

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ
ІНСТИТУТ МЕТАЛОФІЗИКИ
ім. В.Г.Курдюмова

На правах рукопису

ЗАПОРОЖЕЦЬ Олег Іванович

УДК 669.26:534.22/.28:53.09

ВПЛИВ ЗОВНІШНІХ ДІЯ НА АНОМАЛІЇ ШВИДКОСТІ ТА ЗАГАСАННЯ
УЛЬТРАЗВУКУ У ХРОМІ ТА ЙОГО СПЛАВАХ В ОБЛАСТІ
ТЕМПЕРАТУРИ НЕЕЛЯ

Спеціальність 01.04.07 - фізика твердого тіла

Автореферат
дисертації на здобуття вченого ступеня кандидата
фізико-математичних наук

Київ - 1997



00752473 (S)

Дисертація в рукопис

Робота виконана в Інституті

ім. В.Г.Курдюмова

Науковий керівник:

доктор фізико-математичних наук,

професор Тихонов Л.В.

Офіційні опоненти:

доктор фізико-математичних наук,

член-кореспондент НАН України,

професор Фірстов С.О. (Інститут

проблем матеріалознавства НАН Ук-

раїни)

кандидат фізико-математичних наук

Дніпренко В.Н. (Інститут метало-

фізики НАН України)

Провідна організація:

Київський університет, ім. Тараса

Шевченко

Захист відбудеться "21" травня 1997 р. о 14 годині на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 01.75.02 при Інституті металофізики НАН України за адресою: 252680, Київ-142, пр. акад. Вернадського, 36, ІМФ НАН України, вченому секретареві спецради 01.04.07

З дисертацією можна ознайомитися у бібліотеці інституту.

Відгуки на автореферат у двох примірниках, завірених печатков установи, прохання надсилати за вказаною адресою.

Автореферат розіслано "21" квітня 1997 р.

Вчений секретар спеціалізованої вченої ради Д 01.75.02

кандидат фізико-математичних наук

Мадатова Е.Г. МАДАТОВА Е.Г.

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність теми. Завдяки деяким відомим позитивним експлуатаційним якостям хром знаходить все більш широке застосування в техніці. В зв'язку із цим, а також через великий науковий інтерес до природи антиферомагнетизму та магнітним фазовим перетворенням, цей метал інтенсивно досліджується як теоретично, так і експериментально. Суттєве місце при цьому займає вивчення комплексних пружних властивостей (ПВ) хрому та його сплавів в області фазового переходу через точку Нееля (T_N), які ефективно досліджуються експериментально по швидкостям розповсюдження (V) та загасання (α) ультразвукових (УЗ) коливань у металі. В даний час вихідний необроблений моно- і полікристалічний хром вивчений різними методами, включаючи акустичні, достатньо докладно, хоча і тут є декілька розходжень і нез'ясованих питань. Що ж стосується впливу на ПВ хрому та параметри розповсюдження УЗ коливань у ньому таких зовнішніх дій, як термоциклічна та ультразвукова обробки (ТЦО та УЗО відповідно), деформація (за виключенням гідростатичного тиску) і ряд інших, при яких виникають значні структурні зміни в металах, спроможні в свою чергу змінювати багато їх властивостей, то до часу публікації перших робіт автора дисертації по впливу ТЦО на УЗ аномалії в Cr (1979, 1980 р.р.) дослідження в цьому напрямку майже не проводились. В той же час в багатьох випадках виробі із хрому працюють в умовах частих теплозмін, піддаються дії механічних, статичних і знакозмінних напружень, і вивчення фізичних властивостей металу в умовах, близьких до експлуатаційних, є актуальним завданням. Важлива при цьому і роль фазових переходів Cr, зокрема, переходу через T_N , в околицях якого його

АН Укр АС
1980

магнітна структура має підвищену чутливість до впливу магнітного поля. Крім того в деяких теоретичних роботах, надрукованих в останні роки, прогноуються аномальні зміни дислокаційної структури кристалів та їх межі пропорційності при фазових перетвореннях 1-го роду, що потребує експериментальної перевірки. Самостійний інтерес викликає вивчення ПВ багатокomпонентних малолегованих хромових сплавів в околиці T_N та в парафазі, відомості про які необхідні як для аналізу різних теоретичних уявлень про магнітний внесок в ці властивості хрому в критичній області температур, так і для розробки нових матеріалів із заданими пружними властивостями.

Мета роботи. Метою роботи було дослідження впливу нестационарного теплового та механічних зовнішніх дій на аномалії швидкості і загасання об'ємних УЗ коливань у хромі і деяких його сплавах в області температури Нееля, а також вивчення залежності від температури (Т) швидкості УЗ та модуля пружності (Е) багатокomпонентних малолегованих сплавів на його основі в околиці T_N та в парафазі з легуваними домішками, знижуваними та протилежно змінюваними останню і співвідношення електрон/атом (e/a) хрому.

Для цього були поставлені та вирішені наступні задачі:

1. Розробити методикy і створити установку для автоматичної реєстрації функціональних (температура, деформація, електрополе) залежностей V і α в твердих тілах при значних змінах вимірюваних параметрів, спотворенні форми УЗ сигналу із зразка та мінімальних розмірах останнього в напрямку розповсюдження УЗ хвилі ~ 1 мм.

2. Дослідити вплив попередньої ТЦО у різних режимах на УЗ аномалії в моно- і полікристалічному хромі і деяких його

сплавах в області T_N . При цьому визначити роль $P + AF_1$ - переходу при ТЦО Сг, встановити природу виявлених ефектів та співставити результати дії ТЦО на чистий та легований хром в околиці T_N .

3. Вивчити зміни з температурою та деформацією швидкості і загасання УЗ в полікристалічному хромі поблизу T_N в процесі одновісного зтиснення (ОЗ), включаючи непружну область. Співставити результати з теорією та відомими експериментальними даними.

4. Дослідити вплив інтенсивних УЗ коливань та комбінованої ТЦО і УЗО на УЗ аномалії у хромі та його мікроструктуру. Визначити роль $P + AF_1$ - перетворення у формуванні дефектної структури та макронапружень у Сг, підданих вказаним обробкам. Співставити результати з теорією.

5. Дослідити температурні залежності швидкості УЗ та модуля пружності багатоконпонентних малолегованих сплавів на основі Сг в околиці T_N і в парафазі з легуючими домішками, знижуючими та протилежно змінючими останню і співвідношення e/a . Запропонувати спосіб стабілізації V чи E для хромових сплавів у заданому інтервалі температур.

