностей образцов по закрепленному абразиву – шлифовальной шкурке марки 14A16 (электрокорунд зернистостью ~160 мкм) со средней скоростью 0,175 м/с, при нагрузке 49 Н, длине рабочего хода 100 мм, пути трения 18 м, поперечном смещении образца за один двойной ход 1,2 мм. Интенсивность абразивного изнашивания по глубине зон лазерного воздействия образцов чугуна ВЧ 60-2 определяли в процессе многократных испытаний, приводящих к последовательному удалению (изнашиванию) поверхностного слоя. Путь трения единичного испытания составлял 6,0 м. Для каждого отдельного испытания определяли интенсивность изнашивания по формуле $Ih = Q/qSL$, где Q – потери массы образца, г; q – плотность материала образца, г/см³; S – геометрическая площадь контакта, см²; L – путь трения единичного испытания, см.

Твердость по методу Виккерса определяли на приборе ИТ 5010 при нагрузке 49 Н, а микротвердость – на микротвердомере Leica VMHT AUTO при нагрузке 0,49 Н. Для структурных исследований использовали металлографический и рентгеновский методы анализа. Рентгеноструктурный анализ проводили на дифрактометре SHIMADZU в CrK_α-излучении. Определяли количество остаточного аустенита в металлической матрице оплавленного и закаленного из твердого состояния слоев.

Измерения электромагнитных параметров выполняли на лабораторном макете вихретокового прибора с использованием дифференциально включенных накладных трансформаторных преобразователей с сердечником броневого типа на частотах $f=72$ и 2,4 кГц [16]. Локальность использованных преобразователей позволяла проводить измерения на торцевых поверхностях образцов (7×7 мм) без влияния краевого эффекта. Измерения проводили также на серийно выпускаемом цифровом вихретоковом дефектоскопе «Вектор» с использованием дифференциального вихретокового преобразователя ВТ-4.03 (с сердечником из пермаллоя диаметром ~3 мм и внешним диаметром обмотки ~12 мм). Определяли величину фазового угла при частотах возбуждения преобразователя $f=72$ и 90 кГц и усилении 36 дБ.

3. Результаты и обсуждение

Микроструктурные изменения, произошедшие в чугуна после лазерной обработки, представлены на рис. 1 *а*. Исходная структура чугуна состоит из перлитной основы и частиц шаровидного графита, окаймленных ферритной оторочкой. Микротвердость неупрочненного чугуна составляет 280–360 HV 0,05. На поверхности образцов чугуна ВЧ 60-2 был сформирован упрочненный слой толщиной 1,3–2,2 мм при наличии оплавленного слоя толщиной 0,25–0,80 мм (рис. 1 *б*). Зона оплавления имеет мелкодендритное строение, а наличие включений графита зависит от режимов обработки [13, 17, 18]. Фазовый состав зоны оплавления включает мартенсит, аустенит и небольшое количество цементита. Аналогичный фазовый состав зоны переплава высокопрочного чугуна ВЧ 40 с лазерным упрочнением отмечен в работе [19].

В зоне закалки из твердого состояния на месте бывших перлитных колоний образуются мартенситно-аустенитные структуры. В ферритной оторочке происходит частичное растворение графитных частиц с образованием высокоуглеродистого аустенита и аустенитно-цементитных структур ледебуритного типа (рис. 1 *б*, *в*). Ледебуритные структуры возникают при подплавлении металлической матрицы вокруг некоторых графитных включений в результате эффекта контактного плавления [12, 17, 20]. Микротвердость зоны закалки из твердого состояния зависит от режима лазерной обработки и достигает 7–9 ГПа.

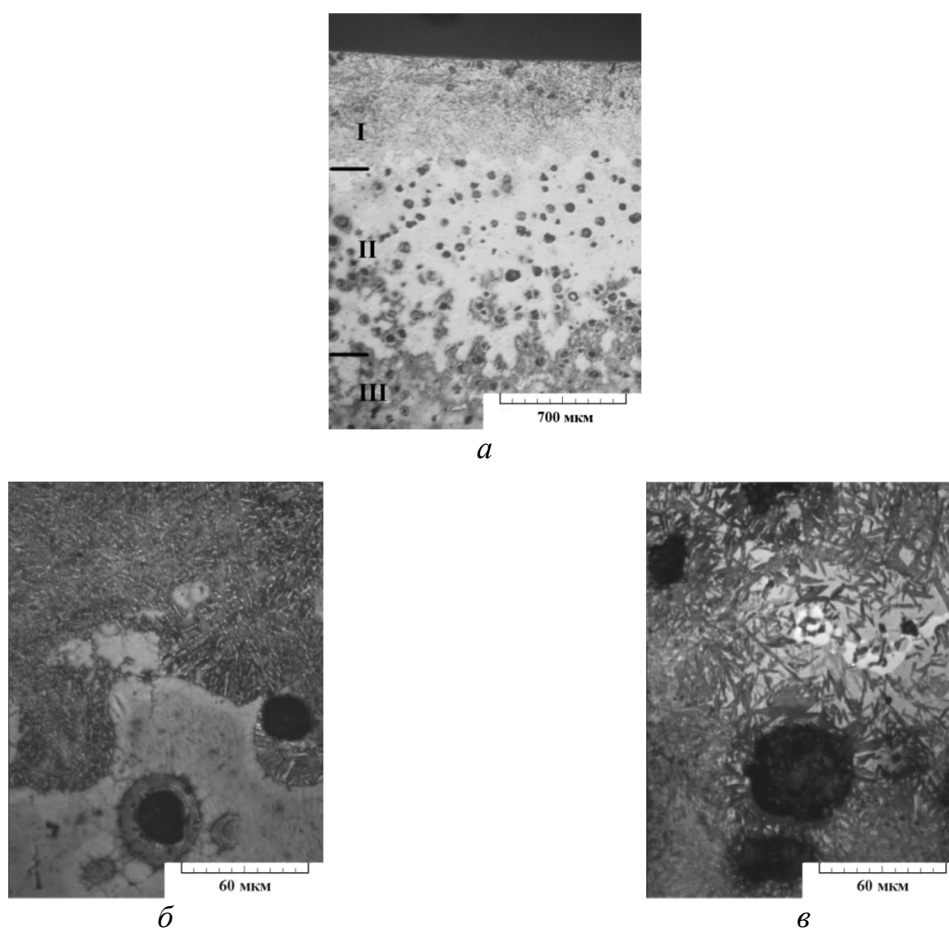


Рис. 1. Микроструктура чугуна ВЧ 60-2 после лазерной обработки с оплавлением:
а – общий вид зоны лазерного воздействия; *б* – граница зоны оплавления и зоны закалки из твердого состояния; *в* – зона закалки из твердого состояния; *I* – зона оплавления; *II* – зона закалки из твердого состояния; *III* – основной металл

Рис. 2 представляет изменение твердости, количества остаточного аустенита, интенсивности абразивного изнашивания и показаний вихретокового прибора по глубине поверхностного слоя чугуна ВЧ 60-2, подвергнутого лазерной закалке с оплавлением на различную глубину. Оплавленный слой характеризуется высоким уровнем микротвердости: 800–1000 HV 0,05 для слоя меньшей глубины (рис. 2 а) и 700–1180 HV 0,05 для слоя большей глубины (рис. 2 б), твердость составляет 800 и 650 HV 5 соответственно. Содержание остаточного аустенита достигает 15–18 мас. % в зоне с меньшей глубиной и 17–28 мас. % в зоне с большей, что определяется большим временем пребывания металла при повышенных температурах, приводящим к более полному растворению графитных включений. Основной фазой является мартенсит. Присутствует также некоторое количество цементита, на что указывает наличие его линий на рентгенограммах. Аналогичная многофазная структура высокопрочных чугунов наблюдалась и при других видах поверхностной обработки в работах [21–24]. Такой фазовый состав и обеспечивает высокую твердость оплавленного слоя.

