

Metoda emisji akustycznej w badaniach plastyczności metali, stopów i kompozytów

Andrzej Pawełek*

Na początku lat dziewięćdziesiątych ubiegłego wieku została wprowadzona w Instytucie Metalurgii i Inżynierii Materiałowej (wówczas Instytucie Podstaw Metalurgii) im. Aleksandra Krupkowskiego Polskiej Akademii Nauk w Krakowie – metoda emisji akustycznej (EA).

Zjawisko emisji akustycznej jest od dawna znane jako słyszalne uchem ludzkim dźwięki towarzyszące kruchemu pękaniu materiałów (np. cyny) lub przemieszczeniom ośrodka. Stąd pierwsze zastosowania metody EA dotyczyły monitorowania przemieszczeń górotworu. Już jednak w latach pięćdziesiątych odkryto, że również w metalach pod działaniem obciążeń mechanicznych generowane są sygnały EA. Fakt ten otworzył, w kilku następnych dekadach, szerokie pole dla badań zjawiska EA i bardzo rozszerzył możliwości praktycznego zastosowania metody EA do monitorowania powstawania i rozwoju mikropęknięć w konstrukcyjnych materiałach metalicznych pod wpływem narastających obciążeń zewnętrznych.

Okazało się jednak, że mechanizm generowania sygnałów EA jest bardzo złożony. Wy-

maga więc kompleksowych badań, a jednocześnie daje unikatowy zasób informacji o mikro- i makroprocesach zachodzących w materiale. Dlatego niezbędne stało się oparcie badań doświadczalnych i rozwiązań technicznych na pogłębionych badaniach podstawowych. Dotyczy to również prac z tej dziedziny prowadzonych w Polsce. Pierwsze bowiem badania w Polsce, wykorzystujące zjawisko EA zostały zainicjowane w Instytucie Podstawowych Problemów Techniki (IPPT) PAN w Warszawie przez profesorów Ignacego Maleckiego i Jerzego Ranachowskiego, głównie w odniesieniu do materiałów ceramicznych. Z kolei badania nad emisją akustyczną w metalach prowadzone były między innymi w IPPT PAN również przez profesora Szymona Pileckiego i jego współpracowników. Natomiast ośrodkiem, który wyspecjalizował się w okresie ostatnich dwóch dekad w badaniach EA w monokryształach metali – jest Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN (IMIM PAN) w Krakowie. Prace prowadzone w IMIM PAN głównie dotyczą monokryształów metali i stopów o strukturze regularnej

ściennie centrowanej (RSC), poddanych nieswobodnemu ściskaniu w temperaturze otoczenia oraz w warunkach niskotemperaturowych. Podjęcie tego typu badań było podyktowane kilkoma ważnymi przyczynami. Po pierwsze brakiem w literaturze danych doświadczalnych dotyczących zachowania się EA w procesach nieswobodnego ściskania. Po drugie, jednym z podstawowych problemów współczesnej inżynierii materiałowej, dotyczących deformacji plastycznej metali są kwestie lokalizacji odkształcenia na skutek tworzenia się i rozwoju pasm poślizgu, pasm ścinania oraz niestabilności plastycznej związanej z procesami bliźniakowania, zjawiskiem Portevin – Le Châtelier (efekt PL), jak i procesami powstawania i rozwoju mikropęknięć. Tradycyjne metody badania tych zjawisk, oparte o testy mechaniczne i metalograficzne, pomimo nagromadzenia bogatego materiału doświadczalnego, nie doprowadziły do jednoznacznego i powszechnie zadowalającego ich wyjaśnienia. Po trzecie, znane z dostępnej literatury rezultaty dotychczasowych badań związków EA z powyższymi zjawiskami – nie roz-

strzegają definitywnie jakie konkretnie procesy dyslokacyjne decydują o przyczynach i mechanizmach generowania impulsów EA podczas deformacji plastycznej.

W niniejszym opracowaniu w sposób syntetyczny przedstawiono ważniejsze wyniki uzyskane w IMIM PAN. Omówiono jak wpisują się one do istniejącego stanu wiedzy oraz udokumentowano i zinterpretowano obserwowane korelacje pomiędzy zachowaniem się parametrów EA, przebiegiem zewnętrznej siły obciążającej, ewolucją mikrostruktury, a dyslokacyjnymi mechanizmami odkształcenia związanymi z procesami bliźniakowania, efektem PL, oraz tworzeniem pasm poślizgu, pasm ścinania a także powstawaniem i rozwojem mikropęknięć. Rozwiązanie powyższych problemów ma zasadnicze znaczenie dla znalezienia jakościowych i ilościowych zależności pomiędzy mierzonymi deskryptorami EA – liczbą zliczeń lub zdarzeń EA rejestrowanych w jednostce czasu, oraz amplitudą i energią sygnałów EA - a mikroprocesami zachodzącymi w deformowanym materiale. Przykładowo, znana powszechnie zależność mię-

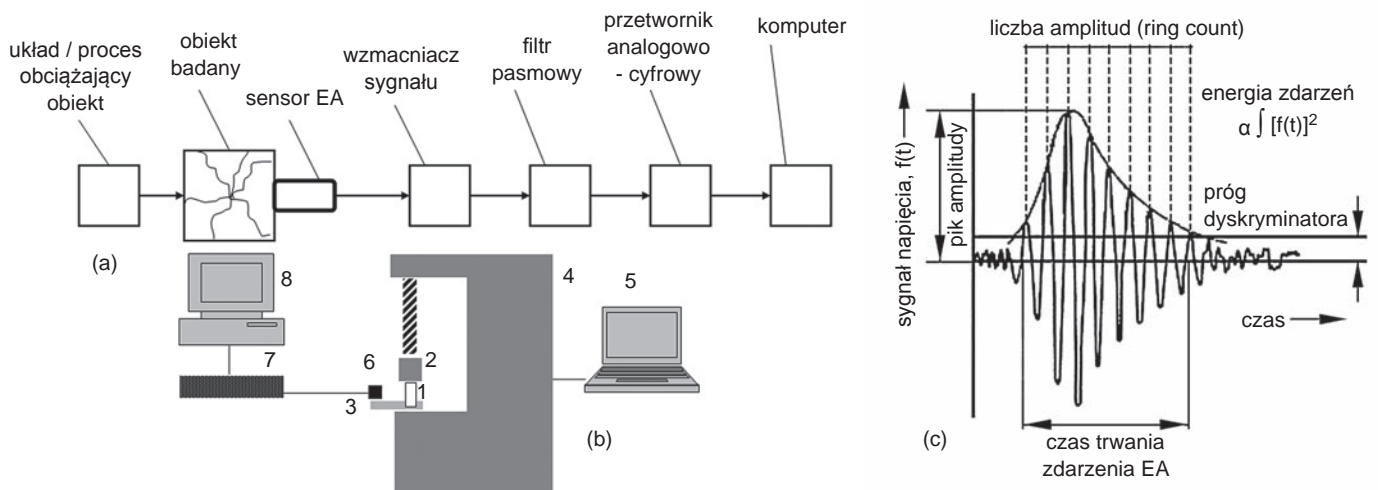


dzy tempem zliczeń EA, a wydłużanie się szczeliny mikro-pęknięcia, odnosi się przede wszystkim do materiałów kruchych i nie wystarcza przy charakteryzowaniu zachowania się metalu o właściwościach plastycznych. Wydaje się więc potrzebne kompleksowe przedstawienie dyslokacyjnych teorii generacji EA. Obecnie istnieje kilka tego rodzaju teorii. Najstarsza, ale ciągle aktualna teoria Eshelby'ego (1949, 1962) opiera się na rozpatrywaniu dyslokacji wedle teorii Granato-Lücke (1956) jako struny drgającej i sprowadzeniu zagadnienia do wyznaczenia pola naprężeń i odkształceń sprężystych powstających w wyniku działania dwóch sił skupionych na układ drgający jaki tworzy przegięcie (kink) dyslokacyjne. Podobne rozważania, już w oparciu o własności solitonowe dyslokacji przedstawiono w pracach własnych Autora [3, 8] gdzie np. oddziaływanie kinków opisano w terminologii solitonów, stanowiących analityczne rozwiązania nie-

