Методы измерений, контроля, диагностики

УДК 621.81:621.891

ДИАГНОСТИКА ЛОКАЛЬНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПО РАБОТЕ ВЫХОДА ЭЛЕКТРОНА

Пантелеев К.В., Свистун А.И., Жарин А.Л.

Белорусский национальный технический университет, г. Минск, Республика Беларусь e-mail: nilpt@tut.by

Рассмотрены вопросы измерения работы выхода электрона по контактной разности потенциалов и экспериментально обоснована возможность применения этих методов для оценки напряженно-деформированного состояния поверхностных слоев металлов и сплавов. Разработаны методики и приведены примеры их применения для исследования локализации пластической деформации с применением зонда Кельвина. Показано, что исследование топологии работы выхода электрона деформируемой поверхности позволяет определять вид деформации, изучать динамику дефектов на поверхности, выявлять потенциальные очаги разрушения на локальных участках поверхности.

Ключевые слова: зонд Кельвина–Зисмана, контактная разность потенциалов, работа выхода электрона, поверхность, локализация пластической деформации

Введение

Локализация пластической деформации любых материалов, независимо от их физической природы, кристаллографического состояния и реальной структуры связанна со спецификой локализованных сдвиговых неустойчивостей на всех структурных и масштабных уровнях [1, 2]. На атомном уровне пластическое течение обусловлено зарождением и распространением трансляционных дислокаций и представляет собой непрерывную цепь повторяющихся во времени и локализованных в пространстве актов перехода решетки кристалла в механически неустойчивое состояние и последующего выхода из него. На микроуровне это различные неустойчивости трансляционного типа, неустойчивости ротационного типа (частичные дисклинации, их диполи, петли и др.), трансляционно-ротационные неустойчивости. На мезоуровне пластические неустойчивости принимают форму полос сдвига, а также локализованных по цепочкам ранее созданных границ или вдоль новых границ сдвигов и поворотов сопрягающихся областей кристалла. На макроуровне речь идет о крупномасштабных и очень сложных взаимно коррелированных сдвиговых неустойчивостях ротационного типа. Наименьшую сдвиговую устойчивость в деформируемом твердом теле имеет его поверхностный слой. Поэтому первичные сдвиги зарождаются на поверхности и генерируют в объем материала все виды деформационных дефектов. Подобную роль играют также внутренние границы раздела подсистем с различной сдвиговой устойчивостью (межфазные и межзеренные границы, двойники, включения, микроскопические поры и трещины и др.) [2]. Хорошо известно, что работа выхода элек-

Хорошо известно, что раоота выхода электрона (РВЭ) является чувствительным параметром к описанным выше деформационным эффектам, а именно к изменению концентрации мест выхода дислокаций, поверхностным дефектам, атомарной шероховатости и др. [3–7].

РВЭ (Φ) – это энергия, которую необходимо затратить для удаления электрона из твердого или жидкого вещества в вакуум. Если электростатический потенциал в вакууме φ_0 , в веществе φ_i , а E_F – энергия Ферми, то РВЭ определяется уравнением [2]:

$$\Phi = (\varphi_i - \varphi_0) - E_F = \Delta \varphi - E_F = 4\pi P_S - E_F \qquad (1)$$

Величина $\Delta \varphi$ представляет собой разность между электростатическим потенциалом электрона внутри металла и электростатическим потенциалом электрона вне металла в определенной точке. При этом $\Delta \varphi = 4\pi P_S$, где P_S – дипольный момент двойного электрического слоя

на единицу площади поверхности. Следовательно, величина РВЭ зависит как от состояния объема металла E_F , так и от состояния его поверхности P_S (кристаллографическая ориентация поверхности, дефекты и т.д.).

Механические воздействия влияют на РВЭ как через уровень Ферми металла, так и через изменение потенциала двойного электрического слоя. При механическом нагружении происходит изменение компактности решетки металла, т.е. изменяется объем кристаллической решетки, а, следовательно, и объем, занимаемый свободными электронами. Это вызывает изменение положения уровня Ферми и тем самым изменение РВЭ. Для большинства металлов и сплавов изменение РВЭ с увеличением сжатия кристалла положительно, т.е. РВЭ возрастает. Типичное изменение РВЭ составляет порядка нескольких микроэлектронвольт/бар [1]. Дефекты кристаллической решетки оказывают более существенное влияние на РВЭ. Атомы в окрестностях дислокаций испытывают значительное гидростатическое давление, создаваемое полем напряжений. В месте выхода дислокаций локальные изменения РВЭ могут составлять величину порядка 10⁻²-10⁻¹ эВ [4].

