



Imię i nazwisko autora rozprawy: Paweł Maciakowski Dyscyplina naukowa: Fizyka

ROZPRAWA DOKTORSKA

Tytuł rozprawy w języku polskim: *Mechaniczny efekt Barkhausena, właściwości oraz wykorzystanie do wyznaczania funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych*

Tytuł rozprawy w języku angielskim: Mechanical Barkhausen noise, its properties and application to evaluation of internal stress distribution function

Promotor
FIOIIIOIOI
podpis
dr hab Bolesław Augustyniak
Promotor pomocniczy
podpis
dr inż I opzak Diotrowski
UI IIIZ. LESZEK PIULIOWSKI

Gdańsk, 2016

MOST WIEDZY Pobrano z mostwiedzy.pl

Aleksandrze i Helenie

Podziękowania

Chciałbym serdecznie podziękować mojemu promotorowi dr hab. Bolesławowi Augustyniakowi za nieocenioną pomoc okazaną podczas przygotowywania dysertacji. Był Pan również nieustannym źródłem motywacji do pracy, niestrudzonym rozmówcą podczas konwersacji naukowych i wymian poglądów, a także okazał mi Pan dużo cierpliwości i wyrozumiałości, za co chcę równie mocno podziękować. Dr inż. Markowi Chmielewskiemu chciałbym bardzo podziękować za przekazanie bezmiaru wiedzy dotyczącej zagadnień metrologoicznych i elektronicznych, długie dyskusje dotyczące istoty rzeczy tej dysertacji - bez Pana nie byłaby ona możliwa do zrealizowania. Pragnę równie mocno podziękować dr inż. Leszkowi Piotrowskiemu za współpracę naukową, wymianę poglądów oraz bycie glosem rozsądku w dyskusjach. Dziękuję również mrg inż. Zbigniewowi Usarkowi za wspólną pracę w ramach realizowanych projektów oraz pomoc okazaną w trakcie pisania dysertacji - bez tego nie byłbym w stanie jej ukończyć jednocześnie pracując w Gdyni.

Dysertacja ta została wzbogacona przez współpracę z Instytutem Podstawowych Problemów Techniki PAN w Warszawie, dzięki której możliwe były badania w trakcie prób zmęczeniowych oraz Akademią Marynarki Wojennej w Gdyni, Politechniką Warszawską oraz Instytutem Metali Nieżelaznych w Skawinie w ramach projektu NCBiR (nr PBS1/A9/14/2012) pt. Opracowanle magnetycznej metody oceny stanu naprężeń w materiałach konstrukcyjnych zwłaszcza anizotropowych. Kieruję do Państwa wyrazy wdzięczności.

Chciałbym również podziękować wszystkim osobom w Ośrodku-Badawczo Rozwojowym Centrum Techniki Morskiej S.A., które ułatwiały mi przygotowanie tej dysertacji poprzez pogodzenie moich obowiązków służbowych z pracą naukową.

Ta dysertacja nie mogłaby również powstać, gdyby nie wielkie wsparcie i cierpliwość ze strony mojej rodziny. Moja praca wymagała wielu poświęceń z Waszej strony, za co z całego serca Wam dziękuję i co ogromnie doceniam!

Spis treści

1	Wst	:ęp		1
	1.1	Cel pr	acy	1
	1.2	Zakres	s pracy	2
2	Właściwości magnetosprężyste ferromagnetyków			
	2.1	Strukt	tura domenowa ferromagnetyków	5
		2.1.1	Energia wewnętrzna ferromagnetyka	5
		2.1.2	Energia wymiany	7
		2.1.3	Energia magnetostatyczna	9
		2.1.4	Energia anizotropii magnetokrystalicznej	11
		2.1.5	Energia magnetosprężysta	13
		2.1.6	Energia granic domenowych	16
		2.1.7	Struktura domenowa	19
	2.2 Ruch granicy domenowej			
	2.3	Wpły	w naprężenia na namagnesowanie oraz proces magnesowania .	28
	2.4	.4 Histereza magnetosprężysta		
		2.4.1	Opis zjawiska TWM	30
		2.4.2	Modele opisujące TWM	33
	2.5	Mecha	aniczny efekt Barkhausena	41
		2.5.1	Opis zjawiska MeBN	41
		2.5.2	Zastosowania MeBN	48
		2.5.3	Zastosowanie MeBN do wyznaczenia wartości naprężenia we-	
			wnętrznego	49
3	Nap	rężenie	e wewnętrzne	55
	3.1	Klasy	fikacja naprężenia wewnętrznego	56
	3.2	Obser	wowane poziomy naprężenia wewnętrznego	60

4	Tezy	dysertacji	
---	------	------------	--

5	Bad	lane materiały	67
	5.1	S235JR	67
	5.2	S460ML	68
	5.3	13HMF	68
	5.4	P91	69
	5.5	X20	70
	5.6	Fe-Si 3%	71
	5.7	Obróbka materiałów	72
6	Ukł	ady badawcze	77
	6.1	Porównanie geometrii cewek oraz opracowanie sondy MeBN $\ .$	77
	6.2	Układy pomiarowe MeBN służące do wymuszania i rejestracji drgań	83
		6.2.1 Wykorzystanie maszyn do prób zmęczeniowych $\hfill \ldots \hfill \ldots$	88
	6.3	Korekcja wpływu prędkości obciążania na MeBN	90
	6.4	Pomiar pola koercji magnetycznej	94
	6.5	Pomiar magnetycznego efektu Barkhausena	94
	6.6	Pomiar twardości	95
	6.7	Pomiary dyfrakcji promieni rentgenowskich	95
7	Opr	acowane oprogramowanie	97
	7.1	Oprogramowanie do rejestracji pomiarów MeBN	97
	7.2	Oprogramowanie do rejestracji pomiarów MeBN podczas prób zmę-	
		czeniowych	98
	7.3	Oprogramowanie do analizy wyników pomiarów MeBN $\ .\ .\ .\ .$	98
	7.4	Oprogramowanie do analizy wyników prób zmęczeniowych $\ .\ .\ .$.	100
8	Орі	s metodyki analizy wyników pomiarów	101
	8.1	Model numeryczny emisji MeBN	101
		8.1.1 Historia modeli \ldots	102
		8.1.2 Model Soultana	103
		8.1.3 Proponowany model emisji MeBN podczas obciążania mate-	
		riału	108
		8.1.4 Analiza działania modelu	120

ii

	8.2	Opracowana metodyka analizy wyników pomiarów	136
9	Wyı	niki pomiarów	143
	9.1	Wyniki pomiarów natężenia emisji MeBN dla próbek Fe-Si 3% o zo-	
		rientowanym ziarnie	143
	9.2	Wyniki pomiarów natężenia emisji MeBN podczas próby zmęczenio- wej próbki ze stali 13HMF	146
	9.3	Wyniki pomiarów natężenia emisji MeBN próbek ze stali S235JR po	
		deformacji plastycznej	153
	9.4	Wyniki pomiarów natężenia emisji MeBN próbek ze stali P91 pod-	
		danych różnym obróbkom cieplnym	157
	9.5	Wyniki pomiarów natężenia emisji MeBN próbek ze stali X20 pod-	
		danych różnym obróbkom cieplnym	167
	9.6	Wyniki pomiarów natężenia emisji MeBN próbek ze stali S235JR	
		poddanych walcowaniu na gorąco	173
	9.7	Wyniki pomiarów natężenia emisji MeBN próbek ze stali S460ML	
		poddanych walcowaniu na gorąco	182
10	10 Podsumowanie		187
11	Wni	oski	191
Sp	Spis skrótów		
Sp	ois sy	mboli	П
Sp	Spis rysunków		
Sp	Spis tabel		
Bi	Bibliografia		

1 Wstęp

Dla wielu procesów przemysłowych kluczowe jest poznanie stanu naprężenia wewnętrznego wykorzystywanych materiałów. Naprężenie wewnętrzne występuje w praktycznie każdym materiale. Skutkiem jego występowania moga być zmiany właściwości mechanicznych oraz np. wichrowanie arkuszy blach po cięciu. Naprężenie wewnętrzne jest wynikiem istnienia czynników wpływających na stan naprężenia w materiale, o różnych zasięgach jednorodności. Suma wartości naprężenia wewnętrznego w całej objętości materiału wynosi zero, a więc w materiale występują jednocześnie strefy ściskania i rozciągania. Naprężenia o najmniejszych skalach jednorodności pochodzą od defektów strukturalnych i charakteryzują się pewnym rozkładem amplitud. Częstotliwość występowania określonych wartości naprężenia wewnętrznego w materiale można opisać funkcją, która nazywana jest w tej pracy funkcją rozkładu naprężeń wewnętrznych, $N(\sigma)$. Związane są z nią, nie wprost, właściwości materiału, takie jak np. pole koercji magnetycznej, twardość, wytrzymałość i ma ona bezpośredni wpływ na tarcie wewnętrzne, jakie materiał wykazuje, a w tym zjawiska magnetosprężyste. Na tej podstawie można twierdzić, że za pomocą zjawisk magnetosprężystych, takich jak tarcie wewnętrzne od histerezy magnetosprężystej (TWM) oraz mechaniczny efekt Barkhausena (MeBN), może być możliwe wyznaczenie $N(\sigma)$. W latach '70 tematowi otrzymywania $N(\sigma)$ z pomiarów TWM zostało poświęcone wiele badań [26,88,89], a w latach '90 do tego celu został również wykorzystany MeBN [4, 6, 7, 23]. Rozwój technologii pomiarowych w latach '00 umożliwił podjęcie wnikliwszych badań MeBN oraz uzyskanie dotad niedostępnych informacji o mikrostrukturze materiału.

1.1 Cel pracy

Celem tej pracy jest opracowanie optymalnej metody pomiaru MeBN w materiałach ferromagnetycznych oraz procedury otrzymywania z tych pomiarów funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych $N(\sigma)$ w badanym materiale. Na podstawie porównania wyników badań TWM [26,88,89] oraz zbadaniu zależności między natężeniem mechanicznego efektu Barkhausena a stratami energii na TWM [4,5,23] można było stwierdzić, że istnieje możliwość uzyskania $N(\sigma)$ korzystając z wników pomiaru natężenia MeBN w trakcie pierwszego obciążania.

1.2 Zakres pracy

Główne zadania realizowane dla osiągnięcia założonego celu badań to:

- zaprojektowanie i zbudowanie oryginalnej aparatury służącej do pomiaru właściwości mechanicznego efektu Barkhausena dla swobodnych drgań poprzecznych oraz przystosowanie maszyny do testów zmęczeniowych do zastosowania w badaniach MeBN,
- przygotowanie szeregu próbek z wybranych gatunków stali o różnym stanie mikrostruktury zmienianym poprzez obróbkę mechaniczną i cieplną,
- wykonanie kompleksowych badań właściwości MeBN dla różnych sposobów obciążania próbek,
- wykonanie badań właściwości magnetycznych próbek (pomiar pętli histerezy magnetycznej),
- wykonanie badań właściwości mechanicznych próbek (pomiar twardości),
- wykonanie badań komplementarnych mikrostruktury próbek (mikroskopia skaningowa i mikroskopia sił magnetycznych MFM),
- badania wartości stanu naprężenia wewnętrznego próbek (typu makro i mikro) z wykorzystaniem dyfrakcji promieni rentgenowskich (XRD).

Badania były prowadzone głównie na wydziale Fizyki Technicznej i Matematyki Stosowanej Politechniki Gdańskiej (PG), a także w Instytucie Podstawowych Problemów Techniki w Warszawie (IPPT) oraz w Akademii Marynarki Wojennej w Gdyni (AMW). Część badań mikrostruktury wykonano w Politechnice Warszawskiej. W Instytucie Metali Nieżelaznych w Skawinie wykonano część pomiarów dyfraktometrycznych.

Dysertację rozpoczyna krótki opis właściwości magnetosprężystych ferromagnetyków i ich wpływu na ruch granic domen magnetycznych – rozdział 2. Następnie, w rozdziale 2.4, opisane jest zjawisko TWM wraz z zaproponowanym przez Smitha i Birchaka modelem (model SB) [88] opisującym zależność wyników pomiarów TWM od funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych, $N_{SB}(\sigma)$, kojarzonych z nasycaniem pętli histerezy magnetomechnicznej [89]. W rozdziale 2.5 przedstawiony jest stan wiedzy na temat MeBN wraz z jego związkiem z TWM oraz wynikające z tego możliwości wykorzystania do wyznaczania $N_{SB}(\sigma)$ oraz uwagi dotyczące ograniczeń tego podejścia. Składniki naprężenia występujące w materiałach konstrukcyjnych, ich klasyfikacja na mikro- i makronapreżenia, oraz przykłady metod ich wyznaczania wraz z krótką dyskusją zostały omówione w rozdziale 3. Następnie przedstawione są w rozdziale 4 tezy tej dysertacji. Badane materiały wraz z stosowymi obróbkami cieplnymi i mechanicznymi zostały opisane w rozdziale 5. Aparatura pomiarowa wykorzystywana w części doświadczalnej tej dysertacji została przedstawiona w rozdziale 6. Na potrzeby przeprowadzenia pomiarów oraz ich analizy zostały opracowane programy w środowisku LabVIEW oraz Java. Ich opis znajduje się w rozdziale 7. Zastosowane metody analizy wyników pomiarów MeBN zostały opisane w rozdziale 8.2, w tym celu wyznaczenia wpływu funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych skojarzonych z odkotwiczaniem granic domen magnetycznych na natężenie emisji MeBN opracowany został model fenomenologiczny, który jest przedstawiony w rozdziale 8.1. Wyniki pomiarów wraz z analizą i krótką dyskusją przedstawiono w rozdziale 9. Podsumowanie wyników wszystkich doświadczeń i kompleksowa dyskusja znalazła się w rozdziale 10. Wnioski końcowe zostały przedstawione w rozdziale 11. Ostatni fragment dysertacji zawiera spisy rysunków, tabel i oznaczeń oraz bibliografię i streszczenia w języku polskim i angielskim.

2 Właściwości magnetosprężyste ferromagnetyków

2.1 Struktura domenowa ferromagnetyków

2.1.1 Energia wewnętrzna ferromagnetyka

Ferromagnetyk to ciało stałe, którego względna przenikalność magnetyczna $\mu >> 1$. Dzieje się tak za sprawą procesu modyfikacji struktury przestrzennej domen magnetycznych (DM), które cechuje spontaniczne równoległe ustawienie momentów magnetycznych atomów (MMA) tworzących ferromagnetyk. Istnienie domen magnetycznych warunkowane jest istnieniem oddziaływania wzajemnego pomiędzy MMA, natomiast dokładna struktura magnetyczna (rozkład przestrzenny DM), która ustala się wewnątrz materiału dla zadawanego poziomu warunków zewnętrznych (takich jak np. pole magnetyczne H, naprężenie zewnętrzne σ) odpowiada takiemu ustawieniu przestrzennemu MMA, które minimalizuje energię wewnętrzną ferromagnetyka, W. Energia ta jest zależna od wzajemnego oddziaływania MMA między sobą oraz od oddziaływania zewnętrznego pola magnetycznego z MMA. Mikromagnetyzm to dziedzina zajmująca się opisywaniem struktur magnetycznych na podstawie analizy energii wewnętrznej ferromagnetyka. W literaturze stosuje się podział energii wewnętrznej ferromagnetyka na następujące składniki [5,54]:

- energię wymiany (W_w) ,
- energię magnetostatyczną (W_s) ,
- energię anizotropii magnetokrystalicznej (W_a) ,
- energię magnetosprężystą (W_m) ,

• energię granic domenowych (W_d) .

Wszystkie spośród tych składników są związane z różnymi oddziaływaniami atomowymi między sobą. Zewnętrzne czynniki mające wpływ na energię wewnętrzną to pole magnetyczne (poprzez energię magnetostatyczną) oraz naprężenie (poprzez energię magnetosprężystą).

Struktury krystaliczne ferromagnetycznych stali zawierają szereg defektów, które wywierają wpływ na strukturę magnetyczną, a tym samym na właściwości magnetyczne materiału. Wskazać należy tu defekty takie, jak: dyslokacje (szczególnie skupiska dyslokacji), niemagnetyczne wtrącenia (inkluzje) oraz wakanse.

Granice domen magnetycznych (GD) to obszary materiału, w których MMA zmienia orientacje, przechodząc z kierunku i zwrotu wektora magnetyzacji \mathbf{M} domeny magnetycznej do kierunku i zwrotu wektora magnetyzacji sąsiedniej DM. W ferromagnetyku na bazie żelaza (struktura ferrytu, α -Fe) występują trzy kierunki łatwego magnesowania wyznaczające dwie możliwe wzajemne orientacje wektorów magnetyzacji \dot{M} sąsiadujących ze sobą DM: wektory te są albo antyrównolegie albo wzajemnie prostopadłe. GD dla tych przypadków określane są jako granice 180° i 90°. Wyróżnia się także dwa rodzaje GD ze względu na sposób zmiany kierunku MMA wewnątrz granicy. Podział ten jest warunkowany płaszczyzną obrotu jakim podlegają MMA tworzących granice. W granicy Blocha wektor MMA obraca się w płaszczyźnie granicy domeny magnetycznej, natomiast w granicy Neela MMA obracają się w płaszczyźnie prostopadłej. Granice Neela dominują w ferromagnetykach cienkich i o "płaskich geometriach" (takich jak np. taśmy i cienkie warstwy), natomiast w materiałach o większej grubości (około 100 długości oddziaływania wymiany [37], czyli dla żelaza około 150 nm) występują granice Blocha. W przypadku żelaza granicę domen magnetycznych wynoszą ok. 400 Å i 800 Å dla granic 90° i 180° [27].

Możliwe jest kotwiczenie GD przez odpowiednio duże defekty sieci krystalicznej, w związku z czym ruch GD staje się niemożliwy dopóki ciśnienie wywierane na granicę domenową nie przekroczy poziomu lokalnego "ciśnienia" odpowiedzialnego za kotwiczenie. W przypadku wpływania na strukturę magnetyczną za pomocą naprężenia, energia magnetosprężysta dla ferromagnetyków na bazie żelaza (o dodatniej magnetostrykcji - tj. zwiększającego wymiary w kierunku zwiększanego pola magnetycznego) będzie najmniejsza w wypadku orientacji wektora magnetyzacji, \mathbf{M} , prostopadłej do kierunku głównej składowej tensora naprężenia. Zwrot \mathbf{M} nie jest ważny, dlatego też DM o kierunkach magnetyzacji antyrównoległych będą miały równy wkład do energii magnetosprężystej. Oznacza to, że granice 180° nie powinny przemieszczać się bezpośrednio na skutek zmian W_m podczas procesu zmiany stanu naprężenia wewnątrz materiału wykonanego z żelaza, bądź stali ferromagnetycznej. Gradient energii wewnętrznej w otoczeniu granicy 180° jest równy zero, a więc ciśnienie działające na taką granicę domenową ze względu na zmianę stanu naprężenia jest również zerowe.

Powyższe informacje można podsumować w następujący sposób. W materiałach ferromagnetycznych występują domeny magnetyczne – obszary o jednakowo zorientowanym MMA. Struktura magnetyczna (rozłożenie domen), która się wykształci jest zależne od energii wewnętrznej ferromagnetyka, której lokalny gradient wyznacza ciśnienie działające na granice domenowe. Struktura magnetyczna zależy od właściwości magnetycznych atomów sieci krystalicznej, jej geometrii, występujących w niej defektów oraz od czynników zewnętrznych, takich jak pole magnetyczne oraz naprężenia zewnętrzne. Ruch granic domenowych jest spowalniany przez prądy wirowe, które generuje on w materiale. Granice domenowe mogą zostać zakotwiczone poprzez odpowiednio silne defekty struktury krystalicznej. W takim przypadku odkotwiczenie może nastąpić poprzez wytworzenie odpowiednio dużego ciśnienia na granicy domenowej. Pole magnetyczne wywiera ciśnienie na wszystkie granice domen magnetycznych, natomiast naprężenie zewnętrzne nie wywiera ciśnienia na granice 180°.

2.1.2 Energia wymiany, W_w

Elektrony oraz protony wchodzące w skład atomów oddziałują zarówno na siebie, jak i na elektrony i protony w sąsiednich atomach molekuły lub ciała stałego, z którą tworzą wiązanie. W przypadku elektronów w atomie żelaza, oddziaływaniu temu będą podlegać niesparowane elektrony powłok walencyjnych. Istnienie tego oddziaływania wykazał teoretycznie Heisenberg w roku 1928 [41].

Charakteryzuje je czynnik określający tak zwaną "energię wymiany", tj. różnicę energii stanów pomiędzy stanem o obecnym kierunku i położeniu momentów magnetycznych atomów, a stanem o najmniejszej energii. Dla atomów żelaza najmniejszą energię wymiany będzie posiadała konfiguracja równoległa spinów elektronów walencyjnych, a zatem i MMA. Chikazumi [22] tłumaczy obrazowo związek oddziaływania wymiany z regułą Pauliego: jeśli dwa atomy tworzą wiązanie, to elektrony walencyjne przy konfiguracji antyrównoległej mogą zająć ten sam orbital (te same 4 liczby kwantowe), co charakteryzuje wyższa energia elektrostatyczna, Coulombowska, niż gdy spiny będą równoległe, a zatem zgodnie z regułą Pauliego orbital będzie musiał być inny dla każdego z tych elektronów [22].

Gdyby to był jedyny składnik energii wewnętrznej, cały materiał ustanowiłby monodomenę, tj. wszystkie MMA miałyby wspólny zwrot i kierunek. Dzieje się tak w przypadku bardzo małych wymiarów materiału, jak np. w przypadku nanocząstek. Poniżej pewnego rozmiaru materiału granice domen magnetycznych stają się niekorzystne energetycznie i minimalizacja energii wewnętrznej ferromagnetyka możliwa jest jedynie poprzez utworzenie monodomeny.

Energię wymiany pomiędzy dwoma atomami *i* oraz *j* o spinowych momentach pędu, odpowiednio, $\mathbf{S}_{\mathbf{i}}h/2\pi$ i $\mathbf{S}_{\mathbf{j}}h/2\pi$ wynosi [27]:

$$E_{ex} = -2J\mathbf{S}_{\mathbf{i}}\mathbf{S}_{\mathbf{j}}, \qquad (2.1)$$

gdzie J to stała wymiany. Jeśli jest ona dodatnia (jak jest właśnie w przypadku żelaza, jak i atomów metali o orbitalu walencyjnym 3d), to układ równoległych spinów będzie posiadał najmniejszą możliwą energię wymiany. Dodatnia wartość stałej wmiany jest warunkiem koniecznym ferromagnetyzmu. Jest to stosunkowo rzadkie, najczęściej wartości J są nieduże i ujemne (jak np. dla cząstki wodoru, H_2) [27]. Stała wymiany jest czasem mylona z całką wymiany, która jest jej składnikiem.

Gęstość energii wymiany, Φ_{ex} , w sieciach regularnych (a więc np. fazy magnetycznej w stalach, α -Fe) opisuje równanie [54]:

$$\Phi_{ex} = A\left[\left(\nabla\gamma_1(\mathbf{r})^2 + \nabla\gamma_2(\mathbf{r})^2 + \nabla\gamma_3(\mathbf{r})^2\right)\right], \qquad (2.2)$$

gdzie A to stała sztywności wymiany, natomiast $\gamma_i(\mathbf{r})$ to kosinus kierunkowy wektora magnetyzacji w materiale opisany przez funkcję ciągłą. Stała sztywności wymiany przyjmuje różne wartości w zależności m. in. od sieci krystalicznej materiału. Dla sieci regularnej (np. dla żelaza) wynosi ona [54]:

$$A = \frac{2J_0 S^2 c}{a}, \qquad (2.3)$$

gdzie J_0 to stała wymiany, S spinowy moment pędu atomu tego materiału, a to stała sieciowa, natomiast c jest współczynnikiem zależnym od rodzaju sieci i przyjmuje

wartości: 1 - dla sieci regularnej, 2 - dla sieci regularnej przestrzennie centrowanej oraz 4 - dla sieci regularnej ściennie centrowanej. W odróżnieniu od stałej wymiany możliwe jest dokładne wyznaczenie eksperymentalne wartości stałej sztywności wymiany i np. dla żelaza $A = 20,7 \text{ pJ m}^{-1}$ [25], $A = 22,8 \text{ pJ m}^{-1}$ [58]. Dla żelaza gęstość energii wymiany jest szacowana na $\Phi_{ex} = 1,3 \text{ MJ m}^{-3}$.

Zasięg oddziaływania wymiany między atomami ferromagnetyka jest bardzo mały, często zakłada się, że podlegają mu jedynie sąsiadujące atomy [19]. Jest to wystarczające do opisu mikromagnetycznego żelaza, a więc i stali ferromagnetycznej, będącej podstawowym materiałem badanym w tej dysertacji. Opisu oddziaływań dalszych niż do najbliższych sąsiadów w sieci krystalicznej wymaga np. wyznaczanie właściwości magnetycznych magnesów trwałych [54]. Oddziaływanie wymiany jest podstawą ferromagnetyzmu, jednak jest ono natury elektrycznej, a nie magnetycznej [27]. Oddziaływanie magnetyczne dwóch MMA między sobą jest zaniedbywalnie małe w porównaniu do oddziaływania wymiany, około 5 rzędów wielkości mniejsze [22], natomiast w sieci regularnej oddziaływania magnetyczne sąsiednich atomów znoszą się całkowicie!

2.1.3 Energia magnetostatyczna, \mathbf{W}_{s}

Energia magnetostatyczna, W_s , jest sumą składników: W_{st} - energii oddziaływania MMA z polem wytwarzanym przez resztę MMA w materiale oraz W_h energii MMA w zewnętrznym polu magnetycznym H:

$$W_s = W_{st} + W_h \tag{2.4}$$

Energię W_{st} można zapisać jako sumę [54]:

$$W_{st} = \frac{1}{2} \mu_0 \sum_{j \neq i} \mu_i(\mathbf{r}_i) \mathbf{H}_{\mathbf{s}}^{(j)}(\mathbf{r}_i) , \qquad (2.5)$$

gdzie $\mu_{\mathbf{i}}(\mathbf{r}_{\mathbf{i}})$ to *i*-ty MMA, a $\mathbf{H}_{\mathbf{s}}^{(\mathbf{j})}(\mathbf{r}_{\mathbf{i}})$ to wartość natężenia pola magnetycznego od *j*-tego MMA w miejscu *i*-tego MMA. Przechodząc z dyskretnych MMA na ciągły wektor magnetyzacji $\mathbf{M}_{\mathbf{S}}(\mathbf{r})$ i dalej na wektor polaryzacji $\mathbf{J}_{\mathbf{S}}(\mathbf{r}) = \mu_0 \mathbf{M}_{\mathbf{S}}(\mathbf{r})$ oraz stosując twierdzenie Green'a otrzymuje się rozłożenie energii W_{st} na część powierzchniową i objętościową [54]:

$$W_{st} = -\frac{1}{2} \int_{S} U(\mathbf{r}) \mathbf{J}_{\mathbf{S}}(\mathbf{r}) \mathbf{df} + \frac{1}{2} \int_{V} U(\mathbf{r}) \bigtriangledown \mathbf{J}_{\mathbf{S}}(\mathbf{r}) d^{3}\mathbf{r}, \qquad (2.6)$$

gdzie $U(\mathbf{r})$ oznacza potencjał magnetyczny, a całki są odpowiednio liczone po powierzchni *S* ferromagnetyka i objętości całej przestrzeni *V* zawierającej ferromagnetyk (można nie całkować po całej przestrzeni zakładając, że poza ferromagnetykiem nie ma momentów magnetycznych – wówczas całka ta jest liczona w objętości ferromagnetyka, V_0). W opisie strumieni pola magnetycznego oraz energii magnetostatycznej pojawiają się określenia *ładunki magnetyczne*, które to nie są faktycznymi ładunkami jak w elektryczności, a tylko formalnym zabiegiem pomagającym określić w przypadku *ładunków magnetycznych powierzchniowych* wielkość strumienia pola magnetycznego na powierzchni, a w przypadku *ładunków magnetycznych objętościowych* zmiany gęstości występowania MMA. Korzystając z takiego formalizmu można przekształcić równania do postaci, w której interpretacja np. energii magnetostatycznej układu jest bardziej intuicyjna. W ten sposób można w równaniu (2.6), przekształcić polaryzację magnetyczną, $\mathbf{J}_{\mathbf{S}}$, oraz dywergencję z niej, $\nabla \mathbf{J}_{\mathbf{S}}$ na ładunki magnetyczne powierzchniowe $\sigma(\mathbf{r}) = \mu_0 \mathbf{J}_{\mathbf{S}}(\mathbf{r})$ i objętościowe $\rho(\mathbf{r}) = -\mu_0 \nabla \mathbf{J}_{\mathbf{S}}(\mathbf{r})$ [54]:

$$W_{st} = -\frac{1}{2} \int_{S} U(\mathbf{r}) \sigma(\mathbf{r}) d\mathbf{f} - \frac{1}{2} \int_{V} \rho(\mathbf{r}) U(\mathbf{r}) d^{3}\mathbf{r}.$$
 (2.7)

Ładunek magnetyczny powierzchniowy jest przypisywany formalnie występowaniu składowej normalnej linii sił pola magnetycznego przechodzącej przez powierzchnię, natomiast ładunek magnetyczny objętościowy oznacza niejednorodność w magnetyzacji materiału. Energia magnetostatyczna dla jednorodnie namagnesowanego skończonego ferromagnetyka jest bardzo duża i dla wymiarów ciała większych od pojedynczych mikrometrów jest na tyle duża, że powoduje powstawanie niejednorodności w namagnesowaniu.

Energię tą minimalizuje istnienie obszarów o przeciwnym zwrocie magnetyzacji – domen magnetycznych. Wraz z energią anizotropii magnetokrystalicznej jest ona podstawowym powodem występowania domen magnetycznych.

Powoduje ona również przyjmowanie przez GD płaskich kształtów, bardzo rzadko występują granice domen magnetycznych o zakrzywionych kształtach [22]. Decyduje o tym pierwszy składnik, powierzchniowy, równania (2.6) i (2.7). Na zakrzywionej granicy pomiędzy dwiema DM powstają magnetyczne ładunki powierzchniowe, co zwiększa energię magnetostatyczną, czyniąc "płaskie" ściany korzystniejszymi energetycznie. Jest ona również powodem występowania różnych rodzajów GD: Neela i Blocha. Tworzą one magnetyczne ładunki powierzchniowe i objętościowe i w zależności od rozmiarów i geometrii materiału potrafią być raz jedne, a raz drugie korzystniejsze energetycznie.

Drugim składnikiem energii magnetostatycznej W_s , jest W_h – energia oddziaływania z polem magnetycznym zewnętrznym. Na dipol magnetyczny w polu magnetycznym zewnętrznym, H_{ext} , działa moment siły zależny od orientacji dipola względem kierunku pola. Energię związaną z działaniem tego momentu, W_h można zapisać dla polaryzacji magnetycznej materiału, $\mathbf{J}_{\mathbf{S}}$, jako [54]:

$$W_h = \int_{V_0} \mathbf{H}_{\mathbf{ext}}(\mathbf{r}) \mathbf{J}_{\mathbf{S}}(\mathbf{r}) d^3 \mathbf{r}.$$
 (2.8)

Z powyższego równania (2.8) wynika, że kierunek magnetyzacji w materiale zgodny z kierunkiem zewnętrznego pola magnetycznego będzie minimalizował energię domeny, natomiast przeciwny będzie ją maksymalizował. W związku z tym, w zewnętrznym polu magnetycznym bardziej korzystnie zorientowane domeny będą dominować w materiale, a przy dostatecznie silnym polu magnetycznym materiał uzyska jednorodne namagnesowanie o kierunku i zwrocie zgodnym z kierunkiem i zwrotem zewnętrznego pola magnetycznego. Składnik energii opisany równaniem (2.8) definiuje oddziaływanie magnetostatyczne z zewnętrznym polem mangetycznym.

2.1.4 Energia anizotropii magnetokrystalicznej, W_a

Energia anizotropii magnetokrystalicznej, W_a , jest sumą energii związanych z określonym kierunkiem MMA względem sieci krystalicznej. Ma ona źródło w asymetrii nakładania się rozkładu elektronów pomiędzy orbitalami atomów tworzących sieć krystaliczną, co wpływa na niesymetryczność oddziaływania wymiany między najbliższymi atomami oraz oddziaływania elektrostatycznego między tymi rozkładami ładunku tych orbitali [50]. Energia anizotropii magnetokrystalicznej ma bardzo duży wpływ na magnetyzację, a w szczególności "ustala" łatwe kierunki magnetyzacji w krysztale. Są to kierunki orientacji MMA w krysztale w przypadku braku działania zewnętrznego pola magnetycznego. MMA zachowują te kierunki dopóki pole magnetyczne zewnętrzne nie będzie na tyle duże, że wymusi odchylenie magnetyzacji (poza kierunek łatwy) w kierunku zewnętrznego pola **H**. Dzieje się tak dla bardzo dużych wartości natężenia pola, w ostatniej fazie magnesowania przed osiągnięciem nasycenia. Rotacji MMA względem sieci krystalicznej odpowiadają zakrzywione części pętli histerezy magnetycznej, "kolana" [26]. Energia anizotropii magnetokrystalicznej może przyjmować minimum dla konkretnego kierunku (konkretne kąty sferyczne Θ i φ), konkretnej płaszczyzny ($\Theta = 90^{\circ}, \varphi$ dowolne) i konkretnej powierzchni stożkowej ($\Theta \neq 90^{\circ} \cap \Theta \neq 0^{\circ}, \varphi$ dowolne), dając odpowiednio: oś łatwej magnetyzacji, płaszczyznę łatwej magnetyzacji oraz stożek łatwej magnetyzacji. W sieci regularnej istnieją jedynie osie łatwej magnetyzacji i dla żelaza będą nimi osie krystalograficzne [100], [010] oraz [001]. Zatem magnetyzacja w monokryształach żelaza w warunkach braku zewnętrznego pola magnetycznego i dla natężenia pola mniejszego od wymaganego do pokonania anizotropii magnetokrystalicznej będzie przyjmować kierunki wzajemnie prostopadłe do siebie.

Dla sieci regularnej (np. żelaza α -Fe) energię anizotropii magnetokrystalicznej, W_a , przedstawia się za pomocą szeregu potęgowego, w którym zazwyczaj rozpatrywane są tylko człony pierwszego i drugiego rzędu [27]:

$$W_{a} = -\int_{V_{0}} \left(K_{o}(\mathbf{r}) + K_{1}(\mathbf{r}) \left[\alpha_{1}(\mathbf{r})^{2} \alpha_{2}(\mathbf{r})^{2} + \alpha_{2}(\mathbf{r})^{2} \alpha_{3}(\mathbf{r})^{2} + \alpha_{1}(\mathbf{r})^{2} \alpha_{3}(\mathbf{r})^{2} \right] + K_{2}(\mathbf{r}) \alpha_{1}(\mathbf{r})^{2} \alpha_{2}(\mathbf{r})^{2} \alpha_{3}(\mathbf{r})^{2} d^{3}\mathbf{r}$$
(2.9)

gdzie α_i to kosinusy kierunkowe lokalnej magnetyzacji względem osi krystalograficznych (rys. 2.1), a K_i to człony kolejnych rzędów, podczas gdy całkowanie odbywa się po całej objętości materiału V_0 . Człon K_0 opisuje minimalną możliwą wartość energii anizotropii magnetokrystalicznej. Równanie (2.9) to ogólne równanie zakładające występowanie w materiale wielu ziaren o różnych orientacjach sieci krystalicznej względem siebie.



Rysunek 2.1: Kosinusy kierunkowe, α_i

Równanie to jest przypadkiem szczególnym wyrażenia na anizotropię magnetokrystaliczną dla sieci amorficznej, w którym wiele członów znika lub jest stałych (a więc wchodzi w skład nowego K_0) ze względu symetrii sieci regularnej, a przedstawione tu człony K_1 i K_2 odpowiadają członom K_4 i K_6 wspomnianego wyrażenia [19]. Dla fazy żelaza α -Fe $K_1 = 48$ kJ m⁻³, a $K_2 = -10$ kJ m⁻³, w temperaturze pokojowej [36,74] (rys. 2.2). Należy zauważyć, że dla żelaza jest to gęstość energii o około dwa rzędy wielkości mniejsza od gęstości energii wymiany, Φ_{ex} . Będzie to miało później wpływ na charakter granic domen magnetycznych, o którym decyduje równowaga pomiędzy energiami magnetostatyczną W_s , wymiany W_w oraz anizotropii magnetokrystalicznej W_a .



Rysunek 2.2: Gęstość energii anizotropii magnetokrystalicznej fazy α -Fe dla różnych kierunków magnetyzacji względem osi krystalograficznych. Obliczona na podstawie wartości K_1 i K_2 oraz wyrażenia (2.9), z $K_0 = 0$.

2.1.5 Energia magnetosprężysta, W_m

Ferromagnetyk pod wpływem pola magnetycznego zmienia swoje wymiary, a efekt ten nazywany jest magnetostrykcją. W skali atomowej ma on swoje źródło w sprzężeniu spin-orbita, podobnie jak anizotropia magnetokrystaliczna [27]. Względne zmiany wymiarów typowych ferromagnetyków w polu magnetycznym najczęściej osiągają rząd 1×10^{-5} [27]. Jest to wartość często mniejsza od zmian wymiarów z racji zmian temperatury o kilka °C. Dla stali i żelaza ten rząd wielkości osiągany jest już poprzez naprężenie zewnętrzne o wartości kilku MPa lub zmiany temperatury bliskie 1 K [27], a zatem jest to niewielki i trudno mierzalny efekt. Magnetostrykcja ma jednak ważny wpływ na działanie takich urządzeń, jak np. transformatory (emisja akustyczna, mniejsza sprawność spowodowana stratami energii), silniki elektryczne (mniejsza sprawność spowodowana stratami energii) oraz przetworniki akustyczne (emisja akustyczna pod wpływem zmian pola oraz efekt odwrotny).

Zjawisko odwrotne – to znaczy wpływ naprężenia zewnętrznego na strukturę magnetyczną zalicza się do tzw. właściwości mangetosprężystych materiału. Efekt ten jest bardzo ważny dla zastosowań w technice i wykorzystywany jest w szczególności w metodach badań materiałów, głównie w dziedzinie badań nieniszczących [5] przy wyznaczania wartości stanu naprężenia w elementach konstrukcyjnych.

Energię magnetosprężystą określa się jako składnik energii mechanicznej, która opisana jest ogólnym wyrażeniem $W_{mech} = -\int \sigma(\mathbf{r})\epsilon(\mathbf{r})d^3(\mathbf{r})$, zależnym od pola magnetycznego (tak własnego (MMA), jak i zewnętrznego). Bardzo dokładnie jest to opisane w [54], gdzie określa się wypadkowe odkształcenie sieci krystalicznej, ϵ^T , jako sumę następujących składników:

$$\epsilon^T = \epsilon^{ext} + \epsilon^Q + \epsilon^{el} + \epsilon^{def} \,, \tag{2.10}$$

gdzie ϵ^{ext} określa odkształcenie będące skutkiem działania naprężenia zewnętrznego, ϵ^Q to odkształcenie pochodzące od uporządkowania MMA (domen), ϵ^{el} oznacza odkształcenia spowodowane niejednorodnym rozkładem magnetyzacji w materiale, ϵ^{def} to odkształcenie sieci powodowane rozkładem wartości naprężenia wokół defektów strukturalnych. Znając magnetyzację materiału można wyliczyć ϵ^Q , a następnie na tej podstawie wyznaczany jest ϵ^{el} , które to odkształcenie jest wynikiem istnienia w materiale stref odkształconych magnetostrykcyjnie w różnych kierunkach (na skutek niejednorodnej magnetyzacji). ϵ^Q liczone jest przy znajomości stałych magnetostrykcyjnych, dla przypadku żelaza (sieci regularnej) używa się wyrażenia [54]:

$$\epsilon^{Q} = \begin{bmatrix} \frac{3}{2}\lambda_{100} \left(\gamma_{1}(\mathbf{r})^{2} - \frac{1}{3}\right) & \frac{3}{2}\lambda_{111}\gamma_{1}(\mathbf{r})\gamma_{2}(\mathbf{r}) & \frac{3}{2}\lambda_{111}\gamma_{1}(\mathbf{r})\gamma_{3}(\mathbf{r}) \\ 0 & \frac{3}{2}\lambda_{100} \left(\gamma_{2}(\mathbf{r})^{2} - \frac{1}{3}\right) & \frac{3}{2}\lambda_{111}\gamma_{2}(\mathbf{r})\gamma_{3}(\mathbf{r}) \\ 0 & 0 & \frac{3}{2}\lambda_{100} \left(\gamma_{3}(\mathbf{r})^{2} - \frac{1}{3}\right) \end{bmatrix}, \quad (2.11)$$

gdzie λ_{100} to stała magnetostrykcji dla kierunków krystalograficznych (100), natomiast λ_{111} to stała magnetostrykcji dla kierunku (111), a $\gamma_1(\mathbf{r})$, $\gamma_2(\mathbf{r})$, $\gamma_3(\mathbf{r})$ to kosinusy kierunkowe magnetyzacji z osiami krystalograficznymi w położeniu **r**. Warto zauważyć, że dla elementów na diagonalnej zwrot magnetyzacji nie jest ważny (kosinus kierunkowy podniesiony do drugiej potęgi), ważny jest jedynie kierunek. Oznacza to, że domeny magnetyczne antyrównoległe będą oddziaływać z naprężeniem bardzo podobnie, a dla kierunków magnetyzacji równoległych z osiami krystalograficznymi wręcz identycznie! Dla żelaza i stali kierunki magnetyzacji domen przestają się pokrywać z osiami krystalograficznymi dopiero blisko nasycenia magnetycznego, a więc dla wszystkich doświadczeń nie przeprowadzanych w silnych polach magnetycznych, a na takich skupiają sie prace zawarte w tej dysertacji. Energię magnetosprężystą natomiast można zapisać jako [54]:

$$W_m = -\frac{1}{2} \int \epsilon^T(\mathbf{r}) \cdots \mathbf{c} \cdots \epsilon^T(\mathbf{r}) d^3 \mathbf{r} , \qquad (2.12)$$

gdzie \mathbf{c} to tensor zawierający stałe sprężystości. Rozpisując równanie (2.12) oraz zachowując jedynie składniki mające magnetyczne pochodzenie otrzymuje się [54]:

$$W_m = -\frac{1}{2} \int \left(\epsilon^Q(\mathbf{r}) \cdots \mathbf{c} \cdots \epsilon^Q(\mathbf{r}) - \epsilon^{el}(\mathbf{r}) \cdots \mathbf{c} \cdots \epsilon^{el}(\mathbf{r}) \right) d^3 \mathbf{r} \qquad (2.13)$$
$$-\int \left(\epsilon^{def}(\mathbf{r}) + \epsilon^{ext}(\mathbf{r}) \right) \cdots \mathbf{c} \cdots \left(\epsilon^{def}(\mathbf{r}) + \epsilon^{ext}(\mathbf{r}) \right) d^3 \mathbf{r}.$$

W równaniu (2.13) w drugiej całce widoczne jest powiązanie składników odkształcenia pochodzenia mechancznego, ϵ^{def} i ϵ^{ext} , z składowymi odkształcenia pochodzenia magnetycznego, ϵ^Q i ϵ^{el} . Na podstawie tego wyrażenia niemożliwe jest rozróżnienie wpływu składnika odkształcenia spowodowanego rozkładem wartości naprężenia wokół defektów sieci krystalicznej od wpływu składnika związanego z naprężeniem zewnętrznym. Energia magnetosprężysta jest to składnik energii wewnętrznej ferromagnetyka, poprzez który mikrostruktura materiału oraz naprężenia zewnętrzne oddziałują na właściwości mikromagnetyczne (domeny, granice domen) i makromagnetyczne (pętla histerezy magnetycznej B(H)). Warto również zauważyć, że odkształcenie związane z naprężeniem zewnętrznym spowoduje również zmiane energii wymiany, anizotropii magnetokrystalicznej oraz energii magnetostatycznej. Tak więc naprężenie zewnętrzne wprowadza swoją własną anizotropię magnetokrystaliczną w materiale! Anizotropię wywołana działaniem naprężenia w żelazie charakteryzuje znacznie mniejsza energia niż anizotropię magnetokrystaliczna – dopiero przy napreżeniu $\sigma = 4500 \text{ MPa}$ energie te zrównałyby sie. Jest to nieosiągalny poziom naprężenia, bowiem przy kilkukrotnie niższym nastąpi zerwanie materiału. Naprężenie zewnętrzne są zatem w stanie same wymusić ruch granic domen magnetycznych i dzieje się tak bez wpływu zmian zewnętrznego pola magnetycznego. Ten fakt jest źródłem mechanicznego efektu Barkhausena. Opisując ruch granicy domenowej często obliczane jest ciśnienie wywierane na granicę przez czynnik powodujący przemieszczenie, czyli gradient energii wewnętrznej przypadający na jednostkę powierzchni granicy. Dla naprężenia zewnętrznego można porównać ich wartość z wartością pola magnetycznego, które skutkowałoby takim samym ciśnieniem wywieranym na granicę domenową. Takie pole nazywane jest polem efektywnym dla zewnętrznego naprężenia σ , H_{eff} [29]:

$$H_{eff} = \frac{3}{2} \frac{\lambda_S \sigma}{\mu_0 M_S} \,, \tag{2.14}$$

gdzie λ_S – to magnetostrykcja nasycenia, M_S – magnetyzacja nasycenia.