liniowego równania różniczkowego, znanego w teorii solitonów jako równanie sinusowe Gordona. W ten sposób przechodzi się do przestrzenno-czasowego obrazu przegięcia dyslokacji, przy czym można brać pod uwagę różne rozkłady przestrzenne ruchu dyslokacji, np. parę przegięć o znakach przeciwnych lub bardziej złożone układy przegięć na dyslokacji. Bardziej makroskopowy punkt widzenia przedstawia teoria Kosiewicza (1964, 1979). Od ruchu pojedynczych dyslokacji przechodzi się do określania wektora przemieszczenia w ośrodku ciągłym zawierającym wiele dyslokacji ruchliwych. Wielkością określającą strumień energii akustycznej jest w tym ujęciu symetryczna część tensora momentu dyslokacyjnego. Jednakże przy przejściu od ogólnych rozważań teorii dyslokacji do oceny aktywności EA potrzebne są założenia wstępne dotyczące modelu źródeł dyslokacji, a w konsekwencji także źródeł EA. Idąc po linii klasycznych

już dziś ująć można przyjąć, że mamy tu do czynienia ze źródłami typu Franka-Reada (FR). Takie ujęcie zaprezentowali po raz pierwszy Natsik i Chishko (1975, 1978) wiążąc generację EA ze zmianą szybkości przyrostu powierzchni rozszerzającej się dwuwymiarowej pętli dyslokacji, czyli w wyniku przyspieszenia dyslokacji. Jakościowy wynik uzyskany w oparciu o własny [3] jednowymiarowy model generowania EA na skutek działania źródła FR jest w dobrej zgodności z modelem dwuwymiarowym. Powyższy mechanizm nie jest jednak jedynym. Obok niego bowiem, podczas domykania się pętli dyslokacji generowanych ze źródeł FR, gdy spotykają się dwie dyslokacje różnoimienne, ma miejsce proces anihilacji dyslokacji, który ponadto występuje również przy wyjściu dyslokacji na swobodną powierzchnię deformowanego materiału. W latach sześćdziesiątych i siedemdziesiątych ubiegłego wieku, Natsik i jego

współpracownicy (1968, 1972, 1975, 1978) podali, również jako pierwsi, zarys teorii obu tych procesów na gruncie mechaniki ośrodków ciągłych i liniowej teorii sprężystości. Jednakże, z drugiej strony, za istotne należy uznać wprowadzenie, w następnych latach osiemdziesiątych i dziewięćdziesiątych, własnego ujęcia solitonowego [1, 3, 4, 8] procesów anihilacji dyslokacji, uwzględniającego efekty nieliniowe, co wydaje się dawać bardziej zbliżony do rzeczywistości obraz mikroprocesów zachodzących w deformowanych materiałach metalicznych. W konsekwencji w oparciu o całokształt wyników doświadczalnych i rozważań teoretycznych uzasadniono tezę, iż dominujący wkład do rejestrowanych sygnałów EA pochodzi od kolektywnych własności ruchu grup wielu dyslokacji, związanego z przyspieszeniem oraz ze zsynchronizowaną anihilacją wielu dyslokacji zachodzącą nie tylko wewnątrz, ale przede



Rys.1. Schematy ilustrujące: (a) – system pomiarowy sygnałów EA, (b) – stanowisko pomiarowe parametrów EA oraz (c) – podstawowe parametry pojedynczego zdarzenia EA

wszystkim na powierzchni badanego materiału.

Jedne z pierwszych ważniejszych badań doświadczalnych zjawiska emisji akustycznej (EA), występującego podczas deformacji plastycznej metali, zostały przeprowadzone w drugiej połowie lat sześćdziesiątych przez Fishera i Lally (1967). Wyniki tych badań do dziś stanowią punkt wyjściowy i porównawczy do określania zależności deskryptorów EA w funkcji stopnia odkształcenia. Ich istota polega na tym, że aktywność EA, związana z obszarem granicy plastyczności jest wynikiem szybkiego, kolektywnego ruchu dużej liczby dyslokacji generowanych ze źródeł Franka-Reada.

Badania metali metodą EA, prowadzone od wielu lat w IMIM PAN w Krakowie, a wcześniej również w Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie, koncentrują się na wyjaśnieniu związków pomiędzy zachowaniem się deskryptorów EA i mechanizmami deformacji plastycznej metali i stopów poddanych próbom nieswobodnego ściskania w specjalnie konstruowanej przez dr Andrzeja Piątkowskiego i profesora Zdzisława Jasińskiego matrycy kanałowej (channel-die), współpracującej z maszyną wytrzymałościową INSTRON. Poniżej przedstawiono najistotniejsze elementy metody EA i omówiono jej zastosowanie w badaniach niestabilności plastycznego płynięcia związanej z procesami bliźniakowania, efektem PL oraz powstawaniem i rozwojem pasm ścinania.

Metoda emisji akustycznej

Z układem pomiarowym siły jest funkcjonalnie sprzężony układ pomiarowy parametrów EA [7,8]. Poniżej przytoczono zasadnicze elementy opisu działania urządzenia do rejestracji sygnałów emisji akustycznej. Istota pomiarów sygnałów EA zawiera się w tym, że dzięki kontaktowi próbki z przetwornikiem, generowana w próbce w czasie odkształcenia fala akustyczna pobudza do drgań czujnik piezoelektryczny. Na wyjściu czujnika drgania te są przetwarzane w sygnał napięciowy, który jest wzmacniany za pomocą przedwzmacniacza o wysokiej czułości na ładunki elektryczne. Wzmocniony sygnał napięciowy EA, jest następnie podawany na układ całkujący, na którego wyjściu otrzymuje się impuls w postaci obwiedni o polu powierzchni proporcjonalnym do energii impulsu wejściowego. Urządzenie posiada również dyskryminator napięcia zawierający komparator z regulatorem napięcia progowego oraz multiwibratorami pozwalającymi na określenie czasu życia i długości impulsu wyjściowego. W rezultacie sygnały akustyczne są transmitowane do dyskryminatora napięcia i każdy z nich, który przekracza jego poziom progowy jest liczony tylko jeden raz, co odpowiada pojedynczemu rejestrowanemu zdarzeniu EA.

Wartość skuteczna szumów na wejściu przedwzmacniacza wynosi ok. 20-30 mikrowoltów, w zależności od wybranego pasma częstotliwości. W trakcie obróbki sygnału wartość ta ulega ok.

czterokrotnej redukcji dzięki zastosowaniu filtracji pasmo-wo-przepustowej. Do przedwzmacniacza dołączony jest aktywny filtr górnoprzepustowy rzędu ósmego o częstotliwości odcięcia 5 kHz, a dodatkowo może być włączony filtr rzędu czwartego o częstotliwości odcięcia 20 kHz. Dzięki temu, sygnały tła wibroakustycznego - nie pochodzące od procesów zachodzących na skutek obciążenia próbki - są eliminowane z dalszej obróbki. Następnie sygnał jest podawany na filtr dolnoprzepustowy o częstotliwości odcięcia 1000 kHz. Wzmocnienie sygnału użytecznego na wyjściu urządzenia wynosi 60 dB. Drugie z wyjść przyrządu wyprowadza wartość skuteczną napięcia rejestrowanego sygnału EA. Dzięki odpowiedniemu programowi można przeprowadzać analizę energii i czasu trwania pojedynczych zdarzeń EA. Program bowiem wyznacza czas wystąpienia zdarzenia EA, jego maksymalną amplitudę, sumę zarejestrowanych amplitud oraz czas trwania zdarzenia do znaczącego spadku jego amplitudy.