Из сказанного выше вытекает целесообразность применения методов, основанных на регистрации отклонений РВЭ поверхности для исследования процессов пластического деформирования материалов.

Целью настоящей работы является разработка методики исследования локальных изменений пластической деформации по регистрации изменений работы выхода электрона по поверхности.

Приборы и методы измерений

Для измерения РВЭ наиболее широко используется метод вибрирующего конденсатора (зонд Кельвина–Зисмана). Метод является полностью бесконтактным и позволяет измерять контактную разность потенциалов (КРП) между исследуемой и эталонной поверхностями [5].

Эффект КРП и принцип его измерения методом зонда Кельвина-Зисмана поясняются рисунком 1. На рисунке 1а показаны два металла расположенные в тесной близости и разделенные тонким вакуумным зазором, электрический контакт между ними отсутствует. После сближения до некоторого расстояния (рисунок 1б), при котором возможен эффективный обмен электронами, обусловленный термоэлектронной эмиссией, происходит перенос электронов из металла с большей РВЭ в металл с меньшей РВЭ. Поверхность первого металла заряжается положительно, второго - отрицательно. При этом в зазоре возникает электрическое поле и, соответственно, разность потенциалов е U_{СРD}. Условием равновесия в этом случае будет равенство уровней Ферми, а КРП будет равна разности РВЭ между металлами:

$$eU_{CPD} = \varphi_1 - \varphi_2, \qquad (2)$$

где φ_1 и φ_2 – РВЭ исследуемой и эталонной поверхностей, соответственно; *е* – заряд электрона; U_{CPD} – КРП.

На рисунке 1в показан физический принцип измерения КРП методом зонда Кельвина– Зисмана в случае двух металлов.

Суть метода заключается в том, что поверхность исследуемого образца M_1 и торцевая поверхность измерительного электрода M_2 , вибрирующего под действием электромеханического вибратора, формируют обкладки плоского конденсатора емкостью C_{12} . Вследствие различия РВЭ материалов пластин конденсатор будет иметь заряд Q, в соответствии с уравнением:

$$Q = C_{12} \frac{\varphi_1 - \varphi_2}{e} = C_{12} U_{CPD} \,. \tag{3}$$



Рисунок 1 – Процесс возникновения контактной разности потенциалов (а, б) и принцип измерения ее зондом Кельвина–Зисмана (в)



Рисунок 2 – Схема установки для регистрации отклонений работы выхода электрона по исследуемой поверхности при ее сканировании зондом Кельвина–Зисмана [5]

Емкость конденсатора С12 при периодическом изменении расстояния между пластинами конденсатора будет периодически изменяться. При достаточно большом сопротивлении резистора $R_{\rm L}$ заряд не будет успевать стекать с обкладок конденсатора за период изменения емкости. Переменное напряжение с динамического конденсатора поступает на вход предусилителя, затем на индикатор нулевого сигнала. С помощью внешнего источника на конденсатор подается напряжение компенсации U_{comp} такой величины, чтобы переменный сигнал стал нулевым, т.е. чтобы оно скомпенсировало КРП. При этом $U_{comp} = -U_{CPD}$. В методе Кельвина-Зисмана полагается, что КРП не изменяется за период колебаний эталонного образца, поэтому ток в конденсаторе описывается уравнением:

$$i = \frac{dQ}{dt} = U_{CPD} \frac{dC_{12}}{dt}.$$
(4)

Функциональная схема установки для измерения распределения РВЭ поверхности деформируемых образцов показана на рисунке 2.

Измеритель КРП (разработка НИЛ ПТ БНТУ) с помощью привода вертикального позиционирования (*Parker Hannifin Corporation*, США) размещается над поверхностью исследуемого образца, закрепленного на рабочем столике. Сканирование поверхности образца осуществляется перемещения рабочего столика по меандру по осям X, Y. Двухкоординатный привод приводится в движение шаговыми двигателями (*Parker Hannifin Corporation* США).

Управление сканированием и сбор данных полностью осуществляется с компьютера, оснащенного платой управления приводом AT6400-AUX1-240V *Parker Hannifin Corpora*- *tion* (США) и платой сбора данных *PCI* - 6024E *National Instruments Corporation* (США).

Принцип действия прибора заключается в регистрации отклонения РВЭ по исследуемой поверхности при ее сканировании.

По результатам измерений строится пространственно-топологическое изображение РВЭ в серых тонах. После сканирования происходит запись результатов в виде численного массива, который при необходимости может быть преобразован в удобную для исследований форму.

Описанный метод характеризуются различными совокупностями метрологических параметров и функциональных возможностей: разрешающей способностью, чувствительностью (0,1–1 мэВ), скоростью измерения и др., что позволяет оптимизировать измерения в зависимости от конкретного объекта исследований.