Наукова новизна. За допомогою розробленої автором автоматичної УЗ установки в з'ясуванні із іншими фізичними методами досліджено вплив попередніх ТЦО, УЗО, їх комбінацій та ОЗ в процесі деформування на УЗ аномалії у Сг та деяких його сплавах в області температури Нееля, а також поведінки із T подовжньої швидкості УЗ та модуля пружності багатоконпонентних малолегованих сплавів на основі Сг в околиці T_N і в парафазі з легуючими домішками, знижуючими та протилежно змінючими останню і співвідношення e/a . Отримані нові дані про

вплив вказаних факторів на параметри розповсюдження УЗ коливань, ПВ, мікроструктуру та напружене становище металу поблизу T_N . Виявлено та пояснено ряд ефектів (ΔT_N - ефект ТЦО, багатопіковість максимуму загасання УЗ в термообробленому Сг, важлива роль $P + \Delta P_1$ - переходу при використаних зовнішніх діях, аномально слабе змінення $V(T)$ в парафазі оптимально легovanого сплаву Сг - V - Та - La).

Наукова та практична цінність. Отримані в роботі результати і зроблені на їх основі висновки дозволяють розвинути уявлення про основні особливості в зміні акустичних та пружних властивостей хрому на мегагерцевих частотах в області температури Нееля, його мікроструктури та напруженого стану при впливі на метал нестационарних температурних полів, статичних і знакозмінних одновісних деформацій, а також про поведінку швидкостей УЗ і пружного модулю деяких багатокомпонентних малолегованих сплавів на основі хрому в околиці та вище T_N . Результати якісно узгоджуються із теорією Барака-Уокера та Міцєка, які зпрогнозували лінійну залежність T_N від деформації при ОЗ в пружній області та Корженєвського, що обґрунтував аномальне змінення дислокаційної структури та зниження межі пропорційності кристалів при фазових переходах 1-го роду.

Важлива роль $P + \Delta P_1$ - переходу при ТЦО, УЗО і ОЗ може бути врахована при розробці методів термомеханічної обробки хрому та його малолегованих сплавів, а також виборі експлуатаційних режимів виробів із них.

Деякі технічні рішення, використані в УЗ установці, захищені в.с. NN 281048, 526818, 613236. На її базі створені діючі макети УЗ приладів для неруйнівного контролю якості

надтвердих матеріалів типу "гексанит-Р", впроваджених на Єреванському та Полтавському алмазних заводах. В цих же макетах використані УЗ лінії затримки, виготовлені із оптимально легovanого сплаву $\text{Cr} - \text{V} - \text{Ta} - \text{La}$ із малим температурним коефіцієнтом швидкості УЗ в парафазі при кімнатних температурах. На базі установки також розроблений та впроваджений на Світловодському комбінаті твердих сплавів і тугоплавких металів УЗ густиномір.

За допомогою УЗ способу контролю макронапружень (а.с. N 1126866) вперше вивчено просторове розподілення ОМН в хромі після ТЦО та досліджена стійкість до термоцикування сплаву ВХ2К.

УЗ спосіб контролю неоднорідностей (а.с. N 1037200) застосований для неруйнівного контролю зливок із сплавів на основі Cr при їх розбравковці.

Наукові положення, що винесено на захист.

1. Позитивний зсув УЗ аномалій та T_N хрому, підданого термоциклічній обробці, (ΔT_N - ефект ТЦО) обумовлений виникненням в основній, зростаючій із збільшенням числа термоциклів, частині об'єму зразка розтягуючих остатніх макронапружень (ОМН). В поверхових шарах хрому після ТЦО виникають ОМН зтиснення.

2. $P + \text{AF}_1$ - перехід хрому суттєво підсилює вплив ТЦО, УЗО, ОЗ та їх комбінацій на УЗ аномалії, мікроструктуру і остатній напружений стан металу. Роль $P + \text{AF}_1$ - переходу послаблюється після перших стадій обробок та при легуванні хрому, коли УЗ аномалії у металі помітно подавлені.

3. По сімейству залежностей $V(T)$ в виробах із хрому та його сплавів можна здійснювати неруйнівний контроль просто-

рового розподілення: а) макронапружень по зсуву мінімуму $V(T)$ на різних ділянках виробу відносно його температурного положення в ненапруженому зразку того ж складу в околиці T_N ; б) фізико-хімічних неоднорідностей з відомими аномальними пружними властивостями по величині додаткового мінімуму $V(T)$ (а також $\alpha(T)$) на різних ділянках ненапруженого виробу при відповідній цій неоднорідності температурі фазового перетворення.

Особистий внесок автора.

Дисертаційна робота є узагальненням результатів досліджень, виконаних автором особисто чи сумісно з колегами. Автором безпосередньо розроблена і створена установка для автоматичних вимірів параметрів розповсюдження УЗ в кристалах та виконані з її допомогою усі ультразвукові дослідження, що відображені у дисертації. Автору також належить постановка основних задач роботи, обробка і інтерпретація експериментальних даних, оформлення публікацій та авторських свідотств. Внесок співавторів в останні відображений у відповідних посвідченнях про творчу участь. Отримання об'єктів досліджень, проведення рентгенівських та електронно-мікроскопічних досліджень, а також УЗО полікристалів хрому виконано сумісно з співавторами чи на прохання автора дисертації в межах взаємної допомоги. У цих випадках колегам не належать ідеї, відображені у роботі. Впровадження розробок здійснено автором при сприянні заінтересованих підприємств.

Апробація роботи. Основні результати та положення доповідались і обговорювались на: VII Всесоюзній нараді по квантовій акустиці твердого тіла (Харків, 1972 р.), Республіканській нараді по методам та приладам для аналізу складу речо-

вини (Київ, 1972 р.), VII Всесоюзній конференції по релаксаційним явищам в твердих тілах (Вороніж, 1980 р.), Всесоюзній конференції "Основные направления развития ультразвуковой техники и технологии на период 1980-1990 г.г." (Суздаль, 1982 р.), Всесоюзна науково-технічна нарада по дослідженню, розробці і застосуванню сплавів хрому в промисловості (Київ, 1984 р.), Всесоюзному семінарі "Повышение качества, надежности и долговечности изделий из конструкционных, жаропрочных, порошковых и инструментальных сталей и сплавов" (Ленінград, 1984 р.), Республіканському семінарі "Влияние термоциклической обработки на структурный стан та механічні властивості металів і сплавів" (Київ, 1987 р.), Всесоюзній нараді по проблемі "Фізика радіаційних пошкоджень твердого тіла" (Харків, 1989 р.), IV нараді (КНД) "Высокочистые вещества и металлические материалы на их основе" (Суздаль, 1993 р.), III Черкаському семінарі країн співдружності "Актуальні питання дифузії, фазових та структурних перетворень у сплавах" (Черкаси, 1995 р.), 26-th Symposium of the USA Ultrasonic Industrial Association (Columbus, USA, October 17-20, 1995).