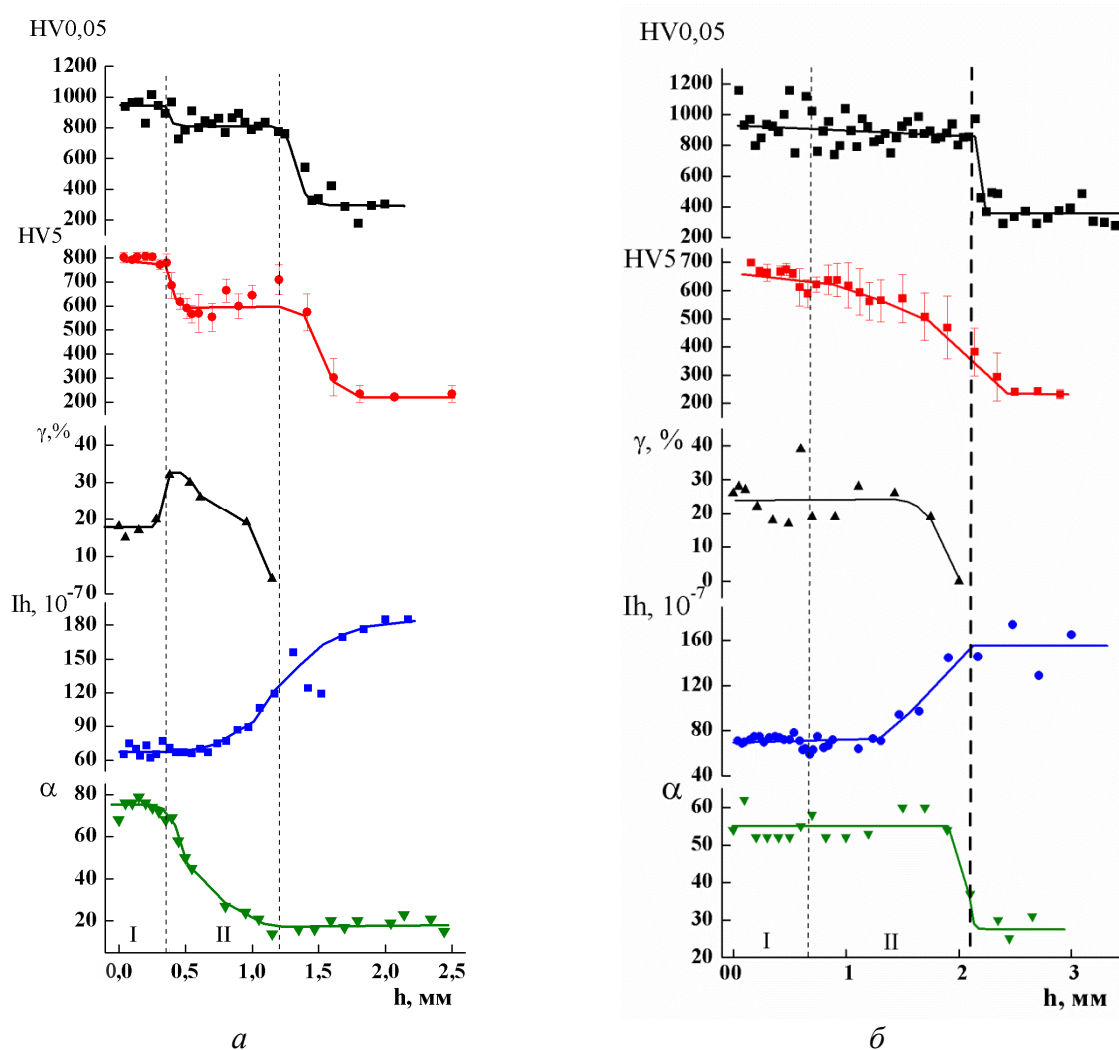


Рис. 2. Изменение микротвердости HV 0,05, твердости HV 5, содержания остаточного аустенита γ , интенсивности абразивного изнашивания Ih и показаний вихретокового прибора α по глубине h упрочненного лазером слоя чугуна ВЧ 60-2:
а – обработка по режиму с меньшей глубиной упрочнения; б – обработка по режиму с большей глубиной упрочнения; I – зона переплава; II – зона закалки из твердого состояния

Зона закалки из твердого состояния имеет меньшую микротвердость и твердость HV 5 по сравнению с оплавленным слоем (рис. 2 а), что может быть связано с меньшим нагревом данного слоя. Для образцов с меньшей глубиной упрочненного слоя микротвердость и твердость HV 5 зоны закалки из твердого состояния остается постоянной по всей толщине. Вероятно, при выбранном режиме лазерной обработки скорость теплоотвода обеспечивает постоянную скорость охлаждения данного слоя, что приводит к формированию однородной структуры практически на всей глубине зоны закалки из твердого состояния. И только при приближении к основному металлу в соответствии с градиентом температуры формируется зона неполной закалки и наблюдается быстрое уменьшение твердости до уровня основного незакаленного металла. Количество остаточного аустенита при переходе от оплавленного слоя к закаленному из твердого состояния заметно повышается, а затем плавно снижается до 0 мас. % при достижении исходного незакаленного металла. Повышение количества аустенита обусловлено более длительным нахождением при высоких температурах участков, граничащих с зоной переплава. Это делает возможным большее насыщение углеродом участков вокруг графитных частиц с образованием стабильного аустенита.

При большей глубине оплавленного слоя микротвердость отличается заметной неравномерностью (рис. 2 б). Это связано со значительным временем пребывания металла при высоких температурах. При этом в одних участках происходит всплытие графитных глобул на поверхность и их выгорание, в других – растворение графитных включений с последующим образованием ледебурита. Большей неравномерностью в распределении микротвердости отличается и зона закалки из твердого состояния (рис. 2 б), особенно в зоне, приближенной к оплавленной. Наблюдается также более низкий средний уровень твердости HV 5, который плавно уменьшается при приближении к основному неупрочненному металлу, что обусловлено большим тепловложением при данном режиме обработки и, следовательно, меньшими скоростями охлаждения и более сильным развитием процессов самоотпуска, а также наличием более протяженной зоны неполной закалки.

Интенсивность абразивного изнашивания I_h зоны оплавления и зоны закалки из твердого состояния одинакова при обработке по обоим режимам и сохраняется на стабильном уровне практически по всей глубине упрочненного слоя (рис. 2). Изменение количества остаточного аустенита по глубине зоны лазерного воздействия и некоторое небольшое различие в твердости зон не оказывает заметного влияния на интенсивность изнашивания, так как уровень твердости абразива (2000 HV) значительно превышает твердость зоны лазерного воздействия. Плавное увеличение интенсивности изнашивания при приближении к основе обусловлено неравномерностью закаленного слоя по глубине и одновременным изнашиванием как закаленных участков, так и исходной неупрочненной структуры. Кроме того, при приближении к основе в структуре зоны лазерного воздействия наблюдаются закаленные мартенситные участки на месте перлитных зерен и участки феррита, не претерпевшие превращения, что также способствует росту интенсивности изнашивания. Износостойкость упрочненного слоя в 2–3 раза превышает износостойкость исходного чугуна, не подвергнутого лазерной обработке. Положительное влияние лазерной обработки на износостойкость чугунов в различных условиях испытаний отмечается многими исследователями. Повышение износостойкости высокопрочного чугуна ВЧ 40 после лазерной обработки с оплавлением поверхности в 3,8 раза установлено авторами работы [19]. Увеличение износостойкости седел клапанов двигателей, изготовленных из серого чугуна, показано в работе [25].

Рис. 2 свидетельствует также, что зоны лазерной закалки с оплавлением и без оплавления характеризуются показаниями вихретокового прибора α , существенно отличающимися от показаний вихретокового прибора при исследовании исходной структуры чугуна. Это свидетельствует о принципиальной возможности контролировать вихретоковым методом наличие на поверхности высокопрочного чугуна износостойкого слоя, сформированного при

лазерном воздействии. Изменение интенсивности сигнала вихретокового прибора в образцах, обработанных на различную глубину, происходит различным образом, и определяется, главным образом, изменением содержания остаточного аустенита по глубине упрочненной зоны. В образце с меньшей зоной лазерного воздействия, в котором содержание остаточного аустенита резко снижается по глубине зоны закалки из твердого состояния, наблюдается и непрерывное снижение вихретокового параметра α в данной зоне (рис. 2 а). В образце с большой зоной лазерного воздействия, в котором остаточный аустенит сохраняется на высоком среднем уровне до значительной глубины, до этой же глубины остается неизменным и сигнал вихретокового прибора.

Показания вихретокового прибора α пропорциональны обобщенному вихретоковому параметру β_m , который определяется значениями начальной магнитной проницаемости и удельного электросопротивления материала: $\alpha \sim \beta \sim \sqrt{1/\mu \cdot \rho}$ [26]. Очевидно, снижение показаний α обусловлено преобладающим ростом начальной магнитной проницаемости чугуна по сравнению с уменьшением его электросопротивления при снижении количества остаточного аустенита в структуре. Определяющее влияние остаточного аустенита на изменение показаний вихретокового прибора α было ранее показано для стали ШХ15 [27] и цементированной стали 20ХН3А после лазерной обработки [28]. Показания вихретокового прибора также зависят от глубины проникновения электромагнитного поля δ , которая зависит от начальной магнитной проницаемости, удельного электросопротивления материала и частоты возбуждения преобразователя: $\delta = 503\sqrt{\rho/\mu \cdot f}$ [29]. Для частоты возбуждения преобразователя 72 кГц, на которой проводились измерения, глубина проникновения электромагнитного поля составляла 0,21 мм. Это значительно меньше глубины зоны лазерного воздействия, которая для исследованных образцов составляла 1,2 мм (рис. 2 а) и 2,1 мм (рис. 2 б). Таким образом, влияние зоны неполной закалки и основного незакаленного металла на показания вихретокового прибора проявляется при удалении на значительную глубину от поверхности образцов. При переходе от зоны закалки из твердого состояния к основному металлу возникает протяженная переходная зона, в которой происходит постепенное снижение твердости, износостойкости и показаний вихретокового прибора.

На рис. 3 представлено изменение твердости, содержания остаточного аустенита, интенсивности абразивного изнашивания и вихретоковых характеристик оплавленного слоя и зоны закалки из твердого состояния при температурах отпуска 100–600 °С. Отпуск при 100 °С вызывает некоторое снижение уровня микротвердости как оплавленного слоя, так и слоя, закаленного из твердого состояния, поскольку кремний, подобно другим элементам замещения, оказывает малое влияние на скорость протекания начальной стадии распада мартенсита [23]. Наблюдаемое при дальнейшем повышении температуры отпуска замедление разупрочнения обусловлено тормозящим влиянием кремния на процессы распада твердого раствора, возврата и рекристаллизации α -фазы, на устойчивость ϵ -карбида и скорость коагуляции цементита [30]. Как видно на рис. 3 а, остаточный аустенит в зоне лазерного оплавления чугуна обладает повышенной устойчивостью к распаду при нагреве до 300 °С, что, по-видимому, также связано с наличием в γ -твердом растворе кремния. При данных температурах отпуска содержание остаточного аустенита сохраняется на уровне 35 мас. %. При повышении температуры отпуска до 400 °С его содержание резко снижается до 15 мас. %. Это количество аустенита сохраняется при дальнейшем повышении температуры отпуска вплоть до 600 °С. Аустенит в зоне закалки из твердого состояния обладает меньшей устойчивостью (рис. 3 б). При отпуске в интервале температур 100–400 °С его количество постепенно уменьшается от 32 до 22 мас. %. Нагрев при температурах 500–600 °С приводит к полному распаду аустенита в зоне закалки из твердого состояния.