Do analizy sygnałów EA użyto szybkiej karty przetwornika analogowo-cyfrowego typu 9812 ADLINK. Urządzenie to umożliwia zwiększenie czułości aparatury i wykrywanie zdarzeń EA różniących się o rząd wielkości. Zarejestrowane w programowej tablicy rejestru zdarzeń EA indeksy początku i jego końca mogą posłużyć do wyznaczenia czasu trwania zdarzenia EA. Energię E zdarzenia EA wyznacza się ze wzoru przybliżone-

go: $E=0,5v_{max}^2 \Delta t$, gdzie v_{max} oznacza wartość maksymalną sygnału EA w trakcie trwania zdarzenia, a Δt - czas trwania zdarzenia EA. Aparatura EA jest również wyposażona w układ analogowy wyznaczający wartość skuteczną sygnału EA. Przekształcenie zbioru wartości chwilowych mierzonego sygnału $v(t)$ na wartość skuteczną V_{RMS} za odcinek czasu T jest realizowane według wzoru:

$$V_{RMS} = \sqrt{\frac{1}{T} \int_0^T v^2(t) dt}$$

Różnice w sygnale emisji akustycznej generowanym przez różne źródła w badanym obiekcie można analizować badając zmiany jego *charakterystyki widmowej*. Ciągły sygnał emisji akustycznej $v(t)$ w wybranym skończonym przedziale czasu można przedstawić jako funkcję jego charakterystyki widmowej $A(\omega)$, gdzie v jest pulsacją częstotliwości f , określoną według wzoru $\omega=2\pi f$. Przy założeniu bezwzględnej całkowalności, funkcja $v(t)$, jest liniowo transformowana na funkcję gęstości widmowej $A(\omega)$ zgodnie z poniższym znanym wzorem na przekształcenie Fouriera:

$$v(t) = \frac{1}{\pi} \int_0^{\infty} A(\omega) \exp(j\omega t) d\omega$$

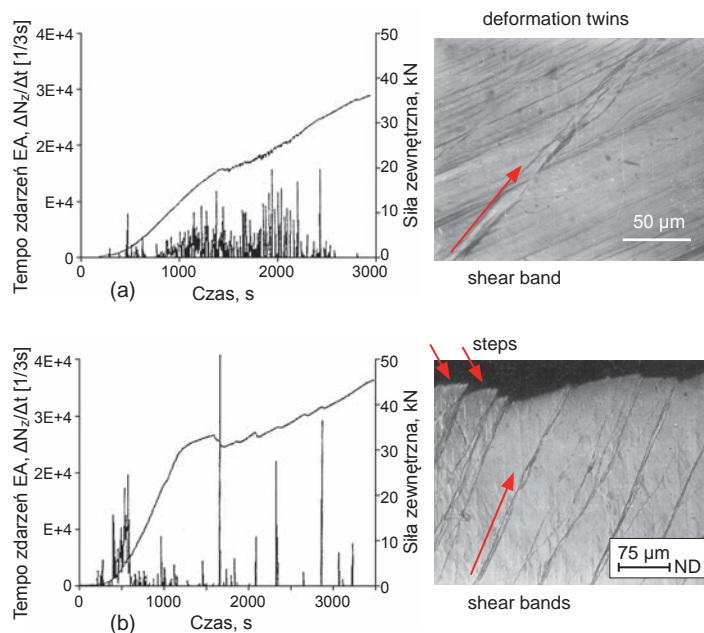
W konsekwencji opracowano procedurę wyznaczania funkcji gęstości widmowej $A(\omega)$ dla kolejnych segmentów dyskretnego zbioru próbek sygnału EA wraz z odpowiednią graficzną prezentacją wyników w postaci map akustycznych, czyli *akustogramów* lub *spektrogramów*. Zastosowano tutaj metodę okienkowego

cyfrowego przekształcenia Fouriera WFT (Windowed Fourier Transform).

Analizator EA wyposażony jest w dodatkowy kanał pomiarowy umożliwiający równoczesny zapis w komputerze siły obciążającej próbkę oraz zapis deskryptorów EA w postaci tempa zdarzeń EA z podaniem ich czasu trwania, amplitudy i wartości skutecznej sygnału EA, związanej z umowną wartością energii zdarzenia, i w efekcie wykreślenie rozkładu populacji zarejestrowanych zdarzeń w funkcji ich energii.

Bliźniakowanie i pasma ścinania

Przeprowadzono eksperymenty w temperaturze pokojowej oraz głównie w temperaturze ciekłego azotu (-196°C lub 77 K) dla wielu monokryształów RSC, m.in. Ag, Cu i Al. Niska energia błędu ułożenia zmniejsza bowiem tendencje dyslokacji do wspinania i poślizgu poprzecznego, co sprzyja bardziej kolektywnemu zachowaniu się dyslokacji (np. w równoległych płaszczyznach poślizgu) i zwiększeniu tendencji do bliźniakowania i lokalizacji odkształcenia w mikropasmach ścinania. Procesy lokalizacji odkształcenia związane z powstawaniem pasm ścinania, tworzeniem bliźniaków czy też zarodkowaniem i wzrostem mikropęknięć, jako takie, są w literaturze dość dobrze udokumentowane. Badania tych procesów z zastosowaniem metody EA, zwłaszcza w odniesieniu do testów nieswobodnego ściskania mają unikalny i nowatorski charak-



Rys. 2. EA, siła i mikrostruktury monokryształów Ag o orientacji $\{112\}\langle 111\rangle$ poddanych próbom nieswobodnego ściskania w temperaturze ciekłego azotu ($T=77\text{ K}$): (a) – odkształcenie całkowite $\approx 33\%$ oraz (b) – odkształcenie całkowite $\approx 63\%$

ter. Powyższa argumentacja dotyczy szczególnie pasm ścinania, jako że nie znaleziono w dostępnej literaturze pracy dotyczącej zachowania się EA w czasie formowania i rozwoju pasma ścinania.

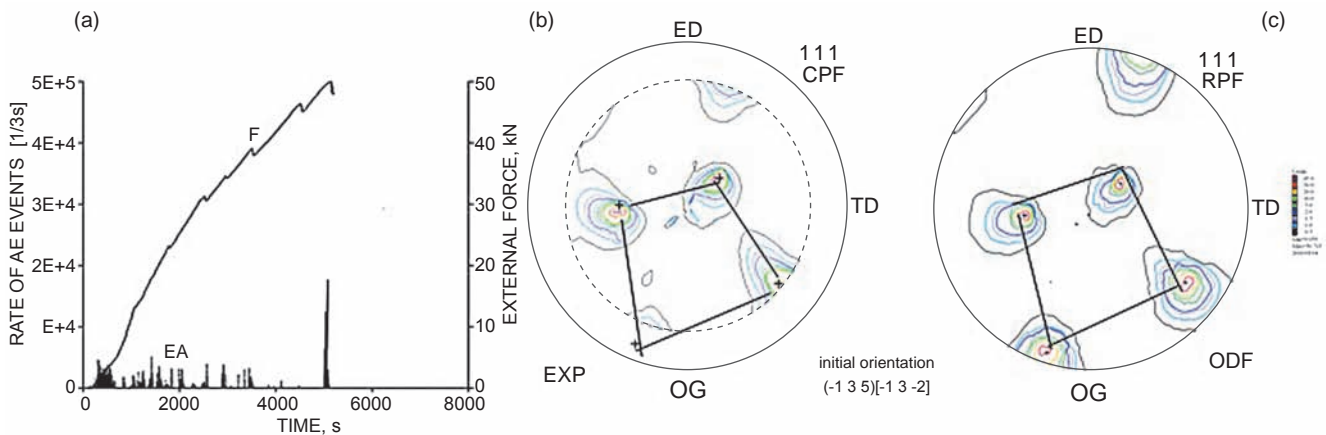
Na rys. 2 przedstawiono reprezentatywny wynik dla monokryształów srebra o orientacji $\{112\}\langle 111\rangle$ i dla dwóch kolejnych etapów ściskania, obejmujących zgnioty średnie i duże, odpowiednio około 33% oraz 63%. Zachowanie się EA i obserwowane korelacje EA z przebiegami obciążenia zewnętrznego są dla wszystkich badanych monokryształów RSC jakościowo bardzo podobne. Oznacza to, że mechanizm deformacji stopniowo przechodzi od zwykłego poślizgu, poprzez silne bliźniakowanie do mechanizmu związanego z tworzeniem się pasm ścinania. Charaktery-

styczną cechą przejścia bliźniakowanie \rightarrow pasma ścinania jest znaczny spadek tempa zdarzeń EA, a pojawiające się przy tym wysokie piki EA są bardzo wyraźnie skorelowane ze skokowymi spadkami siły zewnętrznej, co z kolei związane jest z uskokami powstającymi w wyniku tworzenia się i rozwoju poszczególnych mikropasm ścinania przynależnych do tej samej pierwotnej rodziny.

