

07

## Влияние циклической нагрузки на величину областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения в кристаллических образцах

© В.В. Каминский, Н.В. Шаренкова

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе,  
Санкт-Петербург, Россия

E-mail: vladimir.kaminski@mail.ioffe.ru

Поступила в Редакцию 30 октября 2018 г.

В окончательной редакции 5 февраля 2019 г.

Принята к публикации 5 марта 2019 г.

Обнаружено влияние циклической нагрузки на величину областей когерентного рассеяния (ОКР) рентгеновского излучения и микронапряжений II рода в различных кристаллических материалах: полупроводниковых (сульфид самария) и металлических (сталь, дюралюминий). Нагружение осуществлялось путем сжатия образцов различными способами: всестороннее, одноосное, сжатие при изгибе. Показано, что при увеличении количества циклов сжатия величины ОКР во всех случаях уменьшаются, а микронапряжения увеличиваются. Эти величины могут служить параметрами для оценки степени механической усталости материала.

**Ключевые слова:** циклические нагрузки, область когерентного рассеяния, микронапряжения, сульфид самария.

DOI: 10.21883/FTT.2019.07.47839.298

Поиск новых методов неразрушающего контроля, позволяющих определять степень усталости материалов и предсказывать приближение момента его разрушения, всегда являлся актуальной задачей. Изучение процессов разрушения обычно основывается на изучении структуры материала. Одним из способов определения тонкой структуры материала является дифрактометрический метод  $\theta$ - $2\theta$  сканирования [1]. Метод позволяет определять характерные размеры областей материала, в которых рассеяние рентгеновского излучения происходит когерентно. Области когерентного рассеяния (ОКР), это те области (кластеры или субзерна), которые характеризуются идеальной для данного материала кристаллической структурой. Связи между размерами кристаллитов (зерен) материала и их прочностными свойствами исследовались достаточно давно [2]. В настоящей работе сделана попытка связать прочностные свойства материалов с размерами не кристаллитов, а их составных частей — кластеров, то есть ОКР. Как известно, прочностные характеристики материалов зависят от усталости материалов, вызванной воздействием на них циклических механических нагрузок. Рассмотрена связь изменения величины ОКР с циклическими нагрузками сжатия образцов различных материалов и при различных конфигурациях нагрузок.

Рентгеноструктурный анализ всех образцов осуществлялся на рентгеновском дифрактометре ДРОН-2 ( $K\alpha$ -излучении медного анода). После каждого цикла механического нагружения ( $N$ ) образца проводились измерения ОКР ( $L$ ) рентгеновским методом по ширине пика ( $B_1$ ) на малых углах отражения ( $\theta < 45^\circ$ ) от плоскостей с индексами Миллера  $hkl$  на половине высоты

пика (рис. 1) по формуле Селякова–Шеррера [1]:

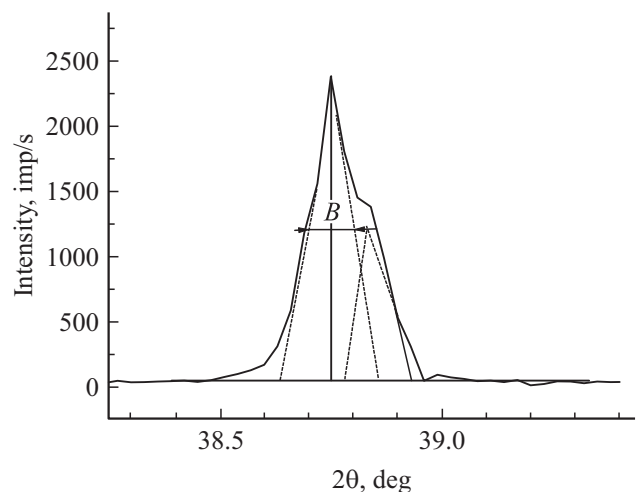
$$L_{hkl} = \frac{\lambda}{B_1 \cos \theta_{hkl}}, \quad (1)$$

где  $\lambda$  — длина волны рентгеновского излучения.