Интенсивность изнашивания по корунду упрочненного лазером чугуна ВЧ 60-2 изменяется незначительно при температурах отпуска 100–500 °С для оплавленного слоя и

100–400 °С для слоя, закаленного из твердого состояния (см. рис. 3). Дальнейшее увеличение температуры отпуска до 600 °С вызывает существенное увеличение интенсивности изнашивания как оплавленного слоя, так и слоя, закаленного из твердого состояния, что объясняется значительным снижением их твердости. Сравнивая данные, полученные для чугуна ВЧ 60-2 с результатами, установленными ранее для сталей различного состава [7, 8, 31–35], можно отметить следующие особенности, характерные для чугуна. У закаленных высокоуглеродистых сталей уже при нагреве до 100–125 °С начинается заметное снижение износостойкости, обусловленное уменьшением концентрации углерода в высокоуглеродистом мартенсите и его способности к деформационному упрочнению при изнашивании. В результате отпуска при 250 °С по сравнению с закаленным состоянием у стали 45Х износостойкость снижается в 1,5 раза при испытании по корунду. У закаленных и обработанных холодом высокоуглеродистых сталей У8 (0,83 % С) и ШХ15 (1,00 % С; 1,42 % Cr) указанный отпуск снижает сопротивление изнашиванию корундом в 1,8 раза. Для чугуна ВЧ 60-2 отпуск при данной температуре снижает износостойкость всего в 1,15 раза. При повышении температуры отпуска выше 400 °С у сталей дальнейшее уменьшение износостойкости незначительно, тогда как у чугуна она снижается в 2 раза по сравнению с закаленным состоянием, так как именно в этом интервале температур происходит его значительное разупрочнение.

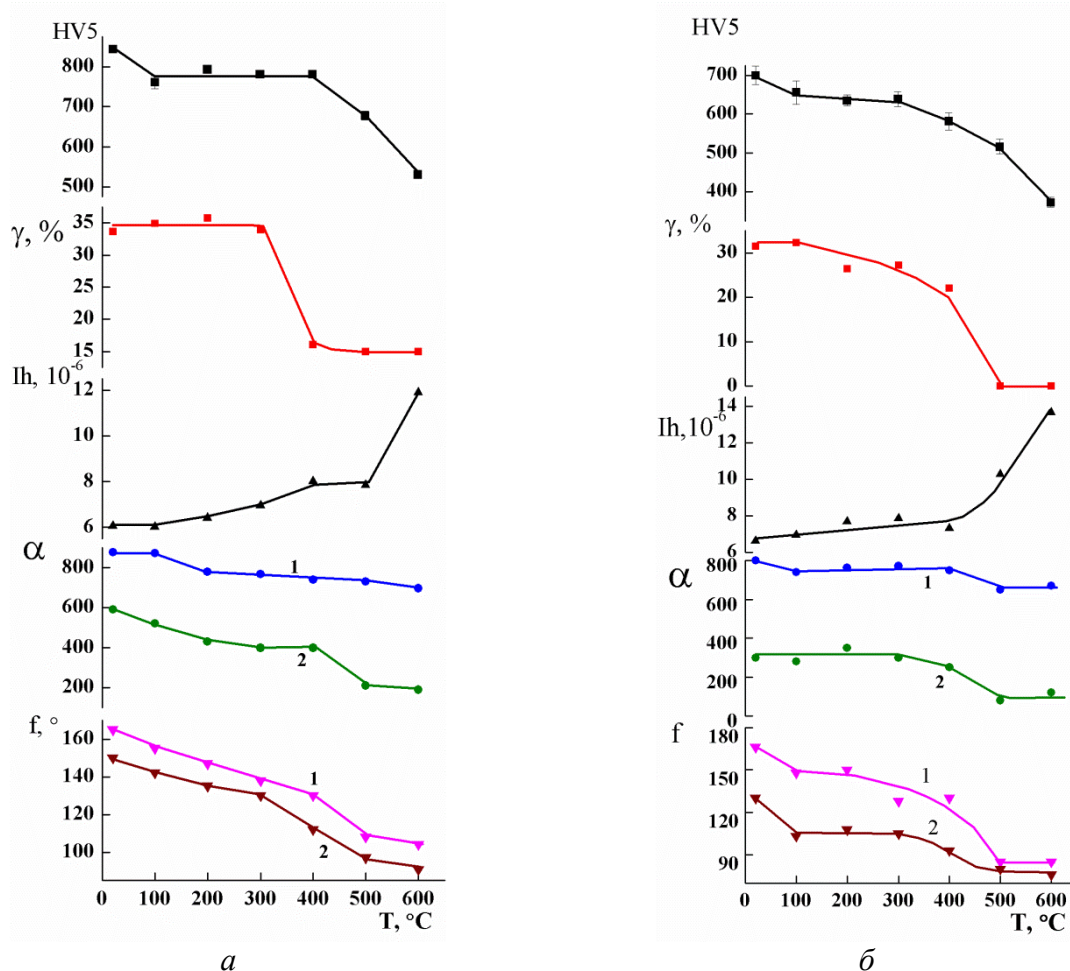


Рис. 3. Влияние температуры отпуска T на твердость HV 5, содержание остаточного аустенита γ , интенсивность абразивного изнашивания I_h , показания вихретокового прибора α на частоте 2,4 кГц (1) и 72 кГц (2) и фазовый угол ϕ , измеренный вихретоковым прибором «Вектор» при усилении 36 дБ и частоте 72 кГц (1) и 90 кГц (2), чугуна ВЧ60-2, упрочненного лазером: a – оплавленный слой; b – слой, закаленный из твердого состояния

Makarov A. V. et al. / Eddy-current testing of the structure, hardness and abrasive wear resistance of laser-hardened and subsequently tempered high-strength cast iron

С ростом температуры отпуска до 600 °С для оплавленного слоя и до 500 °С для зоны закалки из твердого состояния наблюдается плавное снижение величины показаний вихретокового прибора α и фазового угла f , измеренного с помощью вихретокового дефектоскопа «Вектор», в отличие от сталей, у которых изменение вихретокового параметра α происходит немонотонно [7]. Если в сталях изменение электромагнитных характеристик обусловлено распадом мартенсита, снижением дефектности и внутренних напряжений в α -фазе, выделением и коагуляцией цементита, то в чугуна ВЧ 60-2 важное значение имеют процессы распада остаточного аустенита, содержание которого в исследуемых образцах достигает 30–35 мас. %. Они в значительной мере определяют поведение вихретоковых характеристик при отпуске чугуна, подвергнутого лазерной закалке.

На рис. 4 представлены корреляционные зависимости между интенсивностью абразивного изнашивания при испытании по корунду и параметрами вихретокового контроля поверхности чугуна ВЧ 60-2, обработанной лазерным излучением.

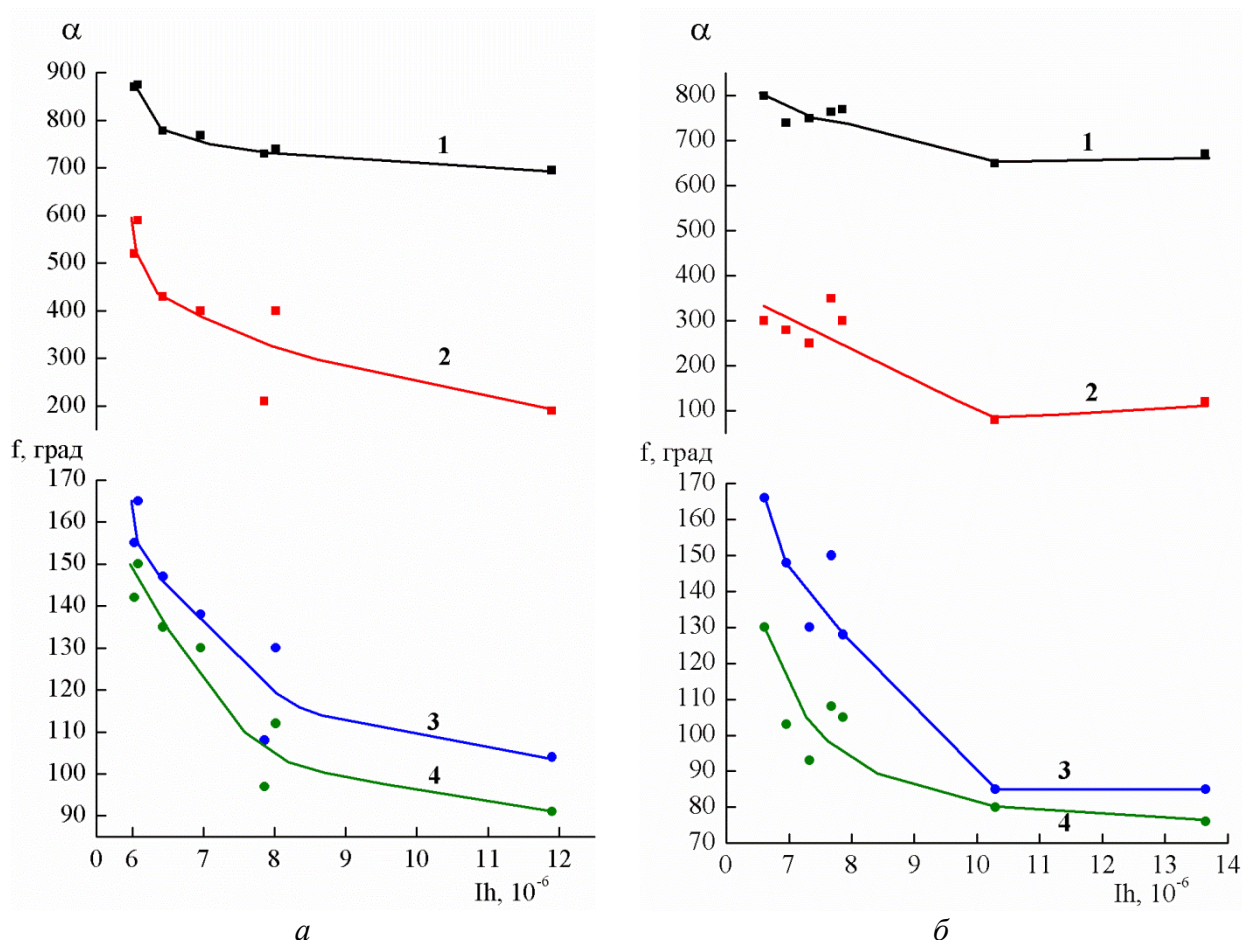


Рис. 4. Корреляционные зависимости между интенсивностью абразивного изнашивания I_h и показаниями вихретокового прибора α (1 – 2,4 кГц; 2 – 72 кГц) и фазовым углом вихретокового дефектоскопа «Вектор» f (3 – 72 кГц; 4 – 90 кГц) чугуна ВЧ 60-2, подвергнутого лазерной закалке и отпуску: *a* – оплавленный слой; *б* – слой, закаленный из твердого состояния