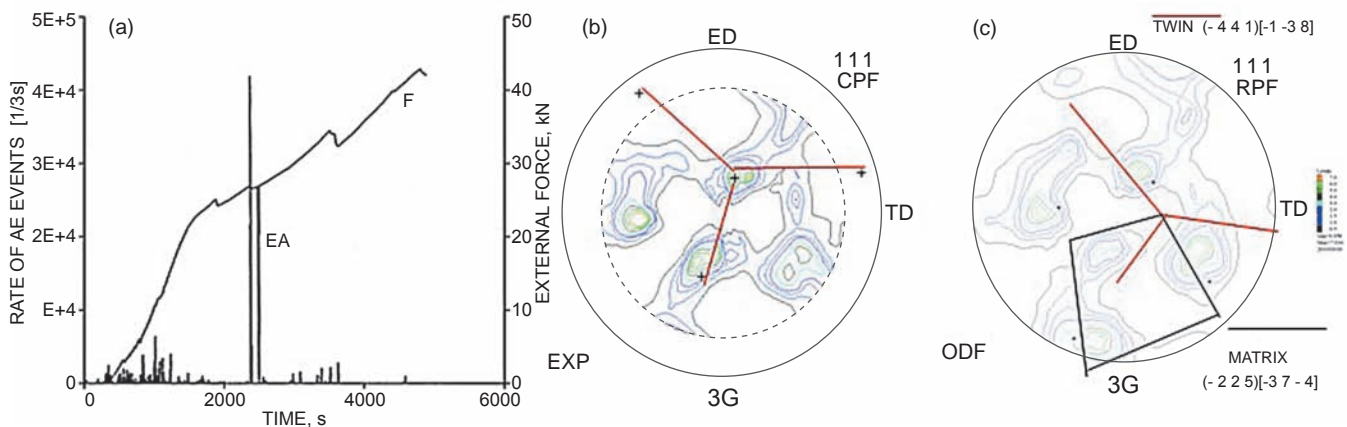
Bliźniakowanie jest najbardziej efektywnym i efektywnym źródłem emisji akustycznej. Tworzeniu się bliźniaków często towarzyszą efekty akustyczne w zakresie słyszalności ucha ludzkiego i objawiają się charakterystycznymi, mniej lub bardziej głośniejszymi stukami przypominającymi stuknięcia. Uważa się, że EA w przypadku bliźniakowania jest wynikiem szybkiego

uwolnienia dużej ilości energii sprężystej w krótkim czasie, co z kolei wiąże się z faktem, iż prędkość dyslokacji bliźniakujących, jest znacznie większa niż prędkość dyslokacji poślizgowych, co znajduje uzasadnienie w pracach Boiko i in. (1973, 1975). Jednakże jest znamienne, iż pomimo możliwości identyfikowania źródeł EA związane ogólnie z poślizgiem dyslokacji, bliźniakowaniem czy też powstawaniem i rozwojem mikropęknięć – szczegółowe mechanizmy, dzięki którym poruszające się dyslokacje generują fale sprężyste, nie są dotychczas w pełni zrozumiałe.

Ważnym wynikiem jest rozstrzygnięcie kontrowersyjnego problemu możliwości bliźniakowania deformacyjnego w aluminium [10, 13]. W dostępnej literaturze trudno jest znaleźć dane rozstrzygające ten problem, zwłaszcza w odniesieniu do deformacji ściskania. Powszechnie uważa się, że przynajmniej w prostym jednoosiowym stanie naprężeń podczas rozciągania bliźniaki w Al nie powstają. Z drugiej strony, istnieje wiele przesłanek – z badań EA, obserwacji mikroskopowych elektronowych, zapisów siły czy nawet bezpośrednio słyszalnego stukania i tąpnięcia, charakterystycznego właśnie dla bliźniaków – wskazujących, że podczas nieswobodnego ściskania, stanowiącego bardziej złożony stan naprężeń w porównaniu z jednoosiowym rozciąganiem, monokryształów Al w temperaturze ciekłego azotu procesy bliźniakowania mogą jednak zachodzić. Poniżej



Rys. 3. Przebiegi EA i siły ściskającej monokryształów Al o początkowej orientacji $\{531\}\langle 231\rangle$ poddanych próbom nieswobodnego odkształcenia w temperaturze ciekłego azotu do całkowitego odkształcenia $z \approx 27\%$ (a), oraz odpowiednie figury biegunowe $\{111\}$: eksperymentalne – EXP (b) i obliczone – ODF (c)



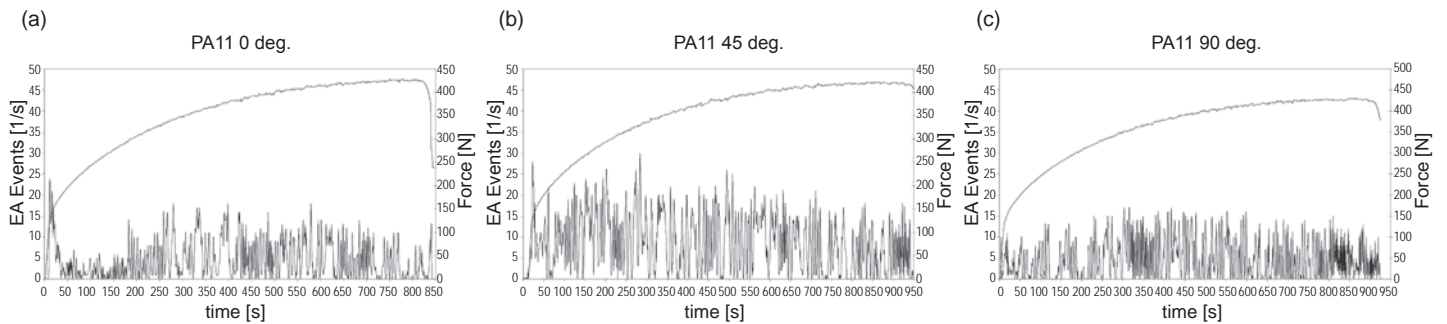
Rys. 4. Przebiegi EA i siły ściskającej monokryształów Al o początkowej orientacji $\{531\}\langle 231\rangle$ poddanych próbom nieswobodnego odkształcenia w temperaturze ciekłego azotu do całkowitego odkształcenia $z \approx 51\%$ (a), oraz odpowiednie figury biegunowe $\{111\}$: eksperymentalne – EXP (b) i obliczone – ODF (c)

przedstawiono ważniejsze przesłanki uzasadniające powyższą tezę. Najbardziej przekonujący dowód wynika z łącznej analizy przebiegów siły ściskającej, zachowania się EA oraz eksperymentalnych figur biegunowych $\{111\}$ i obliczonych funkcji rozkładu orientacji. Powyższe wielkości zestawiono na rys. 3 w odniesieniu do całkowitego odkształcenia $z \approx 27\%$ oraz na rys. 4 dla $z \approx 51\%$. Figury biegunowe eksperymentalne (EXP) i obliczone funkcje rozkładu (ODF)

jednocześnie ilustrują występowanie orientacji bliźniaczej po odkształceniu całkowitym $z \approx 51\%$ oraz stanowią swoisty dowód, że bliźniakowanie deformacyjne zachodzi również w monokryształach aluminium podczas nieswobodnego ściskania w temperaturze ciekłego azotu. Figura biegunowa dla $z \approx 51\%$, pokazuje, że pojawiająca się orientacja bliźniacza $(-441)[-1-38]$ – początkowa orientacja osnowy $(-135)[-13-2]$, na skutek rotacji sieci krystalicznej przechodzi w orientację (-225)

