

УДК 621.762+669.056.9+669.24.71.849+620.17

В.Ю. Олікер, Т.Я. Гридасова,
О.М. Єлісєєва, В.Л. Сироватка

ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ МАГНІТНОГО ПОЛЯ НА СТРУКТУРУ NiAl–Re-МАТЕРІАЛІВ ЗА ДОПОМОГОЮ ФУР'Є-СПЕКТРОСКОПІЇ

Вступ

Відомо, що обробка в магнітному полі може істотно впливати на дислокаційні процеси. Існує ряд праць, в яких розглядається вплив обробки в магнітному полі на структуру і властивості матеріалів [1–3]. Зокрема, в [1] розглядається вплив попередньої магнітної обробки на мікротвердість кристалів LiF та LiF: Ni. Цікаво, що намагнічування кристалів LiF, які не мали домішки нікелю, не призвело до істотної зміни їх мікротвердості на відміну від кристалів LiF: Ni. Передбачається, що вплив попередньої магнітної обробки (МО) на мікротвердість зумовлений перебудовою домішкових парамагнітних центрів (які визначають величину магнітної сприйнятливості). Дія магнітного поля впливає також на фазові перетворення та рухливість окремих дислокацій у матеріалах [2]. Доводиться, що рушійною силою для транспорту дислокацій є випадкова мозаїка полів внутрішніх напружень, а магнітне поле понижує висоту структурних бар'єрів, що долають дислокації. З цього випливає, що поряд з дією в матеріалі внутрішніх напружень дія магнітного поля сприяє більш легкому пересуванню дислокацій.

Цікавим є дослідження твердих тіл методами Фур'є-спектроскопії. Ефективність та проста техніка зробили цей метод визнаним в усіх галузях, де використовуються спектральні методи [4]. Зокрема, даний метод застосовується для дослідження властивостей поверхні матеріалів. За допомогою Фур'є-спектроскопії можна розглядати методи кількісної оцінки топографії поверхневих шарів. У праці [5] повідомляється, що за допомогою Фур'є-аналізу можна не тільки оцінювати стан поверхонь, а й виявляти розходження в їх властивостях. У цьому випадку йдеться про оцінку шорсткості поверхні досліджуваного матеріалу. Результати показують, що використання

методу Фур'є-спектроскопії дає змогу виділити текстуру поверхонь, а також визначити переважну орієнтацію нерівностей та напрямки їх групування. З використанням двовимірних Фур'є-спектрів електронно-мікроскопічних зображень можна визначити параметри структурних неоднорідностей та їх розподіл по поверхні, коефіцієнт анізотропності розподілу дефектів та кут розорієнтації дефектів, що входять у різні частотні діапазони [6].

Більшість праць з дослідження властивостей поверхні методом Фур'є-спектроскопії спрямована лише на вивчення стану поверхні (шорсткість і т.п.). На жаль, у всіх цих публікаціях не розглядається можливість застосування Фур'є-аналізу для оцінки структури самого матеріалу.

Відомо, що сплави на основі інтерметаліду NiAl становлять великий інтерес для авіаційного та ракетного матеріалознавства. А також відомо те, що легування NiAl ренієм дає можливість покращити механічні характеристики інтерметаліду завдяки тому, що пластичні включення Re є перешкодою для поширення тріщин [7]. На сьогодні є актуальним більш глибоке дослідження даних матеріалів, а саме існує інтерес до дослідження впливу обробки в магнітному полі на структуру та властивості системи NiAl–Re.

Можливість широкого варіювання умов магнітно-абразивної обробки (МАО) як за рахунок зміни напруженості магнітного поля, так і за рахунок механічного впливу на оброблювану поверхню (пластична мікродоформація та тонке диспергування поверхневого шару) зумовлює перспективність її застосування. Сутність МАО полягає в тому, що силове навантаження абразивного елемента (частинок порошку) здійснюється магнітним полем. При цьому на оброблюване тіло також впливає змінне магнітне поле [8]. Формована з феромагнітного абразивного порошку пружно-еластична маса робить можливою високопродуктивну обробку виробів як простих за формою, так складнопрофільних, наприклад лопаток турбін. Оброблюваний виріб розміщується між полюсами електромагніта у феромагнітному абразивному порошковому середовищі, в якому здійснюється одночасно його обертання та поступальне переміщення (рис. 1). Тиск магнітно-абразивного порошку на оброблювану поверхню визначається взаємодією між намагніченими в зовнішньому полі деталлю та частинками порошку.