Материалы и методики исследования

В качестве материала опытных образцов использовалась сталь марки 45 (ГОСТ 1050-88).

Исследования проводились по трем схемам приложения нагрузки:

- точечное нагружение;
- одноосное сжатие;
- одноосное растяжение.

Исследование деформации при точечном приложении нагрузки проводилось с целью выявления неоднородности поля деформации при локальном нагружении образца единичной микронеровностью. Для этого использовался твердомер Бринелль ТШ-2м. Шарик диаметром 5 мм вдавливался в поверхность исследуемого образца с нагрузкой 7357 Н (К = 30). При такой схеме нагружения, вследствие контактного характера приложения нагрузки, объем материала под индентором испытывает сопротивления окружающих микрообъемов и находится в состоянии всестороннего неравномерного сжатия. На практике это самое мягкое из механических испытаний напряженных состояний, поэтому даже хрупкие материалы не разрушаются, а дают пластический отпечаток. После снятия нагрузки изучалось распределение РВЭ по контактной поверхности образцов.

Во втором случае сжимающая нагрузка прикладывалась к образцам через гладкую стеклянную пластину. После 30 с нагрузка снималась и регистрировалось изменение топологии РВЭ контактной поверхности. Описанные действия повторялись при ступенчатом увеличении удельной нагрузки. Такая схема нагружения позволила проследить эволюцию зарождения и распределение дислокационной подсистемы от степени деформирования.

В третьем случае целью эксперимента явилось выявление мест с повышенной и пониженной плотностью дефектов, что позволило установить закономерности локализации деформации. Для этого образцы соответствующей формы и размеров устанавливались в разрывную машину типа «Instron». Одна из сторон образца шлифовалась, затем полировалась. Для инициирования образования микротрещин вдоль определенной линии, а в дальнейшем и разрыв материала создавался исходный дефект – надрез.

В процессе испытательного цикла регистрировались удлинение образца и РВЭ в зависимости от приложенной нагрузки. В характерных точках на кривой деформации испытания прекращались и производилась регистрация топологии РВЭ.

Результаты исследований и их обсуждение

Вопросы влияния деформирования на РВЭ интенсивно исследовались ранее в работах [6, 7].

В общем случае при простом одноосном растяжении (рисунок 3) до предела пропорциональности, т.е. в области упругих деформаций, РВЭ изменяется незначительно. Наблюдается некоторое увеличение РВЭ с увеличением нагрузки (1–1,5 мэВ) [6].

Дальнейшая деформация выше предела пропорциональности приводит к резкому понижению РВЭ с последующей тенденцией к насыщению. Такое понижение РВЭ связано с образованием и движением дислокаций в поверхностных слоях образца. Следовательно, интегральное значение РВЭ поверхности при пластической деформации может значительно изменяться с изменением плотности дефектов, а в данном случае с изменением плотности мест выхода дислокаций на поверхности.

С дальнейшим повышением нагрузки скорость изменения РВЭ уменьшается и при достижении стадии динамического возврата не зависит от дальнейшего повышения нагрузки. Резкий перегиб изменений РВЭ наблюдался при растяжении как пластичных, так и хрупких материалов, не имеющих площадки текучести.



Рисунок 3 – Диаграмма напряжений и зависимость работы выхода электрона от деформации при одноосном растяжении [6]

В работе [7] проводилось исследование зависимости РВЭ от удельной нагрузки в случае простого одноосного сжатия через гладкую стеклянную пластину (рисунок 4), при этом измерялась величина РВЭ контактной и боковой поверхностей образца. Перегиб изменений РВЭ для контактной поверхности ($P_{пов}$) возникает при значительно меньших нагрузках, чем для боковой поверхности ($P_{oб}$), т.е. регистрируется начало пластических процессов микрообъемов шероховатости.



Рисунок 4 – Зависимости работы выхода электрона контактной (С) и боковой (V) поверхностей от нагрузки при одноосном сжатии [7]

Исследования зависимости РВЭ и параметра шероховатости *Ra* от степени деформации показали (рисунки 5, 6), что изменение РВЭ наступают несколько раньше начала регистрируемых изменений *Ra*. Таким образом, начало уменьшения РВЭ в данном случае определяет предел текучести в тонком поверхностном слое еще до наступления пластических деформаций, регистрируемых по изменению параметра *Ra*.



Рисунок 5 – Зависимости работы выхода электрона и параметра шероховатости *Ra* от удельной нагрузки при нагружении шероховатой поверхности стали 45 гладкой поверхностью контробразца [7]

В дополнение к изучению влияния деформации на РВЭ нами было проведено исследование топологии РВЭ при нагружении.