$[-37-4]$ – odpowiada bliźniakowi utworzonemu w aktywnym koplanarnym systemie poślizgu. Porównując przebiegi siły i EA dla monokryształów Al o orientacji $\{531\}\langle 231\rangle$ i dla Ag o orientacji $\{112\}\langle 111\rangle$ można zauważyć, że występuje tutaj duże jakościowe podobieństwo, co pozwala na stwierdzenie, iż w przypadku monokryształów Al, niskotemperaturowe przejście typu bliźniakowanie \rightarrow pasma ścinania zachodzi również dla innych orientacji początkowych.

Warto tutaj także wspomnieć, iż oszacowana przez Autora [8] liczba dyslokacji zaangażowanych w wygenerowanie pojedynczego piku EA na skutek utworzenia pojedynczej płytki bliźniaka lub mikropasma ścinania – jest w zadowalającym stopniu zbieżna z wynikami znakomitych eksperymentów – chociaż nie w odniesieniu do EA – przeprowadzonych jeszcze w 1957 r. przez Blewitta i współpracowników na monokryształach miedzi rozciąganych w temperaturze ciekłego helu.



Rys. 5. Anizotropia efektów EA i PL w próbie rozciągania stopu Al typu PA11. Przebiegi EA i siły zewnętrznej dla próbek wyciętych pod kątami: (a) – $\beta=0^\circ$ oraz (b) – $\beta=45^\circ$ i (c) – $\beta=67,5^\circ$

W krótkim podsumowaniu tej tematyki możemy powiedzieć, że dotychczasowe wyniki badań niskotemperaturowej EA podczas nieswobodnego ściskania monokryształów RSC wraz z obserwacjami mikrostruktury ujawniają występowanie bardzo charakterystycznych korelacji pomiędzy przebiegiem aktywności EA, a mechanizmami odkształcenia plastycznego. Te korelacje dotyczą następujących czterech elementów: wysoki pik tempa zdarzeń EA, skokowy spadek siły zewnętrznej, utworzenie płytki bliźniaka lub początek formowania się mikropasma ścinania oraz powstanie uskoku na powierzchni deformowanego monokryształu. Ponadto udowadniają, że podczas niskotemperaturowego nieswobodnego ściskania w warunkach bardziej złożonego stanu naprężeń niż w przypadku jednoosiowego rozciągania – bliźniakowanie zachodzi także w monokryształach aluminium.

Efekt Portevin – Le Châtelier

O ile samo zjawisko PL jest dość dobrze rozpoznane w literaturze, o tyle badania zachowania się EA i niestabilności plastycz-

nej towarzyszącej efektowi PL są znacznie mniej udokumentowane. Pascual (1974), jako jeden z pierwszych, pokazał, że korelacje pomiędzy zachowaniem się EA a skokowym przebiegiem naprężenia płynięcia, charakterystycznym dla zjawiska PL, ogólnie rzecz biorąc, są wynikiem multiplikacji dyslokacji i procesu odrywania się dyslokacji od atmosfer Cottrella. Z drugiej strony istnieją teorie, które tłumaczą efekt PL tylko w oparciu o multiplikację dyslokacji oraz kooperatywny ruch dyslokacji i koncentrację naprężeń w czasie zarodkowania i propagacji pasma poślizgu – bez uciekania się do dyfuzyjnych teorii oddziaływania dyslokacji z atomami obcymi (m.in. Korbel, 1976).

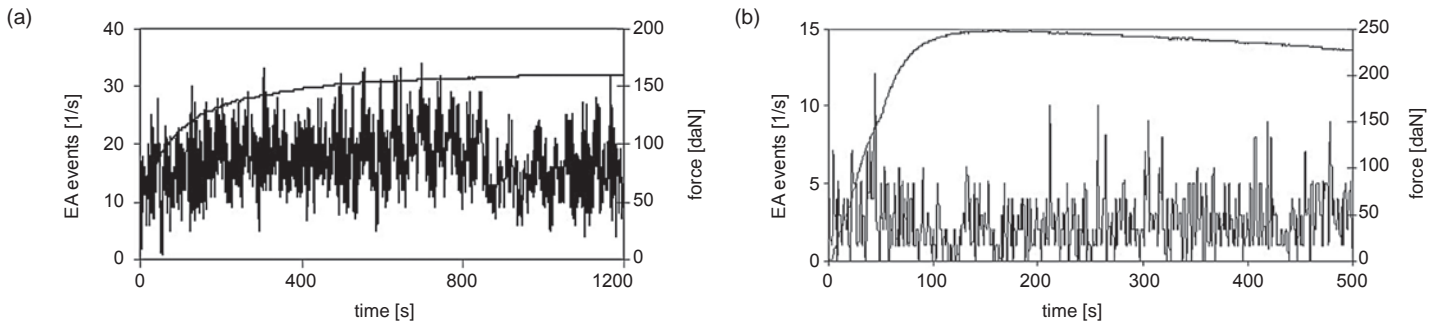
Ważniejszym wynikiem badań własnych związków EA i PL jest pokazanie – w oparciu o wyniki innych autorów i własny model PL – że bezdyfuzyjny model PL nie znajduje wystarczającego potwierdzenia w rzeczywistości. Istotnym elementem własnego modelu PL i EA [1, 8] jest to, że udział we wzrostach EA związanych ze wzrostami naprężenia płynięcia pochodzi nie tyl-

ko od przyspieszenia podczas multiplikacji dyslokacji – potęgowanego dynamicznym efektem przeciążenia źródeł dyslokacji – ale także od wewnętrznej i powierzchniowej anihilacji wielu dyslokacji. Takie stanowisko przekonywująco sugeruje i potwierdza, że wymienione wyżej procesy są dominującymi czynnikami łączącymi oba zjawiska PL i EA.

Równie ważnym wynikiem badań własnych jest stwierdzenie, po raz pierwszy w pracy [2], występowanie anizotropii zjawisk EA i PL w mosiądzach, a następnie w stopach aluminium [11]. Przykładowo na rys. 5 przedstawiono zachowanie się EA oraz przebiegi siły w próbie rozciągania wybranych trzech próbek stopów Al typu PA11 wyciętych pod kątami $\beta=0^\circ$ oraz $\beta=45^\circ$ i $\beta=67,5^\circ$ względem kierunku walcowania. Anizotropia EA w tych stopach związana jest z wartościami ekstremalnymi wielkości sumy zliczeń, Σ_c , które dla tych kątów wynosiły: $\Sigma_{c,max}=8020$ dla $\beta=45^\circ$, $\Sigma_{c,min}=2520$ dla $\beta=67,5^\circ$ oraz $\Sigma_c=3400$ dla $\beta=0^\circ$.

Całkowicie nowatorskim pomysłem [11] było podjęcie

próby zbadania możliwości występowania efektu PL w ultradrobnoziarnistych (nanokrystalicznych) stopach Al uzyskanych po zastosowaniu metody intensywnego odkształcania ARB (Accumulative Roll Banding). Zweryfikowano i potwierdzono przypuszczenie, że ze wzrostem krotności operacji ARB następuje spadek aktywności EA i zanikanie efektu PL. Postawiono hipotezę, iż te efekty mogą się wiązać ze wzrostem udziału poślizgu po granicach ziaren, ograniczającego liczbę dyslokacji ulegających anihilacji, który to poślizg wydaje się mniej wydajnym źródłem akustycznym niż kolektywny poślizg wielu dyslokacji. Przykładowo, na rys. 6 przedstawiono zachowanie się EA w stopach Al typu PA2 poddanych próbie rozciągania przed i po przetworzeniu metodą ARB. Próbę przeprowadzono dla reprezentatywnej próbki otrzymanej po sześciokrotnym zastosowaniu metody ARB. Przebiegi EA i krzywe rozciągania pokazują, że zarówno efekt PL jak i EA w próbkach po przetworzeniu metodą ARB – wykazują tendencje spadkowe.