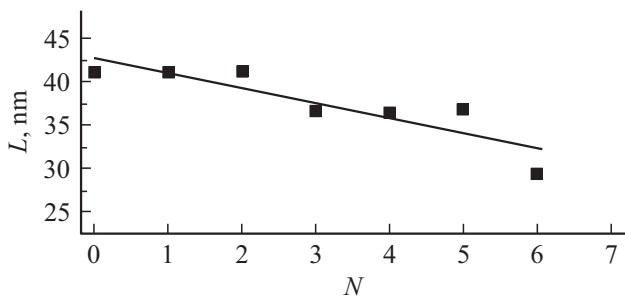
Метод позволяет измерять также микронапряжения II рода в материале по ширине пика ( $B_2$ ) на больших углах отражения ( $\theta > 45^\circ$ ):

$$\delta = \frac{\Delta d}{d} = \frac{B_2}{4 \operatorname{tg} \theta_{hkl}}, \quad (2)$$

где  $d$  — межплоскостное расстояние.



**Рис. 1.** Типичный вид пика отражения рентгеновского излучения для расчета величин  $L$  по формуле (1).



**Рис. 2.** Изменение ОКР стали под действием одноосного сжатия в зависимости от количества циклов нагрузки.

Относительные погрешности определения этих величин составляли: для  $L \sim 10^2$  nm не более 20%, для  $L \sim 10$  nm не более 10%, для  $\delta$  не более 20%.

При исследовании характерных размеров областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения при деформации стальных образцов нами был обнаружен эффект изменения их величины при увеличении числа циклов нагружения [3] и, соответственно, старения материала (рис. 2). Мы наблюдали уменьшение величины ОКР при увеличении числа циклов нагружения образца. Образец стали 45 подвергался одноосной деформации до величины  $\varepsilon = \Delta l/l \sim 0.006$ , превышающей предел текучести стали. Исходя из самых общих соображений, нами было сделано предположение, что, во-первых, обнаруженный эффект должен иметь место в любых не аморфных материалах и, во-вторых, он должен сопровождаться увеличением микронапряжений II рода в материале.

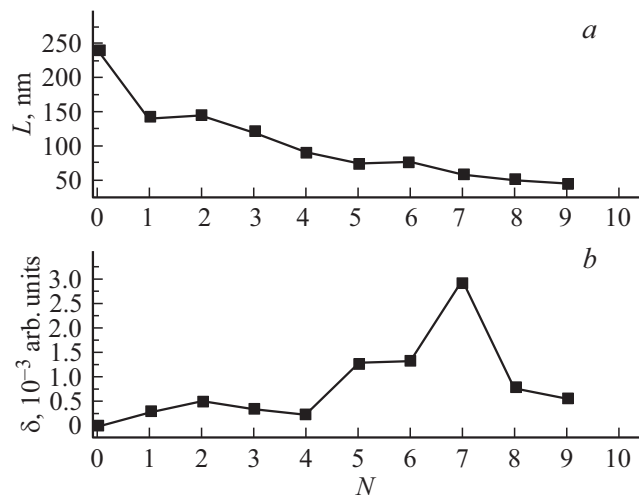
Для проверки этого предположения нами были проведены аналогичные исследования на редкоземельном полупроводниковом соединении сульфиде самария (SmS) при всестороннем сжатии образца. Выбор материала был обусловлен тем, что соединения редкоземельных элементов являются материалами наиболее чувствительными по своим структурным и электрическим свойствам к внешним воздействиям, в частности, механическим [4]. Нагружение проводилось посредством гидростатического сжатия образца давлением 0.7 ГПа [5]. Результаты исследований показали, что при повышении числа циклов нагружения монокристаллов SmS уменьшается величина ОКР, и увеличиваются значения микронапряжений в материале (рис. 3, *a, b*). После достижения значения этих напряжений при  $\varepsilon = 0.003$  и величины ОКР 38 nm наблюдается разрушение образца SmS. Таким образом, тенденция к уменьшению ОКР с увеличением усталости материала подтвердилась. Кроме того, оказалось, что уменьшение ОКР сопровождается увеличением микронапряжений II рода, возникающих в объеме материала и приводящих, в конечном счете, к разрушению материала.