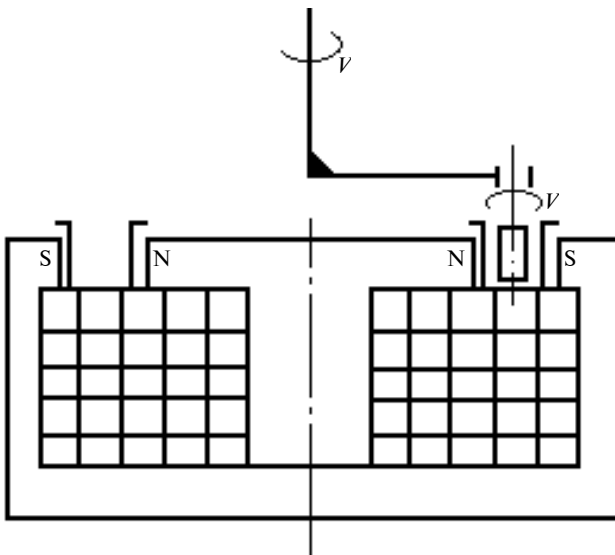


Рис. 1. Принципова схема установки для магнітно-абразивної обробки

Постановка задачі

У даній статті необхідно дослідити вплив MAO, а також обробки тільки в магнітному полі на зміну структури матеріалів за допомогою Фур'є-спектроскопії.

Експериментальна частина

Зразки для дослідження були виготовлені із злитків NiAl–Re, які у свою чергу були виплавлені в електродуговій печі та піддані гомогенізуючому відпалу у вакуумі при температурі 1300 °C впродовж 10 год з наступним охолодженням у печі до кімнатної температури. Магнітно-абразивна обробка проводилася на установці, принципова схема якої наведена в [9]. Режим MAO: магнітна індукція в робочій зоні – 1 Тл, окружна швидкість обертання зразка – 0,2 м/с, швидкість переміщення – 0,3 м/с, тривалість обробки – 2 хв, порошок – ПОЛИМАМ-Т (евтектичний сплав на основі заліза із включеннями карбиду титану [8]).

Магнітна обробка проводилася за такою ж схемою, що й MAO, тільки без застосування абразивного порошку.

Після цього за допомогою програми SIA 1.00 для оцінки ступеня анізотропії структури був проведений двовимірний дифракційний Фур'є-аналіз спектрів сплаву NiAl–Re до та після його магнітно-абразивної обробки, а також до та після його обробки тільки в магнітному полі.

Результати та обговорення

Як видно з табл. 1, після MAO ступінь анізотропії A змінився з 6,5 до 33,9%, а також збільшилась кількість дрібних об'єктів N .

Таблиця 1. Фур'є-спектроскопія сплаву NiAl–Re до і після його магнітно-абразивної обробки

$A_0, \%$	$A_\Phi, \%$	$N, \%$	$A_0, \%$	$A_\Phi, \%$	$N, \%$
До MAO			Після MAO		
6,5	84	2	33,9	100	8

Примітка. A_0 – ступінь анізотропії орієнтації елементів зображення; A_Φ – ступінь анізотропії орієнтації напрямків поверхні; N – кількість дрібних об'єктів.

Згідно з [10–13], кут між віссю інерції та віссю абсцис кожного з елементів зображення визначається при прямому скануванні електронного променя по поверхні зображення. При зворотному скануванні для зазначених геометричних ознак розраховується гістограма довжин хорд елементів зображення для кожного з виділених на зображенні кутових діапазонів (від 0 до 180 град з інтервалом в 10 град). Гістограму розраховують підрахунком числа влучень випадкової величини (в цьому випадку – довжин осей інерції елементів зображення) у задані розряди. Статистичний аналіз орієнтації елементів зображення узагальнений головним вектором орієнтації елементів зображення щодо вибраного напрямку сканування, сполученого з віссю абсцис (рис. 2, а).

З рис. 3, а видно, що для зразка після MAO спостерігається значне збільшення анізотропії розподілу елементів зображення. Хорди елементів зображення розташовані симетрично відносно головного вектора орієнтації. Однак, якщо візуально порівняти рис. 2, а та рис. 3, а між собою, то видно, що після MAO головний вектор орієнтації структурних елементів зображення змінив свій напрямок (з 0 на 49 град), а також змінився напрямок і кількість хорд елементів зображення для кожного кутового діапазону. Ці результати можна пов'язати із зміною орієнтації напрямку та анізотропії поверхні матеріалу після його магнітної обробки. Можна також відзначити, що чим об'ємнішим є вид “хмари”, утвореної хордами елементів зображення, тим менш анізотропним є матеріал.