Rys. 6. Korelacje pomiędzy zachowaniem się EA a przebiegiem siły zewnętrznej podczas efektu PL w próbie rozciągania stopów Al typu PA2 przed (a) i po 6-krotnym (b) zastosowaniu metody ARB

Stopy i kompozyty

Odrębną tematyką rozpoczętą w IMIM PAN na początku pierwszej dekady bieżącego wieku są badania EA w stopach i kompozytach na osnowie Mg-Li oraz Mg-Li-Al zbrojonych włóknami ceramicznymi poddawanych próbom swobodnego i nieswobodnego ściskania w matrycy kanalikowej. Prowadzone one są ramach międzynarodowej współpracy z Instytutem Materiałów i Mechaniki Maszyn Słowackiej Akademii Nauk w Bratysławie [5, 6]. Materiały ultradroboziarniste (nanokrystaliczne) otrzymane po odpowiednim, wielokrotnym przeciskaniu w kanale kątowym ECAP (Equal Channel

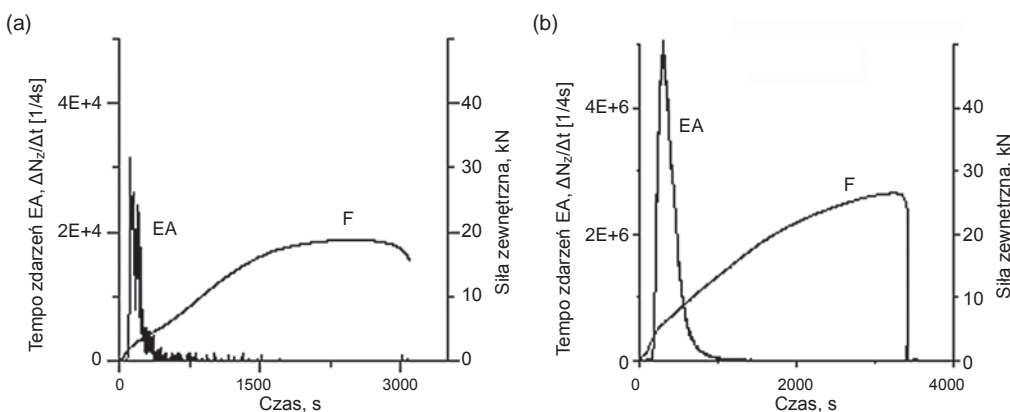
Angular Pressing) lub po zastosowaniu HPT (High Pressure Torsion). wspomnianych powyżej stopów i kompozytów posiadają wyraźnie lepsze własności wytrzymałościowe i wykazują tendencje w kierunku płynięcia nadplastycznego co znacznie poprawia ich plastyczną obrabialność. W drugiej połowie tej dekady powyższą tematykę sukcesywnie rozszerzano na badania EA w tychże stopach i kompozytach przetwarzanych za pomocą metod intensywnego odkształcania: ARB, ECAP oraz HPT [9, 12]. Stopy Mg-Li i Mg-Li-Al oraz kompozyty na osnowie tych stopów są atrakcyjnymi materiałami na lekkie, a zara-

zem wytrzymałe konstrukcje znajdujące zastosowanie w przemyśle motoryzacyjnym (np. korpusy silników samochodowych), lotniczym i kosmicznym (np. lekkie obudowy komputerów). Podstawowe stopy Mg-Li występują w trzech obszarach fazowych. W zakresie koncentracji Li do 4%wt. występuje faza a o sieci heksagonalnej, a w zakresie zawartości Li większej niż 12%wt. – faza b o sieci regularnej. Stopy o zawartości Li od 4%wt. do 12%wt. są dwufazowe i występują jako mieszanina faz a+b. Własności mechaniczne fazy a są gorsze niż fazy b, która jest bardziej plastyczna i cechuje się dobrą skrawalnością i spawal-

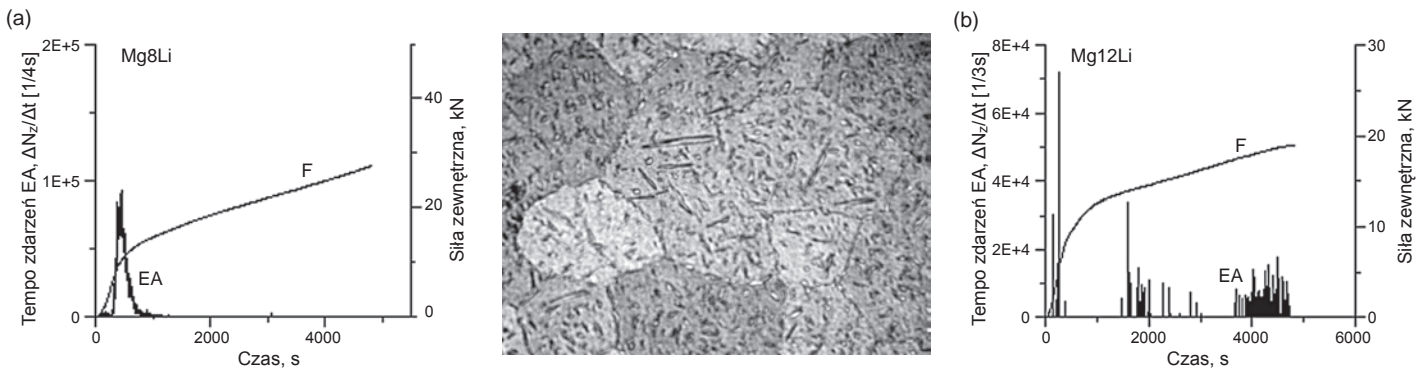
nością. Dodatki stopowe, np. Al (lub Cd, Zn bądź Si) od 3% do 5%, co prawda nieznacznie zwiększają gęstość stopu lub kompozytu, ale prowadzą do wydzielania koherentnych cząstek fazy przejściowej q-MgLi₂Al, co dodatkowo umacnia osnowę i prowadzi do polepszenia własności mechanicznych.

Istotnym wynikiem uzyskanym w badaniach zachowania się EA w stopach Mg-Li poddawanych testom nieswobodnego ściskania jest pokazanie, a zarazem potwierdzenie, że przebiegi EA można całkiem zadowalająco tłumaczyć w oparciu o kolektywne, zsynchronizowane zachowanie się grup wielu dyslokacji związane generalnie z przyspieszeniem i anihilacją dyslokacji. Przykładowo rysunek 7 ilustruje wzrost EA w stopie a-Mg4Li, w porównaniu do EA w czystym Mg, co jest wynikiem aktywowania nowych systemów poślizgu na skutek obecności litu, który modyfikuje komórkę elementarną zmniejszając stosunek c/a.