2.1.6 Energia granic domenowych, \mathbf{W}_{d}

Granice domen magnetycznych to obszary rozdzielające domeny magnetyczne, w których magnetyzacja zmienia się dyskretnie (poprzez pojedyncze MMA) z jednego kierunku na drugi. Najczęściej tymi kierunkami są kierunki łatwego magnesowania. Granice są nazywane od kąta obrotu magnetyzacji pomiędzy rozgraniczonymi domenami, tak więc w żelazie i stali znajdują się granice 180° i 90°, ponieważ anizotropia magnetokrystaliczna wyznacza łatwe kierunki magnesowania na $\langle 100 \rangle$. Granice domen magnetycznych dzielą się na dwa rodzaje w zależności od płaszczyzny obrotu magnetyzacji: granice Blocha i Neela (rys. 2.3). Obrót magnetyzacji następujący w płaszczyźnie granicy występuje w granicy Blocha i jest to najczęściej występujący rodzaj granic. Prowadzi on do powstania ładunków powierzchniowych magnetycznych (wycieków pola), ale nie tworzy ładunków objętościowych. Jest to korzystne, gdy ciało ma dużą objętość i małą powierzchnię. W cienkich warstwach, gdy bardzo dużą rolę zaczyna odgrywać powierzchnia, a mniejszą objętość materiału, magnetyzacja w granicy domen magnetycznych obraca się w płaszczyźnie prostopadłej do powierzchni granicy. Takie granice są zwane granicami Neela i nie wytwarzają wycieków pola z materiału (ładunków magnetycznych powierzchniowych), natomiast wytwarzają ładunki objętościowe.

Istnienie granic domen magnetycznych wymusza minimalizacja energii magnetostatycznej – powyżej pewnych wymiarów ferromagnetyka następuje podział na domeny magnetyczne. Oddziaływanie wymiany uniemożliwia gwałtowną zmianę



Rysunek 2.3: Granice domen magnetycznych typu Blocha (z lewej) i Neela (z prawej) [27].

magnetyzacji z atomu na atom, natomiast anizotropia magnetokrystaliczna nadaje najniższą energię magnetyzacji wzdłuż kierunków łatwego magnesowania. Granica domenowa jest kompromisem pomiędzy tymi wpływami, czego wynikiem jest skończona szerokość granicy oraz określona struktura. Dodatkowym elementem jest energia magnetosprężysta – MMA ustawione pod katem prostym (w środku granicy 180°) wiążą się z odkształceniem magnetostrykcyjnym w innym kierunku niż w rozdzielanych domenach, co z kolei wymuszałoby pole odkształcenia zwiększające energię magnetosprężystą. Gdyby nie to, granice 180° byłyby w istocie dwiema granicami 90° z małą domeną pomiędzy, co jest jednak możliwe dla materiałów o niskiej magnetostrykcji. Przy działaniu pola magnetycznego o kierunku i zwrocie równym do kierunku i zwrotu magnetyzacji w środku granicy 180° możliwe jest wytworzenie nowej domeny magnetycznej i rozdzielenie granicy 180° na dwie 90°. Jest to mechanizm nukleacji nowych domen proponowany w [22]. Energia magnetosprężysta granic domenowych wynika z naprężenia generowanego przez niejednorodną magnetyzację, co wytwarza własny rodzaj anizotropii, który można sumować z anizotropia magnetokrystaliczna. Okazuje się [54], że dla stałych anizotropii magnetokrystalicznej, $K_1 < 1 \,\text{kJ}\,\text{m}^{-3}$ jest to pomijalnie mały efekt (dla żelaza $K_1 =$ $48 \, \text{kJ} \, \text{m}^{-3}$).

Energia granic domenowych wynika z faktu działania wyżej wymienionych oddziaływań i liczona jest z dość dobrym przybliżeniem na podstawie energii anizotropii magnetokrystalicznej i energii wymiany, jakie są zawarte w granicy [27]:

$$W_d = \int_{-\infty}^{\infty} \left[A \left(\frac{d\phi}{dx} \right)^2 + g(\phi) \right] dx , \qquad (2.15)$$

gdzie A to stała sztywności wymiany, ϕ jest nachyleniem wektora magnetyzacji, $g(\phi)$ to funkcja opisująca gęstość liniową energii anizotropii magnetokrystalicznej,

a x jest kierunkiem prostopadłym do powierzchni granicy. W celu obliczenia wymiarów granicy domenowej 180° w [27] omija się problem występowania łatwego kierunku magnetyzacji w środku granicy [54] (znacznie utrudniający obliczenia, bo przy pominięciu energii magnetosprężystej powoduje powstanie małej domeny o prostopadłej magnetyzacji) za pomocą obliczenia grubości granicy 90° i podwojenia wyniku. Liczone są gęstości powierzchniowe energii granic, a następnie grubości wyznaczane są za pomocą przybliżonych wartości A = 20,7 pJ m⁻¹ i $K_1 =$ 48 kJ m⁻³:

$$\dot{W}_{90} = 2\sqrt{AK_1} \approx 1 \,\mathrm{mJ}\,\mathrm{m}^{-2}\,,$$
 (2.16)

$$\dot{W}_{180} = 2\dot{W}_{90} = 4\sqrt{AK_1} \approx 2 \,\mathrm{mJ}\,\mathrm{m}^{-2}\,,$$
(2.17)

$$\delta_{90} = \pi \sqrt{\frac{A}{K_1}} \approx 400 \,\text{\AA} \,,$$
 (2.18)

$$\delta_{180} = 2\delta_{90} \approx 800 \,\text{\AA} \,, \tag{2.19}$$

gdzie \dot{W} oznacza gęstości powierzchniowe energii granicy, δ to szerokości granic domen. Otrzymane szerokości granic domen magnetycznych są porównywalne z raportowanymi w [45] 500 Å i 1000 Å oraz 420 Å w [22]. Takie grubości, rzędu stu kilkudziesięciu stałych sieciowych oznaczają, że granice słabo będą oddziaływać z defektami punktowymi, tylko przy większych wymiarach defektów oddziaływanie będzie miało znaczenie.

Granice domen magnetycznych 180° leżą głównie w płaszczyźnie (100) [22], gdyż skutkuje to najmniejszą gęstością energii. Wyjątkami mogą być części materiału poddane działaniu dużego naprężenia wewnętrznego, albo pełne grup defektów krystalicznych. Granica 180° jest również równoległa do kierunku magnetyzacji domen, które rozdziela. Wszelkie zakrzywienia, jak na rys. 2.4a wprowadzałyby na jej powierzchnię ładunki magnetyczne, co zwiększałoby energię granicy. Zakrzywienia w płaszczyźnie prostopadłej do kierunku magnetyzacji domen rozdzielanych (rys. 2.4b) nie wytwarzają ładunków powierzchniowych, ale zwiększają powierzchnię granicy, co również zwiększa jej energię, a więc znów można twierdzić, że naprężenie wewnętrzne i defekty krystaliczne mogą wpłynąć na zakrzywianie granicy domenowej 180°.



Rysunek 2.4: Przykłady ustawienia powierzchni granic domen magnetycznych względem kierunku magnetyzacji materiału. Powstawanie ładunków magnetycznych na powierzchni granicy - zwiększenie jej energii (a). Przykład geometrii krzywizny granicy, która nie wytwarza ładunków magnetycznych.

2.1.7 Struktura domenowa

Powyżej opisane składniki energii wewnętrznej, (energie: wymiany W_w , magnetostatyczna W_s , anizotropii magnetokrystalicznej W_a , magnetosprężysta W_m , oraz granic domenowych W_d) kształtują strukturę magnetyczną ferromagnetyka. Gradient tej energii w pobliżu granic domenowych przypadający na jednostkę ich powierzchni jest źródłem ciśnienia działającego na granicę domenową i powodującego jej przemieszczanie, w pobliżu skupisk defektów staje się skokowy. Po osiągnięciu przez granice domen pozycji, w której energia wewnętrzna osiąga minimum lokalne ruch granic ustaje. Poprzez zmianę energii wewnętrznej na skutek czynników zewnętrznych (jak np. zmiana pola magnetycznego albo naprężenia zewnętrznego) może nastąpić dalsze przemieszczanie granicy, zgodnie z gradientem tej energii.

Istnienie struktury domenowej, w odróżnieniu od jednorodnej magnetyzacji, jest głównie efektem minimalizacji energii magnetostatycznej. Jednorodna magnetyzacja bez silnego pola magnetycznego zewnętrznego powoduje powstanie pola magnetycznego wokół ferromagnetyka. Takie pole cechuje wysoka energia magnetostatyczna. Przy podziale na domeny o przemiennej magnetyzacji ogranicza to zasięg wytwarzanego pola magnetycznego – w pewnej odległości od ciała widoczne ono jest tak jak suma ładunków powierzchniowych, czyli bez magnetyzacji wypadkowej. Zmniejsza to energię magnetostatyczną. Powstawanie granic z kolei zwiększa energię wewnętrzną ferromagnetyka. Ilość domen jest zatem kompromisem pomiędzy energią magnetostatyczną zmniejszającą się z ich ilością i energią granic domenowych, która rośnie z ilością granic.

Anizotropia magnetokrystaliczna ustala kierunki łatwego magnesowania w materiale (dla żelaza są to kierunki osi krystalograficznych, o symetrii kubicznej) i ten czynnik wpływa na orientacje struktury w polu magnetycznym oraz na strukturę w pobliżu powierzchni ciała. Przy powierzchni ciała tworzą się domeny domykające, których istnienie zmniejsza energię magnetostatyczną poprzez zmniejszenie wycieków pola z materiału, ale jednocześnie zwiększa energię granic domenowych oraz magnetosprężystą. Domeny domykające, posiadające magnetyzację prostopadłą do domen wewnątrz ferromagnetyka odkształcają się magnetostrykcyjnie w innym kierunku (prostopadłym). Ze względu na ciągłość ciała, wypadkowe odkształcenie generuje naprężenie wewnętrzne, zwiększające energię magnetosprężystą w rejonie granic 90°, które oddzielają domeny domykające od domen z wnętrza ferromagnetyka.



Rysunek 2.5: Podstawowe struktury magnetyczne zmniejszające energię magnetostatyczną materiału.

Podział ferromagnetyka na domeny studiowali teoretycznie Landau i Lifshitz [57], Kittel i Galt [49] i obliczyli oni pierwsi energie magnetostatyczne dla różnych prostych struktur. Późniejsze prace rozszerzają te obliczenia na bardziej skomplikowane struktury [22,43,97]. Podstawowa struktura domenowa, naprzemiennych pasów, nazywana strukturą Kittla [54] (rys. 2.5), zmniejsza energię magnetostatyczną w sto-

20

sunku do jednorodnie namagnesowanego materiału N-krotnie, gdzie N jest ilością domen magnetycznych. Energia magnetostatyczna tej struktury wynosi [22]:

$$W_m = 5.4 \times 10^4 M_s^2 d \,, \tag{2.20}$$

gdzie M_s to magnetyzacja nasycenia materiału, a d to szerokość domeny. Na (rys. 2.6) przedstawiono dwie struktury bardziej złożone – szachownicową oraz kołową. Energie magnetostatyczne tych struktur to kolejno [22]:

$$W_m = 3.36 \times 10^4 M_s^2 d \,, \tag{2.21}$$

dla struktury szachownicowej oraz

$$W_m = 2.37 \times 10^4 M_s^2 d \,, \tag{2.22}$$

dla struktury kołowej. Dla każdej z tych struktur energia jest proporcjonalna do wymiarów domeny. Im większe skupienie (gęstość) przeciwnych magnetyzacji tym mniejsza energia magnetostatyczna. W przypadku uwzględniania powierzchni materiału struktura Landau'a (rys. 2.5) zmniejsza energię magnetostatyczną przez domeny domknięcia, zamykające strumień pola magnetycznego wewnątrz materiału.



Rysunek 2.6: Teoretyczne struktury magnetyczne zmniejszające energię magnetostatyczną materiału [22]: (a) struktura szachownicowa; (b) struktura kołowa.

Szerokość domeny można znaleźć korzystając z prostego równania, sumującego wpływ gęstości energii granic wewnątrz materiału, Φ_d , z gęstością energii struktury

znajdującej się przy powierzchni ciała, Φ_{cl} [54]:

$$\Phi_{tot} = \Phi_d + \Phi_{cl} = \gamma_B \frac{T}{D} + \Phi_{cl} D, \qquad (2.23)$$

gdzie γ_B to gęstość powierzchniowa energii granic domenowych, T jest grubością ciała, a D szerokością domen wewnątrz materiału 2.5. Minimalizacja całkowitej gęstości energii, Φ_{tot} względem D pozwala na wyznaczenie szerokości domen D. Dla struktury Kittla, otrzymujemy Φ_{cl} jako gęstość powierzchniową energii magnetostatycznej oraz poprzez minimalizację równania (2.23), szerokość domen D [54]:

$$\Phi_{tot} = \frac{16DJ_s^2}{4\pi^3\mu_0} \sum_{n=1,3,\dots} \frac{1}{n^3} \left(1 - e^{-n\pi\frac{T}{D}}\right).$$
(2.24)

Przyjmując z (2.17) $\gamma_B = 2 \text{ mJ m}^{-2}$, T = 0,1 m oraz znane dla α -Fe $J_s = 2,185 \text{ T}$, otrzymujemy dla struktury Kittla:

$$D = 2\sqrt{\frac{\pi\mu_0\gamma_B T}{1.7J_s^2}} \approx 20 \times 10^{-6} \mathrm{m.}$$
 (2.25)

W strukturze Landau'a (rys. 2.5), która wprowadza domeny domykające, energia magnetostatyczna jest zerowa ze względu na całkowite zamknięcie strumienia magnetycznego wewnątrz ciała. Jest to uzyskane kosztem wzrostu energii magnetosprężystej związanej z istnieniem domen o prostopadłym kierunku magnetyzacji do kierunku magnetyzacji domen wewnątrz materiału. Odkształcenia magnetostrykcyjne, jakie domeny domknięcia doznałyby nie będąc ograniczone resztą materiału nie są kompatybilne z resztą materiału – powoduje to powstanie naprężenia wewnętrznego, które z kolei podnosi energię magnetosprężystą. Magnetostrykcja w domenach domknięcia wynosi $\frac{3}{2}\lambda_{100}$, co daje gęstości powierzchniową energii struktury domknięcia, Φ_{cl} [54]:

$$\Phi_{cl} = \frac{c_{11}}{2} \left(\frac{3}{2}\lambda_{100}\right)^2 \frac{D}{2}, \qquad (2.26)$$

gdzie c_{11} jest modułem sprężystości Younga. Podobnie jak wcześniej, minimalizując 2.23 oraz przyjmując dla α -Fe $\lambda_{100} = 21 \times 10^{-6}$, $c_{11} = 200 \text{ GPa}$, $\gamma_B = 2 \text{ mJ m}^{-2}$ oraz T = 0,1 m, otrzymujemy:

$$D = \frac{4}{3\lambda_{100}} \sqrt{\frac{\gamma_B T}{c_1 1}} \approx 2.1 \times 10^{-3} \mathrm{m.}$$
(2.27)

W tej dysertacji badane były materiały polikrystaliczne, o ziarnach często mniejszych niż $10 \,\mu$ m. Jak wynika z (2.25) oraz (2.27) jest to wielkość mniejsza

22

od rozmiarów struktur Landau'a i Kittla rozpatrywanych w monokryształach. W celu oszacowania możliwych struktur magnetycznych w tych materiałach należy rozpatrywać efekt występowania w materiale ziaren o różnych orientacjach osi krystalograficznych. Chikazumi rozważał teoretycznie zachowywanie ciągłości magnetyzacji pomiędzy ziarnami w polikrysztale i dla struktur regularnych (jak żelazo) szacował duże prawdopodobieństwo na zachowanie ciągłości ze względu na 3 kierunki łatwego magnesowania [22]. Policzył on przy założeniu dowolnej orientacji ziaren średnią energię magnetostatyczną ziaren i porównując ją z energią magnetostatyczną ziarna odizolowanego od reszty ciała wysnuł następujące wnioski [22]: energia magnetostatyczna ziarna w polikrysztale o regularnej sieci wynosi 0,2 energii ziarna odizolowanego, co daje 2,2 razy większe rozmiary domen magnetycznych ziarna izolowanego oraz 0,45 całkowitej energii ciała względem energii ciała złożonego z ziaren izolowanych. Należy podkreślić, że w związku z tym powinno istnieć w polikrysztale wiele ziaren z domenami zorientowanymi podobnie do sąsiednich ziaren (rys. 2.7) [27].



Rysunek 2.7: Struktura magnetyczna w polikrysztale [22] FeSi obrazowanie proszkowe – dark field illumination. Widoczne domeny przenikające przez granice ziaren oraz "igiełki" granic domknięcia, które pojawiają się przy płaszczyźnie krystalograficznej odchylonej do kilku stopni od powierzchni materiału. W zależności od kąta, jaki przyjmują osie krystalograficzne ziarna z powierzchnią względem powierzchni materiału obserwuje się różne struktury domenowe. Analizę zaobserwowanych wzorów wraz z zmianą kąta ϕ określającego kąt pomiędzy płaszczyzną walcowania, a najbliższą jej płaszczyzną (100) (rys. 2.9f) przeprowadził Paxton [75] i określił podstawowe struktury:

- ścianowa (wall pattern) o prostej strukturze z wyraźnymi długimi liniami granic domen magnetycznych, rys. 2.9a, dla $\phi < 2^{\circ}$,
- kolczasta (spike pattern) długie i wąskie kolce, zaczynające się przy granicach ziaren, rys. 2.9c, dla 2° < $\phi < 4^{\circ}$,
- rombowa (lozenge pattern) małe szpiczaste figury ułożone w równe rzędy z bardzo równymi odstępami w rzędzie jak i pomiędzy rzędami, rys. 2.9e, dla $4^{\circ} < \phi < 7^{\circ}$,
- koronkowa (lace pattern) skomplikowane wzory posiadające pewne symetrie i regularności, rys. 2.9b, dla 7° < ϕ < 13°,
- labiryntowa (maze pattern) wzory bez symetrii i regularności, rys. 2.9d, dla $\phi > 13^{\circ}$.

Obserwuje się również strukturę choinkową (fir-tree pattern) (rys. 2.8), dla małych kątów odchylenia płaszczyzny (001) w kryształach Fe i FeSi [22].



Rysunek 2.8: Struktura domen magnetycznych w kształcie choinki [22]. Rys. 2.8a - obserwowana doświadczalnie oraz rys. 2.8b - rozkład magnetyzacji.



Rysunek 2.9: Podstawowe typy struktur magnetycznych obserwowane na powierzchni materiału [75]: (a) struktura ścianowa, (b) koronkowa, (c) kolczasta, (d) labiryntowa, (e) rombowa. Kąty i kierunki wykorzystane w opisie struktur (f).

2.2 Ruch granicy domenowej

Granice Blocha dzielą się na dwa typy, typ I i typ II, które rozdzielane są na podstawie generowanego naprężenia magnetostrykcyjnego [54]: typ I (granice 90° w żelazie i stalach) generuje naprężenie magnetostrykcyjne daleko poza obszar granicy oraz typ II (granice 180° w żelazie i stalach) generuje naprężenie wewnątrz obszaru granicy, które szybko zanikają w rozgraniczanych domenach. Różnią się one oddziaływaniem z źródłami naprężenia (np. defektami). Typ I – granice 90°, są mało mobilne i mocno kotwiczone przez naprężenie występujące w całym krysztale, natomiast granice typu II są wrażliwe jedynie na naprężenie o źródle leżącym bezpośrednio w granicy [54]. Sprawia to, że podczas magnesowania ciała granice 180° są znacznie bardziej mobilne i to właśnie one odpowiadają za większość strat energii w procesie magnesowania.

Odmienna sytuacja dotyczy ruchu granic pod wpływem zewnętrznego naprężenia. Naprężenie zewnętrzne nie wywiera ciśnienia na granice 180° ze względu na kierunki wektora magnetyzacji rozdzielanych domen: maja wspólny kierunek. Dzięki temu zmiana naprężenia spowoduje taką samą zmianę energii wewnętrznej ferromagnetyka w obu domenach, gdyż zwrot magnetyzacji nie jest tu ważny ze względu na podnoszenie do kwadratu składowych wektora namagnesowania w równaniu (2.11). Natomiast w przypadku granic 90° wprowadzenie zewnetrznego naprężenia spowoduje różne zmiany energii wewnętrznej domen rozdzielanych granicą. Powoduje to powstawanie ciśnienia działającego na granicę domenową, a w przypadku przekroczenia przez to ciśnienie wartości progowej (zależnej od kotwiczenia granicy) – oderwanie od bariery oraz dalszy ruch granicy domenowej. Po oderwaniu następuje gwałtowna zmiana kierunku magnetyzacji w obszarze od kotwiczącej wcześniej granicę domenowa bariery aż do nowego położenia równowagi dla granicy. Jest to stosunkowo duża zmiana strumienia indukcji magnetycznej, która może być wykryta przez cewkę zbliżoną do materiału – zjawisko to nazywane jest efektem Barkhausena i opisane jest bardziej szczegółowo w rozdziale 2.5.

Zatem podczas zmian zewnętrznego pola magnetycznego w stali ruchowi podlegają granice domenowe 180° oraz granice 90° , a podczas zmian naprężenia zewnętrznego głownie granice domenowe 90° !

Obszerny fragment swojej książki Kronmüller [54] poświecił opisowi oddziaływania defektów z granicami domen magnetycznych. Rozpatrywane były oddziały-
wania z defektami punktowymi, liniowymi, dipolami, pętlami, płaszczyznami oraz granicami faz. W poniższym akapicie zawarte jest podsumowanie tych badań teoretycznych. Defekty liniowe typu dyslokacje krawędziowe mają siłę kotwiczenia proporcjonalną do długości linii, $\propto L$ i odwrotnie proporcjonalną do kąta względem płaszczyzny granicy, $\propto \frac{1}{\phi}$. W zależności od pozycji granicy względem defektu liniowego oraz kierunku wektora Burgersa różny może być zwrot siły (rys. 2.10), tak że przed dyslokacją granica jest przyciągana w kierunku dyslokacji liniowej, a po przejściu jest przez nią odpychana, co dodatkowo wzmacnia dynamikę ruchu. Na podstawie skali zamieszczonej na rys. 2.10 oraze stałych materiałowych można szacować przy G = 200 GPa, b = 0,1 nm oraz l = 1 µm naprężenie maksymalne wywierane przez przedstawianą dyslokację na od 10 MPa do 20 MPa. Pętle dyslokacji równoległe do płaszczyzny granicy, jak również pętle z wektorem Burgersa prostopadłym do granicy nie oddziałują z nią. Defekty planarne takie, jak granice ziaren mają siłę kotwiczenia proporcjonalną do szerokości, $\propto D$ (grubości warstw razy liczba: D = d(N-1)) jeśli jest ona mniejsza od szerokości granicy, natomiast dla szerokości większej od grubości granicy jest ona odwrotnie proporcjonalna $\propto \frac{1}{D}$. Jest to wynik w zgodzie z rozważaniami Viceny [100], który podczas modelowania zależności pola koercji magnetycznej H_c od stosunku wielkości wydzielenia do szerokości granicy domenowej uzyskał zależność niemonotoniczną z maksimum dla wydzieleń o rozmiarze zbliżonym do szerokości granicy domenowej. Na postawie pola koercji dla żelaza rzędu kilkuset A m⁻¹ oszacował średnią wartość naprężenia wewnętrznego od wydzielenia na $\sim 30 \text{ MPa}$ [99].



Rysunek 2.10: Oddziaływanie dyslokacji liniowej na 180° granicę domen magnetycznych [54]. W zależności od zwrotu wektora Burgersa dyslokacja liniowa przyciąga lub odpycha granicę.

Defekty strukturalne materiału, typu wydzieleń lub inkluzji, w zależności od rozmiarów defektu są w stanie tworzyć nowe domeny i kotwiczyć granice domenowe. Inkluzje w żelazie o rozmiarach 1 µm lub większe są na tyle duże, aby tworzyły się wokół nich domeny w kształcie kolców, które zmniejszają energię magnetostatyczna w tym regionie, zamykając strumień pola magnetycznego wokół obszaru inkluzji (rys. 2.11) [27]. Inkluzje o wymiarach porównywalnych z szerokościa granicy domenowej oraz mniejsze, zmniejszają energię granicy, ponieważ wśród MMA, których nie ma w obszarze granicy, nie ma też tych MMA o kierunkach magnetyzacji nie leżących na osiach łatwej magnetyzacji (co zwiększa bardzo energię anizotropii magnetokrystalicznej), w efekcie czego domena jest kotwiczona [27]. Wpływ wydzieleń niemagnetycznych na ruch granicy domenowej pierwszy badał Neel [71], w kontekście pola koercji, H_c , materiału. Nix i Huggins rozwinęli tą teorię i przedstawili wyniki obliczeń wykonanych dla żelaza w pracy [72]. Rozpatrywali, dla obu występujących w żelazie granic domen magnetycznych (180° i 90°), możliwe oddziaływania w zależności od magnetyzacji rozgraniczonych domen i kierunku ruchu granicy (rys. 2.11). Widoczne na rys. 2.11 są domeny domknięcia wokół dużego wydzielenia i ich zmiany podczas ruchu granicy 90°.

W [72] obliczona została również energia oddziaływania dla wydzielenia niemagnetycznego o rozmiarach 1 µm (rys. 2.12). Na podstawie przedstawionych wykresów można oszacować naprężenie, z jakim oddziałuje ono na granicę domenową 90° na ~ 3 MPa.

2.3 Wpływ naprężenia na namagnesowanie oraz proces magnesowania

Działanie naprężenia zewnętrznego można porównać do wytwarzania anizotropii magnetokrystalicznej. Przy działaniu naprężenia dodatniego (rozciągającego) zostaje wyróżniony kierunek równoległy do działania naprężenia jako "łatwy" magnetycznie, natomiast kierunki prostopadłe stają się "trudnymi". W zależności od wartości naprężenia oraz proporcji między magnetostrykcją materiału a stałymi anizotropii magnetokrystalicznej różna jest wielkość wpływu naprężenia na strukturę magnetyczną. Przy dużej magnetostrykcji i niskiej anizotropii magnetokrystalicznej, nawet nieduże naprężenie powoduje zmniejszenie objętości domen prostopa-



Rysunek 2.11: Oddziaływanie niemagnetycznej inkluzji, o rozmiarach większych od szerokości granicy, z granicą 90° [72]. Przedstawione dla różnych kierunków ruchu granicy i magnetyzacji.



Rysunek 2.12: Rozkład energii granicy domenowej 90° w pobliżu inkluzji [72].

dłych do naprężenia rozciągającego, a zwiększenie objętości domen równoległych, które może prowadzić nawet do zaniku domen prostopadłych. Działanie naprężenia ściskającego wprowadza "łatwe" kierunki prostopadłe do kierunku działania naprężenia, co powoduje zanikanie domen równoległych do kierunku naprężania, a powiększenie domen prostopadłych.

Dzieje się to za sprawą ruchu granic 90°. Jak zostało to opisane w podrozdziale opisującym ruch granic domenowych, zmiana energii magnetosprężystej jest różna dla dwóch sąsiednich domen poddanych działaniu naprężenia zewnętrznego, tylko jeśli są one namagnesowane w różnych kierunkach (2.11). Dla żelaza i stali znaczy to, że gradient energii magneosprężystej domen będzie niezerowy tylko w granicach 90°. Granice 180° nie będą się poruszać z powodu działania energii magnetosprężystej, działanie naprężenia może jedynie spowodować poszerzenie granicy 180° [28]. Jako, że granice 90° jako granice Blocha typu I są mniej ruchliwe niż granice 180° – będą mocniej kotwiczone [54]. W przypadku działania naprężenia przemiennego można zaobserwować histerezę magnetosprężystą $\epsilon(\sigma)$, której istnienie związane jest ze stratami energii podczas nieodwracalnego, skokowego ruchu granic domenowych.

Jak jest widoczne na rys. 2.13 naprężenie zewnętrzne zmienia rozkłady kierunków magnetyzacji domen magnetycznych, co zmienia warunki magnesowania materiału i bardzo wyraźnie wpływa na pętlę histerezy magnetycznej oraz efekty histerezowe procesu magnesowania. Ten efekt ma bardzo ważne zastosowanie w dziedzinie badań nieniszczących, umożliwiając detekcję naprężenia w materiale za pomocą badania właściwości magnetycznych [5].

2.4 Histereza magnetosprężysta

2.4.1 Opis zjawiska TWM

Podczas badań tarcia wewnętrznego, Q^{-1} , stwierdzono, że materiałom ferromagnetycznym towarzyszy zwiększone tarcie wewnętrzne (rozumiane jako straty energii drgań mechanicznych). Tarcie wewnętrzne ma źródło w nieodwracalnych energetycznie zmianach wewnątrz materiału zachodzących pod wpływem naprężenia zewnętrznego: mikrostrukturalnych oraz zmianach struktury magnetycznej. Przeprowadzając eksperymenty w różnych polach magnetycznych dowiedziono, że istnieje graniczne pole magnetyczne (nasycenia), powyżej którego tarcie wewnętrz-



Rysunek 2.13: Schematyczne przedstawienie wpływu naprężenia (rozciągającego oraz ściskającego) na strukturę domenową [27]: (a) materiał w stanie nieobciążonym, (b) pośrednie naprężenie, (c) naprężenie generujące maksymalną anizotropię, (d) obciążony materiał, namagnesowany do nasycenia.

ne osiąga minimum. Różnice pomiędzy tarciem wewnętrznym beze stosowania pola magnetycznego oraz tarciem wewnętrznym w polu magnetycznym nasycenia są wynikiem istnienia histerezy magnetosprężystej: zjawiska utraty energii mechanicznej podczas skokowego ruchu granic domen magnetycznych wywołanego działaniem zmiennego naprężenia zewnętrznego [79]. Opisane w poprzednim rozdziale oddziaływanie naprężenia zewnętrznego na 90° granice domen magnetycznych powoduje, podczas działania zmiennego naprężenia, powstanie ciśnienia na powierzchni granic, które po przekroczeniu ciśnienia wywieranego na granice przez kotwiczące je lokalne defekty strukturalne, powoduje skokowy ruch granicy. Ruchowi temu towarzyszy emisja fali elektromagnetycznej oraz prądów wirowych, które są źródłem strat energii.

Do opisu tarcia wewnętrznego wykorzystuje się współczynnik strat energii mechanicznej dla drgającego ruchu tłumionego, Ψ , oraz odwrotność dobroci, Q^{-1} :

$$Q^{-1} = \frac{1}{2\pi} \Psi = \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta U}{U}, \qquad (2.28)$$

MOST WIEDZY Pobrano z mostwiedzy.pl

gdzie ΔU – to gęstość strat energii podczas jednego cyklu drgań, a U – to gęstość energii mechanicznej przy maksymalnym odkształceniu bieżącego cyklu. Aby otrzymać człon opisujący straty energii zachodzące dzięki zjawiskom magnetycznym, Q_m^{-1} , wykonuje się doświadczenie beze stosowania pola magnetycznego, oraz w polu magnetycznym nasycenia, dla którego otrzymuje się minimum Q^{-1} , a wyniki odejmuje według następującego wyrażenia [28]:

$$Q_m^{-1}(\epsilon, f) = Q^{-1}(\epsilon, f) - Q_{sat}^{-1}(\epsilon, f) = \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta U_m}{U}, \qquad (2.29)$$

gdzie Q_{sat}^{-1} jest uzyskane dla pola magnetycznego nasycenia, a ΔU_m to gęstość strat energii na efekty magnetosprężyste. Uwaga, w dalszej części tego rozdziału ΔU_m będzie oznaczane przez ΔU , aby zachować zgodność z oznaczeniami w oryginalnym artykule [88] opisującym wpływ rozkładu naprężeń wewnętrznych na histerezę magnetomechaniczną.

Podczas odkształcania ferromagnetyka straty energii pochodzenia magnetycznego można podzielić w zależności od sposobu wytracania na [28]:

- straty na makro-prądy wirowe,
- straty na mikro-prądy wirowe,
- straty na histerezę magnetomechaniczną.

Podział na mikro- oraz makro- prądy wirowe odnosi się do źródła zmian strumienia pola magnetycznego w próbce. Makro-prądy wirowe są spowodowane zmianami strumienia pola magnetycznego "globalnymi" – długo zasięgowymi, które wynikają ze zmian wypadkowego wektora magnetyzacji próbki. Występują one tylko podczas odkształcania próbek o niezerowej wypadkowej magnetyzacji. W przypadku próbki rozmagnesowanej symetryczne oddziaływanie naprężenia na domeny magnetyczne o magnetyzacji z przeciwnymi zwrotami nie jest w stanie spowodować nie-lokalnej magnetyzacji wypadkowej. Mikro-prądy wirowe natomiast mają swoje źródło bezpośrednio w ruchu granic domen magnetycznych i są indukowane poprzez towarzyszące temu ruchowi obroty wektora magnetyzacji. W przypadku doświadczeń opisanych w tej dysertacji próbki zawsze były starannie rozmagnesowywane przed przystąpieniem do doświadczeń, tak więc makro-prądy wirowe zostały ograniczone do minimum, natomiast mikro-prądy wirowe powodują tłumienie fali elektromagnetycznej od efektu Barkhausena i ograniczenie możliwości jego rejestracji dla przeskoków granic domen magnetycznych znajdujących się głębiej niż $\sim 1\,{\rm mm}$ pod powierzchnią próbki.

2.4.2 Modele opisujące TWM

Straty na histerezę magnetosprężystą zostały bardzo dobrze opisane za pomocą modeli empirycznych, które później były dalej rozwijane w celu uwzględnienia wpływu różnych wielkości fizycznych, między innymi rozkładu naprężeń wewnętrznych (rozumianego jako rozkład składników lokalnych naprężenia wewnętrznego) [24, 28, 88, 89].

Cochardt [24] opracował pierwszą teorię opisującą zależność naprężeniową współczynnika strat energii mechanicznej na histerezę magnetosprężystą, Ψ_M . Twierdził on, że gęstość strat energii w jednym cyklu, ΔU , jest równa polu powierzchni wewnątrz pętli histerezy $\epsilon(\sigma)$. Dla naprężeń poniżej pewnego naprężenia krytycznego, σ_c , straty energii ΔU , są dane prawem Rayleigha [17]:

$$\Delta U = D\sigma^3, \qquad (\sigma < \sigma_c), \qquad (2.30)$$

gdzie D jest stałą. Natomiast dla naprężeń powyżej naprężenia krytycznego, σ_c , gęstość strat energii ΔU ulega nasyceniu i jest dana zależnością [24]:

$$\Delta U = K \lambda_s \sigma_c \,, \qquad (\sigma < \sigma_c) \,, \tag{2.31}$$

gdzie K – stała przyjmująca wartości z przedziału od 0 do 3, λ_s – magnetostrykcja nasycenia. Przyrównując oba równania dla naprężenia $\sigma = \sigma_c$ można otrzymać wartość D. Jest to pierwszy model, który opisywał w sposób jakościowy i ilościowy histerezę magnetomechaniczną. Sumner i Entwistle [93] zauważyli, że prawo Rayleigha (2.30) jest spełnione jedynie dla najniższych wartości naprężenia, natomiast im bliżej do nasycenia tym wykładnik przy σ w równaniu (2.30) staje się mniejszy. Smith i Birchak [88] zauważyli, że w prosty sposób można poprawić działanie tego modelu, przez wprowadzenie tzw. rozkładu naprężeń wewnętrznych, dzieląc materiał na fragmenty, każdy o własnym naprężeniu wewnętrznym. Założyli istnienie różnych σ_c w objętości materiału, czyli stanu naprężenia, przy którym podczas przemiennego obciążania (od $-\sigma_c$ do $+\sigma_c$) dana objętość osiągnie nasycenie w swojej lokalnej pętli histerezy magnetomechanicznej (rys. 2.16). Opisali tzw. funkcją rozkładu naprężeń wewnętrznych prawdopodobieństwo wystąpienia lokalnie naprężenia krytycznego o wartości σ_{loc} . W oryginalnym modelu przyjęli funkcję rozkładu naprężeń wewnętrznych, $N(\sigma_{loc}) = \frac{\Delta V}{V \Delta \sigma_{loc}}$, zwracającą ułamek objętości, w którym lokalne naprężenie krytyczne jest z przedziału ($\sigma_{loc}, \sigma_{loc} + \Delta \sigma_{loc}$), opisaną trzema zależnościami warunkowymi:

$$N(\sigma_{loc}) = \begin{cases} 0 & \sigma_{loc} \in (0, \sigma_i - \Delta \sigma_i) \lor (\sigma_i + \Delta \sigma_i, \infty) \\ \frac{1}{2\Delta \sigma} & \sigma_{loc} \in (\sigma_i - \Delta \sigma_i, \leqslant \sigma_i + \Delta \sigma_i) \end{cases},$$
(2.32)

gdzie σ_i – średnie naprężenie wewnętrzne, $\Delta \sigma_i$ – połowa szerokości rozkładu. Funkcja $N(\sigma)$ opisana równaniem (2.32) jest unormowanym do jedności rozkładem o stałym prawdopodobieństwie znalezienia lokalnego naprężenia krytycznego w przedziale od $\sigma_i - \Delta \sigma_i$ do $\sigma_i + \Delta \sigma_i$. Aby otrzymać gęstość strat energii ΔU na procesy magnetyczne w materiale należy zsumować wpływy wszystkich regionów w materiale:

$$\Delta U = \int \Delta U_{loc} n(\sigma_{loc}) d\sigma_{loc} , \qquad (2.33)$$

gdzie ΔU_{loc} – to lokalna gęstość strat energii w materiale. Należy pamiętać o tym, że ΔU_{loc} zależy od amplitudy drgań mechanicznych σ w sposób określony przez równania (2.30) i (2.31). Dzięki zastosowaniu rozkładu naprężeń wewnętrznych część materiału może być nasycona (2.31), a część materiału dawać odpowiedź nisko-amplitudową (2.30). Skutkuje to "wygładzeniem" ΔU w rejonie od $\sigma_i - \Delta \sigma_i$ do $\sigma_i + \Delta \sigma_i$ (rys. 2.14) [88] w sposób, który odwzorowuje zaobserwowane w [93] przebiegi. Na rys. 2.14 zostały przedstawione zależności gęstości strat energii ΔU , dla różnych szerokości rozkładu naprężeń wewnętrznych (parametr $Z = \frac{\Delta \sigma}{\sigma_i}$), w funkcji unormowanego naprężenia (parametr $x = \frac{\sigma}{\sigma_i}$). Widoczny jest charakter ΔU zgodny z opisem Cochardta [24] dla Z = 0 oraz "wygładzanie" środkowej części przebiegu dla Z > 0. Dla Z = 0, czyli identycznego naprężenia wewnętrznego w całym materiałe widoczne są straty energii, jakie generuje fragment materiału w późniejszym modelu opisane równaniami: (2.30) - część ciągła oraz (2.31) - nasycenie.

Za pomocą takiego bardzo prostego rozkładu Smith i Birchak osiągnęli bardzo dobrą zgodność dopasowanych funkcji wynikających z modelu z danymi doświadczalnymi (rys. 2.15) [88]. Na rys. 2.15 przedstawione są dane doświadczalne Smitha i Birchaka dla wyznaczania współczynnika strat energii mechanicznej pochodzenia magnetycznego Ψ_m , dla stali Fe-Si 4% wraz z dopasowanymi funkcjami wynikającymi z modeli Smitha i Birchaka (linia ciągła) oraz Cochardta (linia przerywana).

Smith i Birchak [88] opisują również mechanizm nasycenia ΔU : w rozmagnesowanej próbce, obciążenie generujące naprężenie rozciągające zdolne do nasycenia



Rysunek 2.14: Straty energii na tarcie wewnętrzne pochodzenia magnetomechanicznego, ΔU , przy różnych rozkładach naprężeń wewnętrznych [88]



Rysunek 2.15: Dopasowanie funkcji wynikających z modeli Cochardta (linia przerywana) oraz Smitha i Birchaka (linia ciągła) do wyników pomiarów tarcia wewnętrznego pochodzenia magnetycznego, Ψ_m , otrzymanych dla stali Fe-Si 4% [88]

magnetycznego próbki spowoduje dzięki magnetostrykcji odkształcenie równe λ_s . Stanie się tak poprzez zmianę kierunku namagnesowania domen prostopadłych do kierunku działania naprężenia (czyli $\frac{2}{3}$ domen). Natomiast podczas cyklu ściskania osiągnięte zostanie odkształcenie $-\frac{\lambda_s}{2}$ przez domeny równoległe do kierunku naprężania (czyli $\frac{1}{3}$ domen). Daje to amplitudę odkształcenia próbki $\frac{3}{2}\lambda_s$ podczas zmiany naprężenia z σ_c do $-\sigma_c$. Zostało to przedstawione jako pętla nasycenia oraz odpowiadający jej równoległobok na rys. 2.16. Zakładając równoległoboczny kształt pętli histerezy daje to pole powierzchni pod pętlą, a zatem gęstość strat energii, $\Delta U = 3\lambda_s \sigma_c$. A zatem stała K z równania (2.31) wynosi w tym wypadku 3. Na rys. 2.16 została również przedstawiona mała pętla, której gęstość strat energii jest opisana prawem Rayleigha (2.30). Zgodnie z teorią Smitha i Birchaka osiągnięcie lokalnie pętli nasycenia wymaga obciążenia generującego naprężenie zewnętrzne σ większe od lokalnego naprężenia kotwiczenia σ_{loc} . Z punktu widzenia mikromagnetyzmu, można traktować to jako ruch granicy domenowej oraz jej odkotwiczenie. Rozkład naprężeń wewnętrznych wg. Smitha i Birchaka można zatem interpretować jako rozkład wartości naprężenia z jakim kotwiczone są 90° granice domen przez defekty w materiale. Zauważają oni jednak [88], że średnie naprężenie wewnętrzne, σ_i , w proponowanym rozkładzie nie oznacza średniego naprężenia samego w sobie, a raczej średnie naprężenie wewnętrzne nasycenia magnetomechanicznego jednostki objętości materiału. Na polu mikromagnetyzmu, można to dalej interpretować jako średnie naprężenie przy którym dana granica domenowa osiągnie koniec możliwości swojego ruchu pod wpływem działania naprężenia. Fakt ten jest często pomijany w opisach późniejszych autorów cytujących prace Smitha i Birchaka.

W dalszej pracy Smith i Birchak [89] zaproponowali stosowanie rozkładu o bardziej "fizycznym" charakterze, funkcję rozkładu γ :

$$N(\sigma_{loc}) = A\sigma_{loc}e^{\frac{-\sigma_{loc}}{B}}, \qquad (2.34)$$

gdzie A i B to stałe dobierane doświadczalnie. W tym modelu (model SB 2) Smith i Birchak zrezygnowali ze strat energii poniżej naprężenia krytycznego σ_{loc} (2.30), dzięki czemu straty energii możliwe są jedynie po przekroczeniu poziomu lokalnego naprężenia wewnętrznego (rys. 2.17).

Co ciekawe, korzystając z tej funkcji osiąga się gorsze dopasowanie niż za pomocą funkcji przedstawionej w równaniu (2.32) (rys. 2.18). Jest to wynikiem mniejszej



Rysunek 2.16: Schematyczne przedstawienie pętli histerezy magnetomechanicznych: (a) pętla o niedużym zakresie σ , dana prawem Rayleigha (2.30); (b) pętla nasycenia; (c) pętla nasycenia modelowana równoległobokiem (2.31) [88].



Rysunek 2.17: Straty energii w modelu SB 2 w zależności od osiąganej amplitudy wartości naprężenia.

ilości stopni swobody w nowym modelu. Na rys. 2.18 przedstawiono ponownie wyniki badań tarcia wewnętrznego pochodzenia magnetycznego Fe-Si 4% przedstawione wcześniej na rys. 2.15. Linią kropkowaną zaznaczono dopasowanie funkcji wynikającej z modelu SB do danych pomiarowych, a korzystającego z funkcji opisanej (2.32) jako jednego z parametrów, natomiast linią ciągłą - (2.34), a linią kreskowaną - (2.34), ale o naprężeniu σ_{loc} w wykładniku eksponenty w drugiej potędze. Rozkład przedstawiony przez (2.34) ze względu na bardziej "fizyczny" charakter będzie wykorzystywany, z pewnymi modyfikacjami, w dalszej części tej dysertacji do analizy wyników pomiarowych.