З рис. 2, а та 3, а видно, що після MAO в інтервалі кутових діапазонів 40–50 та 50–60 град істотно (більш ніж в два рази) збільшилась кількість блоків структурних складових. Можна припустити, що в результаті дії на матеріал магніт-

ного поля збільшується кількість дрібних об'єктів у певних інтервалах кутових діапазонів для відповідних блоків структурних складових. Це підтверджує той факт, що після магнітної обробки структура стає більш дрібнодисперсною. Також згідно з даними за кількістю блоків структурних складових для кожного кутового діапазону (рис. 2, *a* та 3, *a*) виходить, що в загальному вигляді структура матеріалу як до обробки, так і після неї є приблизно однорідною по всьому об'єму.

Аналіз складності структурного стану та реологічних особливостей поверхні проводили по двовимірному дифракційному спектру. Він визначає усереднені розміри структурних складових, відстань між ними, концентрацію, довжину міжфазових границь і дає можливість досліджувати анізотропію структури в цілому, пов'язану з анізотропією оптичних, механічних та інших властивостей. Результати двовимірного дифракційного аналізу відображають зміну форми, розміру елементів зображення, а також відстані між ними у вибраному напрямку, тобто морфологіч-

ний параметр досліджуваної поверхні (її анізотропію).

Одночасно з аналізом анізотропії поверхні проводився якісний аналіз її текстурування за фоновими ознаками: яскравістю, розміром, формою, просторовою орієнтацією. Текстурування характеризує орієнтацію напруг по границях структурних складових. Параметри текстури обчислюються з матриці суміжності, а їх числові значення залежать від дисперсності зображення. Грубодисперсна структура характеризується групами суміжних точок, що граничать, з однаковою або близькою оптичною щільністю (яскравістю), внаслідок чого невеликі ймовірності переходу групуються на діагоналі матриці або поблизу неї. Відсутність діагоналі матриці свідчить про псевдоаморфний стан поверхні зображення з відсутністю чіткої орієнтації напруг по границях структурних складових. І навпаки, наявність чітко згрупованих точок по діагоналі матриці свідчить про орієнтацію міжфазових границь, а отже, і напруг (рис. 2, *б*; 3, *б*).