Публікації. За матеріалами дисертації надруковано 18 робіт. Перелік публікацій наведено в кінці автореферату.

Структура та обсяг дисертації. Дисертація складається із вступу, п'яти розділів і висновків. Вона викладена на 185 сторінках машинописного тексту, включаючи 45 рисунків, 7 таблиць, список літератури із 263 найменувань та приложення на 4 сторінках.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У вступі обґрунтовано актуальність теми, сформульовані цілі, задачі роботи, її наукова новизна та практичне цін-

ність, основні положення, що виносяться на захист.

В першому розділі проаналізовано основні фізичні і в першу чергу пружні та акустичні властивості хрому поодаль і в околиці магнітних фазових перетворень та впливу на них зовнішніх дій. При цьому розглянуті експериментальні та теоретичні роботи, присвячені дослідженням пружних модулів і параметри розповсюдження УЗ коливань у хромі та його сплавах в околиці та вище T_N , механізми розповсюдження цих коливань у магнетиках при фазових переходах, вплив на фізичні властивості хрому деформації, термообробки і легування. Підвищена увага приділена магнітному внеску у фізичні властивості металу, зв'язаному з виникненням у кристалі в околиці T_N поперечно поляризованих хвиль спінової густини (ХСГ), проявленню у Сг флуктуацій ХСГ та суперантиферомагнітних кластерів. Ретельний аналіз розглянутих робіт дозволив зробити висновок про практичну відсутність до часу перших публікацій автора дисертації по цьому питанню (1979, 1980 р.р.) експериментальних даних про вплив ТЦО та УЗО на ПВ та УЗ аномалії у Сг в області температури Нееля. Є і у даний час декілька нез'ясованих питань, що стосуються впливу на УЗ аномалії і T_N хрому односпрямованих деформацій, хоча теоретично це питання вивчено достатньо докладно, а також поведінки швидкостей УЗ і пружних модулів в багатокомпонентних малолегованих хромових сплавах. На основі аналізу літературних даних були сформульовані основні задачі досліджень.

У другому розділі описані методика, об'єкти досліджень та режими обробки зразків.

В якості основного у роботі використано імпульсний УЗ метод, на базі якого створена установка для вимірів

швидкості і загасання УЗ у твердих тілах. Вимірювання V в установці здійснювалось по часовому положенню заданого періоду заповнення еталонного радіоімпульсу із зразка, а загасання - по амплітуді цього імпульсу чи серії ехо-імпульсів, що пройшли логарифмічний тракт. Особливістю установки при автоматичному записі змін V було, зокрема, те, що формування строб-імпульсу для виділення заданого періоду еталонного радіоімпульсу здійснювалось на базі опорного радіоімпульсу в автоматично керованій УЗ лінії затримки при одночасному запуску цим же опорним імпульсом заторможеного генератором пилоподібного напруження. Зрив останнього здійснювався тим же зформованим періодом еталонного радіоімпульсу, часове положення якого відносно опорного визначало амплітуду "пили". Величина останньої була пропорційна ΔV . При вимірах абсолютних значень V у останньому варіанті розробки застосовано одночасне вимірювання часу розповсюдження УЗ коливань у зразку t та довжини акустичного шляху h із подальшим поділенням кодів цих величин і видачею значення $V = h/t$ на цифровому табло та у вигляді аналогового сигналу. Час одного вимірювання $V \sim 1-3$ сек. Функціональні залежності V і α реєструвались двома двухкоординатними самописцями. В останньому варіанті розробки сигнали з УЗ установки в процесі вимірів оброблялись за допомогою персонального комп'ютера. Більшість вимірів виконувалось на частоті 10^7 МГц. Інструментальна похибка вимірів: ΔV на типовій базі $t = 3$ мкс $\sim 10^{-4}$ відн. од.; $\Delta \alpha \sim 0,05$ дБ/см; абсолютних значень $V \sim 10^{-3}$ відн. од.; $\alpha \sim 5 \cdot 10^{-2}$ відн. од. Установка була споряджена застосуваннями для термостатування, УЗ вимірів у процесі деформування та застосування інших контрольованих зовнішніх дій.

Об'єктами досліджень були моно- та полікристалічний Cr 99,90 - 99,99 % чистоти, полікристали багатокomпонентних малолегованих хромових сплавів із домішками V, Ta, Hf, Fe, Mn, Re, Ru, Os, La та фероелектрик - напівпровідник SbS₂.

В кінці 2-го розділу описані методика та режими ТЦО, УЗО, ОЗ та попередніх віддалень зразків.

Крім УЗ методу у роботі використовувались у якості допоміжних рентгенівський, електронно-мікроскопічний, оптичний, діелектричний та ділатометричний методи досліджень.

Третій розділ присвячено експериментальному дослідженню впливу попередньої ТЦО на УЗ аномалії у Cr та деяких його сплавах в області температури Нееля. Основними режимами ТЦО були $20 \rightleftharpoons 900^{\circ}\text{C}$ (режим 1) та $80 \rightleftharpoons 960^{\circ}\text{C}$ (режим 2). У першому випадку T_N Cr, рівна $\sim 37^{\circ}\text{C}$, опинялася в інтервалі ТЦО, а у другому знаходилася за його межами. В результаті досліджень були виявлені зсув УЗ аномалій та T_N термообробленого хрому (ΔT_N - ефект ТЦО) у бік підвищених температур і важлива роль $P + \Delta F_1$ - переходу при термоциклуванні, що полягає в значному підсиленні ΔT_N - ефекту в разі попадання неелівського переходу в інтервал ТЦО. На рис.1 наведені вимірні одночасно типові температурні залежності відносної зміни швидкості $\Delta V/V_0$ (криві а) та змінення загасання $\Delta \alpha$ (криві б) продовжних УЗ коливань в монокристалічному хромі у напрямку [110] після різного числа циклів N ТЦО в режимі 2 (криві 2) та в режимі 1 (криві 3+5). При $T = 50^{\circ}\text{C}$ $V_0 = (6,72 \pm 0,06) \cdot 10^5$ см/с і $\alpha_0 = (1,3 \pm 0,65)$ дБ/см для всіх N. В необробленому зразку (криві 1) при $T = 37,7^{\circ}\text{C}$ реєструються гострі УЗ аномалії, зв'язані з переходом кристалу із пара- в антиферомагнітну фазу. Вони спостерігались у Cr багатьма авторами і мали різ-