Rysunek 2.18: Dopasowanie funkcji wynikającej z modelu SB (linia wykropkowana) oraz modelu SB 2 (linia przerywana i ciągła, wykładnik w potędze drugiej i pierwszej) do wyników pomiarów tarcia wewnętrznego pochodzenia magnetycznego, Ψ_m otrzymanych dla stali Fe-Si 4% [89]

Straty energii we wcześniejszym modelu, korzystającym z równań (2.30) oraz (2.31) do opisu lokalnych strat energii, można przypisać nieskokowemu ruchowi granic domen magnetycznych, które ostatecznie (po osiągnięciu przez naprężenie zewnętrzne poziomu σ_{loc}) są permanentnie kotwiczone albo anihilują. Nie-skokowe w odniesieniu do ruchu nie oznacza tu całkowitego braku skoków, jedynie oznacza małą amplitudę skoków, które przez nałożenie wielu pojedynczych skoków dają wrażenie gładkiego przebiegu strat energii. Natomiast późniejszy model, który rezygnuje ze strat energii poniżej lokalnego naprężenia nasycenia σ_{loc} (2.30), nadaje skokowości ruchowi granicy. Uważana jest ona w tym modelu za zakotwiczoną dopóki nie pojawi się odpowiednio duże naprężenie zewnętrzne, większe od poziomu lokalnego naprężenia nasycenia, σ_{loc} , które spowoduje stratę energii. Powyżej tego naprężenia nie następują już przeskoki w tym fragmencie objętości materiału.

W opinii autora oba te modele niedostatecznie opisują istotę rzeczy. Straty energii ciągłe względem zmian naprężenia zewnętrznego (2.30), można tłumaczyć niedużymi przeskokami granicy domenowej spowodowanymi odkotwiczaniem od defektów strukturalnych o małej sile kotwiczenia lub stratami na pętle histerezy mechanicznej, gdzie efektywne odkształcenie jest powiększone o odkształcenie związane o naprężenie magnetostrykcyjne wywołane wzrostem domen magnetycznych o kierunku równoległym (dla dodatniej magnetostrykcji) do zadawanego naprężenia rozciągającego (kierunki odwrotne dla naprężenia ściskającego). Jest to odpowiednik tarcia podczas ruchu makroskopowego lub tarcia wewnętrznego niemagnetycznego.

Natomiast straty dyskretne opisują przeskoki granicy domen magnetycznych nad skupiskami defektów o wymiarach porównywalnych z wymiarami granicy, których siła kotwiczenia jest odpowiednio duża, aby po pokonaniu tej bariery wykonać duży przeskok. Jednak w opisie skoków brakuje możliwości kolejnego odkotwiczenia granicy od defektu, co ogranicza każda granicę do jednego przeskoku w całym swoim zakresie ruchu, co jest zbyt ostrym założeniem. W materiałach o odpowiednio dużej ilości skupisk defektów umożliwiających przeskoki (silny efekt Barkhausena) można przypuszczać, że straty energii w ruchu nie-skokowym granic domen magnetycznych są wielokrotnie mniejsze od strat skokowych, co może potwierdzać seria badań porównująca straty energii na tarcie magnetomechaniczne oraz na mechaniczny efekt Barkhausena [5,23]. Prawdopodobny wykres lokalnych (dla jednej granicy domen magnetycznych) strat energii może przyjmować charakter przedstawiony na rys. 2.19. Widoczny jest wzrost ciągły mający charakter Rayleigha (2.30) oraz skoki, związane ze stratami energii podczas krótkiego zdarzenia, jakim jest przeskok granicy domen magnetycznych nad skupiskiem defektów sieci oraz na koniec ruchu, kiedy naprężenia nie są już w stanie przesunąć granicy albo anihilowała ona, następuje nasycenie strat tak jak w równaniu (2.31). Proponowany model miałby charakter bardziej fizyczny, ale jednocześnie byłby znacznie trudniejszy do zastosowania. Naprężeniami wewnętrznymi można by tu nazwać różnice poziomów naprężeń, przy których następują przeskoki, co dodaje stopni swobody, jednocześnie utrudniając albo wręcz uniemożliwiając implementację. Taki model wymaga jednak osobnego rozpatrzenia.



Rysunek 2.19: Propozycja zależności strat energii w materiale od amplitudy wartości naprężenia podczas oscylacji.

Naprężenia wewnętrzne w przytoczonych powyżej modelach odnoszą się do ciśnienia wywieranego na nie-180° granice domen magnetycznych, przeciwstawiające się ich ruchowi. Należy zauważyć, że defekty strukturalne oddziałują na granice domen magnetycznych za pomocą naprężenia jakie wytwarzają w swoim otoczeniu, ale możliwe jest również oddziaływanie z granicami domen np. faz lub inkluzji niemagnetycznych za pomocą efektów magnetostatycznego pochodzenia, takich jak np. tworzenie domen domknięcia [28]. Dla inkluzji oddziaływanie to następuje głównie poprzez energię magnetostatyczną i energię granicy domenowej (wzrost energii przy wzroście krzywizn podczas "zaginania" na barierze (rys. 2.22)), a w mniejszym stopniu przez pole naprężeń generowane przez inkluzję [27]. Cytując [92]: " σ_i (średnie naprężenie wewnętrzne – aut.) biorące udział w tłumieniu magnetomechanicznym powinno być uważane za 'efektywne' naprężenie wewnętrzne oddające poziom przeciwstawiania się ruchowi granic domen magnetycznych i ograniczające ich ruchliwość aniżeli naprężenie wewnętrzne w jego zazwyczaj rozumianym znaczeniu". Cytując dalej [88]: "(...) ponieważ σ_i nie oznacza średniego naprężenia wewnętrznego, ale raczej średnie naprężenie wewnętrzne nasycenia (lokalnych pętli histerezy magnetomechanicznej – aut.), nie jest oczywistym, czy można porównywać pomiary rentgenowskie z pomiarami magnetycznymi".

2.5 Mechaniczny efekt Barkhausena

2.5.1 Opis zjawiska MeBN

Efekt Barkhausena (MBN – magnetic Barkhausen noise) to zjawisko indukowania impulsów napiecia w cewce nawinietej na ferromagnetyk lub umieszczonej w jego bezpośrednim pobliżu podczas procesów niektórych zmian struktury magnetycznej zachodzących pod wpływem zewnętrznego pola magnetycznego. Został on odpisany w 1919 roku przez Heinricha Barkhausena [13], a jego odkrycie było możliwe dzięki nowym metodom analizy sygnału indukowanego w cewce nawiniętej na ferromagnetyk podczas procesu magnesowania, jakie pojawiły się wraz z opracowaniem technologii lampowej. Impulsy napieciowe sa wynikiem zmian strumienia pola magnetycznego w cewce detekcyjnej na skutek skokowej zmiany magnetyzacji ferromagnetyka. Podczas procesu magnesowania zewnętrzne pole magnetyczne powoduje ekspansje domen magnetycznych o magnetyzacji najbliższej kierunkowi zewnętrznego pola magnetycznego. Proces ten odbywa się poprzez ruch granic domen magnetycznych, które są kotwiczone przez m.in. skupiska dyslokacji, wtrącenia niemagnetyczne lub granice ziaren. Przy osiągnięciu przez zewnętrzne pole magnetyczne natężenia pola wywołującego na granicy domenowej ciśnienie większe od ciśnienia wywieranego przez miejsca kotwiczenia granic następuje gwałtowne odkotwiczenie i szybki ruch do pozycji ponownej równowagi, co jest nazywane skokiem Barkhausena (Barkhausen jump). Podczas takiego skoku, w objętości materiału równej objętości przemagnesowania, następuje zmiana kierunku magnetyzacji w relatywnie krótkim czasie, czemu towarzyszy emisja energii w postaci fali elektromagnetycznej (EM). Tłumiona poprzez ośrodek o dużej przewodności elektrycznej oraz przenikalności magnetycznej, jakim jest np. żelazo, fala ta powoduje indukowanie impulsów napięcia w cewce nawinietej na, lub zbliżonej do materiału (rys. 2.20).

Tłumienie amplitudy impulsów magnetycznych przez otaczający miejsce emisji materiał zależy od częstotliwości (a ściślej, dla procesu zmiany magnetyzacji, zależy od prędkości zmian indukcji w czasie), a tzw. głębokość ekranowania fali elektromagnetycznej δ określona jest zależnością [96]:

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\mu_0 \mu_r \sigma_e \pi f}}, \qquad (2.35)$$

gdzie f- częstotliwość składowej impulsu, σ_e - przewodnictwo właściwe materiału,



Rysunek 2.20: Schemat generacji i odbioru sygnału towarzyszącego przeskokom Barkhausena. Skokowa zmiana magnetyzacji w małej objętości materiału podczas odkotwiczania od defektów struktury powoduje emisję fali EM, tłumionej przez ośrodek.

 μ_r - przenikalność magnetyczna względna. Dla żelaza $\sigma_e = 10 \text{ MS m}^{-1}, \mu_r = 500$, oraz dla impulsu o głównej składowej f = 100 Hz otrzymuje się $\delta = 0,71 \text{ mm}$. Co oznacza, że dla szumu, którego moc jest zawarta w przedziale częstotliwości od 100 Hz do 150 kHz (jak zaobserwowano w badaniach wykonanych w ramach w tej dysertacji) głębokości, z których będzie można zarejestrować sygnał napięciowy efektu Barkhausena będą poniżej 1 mm. Przy założeniu przenikalności względnych w zakresie od $\mu_r = 50$, do $\mu_r = 5000$ oraz przewodnictw właściwych od $\sigma_e =$ 5 MS m^{-1} do $\sigma_e = 10 \text{ MS m}^{-1}$ otrzymuje się zakres głębokości wnikania, δ , który został przedstawiony na wykresie rys. 2.21.

W zależności od wymiarów i orientacji defektu (skupisk defektów) strukturalnego oraz siły kotwiczenia granicy jaką generuje dzieli się kotwiczenie na silne i słabe [45]. Przy kotwiczeniu wzrost ciśnienia działającego na granicę domen magnetycznych powoduje "wybrzuszanie" granicy po obu stronach defektu (rys. 2.22), którego krzywizna jest zależna również od gęstości energii granicy, \dot{W}_d . Dla słabego kotwiczenia następuje szybkie odkotwiczenie granicy i przeskok Barkhausena, dla bardzo słabego kotwiczenia granice nie wybrzuszają się. Dla silnego kotwiczenia "wybrzuszenia" granic rosną i następnie zamykają się za defektami, czemu towarzyszy znikomy przeskok Barkhausena, albo nie ma go wcale [45].

W zależności od mikrostruktury materiału można obserwować różne wpływy na przeskoki Barkhausena. W materiale pozbawionym defektów nie wystąpi efekt



Rysunek 2.21: Zakres głębokości wnikania fali EM w stalach w zależności od jej częstotliwości. Zacieniowany obszar odpowiada stalom, które charakteryzują zakresy wartości σ_e oraz μ_r opisane w tekście.



Rysunek 2.22: Odkształcenie zakotwiczonej na defekcie granicy domen magnetycznych pod wpływem wywieranego na nią ciśnienia.

Barkhausena. Im więcej pojawi się defektów, tym więcej będzie przeskoków w jednym cyklu magnesowania, o amplitudzie zależnej od opisanego wyżej sposobu kotwiczenia. Przy dalszym wzroście ilości defektów będzie rosła liczba przeskoków, ale gdy odległość między defektami zmaleje poniżej długości skoku zmaleje wówczas ich amplituda, gdyż objętość przemagnesowywana w trakcie przeskoku zostanie ograniczona kolejnymi defektami kotwiczącymi granicę coraz bliżej.

Struktura magnetyczna ferromagnetyka o niezerowej magnetostrykcji może zostać również zmieniona poprzez działanie naprężenia zewnętrznego (2.13), i w takiej sytuacji również można zaobserwować efekt Barkhausena, ale którego przyczyna jest natury mechanicznej, a nie magnetycznej. Jak zostało wykazane w rozdziale 2 podczas działania naprężenia zewnętrznego w żelazie i stalach oddziaływanie to ogranicza się jedynie do 90° granic domen magnetycznych, w odróżnieniu od działania zewnętrznego pola magnetycznego, które oddziałuje na wszystkie granice domen magnetycznych. Należy w tym miejscu podkreślić, że podczas procesu magnesowania granice 90° biorą znacznie mniejszy udział w rejestrowanym efekcie Barkhausena niż granice 180°. Pole magnetyczne potrzebne do poruszenia granic nie-180° (90° w żelazie i stalach ferromagnetycznych) jest większe niż dla granic 180°, w związku z czym skoki Barkhausena związane z ruchem granic 90° będą rejestrowane dopiero dla większych wartości zewnętrznego pola magnetycznego [80]. Zgodnie z równaniem (2.11) działanie naprężenia zmniejsza (dla magnetostrykcji ujemnej zwiększa) energię magnetosprężystą domen z wektorami magnetyzacji skierowanymi najbliżej do kierunku działania naprężenia, co skutkuje równym oddziaływaniem na domeny o przeciwnych zwrotach magnetyzacji. Dzięki tej właściwości naprężenie zewnętrzne nie jest w stanie wprowadzić nielokalnej magnetyzacji w rozmagnesowanej próbce. Odróżnia je to od działania zewnętrznego pola magnetycznego. Aby oddzielić od siebie te dwa rodzaje efektu Barkhausena, różniące się zarówno przyczyną jak i rodzajem zmian w strukturze magnetycznej ferromagnetyka, efekt będący skutkiem działania napreżenia nazywany jest mechanicznym efektem Barkhausena (MeBN – mechanical Barkhausen noise).

Po raz pierwszy MeBN pojawił się w literaturze naukowej niedługo po odkryciu efektu Barkhausena (w 1919 r.) w artykule autorstwa Gerlacha i Lertesa w 1921 r. [38], a dokładniejsze badania w miarę ówczesnych możliwości przeprowadził Zschiesche [105] w 1922 r. Obserwowali oni chwilowe natężenie szumu za pomocą galwanometru balistycznego oraz nasłuchiwali szumu w słuchawce podłączonej do wzmacniacza lampowego umożliwiającego zwiększenie głośności szumu MeBN do poziomu słyszalności. Badania przeprowadzali dla cienkich drutów żelaznych, stalowych, niklowych oraz różnych stopów żelazo-nikiel. Na podstawie zależności temperaturowej MeBN podobnej do tej dla magnetostrykcji, a nie do tej dla magnetyzacji, słusznie przypisali pochodzenie tego szumu zjawisko magnetosprężystym. Nie został zaobserwowany przez nich MeBN dla kryształu o znikomej ilości defektów, a w stopie Fe-Ni, o bardzo niskiej magnetostrykcji, efekt był ledwie mierzalny. Zschiesche odkrył również znaczną (trwałą) zmianę charakteru MeBN po deformacji plastycznej [105]. Wcześniej silny efekt, stał się wówczas ledwie słyszalny. Mogło mieć to związek z wytworzeniem podczas deformacji skupisk dyslokacji uniemożliwiających ruch większości granic nie-180°. Należy podkreślić kilkukrotne przekroczenie przez Zschiesche granicy plastyczności materiału, co miało zapewne drastyczny wpływ na jego mikrostrukturę.

Dla zakresu sprężystego drgań mechanicznych intensywność emisji MeBN jest zazwyczaj kilkukrotnie mniejsza od intensywności emisji klasycznego efektu Barkhausena [5,28,98] (rys. 2.23). Wiąże się to z mniejszą indywidualną powierzchnią granic nie-180°, w porównaniu do stanowiących podstawę magnetycznego efektu Barkhausena, granic 180°. W związku z ograniczeniem zakresu dopuszczalnych do zastosowania wartości naprężenia zewnętrznego przez granicę sprężystości badanego materiału, niemożliwe jest osiągnięcie pełnego zakresu ruchu granicy domenowej nie-180° i również z tego powodu maleje intensywność rejestrowanego sygnału MeBN.

Pojedyncze skoki Barkhausena grupują się [15, 70, 96] tworząc klastry. Jest to wyraźne przy bardzo niskich częstotliwościach magnesowania. Przy większych częstotliwościach magnesowania (już od 1 Hz [96]) ten efekt jest trudny do zauważenia ze względu na liczbę zdarzeń przypadających na jednostkę czasu, w wyniku czego rejestrowany sygnał napięciowy przypomina losowy szum bez widocznych klastrów. W związku z tym analiza właściwości pojedynczych impulsów jest praktycznie niemożliwa. Wyjątek stanowią materiały o bardzo małej grubości oraz o dużych rozmiarach domen i małej gęstości miejsc kotwiczenia granic domenowych. W materiałach typu stal, w objętości materiału, z której sonda efektu Barkhausena zbiera sygnał, każdy rejestrowany skok napięcia jest superpozycją wielu skoków Barkhausena z różnych źródeł.

Obserwowany w cewce pomiarowej sygnał napięciowy jest związany z pojedyn-



Rysunek 2.23: Porównanie natężenia emisji MBN (a) i MeBN (b) wyznaczanego jako wartość obwiedni napięcia skutecznego (RMS). Zarejestrowane przez autora za pomocą jednej sondy podczas tej samej serii pomiarów próbek ze stali 13HMF.

czymi skokami poprzez prawo indukcji elektromagnetycznej Faradaya [80]. Zmiana strumienia pola magnetycznego, $\Delta \Phi_i$, w cewce pomiarowej (liczba zwojów N, długość l) wynikająca z skoku Barkhausena jest proporcjonalna do objętości materiału,w której następuje obrót magnetyzacji, V_i , oraz zmianie wektora magnetyzacji ΔJ_s [5]:

$$\Delta \Phi_i = V_i \Delta J_s \frac{N}{l}.$$
(2.36)

Na obserwowany sygnał napięciowy MeBN ma bardzo duży wpływ magnetyzacja materiału. Obserwuje się inne przebiegi MeBN nawet w przypadku badania próbki rozmagnesowanej w różny sposób: cieplnie (poprzez osiągnięcie temperatury Curie, T_c , oraz schłodzenie bez obecności pola magnetycznego, także ziemskiego) i przez stosowanie pola magnetycznego przemiennego o zanikającej do zera amplitudzie [23] (rys. 2.24). Najlepszą metodą rozmagnesowania zatem jest rozmagnesowanie cieplne, które jednak jest trudne do przeprowadzenia w warunkach laboratoryjnych, a praktycznie niemożliwe w warunkach polowych. Na podstawie doświadczenia, którego wyniki zostały przedstawione na rys. 2.24, można stwierdzić, że główne różnice dotyczą zakresu początkowego – małych wartości naprężenia, poniżej $\sigma < 40$ MPa. Dzieje się tak prawdopodobnie dlatego, że bariery o dużym naprężeniu kotwiczącym granice uniemożliwiają im ruch w przypadku rozmagnesowania przemiennym polem magnetycznym, co nie ma miejsca w przypadku rozmagnesowania cieplnego. Duży lokalny gradient energii w miejscu tych barier zatem wpływa na strukturę magnetyczną w ich otoczeniu w sposób, który wymusza konkretne ustawienie domen magnetycznych. Różnica w parametrze dopasowania, średnim naprężeniu wewnętrznym wg. modelu Smitha-Birchaka wynosi mniej niż 2 MPa [23] (metoda ta zostanie opisana w szczegółach w dalszej części tego rozdziału). Biorąc również pod uwagę możliwość niewielkich zmian mikrostruktury, takich jak migracje dyslokacji oraz redukcja naprężenia wewnętrznego jakie zachodzą podczas wygrzewania w temperaturze rzędu T_c (~ 700 °C dla stali) można przyjąć, że metoda magnetyczna rozmagnesowania jest akceptowalna w badaniach MeBN. Również taki był wniosek autora ww. badań [23].



Rysunek 2.24: Wpływ metod rozmagnesowania na pomiar MeBN podczas pierwszego obciążania próbki [23]: (a) rozmagnesowanie cieplne, (b) rozmagnesowanie polem przemiennym o zanikającej amplitudzie.

Wpływ pola magnetycznego na emisję MeBN został zbadany w [87]. Próbki z żelaza, niklu oraz żelazo-kobaltu były obciążane przemiennie w stałym polu magnetycznym i rejestrowana była wartość napięcia skutecznego (RMS) MeBN dla jednego okresu obciążania, P_{BF} . Na rys. 2.25 przedstawiono zależność P_{BF} (otrzymanego dla szumu po filtrze dolnoprzepustowym 300 Hz) od natężenia pola magnetycznego w jakim była próbka, H. Widoczny jest wzrost P_{BF} wraz ze wzrostem pola aż do osiągnięcia maksimum, po czym następuje zanik P_{BF} do zera dla wartości H > 15 kA m⁻¹. Wzrost sygnału powiązany jest z zwiększeniem strumienia pola magnetycznego, który ulega zmianom w czasie obciążania. Po osiągnięciu odpowiednio dużych wartości pola magnetycznego maleje powierzchnia granic 90°, które zanikają, w związku z czym wartość P_{BF} maleje.



Rysunek 2.25: Zależność polowa składnika niskiej częstotliwości natężenia emisji MeBN [87].

2.5.2 Zastosowania MeBN

MeBN jako stosunkowo mało poznane zjawisko fizyczne nie doczekał się jeszcze wielu zastosowań. Znana jest zależność MeBN od stanu mikrostruktury i na tej podstawie Soultan i Kleber [91] przeprowadzali badania wpływu procesu zmęczenia próbek z żelaza na wartość napięcia skutecznego (RMS) obwiedni sygnału napięciowego MeBN. RMS był wyznaczany dla okna czasowego większego od jednego okresu odkształcania próbki przez maszynę skrętno-gnącą. Za pomocą wzmocnienia sygnału z cewki detekcyjnej rzędu 100 dB oraz zastosowania filtru środkowo przepustowego w zakresie 100 kHz-2 MHz osiągnęli oni zadowalający poziom sygnału do szumów. Stwierdzili, że MeBN daje możliwości dobrego monitorowania testów zmęczeniowych ferromagnetyków. Wyznaczyli trzy fazy w procesie zmęczenia materiału (Rys 2.26): początkową (narastania MeBN), stałą oraz końcową (zanik MeBN) dla testów zmęczeniowych kończących się zerwaniem próbki. Fazę początkową skojarzyli z zmianami mikrostruktury (zmianą gęstości dyslokacji, ich ułożenia oraz z procesami tworzenia wydzieleń), natomiast fazę końcową z rozwojem mikrouszkodzeń prowadzących do zerwania próbki.

Zgłoszony został patent na metodę nieniszczącego wyznaczania wytrzymałości zmęczeniowej materiałów [83] polegającą na szukaniu maksimum emisji MeBN dla różnych amplitud wartości naprężenia, w stałym polu magnetycznym. Patent ten powstał w wyniku badania [47] oraz [82], w którym to stwierdzono, że war-



Rysunek 2.26: Fazy zmian emisji MeBN podczas prób zmęczeniowych [91].

tość mediany z wysokości indukowanych impulsów napięciowych MeBN podczas zadawania przemiennych obciążeń jest czułym wskaźnikiem przekroczenia przez amplitudę obciążenia poziomu wytrzymałości na rozciąganie. Metoda ta została ponownie odkryta 30 lat później [30].

Badane były również próbki z blachy Fe-Si 3% o zorientowanym i niezorientowanym ziarnie [33], wyciete w różnym kierunku względem kierunku walcowania. Porównywane były RMS z MeBN liczone dla pełnego cyklu obciążania próbki, P_{BF} , RMS z MBN dla pełnego cyklu magnesowania, P_{mag} , oraz podatność magnetyczna, μ_r (rys. 2.27). Wszystkie wyznaczane parametry wykazały podobną zależność od kierunku walcowania blachy.

MeBN wykorzystany również został do oszacowania zmian średniego naprężenia wewnętrznego w szkłach metalicznych o różnym czasie wygrzewania [68] oraz różnej granicy sprężystości [48]. Innym zastosowaniem MeBN było użycie w analizie właściwości histerezy magnetosprężystej dla permalloyu [31].

2.5.3 Zastosowanie MeBN do wyznaczenia wartości naprężenia wewnętrznego

Na podstawie modelu wpływu funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych na tarcie pochodzenia magnetomechanicznego (TWM) opracowanego przez Smitha i Birchaka (rozdział 2.4) oraz metody wyznaczania funkcji rozkładu naprężeń wewnętrz-



Rysunek 2.27: Zmiany parametrów magneto-mechanicznych wraz z zmianą kierunku osi głównej próbek z blachy Fe-Si o zorientowanym ziarnie względem anizotropii materiału [33].

nych, $N_{SB}(\sigma)$ w interpretacji Smitha i Birchaka, Augustyniak i Chmielewski [5,23] przeprowadzili serie badań porównujących wyniki badań ferromagnetyków za pomocą TWM i MeBN. Sygnał rejestrowany podczas badania MeBN jest miarą energii traconej podczas procesów przemagnesowania materiału na emisję fal EM. Jest to jeden z składników energii traconej podczas odkształceń materiału w badaniach TWM (rozdział 2.4) na podstawie której strat wyznaczana jest $N_{SB}(\sigma)$ poprzez dopasowanie do danych pomiarowych funkcji wynikającej z modelu Smitha i Birchaka. Uzyskali oni pomiędzy wielkościami strat energii na TWM, E_{TWM} , oraze strat energii na proces emisji MeBN, E_{MeBN} , (interpretowaną jako całka z pętli histerezy obwiedni MeBN) zależność monotoniczną, a dla szeregu próbek wręcz liniową (proporcjonalną) (rys. 2.28) [5,23]. Na rys. 2.28 przedstawiono zestawienie wyników pomiaru TWM oraz MeBN dla próbek wykonanych ze stopów Co-Pt (rys. 2.28a) oraz Fe-Cr rys. 2.28b), gdzie W2 TW oznacza E_{TWM} natomiast W1 MEB oznaczono E_{MeBN} .

W związku z powyższym w celu wyznaczenia $N_{SB}(\sigma)$ za pomocą badania MeBN należy mierzyć zależność E_{MeBN} , dla różnych amplitud zmian wartości naprężenia (rys. 2.29). Przy relacji proporcjonalnej między E_{TWM} oraz E_{MeBN} pochodna po naprężeniu z tej funkcji daje przyrosty chwilowe zmian strat energii w funkcji naprężenia, które w teorii Smitha i Birchaka oznaczane są jako ΔU . Związek $\Delta U \ z \ N(\sigma)$ opisuje zależność [88]:



Rysunek 2.28: Porównanie strat energii na histerezę magnetomechaniczną (TWM) oraz MeBN [5,23]. (a) Co-Pt, (b) Fe-Cr.

$$\Delta U = \int U_{loc} N(\sigma_{loc}) d\sigma_{loc} , \qquad (2.37)$$

gdzie U_{loc} to straty energii w regionie materiału o naprężeniu wewnętrznym σ_{loc} .

Porównując narastanie całki z obwiedni MeBN wykreślonej w funkcji naprężenia, σ , dla pierwszego obciążania próbki (W1 MBN(1) na rys. 2.29) z zależnością E_{MeBN} od σ (W2 MBN (Δ) na rys. 2.29) Augustyniak i Chmielewski stwierdzili ich równoważność. Oznacza to, że wartość chwilowa obwiedni MeBN dla pierwszego obciążania próbki odpowiada pochodnej po amplitudzie wartości naprężenia z całki z MeBN w funkcji amplitudy wartości naprężenia. Wykazano wcześniej (rys. 2.28) zależność proporcjonalności tej pochodnej z współczynnikiem Q^{-1} wyznaczanym w pomiarach TWM (rozdział 2.4), który jest związany z ΔU relacją (2.37). Dzięki powyższemu postulowano zależność chwilowych strat energii od σ jako:

$$\Delta U(\sigma_0) \approx \int_0^{\sigma_0} U_{MeBN}(\sigma) d\sigma , \qquad (2.38)$$

gdzie σ_0 to naprężenie dla którego poszukiwane jest ΔU , a $U_{MeBN}(\sigma)$ to chwilowa wartość obwiedni MeBN zarejestrowanej podczas pierwszego obciążania próbki w chwili osiągnięcia naprężenia σ . Przyrównując (2.33) z wstawionym (2.31) do (2.38) otrzymujemy zależność:

$$\int_{0}^{\sigma_0} K \lambda_s N_{SB}(\sigma) d\sigma \approx \int_{0}^{\sigma_0} U_{MeBN}(\sigma) d\sigma , \qquad (2.39)$$

którą następnie można uprościć do:

$$U_{MeBN}(\sigma) \approx \sigma N_{SB}(\sigma). \tag{2.40}$$

51



Rysunek 2.29: Porównanie strat energii na MeBN podczas pierwszego obciążania próbki oraz drgań o malejącej amplitudzie [23]. W1 MBN - wartość całki z natężenia emisji MeBN podczas pierwszego obciążania, W2 MBN - całka dla jednego okresu drgań z natężenia emisji MeBN podczas drgań swobodnych.

W badaniach [7] porównywane były poziomy naprężenia wewnętrznego wyznaczone dla stopów FeC za pomocą TWM oraz MeBN, używając zależności 2.40, a wyniki tych badań zostały przedstawione na rys. 2.30. Uzyskano za pomocą obu metod równe co do wartości wyniki odkształcenia wewnętrznego, γ_i , co stanowi argument potwierdzający zasadność powyższych założeń.

Zależność (2.40) jest kluczowa z punktu widzenia wyznaczania funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych w interpretacji Smitha i Birchaka, $N_{SB}(\sigma)$. Należy powtórzyć w tym miejscu, że nie jest to rozkład wartości naprężenia związanych z amplitudami kotwiczenia GD przez defekty, $N(\sigma)$, ale wartości naprężenia skojarzonych również z koniecznością zwiększenia naprężenia w celu samego przemieszczenia GD do miejsca kotwiczenia, co zostało odnotowane również w rozdziale 2.4. W celu uzyskania funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych związanych z amplitudami kotwiczenia GD przez defekty, $N(\sigma)$, został opracowany fenomenologiczny model. Opisuje on emisję MeBN w funkcji wartości naprężenia zewnętrznego, a uwzględniający równocześnie efekty przemieszczania się granic domen i odkotwiczania ich od defektów. Model ten został opisany w rozdziale 8.1.

Jako parametr opisujący chwilowe natężenie emisji MeBN wykorzystywana jest wartość obwiedni napięcia skutecznego (RMS) z sygnału napięciowego MeBN indu-



Rysunek 2.30: Porównanie wartości średniego odkształcenia wewnętrznego skrętnego, γ_i , otrzymanych za pomocą analizy wyników pomiarów TWM i MeBN dla drgań skrętnych próbek z żelaza i stopów Fe-C [7]. TW otrzymane z pomiarów TWM, MEB - otrzymane z pomiarów MeBN.

kowanego w cewce detekcyjnej, U_{RMS} . W procesie obliczania obwiedni RMS z sygnału napięciowego MeBN, U_N wykorzystywane jest okno o stałej czasowej, τ . Przy naprężeniu o prędkości zmian w czasie różnej w różnych fazach procesu obciążania próbki, emisja MeBN daje po procedurze obliczania RMS o stałym τ obwiednie o zmiennej amplitudzie, zależnej od tej prędkości. Innymi słowy, dwa doświadczenia o tych samych zakresach krańcowych wartości naprężenia (a więc, w których zachodzą te same procesy odkotwiczania GD), ale o różnej prędkości zmiany naprężenia, dadzą obwiednie RMS MeBN o różnych amplitudach. Co więcej, jeśli podczas procesu obciążania wystąpią zmiany prędkości (sinusoidalne w przypadku wykorzystania drgań swobodnych), to wynikowa obwiednia RMS MeBN będzie zależna od chwilowej szybkości zmian naprężenia. Zależność ta jest proporcjonalna do $\sqrt{\frac{d\sigma}{dt}}$, co wynika z charakteru zjawiska MeBN oraz z metody obliczania wartości RMS z sygnału, a zostało dokładnie opisane w rozdziale 8.2. Konieczne zatem jest stosowanie procedury korekcji obwiedni z powodu występowania niejednorodnej prędkości odkształcenia próbek podczas pomiarów.

3 Naprężenie wewnętrzne

Naprężenie wewnętrzne to określenie naprężenia istniejącego w materiałach po zaprzestaniu działania na nie zewnętrznych sił. Wynikiem tego jest istnienie niejednorodnego pola naprężenia w materiale, które znosi się w całej objętości - wypadkowe naprężenie jest zerowe (ciało znajduje się w równowadze statycznej). Jest ono równie często nazywane naprężeniem własnym (dyskusja – [86], s.11, [5]), a zdarzają się również określenia: naprężenie resztkowe lub naprężenie pozostałe. W literaturze anglojęzycznej najczęściej spotykanym określeniem jest residual stress (wyszukiwanie - google scholar). W ostatnich 5 latach (wyszukiwanie - google scholar) równie popularną nazwą jest internal stress. Autorzy wiążacy rozkłady naprężenia w materiale z efektami magnetomechanicznymi [28,88] używają właśnie określenia internal stress dlatego też w tej dysertacji, analogicznie do źródeł, z dwóch możliwości wybrano termin naprężenie wewnętrzne, a nie naprężenie własne.

Źródła naprężenia wewnętrznego upatruje się w zmianach energetycznych w materiale [86]. Podczas procesów przemian fazowych, obróbki cieplnej i mechanicznej oraz montażu i eksploatacji materiałów część pracy wykonanej w związku z odkształceniem ciała zostaje w nim, zwiększając energię wewnętrzną [86].

"Powszechnie uznaje się, że praktycznie żaden materiał, komponent lub element strukturalny o technologicznym znaczeniu nie jest wolny od naprężeń resztkowych (wewnętrznych – aut.)" [40]. Zagadnienie pomiaru (lub nawet oszacowania) naprężenia wewnętrznego jest bardzo istotne zarówno z punktu widzenia przemysłu metalurgicznego jak i inżynierii – naprężenie wewnętrzne może mieć zarówno korzystny jak i niekorzystny wpływ na materiał: obserwuje się pękanie nieobciążonych wałów po obróbce cieplnej lub znaczne zwiększenie wytrzymałości na skutek obróbki mechanicznej na gorąco [40].

3.1 Klasyfikacja naprężenia wewnętrznego

Składniki naprężenia wewnętrznego często dzieli się na podstawie ich zasięgów (obszaru jednorodności) [59] albo przyczyny ich powstawania [85]. Z punktu widzenia pomiarów składników naprężenia wewnętrznego za pomocą dyfrakcji promieni rentgenowskich (XRD) można również stosować podział z względu na ich wpływ na obraz dyfrakcyjny jak i na wielkość obszaru równoważenia się [86]. W literaturze spotyka się zarówno skale dwu- i trzystopniowe [86].

Według skali zaproponowanej przez [59] składniki naprężenia wewnętrznego dzieli się na podstawie rozmiarów obszaru ich jednorodności na trzy grupy:

- σ_I naprężenie makroskopowe (makronaprężenie), jednorodne w obszarach rzędu milimetrów aż do wymiarów ciała [86], powstające m.in. w wyniku [18]: nierównomiernego odkształcenia plastycznego, przemian fazowych, niejednorodnego nagrzewania, montażu konstrukcji i jej eksploatacji;
- σ_{II} naprężenie mikroskopowe (mikronaprężenie), jednorodne w obszarach wielkości ziarna – zasięg rzędu mikrometrów [86], powstające m.in. w wyniku [86]: lokalnych przemian strukturalnych, odkształcania plastycznego polikrystalicznej próbki anizotropowej, w wyniku których deformacja wewnątrz materiału jest niejednorodna (w skali mniejszej niż przy σ_I ;
- σ_{III} naprężenie mikroskopowe (submikronaprężenie [5], o zasięgu od kilku stałych sieciowych [18] do setek stałych sieciowych [44], pochodzące bezpośrednio od dyslokacji, ich grup jak i granic ziaren [86].

W ciałach polikrystalicznych nie występuje żaden z tych składników naprężenia wewnętrznego pojedynczo, stan naprężenia jest superpozycją wszystkich wyżej wymienionych rodzajów. Możliwy stan naprężenia w obrębie kilku ziaren przedstawiono przykładowo na rys. 3.1 - czarna linia oznacza naprężenie w infinitezymalnej objętości, średnie naprężenie makroskopowe (σ_I) oznaczono szarą linią, a zieloną, czerwoną i niebieską linią naprężenia mikroskopowe (σ_{II}) odpowiadające konkretnym ziarnom. Widoczne są zakresy, w których utrzymują się wartości różnego rodzaju naprężenia oraz lokalne maksima, które odpowiadają naprężeniu wewnętrznemu trzeciego rodzaju – σ_{III} . Należy w tym miejscu podkreślić, że załączony wykres ma jedynie za zadanie zilustrowanie koncepcji klasyfikacji składników naprężenia wewnętrznego, tak więc nie należy sugerować się skalą i wzajemnymi proporcjami wartości poziomu naprężenia – dobrane one zostały pod kątem czytelności zobrazowania. W tej dysertacji stosowana jest wyżej opisana skala trzystopniowa składników naprężenia wewnętrznego.



Rysunek 3.1: Hipotetyczne rozkłady składników naprężenia wewnętrznego w krysztale, o różnych zasięgach (a). Przykładowy obraz mikrostruktury z mikroskopu SEM stali P91 po wygrzewaniu (b).

Pomiar naprężenia wewnętrznego jest bardzo ważnym zagadnieniem i od lat rozwijanych jest szereg metod szacowania jego wartości w materiałach. Metody te można dzielić na nieniszczące i niszczące.

Badania niszczące naprężenia wewnętrznego polegają na pomiarze odkształcenia materiału podczas uwalniania naprężenia na skutek np. usunięcia fragmentu materiału lub jego przecięcia [81]. Przykładem takich metod są: metoda Mathara [69], Gunnerta [39] lub Johanssena [46]. Metody te, zgodnie z przyjętą wyżej klasyfikacją składników naprężenia wewnętrznego, pozwalają jedynie na wyznaczenie wartości naprężenia wewnętrznego makroskopowego, σ_I . Badania nieniszczące naprężenia wewnętrznego bazują na wpływie zmiany odległości między atomami w sieci (a więc lokalnego odkształcenia) na wybrane wielkości fizyczne [5]. Najczęściej opisywanymi i stosowanymi metodami są [81]: metoda dyfrakcji promieni rentgenowskich (XRD), metoda pomiaru ultradźwiękowego prędkości dźwięku i metoda oparta o magnetyczny efekt Barkhausena (MBN). Oprócz tego istnieje jeszcze szereg metod takich jak metoda fotoluminescencyjna [104], metody prądów wirowych [16], metoda emisji magneto-akustycznej (EMA) [20] lub metody termosprężyste [103]. Na rys. 3.2a przedstawione zostały rozmiary struktur występujących w ciałach polikrystalicznych, a generujących naprężenie. Na rys. 3.2b umieszczone zostały wybrane metody badań nieniszczących wraz z zasięgami czynników wpływających na mierzoną przez metodę wartość naprężenia wewnętrznego. Kolorem granatowym został zaznaczony zakres rozmiarów struktur wpływających na wyniki pomiaru MeBN.



Rysunek 3.2: Wymiary elementów struktury generujących naprężenie wewnętrzne (a), oraz zakresy rozmiarów struktur badanych przez różne techniki pomiarów (b) [42]. Na niebiesko zaznaczono zasięg grupy technik, do której zalicza się pomiar naprężenia za pomocą efektu Barkhausena.

W metodzie XRD porównywane są parametry maksimów dyfrakcyjnych dla badanej próbki z wartościami referencyjnymi dla danego materiału [81]. Makronaprężenia, σ_I , powodują przesunięcie maksimum, natomiast mikronaprężenia, σ_{II} i σ_{III} – poszerzenie maksimum [81]. Za pomocą tej metody możliwe jest zbadanie jedynie warstwy powierzchniowej materiału, rzędu pojedynczych µm w żelazie

58

i stalach [78,81], natomiast powierzchnia obszaru badanego jest rzędu milimetrów kwadratowych [78]. Naprężenie rzędu ~ 500 MPa powoduje przesunięcie maksimum dyfrakcji o ułamek stopnia [78]. Bardzo ważne jest przy takich badań odpowiednie przygotowanie powierzchni próbki (zdejmowanie warstw potrafi obniżyć wyznaczaną wartość naprężenia nawet o rząd wielkości [1]), a także dobranie wartości referencyjnych [81]. Bardzo podobną metodą jest metoda dyfrakcji neutronów, która w odróżnieniu od metody XRD podaje informacje o poziomach naprężenia w całej objętości próbki.

Pomiar wartości naprężenia wewnętrznego za pomocą metod ultradźwiękowych bazuje na pomiarze prędkości dźwięku, v_d , która w nieliniowej teorii sprężystości jest zależna od odkształcenia sieci. Zależność ta jest bardzo mała, rzędu ~ 10^{-5} MPa⁻¹ [2], a więc wymaga bardzo dokładnych pomiarów v_d . Bardzo poważnym ograniczeniem tej metody jest zależność prędkości dźwięku od wielu innych, niż tylko naprężenia, czynników materiałowych takich jak np. tekstura materiału, wielofazowość, temperatura, co czyni izolowanie efektu naprężenia wewnętrznego bardzo trudnym czy wręcz niemożliwym [81, 86]. Pomiary te wyznaczają średnią wartość odkształcenia stałych sieciowych na odcinku drogi przebytej przez wiązkę ultradźwiękową.

Metody pomiaru naprężenia wewnętrznego za pomocą MBN opierają się zazwyczaj na monotonicznej zależności od naprężenia zewnętrznego takich parametrów MBN, jak amplituda maksimum albo całka z obwiedni napięcia skutecznego w jednym okresie przemagnesowania [77,84] lub rozkład impulsów MBN [34]. Podejmowane zostały próby zastosowania analizy falkowej sygnału MBN do oceny rozkładu wartości naprężenia w głębokości materiału [53]. Dla stali obserwuje się często blisko dwukrotne zmiany natężenia MBN podczas rozciągania i ściskania materiału w zakresie sprężystym [84]. Tak jak w przypadku MeBN dla MBN grubość warstwy, z której dociera sygnał jest rzędu ułamków milimetra, a więc o ponad rząd wielkości więcej niż w pomiarach XRD. Za pomocą MBN możliwe do zmierzenia są naprężenia wewnętrzne makroskopowe, σ_I . Natomiast zależność sygnału otrzymanego w pomiarze MBN od naprężenia mikroskopowego, σ_{II} , i σ_{IIII} , nie jest jeszcze dobrze poznana. Metoda pomiaru wartości naprężenia za pomocą MBN jest metodą względną, wymagającą kalibracji na próbce wzorcowej przed zastosowaniem do danego materiału.

3.2 Obserwowane poziomy naprężenia wewnętrznego

Pomiary naprężenia wewnętrznego za pomocą wyżej wymienionych metod dają wartości od kilku do kilkuset MPa. Poniżej przedstawiono kilka przykładów pomiarów wartości naprężenia wewnętrznego za pomocą metod rentgenowskich oraz badania tarcia wewnętrznego pochodzenia magnetomechanicznego. Na rys. 3.3 przedstawiono wyniki badań naprężenia wewnętrznego w stalach za pomocą metody XRD podczas zdejmowania warstw z materiału, dzięki czemu uzyskano rozkład naprężenia w głębokości materiału [78]. Otrzymane wartości zmieniają się w zakresie jednego rzędu wielkości, od ~ -140 MPa do ~ 10 MPa dla rury z stopu INCO-NEL 600 (rys. 3.3a) oraz od ~ 550 MPa do ~ 300 MPa dla stali 4340 o strukturze odpuszczonego martenzytu (rys. 3.3) [78].



(a)
 (b)
 Rysunek 3.3: Zmiana naprężenia wewnętrznego w głębokości materiału wyznaczona przy pomocy pomiarów XRD po elektrochemicznym usuwaniu materiału [78]. (a) rura z stopu INCONEL 600, (b) stal 4340.

Na rys. 3.4 przedstawiony został rozkład wartości makronaprężenia wewnętrznego, σ_I , w kierunku wzdłuż spawu na rurze wykonanej z stopu 2024 aluminium [102], uzyskany dzięki pomiarom XRD z źródła promieniowania synchrotronowego. Widoczne naprężenie makroskopowe σ_I , posiada wartości z zakresu od ~ -50 MPa do ~ 200 MPa, z największymi wartościami naprężenia blisko obszaru spawu (u dołu rysunku).

Przykład pomiaru naprężenia wewnętrznego w żeliwie za pomocą badania tar-

60



Rysunek 3.4: Rozkład wartości naprężenia wewnętrznego makroskopowego wokół spawu na rurze z stopu aluminium 2023 [102]

cia wewnętrznego pochodzenia magnetomechanicznego przedstawiono na rys. 3.5 [88]. Widoczny jest opis danych pomiarowych za pomocą modelu przedstawionego w rozdziale 2.4. Wyznaczono średnie odkształcenie sieci $\epsilon_i = 65 \times 10^{-6}$, co daje w przeliczeniu na naprężenie $\sigma_i = 14$ MPa. Za pomocą tej metody mierzone są submikronaprężenia, σ_{III} .