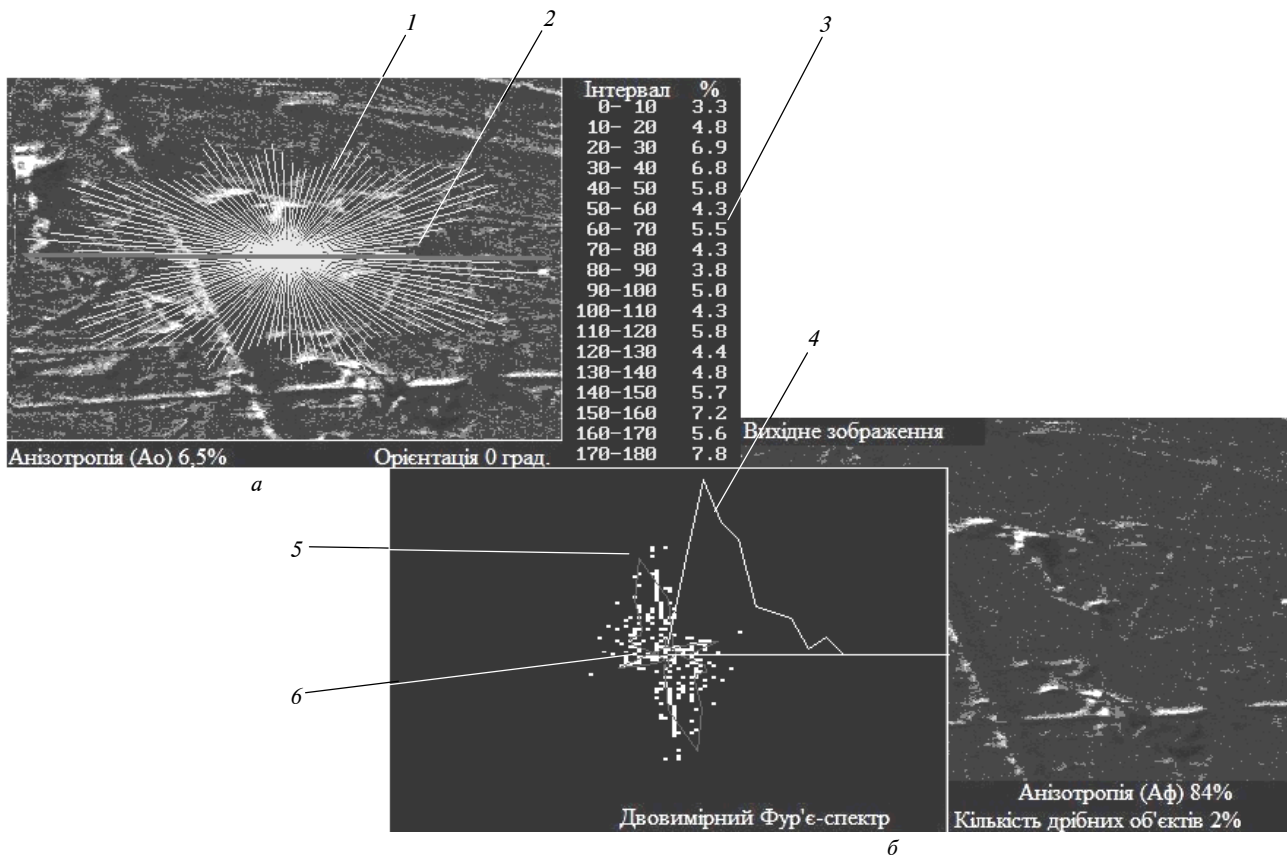
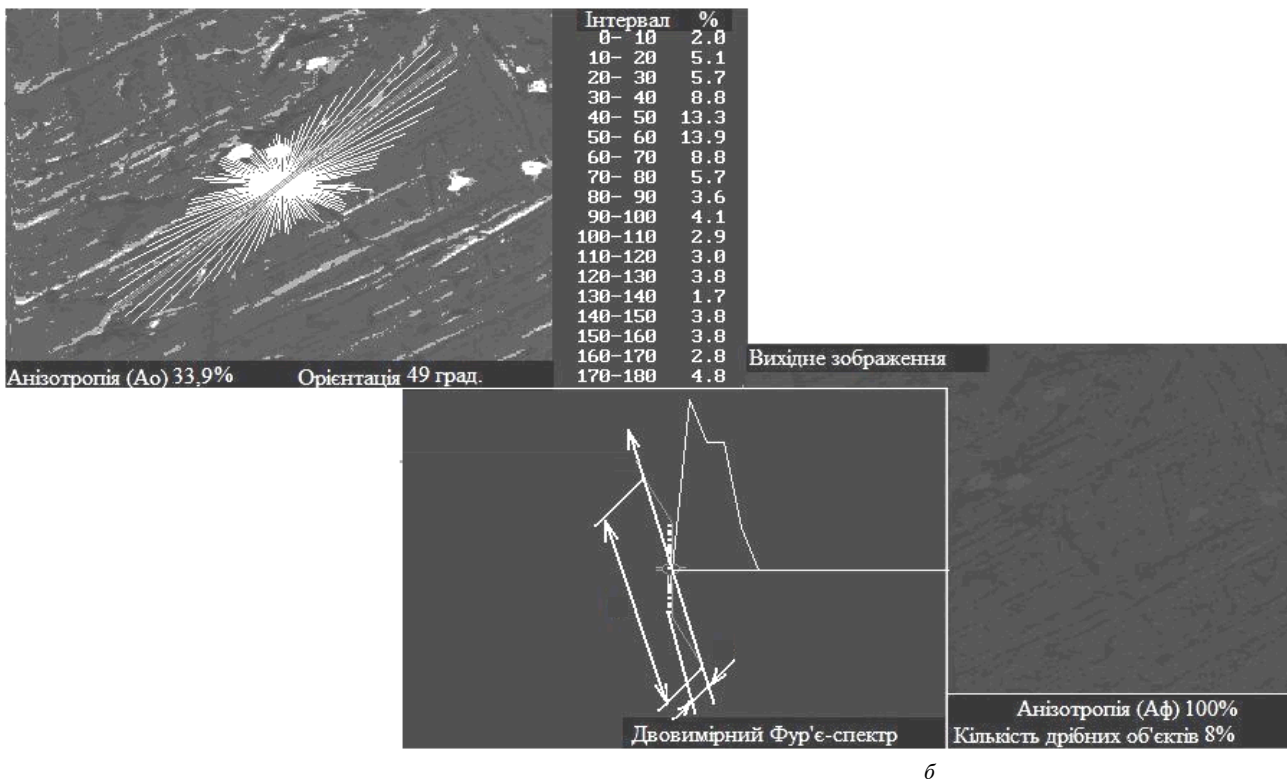