Можно видеть, что существует достаточно хорошая корреляция между показаниями вихретоковых приборов и интенсивностью абразивного изнашивания как для оплавленного слоя (рис. 4 *a*), так и для слоя, закаленного из твердого состояния (рис. 4 *б*). Наблюдается снижение показаний как лабораторного макета вихретокового прибора, так и серийного вих-

ретокового дефектоскопа «Вектор» при увеличении интенсивности абразивного изнашивания. Такая однозначная связь позволяет использовать вихретоковые приборы для контроля износостойкости закаленных лазером и отпущенных при температурах 100–600 °С изделий из высокопрочного чугуна ВЧ 60-2 во всем интервале температур отпуска.

4. Заключение

Установлено, что у чугуна ВЧ60-2 по всей глубине зоны лазерной закалки, включающей зону переplava и зону закалки из твердого состояния с аустенитно-мартенситной структурой, показания вихретокового прибора сохраняются на постоянном уровне, отличном от вихретоковых характеристик исходной структуры (перлит и графит с ферритной оторочкой). Это обуславливает возможность контроля вихретоковым методом наличия на поверхности чугуна ВЧ60-2 износостойких дорожек, сформированных при воздействии непрерывным излучением лазера.

Показано, что у чугуна ВЧ60-2, подвергнутого лазерной закалке как с оплавлением поверхности, так и закаленного из твердого состояния, вихретоковым методом можно контролировать изменения абразивной износостойкости при отпуске в интервале температур 100–600 °С.

Вихретоковый контроль чугуна ВЧ60-2 можно осуществлять как на лабораторном макете вихретокового прибора, так и с помощью серийного вихретокового дефектоскопа «Вектор».

Благодарность

Работа выполнена в соответствии с планом Фундаментальных научных исследований Государственных академий наук на 2013–2020 годы по теме № 012013545989 и в рамках государственного задания ФАНО России (темы «Диагностика» № 01201463329 и «Структура» № 01201463331).

Литература:

1. Special Features of Nondestructive Inspection of the Structure of Laser Hardened Zones / V. L. Vengrinovich, S. A. Astapchik, V. B. Babushkin, O. A. Velichko, P. F. Avramchenko // Physics and chemistry of materials treatment. – 1984. – Vol. 18, iss. 6. – P. 565–568.
2. Контроль параметров лазерно-упрочненных слоев ферромагнитных материалов методом эффекта Баркгаузена / В. Л. Венгринович, В. П. Якунин, С. Д. Леготин, В. Н. Бусько // Дефектоскопия. – 1986. – № 2. – С. 87–89.
3. Inspection of Pulsed Laser Hardening of 30khra Steel by the Barkhausen Effect Method / V. S. Malyshev, S. B. Mashkovich, G. V. Lomaev, A. I. Goruchkin, Yu. I. Kutanov // The Soviet Journal of Nondestructive Testing. – 1986. – Vol. 22, iss. 12. – P. 860–863.
4. Малько И. И., Зацепин Н. Н., Максимков В. Е. Вихретоковый контроль глубины упрочненного после лазерной обработки слоя на изделиях из сталей X12M, 45, У10, ШХ15 // Дефектоскопия. – 1989. – № 1. – С. 95–96.
5. Morgner W., Reuter M. Prüfung lasergehärteter Oberflächen mit dem Wirbelstromverfahren // Neue Hütte. – 1989. – В. 34, Н. 6. – S. 213–214.
6. Schneider D., Brenner B. Zerstörungsfreie Bestimmung der Einhärtungstiefe des lasergehärteten Stahls X20Cr13 mit Ultraschall-Oberflächenwellen // Neue Hütte. – 1989. – В. 34, Н. 10. – S. 374–378.
7. Магнитные и электромагнитные методы оценки износостойкости стальных изделий / Э. С. Горкунов, В. М. Сомова, А. В. Макаров, Л. Х. Коган, Л. Г. Коршунов // Дефектоскопия. – 1995. – № 6. – С. 33–39.

8. Features of electromagnetic methods for evaluating the wear resistance of medium-carbon structural steel subjected to laser or bulk hardening and tempering / A. V. Makarov, E. S. Gorkunov, L. Kh. Kogan, Yu. M. Kolobylin, L. G. Korshunov, A. L. Osintseva // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 2006. – Vol.42, iss. 7. – P. 443–451. – DOI: 10.1134/S1061830906070035.
9. Контроль формы графита и структуры металлической основы в отливках из чугунов различного назначения / А. И. Кузнецов, С. С. Родионова, Э. С. Горкунов, А. Л. Пасечник, Е. В. Скворцова // *Дефектоскопия*. – 1996. – № 9. – С. 3–15.
10. Temperature dependences of the coercive force of gray and white iron / V. M. Morozova, A. P. Nichipuruk, L. D. Gavrilova, V. M. Somova // *Defektoskopiya*. – 1993. – Iss. 12. – P. 23–24.
11. Evaluating the wear in steel-steel and iron-iron friction pairs by the eddy-current method / E. S. Gorkunov, V. V. Kharlamov, L. Kh. Kogan, S. M. Zadvorkin // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 2005. – Vol. 41, iss. 4. – P. 218–223. – DOI: 10.1007/s11181-005-0153-2.
12. Григорьянц А. Г., Сафонов А. Н. Методы поверхностной лазерной обработки. – М. : Высшая школа, 1987. – 191 с.
13. Mordike B. L., Bergmann H. W. Laser melting and surface alloying // *Rapidly Solidified Metastable Materials*, Boston, Nov. 14–17 1983 : materials of symposium. – Boston, N.Y., 1984. – P. 45–64.
14. Макаров А. В., Малыгина И. Ю., Осинцева А. Л. Влияние лазерной обработки на структуру, износостойкость и усталостные свойства высокопрочного чугуна // *Физика и химия обработки материалов*. – 2006. – № 4. – С. 46–55.
15. Макаров А. В., Коршунов Л. Г., Осинцева А. Л. Влияние отпуска и фрикционного нагрева на износостойкость стали У8, закаленной лазером // *Трение и износ*. – 1991. – Т. 12., № 5. – С. 870–878.
16. Cementation quality inspection in 12Kh2N4A steel articles by electromagnetic methods / E. S. Gorkunov, L. Kh. Kogan, E. M. Baraz, A. L. Korolev // *Defektoskopiya*. – 1993. – Iss. 12. – P. 3–12.
17. Mayorov V. S., Mayorov S. V. Solid laser hardening of iron parts // *Metal Science and Heat Treatment*. – 2009. – Vol. 51, iss. 3–4. – P. 106–108. – DOI: 10.1007/s11041-009-9125-9.
18. Бурлаченко О. В., Тихвинская А. Ю., Зеленский А. А. Упрочнение высокопрочного чугуна излучением YAG:Nd-лазера // *Физика и химия обработки материалов*. – 2009. – № 3. – С. 55–57.
19. Влияние лазерной обработки на свойства чугуна ВЧ40 / В. Н. Минаков, А. М. Блошаневич, Н. Д. Рудык, В. Ю. Пучкова, Г. Е. Хоменко // *Упрочняющие технологии и покрытия*. – 2011. – № 10. – С. 12–14.
20. Safonov A. N. Structure and properties of the surface of iron-carbon alloys melted by laser radiation // *Metal Science and Heat Treatment*. – 2009. – Vol. 41, iss. 1. – P. 7–11. – DOI: 10.1007/BF02466262.
21. Effect of plasma surface treatment on the structure and hardness of spherulitic iron / A. B. Yur'yev, V. Ya. Chinokalov, O. Yu. Efimov, V. P. Simakov, E. V. Shitik // *Metal Science and Heat Treatment*. – 2006. – Vol. 48, iss. 5–6. – P. 264–267. – DOI: 10.1007/s11041-006-0082-2.
22. Safonov E. N. Structure and hardness of cast iron after surface hardening // *Metal Science and Heat Treatment*. – 2005. – Vol. 47, no 9–10. – P. 434–439. – DOI: 10.1007/s11041-006-0007-0.
23. Поверхностное упрочнение чугуна с шаровидным графитом электрической дугой прямого действия / В. И. Журавлев, Е. Н. Сафонов, В. В. Стариков, В. М. Фарбер, В. Г. Черемных, Т. Г. Потемкина // *Известия высших учебных заведений. Черная металлургия*. – 1996. – № 10. – С. 48–49.
24. Fernandez-Vicente A, Pellizzari M., Arias J. L. Feasibility of laser surface treatment of pearlitic and bainitic ductile irons for hot rolls // *Journal of Materials Processing Technology*. – 2012. – Vol. 212, iss. 5. – P. 989–1002. – DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2011.11.013.