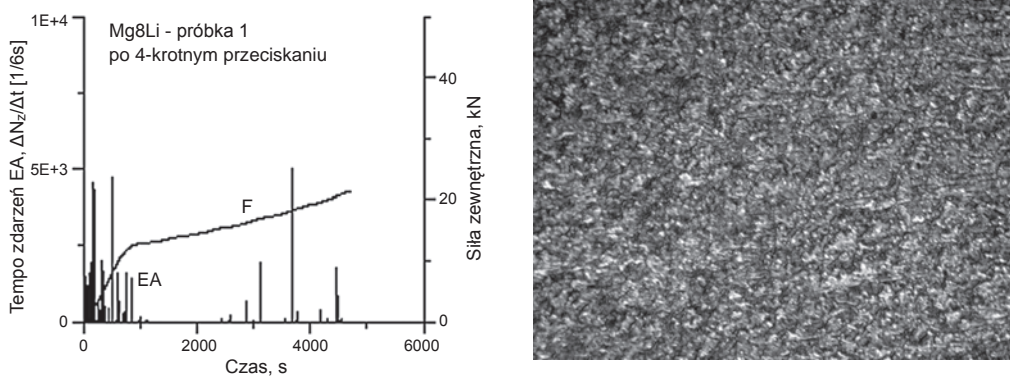
Takie tłumaczenie jest spójne z interpretacją gwałtownego spadku EA stopie b-Mg12Li, pokazanym na rys. 8, kiedy



Rys. 7. EA w polikrystalicznym magnezie (a) oraz w stopie jednofazowym a-Mg4Li (b) podczas nieswobodnego ściskania w temperaturze pokojowej



Rys. 8. Zachowanie się EA i siły zewnętrznej w stopach dwufazowych Mg8Li (a) oraz w stopach jednofazowych β -Mg12Li (b) poddanych nieswobodnemu ścisnaniu w temperaturze pokojowej. W środku mikrostruktura wyjściowa stopu Mg8Li



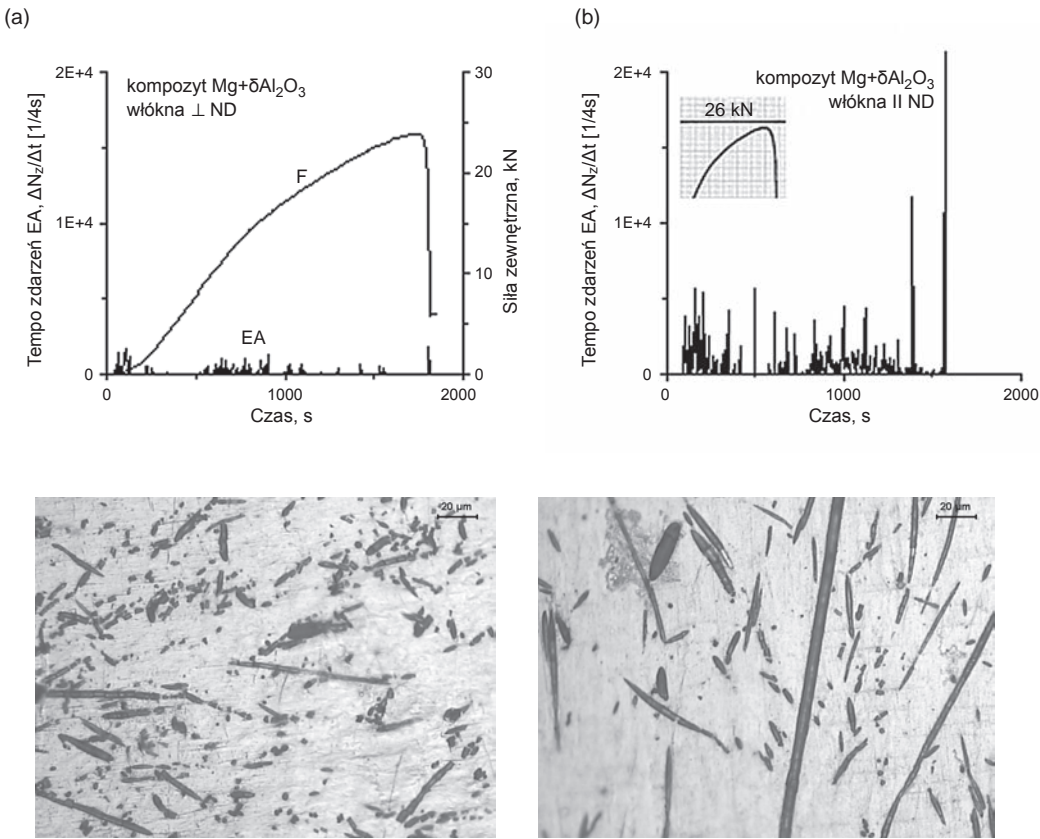
Rys. 9. Zachowanie się EA i siły zewnętrznej F podczas ścisnienia stopu dwufazowego Mg8Li po czterokrotnej operacji ECAP. Obok mikrofotografia ilustrująca rozdrobnienie mikrostruktury

to nadmiar ekstremalnie ruchliwego litu o wyjątkowo dużym współczynniku dyfuzji, wyraźnie utrudnia kolektywne zachowanie się dyslokacji i zsynchronizowaną ich anihilację powierzchniową. Taka tendencja spadkowa EA jest już widoczna na rys. 8a dla stopu dwufazowego Mg8Li gdzie obecność mało wydajnej akustycznie fazy b osłabia aktywność EA wysoko wydajnej akustycznie fazy a. Wieloletnie badania prowadzone w IMIM PAN w zakresie pozyskiwania materiałów ultradrobnoziarnistych (nanokrystalicznych) za pomocą technik intensywnego odkształcania ECAP, HPT a także

ARB, zapoczątkowane przez profesora Jana Kuśnierza znajdują odzwierciedlenie w literaturze o zasięgu światowym, a uzyskiwane rozdrobnienie mikrostruktury jest rzędu od 100 nm do 1000 nm. W tym kontekście tematyka związana z wykorzystaniem metody EA w próbie kanalikowego ścisnienia stopów i kompozytów o strukturze ultradrobnoziarnistej uzyskiwanej dzięki zastosowaniu metod intensywnego odkształcania ma charakter unikatowy i nowatorski. Znaczącym wynikiem jest tutaj stwierdzenie, że w stopach poddanych testom ścisnienia po przetworzeniu metodami intensywnego od-

kształcania, EA wyraźnie spada wraz ze wzrostem rozdrobnienia mikrostruktury. Przykładowo widać to wyraźnie na rys. 9, gdy porówna się odpowiednie przebiegi EA i mikrostruktury optyczne, przedstawione wcześniej na rys. 8. Jednakże zastosowanie metody EA w badaniach własności wytrzymałościowych materiałów kompozytowych zarówno przed jak i po operacjach intensywnego odkształcania jest w znacznie mniejszym stopniu udokumentowane niż w przypadku metali i stopów. Przykładowy wynik na rys. 10 ilustruje, że zachowanie się EA w kompozytach na bazie czystego Mg cechuje się