Рис. 2. Фур'є-спектроскопія поверхні сплаву NiAl-Re до MAO: *a* – гістограма орієнтації елементів зображення: 1 – довжини хорд елементів зображення для кожного кутового діапазону; 2 – головний вектор орієнтації структурних елементів зображення; 3 – кількість блоків структурних складових для кожного кутового діапазону, %; *б* – графічне зображення оцінки текстурування та орієнтації напруг: 4 – зображення двовимірного дифракційного аналізу поверхні (гістограма поверхні); 5 – напрямок орієнтації напруг; 6 – група суміжних точок



б

Рис. 3. Фур'є-спектроскопія поверхні сплаву NiAl-Re після MAO: *а* – напрямок орієнтації напруг; *б* – гістограма орієнтації елементів зображення; *в* – графічне зображення оцінки текстуровування та орієнтації напруг

З рис. 2, *б* видно, що точки згруповані хаотично. Це свідчить про те, що структура матеріалу до його обробки була грубодисперсною. Для рис. 3, *б* спостерігається чітке групування точок у лінію, що вказує на наявність орієнтації напруг по границях структурних складових, а також на те, що структура після обробки стала більш дрібнодисперсною. Дане припущення підтверджують значення гранулометрії дрібних об'єктів (до обробки – 2%, а після – 8%). Групування точок характеризується коефіцієнтом анізотропії $\eta = c/d$, де c – ширина групування точок відносно напрямку орієнтації напруг; d – фіксована відстань переходу однієї точки зображення до наступної. Якщо $\eta \approx 1$ – поверхня є ізотропною, якщо $\eta \rightarrow 0$ – поверхня максимально анізотропна. Також видно, що після MAO поверхня матеріалу стала менш шорсткою внаслідок механічного впливу на неї абразивного порошку.

Порівняння результатів Фур'є-аналізу сплаву NiAl-Re до та після MAO, а також до та після його обробки тільки в магнітному полі показує, що для зразка після MO, як і у випадку з MAO, також спостерігається значне збільшення анізотропії розподілу елементів зображення

(рис. 5, *а*). Ступінь анізотропії A змінився з 7,6 до 50,7%. Відомо, що дія магнітного поля, як постійного, так і змінного, може призводити до депіннінгу дислокацій та їх переміщення [2]. Взаємодія дислокацій, що відбувається при їх переміщенні, спричинює еволюцію дислокаційної структури – вона з неупорядкованої (структура “ліс”) стає “комірковою”, тобто з'являються вільні від дислокацій ділянки, які розділені багатокутковими або малокутковими стінками з дислокацій. На існуючу зеренну структуру начебто накладається субзеренна сітка з дислокацій і структура стає більш впорядкованою та дрібнозернистою. Отримані результати можуть бути інтерпретовані впорядкованістю дислокаційної структури під дією досить сильного магнітного поля (~2 Тл).

Гранулометричний аналіз поверхні показав збільшення кількості дрібних об'єктів після магнітної обробки (табл. 2).

Для рис. 5, *а* спостерігається аналогічна рис. 3, *а* картина: головний вектор орієнтації змінив свій напрямок (з 93 на 111 град). З рис. 4, *б* видно, що точки згруповані у вигляді “хмари”. Це свідчить про те, що структура до обробки грубодисперсна. Рис. 5, *б* показує, що кількість дріб-

Таблиця 2. Фур'є-спектроскопія литого зразка NiAl–Re до та після його обробки в імпульсному магнітному полі

$A_0, \%$	$A_\Phi, \%$	$N, \%$	$A_0, \%$	$A_\Phi, \%$	$N, \%$
До обробки			Після обробки		
7,6	38	2	50,7	95	21

них об'єктів збільшилася (до обробки – 2%, а після – 21%) і точки з однаковою щільністю (яскравістю) чітко розташовані відносно діагоналі матриці. Коефіцієнт анізотропії η прямує до нуля, а це означає, що після обробки в магнітному полі поверхня стає максимально анізотропною.

З рис. 4, а та 5, а видно, що після обробки матеріалу в магнітному полі в інтервалі кутів діапазонів 90–100, 100–110, 110–120 та 120–130 град так само, як і у випадку з MAO, збільшилася кількість блоків структурних складових. Це ще раз підтверджує той факт, що в результаті дії магнітного поля структура стає більш дрібнодисперсною, а також залишається приблизно однорідною по всьому об'єму матеріалу як до обробки, так і після неї.