25. The influence of laser hardening on wear in the valve and valve seat contact / T. Slatter, H. Taylor, R. Lewis, P. King // *Wear*. – 2009. – Vol. 267, iss. 5–8. – P. 797–806. – DOI: 10.1016/j.wear.2009.01.040.
26. Дякин В. В., Сандовский В. А. Теория и расчет накладных вихретоковых преобразователей. – М. : Наука, 1981. – 136 с.
27. Eddy-current and coercive-force testing of abrasion-resistant ball bearing steel ШХ15 subjected to laser and bulk thermal processing. *Russian Journal of Nondestructive Testing* / A. V. Makarov, E. S. Gorkunov, L. Kh. Kogan, Yu. M. Kolobylin, A. L. Osintseva. – 2006. – Vol. 42, iss. 10. – P. 639–647. – DOI: 10.1134/S1061830906100019.
28. Eddy-current testing of the durability of laser-hardened carburized chromonickel steel and quality of laser hardening of drill bits / A. V. Makarov, E. S. Gorkunov, Yu. M. Kolobylin, L. Kh. Kogan, L. G. Korshunov, I. Yu. Malygina, A. L. Osintseva // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 2009. – Vol. 45, iss.10. – P. 698–710. – DOI: 10.1134/S1061830909100052.
29. Дорофеев А. Л. Индукционная структуроскопия. – М. : Энергия, 1973. – 176 с.
30. Белоус М. В., Черепнин В. Т., Васильев М. А. Превращения при отпуске стали. – М. : Металлургия, 1973. – 232 с.
31. An estimate of the abrasive wear resistance of low-alloy instrument steels by magnetic and electromagnetic methods / A. V. Makarov, L. Kh. Kogan, E. S. Gorkunov, L. G. Korshunov, L. V. Atangulova // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 1998. – Vol. 34, iss. 5. – P. 305–312.
32. Eddy current testing of wear-resistance of surface-carbonized chromium-nickel 20KhN3A steel grade / A. V. Makarov, L. Kh. Kogan, E. S. Gorkunov, Yu. M. Kolobylin // *Defektoskopiya*. – 2001. – Iss. 2. – P. 67–78.
33. Eddy current testing to thermal treatment of "thin sheet" articles made of carbon steel with deviation of carbon percentage / E. S. Gorkunov, L. Kh. Kogan, V. M. Morozova, E. M. Baraz // *Defektoskopiya*. – 1993. – Iss. 3. – P. 62–66.
34. Абразивная износостойкость углеродистых и низколегированных инструментальных сталей и ее оценка неразрушающими методами / А. В. Макаров, Л. Г. Коршунов, Л. Х. Коган, Э. С. Горкунов, И. Л. Солодова, А. Л. Осинцева // *Трение и износ*. – 1998. – Т. 19, № 5. – С. 633–641.
35. Горкунов Э. С., Макаров А. В., Коган Л. Х. Магнитные и электромагнитные методы контроля износостойкости стальных изделий // *Контроль. Диагностика*. – 2000. – № 11. – С. 13–15.

STUDYING NANOCOMPOSITE FILMS WITH MATRIX-FORMING CARBON BY KELVIN PROBE FORCE MICROSCOPY

A. P. Rubshtein*, Yu. V. Korkh, A. B. Vladimirov, A. B. Rinkevich, S. A. Plotnikov

M.N. Miheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of Russian Academy of Sciences, 18 S. Kovalevskoy st., 620990 Ekaterinburg, Russian Federation

*Corresponding author. E-mail: rubshtein@imp.uran.ru; address for correspondence: 18, ul. S. Kovalevskoy, 620990, Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 (343) 378 35 37; Fax: +7 (343) 374 52 44.

Nanocomposite TiC/a-C and diamond-like carbon a-C films obtained by the vacuum ion-plasma method have been studied by Kelvin Probe force microscopy. Films of thickness 200 nm were deposited on silicon wafers. The structure and composition of nanocomposite TiC/a-C films were varied by deposition conditions. It is shown that the average surface potential V_{SP}^{av} depends on the pulse frequency of graphite target sputtering during film deposition. The amount of sp³ bonded carbon on the film surface increases with scale up frequency. The V_{SP}^{av} of TiC/a-C nanocomposite films depends on the phase composition (Ti, TiC, a-C) and their ratio. The numerically calculated volume fractions of the phases in the TiC/a-C films correlate with V_{SP}^{av} .

Keywords: nanocomposite films, diamond-like carbon, titanium carbide, Kelvin probe force microscopy, average surface potential.

DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.104-113

References

1. Robertson J. Diamond-like amorphous carbon. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 2002, vol. 37, iss. 4–6, pp. 129–281. DOI: 10.1016/S0927-796X(02)00005-0.
2. Rubshtein A.P., Makarova E.B., Trakhtenberg I.Sh., Kudryavtseva I.P., Bliznets D.G., Philippov Yu.I., Shlykov I.L. Osseointegration of porous titanium modified by diamond-like carbon and carbon nitride. *Diamond and Related Materials*, 2012, vol. 22, pp. 128–135. DOI: 10.1016/j.diamond.2011.12.030.
3. Trakhtenberg I.Sh., Vladimirov A.B., Plotnikov S.A., Rubshtein A.P., Vykhodets V.B., Bakunin O.M. Effect of adhesion strength of DLC to steel on the coating erosion mechanism. *Diamond and Related Materials*, 2001, vol. 10, iss. 9–10, pp. 1824–1828. DOI: 10.1016/S0925-9635(01)00430-7.
4. Musil J. Hard and superhard nanocomposite coatings. *Surface and Coatings Technology*, 2000, vol. 125, iss. 1–3, pp. 322–330. DOI: 10.1016/S0257-8972(99)00586-1.
5. Veprek S., Veprek-Heijman Maritza G.J., Karvankova P., Prochazka J. Different approaches to superhard coatings and nanocomposites. *Thin Solid Films*, 2005, vol. 476, iss. 1, pp. 1–29. DOI: 10.1016/j.tsf.2004.10.053.
6. Yang Q., Zhao L.R. Microstructure, mechanical and tribological properties of novel multi-component nanolayered nitride coatings. *Surface and Coatings Technology*, 2005, vol. 200, iss. 5–6, pp. 1709–1713. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2005.08.087.
7. Dai W., Ke P., Moon M.W., Lee K.R., Wang A. Investigation of the microstructure, mechanical properties and tribological behaviors of Ti-containing diamond-like carbon films fabricated by a hybrid ion beam method. *Thin Solid Films*, 2012, vol. 520, iss. 19, pp. 6057–6063. DOI: 10.1016/j.tsf.2012.04.016.
8. Guo J., Hu X.J., Lu Y.H., Shen Y.G. Microstructure Evolution of nc-TiN/a-(C, CN_x) Nanocomposite Films with Different Amorphous Phase Amounts. *Procedia Engineering*, 2013, vol. 67, pp. 388–396. DOI: 10.1016/j.proeng.2013.12.038.

9. Gulbinski W., Mathur S., Shen H., Suszko T., Gilewicz A., Warcholinski B. Evaluation of phase, composition, microstructure and properties in TiC/a-C:H thin films deposited by magnetron sputtering. *Applied Surface Science*, 2005, vol. 239, iss. 3–4, pp. 302–310. DOI: 10.1016/j.apsusc.2004.05.278.
10. Foong Y.M., Koh A.T.T., Lim S.R., Hsieh J., Chua D.H.C. Materials properties of ZnO/diamond-like carbon (DLC) nanocomposite fabricated with different source of targets. *Diamond and Related Materials*, 2012, vol. 25, pp. 103–110. DOI: 10.1016/j.diamond.2012.02.018.
11. Zhang S., Bui X.L., Jiang J., Li X. Microstructure and tribological properties of magnetron sputtered nc-TiC/a-C nanocomposite. *Surface and Coatings Technology*, 2005, vol. 198, iss. 1–3, pp. 206–211. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2004.10.041.
12. Melitz W., Shen J., Kummel A.C., Lee S. Kelvin probe force microscopy and its application. *Surface Science Reports*, 2011, vol. 66, iss. 1, pp. 1–27. DOI: 10.1016/j.surfrep.2010.10.001.
13. Nonnenmacher M., O’Boyle M.P., Wickramasinghe H.K. Kelvin probe force microscopy. *Applied Physics Letters*, 1991, vol. 58, iss. 25, pp. 2921–2923. DOI: 10.1063/1.105227.
14. Trakhtenberg I.Sh., Gavrilov N.V., Emlin D.R., Plotnikov S.A., Vladimirov A.B., Volkova E.G., Rubshtein A.P. Nanocomposite vacuum-arc TiC/a-C:H coatings prepared using an additional ionization of acetylene. *The Physics of Metals and Metallography*, 2014, vol. 115, iss. 7, pp. 723–729. DOI: 10.1134/S0031918X14070102.
15. Trakhtenberg I.Sh., Vladimirov A.B., Rubstein A.P., Kuzmina E.V., Uemura K., Gontar A.G., Dub S.N. The analysis of microhardness measurement approach for characterization of hard coatings. *Diamond and Related Materials*, 2003, vol. 12, iss. 10–11, pp. 1788–1792. DOI: 10.1016/S0925-9635(03)00288-7.
16. Trakhtenberg I.Sh., Rubshtein A.P., Vladimirov A.B., Yugov V.A., Plotnikov S.A., Volkova E.G. Formation of morphology of surface of diamond-like films condensed upon arc deposition of graphite in a vacuum. *The Physics of Metals and Metallography*, 2005, vol. 100, iss. 1, pp. 56–60.
17. Xie W.G., Chen J., Chen J., Deng S.Z., She J.C., Xu N.S. Effect of hydrogen treatment on the field emission of amorphous carbon film. *Journal of Applied Physics*, 2007, vol. 101, iss. 8, pp. 084315–084500. DOI: 10.1063/1.2724426.
18. Ilie A., Hart A., Flewitt J., Robertson J., Milne W.I. Effect of work function and surface microstructure on field emission of tetrahedral amorphous carbon. *Journal of Applied Physics*, 2000, vol. 88, iss. 10, pp. 6002–6010. DOI: 10.1063/1.1314874.