Rysunek 3.5: Zależność amplitudowa TWM wraz z opisem modelem SB dla próbek żeliwnych [88].Na podstawie parametrów modelu wyznaczane jest średnie naprężenie wewnętrzne.
4 Tezy dysertacji

Podstawowy problem badawczy dysertacji dotyczy optymalnego wykorzystania mechanicznego efektu Barkhausena (MeBN) do charakteryzowania właściwości magnetosprężystych ferromagnetyków (głównie stali konstrukcyjnych).

Obecny stan wiedzy pozwala na twierdzenie, że:

- natężenie MeBN jest bezpośrednio zależne od intensywności skokowych zmian w namagnesowaniu obciążanej dynamicznie próbki,
- skoki namagnesowania występujące dla danego poziomu naprężenia są skojarzone ze skokowym ruchem granic domen magnetycznych (GD) 90°, po odkotwiczeniu ich od defektów struktury.

Oczywisty jest i zasadny także postulat o istnieniu związku między poziomem naprężenia zewnętrznego, przy którym to naprężeniu następuje odkotwiczenie granicy domen magnetycznych 90° od defektów, a amplitudą i przestrzennym rozkładem wartości naprężenia wewnętrznego. Lokalne maksima rozkładu naprężenia wewnętrznego są uważane za bariery dla ruchu GD 90°.

Ten związek wciąż nie jest dostatecznie wyjaśniony i opisany. Jedną z możliwych i praktycznie użytecznych form opisu tego związku jest funkcja rozkładu naprężeń wewnętrznych, tj. prawdopodobieństwa wystąpienia lokalnego danej wartości naprężenia wewnętrznego w wycinku materiału. Naprężenie to jest związane z istnieniem defektów struktury krystalicznej. Wartość naprężenia wewnętrznego w materiale otrzymuje się wówczas poprzez uśrednienie wartości lokalnego naprężenia wewnętrznego w objętości materiału.

W tej dysertacji poruszane są zatem zagadnienia dotyczące dwóch grup zadań:

1. optymalizowania metodyki pomiaru i analizy sygnałów napięciowych MeBN oraz

2. wykorzystania wyników pomiarów MeBN do charakteryzowania właściwości magnetosprężystych ferromagnetyka na poziomie związku MeBN z morfologią mikrostruktury.

W przypadku drugiej grupy zadań szczególne znaczenie ma wyznaczanie funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych i jej powiązanie ze stanem mikro- i makronaprężenia wewnętrznego. Dlatego też tezy dysertacji zostały pogrupowane w odniesieniu do tych dwóch grup zadań.

Tezy dysertacji dotyczące zagadnienia samego pomiaru i metodyki analizy sygnału natężenia emisji MeBN brzmią następująco:

- I Detekcja sygnałów napięciowych MeBN w sposób optymalny możliwa jest za pomocą odpowiednio skonstruowanej sondy stykowej, mocowanej na powierzchni próbki.
- II Obwiednie napięcia skutecznego (RMS) sygnału emisji MeBN są jednoznacznie i w sposób monotoniczny zależne od szybkości zmian naprężenia zewnętrznego występujących przy powierzchni próbki w kierunku osiowym i w miejscu zamocowania sondy.
- III Eliminacja wpływu prędkości zmian naprężenia zewnętrznego na natężenie emisji MeBN jest konieczna i możliwa, a natężenie emisji MeBN dopiero po takiej korekcji stanowi bazę danych użytecznych dla wyznaczania funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych.

Tezy dysertacji dotyczące zagadnienia wykorzystania mechanicznego efektu Barkhausena do wyznaczania funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych brzmią następująco:

IV Funkcja rozkładu naprężeń wewnętrznych oznaczana jako $N_{SB}(\sigma)$ otrzymywana przy pomocy modelu SB dotyczy wartości naprężenia wewnętrznego nasycenia lokalnych pętli histerezy magnetomechanicznej, a więc jest funkcją naprężenia σ_x potrzebnego do odwracalnego przemieszczenia GD w miejsce najbliżej bariery oraz naprężenia σ_B potrzebnego do odkotwiczenia GD od danej bariery.

- V Możliwe jest wyznaczenie funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych $N(\sigma)$, na podstawie odpowiedniej analizy przebiegu napięcia skutecznego (RMS) natężenia emisji MeBN zarejestrowanego podczas pierwszego obciążania i następującej po nim pętli histerezy MeBN, skojarzonych z wartościami naprężenia odpowiadającym kotwiczeniu GD przez bariery, które określane są jako mikronaprężenia σ_{III} .
- VI Możliwe jest stworzenie fenomenologicznego modelu numerycznego emisji MeBN, pozwalającego na rozdzielenie wartości naprężenia σ_x , potrzebnego do odwracalnego przemieszczenia GD w miejsce położenia bariery, oraz wartości naprężenia σ_B , potrzebnego do odkotwiczenia konkretnej GD od bariery. Dzięki temu możliwe będzie wyznaczenie funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych $N(\sigma)$, skojarzonych z wartościami naprężenia σ_B określanych jako mikronaprężenie σ_{III} , poprzez dopasowanie funkcji wynikającej z modelu do wyników pomiarów natężenia emisji MeBN.

Tezy dysertacji dotyczące wpływu makronaprężenia na charakter pętli histerezy MeBN brzmią następująco:

- VII Makronaprężenie σ_I powoduje powstawanie asymetrii między przebiegami natężenia emisji MeBN dla rozciągania oraz ściskania materiału.
- VIII Makronaprężenie σ_I możliwe jest do oszacowania na podstawie znanej pętli histerezy MeBN przy wykorzystaniu zmodyfikowanego modelu z tezy VI.

W celu udowodnienia tezy I zostały przeprowadzone pomiary wpływu geometrii sond pomiarowych na pomiar natężenia emisji MeBN, natomiast dla udowodnienie tez II, III zostały przeprowadzone serie pomiarów natężenia emisji MeBN dla różnych prędkości obciążania, zarówno w układach o stałej prędkości w całym cyklu (przy wykorzystaniu maszyn do testów zmęczeniowych) jak i dla zmian o przebiegu sinusoidalnych (wykorzystując drgania własne).

Opracowany został model numeryczny natężenia emisji MeBN podczas obciążania materiału, który pozwala udowodnić tezy IV, V, VI, VIII. Przeprowadzono serie pomiarów natężenia emisji MeBN oraz XRD dla próbek o różnych stanach mikrostruktury w celu udowodnienia tez IV, V, VI. Wytworzono serię próbek zdeformowanych plastycznie, do których przez trwałe odkształcenie wprowadzone zostało makronaprężenie. Badania natężenia emisji MeBN wyżej wymienionej serii próbek oraz próbki w trakcie próby zmęczeniowej pozwalają na udowodnienie tez VII, VIII.

5 Badane materiały

Materiały użyte w realizacji części doświadczalnej tej pracy wybrane były na podstawie możliwości dostępu do próbek materiałowych oraz na podstawie ich wykorzystywania do produkcji elementów konstrukcyjnych, co zwiększa użyteczność otrzymanych wyników pomiarów i umożliwia ich praktyczne wykorzystanie. Na podstawie powyższego wybrane zostały do badań stale:

- S235JR,
- S460ML,
- 13HMF,
- P91,
- X20,
- Fe-SI 3% o zorientowanym ziarnie.

Z tych materiałów zostały wykonane serie próbek, które następnie były poddawane rozmaitym obróbkom cieplnym i mechanicznym w celu uzyskania różnych stanów mikrostruktury oraz różnych stanów naprężenia wewnętrznego.

5.1 S235JR

Najczęściej wykorzystywana stal w konstrukcjach stalowych ogólnego przeznaczenia to stal S235JR (której nazwa wg. starej normy DIN 17100 to St3). Jej skład chemiczny wg. normy EN 10025-2: 2004 został przedstawiony w tab. 5.1, a właściwości mechaniczne w tab. 5.2. Jest to stal niestopowa, spawalna o normalnej wytrzymałości oraz o strukturze ferrytyczno-perlitycznej.

Pierwiastek	С	Mn	Р	S	Ν	Cu
Udział wagowy $\%$ max	$0,\!17$	1,4	0,035	0,035	0,012	$0,\!55$

Tabela 5.1: Skład chemiczny stali S235JR wg. normy EN 10025-2: 2004.

Tabela 5.2: Właściwości mechaniczne stali S235JR wg. normy EN 10025-2: 2004 oraz * - w wyniku pomiarów [1].

Granica plastyczności	Moduł Younga	Wytrzymałość na rozciąganie
$235\mathrm{MPa}$	190-216 GPa *	$360\text{-}510\mathrm{MPa}$

5.2 S460ML

Stal S460ML jest stalą stopowa, spawalna o podwyższonej wytrzymałości oraz o strukturze ferrytyczno-perlitycznej. Jej skład chemiczny wg. normy EN 10025-2: 2004 został przedstawiony w tab. 5.3, a jej właściwości mechaniczne w tab. 5.4.

Tabela 5.3: Skład chemiczny stali S460ML wg. normy EN 10025-4: 2004.

Pierwiastek	С	Si	Mn	Ni	Р	S	Cr
Udział wagowy %	max 0,16	0,6	1,7	0,8	0,025	0,02	0,3
Pierwiastek	Мо	V	N	Nb	Ti	Al	Cu
Udział wagowy %	max0,2	0,12	0,025	0,05	0,05	0,02	0,55

5.3 13HMF

Do pracy w podwyższonych temperaturach stosuje się stale o modyfikowanych właściwościach. W polskim przemyśle do takich zastosowań często jest wykorzystywana stal 13HMF, która jest stalą konstrukcyjna stopowa, chromowo-molibdenowo-

Tabela 5.4: Właściwości mechaniczne stali S460ML wg. normy EN 10025-4: 2004 oraz * - w wyniku pomiarów [1].

Granica plastyczności	Moduł Younga	Wytrzymałość na rozciąganie
$460\mathrm{MPa}$	194-218 GPa*	$540\text{-}720\mathrm{MPa}$

wanadowa, o strukturze ferrytyczno-perlitycznej. Jej skład chemiczny wg. normy PN-75/H-84024 został przedstawiony w tab. 5.5, a jej właściwości mechaniczne w tab. 5.6. Z tej stali jest zbudowana większość zainstalowanych w kraju energetycznych instalacji rurociągowych [14].

Tabela 5.5: Skład chemiczny stali 13HMF wg. normy PN-75/H-84204.

Pierwiastek	С	Si	Mn	Ni	Р
Udział wagowy % max	0,18	0,35	0,7	0,3	0,04
Pierwiastek	S	Cr	Mo	V	Al
Udział wagowy % max	0,04	0,6	0,65	0,35	0,02

Tabela 5.6: Właściwości mechaniczne stali 13HMF wg. wyników pomiarów [52].

Granica plastyczności	Moduł Younga	Wytrzymałość na rozciąganie
$482\mathrm{MPa}$	$199\mathrm{GPa}$	$635\mathrm{MPa}$

5.4 P91

W warunkach wysokiej temperatury i wysokiego ciśnienia pracy zastosowanie znajdują specjalne stale, takie jak stal P91. Jest to stal chromowo-molibdenowowanadowa o strukturze ferrytyczno martenzytycznej. Jest to stosunkowo nowa stal (stosowana od lat 80/90), która posiada lepsze właściwości temperaturowe od klasycznych stali żarowytrzymałych i wypełnia lukę pomiędzy nimi, a stalami austenitycznymi i powoli wypiera ona stal 13HMF w zastosowaniach w energetyce [14]. Jej skład chemiczny wg. normy ASTM A335-P91 został przedstawiony w tab. 5.7, a jej właściwości mechaniczne w tab. 5.8.

Pierwiastek	С	Si	Mn	Р	\mathbf{S}	Al
Udział wagowy % max	0,12	$0,\!5$	0,6	0,02	0,01	0,04
Pierwiastek	Cr	Мо	Ni	V	N	Nb
Udział wagowy % max	9,5	1,05	0,4	0,25	$0,\!07$	0,1

Tabela 5.7: Skład chemiczny stali P91 wg. normy ASTM A355-P91.

Tabela 5.8: Właściwości mechaniczne stali P91 wg. karty katalogowej [95].

Granica plastyczności	Moduł Younga	Wytrzymałość na rozciąganie
$415\mathrm{MPa}$	$210\mathrm{GPa}$	$585\mathrm{MPa}$

5.5 X20

Jest to stal konstrukcyjna stopowa, chromowo-molibdenowo-wanadowa przeznaczona do pracy w podwyższonych temperaturach (ponad 560 °C) i ciśnieniach (do 212 bar) [32]. Ma ona strukturę ferrytyczno-martenzytyczną. Stosowana jest w energetyce do produkcji kotłów i rur pary przegrzanej w największych blokach energetycznych w kraju. Konkuruje ona ze stalą 13HMF oraz z nowszą P91. Jej skład chemiczny wg. normy DIN 17175 został przedstawiony w tab. 5.9, a jej właściwości mechaniczne w tab. 5.10. Jej nazwa wg. powyższej normy to X20CrMoV12-1.

Pierwiastek	С	Si	Mn	Р	Sl
Udział wagowy % max	0,23	$0,\!5$	1	0,03	0,03
Pierwiastek	Cr		Мо	Ni	V
Udział wagowy % max	12,5		1,2	0,8	0,35
abela 5.10: Właściwości r	nechanicz	ne sta	li X20 wg	. normy I	DIN 1717
Granica plastyczności M	oduł Your	nga	Wytrzyma	ałość na r	ozciągani
490 MPa	218 GPa		6	90-840 MF	D _a

Tabela 5.9: Skład chemiczny stali X20 wg. normy DIN 17175.

5.6 Fe-Si 3%

Fe-Si 3% o zorientowanym ziarnie to blacha wykorzystywana w maszynach elektrodynamicznych (np. silniki elektryczne) i urządzeniach energetycznych (np. Transformatory) z względu na swoje doskonałe właściwości: niskie straty histerezowe energii, wysoka przenikalność magnetyczna oraz anizotropia. Właściwości mechaniczne blachy Fe-Si 3% przestawiono w tab. 5.11.

Tabela 5.11: Właściwości mechaniczne blachy Fe-Si 3% [3].

Granica plastyczności	Moduł Younga	Wytrzymałość na rozciąganie
490 MPa	122 GPa , 236 GPa \perp *	690-840 MPa

*względem kierunku walcowania

5.7 Obróbka materiałów

Do wykonania próbek ze stali S235JR i S460ML wykorzystano płyty o wymiarach 1500 mm × 4000 mm, po walcowaniu na gorąco. Płyty miały grubości 12 mm i 6 mm ze stali S235JR oraz 15 mm ze stali S460M. Z każdej płyty w stanie dostawy zostały wycięte próbki podłużne o wymiarach 20 mm × 6 mm × 200 mm. Odcinki z blach o grubości 12 mm (S235JR) oraz 15 mm (S460ML) zostały poddane dalszej obróbce plastycznej poprzez walcowanie na gorąco dla uzyskania dwóch poziomów redukcji grubości, 8 mm oraz 6 mm. Walcowanie to przeprowadzono w celu utworzenia pasmowej mikrostruktury o anizotropii właściwości mechanicznej. Z każdej stali i każdego odcinka zostały wycięte próbki o wymiarach 20 mm × 6 mm × 200 mm. W ten sposób uzyskano szereg próbek, których historię oraz oznaczenia zestawiono w tab. 5.12.

W ramach [1] zostały wykonane badania metalograficzne próbek w celu wyznaczenia rozkładu średnic ziaren oraz oszacowano gęstość dyslokacji na podstawie pomiarów STEM. Wyniki tych badań zostały przedstawione w tab. 5.13.

Próbki ze stali 13HMF zostały pobrane z rury w stanie dostawy i obrobione mechanicznie do kształtu i wymiarów przedstawionych na rys. 5.1. Próbki te stanowiły części badań opisanych w [56] po czym zostały zbadane za pomocą MeBN na Politechnice Gdańskiej. Próbki te zostały poddane testom zmęczeniowym przy amplitudzie obciążenia 250 MPa, do liczby cykli 0 (stan początkowy), 10 000, 25 000, 50 000, 100 000, 200 000 oraz 300 000.



Rysunek 5.1: Geometria próbek ze stali 13HMF [56]. Wymiary podano w mm.

Próbki ze stali P91 zostały pobrane z rur w stanie dostawy. Część próbek pochodziła z badań opisanych w [55] i na rys. 5.2 przedstawiono ich wymiary. Próbki te zostały poddane testom zmęczeniowym przy amplitudzie obciążenia 380 MPa, do liczby cykli 0 (stan początkowy), 10 000, 25 000, 50 000, 100 000, 200 000, 300 000, 400 000 oraz 500 000.

Oznaczenie	Materiał	Historia obróbki	Oś próbki *
S W	S235JR	Stan dostawy, sfrezowana jednostronnie do	
		grubości 6 mm z 12 mm	
S P	S235JR	Stan dostawy, sfrezowana jednostronnie do	\perp
		grubości 6 mm z 12 mm	
S6 W	S235JR	Stan dostawy, z blachy o grubości $6\mathrm{mm}$	
S6 P	S235JR	Stan dostawy, z blachy o grubości $6\mathrm{mm}$	\perp
S1 W	S235JR	Walcowanie na gorąco z grubości 12 mm do	
		$8\mathrm{mm},$ sfrezowana jednostronnie do $6\mathrm{mm}$	
S1 P	S235JR	Walcowanie na gorąco z grubości $12\mathrm{mm}$ do	\perp
		$8\mathrm{mm},$ sfrezowana jednostronnie do $6\mathrm{mm}$	
S2 W	S235JR	Walcowanie na gorąco z grubości $12\mathrm{mm}$ do	
		6 mm	
S2 P	S235JR	Walcowanie na gorąco z grubości $12\mathrm{mm}$ do	\perp
		6 mm	
M W	S460ML	Stan dostawy, sfrezowana jednostronnie do	
		grubości 6 mm z $12 \mathrm{mm}$	
M P	S460ML	Stan dostawy, sfrezowana jednostronnie do	\perp
		grubości 6 mm z 12 mm	
M1 W	S460ML	Walcowanie na gorąco z grubości 12 mm do	
		$8\mathrm{mm},\mathrm{sfrezowana}$ jednostronnie do $6\mathrm{mm}$	
M1 P	S460ML	Walcowanie na gorąco z grubości $12\mathrm{mm}$ do	\perp
		$8\mathrm{mm},$ sfrezowana jednostronnie do $6\mathrm{mm}$	
M2 W	S460ML	Walcowanie na gorąco z grubości $12\mathrm{mm}$ do	
		$6\mathrm{mm}$	
M2 P	S460ML	Walcowanie na gorąco z grubości $12\mathrm{mm}$ do	\perp
		$6\mathrm{mm}$	

Tabela 5.12: Oznaczenia próbek.

*względem kierunku walcowania

Próbka	Gęstość	Średni	Współczynnik
	dyslokacji	rozmiar ziarna	wydłużenia $\frac{d_{max}}{d2}$
SW/SP	$5.5 \times 10^{12} {\rm m}^{-2}$	$(10\pm4)\mu\mathrm{m}$	1,41
S6W/S6P	b.d.	$(15\pm6)\mu\mathrm{m}$	bd
S1W/S1P	$9{,}14\times10^{12}{\rm m}^{-2}$	$(16\pm7)\mu\mathrm{m}$	$1,\!47$
S2W/S2P	$11,\!0\times10^{12}{\rm m}^{-2}$	$(4,5\pm2,5)\mu\mathrm{m}$	1,52
MW/MP	$5.2 \times 10^{12} \mathrm{m}^{-2}$	b.d.	1,71
M1W/M1P	$8{,}9\times10^{12}{\rm m}^{-2}$	b.d.	1,49
M2W/M2P	$10{,}4\times10^{12}{\rm m}^{-2}$	b.d.	1,54

Tabela 5.13: Parametry mikrostrukturalne próbek ze stali S235JR oraz S460ML [1].

Druga seria próbek wykonanych ze stali P91 została wycięta z rury w stanie dostawy i służyła zbadaniu wpływu obróbki cieplnej na właściwości magnetosprężyste materiału. Wykonano 17 próbek o wymiarach 14 mm × 5 mm × 130 mm. Jedna próbka pozostała w stanie dostawy (P91-0). Pozostałe próbki zostały poddane austenityzacji w temperaturze 1050 °C przez okres 1 godziny oraz schłodzeniu w powietrzu do temperatury pokojowej. Jedna próbka pozostała w stanie po austenityzacji (P91-00). Pozostałe próbki zostały podzielone na serie poddane wygrzewaniu w temperaturach 720 °C (P91-2x), 750 °C (P91-1x) oraz 780 °C (P91-3x) przez okres: 15 min (P91-x0), 30 min (P91-x1), 60 min (P91-x2), 120 min (P91-x3) i 240 min (P91-x4).



Rysunek 5.2: Geometria próbek ze stali P91 [55]. Wymiary podano w mm.

Próbki wykonane ze stali X20 zostały wycięte z rury w stanie dostawy i służyły zbadaniu wpływu obróbki cieplnej na właściwości magnetosprężyste materiału. Wykonano 17 próbek o wymiarach 11 mm \times 5 mm \times 140 mm. Jedna próbka pozostała w stanie dostawy (X20-0). Pozostałe próbki zostały poddane austenityzacji w temperaturze 1050 °C przez okres 1 godziny oraz schłodzeniu w powietrzu do temperatury pokojowej. Jedna próbka pozostała w stanie po austenityzacji (X20-00). Pozostałe próbki zostały podzielone na serie poddane wygrzewaniu w temperaturach 720 °C (X20-1x), 750 °C (X20-2x) oraz 780 °C (X20-3x) przez okres: 15 min (X20-x0), 30 min (X20-x1), 60 min (X20-x2), 120 min (X20-x3) i 240 min (X20-x4).

Wykorzystane zostały dwie próbki płytowe wycięte z blachy Fe-Si 3% w stanie dostawy (M140-30S, norma: EN 10107:2005) o szerokości 30 mm i długości 120 mm o osi głównej w kierunku anizotropii materiału oraz w kierunku do niej prostopadłym. W celu umożliwienia zadawania odkształcenia za pomocą układu do wymuszania drgań swobodnych w sposób kontrolowany, próbki te zostały naklejone na płaskowniki o wymiarach 50 mm $\times 8$ mm $\times 400$ mm, wykonane ze stali austenitycznej.

6 Układy badawcze

6.1 Porównanie geometrii cewek oraz opracowanie sondy MeBN

Impulsy napięciowe efektu Barkhausena są mierzone za pomocą cewek, dookólnych – nawiniętych na próbkę lub stykowych – gdy cewka, najczęściej z rdzeniem ferrytycznym, jest dociśnięta do powierzchni próbki [5]. W dotychczasowych badaniach MeBN najczęściej wykorzystywane były cewki dookólne, a próbkami były cienkie druty, podlegające obciążeniu wskutek drgań skrętnych [5,23,38,91]. W takim układzie cewka dookólna jest jedynym, praktycznie możliwym, rozwiązaniem. Również w badaniach MeBN podczas testów zmęczeniowych wykorzystywane były cewki nawinięte na próbkę [91]. Dla magnetycznego efektu Barkhausena (MBN) wpływ geometrii cewek na parametry sygnału opisano w badaniu [94] i stwierdzono niewielkie zależności - maksimum emisji MBN oraz maksimum prędkości zliczania skoków Barkhausena jest osiągane w tej samej wartości pola magnetycznego, różnice dotyczą jedynie poziomów sygnału. Dla cewek powierzchniowej i dookólnej otrzymano sygnały o praktycznie identycznym charakterze przebiegu. Optymalna liczba zwojów jest wypadkową pomiędzy czułością cewki a poziomem indukowanego szumu.

W cewkach nawiniętych na ferromagnetyk indukuje się sygnał wynikający z skoków Barkhausena z warstwy powierzchniowej o głębokości rzędu setek µm (rozdział 2.5), długości porównywalnej z długością cewki. W związku z tym rejestrowane są skoki Barkhausena z każdej części powierzchni próbki znajdującej się w cewce (rys. 6.1). Stosowanie cewek obwodowych jest niekorzystne w przypadku MeBN uzyskanego przez obciążanie próbek prostopadłościennych za pomocą drgań giętnych, gdyż naprężenie na przeciwstawnych powierzchniach mają przeciwne znaki. Otrzymany sygnał MeBN byłby wówczas sumą zdarzeń i dla rozciągania i ściskania, co uniemożliwiłoby odróżnienie ich wpływu. W związku ze stwierdzoną równoważnością cewek dookólnych i stycznych [94] przebadane zostały cewki styczne o różnych geometriach użytego rdzenia ferrytowego.



Rysunek 6.1: Geometrie cewek wykorzystywane do pomiaru impulsów napięciowych MeBN.

W celu ustalenia najbardziej optymalnej geometrii przeprowadzono serie badań stosunku szumu do sygnału mechanicznego efektu Barkhausena otrzymywanego dla próbki ze stali S235JR dla cewki nawiniętej na próbkę oraz różnych geometrii rdzenia ferrytowego. Badane były rdzenie o geometriach podkowy (C) oraz walca (I). Wyniki przeprowadzonych pomiarów amplitudy emisji MeBN (U_{maxRMS}^{MeBN}) oraz stosunku sygnału do szumów (SNR) zostały przedstawione w tab. 6.1. Cewkę z rdzeniem w kształcie walca (I) cechuje najwyższe U_{maxRMS}^{MeBN} oraz SNR, a także jest ją najłatwiej wytworzyć. W związku z powyższym wszystkie opracowane w tej dysertacji sondy MeBN są cewkami stykowymi o rdzeniu walcowym.

Tabela 6.1: Natężenie mechanicznego efektu Barkhausena oraz stosunek szumu w zależności od geometrii cewki.

Geometria cewki	U_{maxRMS}^{MeBN}	SNR
Cewka na rdzeniu C	$0,\!24\mathrm{V}$	$0\mathrm{dB}$
Cewka na rdzeniu I	$0,\!45\mathrm{V}$	$2{,}18\mathrm{dB}$
Cewka nawinięta na próbkę	$0,\!405\mathrm{V}$	$0,107\mathrm{dB}$

Na rys. 6.2 została przedstawiona pierwsza sonda MeBN skonstruowana na Politechnice Gdańskiej w ramach tej rozprawy. Cewka detekcyjna (rys. 6.2 F), o średnicy $d_c = 7 \text{ mm}$, wysokości $h_c = 9 \text{ mm}$ i liczbie zwojów $n_c = 2000$, została nawinięta drutem nawojowym o średnicy $d_w = 0.072 \text{ mm}$ na karkasie z teflo-

nu (rys. 6.2 G). Rdzeń ferrytowy, rys. 6.2, o średnicy $d_f = 3,5 \,\mathrm{mm}$ oraz długości $h_f = 18 \,\mathrm{mm}$ przechodzi przez otwór w karkasie cewki. W celu zapewnienia jednakowej powierzchni styku pomiędzy rdzeniem ferrytowym a badanym materiałem krańce rdzenia zostały zaokrąglone. Miedziana sprężyna (rys. 6.2 B) zapewnia stały kontakt między rdzeniem, a próbką. Zastosowany został ekran magnetyczny z taśmy wykonanej z permalloyu (rys. 6.2 D) o wymiarach 22 mm × 120 mm × 0,5 mm owiniętej wokół cewki z warstwą izolatora (rys. 6.2 C) pomiędzy zwojami ekranu. Obudowa z tworzywa sztucznego (rys. 6.2 H) zapewnia możliwość pewnego umocowania sondy do próbki dzięki kołnierzowi. Sygnał wyprowadzony jest z sondy ekranowanymi przewodami (rys. 6.2 A) do Analizatora MeBN. Przetworzony sygnał analogowy rejestrowany jest na komputerze PC poprzez program napisany w środowisku LabVIEW za pomocą szybkiej (1 MS s⁻¹) karty pomiarowej o rozdzielczości 16-bitowej.



Rysunek 6.2: Sonda MeBN 1 - przekrój: A - ekranowane przewody, B - sprężyna dociskowa, C - izolacja, D - ekran z permalloyu, E - rdzeń ferrytowy, F - cewka detekcyjna, G - korpus teflonowy H - obudowa z tworzywa sztucznego.

Podczas pomiarów w laboratoriach przeznaczonych do badań wytrzymałościowych materiałów, na próbkach zamocowanych w uchwytach maszyn hydraulicznych do przeprowadzania testów zmęczeniowych, okazało się, że poziom indukowanych szumów praktycznie uniemożliwia pomiary MeBN. W związku z tym opracowana została sonda, w której został umieszczony przedwzmacniacz w bezpośredniej bliskości cewki pomiarowej oparty na wzmacniaczu operacyjnym pracującym w trybie nieodwracającym ze wzmocnieniem G = 38 dB oraz z filtrem dolno-przepustowym o $f_0 = 250 \text{ kHz}$. Schemat budowy nowej sondy został przedstawiony na rys. 6.3. W porównaniu z poprzednią sondą dodany został układ przedwzmacniacza (rys. 6.3 I), natomiast przewód sygnałowy (rys. 6.3 A) zawiera również żyły z dwoma biegunami zasilania.



Rysunek 6.3: Sonda MeBN 2 - przekrój: A - ekranowane przewody, B - sprężyna dociskowa, C - izolacja, D - ekran z permalloyu, E - rdzeń ferrytowy, F - cewka detekcyjna, G - korpus teflonowy H - obudowa z tworzywa sztucznego, I - przedwzmacniacz.



Rysunek 6.4: Przetwarzanie analogowe sygnału napięciowego w Analizatorze MeBN: C - cewka detekcyjna; PW - przedwzmacniacz; F1, F2 - filtry; WN - wzmacniacz nieodwracający; WO - wzmacniacz odwracający; U_{MeBN} - sygnał wyjściowy z Analizatora MeBN.



Rysunek 6.5: Transkonduktancja Analizatora MeBN.

Sygnał napięciowy MeBN otrzymywany w trakcie pomiarów ma amplitudę rzędu nV na zwój. Zastosowana cewka pomiarowa o n = 2000 osiąga poziom rejestrowanych impulsów napięciowych rzędu μ V, ale jednocześnie zwiększa czułość układu na szumy zewnętrzne. W celu umożliwienia rejestracji sygnału napięciowego MeBN zastosowano szereg stopni analogowego przetwarzania sygnału. Wykorzystywany układ analogowy został przedstawiony schematycznie na rys. 6.4: sygnał napięciowy z cewki (C) jest wzmacniany przez przedwzmacniacz (PW) umieszczony w odległości 1 m od sondy, który jest wzmacniaczem pracującym w trybie nieodwracającym ze wzmocnieniem G = 38 dB oraz z filtrem dolno-przepustowym o $f_0 = 250 \text{ kHz}$. Następnie sygnał wyjściowy z sondy MeBN w Analizatorze MeBN przechodzi przez:

- filtr pasywny RC górno-przepustowy, $f_0 = 3 \,\mathrm{kHz}$,
- wzmacniacz nieodwracający, $G = 18 \,\mathrm{dB}$,
- filtr aktywny, drugiego rzędu, w topologii Butterwortha, $f_0 = 1 \, \text{kHz}$,
- wzmacniacz odwracający, $G = 20 \, \text{dB}$,
- wzmacniacz odwracający, $G = 20 \, \text{dB}$.

Ostatni stopień wzmocnienia jest pomijany w przypadku badania próbek charakteryzujących się silną emisją MeBN. Analizator MeBN charakteryzuje transkonduktancja przedstawiona na rys. 6.5 w funkcji częstotliwości sygnału, zmierzona dla sygnału wejściowego o amplitudzie *peak to peak* 10 mV. Widoczne jest silne odcięcie sygnałów o częstotliwości poniżej 1 kHz. Po zmianie sondy MeBN na sondę z przedwzmacniaczem wbudowanym w obudowę (identyczny z poprzednim PW) oraz po analizie widm rejestrowanych sygnałów został zbudowany Analizator MeBN II (rys. 6.6). Składa się on z:

- filtru pasywnego RC górno-przepustowego, $f_0=3\,\rm kHz,$
- wzmacniacza nieodwracającego, $G = 6 \,\mathrm{dB}$,
- wzmacniacza nieodwracającego, $G = 28,8 \,\mathrm{dB}$, o ograniczonym paśmie.

Otrzymano układ o transkonduktancji przedstawionej w funkcji częstotliwości na rys. 6.7. Rejestrowanie natężenia emisji MeBN w tym układzie jest możliwe ze stosunkiem mocy sygnału do szumów SNR osiągającym do 20 dB. Porównując tą wartość SNR z wartością uzyskaną podczas bezpośredniego pomiaru napięcia na cewce nawiniętej na rdzeń (tab. 6.1) można stwierdzić ponad 7-krotny wzrost stosunku mocy sygnału do szumów.



Rysunek 6.6: Przetwarzanie analogowe sygnału napięciowego w Analizatorze MeBN II: C - cewka detekcyjna; PW - przedwzmacniacz; F - filtr RC; WN - wzmacniacz nieodwracający U_{MeBN} - sygnał wyjściowy z Analizatora MeBN II.



Rysunek 6.7: Transkonduktancja Analizatora MeBN II.

6.2 Układy pomiarowe MeBN służące do wymuszania i rejestracji drgań

W badaniach laboratoryjnych do wzbudzania drgań i pomiaru emisji MeBN w funkcji poziomu naprężenia warstwy powierzchniowej używane były układy wykorzystujące drgania swobodne próbek. Przygotowany został stabilny stół pomiarowy składający się z szerokiej podstawy zalanej betonem, z trzema nogami wykonanymi ze stalowych rur o średnicy 200 mm i grubości 4 mm, również zalanych betonem. Blat stołu stanowiła gruba na 10 mm stalowa płyta przykręcana do nóg. Próbki w tym układzie były mocowane do masywnego uchwytu przykręconego wielopunktowo do blatu. W celu zmniejszenia częstotliwości drgań swobodnych próbek oraz zapewnienia możliwości wzbudzania drgań do swobodnego końca próbki dodane było sztywne ramię aluminiowe o długości 60 cm z zamocowanym na przeciwległym końcu prętem ferromagnetycznym (rys. 6.8 A). Dzięki takiej konstrukcji częstotliwość drgań swobodnych badanych próbek mieściła się w zakresie kilku-kilkunastu Hz. W celu inicjacji drgań wykorzystywana była cewka pobudzająca oraz układ elektryczny służący do ładowania kondensatora (lub baterii kondensatorów) o dużej pojemności, rzędu kilku mF, do napięcia rzędu 200 V. Prąd z rozładowywania kondensatorów płynie poprzez cewke pobudzająca. Impuls pradowy trwający kilkadziesiąt milisekund generuje pole magnetyczne, które oddziałuje z prętem ferromagnetycznym powodując jego wciąganie w obszar cewki, dostarczając jednocześnie energię układowi drgającemu próbka-ramię-pręt ferromagnetyczny. Taką metodę pobudzania drgań charakteryzuje wysoka powtarzalność uzyskiwanych amplitud drgań oraz duże możliwości jej regulacji poprzez zmianę napięcia, do którego ładowany jest kondensator (lub bateria kondensatorów). Niemożliwa jednak jest regulacja prędkości obciążania bez zmiany amplitudy. Zdjęcie blatu stołu pomiarowego zostało przedstawione na rys. 6.8. Jest to wersja ostateczna układu pomiarowego.



Rysunek 6.8: Zdjecie układu pomiarowego MeBN. A - pręt ferromagnetyczny; B - cewka pobudzająca; C - układ zasilający cewki pobudzającej; D sztywne ramię aluminiowe; E - próbka; F - sonda MeBN; G - sonda DVRT; H - uchwyt mocujący.

Emisja sygnału MeBN jest ściśle związana z osiągnięciem związanego z nią poziomu naprężenia w próbce. Dlatego też należy analizować sygnały MeBN w dziedzinie naprężenia, wyznaczanego dla warstwy powierzchniowej próbki, w miejscu przyłożenia sondy stykowej MeBN. W układach wykorzystujących maszyny do testów zmęczeniowych wyznaczanie tego naprężenia jest możliwe dzięki pomiarowi siły chwilowej z jaką działa na próbkę maszyna (przy założeniu jednorodności rozkładu naprężenia w przekroju poprzecznym próbki) lub za pomocą montowanego zewnętrznie na próbkę ekstensometru i prawa Hooke'a (6.1). W przypadku skonstruowanego układu pomiarowego MeBN obciążającego próbkę poprzez drgania swobodne nie istniało gotowe rozwiązanie technologiczne skutecznego pomiaru naprężenia w warstwie powierzchniowej próbki. Pomiar za pomocą naklejonego tensometru wymaga precyzyjnego układu pomiarowego, w którym konieczne jest filtrowanie uzyskiwanego sygnału napięciowego, co wiąże się z wprowadzaniem opóźnienia czasowego. W przypadku pracy bez filtrów poziom szumów uniemożliwia precyzyjne wyznaczenie stanu odkształcenia. Przyjęto zatem metodę polegającą na wyznaczaniu ugięcia próbki za pomocą pomiaru różnicy napięcia generowanego przez dwa ogniwa fotowoltaiczne, U_f . Schemat układu pomiarowego MeBN został przedstawiony na rys. 6.9. Ogniwa fotowoltaiczne, przesłona oraz źródło światła zamknięte są w komorze – ciemni.



Rysunek 6.9: Schemat układu pomiarowego MeBN z optycznym pomiarem odkształcenia próbki.

Podczas drgań giętnych układu próbka-ramię-pręt następuje zasłanianie przez przymocowaną do ramienia płytę aluminiową jednego z ogniw fotowoltaicznych, a odsłanianie drugiego. Sygnał różnicowy napięć z ogniw jest w tym układzie funkcją ugięcia próbki. Kalibracja wymaga naklejenia tensometru na powierzchni próbki w miejscu przykładania sondy, a następnie przeprowadzenia quasi-statycznego pomiaru odkształcenia powierzchni ϵ w funkcji U_f dla przewidywanego zakresu wartości odkształcenia. Naprężenie σ w warstwie powierzchniowej próbki, działające w jej osi, obliczane jest z prawa Hooke'a:

$$\sigma = E\epsilon \,, \tag{6.1}$$

gdzie E – moduł Younga. Przykład kalibracji został przedstawiony na Rys 6.10. Widoczna jest zależność, w dużej części liniowa, pomiędzy U_f , a wyznaczonym poziomem naprężenia w warstwie powierzchniowej próbki. Dla wyższego napięcia zasilania źródła światła (żarówki halogenowej) uzyskuje się wyższe napięcie U_f . Dzięki zastosowaniu pomiaru różnicy napięć uzyskuje się słabszą zależność otrzymywanego sygnału od warunków oświetlenia zewnętrznego.



Rysunek 6.10: Zależność poziomu naprężenia w warstwie powierzchniowej próbki, σ , od różnicy napięć na fotoogniwach, U_f . Przedstawiono dla różnych napięć zasilania źródła światła.

Niepewności spowodowane tą metodą pomiaru oraz niemożliwość eliminacji wpływu czynników zewnętrznych były powodem opracowania alternatywnej metody pomiaru poziomu naprężenia w warstwie powierzchniowej próbki. Sonda DVRT (differential variable reluctance transformer) jest wykorzystana do pomiaru przemieszczenia powierzchni próbki względem położenia spoczynkowego. W sondzie DVRT cewka pobudzana jest sygnałem sinusoidalnym o częstotliwości rzędu 10 kHz, wewnątrz której znajdują się dwie cewki detekcyjne, w których porusza się ferromagnetyczny rdzeń połączony z wychodzącym z sondy ruchomym rdzeniem. Przemieszczenie rdzenia względem cewek powoduje zmianę ich dobroci, przez co zmieniają się amplitudy i fazy sygnałów na cewkach sondy. Dedykowany układ analogowy zamienia sygnały z cewek detekcyjnych na sygnał proporcjonalny do przemieszczenia rdzenia. Zastosowanie dużej częstotliwości pobudzania (~ 10 kHz) daje układowi dużą szybkość reagowania, która w zupełności wystacza do pomiarów amplitudy drgań o częstotliwości rzędu kilkunastu Hz. Układ badawczy wraz z sondą DVRT został przedstawiony na rys. 6.11.



Rysunek 6.11: Schemat układu pomiarowego MeBN z pomiarem odkształcenia próbki przez DVRT.

Przykład kalibracji sondy DVRT został przedstawiony na rys. 6.12a. Można zauważyć liniowy charakter zależności sygnału napieciowego z układu DVRT oraz bardzo dobrą powtarzalność wyników pomiarów. Została również przeprowadzona seria pomiarów mająca ustalić zależność poziomu naprężenia w warstwie powierzchniowej próbki od położenia na próbce. Dzięki temu będzie wiadome, jak bardzo istotne jest pozycjonowanie sondy MeBN na próbce. Dla odległości tensometru od uchwytu: 40 mm, 50 mm, 60 mm, 70 mm, 80 mm oraz 85 mm i dla stałego miejsca zamocowania sondy DVRT zostały przeprowadzone pomiary kalibrujące sondę. Długa próbka prostopadłościenna o przekroju $20 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$ z naklejonym tensometrem była przemieszczana w uchwycie i w ramieniu, tak jej aby długość swobodna pozostawała taka sama, natomiast odległość tensometru od uchwytu się zmieniała. Uzyskane w wyniku każdej kalibracji współczynniki, A_D , mające wymiar $[10^{-6}\,\mathrm{V}^{-1}]$ zostały przedstawione na rys. 6.12
b. Widoczna jest słaba zależność A_D od odległości tensometru od uchwytu. Na podstawie danych pomiarowych wyznaczono $A_D = (200 \pm 4) \times 10^{-6} \,\mathrm{V}^{-1}$, czyli z niepewnością ok. 2% można stwierdzić, że dla próbek prostopadłościennych odległość zamocowania sondy MeBN od uchwytu nie wpływa na amplitudę wartości naprężenia w warstwie powierzchniowej próbki, z której pochodzi rejestrowany sygnał MeBN. Dzieje się tak prawdopodobnie dlatego, że wykorzystane jest sztywne ramię przymocowane na końcu próbki, które usztywnia jej końcowa część. Wówczas próbka jest wyginana w układzie symetrycznym poprzez obciążanie momentem. W takim układzie, w części swobodnej belki, rozkład siły poprzecznej jest jednorodny, a więc i jednorodny jest rozkład naprężenia stycznego. Dzięki temu można uniknąć czasochłonnych procedur precyzyjnego ustawiania sondy MeBN na powierzchni próbki. Osiągnięto rozdzielczość pomiarową odkształcenia powierzchni próbki rzędu 1×10^{-6} .

Część z powyżej opisanych układów oraz opracowanych sond pomiarowych była prezentowana na konferencjach [66, 67].



Rysunek 6.12: Kalibracja sond DVRT: (a) wyznaczanie stałej A_D , (b) zależność A_D od pozycji tensometru na próbce.

6.2.1 Wykorzystanie maszyn do prób zmęczeniowych

W czasie realizacji badań opisanych w tej dysertacji korzystano także z maszyn hydraulicznych przeznaczonych do testowania wytrzymałości materiałów jako źródła obciążenia podczas pomiarów MeBN. Badania te zostały przeprowadzone w Instytucie Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk w Warszawie (IPPT) na maszynie MTS-810 (rys. 6.13a) oraz w Akademii Marynarki Wojennej w Gdyni (AMW) na maszynie MTS-810-12 (rys. 6.13b).

Wyznaczanie chwilowego poziomu naprężenia w warstwie powierzchniowej próbki następowało wówczas za pomocą prawa Hooke'a (6.1). Równocześnie mierzone za pomocą ekstensometru było odkształcenie powierzchni próbki w strefie detekcji sygnału MeBN. Dzięki dużym możliwościom kontroli przebiegów siły z jaką obciążana była próbka, można było uzyskać przebiegi o stałej prędkości zmian naprężenia (o kształcie trójkąta), dzięki czemu analiza wyników nie wymagała normalizacji (opisanej w dalszej części tego rozdziału) uwzględniającej zmiany wartości prędkości zmian naprężenia. Podczas badań w IPPT mierzony był również MBN, przy wy-



Rysunek 6.13: Maszyny do testów zmęczeniowych wykorzystywane jako źródła naprężenia osiowego: (a) MTS-810 w IPPT PAN, (b) MTS-810-12 w AMW.

korzystaniu tej samej sondy co MeBN, z polem magnetycznym generowanym przez elektromagnes jarzmowy.

Układy pomiarowe wykorzystane w IPPT oraz AMW zostały przedstawione schematycznie na rys. 6.14. W układzie wykorzystanym w IPPT wyróżnić należy: 1 - uchwyt maszyny, 2 - próbka, 3 - elektromagnes jarzmowy, 4 - sonda MeBN.