Результати порівняльного аналізу гістограм поверхні при однаковому збільшенні та однаковому напрямку сканування на електронно-растровому зображенні дають змогу оцінити характер пакування та розмір елементів структури у вибраному напрямку, робити порівняльну оцінку анізотропії досліджуваних поверхонь по ширині гістограми та кількості максимумів на ній (див. рис. 4, 5).

Можна припустити, що ширина гістограми пов'язана з групуванням точок відносно діагоналі матриці, інтенсивність піків відповідає щільності їх групування, а кількість піків відповідає кількості розподілів структурних неоднорідностей у матеріалі.

Відомо [1, 2], що до розташування матеріалу в магнітному полі дислокації перебувають у рівновазі, а введення поля приводить їх до руху. Також під дією магнітного поля спостерігається зрушення крайових дислокацій, їх переміщення та вихід на поверхню. Вище вже відзначалося, що в результаті дії на матеріал магнітного поля дислокації можуть ставати впорядкованими та вибудовуватися в "сітку". Однак такі зміни дислокаційної структури відбуваються в об'ємі матеріалу. При цьому поверхневі зміни пов'язані

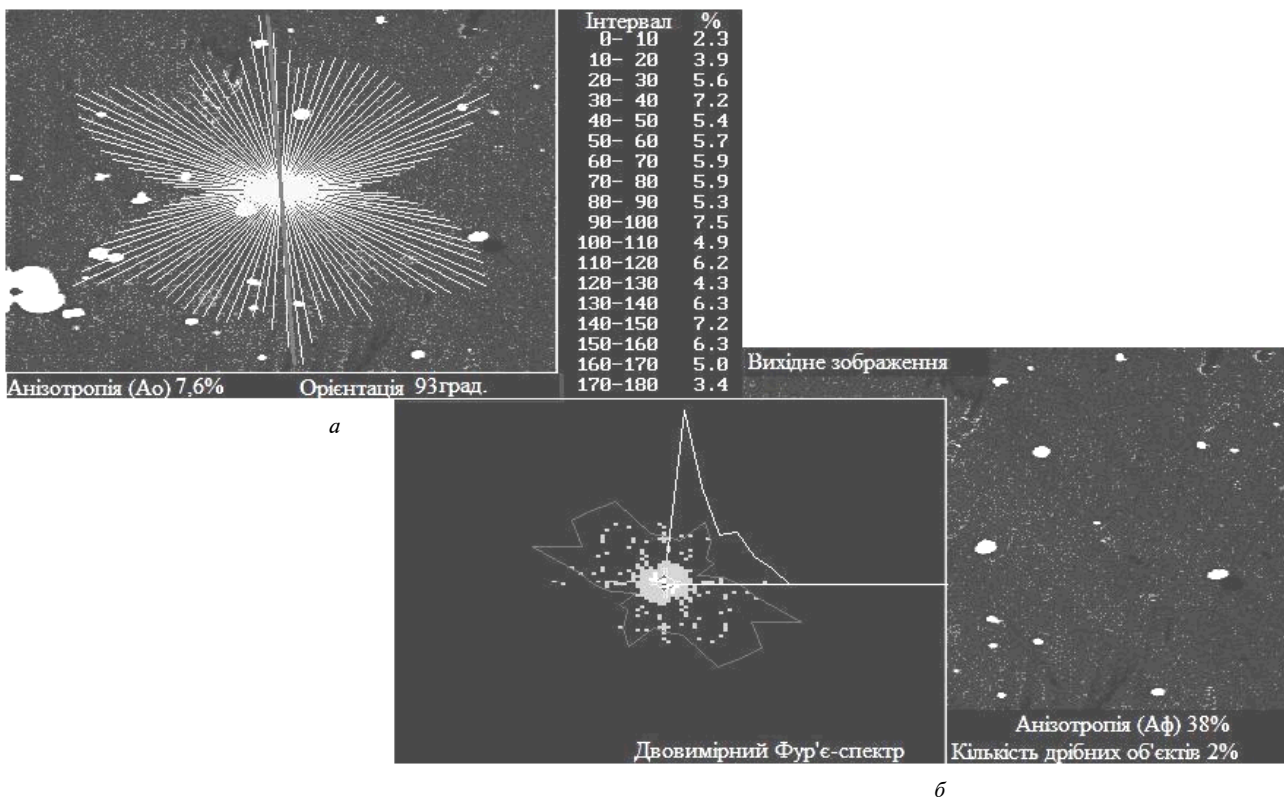


Рис. 4. Фур'є-спектроскопія поверхні сплаву NiAl–Re до обробки в імпульсному магнітному полі: а – гістограма орієнтації елементів зображення; б – графічне зображення оцінки текстурування та орієнтації напрямку