Подана в журнал: 29.09.2015 г.
УДК 621.793;539.231
DOI: 10.17804/2410-9908.2015.6.104-113

ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОКОМПОЗИТНЫХ ПЛЕНОК С МАТРИЦЕОБРАЗУЮЩИМ УГЛЕРОДОМ МЕТОДОМ ЗОНДА КЕЛЬВИНА

А. П. Рубштейн*, Ю. В. Корх, А. Б. Владимиров, А. Б. Ринкевич, С. А. Плотников

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, ул. С.Ковалевской, 18, 620990, Екатеринбург, Российская Федерация

*Ответственный автор. Электронная почта: rubshtein@imp.uran.ru, адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620990, Екатеринбург, Российская Федерация. Телефон: +7 (343) 378–35–37; Факс: +7 (343) 374–52–44.

Методом зонда Кельвина изучены наноккомпозитные TiC/a-C пленки и алмазоподобные углеродные a-C, полученные вакуумным ионно-плазменным методом. Пленки толщиной 200 нм осаждались на кремниевые пластины. Структура и состав наноккомпозитных TiC/a-C пленок варьировались условиями осаждения. Показано, что средний потенциал поверхности V_{III}^{cp} a-C пленок зависит от частоты импульсов распыления графитовой мишени. При повышенной частоте V_{III}^{cp} уменьшается, т.е. количество sp^3 связанного углерода на поверхности пленки возрастает. Установлена зависимость V_{III}^{cp} TiC/a-C пленок от фазового состава (Ti, TiC, a-C) и их соотношения. Найдена корреляция между V_{III}^{cp} и расчетными объемными долями фаз в TiC/a-C пленках.

Ключевые слова: наноккомпозитные пленки, алмазоподобный углерод, карбид титана, метод зонда Кельвина, средний потенциал поверхности.

1. Введение

Алмазоподобные углеродные пленки применяются для повышения износостойкости режущего инструмента, снижения коэффициентов трения деталей машин и механизмов, в магнитных устройствах для хранения данных, микро-электромеханических устройствах, биологических имплантатах благодаря их уникальным свойствам, таким как твердость, низкий коэффициент трения, оптическая прозрачность, биосовместимость [1–2]. Однако, большие внутренние напряжения сжатия в алмазоподобных пленках, возникающие вследствие их образования по механизму внутренней имплантации, приводят к плохой адгезии пленок к материалу подложки, что ограничивает их применение [3].

В течение последних лет класс сверхтвердых пленок существенно расширился за счет синтеза многокомпонентных наноккомпозитных покрытий, в частности пленок на основе нитридов и карбидов переходных металлов [4–6]. Широко исследуется физическая природа образования их структуры, влияние матрицы, легирующих элементов и размеров кристаллитов на их физико-механические и трибологические свойства. Интерес представляют композитные пленки, матрицей в которых является сверхтвердый алмазоподобный углерод (a-C, ta-C, a-C:H), а включениями – металлы (Cu, Ni), карбиды или нитриды переходных металлов (Ti, Cr(C,N)). Карбиды и нитриды переходных металлов характеризуются высокой твердостью, исключительной термостойкостью и хорошей коррозионной стойкостью.

Наноккомпозитные пленки с матрицеобразующим углеродом получают ионно-плазменными методами путем распыления металлической и графитовой мишени или распылением многокомпонентной мишени [7–10]. Структура, физико-механические и трибологические свойства таких пленок зависят от относительного содержания в них аморфной матри-

цы углерода и нанокристаллических включений. Это соотношение влияет как на размер зерна, так и состояние аморфной матрицы. При увеличении содержания титана в TiC/a-C пленках от 16 до 48 ат. % размер включений растет от 5 до 16 нм [11]. При этом рост содержания титана сопровождается снижением доли sp^3 связей в алмазоподобной матрице. Аналогичная тенденция уменьшения размера включений карбида титана с увеличением доли углеродной матрицы отмечена в работе [9]. Прочностные свойства пленок в значительной степени обусловлены их структурой. Поэтому изучение структуры нанокompозитных пленок, выявление основных факторов, влияющих на их формирование, является актуальной задачей в плане целенаправленного синтеза защитных материалов.

Для исследования структуры и состава композитных пленок широко используются традиционные методы: просвечивающая электронная микроскопия высокого разрешения [7–8], рентгеновская дифракция [9, 11], фотоэлектронная спектроскопия [7–8, 11], сканирующая зондовая микроскопия [9, 11], Рамановская спектроскопия [11]. Сканирующая зондовая микроскопия чаще всего используется в режиме атомно-силовой для определения параметров шероховатости поверхности пленок. Исследование же локальных электрических свойств поверхности с применением электросиловой зондовой микроскопии, в частности метода зонда Кельвина, в настоящее время в основном применяется для полупроводников, органических и биологических материалов [12]. Электросиловая зондовая микроскопия может дать дополнительную информацию о характеристиках композитных пленок, в состав которых входят фазы с различной электронной структурой. В настоящей работе методом зонда Кельвина, в основе которого лежит измерение контактной разности потенциалов между зондом и поверхностью пленки [13], проведено исследование нанокompозитных TiC/a-C пленок, а также матрицеобразующих углеродных a-C структур, осажденных в различных условиях.

2. Материалы и методы

В качестве подложек для осаждения a-C и TiC/a-C пленок использовали кремниевые пластины толщиной 0,5 мм. Для очистки поверхности и достижения хорошей адгезии пленки к подложке пластины предварительно химически травили в 10 %-м растворе плавиковой кислоты в течение 5 мин. После химического травления пластины Si промывали в дистиллированной воде и спирте в ультразвуковой ванне. Перед помещением в рабочую камеру напылительной установки пластины сушили на воздухе при комнатной температуре.

Осаждение пленок проводили в установке УВНИИПА-1-001. Хороший контакт и теплоотвод во время конденсации пленок обеспечивались креплением подложек на водоохлаждаемом массивном медном держателе, установленном на механизме вращения. Перед осаждением пленок поверхность пластин подвергалась ионному травлению ($E = 4$ кэВ, $P = 4,2 \times 10^{-2}$ Па, $t = 30$ мин). Алмазоподобные пленки (a-C) осаждали распылением графитовой мишени при частоте импульсов дуги 5, 10, 15 и 25 Гц. Для получения нанокompозитных пленок использовали титановый и графитовый катоды, которые распыляли одновременно. Титановый катод распыляли дуговым способом при постоянном токе дугового источника (55 А), а графитовый – импульсно-дуговым при тех же частотах. При используемых режимах и временах напыления толщина пленок составила ~ 200 нм.

Состав пленок определяли по рентгеновским энергодисперсионным спектрам на сканирующем электронном микроскопе QUANTA 200 с приставкой EDAX. Анализировали пленки толщиной ~ 1 мкм, осажденные на полированные медные подложки в тех же условиях, что и пленки на кремниевых пластинах. Состав определяли не менее чем на 5 участках пленки при варьировании размера области сканирования. Концентрация углерода и титана воспроизводилась в пределах $\pm 5\%$.

Электрические свойства пленок изучали сканирующей зондовой микроскопией на атомно-силовом микроскопе Solver Next (Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов ИФМ УрО РАН). Для этого использовали метод зонда Кельвина, в осно-

ве которого лежит измерение контактной разности потенциалов между проводящим наконечником (зондом) кантилевера и поверхностью пленки, зависящей от работы выхода электрона из материала наконечника и образца. Этот метод позволяет получать карту распределения потенциала по поверхности с высоким разрешением [12–13].

Исследование проводили на воздухе при комнатной температуре. Поверхность образца заземлялась медной пружиной. Использовали кантилевер НА₂NC/Pt с зондом, покрытым пленкой из платины толщиной 20–30 нм. Высота зонда около 10 мкм, радиус кривизны головки не более 35 нм. Резонансная частота колебаний зонда 235 кГц. Карту распределения потенциала по поверхности получали в двухпроходном полуконтактном режиме для исключения влияния рельефа поверхности пленки на принимаемый сигнал. На первом проходе сканируемой строки определяли рельеф поверхности пленки по полуконтактному методу, во время второго прохода получали карту распределения потенциала по поверхности. При получении карты распределения потенциала по поверхности расстояние между сканируемой поверхностью и зондовым датчиком поддерживалось постоянным (50 нм). Колебания кантилевера во втором проходе возбуждались электрически путем приложения к зонду переменного напряжения $V_1 = \pm 2$ В. Скорость сканирования – 0,5 Гц, области сканирования (10x10) мкм и (1x1) мкм, шаг сканирования 20 и 2 нм соответственно.

Интегральные профили распределения разности потенциалов строили по прямоугольной области полученных изображений. Математическую обработку профилей проводили с помощью программного обеспечения микроскопа. Для характеристики пленок использовали среднее значение потенциала поверхности V_{III}^{cp} . Средние значения потенциала поверхности воспроизводились в пределах $\pm 11\%$.

3. Результаты и обсуждение

Анализ состава пленок по рентгеновским энергодисперсионным спектрам показал нелинейную зависимость содержания титана в TiC/a-C пленках от частоты импульсов дуги при распылении графита (рис. 1, кривая 1). Ранее на основе диаграммы состояния системы углерод–титан были найдены соотношения объемов фаз в композите TiC/a-C в зависимости от весовой концентрации углерода и выведено уравнение для определения объемной доли карбида титана [14]. Соотношения получены в предположении, что при образовании композита в условиях, когда весовая доля углерода составляет 0,2, он состоит из одной фазы карбида титана TiC. При содержании углерода, недостаточном для образования стехиометрического карбида титана ($< 0,2$), пленочный композит состоит из частиц титана и его карбида. При содержании углерода более 0,2 происходит формирование аморфной матрицы с включениями TiC. Наличие частиц Ti, TiC_x и аморфного углерода было подтверждено ранее при исследовании пленок методом просвечивающей электронной микроскопии. Условия получения пленок, их состав и расчетная объемная доля карбида титана в пленках приведены в табл. 1. На рис. 1 (кривая 2) представлена зависимость объемной доли титана от частоты, стрелками показаны области образования (Ti+TiC) и (a-C+TiC).