Podczas pierwszych pomiarów MeBN w AMW ewidentne były indukowane szumy pochodzenia mechanicznego. Wadliwa praca systemów hydraulicznych powodowała generowanie przez zawory pomp olejowych drgań maszyny w paśmie akustycznym o częstotliwości rzędu kilku-kilkunastu kHz. Przenosiły się one przez uchwyt na próbkę i powodowały emisje MeBN, które nakładały się na rejestrowany sygnał napięciowy MeBN. Szumy, będące tego skutkiem, z racji na swoje magnetosprężyste pochodzenie, nie były możliwe do odfiltrowania w sposób cyfrowy. W związku z tym zaprojektowany został nowy uchwyt mający na celu wytłumienie tych drgań, a jednocześnie przenoszący wolnozmienną siłę zadawaną w cyklu pracy maszyny. Wizualizacja uchwytu została przedstawiona na rys. 6.15a oraz na rys. 6.15b. Zastosowanie teflonowych podkładko-tulejek oraz grubych na 20 mm prze-



Rysunek 6.14: Układy do pomiaru MeBN z wykorzystaniem maszyn do testów zmęczeniowych jako źródeł naprężenia osiowego: (a) MTS-810 w IPPT PAN:1 - uchwyt maszyny, 2 - próbka, 3 - elektromagnes jarzmowy, 4 - sonda MeBN; (b) MTS-810-12 w AMW.

kładek miało służyć tłumieniu drgań. Również uzyskany dzięki nim brak elektrycznego połączenia próbki z uchwytem powinien zmniejszyć indukowane zakłócenia elektryczne.

Podczas testów uchwytu pojawiły się jednak problemy z osiowością próbki. W trakcie ściskania również pojawiało się wyboczenie, będące wynikiem odkształcenia uchwytu na przekładkach z teflonu. Próby w AMW musiały zostać przerwane do czasu wymiany wadliwych zaworów, po której szumy mechaniczne zostały zredukowane do akceptowalnego poziomu.

6.3 Korekcja wpływu prędkości obciążania na obwiednię sygnału napięciowego MeBN

Do oceny natężenia emisji MeBN w trakcie obciążania materiału najczęściej stosuje się obwiednie napięcia skutecznego (RMS) sygnału MeBN. Emisja impulsu MeBN następuje po osiągnięciu charakterystycznego dla każdego impulsu i kierunku naprężenia, poziomu naprężenia zewnętrznego. Impulsy MeBN są wówczas generowane w dziedzinie zadawanego naprężenia zewnętrznego. Natomiast operacja RMS jest formą uśredniania sygnału MeBN w dziedzinie czasu i jest opisana przez



Rysunek 6.15: Uchwyt do próbek tłumiący zewnętrzne drgania mechaniczne - wizualizacja: (a) złożony; (b) rysunek "eksplodujący".

formułę:

$$RMS(U(t),t) = \sqrt{\frac{\sum_{i=-\frac{T_{RMS}}{2}}^{\frac{T_{RMS}}{2}} U(t+i)^2}{T_{RMS}}},$$
(6.2)

gdzie U(t) – zarejestrowany sygnał dyskretny, t – punkt czasu (próbka przetwornika analogowo-cyfrowego), dla którego obliczana jest obwiednia, T_{RMS} - stała czasowa okna RMS wyrażona w próbkach przetwornika. W związku z powyższym, dla pomiarów MeBN w tym samym materiale, przy różnych prędkościach zmian naprężenia w czasie, wyliczony zostanie różny poziom obwiedni sygnału RMS. Uwidocznione zostało to na rys. 6.16b. Na rysunku tym przedstawione zostały obwiednie RMS MeBN dla próbki obciążanej z różnymi prędkościami oraz dla próbki, w której naprężenie ulegało zmianie ze stałą prędkością (co było możliwe dzięki przeprowadzeniu badania przy użyciu maszyny do testów wytrzymałościowych). Dla naprężenia zmieniającego się ze stałą prędkością zauważalna jest odtwarzalność obwiedni RMS MeBN – krzywe nakładają się na siebie aż do momentu zaprzestania obciążania (rys. 6.16a). W przypadku różnych prędkości obciążania (rys. 6.16b) obwiednie RMS są rozłączne, te o mniejszej prędkości obciążania osiągają niższe poziomy od tych o wyższej prędkości. Im proporcje prędkości zmian naprężenia są bliższe jedności, tym różnice w poziomach się zmniejszają (co widać np. na 6.16b dla obciążania do więcej niż 150 MPa). W przypadku drgań swobodnych prędkość obciążania zmienia się sinusoidalnie w trakcie drgań, w związku z tym poziomy RMS MeBN w obrębie jednego okresu drgań są zdeformowane – większa prędkość obciążania będzie skutkowała zwiększeniem poziomu, natomiast mniejsza prędkość jego zmniejszeniem.



Rysunek 6.16: Wpływ prędkości zmian naprężenia na obwiednię RMS sygnału napięciowego MeBN: (a) stała prędkość obciążania, $\frac{d\sigma}{dt} = 0.1 \,\text{GPa}\,\text{s}^{-1}$; (b) różne prędkości obciążania, $5 \,\text{GPa}\,\text{s}^{-1} < \left(\frac{d\sigma}{dt}\right)_{max} < 19 \,\text{GPa}\,\text{s}^{-1}$.

W celu eliminacji wpływu prędkości obciążania na obwiednię RMS MeBN przyjmijmy, że emisja MeBN ma kształt nieskończenie krótkiego impulsu, a impulsy, które zawarte są w jednym oknie obliczania wartości RMS o długości T_{RMS} mają średnią kwadratową wysokość \hat{h}^2 , oraz są rozmieszczone równomiernie w dziedzinie poziomu naprężenia (emisja następuje dopiero po osiągnięciu pewnego naprężenia). Liczbę impulsów przypadającą na jednostkę naprężenia oznaczmy ρ_{σ} , a chwilową prędkość zmian naprężenia $v_{\sigma}(t)$. Niech dyskretna funkcja F(t) określa emisję, która nastąpi podczas narastania naprężenia w czasie t. Wówczas liczba impulsów w oknie czasowym o długości T_{RMS} , będzie wynosić $N_p = v_{\sigma}(t)T_{RMS}\rho_{\sigma}$. W takim razie wartość obwiedni RMS liczona z funkcji F(t) będzie wynosić:

$$RMS(t) = \sqrt{\frac{\sum_{i=-}^{\frac{T_{RMS}}{2}} F(t+i)^2}{T_{RMS}}} = \sqrt{\frac{N_p \hat{h}^2}{T_{RMS}}} = \sqrt{v_\sigma(t)} \sqrt{\rho_\sigma \hat{h}^2}.$$
 (6.3)

92

Z powyższego wynika proporcjonalność obwiedni RMS do $\frac{1}{\sqrt{v_{\sigma}(t)}}$. Mimo prostych założeń ułatwiających wyprowadzenie powyższej relacji uzyskuje się bardzo ważne narzędzie do analizy MeBN. Usuwanie wpływu prędkości obciążania na wartość obwiedni w celu wyznaczenia niezależnego od prędkości zmian naprężenia sygnału MeBN, U_{MeBN} , następuje przy pomocy wyrażenia:

$$U_{MeBN}(t) = \frac{1}{\sqrt{v_{\sigma}(t)}} RMS(U_N(t), t).$$
(6.4)

Stosując opisaną powyżej metodę uzyskuje się z rys. 6.16b normalizowaną względem prędkości obciążania wartość U_{MeBN} , która została przedstawiona na rys. 6.17. Widoczne jest bardzo dobre odtwarzanie przebiegów, mimo różnych prędkości zmian wartości naprężenia, dla których zostały przeprowadzone pomiary. Powyższą metodę (6.4) można stosować również do analizy klasycznego, magnetycznego efektu Barkhausena, pod warunkiem zamiany prędkości obciążania na prędkość zmian pola magnetycznego.



Rysunek 6.17: Znormalizowana zależność obwiedni MeBN od prędkości obciążania, wyznaczona na podstawie danych przedstawionych na rys. 6.16b za pomocą wyrażenia (6.4).

Natężenie szumów elektromagnetycznych indukowanych w sondzie MeBN pochodzących od zakłóceń zewnętrznych wpływa na podniesienie poziomu napięcia rejestrowanego U. Uwzględnienie w obwiedni RMS wpływu szumów opiera się na założeniu, że zakłócenia, U_{SZ} sumują się z poziomem obwiedni pozbawionej szumów U_{RMS} w sposób:

$$U^{2}(t) = U^{2}_{RMS}(t) + U^{2}_{SZ}(t), \qquad (6.5)$$

gdzie U(t) to poziom obwiedni RMS sygnału zakłóconego (mierzonego). Wyznaczenie poziomu szumów polega na oszacowaniu średniego poziomu zakłóceń przy braku emisji MeBN, U_{SZ0} . Wówczas najprostszym sposobem usunięcia wpływu zakłóceń jest zastosowanie przekształcenia:

$$U_{RMS}(t) = \sqrt{U^2(t) - U_{SZ}^2(t)}.$$
(6.6)

6.4 Pomiar pola koercji magnetycznej

Pola koercji próbek, H_c , były wyznaczane na podstawie analizy przebiegu pętli histerezy magnetycznej, B(H), które zostały zbadane przy pomocy układu przedstawionego na rys. 6.18 oraz całkowania sygnału U_C indukowanego w cewce detekcyjnej (rys. 6.18 C_D). Układ generatora i wzmacniacza prądowego (rys. 6.18 G) generuje przebiegi prądowe piłokształtne (rys. 6.18 I_G), dzięki czemu cewka magnesująca (rys. 6.18 C_M) wytwarza pole magnetyczne charakteryzujące się okresowo stałą prędkością magnesowania. Napięcie U_G , proporcjonalne do prądu I_G , jest rejestrowane wraz z sygnałem z cewki detekcyjnej, U_C , poprzez 16-bitową kartę pomiarową (rys. 6.18 DAQ) na komputerze PC (rys. 6.18 PC). W celu zmniejszenia współczynnika demagnetyzacji, N_d , próbka stanowi część obwodu magnetycznego zamykanego przez zworę (rys. 6.18 Z). Indukcja pola magnetycznego B jest szacowana na podstawie geometrii próbki i cewki detekcyjnej, natomiast natężenie pola magnetycznego H jest wyznaczane dla cewki na podstawie natężenia prądu I_G oraz wcześniejszej kalibracji dla pola magnetycznego, przeprowadzonej przy użyciu sondy Halla w pustej cewce C_M .

6.5 Pomiar magnetycznego efektu Barkhausena, MBN

Pomiary MBN zostały przeprowadzone w układzie służącym do wyznaczania pola koercji (rys. 6.18). Do detekcji impulsów napięciowych sygnału MBN wyko-



Rysunek 6.18: Schemat układu wykorzystywanego do pomiaru pola koercji magnetycznej próbek.

rzystano tę samą cewkę C_D , z której napięcie U_C jest przetwarzane przez analizator MBN opisany w [5].

6.6 Pomiar twardości

Twardości, H_V , zostały wyznaczone w skali Vickersa, HV20 za pomocą przenośnego twardościomierza marki Reicherter. Pomiar powtarzany był w 3-6 punktach, a jako wynik brana była wartość średnia z serii pomiarów.

6.7 Pomiary dyfrakcji promieni rentgenowskich

Pomiary dyfrakcji promieni rentgenowskich (XRD) zostały przeprowadzone w Instytucie Metali Nieżelaznych w Skawinie (IMN) oraz na Politechnice Gdańskiej (PG). W IMN do pomiaru mikronaprężenia wykorzystywany był dyfraktometr D8-Advance pracujący w konfiguracji Bragga-Brentano z lampą Cu. Wpływ linii $CuK_{\alpha 1}$ i $CuK_{\alpha 2}$ został odseparowany za pomocą modelowania matematycznego i tylko linia $CuK_{\alpha 1}$ była wykorzystywana do dalszych analiz. Natomiast przy pomiarach makronaprężenia wykorzystywany był dyfraktometr Proto iXRD wykorzystujący promieniowanie CrK_{α} . Każda próbka była polerowana elektrochemicznie w celu usunięcia warstw powierzchniowych. Na PG wykorzystywany był do pomiaru wartości mikronaprężenia dyfraktometr PANalytical Xpert PRO w konfiguracji Bragga-Brentano, a do analizy wykorzystana została linia $CuK_{\alpha 1}$. Do analizy mikronaprężenia została wykorzystana metoda Williamsona-Halla [101]. Natomiast do analizy makronaprężenia użyto metody d vs. $\sin^2 \Psi$ [73].

7 Opracowane oprogramowanie

W celu dokonania analizy wyników oraz przeprowadzania pomiarów MeBN zostało stworzone dedykowane oprogramowanie w środowisku LabVIEW oraz w języku programowania Java.

7.1 Oprogramowanie do rejestracji pomiarów MeBN

Dla układu MeBN wykorzystującego drgania swobodne zostało opracowane oprogramowanie w środowisku LabVIEW rejestrujące przy pomocy szybkiej karty pomiarowej sygnały napięciowe:

- z sondy DVRT sygnał proporcjonalny do przemieszczenia poprzecznego powierzchni próbki, U_d ,
- z Analizatora MeBN 2 sygnał szumowy MeBN, U_n .

Pomiary są przeprowadzane z prędkościami próbkowania do 500 kS/s/kanał, a rejestrowanie trwa do kilku sekund. Za pomocą procedury zerowania ustalany jest poziom przemieszczenia mierzony przez sondę DVRT dla układu drgającego będącego w stanie spoczynku. Na podstawie stałej kalibracyjnej A_D sygnał U_d jest przeliczany na odkształcenie powierzchni próbki, ϵ . Po rejestracji przebiegu wyznaczane są: amplituda (w jednostkach odkształcenia względnego, 1×10^{-6}) oraz częstotliwość (w Hz) oscylacji. Z sygnału U_n obliczana jest wartość RMS i w oknie podglądu tworzony jest wykres zależności RMS z U_n od ϵ . Na tej podstawie użytkownik wybiera okno czasowe z zarejestrowanego sygnału U_n i ϵ , które następnie jest zapisywane do pliku.

7.2 Oprogramowanie do rejestracji pomiarów MeBN podczas prób zmęczeniowych

Próby zmęczeniowe często wymagają przeprowadzenia $1 \times 10^5 - 1 \times 10^6$ cykli pracy maszyny zmęczeniowej wykonywanych z częstotliwością rzędu kilku Hz. W celu maksymalizacji możliwości obróbki danych, ich rejestrowanie powinno odbywać się z prędkością 500 kS/s/kanał. Zapis jednej próby zatem wymagałby 18 TB miejsca na dysku. Opracowane oprogramowanie w środowisku LabVIEW rejestruje sygnał napięciowy proporcjonalny do odkształcenia próbki, U_{ϵ} oraz sygnał szumowy MeBN, U_n . Pojedynczy pomiar prowadzony jest przez okres 1 sekundy, a powtarzany co kilka-kilkaset sekund w zależności od liczby cykli obciążenia – im większa tym rzadziej. Dzięki temu zapisane dane pozwalają na szczegółowy podgląd sygnału w trakcie prób oraz umożliwiają opracowanie zależności parametrów MeBN od liczby cykli zmęczeniowych.

7.3 Oprogramowanie do analizy wyników pomiarów MeBN

Opracowane zostało również oprogramowanie w środowisku LabVIEW służące do przetwarzania zarejestrowanych danych pomiarowych MeBN.

Program *Filtry.vi* umożliwia cyfrowe filtrowanie środkowoprzepustowe sygnału U_n za pomocą szybkiej transformaty Fouriera (FFT), filtrowanie środkowozaporowe FFT do usuwania szumów zewnętrznych i ich harmonicznych oraz obliczania RMS z U_n z ruchomym oknem czasowym. Okno główne programu zostało przedstawione na Rys. 7.1.

Program DoMeBN.vi służy do obróki sygnałów ϵ oraz RMS U_n . Na Rys. 7.2 przedstawiono okno główne programu. DoMeBN.vi pozwala na wygładzanie sygnału ϵ , obliczanie na jego podstawie prędkości odkształcania i przeprowadzanie normalizacji na sygnale RMS U_n , która eliminuje wpływ zmiennej prędkości obciążania.

Program *ScalanieMeBN.vi* pozwala na łączenie danych zarejestrowanych dla tej samej próbki, w różnych seriach pomiarowych. Dzięki temu możliwe jest uśrednienie obwiedni RMS na podstawie kilku pomiarów, co eliminuje cechy obwiedni,


Rysunek 7.1: Okno programu *Filtry.vi*. Widoczne na wykresach, od góry: przebieg czasowy sygnału U_{MeBN} , FFT z wybranego fragmentu U_{MeBN} , RMS z wybranego fragmentu U_{MeBN} .



Rysunek 7.2: Okno programu DoMeBN.vi. Widoczne na wykresach: przebiegi czasowy sygnałów ϵ oraz U_{MeBN} przed, w trakcie i po obróbce.

które nie mają charakteru statystycznego. Dodatkowo *ScalanieMeBN.vi* przekształca zestaw danych za pomocą resamplingu, zmniejszając kilkudziesięciokrotnie liczbę punktów, zachowując jednocześnie odpowiednią do analizy obwiedni rozdzielczość, przechodząc z stałego próbkowania po czasie na stałe próbkowanie po odkształceniu, ϵ . Główne okno programu *ScalanieMeBN.vi* zostało przedstawione poniżej na Rys. 7.3.



Rysunek 7.3: Okno programu *ScalanieMeBN.vi*. Widoczne na wykresie są przebiegi $U_{MeBN}(\epsilon)$ dla trzech kolejnych pomiarów tej samej próbki.

7.4 Oprogramowanie do analizy wyników prób zmęczeniowych

Rozmiary zestawów danych (tysiące cykli naprężenia) czynią analizę ilościową zarejestrowanych danych za pomocą wyżej wymienionych narzędzi niepraktyczną. Opracowane zatem zostało dedykowane oprogramowanie w języku JAVA, *MeBN Fatigue Tests*, pozwalające na wyznaczenie takich parametrów, jak RMS MeBN z jednego okresu obciążania, całki z pętli histerezy MeBN oraz całki MeBN z połowy cyklu pracy maszyny zmęczeniowej zarówno dla ściskania, jak i rozciągania.

8 Opis metodyki analizy wyników pomiarów

8.1 Model numeryczny emisji mechanicznego efektu Barkhausena w funkcji naprężenia

W poprzednich rozdziałach został opisany mechaniczny efekt Barkhausena (MeBN), jego pochodzenie oraz mechanika zjawiska na podstawie elementów teorii mikromagnetyzmu. Źródłem MeBN jest nieciągły (skokowy) ruch granicy domen magnetycznych (GD) spowodowany kotwiczącymi je barierami, takimi jak: defekty struktury, wtrącenia niemagnetyczne, wakanse lub granicę ziaren. Ruch ten wymusza naprężenie zewnętrzne, którego zmiana powoduje zmianę ciśnienia wywieranego na GD, a któremu przeciwstawia się ciśnienie będące sumą oddziaływania siły kotwiczenia bariery oraz siły zwrotnej mającej źródło w lokalnym gradiencie energii wewnętrznej ferromagnetyka. GD podlegające bezpośredniemu oddziaływaniu naprężenia zewnętrznego to, w żelazie i stalach, granice 90° oraz pośrednio (poprzez proces kreacji i anihilacji GD 90° [22]) granice 180°. W badaniach tarcia wewnętrznego pochodzącego od histerezy magnetosprężystej (TWM) obserwowanym stratom energii przypisywane są lokalne procesy magnetomechaniczne o charakterystycznym dla fragmentu objętości materiału naprężeniu nasycającym proces, nazwanym naprężeniem wewnętrznym. Postulowane jest istnienie rozkładu wartości tego naprężenia według funkcji z rodziny $N(\sigma) = A\sigma e^{-\frac{\sigma^n}{B}}$, gdzie A, B i n to parametry rozkładu, a n najczęściej przyjmuje wartości 1 lub 2 [28,45,88] – dokładny opis tej funkcji oraz wykorzystania TWM do wyznaczania funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych został przedstawiony w rozdziale 2.4. Amplituda pojedynczego impulsu sygnału napięciowego MeBN indukowanego w cewce owiniętej wokół materiału lub zbliżonej do jego powierzchni podczas procesu odkotwiczania jest proporcjonalna do objętości materiału, w której zmienia się kierunek magnetyzacji oraz do zmiany kąta tego kierunku (90° dla GD 90°), co zostało opisane szczegółowo w rozdziale 2.5.

Na podstawie tej wiedzy można próbować opisać MeBN za pomoca modelu numerycznego opartego o założenia o charakterze fizycznym, którego parametry mają znaczenie fizyczne (np. rozkład częstości występowania danej wartości naprężenia wewnętrznego, zakres ruchu GD, siła kotwiczenia). Podstawą proponowanego modelu uwzględniającego wpływ lokalnych wartości naprężenia wewnętrznego na mierzony sygnał MeBN jest analizowanie wynikającego z ich rozkładu oddziaływania na skokowy ruch GD. Ruch dużej (rzędu 10^5) liczby GD jest symulowany i na podstawie zachodzącego odkotwiczania od barier liczona jest intensywność MeBN w funkcji zadawanego naprężenia zewnętrznego, co jest odzwierciedleniem przebiegu pomiarów MeBN przeprowadzonych w tej rozprawie. Model ten nie zawiera parametrów i zależności wyprowadzanych z relacji mikromagnetycznych – są one jedynie wykorzystane do uzasadnienia elementów mechaniki modelu. Wykorzystanie podejścia energetycznego u podstaw modelu miałoby jedynie uzasadnienie przy znanych geometriach domen magnetycznych, rozkładach statystycznych defektów strukturalnych w materiale i ich sposobie oddziaływania na GD. W przypadku materiałów polikrystalicznych o skomplikowanej mikrostrukturze, takich jak stale, wymagałoby to każdorazowego zaobserwowania i scharakteryzowania tych struktur. Przy rozmiarach ziaren rzędu pojedynczych mikrometrów i o dużym rozrzucie wielkości wymagałoby to dużych nakładów pracy. Efektem końcowym takich badań i obliczeń energetycznych byłyby statystycznie przybliżone parametry i rozkłady, które ostatecznie stanowiłyby parametry podawanymi na wejściu do modelu, którego mechanika nie odbiegałaby znacząco od tej opracowanej w niniejszej rozprawie. W świetle powyższego, uzasadnionym wydaje się zastosowanie fenomenologicznego podejścia w celu próby opisania MeBN.

8.1.1 Historia modeli

Jedyny znany autorowi model numeryczny obejmujący wprost zjawisko MeBN (model S) został przedstawiony w rozprawie doktorskiej M. Soultana w 2002 roku [90]. Model ten został opracowany na bazie dwóch wcześniejszych modeli mikromagnetycznych: Gateliera i Catty'ego (model GC) [21,35] oraz Klebera (model K) [51].

Model Gateliera i Catty'ego (model GC)

Model GC odwzorowuje magnetostrykcję w funkcji zadawanego zewnętrznego pola magnetycznego dla materiałów polikrystalicznych na podstawie rachunku składników energii wewnętrznej ferromagnetyka złożonego z 96 monodomen. Otrzymane wyniki (deformacja i magnetyzacja w funkcji zadawanego pola magnetycznego) są w dość dobrej zgodności z wynikami eksperymentalnymi. Model ten nie uwzględnia jednak ani energii magnetostatycznej, ani oddziaływania z defektami.

Model Klebera (model K)

Model K dotyczy symulacji szumu magnetycznego efektu Barkausena (MBN), jak i opcjonalnie MeBN, w którym analizowane są rozkłady sił działające na GD. Jest to jednowymiarowy model zakładający ruch GD w jednej osi ponad losowo rozłożonymi wzdłuż linii defektami o rozkładzie Gaussa sił kotwiczenia. GD poruszają się jedynie skokowo – od jednej bariery do drugiej. Co ciekawe, GD w tym modelu nie są niezależne od siebie. Stan równowagi między nimi jest ustalany za pomocą metody Monte Carlo. Używając tego modelu możliwe jest symulowanie MBN, pętli histerezy oraz krzywej pierwszego magnesowania. Zmieniając liczbę barier oraz rozkłady ich amplitud osiągane są wyniki (obwiednie MBN oraz pętle histerezy) będące w zgodzie z wynikami doświadczalnymi.

8.1.2 Model Soultana (model S)

Model S, tak jak i wyżej wymienione model, jest również jednowymiarowy. Rozpatrywane jest oddziaływanie naprężenia rozciągającego na strukturę magnetyczną pojedynczego, odizolowanego od reszty materiału, ziarna o 4 domenach (rys. 8.1). W takiej konfiguracji GD 90° poruszać się będzie z punktu A (x = 0) do końca kryształu. Bariery są rozlokowane losowo na drodze GD o siłach kotwiczenia danych rozkładem Gaussa. Soultan szacuje zależność energii magnetostatycznej (rys. 8.2a), energii magnetosprężystej (rys. 8.2b) oraz energii GD (rys. 8.2c) w funkcji położenia GD. Powyższe składniki energii wewnętrznej oraz ich wpływ na strukturę magnetyczną został opisany w rozdziale 2 tej dysertacji. Warte podkreślenia jest to, że Soultan otrzymał energię magnetostatyczną o dwa rzędy wielkości wyższą niż pozostałe energie (magnetosprężystą oraz GD), w związku z tym są one pomijane w obliczeniach (rys. 8.2). Zakłada on również, że siłą motoryczną w tym modelu jest ekwiwalent przyłożonego naprężenia wyrażany jako efektywne pole magnetyczne, H_{eff} , dla którego uzyskuje się podobne przesunięcie GD, obliczane z zależności (2.14).



Rysunek 8.1: Model struktury magnetycznej krystalitu używany w modelu Soultana [90]. Na skutek działania naprężenia zewnętrznego następuje przesunięcie GD z punktu A do punktu A'.



Rysunek 8.2: Energie ferromagnetyka, U[J], w zależności od pozycji GD, x[m] w modelu Soultana [90]: (a) magnetostatyczna, (b) magnetosprężysta, (c) granic domenowych. Przesunięcie oznacza ruch z A do A' (rys. 8.1).

Również w modelu S GD może przebywać jedynie w stanie kotwiczonym przez barierę. Pod wpływem działania naprężenia zewnętrznego wystarczającego do odkotwiczenia GD od danej bariery następuje przejście na kolejną barierę. Jest to sytuacja opisana jako silne kotwiczenie w rozdziale 2.5. Soultan zakłada, że sygnał MeBN wygenerowany podczas procesu odkotwiczania GD jest proporcjonalny do odległości pomiędzy barierami, od której następuje odkotwiczania oraz następnej, która zakotwicza GD. Amplituda kotwiczenia każdej bariery jest równa dla obu kierunków poruszania się GD. Polikrystaliczność jest symulowana poprzez sumowanie sygnałów MeBN otrzymanych dla kilkudziesięciu niezależnych komórek. Energia magnetostatyczna została obliczona jedynie dla przypadku rozciągania ziarna (rys. 8.2a), prawdopodobnie z powodu znacznie prostszych obliczeń (porusza się jedynie punkt A na rys. 8.1), co oznacza, że w celu otrzymania pętli histerezy MeBN część ściskania jest uzupełniana na podstawie założenia symetrii sygnału. Założenie to jest w pełni uzasadnione dla materiałów bez składowych naprężenia wewnętrznego makroskopowego, które pojawiają się po procesach deformacji plastycznej jak również po intensywnej obróbce cieplnej lub mechanicznej. W wyniku występowania tego naprężenia sygnał MeBN staje się asymetryczny (Rozdzial 2.5).

W modelu Soultana bariery rozlokowywane są w ziarnach, a GD ustawiane są w pozycji o najmniejszej energii (rozmagnesowane). Końce zakresu ruchu GD, a więc u Soultana pozycja rozmagnesowana i krawędź ziarna, zostają obsadzone barierami o nieskończonej sile kotwiczenia. Następnie zwiększane jest naprężenie działające na ziarno oraz porównywany jest jego efekt z sumą siły sprężystości (dażącej do przesunięcia GD do położenia równowagowego - bez naprężenia zewnętrznego) oraz siły kotwiczenia bariery, na której znajduje się granica. Podczas przekroczenia tej wartości następuje przeskok na następną barierę, na której powtarzany jest proces porównywania sił. Procesy odkotwiczania i kotwiczenia są kontynuowane aż GD znajdzie się na barierze, której siła kotwiczenia w połączeniu z siłą sprężystości będą w stanie przeciwstawić się obecnemu poziomowi zewnętrznego naprężenia. Rejestrowany jest impuls, którego amplituda jest proporcionalna do pokonanej przez GD drogi w krysztale, od odkotwiczenia do zakotwiczenia na nowej barierze. Po osiagnieciu krawędzi ziarna następuje zmniejszanie naprężenia aż GD osiagnie stan początkowy. Wynik symulacji zawierającej kilkadziesiąt ziaren został przedstawiony na rys. 8.3a. Czarnym kolorem oznaczono impulsy zarejestrowane podczas narastania naprężenia zewnętrznego, a zielonym podczas zdejmowania obciążenia. Ponieważ naprężenie jest zmniejszane aż GD osiagnie stan poczatkowy, naprężenie musi stać się ujemne, aby GD mogła przejść nad ostatnimi barierami, stąd występują impulsy po zmianie zwrotu siły (podczas ściskania). W celu osiągnięcia pełnego sygnału MeBN pochodzącego od przejścia od maksymalnej kompresji do maksymalnego rozciągania (pełen zakres ruchu, a nie jak w modelu – od stanu rozmagnesowanego do krawędzi kryształu) Soultan zakłada, że po zakończeniu ruchu GD w pozycji rozmagnesowanej, podczas dalszej kontynuacji ruchu w tym samym kierunku nastąpiłaby emisja identyczna do tej, zarejestrowanej podczas pierwszego obciążania. Na tej podstawie łączy odbity względem zerowej siły sygnał MeBN z odprężania z sygnałem pochodzącym z pierwszego obciążania (rys. 8.3b). Na takim zbiorze impulsów przeprowadzane są obliczenia wartości napięcia skutecznego (RMS), liczonego z ruchomym oknem. Jest to odpowiednik działania analogowych układów RMS wykorzystywanych w aparaturze pomiarowej służącej do rejestracji MBN oraz MeBN. Otrzymana obwiednia RMS jest naniesiona na rysunek jako czarna linia (rys. 8.3b). Dwa takie przebiegi, gdzie drugi jest odbity lustrzanie względem F = 0, Soultan łączy na jednym wykresie, aby uzyskać pętlę histerezy MeBN (rys. 8.3c).



Rysunek 8.3: Emisja MeBN podczas obciążania materiału w modelu Soultana [90]: (a) czarna linia - naprężanie, zielona - odprężanie; (b) połączenie sygnału z zdejmowania obciążenia z sygnałem z obciążania w celu otrzymania pół-cyklu MeBN oraz wyznaczenie obwiedni RMS; (c) pełen cykl pętli histerezy MeBN. Oś pionowa - amplituda impulsów, oś pozioma - siła przyłożona do próbki.

Wcięcie w obwiedni pomiędzy obiema grupami impulsów, nieobserwowane doświadczalnie, Soultan tłumaczy brakiem zróżnicowania wielkości ziaren, ich orientacji względem kierunku zadawanego naprężenia oraz silną histerezą. Jest to głównie efekt ustawienia nieprzekraczalnej bariery, na której kończy się możliwość ruchu

GD, co zostanie wytłumaczone poniżej. W przypadku jej braku następowałoby przejście nad tym miejscem na bariery znajdujące się bezpośrednio za nią i w związku z tym obserwowana byłaby emisja w obszarach poza nią, czyli po zaniknięciu impulsów koloru zielonego na rys. 8.3a (w obszarze ujemnym) oraz na rys. 8.3b prawym właśnie w miejscu tego wcięcia. Opierając się na doświadczeniu wyniesionym z własnego modelu, autor szacuje, że obwiednia wówczas miałaby kształt trapezu: emisja narastałaby do osiągnięcia stałego (w przypadku dużej liczby ziaren) poziomu – prawdopodobieństwo znalezienia bariery w tym obszarze jest stałe, natomiast osiągnięta zostanie już pozycja, po której powinno nastąpić odkotwiczenie od każdej bariery, początkowo kotwiczącej GD. Wówczas równocześnie następują odkotwiczania z małych barier położonych dalej, jak i z dużych barier, ale położonych bliżej pozycji GD w stanie bez naprężenia zewnętrznego. Z racji równego prawdopodobieństwa tych procesów aż do osiągnięcia naprężenia, które oznaczałoby w przypadku braku barier koniec zakresu ruchu GD, impulsy powinny mieć średnio tą samą wysokość. Następnie zostaną wygenerowane impulsy pochodzące od procesów odkotwiczania, które kończą się na nieprzekraczalnej barierze, jaką jest krawędź ziarna – ich amplitudy będą już wyraźnie malały, ze względu na coraz mocniejsze ograniczenie możliwych długości przeskoku.

Soultan bada na swoim modelu wpływ siły kotwiczenia oraz wpływ liczby barier przypadających na ziarno na charakter symulowanego sygnału MeBN. Wraz ze wzrostem amplitudy kotwiczenia obserwuje on opóźnianie pojawienia się pierwszej emisji podczas procesu odprężania oraz pierwszego obciążania. W przypadku zwiększenia liczby barier w ziarnie, zwiększeniu ulega liczba przeskoków podczas jednego cyklu obciążania, ale równocześnie maleje amplituda rejestrowanych impulsów. Oblicza on również liczbę barier, które na których GD jest kotwiczona w trakcie ruchu. Na tej podstawie określa procentową proporcję barier, które biorą udział w kotwiczeniu względem wszystkich barier i obserwuje on malenie tego parametru wraz z liczbą barier w ziarnie. Wyniki te są zgodne z przewidywaniami, gdyż zagęszczenie barier sprzyja powstawaniu sytuacji, w której w sąsiedztwie bariery o dużej sile kotwiczenia znajduje się bariera na tyle słaba i na tyle blisko, żeby GD po odkotwiczeniu była w stanie ją pominąć. Zależność procentowego udziału barier wydaje się być odwrotnie proporcjonalna do liczby barier.

Model numeryczny MeBN stworzony w ramach tej rozprawy jest oparty na zbliżonej mechanice do modelu S, zawiera jednak kilka dodatkowych elementów, które sprawiają, że wierniej oddaje naturę (w postaci, w jakiej jest obecnie rozumiana) rozkładu natężenia MeBN w funkcji zadawanego naprężenia, σ .

8.1.3 Proponowany model emisji MeBN podczas obciążania materiału

Wstęp

W proponowanym modelu utożsamiono naprężenie wewnętrzne z istnieniem barier, a ich wysokość z wielkościa zewnętrznego naprężenia potrzebnego do ich pokonania. Naprężenie wewnętrzne jest wówczas interpretowane jako wartość średnia wysokości barier. Mało uwagi jednak zostało poświęcone interakcji GD z barierami. Zródłem strat energii mechanicznej (która m.in. tracona jest na emisję impulsów MeBN) w modelu SB [88,89] są lokalne procesy histerezy magnetomechanicznej zachodzące w objętości materiału. Taki podstawowy pojedynczy układ można identyfikować z poruszająca się pod wpływem naprężenia zewnętrznego GD (90°). Jednak w trakcie swojego ruchu GD pokonać może kilka barier zanim zostanie on ograniczony poprzez anihilację granicy (na krawędzi kryształu albo poprzez połączenie z inna GD). Przy takiej interpretacji modelu SB każda strata energii na proces odkotwiczania GD musiałaby być identyfikowana jako część innej elementarnej pętli histerezy magnetomechanicznej. Zatem jedna GD miałaby przypisane po jednej pętli do każdego procesu odkotwiczania, jaki może nastąpić. Natomiast naprężenie wewnętrzne, które model ten by przypisał barierze powodującej nasycenie (i straty energii) byłoby sumą naprężenia potrzebnego do przesunięcia GD w miejsce bariery oraz naprężenia skojarzonego z siłą kotwiczenia danej bariery. W proponowanym niżej modelu rozdzielony zostaje wpływ ruchu od wpływu siły kotwiczenia. Generowane są bariery, których wysokość losowana jest na podstawie przyjętej funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych odnoszącej się jedynie do samej siły kotwiczenia. Jest to bardzo istotna różnica z definicją naprężenia wewnętrznego przyjęta przez Smitha i Birchaka oraze stosowaną później przez wielu badaczy [5,23,28,45]. Zdaniem autora, tak zdefiniowana funkcja rozkładu naprężeń wewnętrznych jest lepszym wyznacznikiem właściwości materiału, gdyż dotyczy ona wyłącznie siły kotwiczenia bariery, którą może być skupisko dyslokacji, wtrącenie niemagnetyczne, grupa wakansów, granica ziarna albo ich kombinacja. W odróżnieniu od modelu Soultana dopuszczalny jest ruch granicy w obszarach między barierami. To gęstość barier i ich siły kotwiczenia będą decydowały, czy GD będzie się poruszać jedynie od bariery do bariery. W celu przybliżenia rzeczywistej sytuacji w polikrysztale, który cechuje rozkład wielkości ziaren, postuluje się istnienie rozkładu zakresów ruchu dla GD. Trudno jest wiązać te wartości bezpośrednio ze sobą, gdyż jedynie dla dużych ziaren i/lub sąsiednich ziaren o różnych orientacjach domeny magnetyczne są zawarte wewnątrz ziaren. W pozostałych przypadkach domeny magnetyczne potrafią rozciągać się poprzez kilka ziaren, a więc związek zakresu ruchu GD z wielkością ziarna nie jest już taki oczywisty. Przy braku możliwości obliczenia zakresów ruchu z właściwości materiału uzasadnione jest przyjęcie prostego rozkładu zakresów ruchu GD jako jeden z parametrów modelu.

Opis modelu

W proponowanym modelu symulacji podlega ruch GD. Wykorzystując równanie (2.14):

$$H_{eff} = \frac{3}{2} \frac{\lambda_s \sigma}{\mu_0 M_s}$$

gdzie H_{eff} - natężenie pola magnetycznego wywierające takie ciśnienie na GD, jak naprężenie σ , λ_s - magnetostrykcja nasycenia, σ - zadawane naprężenie, μ_0 przenikalność magnetyczna próżni, M_s - magnetyzacja nasycenia materiału, można w przybliżeniu ustalić związek między przyłożonym naprężeniem, a pozycją równowagi GD w nowych warunkach. Dla odizolowanych granic, w skończonym krysztale zawierającym tylko dwie domeny o przeciwnej magnetyzacji, pozycję granicy, x, w zależności od przyłożonego pola H, opisuje równanie [45]:

$$x = \frac{HL}{2N_d M_s},\tag{8.1}$$

gdzie L – to zakres ruchu GD, N_d – to współczynnik rozmagnesowania kryształu, a M_s – to magnetyzacja nasycenia. Na podstawie liniowej zależności pola efektywnego, H_{eff} , od przykładanego naprężenia (2.14) oraz liniowego związku pozycji GD od natężenia pola magnetycznego (8.1) uzasadnionym jest twierdzenie, że dość dobrym pierwszym przybliżeniem zależności położenia równowagi GD od przyłożonego naprężenia jest zależność $x \sim \sigma$ (rys. 8.4). W modelu Soultana [90] obliczane jest wyrażenie na energię wewnętrzną ferromagnetyka w funkcji położenia GD (rys. 8.2), którą da się zrozumieć jako zależność naprężenia potrzebnego do osiągnięcia danej pozycji GD. Soultan korzysta z faktu proporcjonalności zmiany energii magnetoelastycznej do przyłożonego do materiału naprężenia [28]. Charakter krzywej $\sigma(x)$, otrzymanej w obliczeniach przez Soultana, jest w zasadniczej części liniowy. $\sigma(x)$ staje się nieliniowa dopiero w pobliżu granicznych wartości zakresu ruchu. Założenia Soultana o konkretnej geometrii, dla której przeprowadził obliczenia nie mają żadnego odniesienia do rzeczywistych materiałów, za wyjątkiem dużych monokryształów, w których faktycznie taka struktura może być obserwowana [27]. Wykorzystywanie takich krzywych obliczonych dla wyidealizowanych materiałów jest w przekonaniu autora przynajmniej w równym stopniu uzasadnione, co przybliżanie tych zależności zwykłą zależnością proporcjonalną $x \sim \sigma$ (rys. 8.4).



Rysunek 8.4: Powiązanie przemieszczenia GD z zadawanym naprężeniem, na podstawie wyrażeń (2.14) i (8.1).

Aby możliwa była emisja MeBN ruch GD musi być skokowy (nieciągły), przerywany na kotwiczenie GD przez barierę oraz odkotwiczenie po osiągnięciu przez naprężenie zewnętrzne, σ , poziomu $\sigma > \sigma_x + \sigma_B$, koniecznego do osiągnięcia pozycji bariery, σ_x oraz odpowiadającemu amplitudzie kotwiczenia danej bariery, σ_B . Powyższa zależność definiuje amplitudę kotwiczenia bariery σ_B jako składnik wartości progowej naprężenia, po przekroczeniu którego następuje odkotwiczenie GD od bariery.

W trakcie procesu odkotwiczenia generowany jest impuls napięcia w cewce detektora MeBN proporcjonalny do objętości ferromagnetyka zmieniającej kierunek magnetyzacji (a w przypadku proponowanego modelu 1D – długości przeskoku, x_s , oznaczonej przerywaną linią na rys. 8.5a). Kotwiczenie GD przez pojedynczą barierę oraz proces odkotwiczania przedstawiono na rys. 8.5. Czerwony punkt oznacza pozycję bariery oraz naprężenie potrzebne do jej osiągnięcia dla ruchu odwracalnego, natomiast punkt odkotwiczenia oznaczony jest przez czerwony trójkąt. Wraz ze wzrostem przyłożonego naprężenia GD przesuwa się, aż do napotkania bariery (czerwony punkt). Wówczas dalsze zwiększanie naprężenia nie spowoduje ruchu GD, aż do czasu osiągnięcia poziomu $\sigma = \sigma_x + \sigma_B$. Skutkuje to odkotwiczeniem od bariery (w punkcie na wykresie oznaczonym trójkątem) i przemieszczenie GD na pozycję, którą zajmowałaby w przypadku nie wystąpienia bariery (ruch GD oznaczony przerywaną linią). Dalsze zwiększanie naprężenia powoduje ruch GD aż do wyczerpania się zakresu ruchu.

Gdy rozpatrywane jest zmniejszanie poziomu naprężenia, warunek odkotwiczenia wyraża następujący związek $\sigma = \sigma_x - \sigma_B$. Ruch GD przez dwie bariery w kierunku rozciągania (rys. 8.5b - linia czarna) oraz podczas zmniejszania naprężenia od wartości maksymalnej (rys. 8.5b - linia niebieska) przedstawiono na rys. 8.5b. Ruch przebiega analogicznie, jak w przypadku opisanym powyżej, z tą różnicą, że podczas zmniejszania naprężenia występuje nowy warunek odkotwiczenia (opisany powyżej).

W przypadku napotkania drugiej bariery położonej w obszarze, nad którym przebiegałby skok po odkotwiczeniu GD możliwe są dwie sytuacje (rys. 8.6). Gdy amplituda kotwiczenia drugiej bariery wraz z naprężeniem potrzebnym do osiągnięcia pozycji drugiej bariery przez GD jest mniejsza od odpowiadających im wartości naprężenia dla pierwszej bariery, $\sigma_{x1^-} + \sigma_{B1} \ge \sigma_{x2^-} + \sigma_{B2}$, nie ma zmian w ruchu GD ani emisji MeBN. Druga bariera jest wówczas *nieosiągalna* ponieważ ruch po odkotwiczeniu od pierwszej bariery następuje poprzez drugą barierę, która jest *niezauważona*(rys. 8.6a). Analogiczne zdarzenia miały miejsce w modelu Soultana. Co więcej, liczył on proporcje między barierami *widocznymi* i *niewidocznymi* w zależności od całkowitej liczby barrier.

Druga bariera może *przechwycić* GD podczas procesu odkotwiczania od pierwszej bariery, jeśli jej amplituda kotwiczenia oraz naprężenie potrzebne do osiągnięcia jej pozycji są większe od tych wartości dla pierwszej bariery, $\sigma_{x1^-} + \sigma_{B1} < \sigma_{x2^-} + \sigma_{B2}$ (rys. 8.6b). Wówczas ruch GD po odkotwiczeniu od pierwszej bariery jest krótszy i kończy się po osiągnięciu pozycji drugiej bariery, *przechwytującej* GD. Emisja MeBN jest w takim wypadku odpowiednio niższa (proporcjonalna do $|\sigma_{B2} - \sigma_{B1}|$). Po osiągnięciu naprężenia odkotwiczającego od drugiej bariery następuje kolejny skok i emisja kolejnego impulsu MeBN.



Rysunek 8.5: Kotwiczenie oraz odkotwiczanie GD: (a) ruch GD wraz z narastaniem naprężenia; (b) ruch GD podczas narastania (czarna linia), a następnie zmniejszania naprężenia (niebieska linia); (c) i (d) reprezentacje położenia i amplitudy kotwiczenia barier odpowiadające kolejno (a) i (b).



Rysunek 8.6: Kotwiczenie oraz odkotwiczanie GD z interakcją z drugą barierą: (a) *pominięcie* bariery; (b) *przechwycenie* GD przez następną barierę; (c) i (d) reprezentacje położenia i amplitudy kotwiczenia barier odpowiadające (a) i (b).