Обнаруженная закономерность была исследована нами также на образце дюралюминия (Д16АТ) [6,7]. Образец представлял собой пластину  $75 \times 18 \times 1$  mm, не

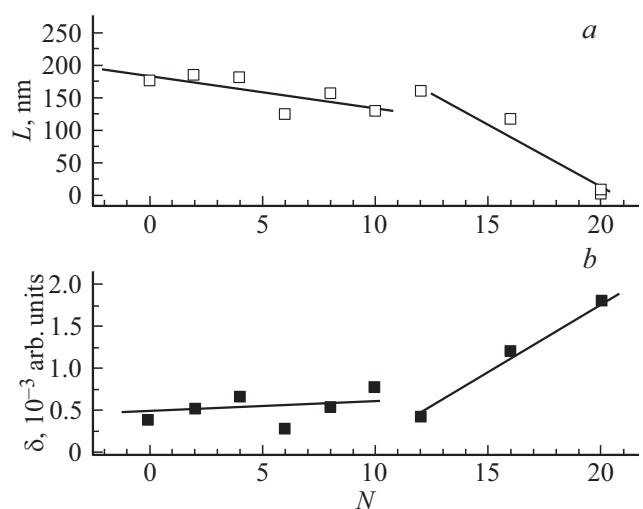
подвергавшуюся предварительной термомеханической обработке. В ходе экспериментов образец подвергался сжатию до величин деформации, не превосходящих упругую зону,  $\varepsilon = 0.003$ . Нагружение осуществлялось с помощью изгибной деформации балки с жесткой заделкой. Деформация рассчитывалась по формуле:

$$\varepsilon = 6Fl(1 - x/l)/(E_{\text{ю}}bh^2). \quad (3)$$

где  $l, b, h$  — длина, ширина и толщина балки;  $F$  — приложенная сила;  $x$  — расстояние от места заделки балки. В каждом цикле деформация  $\varepsilon = 0.003$  выдерживалась в течение одной минуты. Результаты представлены на рис. 4, *a, b*. Подтвердились полученные на стали и SmS выводы: величина ОКР уменьшается с увеличением числа циклов, а микронапряжения — увеличиваются.



**Рис. 3.** Изменение размера ОКР (*a*) и микронапряжения (*b*) под действием всестороннего сжатия образца SmS давлением 0.7 ГПа в зависимости от количества циклов всестороннего сжатия.



**Рис. 4.** Изменение размера ОКР (*a*) и микронапряжения (*b*) при деформации сжатия ( $\varepsilon = 0.003$ ) образца дюралюминиевого сплава в зависимости от количества циклов сжатия.

По-видимому, эта закономерность справедлива для всех кристаллических материалов. Исследования поведения областей когерентного рассеяния и деформаций до разрушения интересны и, возможно, их развитие может привести к разработке нового подхода к оценке прочности. Анализ величин зерен дает информацию о степени усталости материала в непосредственной близости к его разрушению [2]. Анализ же изменения размеров ОКР дает представление об изменении внутренней структуры зерен материала на протяжении всего эксперимента, начиная примерно с  $\sim 10$  циклов нагружения до их разрушения, сопровождающего разрушение образца в целом. В данной работе мы рассмотрели только деформации сжатия (всестороннее, одноосное и сжатие при изгибе). В статье рассмотрены различные виды деформаций сжатия образцов и показано, что во всех случаях имеет место один и тот же эффект — уменьшение размеров ОКР (субзерен) при циклических нагрузках. Это может позволить при дальнейшем развитии данных исследований разработать методику оценки степени усталости материала исходя из измерений ОКР

### Благодарности

Авторы благодарны С.П. Никанорову за интерес к работе и ценные замечания по ее содержанию.

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] Ю.Д. Ягодкин, С.В. Добаткин. Завод. лаборатория. Диагностика материалов **73**, 38 (2007).
- [2] Прочность металлов при циклических нагрузках. Наука, М. (1967). 247 с.
- [3] В.В. Каминский, Н.В. Шаренкова. В сб.: Современные методы анализа дифракционных данных и актуальные проблемы рентгеновской оптики. Великий Новгород (2015). С. 97; Н.Н. Степанов, Н.В. Шаренкова, В.В. Каминский, М.М. Казанин. ФТТ **54**, 1575 (2012).
- [4] В.В. Каминский, Н.В. Шаренкова. ФТП **53**, 2, 158 (2019).
- [5] Н.Н. Степанов, Н.В. Шаренкова, В.В. Каминский, М.М. Казанин. ФТТ **54**, 1575 (2012).
- [6] V.V. Kaminski, N.V. Sharenkova. Materials Science. Non-equilibrium phase transformations. Year IV, Issue 4-2018, Sofia (2018). С. 112.
- [7] V. Kaminski, N. Sharenkova. Book of abstracts Muroran-IT Rare Earth Workshop. Lake Toya (2018). P. 18.

Редактор Т.Н. Василевская