Различное соотношение фаз в нанокompозитной пленке, отличающихся электронной структурой, неизбежно оказывает влияние на ее электрические свойства. Присутствие матрицеобразующего углерода осложняет задачу изучения композитных пленок, так как свойства углеродной матрицы, имеющей алмазоподобную структуру, определяются соотношением sp^2/sp^3 связей между атомами углерода, которое зависит от условий осаждения [1], в частности от частоты импульсов при конденсации пленок [15]. Поэтому методом зонда Кельвина, в дополнение к нанокompозитным пленкам, были изучены a-C пленки, полученные при импульсно дуговом распылении графита без распыления титановой мишени.

Таблица 1 – Условия осаждения TiC/a-C пленок и их состав

Частота f, Гц	Весовая доля титана/углерода (C _{Ti} /C _C)	Объемная доля карбида титана
5	0,89/0,11	0,53 (остальное титан)
10	0,82/0,18	0,92
15	0,75/0,25	0,91 (остальное a-C)
20	0,66/0,36	0,74 (остальное a-C)
25	0,49/0,51	0,49 (остальное a-C)

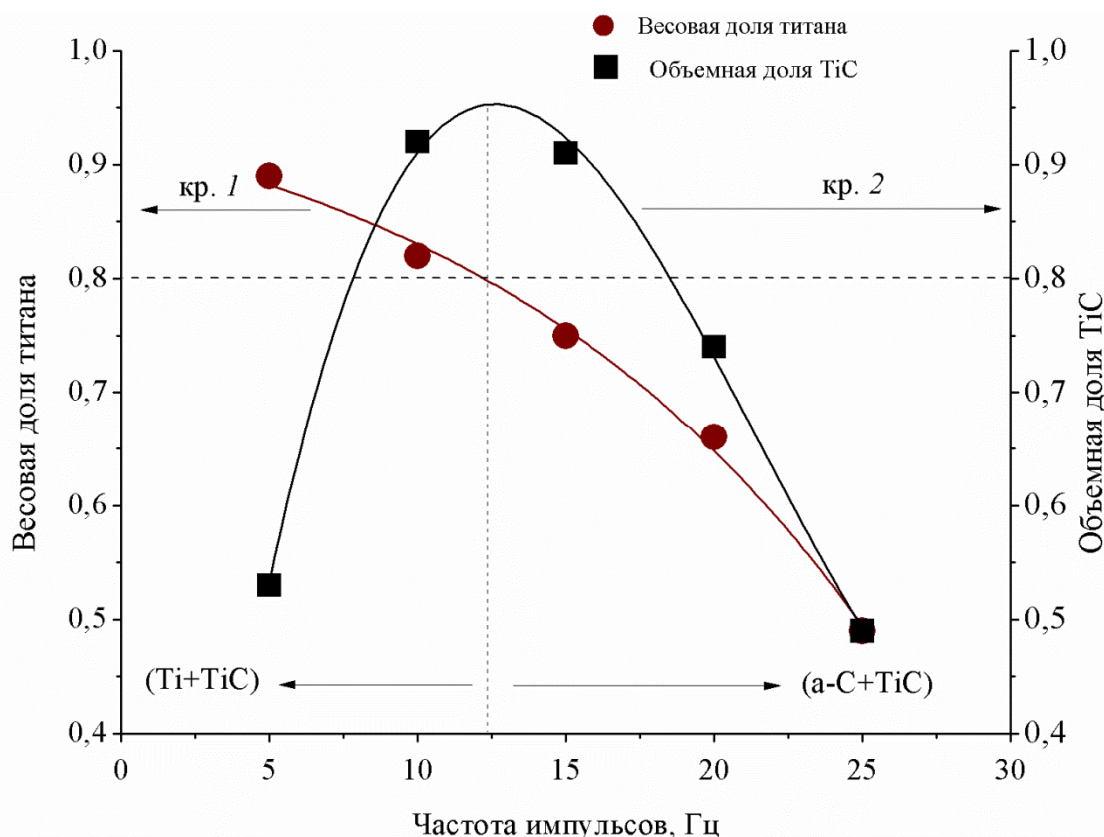


Рис. 1. Зависимости весовой доли титана (левая шкала, кривая 1) и объемной доли карбида титана TiC (правая шкала, кривая 2) от частоты импульсов при распылении графитовой мишени. Стрелками обозначены области образования (Ti+TiC) и (a-C+TiC) пленок

Предварительно были получены изображения рельефа поверхности a-C пленок на атомно-силовом микроскопе при сканировании области размером (10x10) мкм. Наличие больших выступов на их поверхности (рис. 2 а) связано с механизмом формирования алмазоподобного углерода и отсутствием магнитной сепарации C⁺ [16]. Для исключения влияния выступов при двухпроходном сканировании выбирались однородные области размером (1x1) мкм (рис. 2 б). Типичная карта распределения потенциалов по поверхности алмазоподобной пленки представлена на рис. 2 в. Равномерный контраст свидетельствует об однородности пленки. Наличие областей с различными связями между атомами углерода (sp² и sp³), отличающихся шириной запрещенной зоны, не наблюдается, так как их размеры составляют несколько межатомных расстояний. Средние значения потенциала поверхности (V_{III}^{cp}) для a-C пленок приведены в табл. 2. Наблюдается тенденция снижения V_{III}^{cp} с ростом частоты импульсов, что, вероятнее всего, связано с возрастанием количества sp³ связанного углерода [17]. Известно, что ширина запрещенной зоны в a-C пленках зависит от соотношения sp²/sp³ связей между атомами углерода. Рост количества sp³ связанного углерода сопровождается

уширением запрещенной зоны и, соответственно, увеличением работы выхода электрона [1, 18]. Согласно фундаментальным принципам, на которых основан метод зонда Кельвина, между проводящим наконечником кантилевера и образцом измеряется контактная разность потенциалов, определяемая как $V_{КРП} = (\phi_{нак} - \phi_{обр})/e$, где $\phi_{нак}$ – работа выхода электрона для наконечника, $\phi_{обр}$ – работа выхода электрона для образца, e – элементарный заряд. При $\phi_{нак} = const$ увеличение $\phi_{обр}$ приводит к снижению потенциала поверхности.

Аналогичная процедура выбора участка сканирования для двухпроходного режима проводилась для TiC/a-C пленок, так как образование выступов наблюдалось и на их поверхности. Данные по измерению V_{III}^{cp} для этих пленок приведены в табл. 2. Как видно из таблицы, композитные TiC/a-C пленки, в отличие от a-C, имеют зависимость $V_{III}^{cp}(f)$, содержащую экстремум. С ростом содержания углерода до $\sim 0,2$ ($f = 10$ Гц, табл.1) V_{III}^{cp} увеличивается, дальнейший рост доли углерода в нанокompозитной пленке (увеличение f , табл. 1) приводит к падению V_{III}^{cp} (рис. 3).

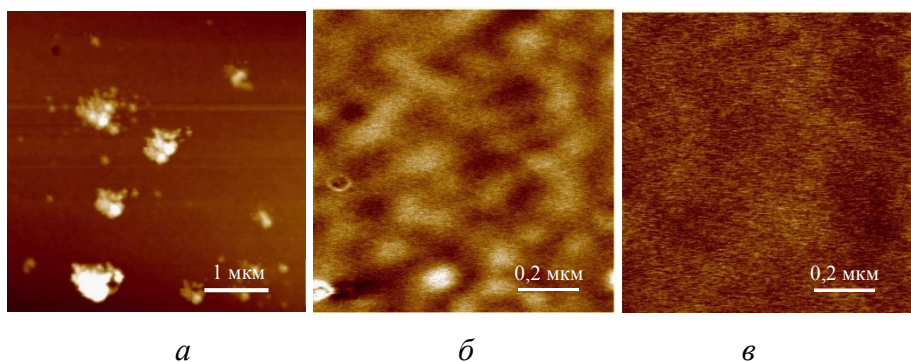


Рис. 2. АСМ изображение поверхности (а, б) и распределение потенциала по поверхности (в) а-С пленки ($f = 15$ Гц)

Таблица 2 – Средний потенциал поверхности а-С и TiC/a-C пленок

Частота f , Гц	V_{III}^{cp} (мВ)	
	а-С	TiC/a-C
5	2,0	1,4
10	2,0	3,3
15	1,4	2,5
25	1,4	1,6

Изменение V_{III}^{cp} TiC/a-C пленок связано как с изменением их фазового состава, так и размера зерна. При малой концентрации углерода пленки состоят из частиц титана и карбида титана. Повышение концентрации углерода путем увеличения f до 10 Гц приводит к преобладанию в пленке частиц TiC и росту V_{III}^{cp} до 3,3 мВ (табл. 2). Для этих пленок наблюдался наибольший контраст на карте распределения потенциала по поверхности (рис. 4 б).

При $f > 10$ Гц углерод в пленке становится матрицеобразующим, т.е. между частицами карбида титана находится аморфная матрица. Увеличение доли аморфного углерода в TiC/a-C приводит к падению V_{III}^{cp} до 1,6 мВ, что сравнимо по величине для а-С, осажденной при той же частоте (табл. 2). Значение V_{III}^{cp} , близкое по величине для а-С, получено для композитной пленки с довольно большой объемной долей карбида титана – 0,49 (рис. 2, кривая 2). Это, вероятнее всего, связано с уменьшением размера карбидных включений при

возрастании доли аморфной матрицы [11]. При малых размерах включений в пленке основной вклад в среднюю разность потенциалов дает сплошная углеродная матрица.