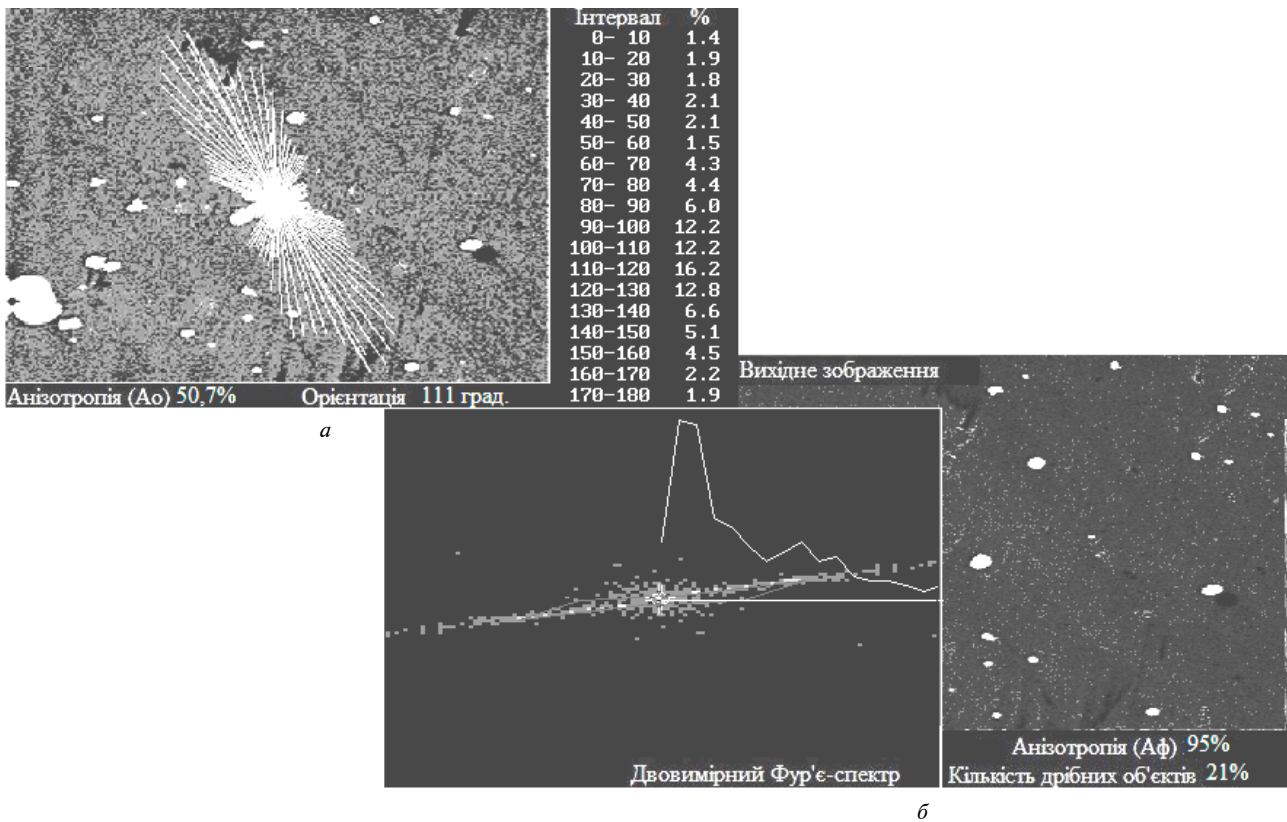


Рис. 5. Фур'є-спектроскопія поверхні сплаву NiAl–Re після обробки в імпульсному магнітному полі: *a* – гістограма орієнтації елементів зображення; *б* – графічне зображення оцінки текстуровування та орієнтації напруг

із змінами всередині матеріалу. Можна припустити, що дислокації в упорядкованому стані в процесі обробки в магнітному полі виходять на поверхню матеріалу. Тому при оцінюванні поверхні за допомогою Фур'є-спектроскопії можна судити також про зміни, що відбуваються всередині самого матеріалу.