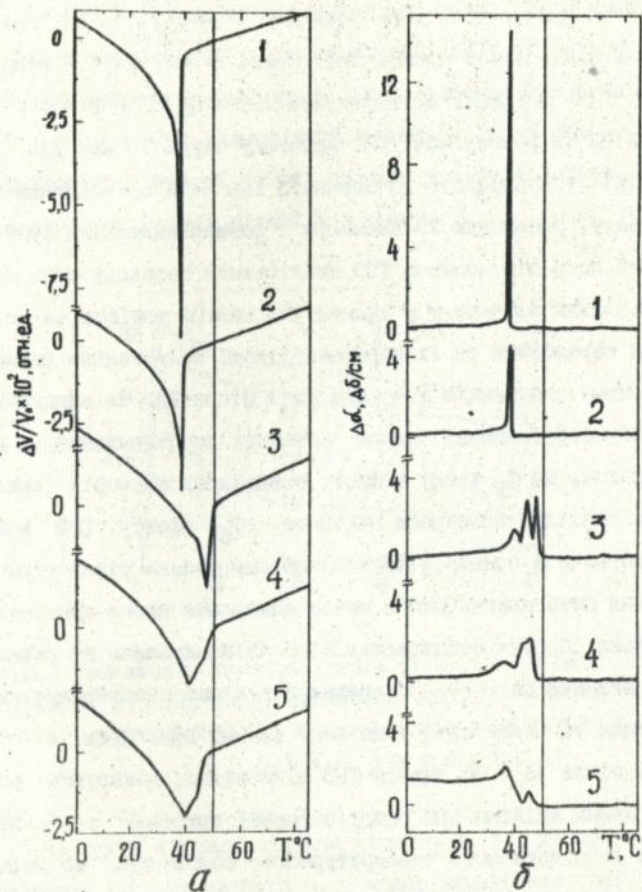


Рис.1 Температурні залежності $\Delta V/V_0$ (а) и $\Delta\alpha$ (б) в монокристалічному Sr після ТЦО: 1 - N = 0; 2 - 50 (960 \leftrightarrow 80 $^{\circ}\text{C}$); 3 - 2; 4 - 15; 5 - 50 (900 \leftrightarrow 20 $^{\circ}\text{C}$)

не тлумачення. Деякі аспекти цього питання розглянуті в розділі 5 та літературному огляді.

Вплив ТЦО на УЗ аномалії в монокристалічному хромі в режимі 2 спостерігався, починаючи з $N \approx 20 + 40$, а в полікристалах з $N = 10+15$ циклів ТЦО. Криві 2 на рис.1, відповідні $N = 50$ в режимі 2, показують слабкий ($\sim 1^{\circ}\text{C}$) зсув УЗ аномалій та їх розширення. ТЦО кристалу через T_N вже для $N = 2$ (криві 3) призводить до значного (на $9+12^{\circ}\text{C}$) позитивного ΔT_N - ефекту, зменшенню УЗ аномалій і розщепленню піка $\Delta\alpha(T)$. Виявлений зсув під впливом ТЦО нееліптичного переходу може бути обумовлений влученням у ґратку Cr атомів домішок із зовнішнього середовища та їх перерозподілом, збільшенням середньої густини дислокацій у зразку (n_d) після ТЦО та виникненням у термообробленому зразку остатніх макронапружень. На основі впливу на T_N хрому кожного з вказаних факторів показано, що найбільш ймовірною причиною ΔT_N - ефекту ТЦО може бути утворення в основній частині об'єму зразка після термоцикування позитивних ОМН. З метою доведення цього припущення подальша обробка монокристалів Cr здійснювалась в режимі 1 до виникнення на поверхні зразка візуально спостережуваних макротріщин та релаксації у зв'язку із цим ОМН. Криві 4 і 5, виміряні після 15 і 50 циклів ТЦО відповідно, показують поряд із іншими змінами при розтріскуванні кристалу зсув УЗ аномалій до початкового температурного положення, що підтверджує вірність вказаного припущення. Неповне відновлення УЗ аномалій зв'язано з присутністю ОМН на ділянках, обмежених площинами сколу кристалу, і незворотними змінами його дефектної структури. Як показала вимірка леуегрем, площини сколу близькі до площин (001) , (111) і (113) . Руйнування по-

лікристалів Сг після 50 циклів ТЦО через T_N при близьких розмірах зразків не спостерігалось.

На Рис.2 зображені побудовані по даним рис.1 залежності від N характерних точок на кривих $\Delta V/V_0(T)$ у Сг. Хід $\Delta T(N)$ для максимуму затисання УЗ відносно T_N початкового зразка в основному аналогічний кривим 1,4 на рис.2. Розмір заштрихованої області по осі ординат визначає інтервал $P \rightarrow \Delta P_1$ - переходу Сг для різних N в режимі 1.

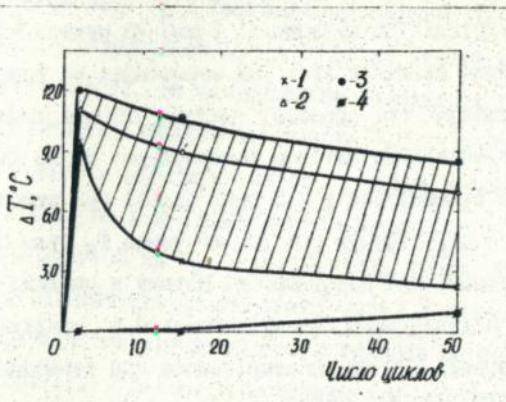


Рис.2 Залежності температурного зсуву ΔT мінімуму (1,4), середини стрибка (2) і високотемпературного злому (3) на кривих $\Delta V/V_0(T)$ в монокристалах Сг від N :

1+3 - режим I; 4 - режим 2.

Нахтуючи відомим слабким впливом на T_N хрому зсувових компонент тензору напруги σ_{1k} , можна вирахувати суму головних ОМН $\sigma_{11} = \sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}$ в метали по формулі

$$\sigma_{11} = 3 \cdot \Delta T_1 \cdot (dT_N/dp)^{-1} \quad (1)$$

, де барічний коефіцієнт $dT_N/dp = 6,018 \cdot 10^{-2}$ град·МПа⁻¹ отримано Воронковим по зсуву мінімуму швидкості УЗ в Сг під впливом гідростатичного зтиснення p . В таблиці наведено ре-

зультати розрахунку ОМН по ΔT_1 у середній частині моно- (σ_{M11}) і полікристалів ($\sigma_{П11}$) Сг для різних N у режимах ТЦО 1 і 2.