Należy w tym miejscu podkreślić, że przyjęty model oddziaływania GD z kotwiczącymi je barierami jest bardzo uproszczony, gdyż nie wyjaśnia on związku barier z defektami. Bardzo dokładny teoretyczny opis tych relacji można znaleźć w [54]. Na wykresie obliczonej przez Kronmullera zależności siły działającej na GD od jej pozycji względem dyslokacji liniowej, który zamieszczony zostal w rozdziale 2 (rys. 2.10) można zaobserwować, że GD w zależności od wektora Burgersa jest albo przyciągana w pobliżu dyslokacji, albo odpychana. Na podstawie przywołanego tam przykładu dyslokacji liniowej, można oszacować wartość naprężenia jaką wywiera na GD na 10 MPa do 20 MPa. Jest to oddziaływanie względnie krótkiego zasięgu (rzędu kilku szerokości GD).

Powszechnie wykorzystywane ferromagnetyki są polikrystaliczne o pewnym rozkładzie wielkości ziaren. Aby je dobrze opisywać należy uwzględnić niejednorodność rozmiaru domen, a co za tym idzie zakresów ruchu GD. W proponowanym modelu końce zakresu ruchu, podobnie jak w modelu Soultana są wymuszane przez bariery o nieskończonej sile kotwiczenia. Natomiast dla każdej rozpatrywanej GD losowana jest inna wartość zakresu ruchu z rozkładu, który jest sparametryzowany. W najprostszym przypadku rozkładu prostokątnego, określona jest wartość minimalna zakresu oraz maksymalna, z równym prawdopodobieństwem wystąpienia zakresu o wartości pośredniej. Przy rozmiarach ziaren rzędu 10^{-5} m, polu powierzchni materiału, z którego możliwy jest odbiór sygnału MeBN rzędu 10^{-6} m² oraz grubości warstwy powierzchniowej, z której jest otrzymywany rzędu 10^{-3} m można zgrubnie oszacować liczba GD składających się na rejestrowany w pomiarach MeBN na 10^{6} . W symulacjach stosowano liczbę GD, N_{GD} , rzędu 10^{5} - 10^{6} , co już pozwala na uzyskanie sygnału MeBN bardzo podobnego do rzeczywistego jednocześnie przy czasie obliczeniowym dla procesu histerezy MeBN rzędu pojedynczych minut.

Proponowany model zakłada istnienie funkcji rozkładu prawdopodobieństwa posiadania przez barierę pewnej amplitudy kotwiczenia σ_B , wyrażonej w wartości naprężenia. Analogicznie do modelu SB (opisanego w rozdziale 2.4) funkcja ta nazywana będzie skrótowo funkcją rozkładu naprężeń wewnętrznych. W zależności od rodzaju oddziaływania danego defektu z GD wartość σ_B można różnie interpretować. Na przykład dla skupisk dyslokacji, jest to oddziaływanie z polem naprężenia, które generują w swoim sąsiedztwie. Wówczas powiązanie wartości naprężenia uzyskanego za pomocą badań magnetycznych (np. MeBN) z istnieniem lokalnie naprężenia wewnętrznego o takiej wartości wydaje się uzasadnione. Natomiast dla faz niemagnetycznych pole naprężenia wokół nich może być znikome, ale oddziaływanie wykazywane przez metody magnetyczne już niekoniecznie. W takim przypadku otrzymana wartość naprężenia wewnętrznego jest błędna. Ta niepewność źródła wykazywanego naprężenia charakteryzującego amplitudę kotwiczenia bariery nie jest rozważana w proponowanym modelu, a termin naprężenie wewnętrzne używany w dalszym opisie odnosi się do efektywnej siły kotwiczenia, jaką oddziałuje ono z GD.

Ogólnie przyjętą [28,88,89] postacią funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych (opisaną dokładnie w rozdziale 2.4) jest:

$$N(\sigma) = A\sigma e^{-\frac{\sigma^n}{B}}, \qquad (8.2)$$

gdzie A, B i n to stałe rozkładu, gdzie n przyjmuje wartości naturalne (rys. 8.7a linia niebieska -n = 1, linia czerwona -n = 2). Ma ona charakter gęstości prawdopodobieństwa wystąpienia bariery o konkretnej amplitudzie kotwiczenia. Naprężenia średnie można wyliczyć na podstawie znanej funkcji rozkładu za pomocą wyrażenia:

$$\sigma_i = \int_0^\infty \sigma N(\sigma) d\sigma. \tag{8.3}$$

Warto zauważyć, że funkcje takie (8.2) stosowano dotychczas do opisu rozkładu wartości naprężenia wewnętrznego nasycającego lokalne pętle histerezy magnetomechanicznej (model SB – rozdział 2.4), a nie do opisu amplitudy kotwiczenia skojarzonego z samymi barierami. W pierwszym podejściu do opisu wyników pomiarów tarcia pochodzenia magnetomechanicznego Smith i Birchak [88] zaproponowali rozkład prostokątny (rys. 8.7 linia czarna), dzięki któremu uzyskali bardzo dobry opis za pomocą modelu współczynnika strat energii mechanicznej na procesy magnetomechaniczne dla drgającego ruchu tłumionego w funkcji amplitudy obciążenia, Ψ_m . W późniejszej pracy zdecydowali się na wykorzystanie funkcji wyrażonej równaniem (8.2), podkreślając bardziej fizyczny charakter tej funkcji. W proponowanym modelu funkcja rozkładu naprężeń wewnętrznych może być dana zarówno parametrycznie jako prostokąt (rys. 8.7 linia czarna) albo funkcja z (8.2) dla n = 1 (rys. 8.7 linia niebieska) lub n = 2 (rys. 8.7 linia czerwona) jak i funkcja bedaca suma ważona dowolnej liczby tych funkcji. Oddziaływanie barier z GD może następować poprzez naprężenie w ich otoczeniu albo, w przypadku wtrąceń niemagnetycznych, energię magnetostatyczną. Z powodu istnienia dwóch sposobów

oddziaływania, uzasadnionym wydaje się dopuszczenie rozkładu jako sumy ważonej dwóch składników:

$$N(\sigma) = C_1 N_1(\sigma) + C_2 N_2(\sigma) , \qquad (8.4)$$

gdzie C_1 i C_2 to wagi, takie że $C_1 + C_2 = 1$, a $N_1(\sigma)$ i $N_2(\sigma)$ to funkcje opisane przez (8.2). Wyznaczanie wartości średniego naprężenia wewnętrznego, σ_i , z funkcji rozkładu (8.4) następuje poprzez wykorzystanie wyrażenia (8.3).



Rysunek 8.7: Rozkłady prawdopodobieństwa wystąpienia barier o danym naprężeniu kotwiczenia, o takiej samej wartości średniej σ_i . (a) rozkład gęstości prawdopodobieństwa; (b) dystrybuanta tego rozkładu.

W celu przypisania amplitudy kotwiczenia (σ_B) do każdej bariery w modelu, funkcja rozkładu naprężeń wewnętrznych, $N(\sigma)$, przeliczana jest na dystrybuantę (rys. 8.7b), która następnie przekształcana jest na funkcję odwrotną dystrybuanty (rys. 8.8). Dla każdej bariery jest generowana liczba losowa z zakresu $\langle 0, 1 \rangle$ i szukana odpowiadająca jej wartość σ w odwrotnej funkcji dystrybuanty. Tak wylosowane naprężenie jest zapisywane jako wartość amplitudy kotwiczenia danej bariery, σ_B .

Przebieg symulacji

- Pojedyncza symulacja badania MeBN zaczyna się od losowania zakresów ruchu GD. Każdej GD jest przypisywany zakres ruchu z przyjętego jako parametr symulacji rozkładu zakresów ruchu GD.
- Losowana jest dla każdej GD odpowiednia liczba barier, a każdej z nich przypisywana jest losowa pozycja w zakresie ruchu GD oraz losowana jest siła ko-



Rysunek 8.8: Odwrotność dystrybuanty rozkładu $N(\sigma)$. Jest ona wykorzystywana przy losowaniu wysokości pojedyńczej bariery.

twiczenia z przyjętej funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych. Schematyczne przedstawienie zakresu ruchu dla jednej GD wraz z barierami zostało pokazane na rys. 8.9: zakres ruchu ze względu na założoną proporcjonalna zależność pozycji GD od przyłożonego naprężenia jest wyrażony w MPa, jak również pozycje barier, a wysokości barier natomiast zostały odłożone na osi poziomej jako kolorowe zakresy wokół barier. Po osiągnięciu bariery konieczny jest wzrost naprężenia (lub zmniejszenie, w zależności od kierunku zmiany naprężenia) poza ten obszar, aby możliwe było odkotwiczenie.



Rysunek 8.9: Schematyczne przedstawienie zakresu ruchu pojedynczej GD wraz z barierami. Amplitudy kotwiczenia są oznaczone kolorem i odłożone na osi poziomej wokół barier.

• Po obsadzeniu wszystkich GD następuje proces symulacji rozmagnesowywania poprzez zastosowanie drgań mechanicznych o zanikającej amplitudzie. Jest to proces analogiczny do wykorzystywanego w badaniach MeBN opisanych w dalszej części tej rozprawy. W takiej metodzie rozmagnesowania, przy barierach o dużej sile kotwiczenia, a znajdujących się blisko środka zakresu ruchu, osiągnięcie przez GD pozycji x = 0 jest często niemożliwe.

• Po rozmagnesowaniu następuje obciążanie, zaczynając od $\sigma = 0$, w krokach co kilka MPa (najczęściej 1-3 MPa). Po każdym kroku, dla każdej GD sprawdzane są warunki wystąpienia odkotwiczenia, $\sigma = \sigma_x + \sigma_B$ dla rosnącej wartości naprężenia oraz $\sigma=\sigma_x-\sigma_B$ dla malejącej. W przypadku odkotwiczenia do wypadkowej amplitudy sygnału MeBN, w danym kroku, dodawana jest wartość proporcjonalna do długości przeskoku. Naprężenie jest stopniowo zwiększane, aż do osiągnięcia ustalonej wartości, σ_{max} (najczęściej odpowiadającej osiągniętej podczas badań, które mają być opisane za pomocą modelu). W ten sposób generowana jest tzw. krzywa pierwszego obciążania. Jest to zależność natężenia emisji MeBN (tutaj - suma amplitud przeskoków w danym kroku) od wartości naprężenia podczas pierwszego obciążania próbki po rozmagnesowaniu. Następnie wartość naprężenia jest stopniowo zmniejszana aż do osiągnięcia ustalonej wartości minimalnej, σ_{min} , po czym znów zwiększana, do wartości maksymalnej, $\sigma_{max}.$ Uzyskana dzięki temu zależność sygnału MeBN od naprężenia odpowiada pętli histerezy MeBN (przebiegu natężenia emisji MeBN w jednym okresie drgań mechanicznych). W celu otrzymania krzywej pierwszego obciążania dla ściskania ponownie symulowane jest rozmagnesowanie, a naprężenia zadawane są od zera do wartości minimalnej. Dla każdego kierunku (rozciągania lub ściskania) liczona jest powierzchnia pod wykresem MeBN, dzieki czemu otrzymywane sa odpowiedniki całek z sygnału MeBN.

Podsumowanie opisu działania proponowanego modelu

- model symuluje jednoosiowy ruch GD 90° pod wpływem działania naprężenia,
- w przypadku braku barier przemieszczenie GD jest proporcjonalne do naprężenia,
- każdej GD przypisany jest pewien zakres ruchu losowany z rozkładu, wyrażony w jednostkach naprężenia, a symetryczny względem $\sigma = 0$,

- każdy zakres ruchu jest obsadzany liczbą barier. Pozycja każdej z nich wewnątrz zakresu ruchu jest losowa, natomiast skojarzona z nią siła kotwiczenia losowana jest z przyjętej funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych,
- odkotwiczenie od bariery następuje po osiągnięciu przez naprężenia zewnętrzne poziomu $\sigma = \sigma_x + \sigma_B$ dla rosnących wartości naprężenia oraz $\sigma = \sigma_x - \sigma_B$ dla malejących (σ_x – naprężenie pozwalające na osiągnięcie przez GD położenia danej bariery, σ_B – amplituda kotwiczenia bariery),
- wartość wkładu pojedynczego przeskoku (odkotwiczenia GD) do symulowanego sygnału MeBN jest proporcjonalna do wartości bezwzględnej różnicy wartości naprężenia potrzebnego do osiągnięcia pozycji końcowej, a osiągnięcia pozycji bariery z której następowało odkotwiczenie,
- granice zakresu ruchu GD są obsadzone barierami o nieskończonej amplitudzie kotwiczenia,
- rozmagnesowanie następuje przez obciążenie próbki generujące przemienne naprężenie o amplitudzie malejącej z czasem do zera (przybliża metodę wykorzystywaną doświadczalnie),
- odwzorowanie polikrystalicznego ferromagnetyka następuje poprzez losowanie kilkudziesięciu-kilkuset tysięcy zakresów ruchu GD i sumowanie ich sygnałów MeBN dla przykładanego naprężenia zewnętrznego.

Parametry proponowanego modelu

- funkcja rozkładu naprężeń wewnętrznych, $\mathbf{N}(\sigma)$, opisana równaniem (8.2) lub sumą ważoną dwóch takich rozkładów (8.4) (każdy rozkład ma jeden parametr – naprężenie średnie $\sigma_{\mathbf{i}}$, a parametrami w przypadku sumy są również wagi);
- rozkład zakresów ruchu GD, $\mathbf{N}_{\mathbf{ZGD}}(\sigma_{\mathbf{GD}})$, o równym prawdopodobieństwie dla każdej wartości σ_{GD} z pewnego przedziału, gdzie parametrami są jego minimum, $\sigma_{\mathbf{GDmin}}$ i maksimum, $\sigma_{\mathbf{GDmax}}$;
- liczba GD, $\mathbf{N_{GD}}$;
- liczba barier przypadających na 100 MP
a zakresu ruchu GD, $\mathbf{N}_{\mathbf{B}};$

- zakres osiągany przez naprężnenie zewnętrzne, σ_{\min} oraz σ_{\max} ;
- krok symulacji, $\Delta \sigma$.

8.1.4 Analiza działania modelu

Aby ocenić poprawność opracowanego modelu oraz wpływ parametrów na charakter otrzymanego symulowanego sygnału MeBN przeprowadzono serię symulacji dla różnych parametrów. Poszukiwany jest związek sygnału MeBN rejestrowanego podczas pierwszego obciążania z funkcją rozkładu naprężeń wewnętrznych.

Wpływ liczby GD, N_{GD} , na otrzymywany sygnał MeBN

W celu dobrania optymalnej liczby GD wykorzystanych w symulacji, tak aby charakter otrzymanego sygnału MeBN był jak najbardziej zbliżony do doświadczalnego, a jednocześnie czas obliczeniowy był możliwie najmniejszy, przeprowadzono serię symulacji dla różnych N_{GD} . Według notacji *dużego O* opracowany do rozwiązywania modelu algorytm posiada czasową złożoność obliczeniową $O(N_{GD}N_B)$. Dobrano parametry modelu zestawione w Tab. 8.1 i przeprowadzono serię obliczeń dla N_{GD} równych: 1, 10², 10⁴, 10⁵, 10⁶ (rys. 8.10).

Tabela 8.1: Parametry modelu użyte w symulacji przedstawionej na rys. 8.10.

σ_{GDmin}	σ_{GDmax}	$N(\sigma)$	σ_i	N_B	σ_{min}	σ_{max}	$\Delta \sigma$
[MPa]	[MPa]	$\left[\frac{1}{\mathrm{Pa}\mathrm{m}^3}\right]$	[MPa]	$\left[\frac{1}{100\mathrm{MPa}}\right]$	[MPa]	[MPa]	[MPa]
50	300	$Ae^{\frac{-\sigma^2}{B}}$	25	5	-300	300	1

W przypadku pojedynczej GD (rys. 8.10a) widoczne są, wylosowane w tej symulacji, miejsca odkotwiczania oraz związane z nimi impulsy MeBN. Widoczne są dwie pary defektów leżące blisko siebie - wówczas następuje przeskok z jednej bariery na drugą barierę, dający impuls o mniejszej amplitudzie (zobrazowane na rys. 8.10a), niż byłoby to w przypadku przeskoku przez wolną od barier przestrzeń. Widoczna jest przez to różnica w amplitudzie impulsów w kierunku rozciągania (czarna linia) oraz ściskania (niebieska linia), która nie występuje w przypadku



Rysunek 8.10: Wpływ liczby GD na emisję MeBN w proponowanym modelu. Przedstawione są obwiednie RMS natężenia emisji MeBN dla jednego okresu pętli histerezy MeBN. Widoczne jest pojawianie się charakterystycznego kształtu przy 1×10^4 GD, a przy większych N_{GD} , zmniejszanie zaszumienia obwiedni.

barier, z których przeskoki nie kończą się na innej barierze (np. ostatni impuls z prawej strony).

Gdy liczba GD rośnie do $N_{GD} = 1 \times 10^2$ (rys. 8.10b), widoczne jest duże zaszumienie sygnału MeBN, ale pomimo tego pojawiają się charakterystyczne dla MeBN punkty: początku, maksimum i końca emisji. Przy dalszym wzroście liczby GD do $N_{GD} = 1 \times 10^4$ (rys. 8.10c), kształt pętli histerezy staje się rozpoznawalny. Dla parametrów $N_{GD} = 1 \times 10^5$ (rys. 8.10d) i $N_{GD} = 1 \times 10^6$ (rys. 8.10e) różnice między pętlami są już niewielkie. Przy $N_{GD} = 1 \times 10^5$ obliczenia zabierają 10krotnie mniej czasu niż dla $N_{GD} = 1 \times 10^6$. Powyżej $N_{GD} = 1 \times 10^5$ otrzymywany sygnał MeBN nie ulega znaczącym zmianom wraz z dalszym wzrostem N_{GD} , dlatego ten rząd wielkości zostanie wykorzystany dla większości obliczeń w dalszej części tej rozprawy.

Punkty charakterystyczne pętli histerezy MeBN

Na podstawie analizy wyników modelu oraz przyjętego modelu ruchu GD i emisji MeBN określić można położenie punktów charakterystycznych otrzymywanych obwiedni i na tej podstawie wyznaczyć pierwsze przybliżenie parametrów rozkładów $N(\sigma)$ oraz $N_{ZGD}(\sigma_{GD})$. Na rys. 8.11 przedstawiono po lewej stronie wynik symulacji wg. Parametrów z Tab. 8.2, dla prostokątnej funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych, natomiast po prawej stronie uproszczoną wersję otrzymanych wyników wraz z zaznaczonymi punktami charakterystycznymi: A, B, C, D oraz A', B',C', D' dla pętli histerezy MeBN, jak i E, F oraz E', F' dla pierwszego obciążania w kierunku rozciągania i ściskania. Punkty te dotyczą:

- A (A') początek emisji MeBN w nowym półokresie drgań, po osiągnięciu maksymalnego (minimalnego) naprężenia;
- B(B') osiągnięcie maksimum natężenia emisji MeBN;
- C(C') ponowne zmniejszanie natężenia emisji MeBN;
- D(D') zanik emisji MeBN;
- E(E') początek emisji MeBN podczas pierwszego obciążania próbki po rozmagnesowaniu;

• F(F') - osiągnięcie maksimum natężenia emisji MeBN podczas pierwszego obciążania próbki po rozmagnesowaniu.

σ_{GDmin}	σ_{GDmax}	$N(\sigma)$	σ_i	N_B	σ_{min}	σ_{max}	$\Delta \sigma$
[MPa]	[MPa]	$\left[\frac{1}{\mathrm{Pa}\mathrm{m}^3} ight]$	[MPa]	$\left[\frac{1}{100\mathrm{MPa}}\right]$	[MPa]	[MPa]	[MPa]
50	300	0 dla $\sigma \notin \langle 20; 30 \rangle$	25	5	-300	300	1
		1 dla $\sigma \in \langle 20; 30 \rangle$					

Tabela 8.2: Parametry modelu użyte w symulacji przedstawionej na rys. 8.11.



Rysunek 8.11: Punkty charakterystyczne pętli histerezy MeBN oraz podczas pierwszego obciążania: (a) symulacja z parametrami z Tab. 8.2; (b) schematyczne przedstawienie (a).

Położenie punktu A (A' dla naprężenia malejącego) zależy od maksimum zakresu ruchu GD, σ_{GDmax} , oraz od najmniejszej możliwej wartości naprężenia wewnętrznego – granica rozpoczyna ruch w σ_{GDmax} i pierwsza możliwa emisja nastąpi po pierwszym odkotwiczeniu – od bariery o najmniejszej możliwie amplitudzie kotwiczenia. W przypadku wyników eksperymentalnych na pozycję tego punktu ma wpływ poziom szumów indukowanych w układzie pomiarowym oraz algorytm czyszczenia sygnału z szumów. Wartość tego punktu (jak i każdego leżącego na osi naprężenia) najlepiej jest uzyskać za pomocą ekstrapolowania linii AB (lub jej odpowiadającej). Można zatem napisać następującą zależność $A - D' = \sigma_{GDmax} - \sigma_{WEWmin}$, gdzie σ_{WEWmin} to najmniejsze możliwe naprężenie wewnętrzne (20 MPa w wypadku symulacji przedstawionej na rys. 8.11a). Emisja MeBN osiąga maksimum w punkcie B(B') gdy naprężenie zewnętrzne znajduje się w zakresie $\langle -\sigma_{GDmin}, \sigma_{GDmin} \rangle$, tj. kiedy każda GD się porusza, oraz GD o najmniejszym zakresie ruchu (σ_{GDmin}) jest w stanie przeskoczyć nad nawet największą możliwą barierą (σ_{WEWmax}). Można opisać to następującym równaniem: $B = -\sigma_{GDmin} + \sigma_{WEWmax}$. Koniec wypłaszczenia maksimum emisji MeBN następuje w punkcie C(C'). Jest to naprężenie, po któwym możliwości emisji MeBN tracą niektóre GD - te o najkrótszym zakresie ruchu (σ_{GDmin}). Opisuje to wyrażenie: $C = \sigma_{GDmin} + \sigma_{WEWmin}$. Należy w tym miejscu podkreślić, że gdy spełniony jest warunek (C < B) $\sigma_{GDmin} + \sigma_{WEWmin} < -\sigma_{GDmin} + \sigma_{WEWmax}$, który redukuje się do $2\sigma_{GDmin} < \sigma_{WEWmax} - \sigma_{WEWmin}$, to maksimum będzie miało charakter wyraźnego wierzchołka. Jest to efekt obserwowany w prawie każdym pomiarze eksperymentalnym jaki został w ramach tej rozprawy przeprowadzony.

Punkt D oznacza utratę możliwości emisji MeBN przez każdą już GD i wiąże się z nim wyrażenie $D = \sigma_{GDmax} + \sigma_{WEWmax}$. Punkt D jest praktycznie niemożliwy do zaobserwowania eksperymentalnego z racji jego wartości przekraczającej granicę plastyczności materiałów. Przy próbie jej przekroczenia podczas badania MeBN nastąpi trwała zmiana mikrostruktury materiału, a emisja zarejestrowana najprawdopodobniej będzie pochodzić nie tylko z dalszej części skokowego ruchu GD, ale także z procesów zmiany struktury magnetycznej na skutek zmian mikrostruktury będących wynikiem deformacji plastycznej.

Punkt E(E') jest początkiem emisji MeBN podczas pierwszego obciążania materiału. Po rozmagnesowaniu ferromagnetyka za pomocą drgań o zanikającej amplitudzie część GD zostanie zakotwiczona na barierach bliskich środka zakresu ruchu. Emisja MeBN możliwa jest dopiero po odkotwiczeniu od barier o najmniejszej sile kotwiczenia (σ_{WEWmin}), leżących w $\sigma = 0$. Można zapisać: $E = \sigma_{WEWmin}$. Należy w tym miejscu podkreślić, że w przypadku rozkładów opisanych równaniem (8.2) nie istnieje minimalne naprężenie wewnętrzne, a rozkład bardzo szybko osiąga duże wartości, dlatego też nie obserwuje się punktu E w pętlach histerezy MeBN wyznaczonych doświadczalnie. Wyjątek stanowią próbki po deformacji plastycznej.

Punkt F(F') odpowiada maksimum emisji MeBN podczas pierwszego obciążania materiału. Wiąże się to z możliwością emisji MeBN przez każdą GD, kiedy nawet od najsilniejszych barier może nastąpić odkotwiczenie, czyli gdy $\sigma > \sigma_{WEWmax}$. Jeśli najmniejszy zakres ruchu GD kończy się zanim osiągnięte zostaną odkotwiczenia od największych barier, przeskoki mają niższą amplitudę, wynikającą z ograniczenia

124

długości skoku przez zakres ruchu GD. Można zapisać: $F \approx \sigma_{WEWmax}$.

Opisane powyżej zależności naprężenia, przy którym wystąpi każdy z punktów charakterystycznych są zależne od zakresu obciążenia, za wyjątkiem punktów E, F(E', F') – jeśli próbka zawsze startuje z poziomu rozmagnesowanego to przeskoki powinny przebiegać tak samo niezależnie od ostatecznie osiągniętego poziomu naprężenia. Jest to bardzo ważny wniosek, gdyż dzięki tej niezmienności można wykorzystać krzywą MeBN otrzymaną dla pierwszego obciążania jako bazę do dopasowywania parametrów modelu do wyników doświadczalnych, np. za pomocą metody opisanej w rozdziale 2.5.

Należy w tym miejscu wyjaśnić, że dla funkcji $N(\sigma)$ opisanych przez (8.2) i (8.4) nie otrzymuje się wyraźnych punktów B, C, F (B', C', F'). Gładki charakter tych funkcji nie pozwala na ustalenie σ_{WEWmin} oraz σ_{WEWmax} . Również nie obserwuje się w wynikach doświadczalnych płaskiego maksimum emisji MeBN, co można tłumaczyć zachodzeniem opisanej wyżej nierówności (biorąc pod uwagę niepewność znaczenia σ_{WEWmin} oraz σ_{WEWmax} dla gładkiej funkcji $N(\sigma)$): $2\sigma_{GDmin} < \sigma_{WEWmax} - \sigma_{WEWmin}$. Jednak prawdziwa pozostaje niezależność sygnału MeBN podczas pierwszego obciążania od ostatecznie osiągniętego poziomu naprężenia. Dzięki temu nawet przy niepełnym zakresie przyłożonego obciążenia (który nie pozwala na całkowitą emisję MeBN) dopasowywanie parametrów modelu w celu odwzorowania otrzymanego doświadczalnie sygnału MeBN, dla pętli histerezy oraz pierwszego obciążania, z uwzględnieniem niepełności zakresu jest słuszne.

Zależność uzyskanych pętli histerezy MeBN od parametrów modelu

Proponowany model zawiera szereg parametrów, których wpływ na pętle histerezy MeBN jest nieoczywisty. W celu rozpoznania wpływu wartości parametrów modelu na różne właściwości pętli histerezy MeBN przeprowadzono serie symulacji. Dla stałego przedziału zakresów ruchu GD, o wartości średniej R, oraz dla stałej liczby GD, N_{GD} , zmieniane były proporcje średniego naprężenia wewnętrznego do średniego zakresu ruchu GD, $\frac{\sigma_i}{R}$ oraz liczba barier przypadających na 100 MPa, N_B .

Wyniki tych symulacji pogrupowane w zależności od liczby barier, N_B , przedstawiono na rys. 8.12. Dla każdej wartości N_B charakterystyczne jest zbliżanie do siebie maksimów emisji MeBN wraz ze zmniejszeniem średniego naprężenia wewnętrznego, σ_i . Wraz ze wzrostem liczby barier, N_B , charakterystyczne są:

- rozdzielenie pomiędzy przebiegami pierwszego obciążania, a przebiegiem naprężenia w pełnym zakresie. Dzieje się tak dlatego, że im więcej jest barier tym większa jest szansa, że istnieją bariery o dużej sile kotwiczenia, które znajdują się w części przebiegu nie objętej pierwszym obciążaniem, ale emisja z nich następuje w jego regionie – jednak jest niemożliwa ze względu na rozmagnesowywanie materiału przed pierwszym obciążaniem,
- zmniejszenie początkowego nachylenia przebiegu emisji MeBN,
- zwiększenie poziomu sygnału MeBN, co następuje dzięki temu, że większa część z zakresu ruchu GD przebiega poprzez skoki,
- wysokości maksimów emisji MeBN, które zwiększają się niemonotonicznie wraz ze zmniejszaniem się σ_i dla $N_B < 4$. Dla $N_B > 4$ im mniejsze σ_i tym wyższe maksimum emisji MeBN.

Na rys. 8.13 przedstawiono wyniki symulacji dla takich samych $\frac{\sigma_i}{R}$ i N_B , jak na rys. 8.12, ale pogrupowanych według średniego naprężenia wewnętrznego σ_i . Dzięki temu również staje się widoczna dysproporcja pomiędzy wysokością maksimum emisji MeBN dla $N_B = 1$, a pozostałymi. Jest ona tym wyraźniejsza im średnie naprężenie wewnętrzne, σ_i , jest mniejsze. Wraz ze wzrostem liczby barier, N_B , widoczna jest również zmiana charakteru narastania emisji MeBN podczas pierwszego obciążania:

- dla małej N_B , nachylenie początkowego narastania przebiegu jest najwyższe, im większe N_B , tym wolniej zaczyna narastać początkowa emisja MeBN,
- dla małej liczby N_B , maksimum emisji MeBN znajduje się poniżej wartości średniego naprężenia wewnętrznego σ_i , natomiast dużej wartości N_B , nawet przy wartościach σ kilkukrotnie wyższych od σ_i .





Rysunek 8.12: Wpływ liczby barier, $N_B, \, {\rm przypadających}$ na 100 MP
a zakresu ruchu GD, na emisję MeBN w modelu.





Rysunek 8.13: Wpływ relatywnych wysokości barier $\left(\frac{\sigma_i}{R}\right)$ na emisję MeBN w modelu.

Poniżej przedstawiono wpływ parametrów N_B ora
z $\frac{\sigma_i}{R}$ na następujące właściwości MeBN:

- pozycja maksimum emisji MeBN podczas pierwszego obciążania, σ_{1st} (rys. 8.14a),
- pozycja maksimum emisji MeBN w pętli histerezy, σ_{pos} (rys. 8.14b),
- szerokość połówkowa maksimum emisji MeBN, σ_{FWHM} (rys. 8.15),
- całka z pętli histerezy MeBN, $Int_{MeBN}(rys. 8.16a)$,
- proporcja całki z emisji MeBN podczas pierwszego obciążania do całki z pełnego zakresu ruchu, $Int_{1st\%}$ (rys. 8.16b),
- wysokość maksimum emisji MeBN podczas pierwszego obciążania, $MeBN_{1st}$ (rys. 8.17a),
- wysokość maksimum emisji MeBN podczas pełnego zakresu ruchu $MeBN_{max}$ (rys. 8.17b).

Dla położenia maksimum emisji MeBN (rys. 8.14) zarówno dla pierwszego obciążania jak i dla obciążania w pełnym cyklu można zauważyć bardzo podobny wpływ zmian liczby barier na 100 MPa, N_B , oraz proporcji średniego naprężenia wewnętrznego σ_i do średniego zakresu ruchu GD, R.



Rysunek 8.14: Wpływ parametrów modelu na pozycję maksimum emisji MeBN: (a) podczas pierwszego obciążania; (b) w pętli histerezy MeBN.

Zwiększanie liczby barier ma nieduży wpływ na szerokość połówkową maksimum emisji MeBN (rys. 8.15), gdy średnie naprężenie wewnętrzne, σ_i , jest porównywalne z zakresem ruchu, R. Jest to zgodne z przewidywaniami: emisja podczas przeskoków z bardzo dużej bariery przy końcu zakresu ruchu (duże σ emisji) będzie bardzo niewielka, ze względu na bardzo ograniczoną długość przeskoku, a więc dalsze zwiększanie możliwości takich przeskoków szybko przestanie mieć jakikolwiek wpływ.



Rysunek 8.15: Wpływ parametrów modelu na szerokość połówkową (FWHM) maksimum emisji MeBN.



Rysunek 8.16: Wpływ parametrów modelu na całki z emisji MeBN: (a) całka z pętli histerezy MeBN; (b) proporcja całek: z natężenia emisji MeBN podczas pierwszego obciążania oraz z jednego cyklu pętli histerezy MeBN, wyrażona w %.

Wpływ liczby barier, N_B , na całki z natężenia emisji MeBN jest wyraźnie większy niż wpływ $\frac{\sigma_i}{R}$ (rys. 8.16). Natomiast bardzo mocny jest wpływ obu tych parametrów na proporcje między całką z pierwszego obciążania, a całką z obciążania w pełnym zakresie jednego cyklu, $Int_{1st\%}$ (rys. 8.16b. Dla większej liczby barier przypadających na 100 MPa, $N_B > 3$, wpływ średniego naprężenia wewnętrznego, σ_i , praktycznie znika – jest to najprawdopodobniej związane z faktem osiągnięcia przez $N_B\sigma_i = 1$, czyli GD podczas odkotwiczania mają bardzo duże prawdopodobieństwo na zakotwiczenie przez kolejną barierę przed ukończeniem skoku. Wówczas siła kotwiczenia ma mniejsze znaczenie, gdyż to właśnie długość przeskoku decyduje o intensywności emisji MeBN.

Amplituda maksimum MeBN (rys. 8.17) dla niskiej liczby barier na 100 MPa, N_B , wykazuje słabą zależność od $\frac{\sigma_i}{R}$, natomiast im N_B jest większe tym zależność ta zyskuje na sile. Przy $\frac{\sigma_i}{R} > 1$ zależność od N_B jest minimalna, natomiast rośnie wraz ze zmniejszaniem się $\frac{\sigma_i}{R}$.



Rysunek 8.17: Wpływ parametrów modelu na wysokość maksimum emisji MeBN: (a) podczas pierwszego obciążania; (b) w pętli histerezy MeBN.

Dla $\frac{\sigma_i}{R} = 0,5$ wykonano więcej symulacji przy różnych parametrach N_B , co pozwoliło uwidocznić rodzaj wpływu N_B na wyżej opisywane parametry emisji MeBN (rys. 8.18). Wszystkie parametry, za wyjątkiem pozycji maksimum emisji MeBN, σ_{pos} , mają charakter asymptotyczny – przy osiągnięciu pewnego poziomu N_B stabilizują się na pewnej wartości. Analiza wyników symulacji (rys. 8.18a) prowadzi do wniosku, że zależność σ_{pos} od N_B jest liniowa. Różnica pomiędzy charakterem przebiegu σ_{pos} oraz σ_{FWHM} w funkcji N_B może pozwolić na wyznaczenie N_B dzięki





Rysunek 8.18: Wpływ $\frac{\sigma_i}{R}$ na charakter emisji MeBN: (a) pozycja, wysokość i FWHM maksimum emisji MeBN, (b) wartość całki z natężenia emisji MeBN podczas pętli histerezy oraz stosunek wartości całki z natężenia emisji MeBN podczas pierwszego obciążania do wartości całki z natężenia emisji MeBN podczas pętli histerezy.

Przykład dopasowania za pomocą funkcji wynikającej z modelu

Przedstawiono dopasowanie, za pomocą funkcji wynikającej z modelu, do przebiegu sygnału MeBN zarejestrowanego dla próbki S6 – wykonanej ze stali S235JR i fabrycznie walcowanej na gorąco do grubości 6 mm, z osią główną próbki zgodną (rozdział 5, Tab. 5.12). Parametry symulacji sygnału MeBN zostały przedstawione w Tab. 8.3. Bardzo dobre dopasowanie uzyskuje się dla przebiegów podczas rozciągania, natomiast gorsze dla przebiegów w kierunku ściskania. Widoczna jest asymetria pomiędzy wynikami pierwszego obciążania otrzymanymi eksperymentalnie dla obu kierunków (rozciągania i ściskania). Pewna asymetria jest również zauważalna dla danych uzyskanych z proponowanego modelu. Jest ona zapewne skutkiem niesymetrycznego zakresu badania (od -150 MPa do 165 MPa). Przebiegi emisji MeBN uzyskane doświadczalnie wykazują większą dysproporcję, która jest trudna do wyjaśnienia. Co ciekawe, proporcje pomiędzy wysokością maksimum pierwszego ściskania, a maksimum uzyskanego dla pętli histerezy w zakresie -150 MPa do 165 MPa odpowiadają tym proporcjom, ale dla przebiegu o maksymalnym naprężeniu równym 400 MPa (który obejmuje praktycznie cały zakres możliwej emisji

Tabela 8.3: Parametry modelu użyte w symulacji przedstawionej na rys. 8.11.

σ_{GDmin}	σ_{GDmax}	$N(\sigma)$	σ_i	N_B	σ_{min}	σ_{max}	$\Delta \sigma$
[MPa]	[MPa]	$\left[\frac{1}{\mathrm{Pa}\mathrm{m}^3}\right]$	[MPa]	$\left[\frac{1}{100\mathrm{MPa}}\right]$	[MPa]	[MPa]	[MPa]
60	260	$A\sigma e^{-\frac{\sigma^2}{B}}+$	26,8	5	-150	165	2
		$C\sigma e^{-\frac{\sigma^2}{D}}$					



Rysunek 8.19: Wyniki doświadczalne pomiarów emisji MeBN dla stali S235JR oraz dopasowanie za pomocą funkcji wynikającej z modelu. Użyto parametrów umieszczonych w Tab. 8.3.

Na podstawie wyników pomiarów MeBN, jak i parametrów dopasowanej funkcji wynikającej z modelu, wyznaczone zostały funkcje rozkładu naprężeń wewnętrznych według metody opracowanej i wykorzystywanej przez [5,23] (rys. 8.20) (rozdział 2.5). W tej metodzie obwiednia MeBN otrzymana dla pierwszego obciążania, podzielona przez chwilową wartość naprężenia $\left(\frac{U_{MeBN}}{\sigma}\right)$ jest interpretowana jako nieunormowana funkcja rozkładu naprężeń wewnętrznych. Dodatkowo na rys. 8.20 został umieszczony przebieg funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych $N(\sigma)$ wykorzystanej jako parametr symulacji przedstawionej na rys. 8.19. Zieloną linią oznaczony został średni poziom naprężenia wewnętrznego wynikający z rozkładu wykorzystanego w modelu. Również tu widoczna jest zgodność wyników modelowania i wyników doświadczalnych. Natomiast porównanie z rozkładem $N(\sigma)$ wykorzystanym do wygenerowania symulacji wymaga dokładnego omówienia. W rozdziale 2.4 oraz w bieżącym rozdziale został podniesiony problem interpretacji pochodzenia naprężenia wewnętrznego w interpretacji wyników tarcia wewnętrznego pochodzenia magnetycznego (TWM) oraz w [5,23], gdzie porównywane były właściwości MeBN z TWM. Jak zauważono w [88], naprężenie wewnętrzne wynikające z tych rozkładów oznacza naprężenie powodujące nasycenie lokalnej pętli histerezy magnetomechanicznej. W związku z tym nie jest ono miarą amplitudy kotwiczenia pojedynczej bariery, σ_B , ale sumy amplitudy kotwiczenia oraz naprężenia, które jest potrzebne do osiągnięcia przez GD bariery startując z poziomu rozmagnesowanego ($\sigma_x + \sigma_B$).



Rysunek 8.20: Funkcje rozkładu naprężeń wewnętrznych otrzymane za pomocą funkcji wynikających z różnych modeli. Na podstawie danych doświadczalnych MeBN (rys. 8.19).

Sposób powstawania z *węższej* funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych dla poszczególnych barier opisanych *szerszą* funkcją rozkładu naprężeń wewnętrznych, $\frac{U_{MeBN}}{\sigma}$ jest zilustrowany poniżej. Przyjmijmy zakres ruchu [60 MPa, 280 MPa] oraz istnienie barier w pozycjach, w których znalazłaby się GD przy działaniu naprężenia $\sigma_x = 0, 26, 52, 78, 104$ MPa. Funkcja rozkładu naprężeń wewnętrznych przyjęta


Rysunek 8.21: Wpływ istnienia więcej niż jednej bariery w zakresie ruchu GD na prawdopodobieństwo wystąpienia przeskoku przy danym σ : (a) sumowanie prawdopodobieństw wystąpienia przeskoku od kilku barier; (b) sumowanie przy większych ilościach barier.

jest z wartością średnią $\sigma_i = 20 \text{ MPa}$. Wtedy dla każdej bariery rozkład prawdopodobieństwa wystąpienia emisji MeBN podczas odkotwiczenia z niej ma postać przedstawioną na rys. 8.21a. Ciemnozieloną, przerywaną linią oznaczono rozkład prawdopodobieństwa wystąpienia emisji MeBN od którejkolwiek z barier. Jest to suma prawdopodobieństw dla każdej z barier. Początkowo pojedyncze rozkłady mają równe amplitudy. Wraz ze wzrostem σ_x ponad $\sigma_{\underline{GDmin}} = 30 \text{ MPa}$ (w tym przykładzie) zmniejsza się prawdopodobieństwo wystąpienia GD o dostatecznie dużym zakresie ruchu, aby móc dalej się przemieszczać. Wiąże się z tym zmniejszenie prawdopodobieństwo wystąpienia emisji MeBN od tej GD. Istnienie barier położonych w większej odległości od $\sigma = 0$ MPa powoduje *poszerzenie* wypadkowego rozkładu prawdopodobieństwa wystąpienia emisji MeBN względem rozkładu przyjętego dla pojedynczej bariery. Do generacji danych przedstawionych na rys. 8.21 wykorzystano stałe pozycje barier, σ_x , w celu uzyskania przejrzystości w pochodzeniu rozkładów oraz relacji między sumą, a składowymi rozkładami. W rzeczywistości bariery występują w dowolnych pozycjach zakresu ruchu GD, a więc kształt rozkładów byłby bardziej rozmyty. Zależność między pojedynczym rozkładem dla jednej bariery, a sumą rozkładów jest analogiczna do zależności między funkcją rozkładu naprężeń wewnętrznych dla jednej bariery, a otrzymywaną w metodzie zaproponowanej przez Augustyniaka i Chmielewskiego (2.40), funkcją wyrażoną przez $\frac{U_{MeBN}}{\sigma}$ (rys. 8.20). W związku z powyższym uzasadnione jest dopasowywanie do uzyskanych w pomiarze obwiedni MeBN dla pierwszego obciążania wyników symulacji opartych na proponowanym modelu i odczytywanie wartości średniej naprężenia wewnętrznego, σ_i , na podstawie funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych wykorzystanej jako jeden z parametrów modelu.

8.2 Opracowana metodyka analizy wyników pomiarów

Poniżej przedstawiona jest metodyka stosowana do analizy wszystkich wyników pomiarów MeBN. Jak zostało to opisane w rozdziale 2.5, jako miarę chwilowego natężenia emisji MeBN stosuje się obwiednie napięcia skutecznego (RMS) z sygnału napięciowego MeBN (6.2), U_{RMS} . Zauważony został problem zależności U_{RMS} od prędkości obciążania materiału, v_{σ} . W rozdziale 6 została przedstawiona metoda normalizacji U_{RMS} , pozwalająca na uwzględnienie i korektę wpływu v_{σ} opisana równaniem (6.4). Sygnał U_{RMS} po normalizacji, U_{MeBN} , stanowi zatem źródło informacji o chwilowym natężeniu emisji MeBN.

Na rys. 8.22 przedstawiono przykład zarejestrowanego dla próbki ze stali X20 po wygrzewaniu przez 4 godziny, sygnału napięciowego MeBN, U_N w funkcji czasu (rys. 8.22-1). Naprężenie w warstwie powierzchniowej, σ , jakie w czasie pomiaru występowały w miejscu przyłożenia sondy widoczne są na rys. 8.22-4. Obliczone one zostały na podstawie pomiaru wartości odkształcenia na powierzchni próbki, ϵ , przeprowadzonego za pomocą jednej z dwóch metod (rozdział 6). Pierwszym krokiem analizy MeBN jest obliczenie obwiedni RMS z U_N , U_{RMS} (rys. 8.22-2). Poziom szumów tła jest widoczny jako poziom sygnału U_{RMS} pomiędzy obszarami emisji MeBN. Usunięcie tła następuje poprzez wyrażenie (6.6). Następnie, za pomocą programu DoMeBN.vi obliczana jest prędkość naprężania, v_{σ} , na podstawie czasowego przebiegu naprężenia. Wówczas wyrażenie (6.4) pozwala na wyznacznie U_{MeBN} – natężenia emisji MeBN z wyeliminowanym wpływem prędkości obciążania (rys. 8.22-3).

 U_{MeBN} w funkcji naprężenia warstwy powierzchniowej próbki, σ , przedstawiono na rys.8.23. Taka prezentacja wiąże przyczynę (naprężenie zewnętrzne) ze skutkiem (emisja MeBN). Ponumerowanymi strzałkami oznaczono przebieg emisji MeBN. Widoczne jest pierwsze obciążanie (rys.8.23 – 1-3), oraz pętla histerezy



Rysunek 8.22: Przykład przetwarzania sygnału napięciowego MeBN. 1: U_N sygnał z analizatora MeBN; 2: U_{RMS} wartość RMS z sygnału U_N ; 3: UMeBNsygnał U_{RMS} z wyeliminowanym wpływem tła oraz prędkości obciążania, v_{σ} ; 4: przebieg czasowy naprężenia warstwy powierzchniowej próbki, σ .