На рисунке 7 представлены экспериментальные исследования распределения РВЭ после точечного приложения нагрузки. Из рисунка видно, что РВЭ изменяется немонотонно по оси приложения нагрузки и в общем случае представляет периодическую функцию. Частота и период изменений зависят от степени деформации. Наблюдается значительный разброс РВЭ по поверхности и формирование достаточно большой области с низкой РВЭ, которая в целом характеризует область пластического течения. Таким образом, полученные данные хорошо согласуются с тем, что основной вклад в уменьшение РВЭ при деформации оказывают дефекты, обусловленные пластическим течением в области приложения нагрузки.



Рисунок 7 – Топология работы выхода электрона при точечном нагружении



Рисунок 6 – Зависимости работы выхода электрона и параметра шероховатости *Ra* от удельной нагрузки при нагружении гладкой поверхности стали 45 шероховатой поверхностью контробразца [7]

На рисунке 8 представлены экспериментальные исследования распределения РВЭ после нагружения образцов через гладкую стеклянную пластину при ступенчатом увеличении контактного давления.

Первоначально на поверхности материала наблюдается хаотическое распределение дефектов (рисунок 8а). Однако уже при небольших деформациях, при контактном давлении 0,2 МПа, формируются области с повышенной плотностью дефектов (рисунок 8б), при этом распределение РВЭ по поверхности становится более равномерным. В общем случае данные области формируются случайным образом. С увеличением степени деформации наблюдается чередование нескольких локальных областей повышенной и пониженной плотности дефектов (рисунок 8в, 8г). С увеличением деформации наблюдается значительный разброс РВЭ по поверхности и формирование достаточно большой области с низкой РВЭ (рисунок 8д, 8е). Из данных исследований становится видно, каким образом на поверхности происходит коллективное движение дислокационных структур. В данном случае на поверхности образца проявляются не только различные виды краевых и винтовых дислокаций, но и дислокации с противоположными знаками. Вероятно, наблюдаемый эффект связан с неоднородной структурой микровыступов шероховатости и с увеличением в процессе нагружения фактической площади контакта на всем интервале от предела текучести и до изменения геометрии поверхностной микроструктуры.





На рисунке 9 представлено изменение топологии РВЭ от степени деформации при одноосном растяжении в соответствующих точках по диаграмме напряжения (рисунок 3).

Из рисунка 9 видно, что на образце, не подвергнутом деформации, наблюдаются регулярно чередующиеся полосы отклонения РВЭ. Такие полосы, как правило, наблюдаются после шлифовки. При деформации порядка 0,1 % и напряжениях, меньших предела текучести, наблюдается незначительное изменение РВЭ по поверхности (рисунок 9а), при этом распределение РВЭ становится более равномерным. С увеличением деформации наблюдается значительный разброс РВЭ по поверхности и формирование достаточно большой области с низкой РВЭ (рисунок 9б). При дальнейшем увеличении напряжений наблюдается уменьшение размеров области с пониженной РВЭ (рисунок 9в). Интенсивное уменьшение РВЭ при деформации обусловлено увеличением плотности дислокаций в поверхностном слое, а именно при начале микропластической деформации. Перед разрушением наблюдается резкое повышение РВЭ в узкой области образования трещины и понижение РВЭ вне области разрушения (рисунок 9г). После разрушения образца распределение РВЭ по поверхности становится более ровным, что, по-видимому, связано с разрядкой дефектов на трещинах.



Рисунок 9 – Распределение работы выхода электрона боковой поверхности образца из стали 45 при простом одноосном растяжении в характерных точках по диаграмме напряжения (рисунок 3)

Таким образом, на рисунке 9 прослеживаются зарождение и развитие в поверхностном слое образца локализации пластической деформации задолго до начала текучести (рисунок 3) и появления трещины.

Заключение

В работе экспериментально обоснована возможность применения метода вибрирующе-

Приборы и методы измерений, № 1 (10), 2015

го зонда Кельвина–Зисмана для исследований механизмов зарождения и распространения дислокационной подсистемы, а также законо мерностей протекающих при этом процессов, в частности локализации пластической деформации по топологии работы выхода электрона.