Таблиця
Значення ОМН в моно- і полікристалічному Сг після ТЦО

N	режим 960 \leftrightarrow 80°C				режим 900 \leftrightarrow 20°C			
	0	2	15	50	0	2	15	50
$\sigma_{M11}, \text{МПа}$	0	0	0	54,8	0	473,6	174,5	109,7
$\sigma_{П11}, \text{МПа}$	0	0	50-100	75-125	0	234,3	249,3	294,1

Вимірювання $\Delta V/V_0(T)$ при прозвучуванні різних ділянок зразків хрому після ТЦО вузьким (~ 1 мм) УЗ пучком показали, що наведені вище величини ΔT і ОМН характерні з урахуванням розмірного фактору для основної частини об'єму досліджених зразків. Рентгенівським методом встановлено, що на їх поверхні після ТЦО створюються у 2-3 рази більші ОМН зтиснення.

Посилення ΔT_N - ефекту при ТЦО Сг через T_N було пояснено підвищенням динамічної пластичності металу в околиці $P \rightarrow AF_1$ -переходу, що підтверджено експериментально в розділі 4. Посилення ΔT_N -ефекту ТЦО не спостерігалось при термоциклюванні досліджених сплавів хрому з більш високою пластичністю і малими у зрівнянні з чистим металом УЗ аномаліями в околиці T_N .

В останній частині третього розділу наведені результати досліджень "осциляцій загасання" УЗ в одновісному фероелектрику-напівпровіднику $SbSj$ в околиці точки Кері з одночасним виміром діелектричної проникливості ϵ_{33} та спостереженням оптичним методом міжфазних границь, на основі яких пояснено багатопіковість $\Delta \alpha(T)$ у Сг поблизу T_N після ТЦО.

На базі даних третього розділу було сформульовано перше і частково друге положення, що винесено на захист.

В четвертому розділі було досліджено вплив ОЗ, інтенсивних УЗ коливань і комбінованої УЗО й ТЦО на УЗ аномалії в полікристалічному Сг в околиці T_N та його мікроструктуру.

Перший підрозділ присвячено вивченню змін швидкості і загасання УЗ у хромі в процесі одновісного зтиснення. УЗ виміри і ОЗ здійснювались у взаємно перпендикулярних напрямках. При цьому виміряні температурні залежності V та α при фіксованій діючій деформації ϵ_d , а також $\Delta V/V_0(\epsilon_d)$ та $\alpha(\epsilon_d)$ при $T = \text{const}$ в околиці T_N . Виявлені негативний ΔT_N -ефект при ОЗ як у процесі деформації, так і після зняття навантаження у непружній області, та екстремальна залежність від ϵ_d швидкості УЗ в Сг. Квазілінійна залежність T_N від діючої пружної деформації якісно узгоджується із теоріями Барака-Уокера та Міцєка і кількісно відрізняється від даних Фосета із співавторами по впливу ОЗ на T_N монокристалів хрому. Спостережено також ефект підвищення пластичності хрому в околиці $P \rightarrow AF_1$ -переходу на відміну від досліджених сплавів на його основі.

В підрозділі 4.2 наведені результати експериментальної перевірки припущення про зниження динамічної межі текучості хрому в околиці T_N і теорії Корженевського, що прогнозує рівку температурну залежність структури дислокаційних ансамблів кристалів поблизу фазових переходів 1-го роду, яка мусить, зокрема, призводити до аномальних змін їх межі текучості σ_m в критичній області температур. При цьому вивчались аномалії швидкості УЗ в полікристалах Сг в околиці $P \rightarrow AF_1$ -переходу і паралельно мікроструктура тих же зразків після їх УЗО на частоті 20 КГц. Амплітуда деформації відповідає амплітуді знакозмінних напружень $\sigma \sim \sigma_{m0}/2$ (σ_{m0} - статична межа текучості Сг при $T = 20^\circ \text{C}$). Зразки у вигляді пластин з розмірами

$$\Delta V_M / V_0(T) = A_0 \exp [\gamma |\Delta T|] \quad (2)$$

де $\Delta T = T - T_N$, $\gamma = -1,45 \cdot 10^{-2} \text{ K}^{-1}$ і $A_0 = 4,32 \cdot 10^{-2}$ відн. од. Співставлення цього виразу с прогнозом однопараметричної теорії Мюіра з співавторами з урахуванням температурної залежності коефіцієнта теплового розширення хрому у тому ж інтервалі температур показує, що магнітний внесок в пом'якшення подовжніх пружних модулів (ПМ) металу в парафазі впритул до $\Delta T \geq 1\text{K}$ може бути описаний з її допомогою з поправкою на встановлену експоненціальну температурну залежність параметра Грїнаїзена. Порівняння виміряного ходу з T подовжнього модуля пружності C_{11} вище T_N із розрахованим в межах кластерної моделі Міцека, показало передбачену теорією квазілінійну температурну залежність магнітопружного параметру λ хрому в межах $T/T_N = 1,15 + 1,5$. У випадку додаткового підтвердження кластерної моделі для Cr іншими методами з'явиться можливість вимірювати $\lambda(T)$ з високою точністю за допомогою прецизійної УЗ апаратури, що другими методами виконати для цього металу дуже складно.

Знайдено, що хід $\Delta V_M / V_0(T)$ в досліджених малолегованих сплавах Cr - Ta - La, Cr - V - La і Cr - V - Ta - La вище T_N з легуєчими домішками, знижувачими останню, також можна описати експоненційною функцією (2) з $\gamma = - (1,4 + 4,4) \cdot 10^{-2} \text{ K}^{-1}$ і коефіцієнтом A_0 , який зменшується із зростанням їх концентрації. Через різницю у знаках $\Delta V_M(T)$ і нормального ходу з T швидкості УЗ ("фону") можна досягти при оптимальному легуванні Cr їх взаємної компенсації і аномально слабкої зміни швидкості, часу розповсюдження УЗ хвиль чи подовжнього МП сплану в парамагнітній фазі в заданому інтервалі температур.

5 × 1 × 35 мм опромінювались подовжніми хвилями вздовж най-
більшого їх розміру, а УЗ виміри -- вздовж товщини пластин.

Виявлено, що при вказаних амплітудах о УЗО поодаль від T_N в пара- і антиферромагнітній фазах не викликає помітних змін аномалії швидкості УЗ у Сг та його мікроструктури. В той же час аналогічна обробка хрому через T_N призводить до суттєвого подавлення мінімуму $V(T)$ і значному (на 1-2 порядки) підвищенню середньої густини дислокацій у металі. Ефект у відповідності із згаданим припущенням і теорією Корженевського обумовлений зниженням в околиці T_N динамічної межі текучості металу і інтенсивним розмноженням у зв'язку із цим дислокацій при УЗО через T_N Сг джерелами Франка-Ріда.

Знайдено, що після УЗО ненапруженого зразка Сг в ньому не виникає помітних остатніх макронапружень (ΔT_N - ефект УЗО не спостерігається), а у випадку їх присутності після попереднього термоцикування УЗО сприяє релаксації ОМН і більш рівномірному розподілу дислокацій у зразку.