MeBN (rys.8.23 - 4-8).

Zgodnie z opisaną w rozdziale 2.5 metodą wyznaczana jest funkcja rozkładu naprężeń wewnętrznych tożsama z tą otrzymywaną w metodzie TWM, $N_{SB}(\sigma)$. Na podstawie zarejestrowanego natężenia emisji MeBN dla pierwszego obciążania (rys. 8.24-1) dopasowane zostały funkcje o postaci (2.40), z $N(\sigma)$ danym przez przez (8.2) (rys. 8.24-2) oraz (8.4) (rys. 8.24-3). Dla badanej próbki, widoczne jest ewidentnie lepsze dopasowanie do wyników pomiarów dla funkcji o postaci dwuczłonowej (rys. 8.24-3).

Wyrażenie (2.40) opisujące zależność U_{MeBN} od $N_{SB}(\sigma)$ można przekształcić do postaci:

$$N_{SB}(\sigma) \approx \frac{U_{MeBN}(\sigma)}{\sigma}.$$
 (8.5)

Na rys.8.25 przedstawiono wykres $\frac{U_{MeBN}}{\sigma}$ w funkcji σ . Zgodnie z (8.5), zależności te są proporcjonalne do funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych $N_{SB}(\sigma)$, tj. opisanych przez Smitha i Birchaka [88] jako wartości naprężenia nasycające lokalne pętle histerezy magnetomechanicznej. Średnie naprężenie wewnętrzne uzyskane za pomocą tej metody zostanie oznaczone przez σ_i^{SB} , w celu odróżnienia ich od



Rysunek 8.23: Przykład pętli histerezy MeBN. Strzałkami zaznaczony jest kierunek przebiegów w czasie. 1,2,3: pierwsze obciążanie. 4-8: pętla histerezy MeBN.



Rysunek 8.24: Przykład dopasowania funkcji wynikającej z modelu SB do przebiegu U_{MeBN} dla pierwszego obciążania. 2: dopasowanie funkcji (2.34); 3: dopasowanie sumy dwóch funkcji (2.34).



Rysunek 8.25: Przykład dopasowania funkcji wynikającej z modelu SB do przebiegu U_{MeBN} dla pierwszego obciążania. 2: dopasowanie funkcji (2.34); 3: dopasowanie sumy dwóch funkcji (2.34).

opisanego w rozdziale 8.1 średniego naprężenia wewnętrznego skojarzonego z wysokościami barier kotwiczącymi GD, które będą oznaczone σ_i . Na podstawie znanej funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych średnie naprężenie wewnętrzne obliczane jest z wyrażenia (6.4). Wykorzystanie do tego celu przebiegu $\frac{U_{MeBN}(\sigma)}{\sigma}$ wprost, nie jest możliwe z powodu ograniczenia zakresu obciążenia przez granicę plastyczności materiału i jednoczesnego wymogu całkowania (6.4) w granicy od 0 do ∞ . Dzięki dopasowaniu (rys.8.25-2, rys.8.25-3) otrzymywana jest postać analityczna funkcji, która aproksymuje U_{MeBN} . Na tej podstawie wyliczane są σ_i^{SB} : dla rys.8.25-2 $\sigma_i^{SB} = 58,6$ MPa, a dla rys.8.25-3 $\sigma_i^{SB} = 60,6$ MPa.

W rozdziale 2.5, w podsumowaniu, zarysowano problem odróżnienia naprężenia wewnętrznego skojarzonego z wysokościami barier kotwiczących GD, σ_i , od naprężenia wewnętrznego skojarzonego z nasyceniami lokalnych pętli histerezy magnetomechanicznej, σ_i^{SB} . Przedstawiony w rozdziale 8.1 model wpływu rozkładu naprężeń wewnętrznych skojarzonych z wysokościami barier, $N(\sigma)$, na natężenie emisji MeBN poprzez dopasowanie wynikającej z niego funkcji do wyników pomiarowych identyfikuje $N(\sigma)$. Przykład takiego dopasowania został przedstawiony na rys. 8.26a, natomiast $N(\sigma)$ będąca jednym z parametrów w modelu została przedstawiona na rys. 8.26b wraz z $\frac{U_{MeBN}(\sigma)}{\sigma}$ oraz jej odpowiednikiem obliczonym na podstawie przebiegu, $\frac{U_{MeBN}^{fit}(\sigma)}{\sigma}$. Otrzymano wartość $\sigma_i = 38,4$ MPa. Zgodnie z analizą przeprowadzoną w rozdziale 8.1 σ_i jest mniejsze od σ_i^{SB} , gdyż σ_i^{SB} wiąże się z rozkładem $N_{SB}(\sigma)$, który jest wynikiem superpozycji rozkładów $N(\sigma)$ związanych z poszczególnymi barierami.



Rysunek 8.26: Przykład dopasowania funkcji wynikających z różnych modeli do przebiegu U_{MeBN} . Rys. 8.26a: dopasowanie do przebiegu U_{MeBN} . Rys. 8.26b dopasowanie wykreślone w konwencji $\frac{U_{MeBN}(\sigma)}{\sigma}$: 5 - $N(\sigma)$ wynikające z dopasowania modelu.

Podsumowując, analiza wyników pomiarów MeBN polega na:

- wyznaczeniu obwiedni RMS, U_{RMS} , z sygnału napięciowego na wyjściu analizatora MeBN, U_N , zgodnie z wyrażeniem (6.2),
- usunięciu tła poprzez zastosowanie wzoru (6.6),
- wyznaczeniu przebiegów naprężania $\sigma(t)$ oraz prędkości obciążania $v_{\sigma}(t)$ na podstawie zarejestrowanego sygnału odkształcenia powierzchni próbki w czasie,
- eliminacji wpływu prędkości obciążania, $v_{\sigma}(t)$, za pomocą wyrażenia (6.4) rezultat: U_{MeBN} ,
- wykreśleniu zależności $U_{MeBN}(\sigma)$ oraz $\frac{U_{MeBN}(\sigma)}{\sigma}$,
- wyznaczeniu $N_{SB}(\sigma)$ oraz σ_i^{SB} ,

• wyznaczeniu $N(\sigma)$ oraz σ_i poprzez dopasowanie modelu do $U_{MeBN}(\sigma)$.

Wartości średniego naprężenia wewnętrznego wyznaczane z $N_{SB}(\sigma)$ oraz $N(\sigma)$ cechuje niepewność rzędu 5-10%. Metodyka przeprowadzania pomiarów natężenia emisji MeBN oraz niektóre z przedstawionych sposobów analizy ich wyników prezentowana była na konferencjach [60, 64, 66].

9 Wyniki pomiarów

9.1 Wyniki pomiarów natężenia emisji MeBN dla próbek Fe-Si 3% o zorientowanym ziarnie

Poprzez wymuszenie drgań swobodnych badane były dwie próbki wycięte z blachy w stanie dostawy, w kierunkach prostopadłym (Fe-Si – P) i równoległym (Fe-Si – W) do kierunku anizotropii materiału (kierunku walcowania blachy). Rejestrowana była amplituda sygnału napięciowego MeBN, U_N , a następnie przetwarzana cyfrowo w celu otrzymania sygnału natężenia emisji MeBN, bez wpływu prędkości naprężania – U_{MeBN} . Na podstawie przebiegów pierwszego obciążania dopasowywana była funkcja rozkładu naprężeń wewnętrznych wynikająca z modelu Smitha-Birchaka (modelu SB), $N_{SB}(\sigma)$. Przebieg pierwszego obciążania, wraz z następującym po nim pełnym okresem oscylacji posłużyły do dopasowania funkcji wynikających z modelu opisanego w rozdziale 8.1, w celu uzyskania funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych skojarzonych z kotwiczeniem granic domen magnetycznych (GD), $N(\sigma)$. Przebiegi wartości odkształcenia na powierzchni próbki zostały przeliczone na naprężenie w warstwie powierzchniowej za pomocą modułów Younga $E_P = 258 \text{ GPa oraz } E_W = 122 \text{ GPa } [3], \text{ dla próbek, odpowiednio, Fe-Si-P oraz Fe-Si$ W. Mimo zróżnicowania wartości odkształcenia w przekroju poprzecznym próbki, ze względu na pochodzenie rejestrowanej emisji MeBN z warstwy powierzchniowej o grubości rzędu 1×10^{-4} m znajomość wartości naprężenia w osi próbki w tej warstwie jest wystarczająca do analizy wyników. Wyniki tych pomiarów oraz część przedstawionej tu analizy zostały opublikowane w [11] oraz zaprezentowane na konferencji [10]. Na rys. 9.1 przedstawiono przebiegi U_{MeBN} dla pierwszego naprężania oraz pierwszego ściskania próbek Fe-Si-W (rys. 9.1b) oraz Fe-Si-P (rys. 9.1a) wraz z następującym po nich pierwszym pełnym okresem drgań (pętlą histerezy MeBN). Strzałkami oznaczono kierunki przebiegu w czasie.



Rysunek 9.1: Pętle histerezy MeBN dla Fe-Si 3% wraz z przebiegiem pierwszego obciążania, rozciągającym oraz ściskającym: (a) dla próbki wyciętej prostopadle do anizotropii materiału; (b) dla próbki wyciętej równolegle do anizotropii materiału.

Pomiary zostały wykonane dla równej amplitudy odkształcenia, co przy kilkudziesięcio-procentowych różnicach modułów sztywności pomiędzy kierunkami skutkuje różnymi amplitudami osiągniętymi przez naprężenie. Pętle histerezy dla obu próbek charakteryzują się równej wysokości maksimami, położonymi w rejonie niskich wartości naprężenia (~ 10 MPa). Również amplitudy maksimów pierwszego obciążania są równe co do wysokości, jednakże położone przy różnych wartościach naprężenia: dla Fe-Si-W jest to ~ 10 MPa, natomiast dla Fe-Si-P, ~ 20 MPa. Wartości odkształcenia dla położenia tych maksimów są prawie równe (za sprawą różnicy w modułach sztywności). Na rys. 9.2 przedstawiono wyniki dopasowania funkcji wynikających z modelu SB do U_{MeBN} dla pierwszego obciążania, $N_{SB}(\sigma)$, wraz z wyznaczonymi wartościami średniego naprężenia σ_{SB} .

Wyniki dopasowania funkcji wynikających z proponowanego modelu do U_{MeBN} , wraz z dwuczłonową, funkcja $N(\sigma)$ zostały przedstawione dla obu próbek, dla pierwszego rozciągania, na rys. 9.3. Zamieszczone również zostały wartości σ_i wyliczone z rozkładów $N(\sigma)$ (rys. 9.3-3) oraz wyliczone z modelu SB (rys. 9.2) odpowiadające tym przebiegom wartości σ_i^{SB} . Funkcja $N(\sigma)$ użyta do dopasowania składała się z dwóch członów: dominującego, o niższej wartości naprężenia średniego oraz pomocniczego, o dużo wyższej wartości naprężenia średniego, ale o bardzo małej amplitudzie. Uzyskane dopasowania są bardzo dobre. Wartości σ_i wynoszą



Rysunek 9.2: Dopasowanie funkcji wynikających z modelu SB do przebiegu emisji MeBN dla pierwszego obciążania próbek z Fe-Si 3%: (a) dla próbki wyciętej prostopadle do anizotropii materiału; (b) dla próbki wyciętej równolegle do anizotropii materiału. Dla każdego przebiegu zamieszczono wartość średnią naprężenia wewnętrznego wynikającą z dopasowania, σ_i^{SB} .



Rysunek 9.3: Dopasowanie funkcji wynikających z proponowanego modelu do przebiegu emisji MeBN dla pierwszego obciążania próbek z Fe-Si 3%: (a) dla próbki wyciętej prostopadle do anizotropii materiału; (b) dla próbki z osią główną równoległą do anizotropii materiału. Dla każdego przebiegu zamieszczono wartość średnią naprężenia wewnętrznego wynikającą z zastosowania modelu SB, σ_i^{SB} , oraz z proponowanego modelu, σ_i .

21,1 MPa dla Fe-Si-P i 26,7 MPa dla Fe-Si-W. Wysokości barier związane z defektami nie wykazują tak dużej anizotropii, jaka właściwości mechaniczne (moduły Younga) i σ_i^{SB} .

Naprężenie określone za pomocą σ_i^{SB} , jak zostało to wyjaśnione szczegółowo w poprzednich rozdziałach, jest funkcją zarówno wysokości barier kojarzonych z defektami, σ_B , jak i naprężenia potrzebnego do przemieszczenia granicy domenowej z pozycji równowagi (przy braku naprężenia zewnętrznego) w miejsce danej bariery, σ_x . Dzięki temu można postulować, że różnią się między sobą wyrażone w naprężeniach zakresy ruchu granic domenowych 90°. Czułość zmian pozycji GD w stali Fe-Si na naprężenia w obu kierunkach może być różna (przy tak wyraźnej anizotropii mechanicznej jest to bardzo prawdopodobne), dlatego zakresy ruchu GD w tej stali wyrażonych w µm nie muszą się różnić.

9.2 Wyniki pomiarów natężenia emisji MeBN podczas próby zmęczeniowej próbki ze stali 13HMF

Próbka ze stali 13HMF (rozdział 5) została obciążana poprzez przemienne rozciąganie i ściskanie o stałej amplitudzie naprężenia za pomocą maszyny do testów zmęczeniowych MTS-810, aż do zerwania. Cykle miały amplitudę naprężenia 230 MPa, przebieg czasowy trójkątny (o stałej prędkości zmian naprężenia) i częstotliwość 10 Hz. Obciążenie realizowano w modzie sterowania siłą. Mierzone były:

- siła z jaką działa maszyna,
- odkształcenie na powierzchni próbki,
- sygnał napięciowy MeBN.

Pomiary przeprowadzane były w seriach o długości kilku sekund, z odstępami od kilku do kilkuset sekund pomiędzy seriami, w zależności od liczby cykli – pierwsze cykle najgęściej pokryte pomiarami. Po cyklach 528, 1 275, 2 812, 5 917, 12 801, 27 309, 75 806, 172 843 oraz 416 167 następowało zatrzymanie i wyzerowanie siły. Próbka była rozmagnesowana poprzez przykładanie pola magnetycznego o malejącej amplitudzie. Następnie wznawiana była praca cykliczna, podczas czego rejestrowany był sygnał MeBN. Dzięki temu możliwe było wyznaczenie przebiegów MeBN podczas pierwszego obciążania z stanu rozmagnesowanego w różnych stopniach uszkodzenia. Próbka została zerwana po ok. 452 000 cykli.

Do analizy wyników wykorzystano oprogramowanie opisane w rozdziale 7. Obliczane było U_{MeBN} , które, przy założeniu stałej prędkości obciążania w pół-cyklu, polegało na wyznaczeniu wartości RMS z U_N . Dla każdego zarejestrowanego cyklu obliczane były następujące parametry (objaśnione również na rys. 9.4):

- Całka pod przebiegami U_{MeBN} , w kierunku rozciągania, Int_1 , oraz w kierunku ściskania, Int_2 ,
- Wartość RMS z całego cyklu, U_{cRMS} ,
- Separacja między maksimami emisji MeBN (w jednostkach naprężenia), $\Delta \sigma_{max}$.



Rysunek 9.4: Parametry wyznaczane z danych zebranych podczas prób zmęczeniowych: całki pod półokresami pętli histerezy MeBN, $Int_1,~Int_2;$ wartość RMS z pełnego okresu, $U_{cRMS};$ rozsunięcie maksimów emisji MeBN, $\Delta\sigma_{max}.$

Podczas próby ze stałą amplitudą naprężenia następowały ratcheting, charakteryzujący się przyrostem poziomu średniego odkształcenia próbki w kolejnych cyklach oraz cykliczna plastyczność, wpływająca na poszerzanie pętli histerezy. Przebieg naprężenia, σ , w funkcji odkształcenia, ϵ , dla wybranych pętli $\sigma(\epsilon)$, został przedstawiony na rys. 9.5a wraz z wykresem zależności przesunięcia punktu środkowego pętli względem stanu wyjściowego $\epsilon = 0$ i jej poszerzenia w funkcji liczby cykli zmęczeniowych (rys. 9.5b). Oba te parametry wykazują zmniejszanie wartości po zatrzymaniu na rozmagnesowanie i rejestrację MeBN podczas pierwszego obciążania. Po kilkudziesięciu cyklach następuje szybki powrót do wartości sprzed zatrzymania. Jest to znacznie bardziej wyraźne dla poszerzenia pętli $\sigma(\epsilon)$.



Rysunek 9.5: Zmiany pętli histerezy mechanicznej $\sigma(\epsilon)$ w kolejnych cyklach zmęczeniowych próbki ze stali 13HMF: (a) ewolucja w trakcie próby; (b) przesunięcie względem $\epsilon = 0$ oraz poszerzenie (szerokość) pętli $\sigma(\epsilon)$.

Na rys. 9.6 przedstawiono przebiegi U_{cRMS} (rys. 9.6a) oraz Int_{1+2} (rys. 9.6b). Widoczny jest wzrost obu parametrów w funkcji przebytych cykli zmęczeniowych, o mniej niż 20% względem początkowej wartości. Po każdym zatrzymaniu na rejestrację emisji MeBN podczas pierwszego obciążania po rozmagnesowaniu, obserwuje się chwilowy spadek wartości U_{cRMS} oraz Int_{1+2} , a następnie na po około kilkudziesięciu cyklach powrót do trendu sprzed zatrzymania.

Na rys. 9.7 przedstawiono przebiegi parametrów $Int_{2-1} = Int_2 - Int_1$ (rys. 9.7b) oraz $\Delta \sigma_{max}$ (rys. 9.7a). Widoczna jest wyraźna zależność wartości parametrów od liczby przebytych cykli zmęczeniowych – zmienia się ona blisko 7-krotnie. Rozrzut wartości w ramach kilkudziesięciu cykli jest duży, na poziomie ok. 30% wartości maksymalnej. Na podstawie charakteru tych przebiegów można wyróżnić kilka faz (przedziałów monotoniczności). Obydwa parametry mają fazę początko-



Rysunek 9.6: Zmiany całki oraz napięcia skutecznego z pełnego okresu pętli histerezy MeBN w kolejnych cyklach zmęczeniowych próbki ze stali 13HMF: (a) RMS z U_{MeBN} pełnego cyklu; (b) całka z U_{MeBN} z pełnego cyklu $(Int_1 + Int_2)$.

wą, w której wartość ich jest stała (rys. 9.7 – 1), do około 300 cykli. Następnie jest faza wzrostu, która kończy się blisko 17 000 cyklu. Po tej fazie Int_{2-1} już rośnie w znacznie mniejszym tempie, natomiast $\Delta \sigma_{max}$ osiąga maksimum i systematycznie maleje (rys. 9.7 – 2). Faza wolnego wzrostu Int_{2-1} kończy się koło 200 000 cyklu, po czym następuje spadek jej wartości. Oba parametry osiągają minimum w okolicy 420 000 cyklu i rosną aż do zerwania próbki po około 450 000 cykli. $\Delta \sigma_{max}$ monotonicznie maleje od cyklu ok. 20 000 aż do cyklu ok. 420 000. Dzięki temu wykorzystanie MeBN do monitorowania przebiegu prób zmęczeniowych wydaje się być bardzo użyteczne i warte wykorzystania w diagnozowaniu stanu uszkodzenia materiału.

Na rys. 9.8 przedstawiona została superpozycja funkcji rozkładów $N_{SB}(\sigma)$ (rys. 9.8a) oraz wyniki σ_i^{SB} (rys. 9.8b) pochodzących z dopasowania funkcji wynikającej z modelu SB do przebiegu U_{MeBN} dla pierwszego obciążania próbki po rozmagnesowaniu. Widoczny jest wzrost $N_{SB}(\sigma)$ dla wartości naprężenia mniejszej od 60 MPa wraz ze wzrostem liczby cykli. Przekłada się to na zmniejszanie średniego naprężenia wewnętrznego σ_i^{SB} . Zanik ten jest w zakresie niepewności pomiarowych monotoniczny, a jego dobrym przybliżeniem jest funkja eksponencjalna (rys. 9.8 – czerwona linia).



Rysunek 9.7: Zmiany separacji maksimów emisji MeBN (a) oraz różnicy całek pod pół-okresami (b), w kolejnych cyklach zmęczeniowych próbki ze stali 13HMF.

Podobne doświadczenie z próbą zmęczeniową przeprowadził dla żelaza ARM-CO Soultan [91], ale przy zadawaniu obciążenia poprzez obrót próbki z jednoczesnym obciążeniem generującym naprężenie ścinające (ang. rotating-bending fatigue test). Wyznaczany był jeden parametr – wartość RMS z całego cyklu (uzyskiwana za pomocą układu analogowego). W próbkach poddanych obciążeniom nie przekraczającym wytrzymałości zmęczeniowej obserwowany był początkowy wzrost wartości RMS oraz faza płaska. Natomiast przy naprężeniach powyżej tej granicy obserwowana była również faza trzecia, zaniku wartości RMS, zakończona zerwaniem próbki. Fazę narastania tłumaczono przez dyfuzję węglików, która kończy się po osiągnięciu ich jednorodnego rozkładu wewnątrz próbki. Ma to zmieniać warunki przemieszczania się GD, zwiększając ich mobilność. Dzieki temu emisja MeBN również wzrasta. W czasie procesów zmęczeniowych również rośnie gęstość dyslokacji i następuje ich migracja, aż do ustalenia tzw. struktury komórkowej. Po osiągnięciu równowagi wartości RMS utrzymuje się na stałym poziomie, aż do fazy poprzedzajacej zerwanie próbki (w cytowanym badaniu - ostatnie 10% liczby cykli). Zatem powinno być możliwe wykorzystanie MeBN do określania momentu ustabilizowania się struktury komórkowej podczas prób zmęczeniowych materiału.

Zmniejszanie sygnału w fazie końcowej tłumaczone było powstawaniem i rozwojem mikropęknięć w materiale [91]. Przerwanie ciągłości materiału relaksuje na-



Rysunek 9.8: Ewolucja naprężeń wewnętrznych wyznaczonych za pomocą analizy emisji MeBN (model SB) w trakcie próby zmęczeniowej próbki ze stali 13HMF: (a) zmiany w funkcji naprężeń wewnętrznych $N_{SB}(\sigma)$; (b) zmiany średniego naprężenia wewnętrznego σ_i^{SB} .

prężenie wewnętrzne w swoim sąsiedztwie, natomiast zwiększa amplitudę naprężenia wewnątrz materiału (zmniejsza się przekrój próbki, a amplituda obciążenia zostaje taka sama). Również przez pęknięcie nie są przenoszone obciążenia zadawane przez maszynę do testów zmęczeniowych, a więc w trakcie propagacji pęknięć w materiale zanika emisja MeBN w coraz większej objętości. Rejestrowana sumaryczna emisja maleje. Powyższa interpretacja może być zastosowana także dla jakościowego wyjaśnienia przyczyn zmian właściwości sygnału MeBn próbek stali 13HMF.



Rysunek 9.9: Zmiany iloczynu przesunięcia i poszerzenia pętli $\sigma(\epsilon)$ podczas próby zmęczeniowej próbki ze stali 13HMF. Czerwoną linią naniesiono trend z rys. 9.7a.

Separacja maksimów emisji MeBN, $\Delta \sigma_{max}$, była wyznaczona w oparciu o prawo Hooke'a i przebieg odkształcenia. Podczas próby zmęczeniowej nastąpiło uplastycznienie próbki i obciążanie nie przebiegało ze średnią wartością odkształcenia $\epsilon = 0$ (ratcheting). Natomiast poszerzanie się pętli $\sigma(\epsilon)$ powoduje, że przeliczanie wartości odkształcenia na naprężenie za pomocą prawa Hooke'a staje się jedynie przybliżeniem. Na rys. 9.9 przedstawiono wynik iloczynu przesunięcia i poszerzenia pętli $\sigma(\epsilon)$ w funkcji cykli zmęczeniowych. Naniesiona została linia aproksymująca przebieg $\Delta \sigma_{max}$ (z rys. 9.7a). Widoczny jest duży wpływ zatrzymywania pracy maszyny na pomiar emisji MeBN pierwszego obciążania po rozmagnesowaniu. Zauważyć należy również bardzo dobrą zgodność z $\Delta \sigma_{max}$ (rys. 9.9 – czerwona linia).

152

9.3 Wyniki pomiarów natężenia emisji MeBN próbek ze stali S235JR po deformacji plastycznej

Jak to zdecydowanie wykazały badania natężenia emisji MeBN podczas próby zmęczeniowej (rozdział 9.2) oraz po części pozostałe badania emisji MeBN, obserwowane są pętle histerezy MeBN oraz przebiegi emisji MeBN podczas pierwszego obciążania o asymetriach względem kierunku naprężenia (rozciągania lub ściskania). Postulowano możliwość występowania takiego efektu przy obecności makronaprężenia wewnętrznego σ_I , zmieniającego położenie równowagi GD w stanie rozmagnesowanym. Przy naprężeniu σ_I rozciągającym część pętli histerezy MeBN w kierunku rozciągania cechowałaby słabsza emisja MeBN niż w kierunku ściskania, gdyż pozostały zakres ruchu w kierunku tym byłby mniejszy, a więc mniejsza byłaby liczba zdarzeń odkotwiczania GD od barier i związane z tym natężenie emisji MeBN. W przypadku naprężenia σ_I ściskającego miałaby miejsce odwrotna zależność.

W celu wygenerowania wartości stanu naprężenia σ_I ściskającego została wykonana seria próbek ze stali S235JR o różnym stopniu deformacji plastycznej przez rozciąganie: 0 %, 0,21 %, 0,39 %, 0,82 %, 1,65 %, 3,05 %, 5,04 % oraz 7,95 %. Próbki badane były za pomocą układu wzbudzającego emisję MeBN podczas drgań własnych (rozdział 6). Przeprowadzona została analiza według metodyki opisanej w rozdziałe 8.2. W modelu dopasowywanym do wyników pomiarów został wykorzystany dodatkowy parametr, σ_I , który odpowiada za przesunięcie położenia równowagi każdej GD w jej zakresie ruchu o wartość naprężenia daną przez σ_I . Wyniki pomiarów oraz część z przedstawionych tu analiz została zaprezentowana na konferencji [62].

Na rys. 9.10 zostały przedstawione pętle histerezy MeBN dla wszystkich próbek, wraz z przebiegami emisji MeBN dla pierwszego obciążenia (zarówno w ściskaniu jak i rozciąganiu), oraz z przebiegami wygenerowanymi przez dopasowanie funkcji wynikającej z modelu do danych pomiarowych (linia niebiesko-zielona). Mimo bardzo prostej modyfikacji modelu widoczne są bardzo dobre dopasowania do danych pomiarowych, za wyjątkiem części pierwszego obciążania przez ściskanie, w której emisja MeBN w modelu pojawia się już z dużym natężeniem przy najmniejszej wartości naprężenia, podczas gdy w próbkach badanych emisja MeBN narasta



Rysunek 9.10: Pętle histerezy MeBN wraz z przebiegiem pierwszego obciążania dla próbek ze stali S235JR poddanej różnym stopniom deformacji plastycznej.

154

stopniowo. Wynika to prawdopodobnie z zadania tej samej wartości σ_I wszystkim GD, gdyż w rzeczywistości niejednorodności w mikrostrukturze mogą powodować ustalenie różnych poziomów σ_I w różnych częściach materiału, także wyznaczaniu podlegałaby wartość średnia, $\langle \sigma_I \rangle$. Opisywane wyżej asymetrie natężenia emisji MeBN występują we wszystkich próbkach zdeformowanych. Wysokości maksimów emisji MeBN początkowo maleją na skutek deformacji plastycznej, ale następnie rosną, aż do osiągnięcia maksimum przy deformacji 0,82%, a następnie maleją do poziomu kilkunastu % tego sprzed deformacji. Jest to zachowanie zbliżone do obserwowanego podczas próby zmęczeniowej (rozdzial 9.2). Podczas deformacji plastycznej również wykształca się struktura komórkowa dyslokacji i prawdopodobnie jej osiągnięcie mogło nastąpić w okolicy 0,82% deformacji (rys. 9.10d), gdyż poziom natężenia emisji MeBN osiąga tu maksimum. GD poruszające się w obrębie takiej komórki mogą wykonywać przeskoki przemagnesowujące większe objętości materiału (a więc i natężenie emisji MeBN jest większe) niż gdy grupy dyslokacji są bardziej równomiernie rozstawione. Następujące przy dalszej deformacji mikro-pęknięcia powodują powstawanie obszarów domen domknięcia z granicami 90°. Powierzchnia pęknięcia nie przenosi obciążenia, co powoduje lokalnie brak emisji MeBN [91] oraz zwiększanie wartości naprężenia σ_I w reszcie materiału, czemu towarzyszy zwiększanie asymetrii pętli histerezy MeBN.



Rysunek 9.11: Šrednie naprężenie wewnętrzne w próbkach ze stali S235JR po deformacji plastycznej wyznaczone za pomocą dopasowania funkcji wynikającej z modelu: (a) mikro-naprężenia (σ_{III}) oraz (b) makronaprężenia (σ_I).

Na podstawie dopasowania modelu (rozdział 8.1) z nowym parametrem σ_I osiągnięto możliwość oszacowania średniego makro-naprężenia wewnętrzne. Wynikające z niego średnie naprężenie wewnętrzne $\sigma_I II$ oraz średnie makro-naprężenie wewnętrzne σ_I zostały przedstawione na rys. 9.11. Widoczny jest monotoniczny spadek wartości σ_i wraz ze wzrostem stopnia deformacji plastycznej oraz równoczesny monotoniczny wzrost σ_I . Wartości σ_i maleją od ok. 200 MPa do ok. 100 MPa, natomiast σ_I rośnie od 0 MPa do ok. 95 MPa i stabilizuje się na poziomie ok. 90 MPa. Przebiegi te są zgodne z oczekiwaniami opisanymi w poprzednim akapicie.

Dopasowana do wyników doświadczalnych była również funkcja wynikająca z modelu SB. W wyniku dopasowania uzyskano wartości σ_i^{SB+} dla rozciągania oraz σ_i^{SB-} dla ściskania. Zostały one przedstawione na rys. 9.12a. Różnica tych wartości, $\Delta \sigma_i^{SB}$, która może pozwolić również na szacowanie wartości σ_I została przedstawiona na rys. 9.12b. $\Delta \sigma_i^{SB}$ początkowo rośnie wraz z deformacją i osiąga maksimum dla $3,05\,\%,$ o wartości około 90 MPa, po czym maleje do wartości ok. 38 MPa. Wartości σ_i^{SB+} oraz σ_i^{SB-} średnio rosną do około 140 MP
a dla deformacji 3,05 %, po czym maleją do ok. 100 MPa. Odmienne zachowanie modelu SB w stosunku do modelu opisanego w rozdziale 8.1 wynika z różnic w oznaczaniu naprężenia. W modelu SB nie odróżnia się wpływu naprężenia potrzebnego na przemieszczenie GD do bariery od naprężenia potrzebnego na odkotwiczenie GD od bariery. Zatem naprężenie wewnętrzne w tym modelu skojarzone jest z wypadkową zakresu ruchu GD i wysokości barier, podczas gdy opracowany w tej dysertacji model dotyczy jedynie naprężenia potrzebnego do procesu odkotwiczenia GD od bariery. Na tej podstawie można twierdzić, że amplitudy kotwiczenia GD przez bariery maleją wraz z deformacją plastyczną, ale procesowi temu przeciwstawia się poszerzanie zakresów ruchu GD albo zwiększanie odległości między barierami, przez co obserwuje się w
zrost σ_i^{SB} pomimo zmniejszania się σ_i . Gdy ustaje ten drugi proces, σ_i^{SB} maleje.

Podjęta została próba wyznaczenia wartości makro-naprężenia wewnętrznego σ_I za pomocą analizy przesunięcia maksimów dyfrakcji promieni rentgenowskich. Niestety okazało się, że wyniki bardzo silnie zależą od miejsca pomiaru, a także obróbki powierzchni. Podczas zdejmowania warstw powierzchniowych metodami elektrochemicznego polerowania zaobserwowano zmiany znaku oraz wartości naprężenia nawet o 100 %. Wobec powyższego niemożliwym było wykorzystanie tych wyników do porównania z wynikami otrzymanymi przy wykorzystaniu MeBN. Metoda XRD ma niewielką głębokość wnikania (rozdział 3), wielokrotnie mniejszą od

MeBN (rozdział 2.5) co w przypadku silnej zależności wartości naprężenia od głębokości dodatkowo utrudnia interpretacje wyników pomiarów XRD i porównanie z wynikami otrzymanymi za pomocą MeBN.



Rysunek 9.12: Średnie naprężenie wewnętrzne w próbkach ze stali S235JR po deformacji plastycznej wyznaczone za pomocą dopasowania funkcji wynikającej z modelu SB do przebiegów pierwszego rozciągania σ_i^{SB+} i ściskania σ_i^{SB-} (a) oraz różnica σ_i^{SB} między rozciąganiem a ściskaniem, $\Delta \sigma_i^{SB}$ (b).

Powyższe wyniki pokazują, że deformacja plastyczna w istotny sposób wpływa na natężenie emisji MeBN. Ponadto, model opracowany w ramach tej dysertacji okazuje się na tyle wszechstronny, że jest w stanie opisywać w pewnym stopniu również natężenie emisji MeBN dla próbek po deformacji plastycznej. W świetle powyższego, MeBN jest bogatym źródłem informacji o stanie mikrostruktury zdeformowanej plastycznie i dalsze badania w tym kierunku powinny być prowadzone.

9.4 Wyniki pomiarów natężenia emisji MeBN próbek ze stali P91 poddanych różnym obróbkom cieplnym

W celu uzyskania próbek o różnych mikrostrukturach seria próbek ze stali P91 została poddana różnym obróbkom cieplnym, poprzez wygrzewanie w piecu w temperaturach 720 °C, 750 °C lub 780 °C, a w każdej serii temperaturowej próbki były wygrzewane przez różny okres: 15 min, 30 min, 60 min, 120 min lub 240 min. Szczegółowy opis przeprowadzenia obróbki cieplnej został umieszczony w rozdziale 5. W czasie wygrzewania w stalach martenzytycznych zachodzi proces odpuszczania, w wyniku którego zmienia się głównie morfologia dyslokacji. W zależności od obróbki cieplnej obserwuje się nawet 10-krotne zmniejszenie gęstości dyslokacji [76], co ma znaczący wpływ na właściwości mechaniczne i magnetyczne materiału. Według normy ASTM A335-P91 w celu uzyskania optymalnych parametrów stal P91 po austenityzacji powinna zostać poddana odpuszczaniu przez wygrzewanie w temperaturze 750 °C przez 60 minut.

Emisja MeBN była generowana za pomocą układu wykorzystującego drgania swobodne, którego opis znajduje się w rozdziale 6. Do wyników pomiaru emisji MeBN podczas pierwszego ściskania dopasowywana była funkcja wynikająca z modelu SB, a do przebiegów emisji MeBN z pierwszego ściskania i następującego po nim pełnego okresu drgań – funkcja wynikająca z modelu opisanego w rozdziale 8.1. Dzięki temu możliwe było wyznaczanie funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych skojarzonych z nasycaniem pętli histerezy MeBN (oraz wyliczenie z niego wartości średniej - σ_i^{SB}) oraz rozkładu naprężeń wewnętrznych skojarzonych z naprężeniem od barier (np. skupisk dyslokacji i wydzieleń), które kotwiczą GD (oraz wyliczenie z niego wartości średniej - σ_i). Mierzone również były twardości w skali Vickersa, H_V , oraz rejestrowane były pętle histerezy magnetycznej B(H), dzięki którym wyznaczane były pola koercji magnetycznej, H_C . Średnia wartość mikro-naprężenia, σ_{II} , była wyznaczana przez analizę wyników pomiarów XRD za pomocą metody Williamsona-Halla [101]. Wyniki pomiarów oraz część ich analiz przedstawionych w tym rozdziale zostały opublikowane w [12,65] oraz prezentowane na konferencjach [9, 63].

Na rys. 9.13, rys. 9.14 i rys. 9.15 przedstawiono zarejestrowane pętle histerezy MeBN dla próbek odpuszczanych w różnych temperaturach i przez różny okres czasu. Widoczny jest wzrost poziomu natężenia emisji MeBN wraz ze wzrostem czasu wygrzewania. Dla wyższych temperatur i czasów wygrzewania zmienia się charakter krzywej narastania U_{MeBN} po zmianie kierunku obciążania - wypukły (np. na rys.9.14c) stopniowo zmienia się na wklęsły (np. na rys.9.14d). Maksima emisji MeBN dla próbek o wklęsłej krzywej narastania $U_{MeBN}(\sigma)$ po zmianie kierunku obciążania znajdują się w rejonie niskich wartości naprężenia ($|\sigma| < 20$ MPa),



Rysunek 9.13: Pętle histerezy MeBN wraz z pierwszym naprężaniem dla próbek ze stali P91 po wygrzewaniu w T = 720 °C przez różny okres czasu.



Rysunek 9.14: Pętle histerezy MeBN wraz z pierwszym naprężaniem dla próbek ze stali P91 po wygrzewaniu w $T=750\,^{\circ}\mathrm{C}$ przez różny okres czasu.

160



Rysunek 9.15: Pętle histerezy MeBN wraz z pierwszym naprężaniem dla próbek ze stali P91 po wygrzewaniu w $T=780\,^{\circ}\mathrm{C}$ przez różny okres czasu.

natomiast dla pozostałych, przy wysokich wartościach naprężenia, często przekraczających zakres wartości naprężenia w badaniu. Pętlę histerezy MeBN otrzymaną dla próbki, po obróbce cieplnej zalecanej w normie (70 °C, 60 min, rys. 9.14c), charakteryzuje najwyższy poziom sygnału przy jednoczesnym braku wklęsłej krzywej narastania $U_{MeBN}(\sigma)$ po zmianie kierunku obciążania. Równocześnie można zauważyć tendencję przesuwania się maksimum emisji MeBN podczas pierwszego obciążania w rejon niższych wartości naprężenia, wraz z wzrostem okresu wygrzewania próbki.

Funkcje rozkładu naprężeń wewnętrznych skojarzonych z nasycaniem pętli histerezy MeBN, $N_{SB}(\sigma)$, wyznaczone na podstawie dopasowania funkcji wynikającej z modelu SB do przebiegów $U_{MeBN}(\sigma)$ podczas pierwszego ściskania przedstawiono dla każdej temperatury na rys. 9.16. Widoczny jest dla dłuższych czasów wygrzewania próbek w temperaturach 750 °C i 780 °C systematyczny wzrost maksimum $N_{SB}(\sigma)$ oraz przesuwanie w kierunku niższych wartości naprężenia.

Wyznaczone wartości σ_i^{SB} oraz mikronaprężenia wyznaczone za pomocą XRD, σ_i^{XRD} zostały przedstawione w funkcji temperatury i czasu wygrzewania próbek na rys. 9.17. Na podstawie dopasowania funkcji wynikającej z modelu opisanego w rozdziale 8.1 zostały wyznaczone σ_i , oraz przedstawione na rys. 9.18a. Czarną elipsą zaznaczono obszar określony przez proponowane w normie parametry obróbki cieplnej. Zgodnie z oczekiwaniami, obserwuje się spadek σ_i^{XRD} wraz ze wzrostem temperatury i czasu wygrzewania. Można też zauważyć podobieństwo między wykresami σ_i^{SB} oraz σ_i^{XRD} . Główna różnica między nimi dotyczy próbki wygrzewanej w 720 °C przez 240 min (rys. 9.13
e) – dla niej σ_i^{SB} ma wartość wyższą niż w próbce wygrzewanej krócej, natomiast σ_i^{XRD} niższą. σ_i (rys. 9.18a) prezentuje odmienną zależność ni
ż σ_i^{XRD} i $\sigma_i^{SB}.$ Otrzymane przez dopasowanie funkcji wy
nikającej z modelu opisanego w rozdziale 8.1 funkcje rozkładu naprężeń wewnętrznych skojarzonych z kotwiczeniem GD, $N(\sigma)$, zaczynają dla temperatur 750 °C i 780 °C mieć charakter bimodalny. Obserwuje się składową rozkładu o średnim naprężeniu rzędu 5-40 MPa oraz drugą o naprężeniu średnim rzędu 300-800 MPa. Dla próbek, w których pętle histerezy MeBN (rys. 9.13, rys. 9.14 i rys. 9.15) posiadały wklęsłe zbocza narastania krzywej emisji $U_{MeBN}(\sigma)$ po zmianie kierunku obciążania, bariery o wysokich wartościach naprężenia stają się liczniejsze, przez co wypadkowe średnie naprężenie staje się dużo wyższe niż w pozostałych próbkach. Częstość występowania tych barier rośnie wraz z czasem i temperaturą wygrzewania, a maksimum obser-



Rysunek 9.16: Funkcje rozkładu naprężeń wewnętrznych dla próbek ze stali P91 po obróbce cieplnej, wyznaczone z dopasowania funkcji wynikającej z modelu SB.

163

wowane jest dla próbki wygrzewanej w 750 °C przez 240 min (rys. 9.14e). Należy również zaznaczyć, że dla wszystkich próbek wygrzewanych w temperaturze 720 °C poziom natężenia emisji MeBN był bardzo niski (rys. 9.13). W związku z tym proces dopasowywania funkcji wynikającej z modelu charakteryzuje większa niepewność dopasowania. W takich warunkach składowa o wysokim naprężeniu średnim jest trudna do wykrycia. Tłumaczyć to może obserwowane dla próbek tej serii niskie σ_i .



Rysunek 9.17: Ewolucja średnich naprężeń wewnętrznych wraz z obróbką cieplną stali P91, wyznaczonych za pomocą modelu SB (a) oraz pomiarów XRD (b).

Na rys. 9.18b przestawiono zależność średniego naprężenia składowej $N(\sigma)$ o niższej wartości, σ_i^1 , od parametrów obróbki cieplnej.Charakter tej zależności jest podobny do zależności σ_i^{SB} (rys. 9.17a), ale o blisko dwukrotnie niższych osiąganych wartościach naprężenia. Prawdopodobnie składowa ta pochodzi od oddziaływania GD z skupiskami dyslokacji. W rozdziale 2 przedstawiony jest przykład, dla którego określa się wartość naprężenia, które odpowiada amplitudzie kotwiczenia GD przez dyslokację liniową i określa na mniej niż 20 MPa. Dla skupisk dyslokacji przewiduje się kilkukrotny wzrost wartości tego naprężenia, który pokrywa się z zakresem wartości σ_i^1 . W [76] badano za pomocą TEM zmiany gęstości dyslokacji, ρ_d , podczas obróbki cieplnej stali P91 i zaobserwowano kilkukrotne zmniejszenie ρ_d wraz ze wzrostem temperatury i czasu wygrzewania. Jest to również zauważalne na rys. 9.18b.

Zmiana wartości H_C oraz H_V w funkcji czasu i temperatury wygrzewania pró-



Rysunek 9.18: Ewolucja średnich naprężeń wewnętrznych wraz z obróbką cieplną stali P91, wyznaczonych za pomocą proponowanego modelu: (a) naprężenie średnie; (b) naprężenie średnie niższej składowej bimodalnej funkcji $N(\sigma)$.

bek ze stali P91 przedstawiono na rys. 9.21. Pole koercji zmienia się w zakresie od 252 A m⁻¹ do 426 A m⁻¹, natomiast twardość od 196 HV_{20} do 311 HV_{20} . Oba parametry wykazują podobną zależność do mikronaprężenia wyznaczonego przy pomocy XRD (rys. 9.17b). Wyznaczone wartości H_C oraz H_V przedstawiono dla wszystkich próbek na rys. 9.19 w funkcji mikronaprężenia σ_i^{XRD} . Dopasowane zostały funkcje liniowe, a ich parametry są umieszczone na rys. 9.19. Zarówno H_C jak i H_V są proporcjonalne do σ_i^{XRD} , co można wyjaśnić silną zależnością każdej z tych wielkości od stanu zdefektowania mikrostruktury. W związku ze zmniejszaniem się ρ_d wraz ze wzrostem czasu i temperatury wygrzewania, kotwiczenie GD przez bariery słabnie, co jest widoczne jako towarzyszące temu zmniejszenie wartości σ_i^{SB} (rys. 9.17a), σ_i (rys. 9.18a) oraz H_C (rys. 9.21b). Spadek ρ_d również powoduje zmniejszanie wartości H_V (rys. 9.21a) oraz σ_i^{XRD} (rys. 9.17b).

Na rys. 9.20 przedstawiono zależność wartości średniego naprężenia wewnętrznego wyznaczonego przy zastosowaniu modelu SB od tego z pomiarów XRD. Dane pomiarowe zostały aproksymowane funkcją liniową. Otrzymano bardzo dobre dopasowanie, o współczynniku determinacji $R^2 = 0,952$. Wartość naprężenia uzyskana dzięki pomiarowi MeBN stanowiła średnio około 47% odpowiadającej jej wartości wyznaczonej na podstawie pomiaru XRD.