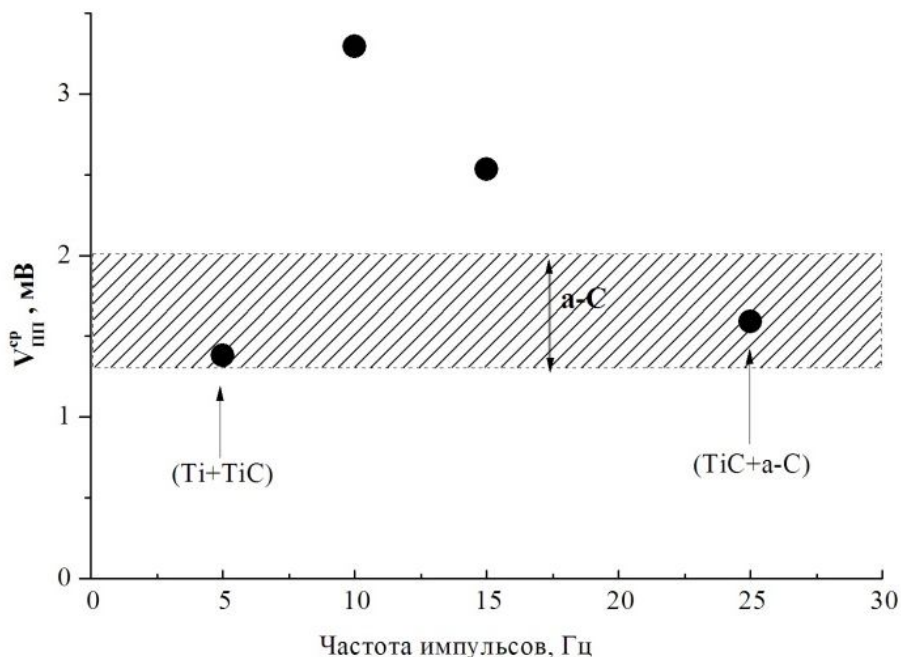


Рис. 3. Зависимость среднего потенциала поверхности от частоты импульсов для нанокompозитных TiC/a-C пленок

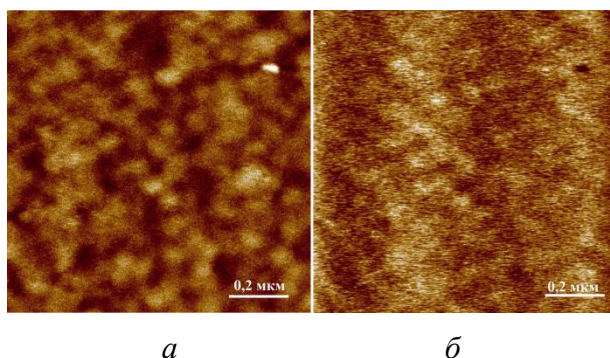


Рис. 4. АСМ изображение поверхности (а) и распределение потенциала по поверхности (б) TiC/a-C пленки ($f = 10$ Гц)

4. Заключение

В работе апробирован метод зонда Кельвина для исследования нанокompозитных TiC/a-C пленок и матрицеобразующих a-C структур, полученных в аналогичных условиях. Показано, что метод зонда Кельвина, применим для исследования структурных особенностей композитных пленок, в состав которых входит несколько фаз. Найдена корреляция между расчетной объемной долей фаз в TiC/a-C пленке и средним потенциалом поверхности пленки.

Благодарность

Работа выполнена в рамках темы "Спин" № 1201463330 при частичной поддержке УрО РАН, проект №15-9-2-12".

Литература

1. Robertson J. Diamond-like amorphous carbon // *Materials Science and Engineering R.* – 2002. – Vol. 37, iss. 4–6. – P. 129–281. – DOI: 10.1016/S0927-796X(02)00005-0.
2. Osseointegration of porous titanium modified by diamond-like carbon and carbon nitride / A. P. Rubstein, E. B. Makarova, I. Sh. Trakhtenberg, I. P. Kudryavtseva, D. G. Bliznets, Yu. I. Philippov, I. L. Shlykov // *Diamond and Related Materials.* – 2012. – Vol. 22. – P. 128–135. – DOI: 10.1016/j.diamond.2011.12.030.
3. Effect of adhesion strength of DLC to steel on the coating erosion mechanism / I. Sh. Trakhtenberg, A. B. Vladimirov, S. A. Plotnikov, A. P. Rubshtein, V. B. Vykhodets, O. M. Bakunin // *Diamond and Related Materials.* – 2001. – Vol. 10, iss. 9–10. – P. 1824–1828. – DOI: 10.1016/S0925-9635(01)00430-7.
4. Musil J. Hard and nanocomposite coatings // *Surface and Coatings Technology.* – 2000. – Vol. 125, iss. 1–3. – P. 322–330. – DOI: 10.1016/S0257-8972(99)00586-1.
5. Different approaches to superhard coatings and nanocomposites / S. Vepek, M. G. J. Vepek-Heijman, P. Karvankova, J. Prochazka // *Thin Solid Films.* – 2005. – Vol. 476, iss. 1. – P. 1–29. – DOI: 10.1016/j.tsf.2004.10.053.
6. Yang Q., Zhao L. R. Microstructure, mechanical and tribological properties of novel multi-component nanolayered nitride coatings // *Surface and Coatings Technology.* – 2005. – Vol. 200, iss. 5–6. – P. 1709–1713. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2005.08.087.
7. Investigation of the microstructure, mechanical properties and tribological behaviors of Ti-containing diamond-like carbon films fabricated by a hybrid ion beam method / W. Dai, P. Ke, M. W. Moon, K. R. Lee, A. Wang // *Thin Solid Films.* – 2012. – Vol. 520, iss. 19. – P. 6057–6063. – DOI: 10.1016/j.tsf.2012.04.016.
8. Microstructure Evolution of nc-TiN/a-(C, CN_x) Nanocomposite Films with Different Amorphous Phase Amounts / J. Guo, X. J. Hu, Y. H. Lu, Y. G. Shen // *Procedia Engineering.* – 2013. – Vol. 67. – P. 388–396. – DOI: 10.1016/j.proeng.2013.12.038.
9. Evaluation of phase, composition, microstructure and properties in TiC/a-C:H thin films deposited by magnetron sputtering / W. Gulbinski, S. Mathur, H. Shen, T. Suszko, A. Gilewicz, B. Warcholinski // *Applied Surface Science.* – 2005. – Vol. 239, iss. 3–4. – P. 302–310. – DOI: 10.1016/j.apsusc.2004.05.278.
10. Materials properties of ZnO/diamond-like carbon (DLC) nanocomposite fabricated with different source of targets / Y. M. Foong, A. T. T. Koh, S. R. Lim, J. Hsieh, D. H. C. Chua // *Diamond and Related Materials.* – 2012. – Vol. 25. – P. 103–110. – DOI: 10.1016/j.diamond.2012.02.018.
11. Microstructure and tribological properties of magnetron sputtered nc-TiC/a-C nanocomposite / S. Zhang, X. L. Bui, J. Jiang, X. Li // *Surface and Coatings Technology.* – 2005. – Vol. 198, iss. 1–3. – P. 206–211. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2004.10.041.
12. Kelvin probe force microscopy and its application / W. Melitz, J. Shen, A. C. Kummel, S. Lee // *Surface Science Reports.* – 2011. – Vol. 66, iss. 1. – P. 1–27. – DOI: 10.1016/j.surfrep.2010.10.001.
13. Nonnenmacher M., O'Boyle M. P., Wickramasinghe H. K. Kelvin probe force microscopy // *Applied Physics Letters.* – 1991. – Vol. 58, iss. 25. – P. 2921–2923. – DOI: 10.1063/1.105227.
14. Nanocomposite vacuum-arc TiC/a-C:H coatings prepared using an additional ionization of acetylene / I. Sh. Trakhtenberg, N. V. Gavrilov, D. R. Emlin, S. A. Plotnikov, A. B. Vladimirov, E. G. Volkova, A. P. Rubshtein // *The Physics of Metals and Metallography.* – 2014. – Vol. 115, iss. 7. – P. 723–729. – DOI: 10.1134/S0031918X14070102.
15. The analysis of microhardness measurement approach for characterization of hard coatings / I. Sh. Trakhtenberg, A. B. Vladimirov, A. P. Rubstein, E. V. Kuzmina, K. Uemura, A. G. Gontar, S. N. Dub // *Diamond and Related Materials.* – 2003. – Vol. 12, iss. 10–11. – P. 1788–1792. – DOI: 10.1016/S0925-9635(03)00288-7.

16. Formation of morphology of surface of diamond-like films condensed upon arc deposition of graphite in a vacuum / I. Sh. Trakhtenberg, A. P. Rubshtein, A. B. Vladimirov, V. A. Yugov, S. A. Plotnikov, E. G. Volkova // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2005. – Vol. 100, iss. 1. – P. 56–60.
17. Effect of hydrogen treatment on the field emission of amorphous carbon film / W. G. Xie, J. Chen, J. Chen, S. Z. Deng, J. C. She, N. S. Xu // *Journal of Applied Physics*. – 2007. – Vol. 101, iss. 8. – P. 084315–084500. – DOI: 10.1063/1.2724426.
18. Effect of work function and surface microstructure on field emission of tetrahedral amorphous carbon / A. Ilie, A. Hart, J. Flewitt, J. Robertson, W. I. Milne // *Journal of Applied Physics*. – 2000. – Vol. 88, iss. 10. – P. 6002–6010. – DOI: 10.1063/1.1314874.