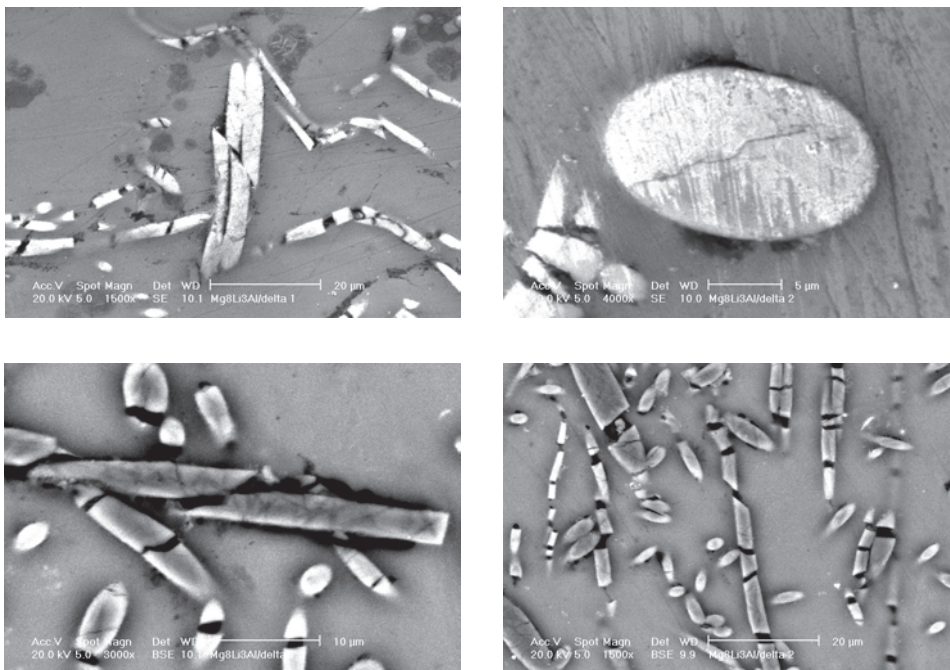
znacznym obniżeniem poziomu intensywności EA w stosunku do zachowania się EA w czystym Mg, przedstawionym wcześniej na rys. 7a. Z drugiej strony, w przeciwieństwie do EA w Mg, sama aktywność EA utrzymuje się niemal przez cały zakres czasu trwania testu ścisnienia, co świadczy o tym, że poszczególne piki EA są generowane na skutek procesów mikropęknięcia włókien. Spadek poziomu EA w kompozytach jest spowodowany obecnością włókien ceramicznych $\delta\text{Al}_2\text{O}_3$, które znacząco ograniczają możliwości kolektywnego zachowania się dyslokacji. Istotnym wynikiem jest tutaj zaobserwowanie efektu anizotropii rozkładu włókien względem kierunku ścisnienia ND, który przejawia się wystąpieniem wyraźnej różnicy w poziomie intensywności EA, co jest spowodowane różnym usytuowaniem płaskiego rozkładu włókien. Wynika to stąd, że włókna równoległe do osi ścisnienia ND przecinają aktywne płaszczyzny poślizgu, podczas gdy statystycznie połowa włókien prostopadłych do ND jest równoległa do tych płaszczyzn.



Rys. 10. EA w kompozytach na bazie czystego magnezu, wzmocnionych włóknami ceramicznymi z przewagą usytuowanych prostopadłe (a) i równoległe (b) do kierunku ściskania ND oraz odpowiednie mikrostruktury po odkształceniu (u dołu)

Z punktu widzenia mechanizmów deformacji tego typu kompozytów, oprócz oczywiście samych procesów dyslokacyjnych, najczęściej rozważa się procesy mikropęknięcia włókien ceramicznych, powstawanie mikropęknięć w samej osnowie metalicznej czy też wzdłuż granic antyfazowych oraz procesy dekohezji polegające na zrywaniu spójności pomiędzy włóknami i osnową metaliczną (debonding). Problemem otwartym pozostaje jednak, który z tych procesów jest dominujący. Kwestie te przykładowo ilustruje rys. 11, ukazujący istotny wynik w postaci różnorodnych możliwości zachodzenia procesów mikropęknięcia w kompozytach zbrojonych włóknami ceramicznymi.

W podsumowaniu Autor pragnie wyrazić nadzieję, że przedstawione tutaj najważniejsze wyniki odzwierciedlają całokształt działalności naukowej IMIM PAN w tej dziedzinie i będą stanowiły przyczynek do zadowalającego rozwiązania problemów monitorowania i identyfikacji – za pomocą metody EA – procesów związanych z mechanizmami odkształcenia plastycznego, a w przypadku materiałów ultradrobnoziarnistych (nanokrystalicznych) – wyjaśnienia procesów związanych z mechanizmami nadplastyczności. Autor pragnie również gorąco podziękować głównie dr. Andrzejowi Piątkowskiemu, prof. Zbigniewowi Ranachowskiemu oraz dr. Stanisławowi Kúdeli i prof. Zdzisławowi Jasińskiemu, dzięki pomocy którym za-



Rys. 11. Mikrostruktury skaningowe kompozytów Mg₈Li₃Al/d po odkształceniu w podwyższonej temperaturze 140°C ilustrujące fragmentację włókien na skutek różnorodnych mechanizmów mikropęknięcia.



wdzięcza uzyskanie wyników doświadczalnych a także wielu cennych informacji wielce przydatnych przy redagowaniu i opracowaniu niniejszej monografii.

Niniejsza monografia została opracowana głównie na podstawie najważniejszych, poniżej wymienionych pozycji literaturowych, w których poruszone tutaj zagadnienia zostały omówione bardziej szczegółowo, a przedstawione wyniki, opublikowane przez autora i współpracowników, przedyskutowane w odniesieniu do obszernie cytowanej bibliografii światowej. Korzystano również z informacji zawartych w trzech Sprawozdaniach merytorycznych z projektów badawczych finansowanych przez KBN i MNiSW – odpowiednio granty Nr 3 T08A 032 28 oraz Nr N N507 598038 i N507 056 31/1289, kierowane przez autora tego opracowania.

Literatura

- [1] A. Pawełek: *Zeitschrift für Metallkunde*, 80 (1989), 614.
- [2] A. Pawełek, A. Piątkowski, Z. Jasieński, A. Litwora, H. Paul: *Molecular & Quantum Acoustics*, 19 (1998), 201.
- [3] A. Pawełek, I. Malecki: *Prace IPPT*, 22 (1993).
- [4] A. Pawełek, A. Piątkowski, Z. Jasieński, S. Pilecki: *Zeitschrift für Metallkunde*, 92 (2001), 376.
- [5] A. Pawełek, Z. Jasieński, S. Kúdela, A. Piątkowski, P. Ranachowski, F. Rejmund: *Proc. Int. Conf. on Advanced Metallic Materials*, Smolenice Castle (Slovakia), 5-7 November, 2003, 225.
- [6] A. Pawełek, Z. Jasieński, A. Piątkowski, S. Kúdela: *Seminarium poświęcone 70. rocznicy urodzin Profesora Zdzisława Jasieńskiego*, IMIM PAN, Kraków, 2005, 119.
- [7] Z. Ranachowski, A. Pawełek, A. Piątkowski: *Archives of Acoustics*, 30 (2005), 29.
- [8] A. Pawełek: *Praca habilitacyjna*. Polska Akademia Nauk, Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej w Krakowie, Wyd. OREKOP s.c., Kraków, 2006, 1-136
- [9] J. Kuśnierz, A. Pawełek, Z. Ranachowski, A. Piątkowski, Z. Jasieński, S. Kúdela Jr.: *Reviews on Advanced Materials Science*, 18 (2008), 583
- [10] Z. Jasieński, A. Pawełek, A. Piątkowski: *Proceeding of 10th French-Polish Colloquium*, Paris, France, 20-21 May, 2008, *Archives of Metallurgy and Materials*, 54 (2009), 29
- [11] A. Pawełek, J. Kuśnierz, Z. Jasieński, Z. Ranachowski, J. Bogucka: *Proceeding of 10th French-Polish Colloquium*, Paris, France, 20-21 May, 2008, *Archives of Metallurgy and Materials*, 54 (2009), 83
- [12] S. Kúdela, A. Pawełek, Z. Ranachowski, A. Piątkowski, S. Kúdela Jr., P. Ranachowski: *Kovové Materiály – Metallic Materials*, 49 (2011), 271
- [13] A. Pawełek: *Mechanical behavior and plastic instabilities of compressed Al metals and alloys investigated with application of intensive strain and acoustic emission methods*, in the book: *Recent Trends in Processing and Degradation of Aluminium Alloys*, Chapter 11, Published by InTech, Ed. Zaki Ahmad, 2011, 263



Pomiary w laboratorium

Rozwiązania METTLER TOLEDO do laboratorium obejmują automatyczne pomiary analityczne, wydajne opracowywanie procesów chemicznych oraz automatyzację pomiarów laboratoryjnych i procesów produkcyjnych. Dodatkowe usługi gwarantują zgodność z oficjalnymi normami oraz spójne i dokładne dane pomiarowe.

Produkty i rozwiązania

Automatyzacja badań chemicznych
Wagi, ważenie laboratoryjne
Instrumenty analityczne
Pipety i końcówki
Kontrola procesów przemysłowych



www.mt.com

METTLER TOLEDO