Результати по впливу ОЗ та УЗО також використані при формулюванні другого захищеного положення дисертації.

П'ятий розділ містить поряд із отриманою науковою інформацією результати прикладного характеру.

В підрозділі Б.1 наведені точні дані про критичну поведінку подовжньої швидкості УЗ і відповідних пружних модулів у хромі та багатокомпонентних малолегованих сплавах на його основі в парафазі і в околиці T_N . Встановлено, що магнітний внесок в температурну залежність V в парафазі монокристалічного Сг підвищеної (99,99 %) чистоти добре описується експоненційною функцією виду

Такий сплав з основними домішками V, Ta і La був використаний автором дисертації при створенні високостабільної УЗ лінії затримки, працюючої при $T = 270-350$ К.

В підрозділі 5.2 наведені дані по дослідженням аномалій швидкості УЗ в багатоконпонентних сплавах Cr з легуючими елементами, протилежно змінюючими співвідношення v/v_0 і T_N металу, з ціллю експериментальної перевірки точки зору інших авторів про значну розтяжку інтервалу $P \rightarrow AF_1$ -переходу хрому при такому легуванні. Так як для більшості досліджених сплавів були зареєстровані достатньо гострі аномалії $V(T)$, автором було зроблено висновок про непідтвердження вказаного припущення на досліджуваних в експерименті мегагерцевих УЗ частотах.

В підрозділі 5.3 описані ґрунтовані на отриманих результатах способи неруйнівного УЗ контролю макронапружень в матеріалах, що мають аномальні пружні властивості (АПВ), і концентраційних неоднорідностей, виявляючих такі властивості, а також наведені приклади їх реалізації. Способи ґрунтуються на високій чутливості температурного положення, величини і форми УЗ аномалій в матеріалах в АПВ до вказаних факторів.

На рис.3 наведені ілюстрація методики вивчення розподілу суми головних остатніх макронапружень σ_{11} у зразку хрому (розміри $7 \times 7 \times 20$ мм) вздовж найбільшого розміру (вісь OX) (рис.3,а) і залежність $\sigma_{11}(X)$, побудована по зсувам мінімуму швидкості УЗ в Cr, підданого 50 циклам ТЦО через T_N в режимі I, при прозвучуванні різних ділянок зразка вузьким (~ 1 мм) УЗ пучком (рис.3,б). Кружками позначені результати УЗ, а хрестами - рентгенівських вимірів. σ_{11} визначено по формулі (1). Видно, що на глибині ~ 1 мм ОМН у підданому ТЦО Cr близь-

кі до 0. У той же час в основній частині зразка виникли розтягуючі напруження, а на його поверхні - ОМН зтиснення. Розподіл σ_{11} вздовж інших напрямків у зразку Ст після ТЦО якісно такий же. При легко досяжній точності вимірювання УЗ методом ΔT_N в 1°C похибка визначення σ_{11} відповідає ~ 50 МПа.

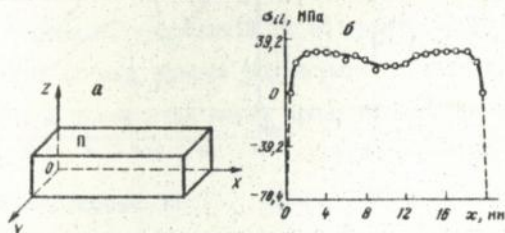


Рис.3 Залежність $\sigma_{11}(X)$, розрахована по зсувам $\Delta V/V_0(T)$ в Ст після ТЦО для різних відстаней X_0 п'езоперетворювача П від початку координат: а - ілюстрація методу контролю розподілення $\sigma_{11}(X)$; б - результати вимірів

На рис.4 наведені температурні залежності $\Delta V/V_0$ (крива 1) і $\Delta\alpha$ (крива 2) в частині попередньо відпаленого на протязі 6 г при $T = 1300^\circ\text{C}$ злитка Ст-V-Ta-La з $T_N = -11,5^\circ\text{C}$. Видно, що поряд з основною аномалією швидкості в околиці T_N сплаву реєструється додаткові мінімум $\Delta V/V_0(T)$ і пік $\Delta\alpha(T)$, зв'язані з присутністю у сплаві включень чистого хрому. В роботі встановлена кореляція між протяжністю вздовж напрямку розповсюдження УЗ хвилі δ штучно введеної в аналогічний однорідний сплав неоднорідності з чистого Ст та величиною додаткового мінімуму $\Delta V/V_0(T)$. Показано, що при презвучуванні різних ділянок злитку з металургійними включеннями з металів типу хрому, що володіють АПВ, можна оцінювати в виробі δ і середню об'ємну концентрацію (СОК). Зокрема, для кривої 1 на рис.4 з урахуванням рівномірного розподілу Ст в злитку

$\delta \approx 0,12$ мм і $\text{СОЖ} \approx 0,6\%$.

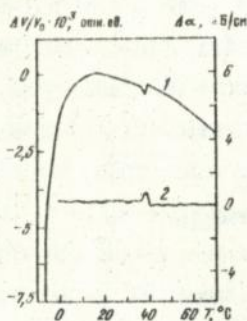


Рис. 4

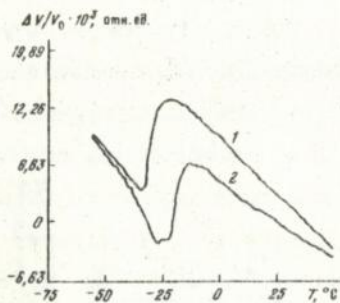


Рис. 5

Рис. 4 Температурні залежності для сплаву Cr-V-Ta-La з $T_N = -11,5^\circ\text{C}$ і металургійними вclusions чистого Cr:
1 - $\Delta V/V_0$; 2- $\Delta\alpha$

Рис. 5 Залежності $\Delta V/V_0(T)$ для сплаву Cr-V-Ta-La з $T_N = -34^\circ\text{C}$: 1 - вихідний зразок; 2 - після відшліфування

Рис. 5 ілюструє можливість неруйнівного контролю втрат V і Ta з сплавів на основі хрому при його відшліфуванні. Для наведених залежностей $\Delta V/V_0(T)$ з урахуванням діаграм стану сплавів Cr-V і Cr-Ta (La не впливає на T_N Cr) сумарні втрати домішок складають $\sim 0,08 + 0,14$ ат. % .

Результати підрозділу 5.3 використані для формулювання 3-го положення дисертації, що виноситься на захист.