Висновки

В результаті проведеного порівняльного аналізу гістограм орієнтації елементів зображення, а також графічних зображень оцінки текстуровування та орієнтації напруг поверхні NiAl–Re-

матеріалів за допомогою Фур'є-аналізу встановлено, що після MAO структура стає більш дрібнодисперсною з чіткою орієнтацією напруг по межах структурних складових. У зразках, які піддавалися тільки дії магнітного поля, також помітні аналогічні структурні зміни. Ці результати можна пов'язати зі змінами дислокаційної структури матеріалів під дією магнітного поля, а саме з переміщенням дислокацій та їх упорядкуванням в процесі магнітної обробки. З результатів даної статті впливає перспективність дослідження структури матеріалів методом Фур'є-спектроскопії.

В.Е. Оликер, Т.Я. Гридасова, Е.Н. Елисеєва,
В.Л. Сироватка

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ МАГНИТНОГО ПОЛЯ НА СТРУКТУРУ NiAl-Re-МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ ФУРЬЕ-СПЕКТРОСКОПИИ

Проанализировано влияние магнитно-абразивной обработки, а также обработки только в магнит-

V.Yu. Oliker, T.Ya. Gridasova, O.M. Elisyeyeva,
V.L. Syrovatka

RESEARCH OF INFLUENCE OF THE MAGNETIC FIELD ON STRUCTURE OF NiAl-Re MATERIALS BY MEANS OF FOURIER-SPECTROSCOPY

This paper studies the influence of a magnetic-abrasive treatment, as well as the treatment in a mag-

ном поле на изменение структуры материалов с помощью Фурье-спектроскопии. Установлено, что структура исследуемых материалов после их обработки становится более мелкодисперсной с четкой ориентацией напряжений по границам структурных составляющих.

netic field on the change of materials structure, applying Fourier-spectroscopy. Experimental results show that after the treatment the structure of investigated materials became more fine-dispersed with a well-defined orientation of tension on a boundary of the structured components.

1. *Бродовий О.В.* Магнітні властивості структурно-неупорядкованих слабомагнітних твердих тіл: Дис. ... докт. фіз.-мат. наук. – К.: ГБ, 2007. – 278 с.
2. *Головин Ю.М.* Магнітопластичність твердих тіл: Обзор // Фізика твердого тіла. – 2004. – **46**, вып. 5. – С. 769–803.
3. *Миронов В.М.* Само- и гетеродиффузия в металлах при действии магнитных полей и импульсных деформаций: Дис. ... докт. фіз.-мат. наук. – М.: РГБ, 2005. – 293 с.
4. *Белл Р. Дж.* Введение в Фурье-спектроскопию. – М.: Мир, 1975. – 160 с.
5. *Белый А.В., Карпенко Г.Д., Мышкин Н.К.* Структура и методы формирования износостойких поверхностных слоев. – М.: Машиностроение, 1991. – 208 с.
6. *Чеботкевич Л.А., Огнев А.В., Грудин Б.Н.* Структура и магнитная анизотропия пленок Co/Cu/Co // Фізика твердого тіла. – 2004. – **46**, вып. 8. – С. 1449–1454.
7. *Оликер В.Е., Барабаш М.Ю., Гречишкин Е.Ф. и др.* Механические свойства эвтектических β -NiAl + γ -Re- сплавов и напыленных покрытий // Порошк. металлургия. – 2006. – № 3-4. – С. 78–87.
8. *Оликер В.Е.* Порошки для магнитно-абразивной обработки и износостойких покрытий. – М.: Металлургия, 1990. – 176 с.
9. *Оликер В.Е.* Применение, классификация и тенденции развития абразивной обработки ферромагнитными порошками. – К., 1984. – (Препринт; АН УССР. ИПМ). – 66 с.
10. *Компьютеризация* растровых электронных микроскопов – новый уровень изучения и контроля поверхностей / А.Г. Гонтарь, В.Н. Ткач, Е.С. Кузьменко, С.В. Ткач, А.А. Шепелев // Инструментальный світ. – 2001. – № 12. – С. 16–18.
11. *Гоулдстейн Дж., Яковиц Х.* Практическая растровая электронная микроскопия / Пер. с англ. под ред. В.И. Петрова. – М.: Мир, 1978. – 656 с.
12. *Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д., Эчлин П., Джой Д., Фиори Ч., Лифшин Э.* Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. – В 2-х кн. / Пер. с англ. под ред. В. И. Петрова. – М.: Мир, 1984. – 652 с.
13. *Вудраф Д., Делчар Т.* Современные методы исследования поверхности / Пер. с англ. под ред. Е.Ф. Шека, В.И. Раховского. – М.: Мир, 1989. – 568 с.

Рекомендована Радою факультету біотехнології і біотехніки НТУУ "КПІ"

Надійшла до редакції
21 квітня 2008 року