Предложенные методики позволили получить следующее результаты:

 – распределение работы выхода электрона по поверхности вдоль оси нагружения в общем случае имеет волнообразный характер и коррелирует с изменением дислокационных структур при пластической деформации;

– по топологии работы выхода электрона установлено, что общим свойством пластического течения твердых тел является его локализация на всех стадиях деформации, причем тип распределения очагов локализации зависит от степени деформации. Локальное понижение РВЭ может служить в качестве критерия выявления потенциальных мест разрушения. Причем площадь области с низкой работой выхода электрона говорит о степени локализации. Чем более узкая область с пониженной работой выхода электрона, тем более высокая локализация деформации и выше вероятность разрушения материала в этой области.

Список использованных источников

- Панин, В.Е. Структурные уровни пластической деформации и разрушения / В.Е. Панин, Ю.В. Гриняев, В.И. Данилов [и др.]. – Новосибирск : Наука, 1990. – 255 с.
- Малыгин, Г.А. Самоорганизация дислокаций и локализация скольжения в пластически деформируемых кристаллах / Г.А. Малыгин // Физика твердого тела. – 1995. – Т. 37. – № 1. – С. 3–42.
- Фоменко, В.С. Эмиссионные свойства материалов: справочник / В.С. Фоменков. – Киев : Наукова думка. – 1981. – 338 с.
- Минц, Р.И. Деформационное изменение работы выхода электрона / Р.И. Минц, В.П. Мелехин, М.Б. Партенский // Физика твердого тела. – 1974. – Т. 16. – № 12. – С. 3584–3586.
- Zharin, A.L. Contact Potential Difference Techniques As Probing Tools in Tribology and Surface Mapping / A.L. Zharin // Scanning Probe Microscopy in Nanoscience and Nanotechnology. – Heidelberg: Springer-Verlag. – 2010. – P. 687–720.
- Жарин, А.Л. Влияние контактных деформаций на величину работы выхода электрона поверхностей / А.Л. Жарин, Е.И. Фишбейн, Н. Шипица // Трение и износ. – 1995. – Т. 16. – № 3. – С. 488–504.
- 7. Жарин, А.Л. Определение вида контактной деформации по работе выхода электрона / А.Л. Жарин, В.А. Генкин, Н.А. Шипица // Трение и износ. – 1990. – Т. 11. – № 1. – С. 173–175.

METHODS FOR LOCAL CHANGES IN THE PLASTIC DEFORMATION DIAGNOSTICS ON THE WORK FUNCTION

Panteleyev K.V., Svistun A.I., Zharin A.L.

Belarusian National Technical University, Minsk, Republic of Belarus e-mail: K.pantsialeyeu@live.ru

Abstract. The paper describes the electronic work function measurements by the contact potential difference technique, and experimental demonstration of the possibility of these methods application for the stress-strain state of the surface layer of the metals and alloys. The techniques end examples of their application of localization of plastic deformation studies using the Kelvin probe are developed and present. The study topology of work function the deformed surface possible to determine the type of deformation and dynamics of defects on the surface, identify potential spots of destruction on local areas of plastic deformation.

Keywords: Kelvin–Zisman probe, contact potential difference, work function, surface, localization of plastic deformation.

Приборы и методы измерений, № 1 (10), 2015

References

- 1. Panin V.E., Grinyaev J.V., Danilov V.I. et al. *Strukturnye urovni plasticheskoj deformatsii i razrusheniya* [Structural levels of plastic deformation and fracture]. Novosibirsk, Nauka Publ., 1990, 255 p. (in Russian).
- 2. Malygin G.A. [Self-organization and localization of dislocation slip in plastically deformed crystals]. *Fizika tviordogo tela*, 1995, T. 37, no. 1, pp. 3–42 (in Russian).
- 3. Fomenko V.S.. *Emissionnye svojstva materialov: spravochnik* [Emission properties of materials: a handbook]. Kiev, Naukova dumka Publ., 1981, 338 p. (in Russian).
- 4. Minc R.I., Melehin V.P., Partenskij. [Strain variation of the work function]. *Fizika tviordogo tela*, 1974, T. 16, no. 12, pp. 3584–3586 (in Russian).
- Zharin A.L. Contact Potential Difference Techniques As Probing Tools in Tribology and Surface Mapping. Scanning Probe Microscopy in Nanoscience and Nanotechnology. Heidelberg: Springer-Verlag, 2010, pp. 687–720.
- 6. Zharin A.L., Fishbein E.I., Shipica N.A. [Effect of contact deformations on the value work function of the surfaces]. *Trenie i iznos*, 1995, T. 16, no. 3, pp. 488–504 (in Russian).
- 7. Zharin A.L., Genkin V.A., Shipica N.A. [Determination of the type of contact deformation on the work function]. *Trenie i iznos*, 1990, T. 11, no. 1, pp. 173–175 (in Russian).

Поступила в редакцию 26.02.2015.

Приборы и методы измерений, № 1 (10), 2015