ОСНОВНІ РЕЗУЛЬТАТИ ТА ВИСНОВКИ

1. Розроблена методика і створена імпульсна автоматична установка, що дозволяє на мегагерцевих частотах вимірювати абсолютні значення і неперервно реєструвати залежності швидкості розповсюдження V і загасання α УЗ в твердих тілах від температури (T), деформації (ε), електричного поля (E) та

деяких інших параметрів у складних з акустичної точки зору умовах (великий діапазон змін V і α , спотворення форми УЗ сигналу із зразка, малі розміри останнього).

2. Виявлено позитивний зсув УЗ аномалій і T_N моно- і полікристалічного хрому, підданого попередній ТЦО, та експериментально доведено, що ΔT_N - ефект ТЦО обумовлений виникненням в основній, зростаючій із збільшенням числа термоциклів, частині об'єму зразка розтягуючих остатніх макронапружень (ОМН). В поверхових шарах хрому після ТЦО виникають ОМН зтиснення.

3. Встановлено, що ТЦО хрому призводить до значного придушення УЗ аномалій та розмиття $P + AF_1$ - переходу, зв'язаних із дією на зразок в процесі термообробки неоднорідних термічних напружень. Основні зміни із УЗ аномаліями, мікροструктурою та остатнім напруженням станом в металі у випадку термоциклювання через T_N мають місце при перших циклах ТЦО.

4. На основі комплексних УЗ, діелектричних, оптичних та ділатометричних досліджень сульфохлорида сурми в околиці фероелектричного фазового переходу 1-го роду пояснена багатопіковість максимуму $\Delta\alpha(T)$ у Cg після ТЦО поблизу T_N , яка обумовлена температурнозалежною пружною неоднорідністю зразка, викликаною нерівномірним розподілом у його об'ємі ОМН.

5. Показано, що руйнування монокристалів Cg , підданих ТЦО через T_N , має місце переважно по площинах, близьких до (001) з періодом в декілька μm , а також до (111) і (112). При цьому спостерігається зароджування тріщин у приповерхневих шарах (зона виникнення ОМН зтиснення) із подальшим їх розповсюдженням по всьому об'єму кристалу. ОМН при руйнуванні зразка релаксують, що викликає різке зменшення ΔT_N - ефекту ТЦО.

6. Знайдено, що ОЗ зміщує УЗ аномалії і T_N полікристалічного хрому в напрямку низьких температур, як у процесі дії зтискаючих зусиль, так і після зняття навантаження при наявності остаточної деформації. При цьому також, як і у випадку ТЦО Ст, УЗ аномалії зменшуються по величині і $P \rightarrow AF_1$ -перехід розмивається. Залежність $T_N(\epsilon_D)$, де ϵ_D - діюча деформація, в пружній області квазілінійна, що якісно узгоджується із передбаченнями теорій Барака-Уокера та Міцєка. Коefіцієнт $\partial T_N / \partial \epsilon$ суттєво нижче, ніж для монокристалів Ст, досліджених нейтронграфічним методом Фосетом із співавторами.

7. Встановлено, що швидкість УЗ у хромі вище T_N із збільшенням ϵ_D при ОЗ монотонно зростає, а при $T < T_N$ залежність $V(\epsilon_D)$ носить екстремальний характер, що зв'язано з переходом металу при досягненні критичних значень ϵ_D із антиферомагнітної в парамагнітну фазу.

8. Виявлено, що УЗО через T_N відпаленого хрому різко придушує УЗ аномалії у зразку та збільшує на 1-2 порядки середню густину дислокацій, не змінюючи помітно при цьому T_N і відповідно напружений стан кристалу. Аналогічна обробка попередньо напруженого хрому сприяє релаксації у ньому ОМН і більш рівномірному розподіленню дислокаційних скупчень.

9. При всіх видах обробки хрому (ТЦО, ОЗ, УЗО, ТЦО+УЗО) виявлена важлива роль $P \rightarrow AF_1$ -переходу, в околиці якого вплив зовнішніх дій на УЗ аномалії, ПВ, мікроструктуру та остаточно напружений стан металу суттєво підсилюється, що пояснюється підвищеною пластичністю і зниженням межі текучості хрому в критичній області у відповідності із теорією Коржевського. Роль $P \rightarrow AF_1$ -переходу зменшується на перших стадіях обробок Ст та при його легуванні, коли УЗ аномалії у

металі помітно придушуться. Ця особливість може бути врахована при термомеханічній обробці Ст і його малолегованих сплавів та виборі експлуатаційних режимів виробів із них.

10. Експериментально визначені аналітичні вирази температурних залежностей подовжньої швидкості УЗ у Ст та деяких його сплавах вище T_N . Магнітний внесок у хід із T може бути описаний експоненційною функцією виду $\Delta V_M/V_0(T) = A_0 \cdot \exp[\gamma|\Delta T|]$ з $\gamma = -1,45 \cdot 10^{-2} \text{ K}^{-1}$ і $A_0 = 4,32 \cdot 10^{-2}$ відн. од. для нелогованого Ст. Для сплавів з домішками V, Ta і La $\gamma = -(1,4+4,4) \cdot 10^{-2} \text{ K}^{-1}$, а A_0 зменшується із збільшенням концентрації легуючих домішок. Запропоновано використати парамагнітний стан малолегованих хромових сплавів для стабілізації подовжньої швидкості УЗ та модуля Інга. В оптимально легованому сплаві Ст-V-Ta-La виявлено аномально слабе змінення швидкості УЗ та модуля Інга вище T_N в інтервалі кімнатних температур, на базі якого створена та впроваджена стабільна УЗ лінія затримки.

11. Запропоновані та реалізовані УЗ способи неруйнівного контролю макронапружень в матеріалах з АПВ та концентраційних неоднорідностей, що мають такі властивості.

ОСНОВНІ РЕЗУЛЬТАТИ ДИСЕРТАЦІЇ НАДРУКОВАНІ

В СЛІДУЮЧИХ РОБОТАХ

1. Запорожец О.И., Ляховицкая В.А., Пекар С.И., Полоцкий И.Г., Сильвестрова И.М. Влияние температуры, электрического поля и освещения на поглощение ультразвука в SbSj в районе температур фазового перехода//СТТ.-1970.-Т.12,№2.- С.671-672.
2. Запорожец О.И. Об одной возможности автоматической записи коэффициента затухания ультразвука в твердых телах// Методы и приборы для анализа состава вещества. Науч.тру-

- ды ВНИИАП.- 1972.- вып. I.- С. 82-85.
3. Запорожец О.И. Скорость ультразвука в SbS₂ в критической области // ФТТ.- 1975.- Т.17, N 12.- С. 3672-3674.
 4. Запорожец О.И., Ляховицька В.А. Аномалії швидкості ультразвуку в SbS₂//ДАН УРСР.- 1975.- N 9.- С. 822-824.
 5. Запорожец О.И., Тихонов Л.В. Влияние термоциклической обработки на аномалии скорости и затухания ультразвука в поликристаллическом хrome в области температуры Нееля // УФЖ.- 1979.- Т.24, N 7.- С. 990-995.
 6. Запорожец О.И., Тихонов Л.В. Роль фазового P + AF_I - перехода при термоциклической обработке поликристаллического хрома // УФЖ.- 1980.- Т.25, N 12.- С. 2055-2056.
 7. Запорожец О.И., Тихонов Л.В. Ультразвуковые исследования распределения остаточных макронапряжений в хrome после термоциклической обработки // Металлофизика. Письма в ред.- 1985.- Т.7, N 5. - С. 119-120.
 8. Запорожец О.И., Крапивка Н.А., Тихонов Л.В. Влияние предварительной термоциклической обработки на ультразвуковые аномалии в монокристаллическом хrome в области температуры Нееля // ФММ.- 1986.- Т.61, N 2.- С. 379-384.
 9. Образование остаточных макронапряжений в сплаве хрома в условиях нестационарного температурного поля / Н.Д.Бегга, О.И.Запорожец, А.Н.Ракицкий и др.// Изв. АН СССР. Сер. Металлы.- 1983.- N 3.- С. 152-155.
 10. Запорожец О.И., Тихонов Л.В. Новый ультразвуковой метод неразрушающего контроля чистоты и напряженного состояния металлов и сплавов // Высокочистые вещества.- 1994.- N3. - С. 100-103.
 11. А.с. 281048 СССР МПК В 06 3/00. Способ автоматической

записи коэффициента затухания ультразвука в конденсированных средах / О.И.Запорожец. - Оpubл. 03.09.70. Бюлл. №28.

12. А.с. 526818 СССР М.Кл.² ОI 29/00. Устройство для автоматической записи изменений скорости ультразвука / О.И.Запорожец, Н.К.Лашук. - Оpubл. 30.08.76. Бюлл. N 32.

13. А.с. 613236 СССР М.Кл.² ОI 29/00. Способ автоматической записи изменений скорости распространения ультразвука / О.И.Запорожец, Н.К.Лашук. - Оpubл. 30.06.78. Бюлл. N 24.

14. А.с. 1037200 СССР М.Кл. 022 29/00. Ультразвуковой способ контроля неоднородностей в изделиях / В.Н.Гриднев, О.И.Запорожец, А.Н.Ракицкий, Л.В.Тихонов, В.И.Трефилов. - Оpubл. 23.08.83. Бюлл. N 31.

15. А.с. 1126866 М. Кл7 ОI 29/00. Ультразвуковой способ контроля макронапряжений в изделиях / В.Н.Гриднев, О.И.Запорожец, Л.В.Тихонов. - Оpubл. 30.11.84. Бюлл. N 44.

16. Запорожец О.И., Тихонов Л.В. Ультразвуковые исследования хрома в области температуры Нееля в условиях внешних воздействий // Тез. докл. Всес. сов. по исследованию, разработке и применению сплавов хрома в промышленности. - Киев. - 1984. - С. 49.

17. Стойкость малолегированного хрома к термическим циклам / Н.Д.Бега, О.И.Запорожец, А.Н.Ракицкий и др. // Тез. докл. Всес. н.-т. сов. по исследованию, разработке и применению сплавов хрома в промышленности. - Киев. - 1984. - С. 129.

18. Запорожець О.І., Тихонов Л.В. Ультразвукові та структурні дослідження ролі $P \rightarrow AP_I$ -переходу в хромі при впливі знакозмінних і нестационарних термічних напружень // Тез. доп. III Черкаського семінару країн співдружності "Актуальні питання дифузії, фазових і структурних перетворень

у сплавов" 19-24 червня 1996 р.- Черкаси, 1996.- С.139.

Запорожец О.И. Влияние внешних воздействий на аномалии скорости и затухания ультразвука в хроме и его сплавах в области температуры Нееля.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07- физика твердого тела. Институт металлофизики НАН Украины, Киев 1996.

Защищается 18 научных работ, которые содержат результаты исследований влияния предварительных термоциклической, ультразвуковой обработок (ТЦО и УЗО соответственно), их комбинаций и одноосного сжатия (ОС) в процессе деформирования на ультразвуковые (УЗ) аномалии в хроме и некоторых его сплавах в области температуры Нееля, а также поведения с Т продольной скорости УЗ и модуля упругости в многокомпонентных малолегированных сплавах на основе Сг в окрестности T_N и в парафазе с легирующими добавками, по-разному изменяющими соотношение электрон/атом металла. Получены новые данные о действии указанных факторов на параметры распространения УЗ колебаний, упругие свойства, микроструктуру и напряженное состояние металла вблизи T_N . Обнаружено и объяснено ряд эффектов (ΔT_N - эффект ТЦО, многопиковость максимума затухания УЗ в термообработанном Сг, важная роль $P + \Delta F_I$ - перехода при использованных внешних воздействиях, аномально слабое изменение $V(T)$ в парафазе оптимально легированного сплава Сг - V - Та - La). Ряд результатов нашел практическое применение.

Zaporozhets O.I. Influence of the external actions on the velocity and ultrasonic attenuation anomalies in chromium and its alloys in a region of the Neel temperature.

Thesis is dedicated for search of the candidate scientific degree (PhD), speciality OI.04.07 - solid state physics. Institute of Metal Physics, NAS Ukraine, Kyev 1996.

18 scientific works containing investigation results on the influence of preliminary thermal cycling, ultrasonic treatments (TCT and UST correspondingly), their combination and also the uniaxial compression (UC) during the deformation on the ultrasonic anomalies (US) in chromium and some its alloys in the region of the Neel temperature are presented. The longitudinal ultrasonic velocity and elastic modulus temperature behaviour in the multicomponent low-doped chromium based alloys in T_N region and in the paraphase with alloying additions corresponding to different electron/atom ratio are presented too. New experimental data on these factors effect on the ultrasonic vibration propagation parameters, elastic properties, microstructure and strengthened state of metal at T_N temperature are obtained.

A number of effects (ΔT_N - TCT effect, multi-peak structure of the US-attenuation maximum in thermally treated Cr, important role of the $P + AF_I$ - transition at the external actions applied, anomaly weak change of $V(T)$ in the optimally doped Cr-V-Ta-La alloy paraphase) have been found and explained. Some results were improved into practice.

Ключові слова: ультразвук, швидкість, загасання, фазові перетворення, пружні властивості, метод, виміри, вплив, обробка, неруйнівний контроль, температура, напружений стан.

436052

AB 37.420

AB 37.420