Rysunek 9.19: Zależność H_C i H_V od wyznaczonego przy pomocy XRD wartości mikronaprężenia $\sigma_i^{XRD},$ dla próbek ze stali P91.



Rysunek 9.20: Zależność σ_i^{SB-} od wyznaczonego przy pomocy XRD wartości mikronaprężenia σ_i^{XRD} , dla próbek ze stali P91.

166



Rysunek 9.21: Zmiana wartości H_C (a) oraz H_V (b) wraz z obróbką cieplną stali P91.

9.5 Wyniki pomiarów natężenia emisji MeBN próbek ze stali X20 poddanych różnym obróbkom cieplnym

Podobnie jak w rozdziale 9.4, w celu uzyskania próbek o różnych mikrostrukturach seria próbek ze stali X20 została poddana różnym obróbkom cieplnym, przez wygrzewanie w piecu w temperaturach 720 °C, 750 °C lub 780 °C, a w każdej serii temperaturowej próbki były wygrzewane przez okresy czasu: 15 min, 30 min, 60 min, 120 min lub 240 min. Według normy DIN 17175 w celu uzyskania optymalnych parametrów stal X20 po austenityzacji powinna zostać poddana odpuszczaniu poprzez wygrzewanie w temperaturze 750 °C przez 60 min, a więc analogicznie, jak dla próbek ze stali P91.

Emisja MeBN była generowana przy pomocy układu wykorzystującego drgania swobodne (rozdział 6). Mierzone były również twardość H_V oraz rejestrowane były pętle histerezy magnetycznej B(H), z których wyznaczane było pole koercji H_C . Wyniki oraz analiza bez wykorzystania modeli zostały opublikowane w [61] oraz prezentowane na konferencji [64]. Niestety dopasowanie modelu emisji MeBN (rozdział 8.1) wymaga zarówno przebiegów natężenia emisji MeBN podczas pierwszego obciążania jak i pełnej pętli histerezy MeBN, która niestety nie była rejestrowana podczas tych pomiarów. Podobnie jak w przypadku stali P91, do przebiegów natężenia emisji MeBN podczas pierwszego ściskania, jak i rozciągania dopasowy-



Rysunek 9.22: Natężenie emisji MeBN podczas pierwszego rozciągania oraz ściskania wraz z dopasowaniem funkcji wynikającej z modelu SB dla próbek ze stali X20, po wygrzewaniu w T = 720 °C.



Rysunek 9.23: Natężenie emisji MeBN podczas pierwszego rozciągania oraz ściskania wraz z dopasowaniem funkcji wynikającej z modelu SB dla próbek ze stali X20, po wygrzewaniu w T = 750 °C.



Rysunek 9.24: Natężenie emisji MeBN podczas pierwszego rozciągania oraz ściskania wraz z dopasowaniem funkcji wynikającej z modelu SB dla próbek ze stali X20, po wygrzewaniu w T = 780 °C.
wana była funkcja wynikająca z modelu SB, co zostało przedstawione na rys. 9.22, rys. 9.23 oraz rys. 9.24. Widoczne przebiegi w dużej części nie są symetryczne możliwa do zauważenia jest przewaga części ściskania (rys. 9.22e, 9.23e) lub części rozciągania (rys. 9.22a, 9.22b, 9.23a, 9.24c, 9.24e). Maksima emisji MeBN wraz z czasem wygrzewania dla temperatur T = 720 °C oraz T = 750 °C występują przy niższej bezwzględnej wartości naprężenia, co dla serii wygrzewanej w temperaturze T = 780 °C nie jest obserwowane. Najniższe wartości położenia maksimów emisji MeBN obserwuje się dla próbki wygrzewanej w T = 750 °C przez 60 min, czyli w zalecanych przez normę warunkach (rys. 9.23c). Równocześnie można zauważyć, że krzywa zaniku emisji MeBN po osiągnięciu maksimum zmienia się z wypukłej (dla rys. 9.23a, rys. 9.23b i rys. 9.23c), na wklęsły (rys. 9.23d, rys. 9.23e). Próbka poddana obróbce zgodnej z normą jest ostatnią, w której krzywa zaniku emisji MeBN po osiągnięciu maksimum jest wypukła. Rozkłady $N_{SB}(\sigma)$ mają w znacznej większości dopasowań charakter bimodalny. Składnik rozkładu o wyższym średnim naprężeniu wewnętrznym wyraźnie przesuwa się w kierunku wyższych wartości naprężenia wraz ze wzrostem czasu wygrzewania, natomiast składnik o niższym naprężeniu, w kierunku wartości niższych (dla temperatur T = 720 °C i T = 750 °C).

Na rys. 9.25a przedstawiono zależność średniego naprężenia wewnętrznego σ_i^{SB} wyznaczonego z dopasowania funkcji wynikającej z modelu SB od parametrów obróbki cieplnej (czasu i temperatury wygrzewania). Czarną elipsą zaznaczono parametry obróbki cieplnej rekomendowane przez normę. Jest to wyraźnie minimum lokalne σ_i^{SB} . Dłuższe wygrzewanie w tej samej temperaturze powoduje chwilowo wzrost σ_i^{SB} , a następnie spadek wartości. Mimo tendencji malejącej, próbka wygrzewana przez 240 min nie osiąga poziomu σ_i^{SB} jaki uzyskuje próbka wygrzewana przez 60 min. Niesymetryczne przebiegi natężenia emisji MeBN dla pierwszego naprężania przy ściskaniu oraz rozciąganiu mogą być interpretowane jako działanie naprężenia makroskopowego σ_I . Różnica pomiędzy średnim naprężeniem wewnętrznym wyznaczonym dla przebiegu rozciągania σ_i^{SB+} oraz ściskania $\sigma_i^{SB-},\,\Delta\sigma_i^{SB},$ została przedstawiona na rys. 9.25b. Widoczny jest zanik $\Delta \sigma_i^{SB}$ wraz z czasem wygrzewania. Osiąga ona dla próbek wygrzanych przez 15 min w T = 720 °C i w T = 750 °C wartości w przedziale 30-40 MPa. Dla próbki wygrzanej w T = 780 °C przez 240 min wartość $\Delta\sigma_i^{SB}$ przekracza 20 MPa. Próbka wygrzewana zgodnie z wytycznymi normy posiada $\Delta \sigma_i^{SB} \approx 0$ MPa.

Wyniki pomiarów twardości H_V oraz wyznaczania pola koercji H_C , dla wszyst-



Rysunek 9.25: Ewolucja średniego naprężenia wewnętrznego wyznaczonego za pomocą modelu SB (a) oraz różnicy tego naprężenia między rozciąganiem a ściskaniem (b), wraz z obróbką cieplną stali X20.

kich próbek, przedstawiono na rys. 9.26. Wartości obu tych parametrów, dla próbki poddanej obróbce cieplnej zgodnie z normą, znajdują się w środku przedziału wartości otrzymanych dla wszystkich próbek. Dla próbek wygrzewanych w temperaturze T = 780 °C obserwuje się wzrost pola koercji wraz z czasem wygrzewania. Nie znajduje to odzwierciedlenia w H_V , którego wartość maleje. Może to oznaczać, że w tych warunkach odmienne zjawiska decydują o wartości tych parametrów. Oba wykazują silną zależność od stanu zdefektowania mikrostruktury natury dyslokacyjnej, natomiast wtrącenia koherentne, niemagnetyczne, mogą wpływać na H_C bez znaczących zmian w H_V . Wraz z czasem i temperaturą wygrzewania spodziewany jest spadek gęstości dyslokacji [76], co powinno wiązać się z spadkiem H_C oraz H_V i ten trend jest obserwowany (za wyjątkiem H_C dla serii próbek wygrzewanych w temperaturze T = 780 °C.

Można spodziewać się również wystąpienia związku pomiędzy σ_i^{SB} oraz H_V i H_C , jako że stan zdefektowania materiału ma bezpośredni wpływ na wszystkie te parametry. Zależności te przedstawiono na rys. 9.27, gdzie każdy punkt oznaczono symbolem próbki (opis w rozdziale 5). Można podjąć próbę aproksymacji obu zależności funkcją liniową. Uzyskuje się wówczas dość słabe dopasowanie. Zgodnie z oczekiwaniami obserwuje się wzrost wartości H_V oraz H_C wraz z wzrostem wyznaczanego σ_i^{SB} . Większa gęstość dyslokacji, wiąże się zarówno z silniejszym kotwiczeniem GD, a więc i wyższą wartością σ_i^{SB} i H_C , jak i jednocześnie ze zmniejszeniem



Rysunek 9.26: Zmiany twardości (a) i pola koercji (b) wraz z obróbką cieplną stali X20.

ruchomości płaszczyzn poślizgu w materiale, co zwiększa jego twardość.

9.6 Wyniki pomiarów natężenia emisji MeBN próbek ze stali S235JR poddanych walcowaniu na gorąco

Próbki użyte w tym badaniu były wycinane z arkuszy blachy w stanie dostawy oraz po walcowaniu na gorąco do różnych grubości, czego szczegółowy opis został umieszczony w rozdziale 5. Zestawienie oznaczeń próbek z ich historią zostało przedstawione w Tab. 5.12. Sygnał napięciowy MeBN był rejestrowany w układach do pobudzania drgań własnych (drgania gięte) (PG) (rys. 6.11) oraz podczas pierwszego obciążania próbek przez maszynę do testów zmęczeniowych MTS-810-12 (jednoosiowy stan naprężenia) (AMW) (rys. 6.14b). Badane również były: twardość (H_V), pole koercji (H_C) oraz naprężenie wewnętrzne σ_i^{XRD} , wyznaczone przy pomocy pomiarów XRD i metody analizy Williamsona-Halla [101]. Próbki przed pomiarami XRD były polerowane elektro-chemicznie, w celu odpowiedniego przygotowania powierzchni. Wyniki przedstawionych tu pomiarów oraz analiz prezentowane były na konferencjach [8,60].

Zarejestrowane pętle histerezy MeBN na PG zostały przedstawione na rys. 9.28 wraz ze strzałkami przedstawiającymi kierunek przebiegu obciążania. Pętle histerezy MeBN, które zaczęły się od rozciągania lub ściskania odpowiadają sobie co



Rysunek 9.27: Twardość H_V (kolor czerwony) oraz pole koercji H_C (kolor niebieski) w funkcji wyznaczonego średniego naprężenia wewnętrznego, dla próbek ze stali X20.

do poziomu – pokrywają się w znacznej części. Widoczne są często asymetrie pomiędzy częścią rozciągania, a częścią ściskania pętli oraz między przebiegami emisji MeBN podczas pierwszego rozciągania i ściskania. Jest to prawdopodobnie wpływ makronaprężenia, σ_I , wprowadzającego w ziarnach w zasięgu sondy MeBN (kilka mm²) podobną wartość naprężenia, co przesuwa punkt środkowy zakresów ruchu GD. W wyniku działania takiego naprężenia rozciągającego można spodziewać się mniejszej emisji MeBN w czasie rozciągania próbki, gdyż część barier, które normalnie by leżały w zakresie ruchu GD, przez przesunięcie punktu środkowego jest pod wpływem naprężenia ściskającego. Natomiast podczas ściskania próbki o σ_I rozciągających, emisja MeBN powinna wzrosnąć, ponieważ w zakresie ruchu GD znajduje się więcej barier. Dla próbki SW (rys. 9.28a) obserwuje się dla części pętli histerezy MeBN rozciągania osiągniecie stałego poziomu emisji po przekroczeniu naprężenia $\sigma = 0$ MPa. Może wiązać się to z osiągnięciem przez prawdopodobieństwo emisji stałego poziomu, jak to zostało opisane w rozdziale 8.1 na przykładzie proponowanego modelu emisji MeBN w funkcji naprężenia zewnętrznego. Narastanie powierzchni petli histerezy po zmianie kierunku obciażania (po osiagnięciu minimum lub maksimum naprężenia zewnętrznego) ma w znacznej części charakter liniowy. Wyjątek stanowią próbki S2W (rys. 9.28g) i S2P (rys. 9.28h). Asymetrie



Rysunek 9.28: Pętle histerezy MeBN wraz z przebiegiem pierwszego obciążania dla próbek ze stali S235JR poddanej walcowaniu na gorąco.

nie występują w próbkach S6W (rys. 9.28c), S1W (rys. 9.28e).

Charakter zmian sygnałów emisji MeBN dla serii próbek jest zgodny z oczekiwanym na podstawie przeprowadzonych badań mikrostruktury (Tab. 5.13). W próbkach wraz z walcowaniem rośnie gęstość dyslokacji, a rozmiar ziaren początkowo się zwiększa, po czym dla próbek S2 (walcowanej do mniejszej grubości) jest najmniejszy. Wzrost gęstości dyslokacji zwiększa początkowo sygnał, zwiększając objętość materiału pokonywaną przez GD w sposób skokowy. Po przekroczeniu pewnej proporcji gęstości dyslokacji do wielkości ziarna spodziewane jest zmniejszanie się sygnału wraz ze wzrostem gęstości dyslokacji - przeskoków jest więcej, ale amplituda ich maleje. Wzrost wielkości ziaren zwiększa powierzchnie GD, co skutkuje większą objętością materiału pokonywaną w trakcie przeskoku. Wszystko powyżej wymienione wpływa łącznie na wzrost poziomu sygnału wraz z walcowaniem: S, S6 do S1. Duża zmiana wielkości ziaren dla próbek S2 powoduje zmniejszenie natężenia sygnału.

Do przebiegów pierwszego obciążania dopasowywana była funkcja wynikająca z modelu SB i na jego podstawie obliczana była wartość średniego naprężenia wewnętrznego σ_i^{SB} . Dla wyników z PG, gdzie są dostępne przebiegi pierwszego rozciągania i ściskania, wartość σ_i^{SB} była uśredniana z obu, a połowa różnicy dla obu kierunków zwiększała niepewność pomiarową. Podczas pomiarów w AMW możliwe było tylko rozciąganie próbek z powodu problemów z wybaczaniem próbki w fazie ściskania (między innymi przez konieczność stosowania specjalnego uchwytu tłumiącego drgania generowane przez zawory maszyny). Wyniki σ_i^{SB} otrzymane w AMW i PG zostały przedstawione na wykresie słupkowym na rys. 9.29. Wartości σ_i^{SB} wyznaczane za pomocą obu układów odpowiadają sobie zakresie niepewności pomiarowych. Większe różnice zaobserwowano dla próbek S6P oraz S2W. Wartości σ_i^{SB} są najniższe w próbkach S6W i S1P, a najwyższe w próbkach SW, SP i S2P.

Funkcja wynikająca z modelu przedstawionego w rozdziale 8.1 została dopasowana dla wszystkich próbek do przebiegów U_{MeBN} . Na podstawie jednego z parametrów modelu, $N(\sigma)$, zostało wyznaczone średnie naprężenie wewnętrzne kojarzone z kotwiczeniem GD, σ_i . Wyniki przedstawiono na rys. 9.29 – zielone słupki. Widoczny jest trend σ_i inny niż dla σ_i^{SB} uzyskanych z pomiarów przeprowadzonych za pomocą obu sposobów obciążania (PG – gięte, AMW – jednoosiowy stan naprężenia). Za wyjątkiem blachy w stanie dostawy (SW) obserwuje się wyższe σ_i dla kierunku prostopadłego do walcowania. Oznacza to, że dla kierunku ruchu GD,



Rysunek 9.29: Wyniki wyznaczania średnich naprężeń wewnętrznych w próbkach ze stali S235JR poddanych walcowaniu na gorąco.

względem anizotropii blachy, jaki jest osiągany w tym materiale, średnie naprężenie potrzebne do odkotwiczania GD od barier (dyslokacji, inkluzji i innych defektów) jest wyższe. Może również oznaczać to, że kierunek walcowania blachy w stanie dostawy został źle oznaczony (lub oznaczenia próbek SP i SW są nieprawidłowe).

Różnic w wartości σ_i wyznaczonych dla próbek wyciętych z tego samego arkusza blachy nie można wytłumaczyć niepewnościami pomiarowymi. GD kotwiczą defekty mikrostruktury, które w obu takich próbkach są takie same. Jednak oddziaływanie defektu z GD zależy od orientacji GD względem defektu, kierunku ruchu GD. Szczególnie w przypadku defektów, jak np. dyslokacja liniowa, można spodziewać się silnej anizotropii w tym oddziaływaniu. Naprężenie zewnętrzne rozciągające, poprzez energię magnetosprężystą ferromagnetyka, wpływa na domeny magnetyczne zwiększając energię domen w kierunkach prostopadłych do kierunku naprężenia, a zmniejsza w kierunku równoległym (rys. 9.30). Dla ściskającego naprężenia jest na odwrót. Gradient energii powstały w wyniku działania naprężenia powoduje ruch GD. Dla próbek z osiami głównymi w kierunkach wzajemnie prostopadłych i obciążanych w osi głównej, wpływ naprężenia ściskającego w jednej byłby w płaszczyźnie próbki zbliżony do wpływu naprężenia ściskającego w drugiej. Znaczyłoby to, że kierunek ruchu GD w takim przypadku byłby w płaszczyźnie próbki, w przybliżeniu, taki sam. W związku z tym również oddziaływanie defektów (takich samych, bo próbki wycięte były z tej samej płyty) na GD powinno być takie samo lub zbliżone, a zatem i średnia wartość σ_i . Tak się jednak nie dzieje. Kluczowe znaczenie może mieć w takim wypadku kierunek prostopadły do powierzchni próbki, dla którego opisany powyżej przypadek różni się energią magnetosprężystą domen. Kierunek ruchu GD względem defektów mógłby być inny. Jest to zagadnienie warte zbadania przy pomocy technik obrazowania struktur magnetycznych w obciążonym materiale.



Rysunek 9.30: Wpływ obciążania materiału w różnych kierunkach na energię wewnętrzną ferromagnetyka. Czarnymi osiami zaznaczono zmniejszanie energii domen o kierunku magnetyzacji w osi, natomiast czerwonymi - zwiększanie. Wpływ naprężenia na energię domen o kierunku magnetyzacji w płaszczyźnie powierzchni materiału jest taki sam dla konfiguracji zamieszczonych w tej samej kolumnie.

Innym sposobem wyjaśnienia różnicy wartości σ_i dla próbek wyciętych z tego samego arkusza może być wpływ makronaprężenia. Jego obecność w materiale przy wycinaniu próbek może wprowadzić odmienny stan naprężenia. Model opisany w rozdziale 8.1 niedostatecznie jeszcze jest w stanie odseparować wpływ makronaprężenia od mikronaprężenia (skojarzonego z amplitudą kotwiczenia GD przez bariery) i przy znaczącej jego wartości wyznaczone średnie mikronaprężenie może być oddalone od rzeczywistego. Wyniki badań stanu makronaprężenia blachy w stanie dostawy, przeprowadzone za pomocą MBN, wskazują na różnice wartości rzędu kilkudziesięciu MPa [1].

Pętle histerezy magnetycznej B(H) zarejestrowane dla wszystkich próbek zostały przedstawione na rys. 9.31 [1]. Pętle próbek wycinanych w różnych kierunkach mają podobne przebiegi. Największe różnice występują w rejonie *kolana* pętli. Próbki wycięte równolegle do kierunku walcowania posiadają nieznacznie lepsze właściwości magnetyczne od próbek prostopadłych – mają niższe pole koercji i wyższą indukcję nasycenia. W próbkach SW i SP (rys. 9.31a) oraz S6W i S6P (rys. 9.31b) indukcja nasycenia jest praktycznie taka sama. Wyjątek stanowią próbki S2W i S2P (rys. 9.31d), gdzie jest na odwrót. Szerokość pętli B(H) jest równa dla próbek SW i SP (rys. 9.31a) oraz S1W i S1P (rys. 9.31c), natomiast próbki S6W i S6P (rys. 9.31b) mają węższe pętle, a S2W i S2P (rys. 9.31d) – szersze. Można stwierdzić, że wraz z walcowaniem rośnie indukcja nasycenia. Należy też zauważyć, że próbka w stanie dostawy mająca grubość 6 mm, posiada najniższą indukcję nasycenia.

Na rys. 9.32 przedstawiono wyniki pomiarów twardości, H_V , w skali Vickersa, HV20, oraz pola koercji, H_C , wyliczone na podstawie zarejestrowanych pętli histerezy magnetycznej. Widoczne są zgodne co do zakresu niepewności pomiarowych H_V dla próbek wykrajanych z tego samego arkusza blachy, za wyjątkiem S2W i S2P. Wyniki pomiarów twardości próbek wycinanych z tej samej blachy, w tym samym stanie powinny dawać ten sam rezultat. Możliwe zatem jest, że blacha sama w sobie była niejednorodna mikrostrukturalnie. H_V jest jednym z podstawowych parametrem określających stan mikrostruktury i jest przy tym możliwe jego bardzo dokładne wyznaczenie. Na podstawie powyższego można twierdzić, że stan mikrostruktury próbek S2W i S2P jest niejednorodny. Zarówno H_V jak i H_C przejawiają podobne zmiany wraz z obróbką próbek, co było spodziewane, jako że oba te parametry wykazują silną zależność od stanu mikrostruktury (m. in. od gęstości dyslokacji).

Na rys. 9.33 przedstawiono zestawienie wyników pomiarów mikronaprężenia metodą XRD, σ_i^{XRD} , oraz metodami opartymi o MeBN: przez dopasowanie funkcji wynikającej z modelu SB, dostarczające informację o naprężeniach związanych z nasycaniem lokalnych pętli histerezy MeBN, σ_i^{SB} , oraz przez dopasowanie funk-



Rysunek 9.31: Pętle histerezy B(H) próbek ze stali S235JR po walcowaniu [1]: (a) stan dostawy d = 12 mm; (b) stan dostawy d = 6 mm; (c) walcowanie do d = 8 mm; (d) walcowanie do d = 6 mm.

cji wynikającej z modelu z rozdziału 8.1, umożliwiające wyznaczenie naprężenia skojarzonego z wysokościami barier (defektów) dla ruchu GD, σ_i . Według klasyfikacji naprężenia wewnętrznego przedstawionej w rozdziale 3, σ_i^{SB} , którego składnikiem jest długość zakresu ruchu GD i sama wysokość bariery, odpowiadałoby mikronaprężeniu o zasięgu pojedynczego ziarna, σ_{II} wraz z pewnym wpływem submikronaprężenia σ_{III} , natomiast σ_i jako związane z defektami o rozmiarach poniżej rozmiaru ziarna, tylko z wartościami sub-mikronaprężenia, σ_{III} . Jak to zostało opisane w rozdziale 3, pomiar mikronaprężenia za pomocą XRD polega na analizie poszerzenia maksmimów dyfrakcyjnych, które to poszerzenie jest zależne od kilku czynników, m. in. od obu rodzajów mikronaprężenia, σ_{II} i σ_{III} . Zatem zasadne jest porównywanie obu parametrów z wynikami otrzymanymi z pomiarów XRD (rys. 9.33). Jako, że zarówno σ_i^{XRD} jak i σ_i^{SB} są funkcjami σ_{II} i σ_{III} może wy-



Rysunek 9.32: Wyniki pomiarów pola koercji magnetycznej i twardości próbek ze stali S235JR poddanych walcowaniu na gorąco [1].



Rysunek 9.33: Porównanie wartości średniego naprężenia wewnętrznego, w stali S235JR poddanej walcowaniu na gorąco, otrzymanych różnymi metodami ((a) model SB, (b) proponowany model) wartościami średniego naprężenia wewnętrznego oznaczonych przy pomocy XRD.

stępować prosta zależność proporcjonalna między tymi parametrami. W wyniku dopasowania funkcji liniowej, przechodzącej przez środek układu współrzędnych otrzymano dopasowanie przedstawione na rys. 9.33 niebieską linią przerywaną. Należy zauważyć, że wartości dla próbek SW i SP odbiegają od tej zależności, natomiast dla pozostałych jest ona zawarta w zakresie niepewności pomiarowych. Przy kojarzeniu $\sigma_i \ z \ \sigma_{III}$ można spodziewać się również związku $\sigma_i \ z \ \sigma_i^{XRD}$. Jako, że σ_{III} jest jednym z składników σ_i^{XRD} , $\sigma_{III} = 0$ nie musi oznaczać poziomu zerowego dla σ_i^{XRD} , bo mogą istnieć σ_{II} . W związku z tym na rys. 9.33 przy dopasowaniu liniowej zależności $\sigma_i \ (\sigma_i^{XRD})$ uwolniono konieczność przechodzenia linii przez środek układu współrzędnych. Otrzymano dopasowanie wykreślone na rys. 9.33 czerwoną, przerywaną linią. Również ta zależność zawiera się w zakresie niepewności pomiarowych.

9.7 Wyniki pomiarów natężenia emisji MeBN próbek ze stali S460ML poddanych walcowaniu na gorąco

Próbki wykorzystane w tym badaniu pochodziły z arkuszy blachy ze stali S460ML o różnej grubości i były walcowane do różnych grubości, co szczegółowo zostało opisane w rozdziale 5. Zestawienie oznaczenia próbek z ich historią zostało przedstawione w Tab. 5.12. Sygnał napięciowy MeBN był rejestrowany w układach do pobudzania drgań własnych (drgania gięte) (PG) (rys. 6.11) oraz podczas pierwszego obciążania próbek przez maszynę do testów zmęczeniowych MTS-810-12 (naprężanie jedno-osiowe) (AMW) (rys. 6.14b). Badane również były: twardość (H_V) oraz pole koercji (H_C) .

Zarejestrowane pętle histerezy MeBN na PG zostały przedstawione na rys. 9.34 wraz ze strzałkami przedstawiającymi kierunek przebiegu naprężania. Pętle histerezy MeBN, które zaczęły się od rozciągania lub ściskania odpowiadają sobie co do poziomu – pokrywają się w znacznej części. Widoczne są bardzo wyraźne asymetrie pętli histerezy MeBN względem kierunku naprężenia. Na podstawie wyników pomiarów emisji MeBN dla próbek deformowanych plastycznie pozwala to twierdzić, że próbki te posiadają makronaprężenie wewnętrzne σ_I . Maksima emisji MeBN leżą



Rysunek 9.34: Pętle histerezy MeBN wraz z przebiegiem pierwszego obciążania dla próbek ze stali S460ML poddanej walcowaniu na gorąco.



Rysunek 9.35: Średnie naprężenie wewnętrzne wyznaczone za pomocą dopasowania funkcji wynikającej z modelu SB dla próbek ze stali S460ML po walcowaniu na gorąco. Próbki badane były w układzie do pomiarów MeBN na Politechnice Gdańskiej oraz w maszynie do testów zmęczeniowych w Akademii Marynarki Wojennej.

w zdecydowanej większości próbek poza zakresem wartości zakresów naprężenia zastosowanych w badaniu. Ograniczenia stosowania naprężeń wynikają z konstrukcji układu. Ramię aluminiowe odbija się od cewki pobudzającej przy dużym zakresie ugięć próbki, co ogranicza maksymalną możliwą amplitudę ugięcia próbki, a więc w zależności od sztywności materiału i naprężenia. Próbki były również badane przy wykorzystaniu maszyny do testów zmęczeniowych w Akademii Marynarki Wojennej jako źródła naprężenia zewnętrznego. Dzięki temu możliwe było zbadanie próbek w większej części zakresu sprężystego.

Podobnie jak w przypadku próbek ze stali S235JR wyznaczane były funkcje rozkładu naprężeń wewnętrznych $N_{SB}(\sigma)$ przy pomocy modelu SB. Wyniki wartości średniego naprężenia wewnętrznego obliczone, z wynikającej z dopasowania funkcji wynikającej z modelu opisanego w rozdziale 8.1, funkcji $N_{SB}(\sigma)$ zostały przedstawione na rys. 9.35, zarówno dla próbek badanych na Politechnice Gdańskiej (PG), jak i w Akademii Marynarki Wojennej (AMW). W przypadku niektórych próbek, jak MP, M1W, M1P oraz M2W (rys. 9.34e) w przypadku badań na PG maksimum emisji MeBN przy pierwszym obciążaniu znajdowało się przy końcu zakresu pomiarowego przez co dopasowanie funkcji wynikającej z modelu SB było obarczone



Rysunek 9.36: Wyniki pomiarów pola koercji magnetycznej i twardościpróbek ze stali S460ML poddanych walcowaniu na gorąco [1].

dużą niepewnością. Natomiast w przypadku, gdy maksimum znajdowało się poza zakresem pomiarowym - wręcz błędem. Widoczne jest to w rozbieżności pomiędzy niektórymi wynikami σ_i^{SB} (rys. 9.35): MW, MP, M1W, M2W. W pozostałych dwóch przypadkach wartości σ_i^{SB} uzyskane w obu układach pomiarowych są bardzo bliskie sobie. Uznając zatem wyniki σ_i^{SB} uzyskane w AMW za bardziej wiarygodne można stwierdzić, że wartość mikronaprężenia w stali S460ML, dla kierunku równoległego do kierunku walcowania, nie zmienia się po walcowaniu na gorąco. Natomiast dla kierunku prostopadłego do kierunku walcowania wraz z walcowaniem do mniejszej grubości mikronaprężenie σ_i^{SB} maleją.

Na rys. 9.36 przedstawione zostały wyniki pomiarów twardości H_V oraz wyznaczania pola koercji magnetycznej H_C . Oba te parametry wykazują niewielkie zmiany dla różnych stopni walcowania. Należy zauważyć, że H_V , jako parametr izotropowy, dla tej samej blachy powinien wskazywać tą samą wartość mimo próbek wykrojonych w różnych kierunkach i tak się dzieje w zakresie niepewności pomiarowych. Z kolei H_C jest parametrem kierunkowym i dla próbek ze stali S460ML jest to widoczne po walcowaniu: dla kierunku prostopadłego do kierunku walcowania pole koercji jest nieznacznie większe niż dla kierunku równoległego. Dla σ_i^{SB} jest obserwowana odwrotna zależność. Jest tak zapewne dlatego, że dla próbek M1P i M2P naprężenia kotwiczące GD są większe niż dla próbek M1W i M2W, odpowiednio, co powoduje wzrost pola koercji. Jednakże anizotropia wymiarów ziaren spowodowana walcowaniem sprawia, że zakresy ruchu GD w kierunku prostopadłym są mniejsze, a więc komponent σ_x w przypadku σ_i^{SB} jest mniejszy, w efekcie czego wartości σ_i^{SB} zwracane przez model SB są również mniejsze.

10 Podsumowanie

Niniejsza dysertacja dotyczy opracowania metodyki pomiaru natężenia emisji mechanicznego efektu Barkhausena (MeBN) w stalach ferromagnetycznych oraz metod analizy otrzymanych wyników w celu wyznaczenia funkcji rozkładu napreżeń wewnętrznych, $N(\sigma)$. Wiadome było, że zmienne naprężenia zewnętrzne powodują ruch granic domen magnetycznych (GD) typu 90°, które to granice są kotwiczone przez defekty struktury materiału, stanowiące bariery dla ich ruchu wymuszonego zmieniającym się zewnętrznym naprężeniem. Przeprowadzone badania pozwalają na twierdzenie, że odkotwiczenie GD wymaga wzrostu przyłożonych naprężeń, o wartość kojarzoną z wysokością kotwiczącej GD bariery. Towarzysząca temu zdarzeniu emisja MeBN jest jeszcze nadal stosunkowo mało zbadanym źródłem informacji o rozkładzie sub-mikronaprężenia określanego w literaturze jako σ_{III} . Ma ono charakter krótkozasięgowy i towarzyszy defektom struktury. W dysertacji ujawniono także, że makronaprężenia wewnętrzne typu σ_I , długozasięgowe, mogą powodować anizotropię natężenia emisji MeBN względem kierunku przykładania zewnętrznych naprężeń. Ujawnia się to w zjawisku asymetrii MeBN pomiędzy przebiegami uzyskanymi dla rozciągania i ściskania. Tym samym MeBN może również być wykorzystany jako źródło informacji o σ_I .

W rozdziale 1 przedstawiono problem badawczy oraz nadano kontekst przeprowadzanym w tej dysertacji badaniom. Przedstawione zostały również cele oraz zakres wykonanych prac. W rozdziale 2 zamieszczono opis właściwości magnetosprężystych ferromagnetyków, w tym szczególną uwagę poświęcono zagadnieniom histerezy magnetomechanicznej oraz znanym już właściwościom MeBN. W rozdziale tym omówiono również model Smitha i Birchaka (SB) opisujący wpływ funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych $N_{SB}(\sigma)$ na histerezę magnetosprężystą oraz sposób wyznaczania $N_{SB}(\sigma)$ na podstawie pomiarów natężenia emisji MeBN podczas pierwszego obciążania materiału, opracowany przez Augustyniaka i Chmielewskiego. Przedyskutowane również zostało zagadnienie zasadności nazywania $N_{SB}(\sigma)$ funkcją rozkładu naprężeń wewnętrznych. Zaproponowano koncepcję, według której dotyczy ona naprężeń nasycających lokalne pętle histerezy magnetomechanicznej, opisujących złożenie naprężenia potrzebnego do przemieszczenia GD do bariery, σ_x , oraz naprężenia pozwalającego na odkotwiczenie od bariery, σ_B , związanego z jej wysokocią. W rozdziale 3 omówiona została charakteryzacja składników naprężenia wewnętrznego, jako makro- (σ_I) i mikronaprężenia (σ_{II} i σ_{III}) oraz przedstawione zostały najczęściej wykorzystywane metody pomiaru naprężenia wewnętrznego.

W rozdziale 4 zostały określone tezy dysertacji oraz opisane zostały działania podjęte w celu ich udowodnienia.

Materiały wykorzystywane do badań oraz obróbki mechaniczne i cieplne zastosowane do wytworzenia próbek o możliwie dużym zróżnicowaniu stanu naprężenia wewnętrznego zostały opisane w rozdziale 5. Zaprojektowane, zbudowane i wykorzystane układy pomiarowe zostały przedstawione w rozdziale 6. Układy pomiarowe służące do badania mechanicznego efektu Barkhausena, jak i wykorzystywane do akwizycji i analizy danych oprogramowanie zostało opracowane przez autora. Skonstruowany został układ do wymuszania drgań swobodnych próbki za pomocą pobudzania elektromagnetycznego, cechujący się wysoką powtarzalnościa amplitudy generowanych oscylacji. Odkształcenie powierzchni próbki było wyznaczane za pomoca sondy DVRT (ang. differential variable reluctance transformer) zaadoptowanej do pracy z wyższą częstotliwością sygnału w uzwojeniu pierwotnym, pozwalającą na precyzyjne wyznaczanie wartości chwilowych odkształcenia powierzchni próbki w trakcie oscylacji. Dzięki opracowanemu przez autora układowi elektronicznemu osiągnięto rozdzielczość pomiarową odkształcenia względnego rzędu 1×10^{-6} przy częstotliwości próbkowania 10 kHz. Opracowane zostały również sondy do pomiaru MeBN wraz z analogowymi układami analizy sygnałów, dzięki którym możliwe jest rejestrowanie natężenia emisji MeBN ze stosunkiem sygnału do szumów SNR nawet 20 dB. Uzyskana bardzo dobra jakość wyników pozwala stwierdzić, że udowodniona została teza I. Rozdział ten kończy opis sposobu korekcji wpływu szybkości zmian naprężenia na poziom natężenia emisji MeBN, mający kluczowe znaczenie dla dalszej analizy wyników pomiarowych i udowadniający słuszność tez II i III. W rozdziale 7 zostało opisane oprogramowanie opracowane przez autora służące do rejestracji i wstępnej analizy wyników pomiarów MeBN. Rozdział 8.2 poświęcony jest opisowi opracowanej metodyki analizy wyników pomiarów MeBN mającej na celu wyznaczenia funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych, $N_{SB}(\sigma)$ oraz $N(\sigma)$.

Rozróżnienie wpływu przemieszczenia GD pod wpływem naprężenia od pokonywania bariery kotwiczącej GD, które w rozkładzie $N_{SB}(\sigma)$ są nierozróżnialne, jest możliwe dzięki opracowanemu przez autora fenomenologicznemu modelowi zależności natężenia emisji MeBN od zadawanego naprężenia. Model został ten opisany na początku rozdziału 8.2,a jego opracowanie udowadnia tezę VI. Model ten z niewielkimi modyfikacjami jest w stanie opisać również wpływ makronaprężenia σ_I na natężenie emisji MeBN dzięki czemu można twierdzić, że teza VIII została również udowodniona. Synteza metodyki analizy wyników pomiarów MeBN jest przedstawiona na końcu tego samego rozdziału.

W rozdziale 9 przedstawiono wyniki przeprowadzonych badań nad wykorzystaniem MeBN do wyznaczania funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych, zarówno $N(\sigma)$, jak i $N_{SB}(\sigma)$, oraz wartości makronaprężenia σ_I . Opisane są w nim najpierw badania MeBN przeprowadzone na próbkach z blachy Fe-Si 3% o zorientowanym ziarnie. Materiał ten cechuje bardzo duża anizotropia właściwości mechanicznych i magnetycznych, co znalazło odzwierciedlenie w wynikach pomiarów natężenia emisji MeBN i otrzymanych z analiz wyników pomiarów wartościach σ_i^{SB} oraz $\sigma_i.$ Kolejno opisana została seria pomiarów natężenia emisji MeBN próbek poddanych różnym stopniom deformacji plastycznej. Takie próbki posiadają stan makronaprężenia σ_I , który jest zauważalny w wynikach pomiarów jako asymetria pętli histerezy MeBN względem kierunku zadawania naprężenia. Do tych wyników dopasowany został zmodyfikowany model fenomenologiczny i na tej podstawie zostały wyznaczone wartości σ_I . Pozytywny formalnie wynik tej analizy udowadnia tezy VII oraz VIII. Następnie opisane są badania emisji MeBN przeprowadzone podczas próby zmęczeniowej próbki ze stali 13HMF. Otrzymane wyniki pozwalają twierdzić, że MeBN jest cennym źródłem informacji o zmianach mikrostruktury zachodzących podczas prób zmęczeniowych. Dodatkowym atutem opracowanej procedury badania MeBN z udziałem maszyny zmęczeniowej jest możliwość przeprowadzania pomiaru bezpośrednio w trakcie pracy maszyny, pod warunkiem ograniczenia amplitudy drgań przenoszonych na próbkę, a generowanych przez niektóre komponenty maszyny. Kolejnymi opisanymi badaniami są pomiary emisji MeBN serii próbek ze stali P91 i X20 poddanych różnym obróbkom cieplnym (opisanym w rozdziale 5). Uzyskane za pomocą analizy wyników pomiarów natężenia emisji MeBN wartości średniego naprężenia wewnętrznego σ_i oraz σ_i^{SB} zostały zestawione z wynikami średniego naprężenia wewnętrznego otrzymanego za pomocą metody dyfrakcji promieni rentgenowskich (XRD), σ_i^{XRD} . Następnie opisana jest seria badań MeBN przeprowadzona na próbkach ze stali S235JR i S460ML poddanej walcowaniu na gorąco. Otrzymane σ_i oraz σ_i^{SB} porównywane są z wartościami naprężenia σ_i^{XRD} , uzyskanymi z analizy poszerzenia maksimów dyfrakcyjnych. Otrzymane związki pomiędzy wartościami średniego naprężenia wewnętrznego wyznaczanymi za pomocą XRD uwiarygadniają jednoznacznie metodę wyznaczania wartości naprężenia wewnętrznego. Kluczowe znaczenie ma przy tym odpowiednia analiza wyników pomiarów MeBN. Jednocześnie powyżej opisane wyniki pozwalają stwierdzić słuszność tez V oraz IV.

11 Wnioski

Na podstawie analiz uzyskanych wyników można wyciągnąć następujące wnioski dotyczące zagadnienia rejestracji oraz analizy wyników pomiarów emisji mechanicznego efektu Barkhausena:

- 1. Zbudowany układ służący do pomiaru natężenia emisji mechanicznego efektu Barkhausena w funkcji zadawanego naprężenia zewnętrznego oraz opracowana metodyka analizy wyników pomiarów pozwalają na uzyskiwanie wyników o wysokim stosunku sygnału do szumów i wysokiej rozdzielczości - rzędu 500 000 próbek na sekundę. Ten układ umożliwia również badanie próbek o większych przekrojach (> 100 mm) niż dotychczas było to przeprowadzane, tj. na cienkich prętach i drutach. Dzięki temu możliwe jest wykonywanie komplementarnych badań (jak np. dyfrakcji promieni rentgenowskich, twardości mechanicznej) na dokładnie tych samych próbkach, na których przeprowadzono badania MeBN. Stwierdzony został wpływ prędkości zmian naprężenia na obwiednie napięcia skutecznego sygnału napięciowego emisji MeBN oraz opracowana została skuteczna metoda korekcji mająca na celu uzyskanie wyników niezależnych od prędkości zmian naprężenia. Wkład wniesiony przez autora dysertacji w zagadnienia pomiaru MeBN umożliwia wyraźny postęp w tej dziedzinie badań.
- 2. Opracowany w ramach tej dysertacji fenomenologiczny model zależności natężenia emisji mechanicznego efektu Barkhausena od zadawanego naprężenia pozwala na jakościową (jak np. obserwacja zmian funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych) i ilościową (jak np. wyznaczanie wartości średniego naprężenia wewnętrznego) analizę wyników pomiarów MeBN. Pozwala on na dopasowanie funkcji wynikających z modelu do pętli histerezy MeBN. Uzyskuje się dobre dopasowania dla pętli o bardzo różnym charakterze, co jest argumentem za jego trafnością. Funkcje rozkładu naprężeń wewnętrznych $N(\sigma)$,

otrzymywane z parametrów dopasowania funkcji wynikających z modelu do wyników pomiarowych, i ich wartości średnie σ_i nie są sprzeczne z wynikami wyznaczania wartości naprężenia wewnętrznego σ_i^{XRD} uzyskanymi za pomocą analizy maksimów dyfrakcji promieni rentgenowskich oraz z wynikami pomiarów powiązanych parametrów takich, jak pole koercji magnetycznej H_C czy twardość H_V . Również podczas analizy wyników emisji MeBN otrzymanych dla próbek deformowanych plastycznie, otrzymywane są wartości makronaprężenia σ_I o spodziewanym rzędzie wielkości.

Model ten umożliwia również oddzielenie wpływu przemieszczania się granicy domen magnetycznych pod wpływem naprężenia od procesu odkotwiczania od bariery i uzyskanie funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych odpowiadających wysokościom barier kotwiczącym GD. To odróżnia ten model od modelu Smitha i Birchaka, za pomocą którego można jedynie uzyskać informację o funkcji rozkładu wartości naprężenia, które nasycają lokalne pętle histerezy $N_{SB}(\sigma)$, a są wypadkową obydwu wspomnianych procesów.

- 3. Należy w przyszłych badaniach dążyć do rozróżnienia wpływu defektów strukturalnych koherentnych i niekoherentnych na obserwowane rozkłady $N(\sigma)$. Jest to jedna z ważniejszych różnic pomiędzy metodami XRD a MeBN. Wtrącenia koherentne powodują znikome odkształcenia sieci w swoim otoczeniu, więc są *niewidoczne* dla XRD. Niemagnetyczne wtrącenia koherentne są, tak jak defekty generujące mikronaprężenie, barierami dla ruchu GD. W związku z tym, w badaniach MeBN skojarzone zostaną z nimi wartości naprężenia. Będzie to naprężenie wykazywane przez MeBN, które z punktu widzenia mechaniki nie istnieje w materiale.
- 4. W wielu przypadkach obserwowane rozkłady $N(\sigma)$ (ale również i $N_{SB}(\sigma)$) są bimodalne, o wyraźnie odseparowanych od siebie składnikach. Wówczas nie jest oczywistym, czy naprężenie średnie w takim rozkładzie ma sens fizyczny, czy może należy rozpatrywać naprężenia średnie składników oddzielnie. Może sugerować to istnienie innej fazy w materiale z punktu widzenia magnetosprężystego. Bimodalność jest szczególnie wyraźna w próbkach poddanych obróbce termicznej. W próbkach tych wraz z wzrostem czasu wygrzewania maleje gęstość dyslokacji, natomiast wiadome jest również, że powstają wydzielenia na granicach ziaren. Może to tłumaczyć przesuwanie wartości śred-

niej jednego składnika $N(\sigma)$ (związanego z dyslokacjami) w kierunku niższych wartości naprężenia, a drugiego w kierunku wyższych (związanego z wydzieleniami niemagnetycznymi). Prace teoretyczne dotyczące oddziaływania GD typu 90° z wtrąceniami niemagnetycznymi badają głównie proste geometrie, a opisywane wartości skojarzonego z nimi naprężenia kotwiczącego GD są jednak nieduże. Możliwe jest, że gdy w kotwiczeniu biorą udział skupiska wydzieleń, to wysokości barier, które łącznie tworzą one dla ruchu GD, są znacznie większe.

- 5. Według wiedzy autora w tej dysertacji po raz pierwszy został wykazany wpływ deformacji plastycznej na natężenie emisji mechanicznego efektu Barkhausena. Wraz z deformacją plastyczną rosną wartości makronaprężenia wewnętrznego σ_I , przez co przesunięte są pozycje równowagi dla granic domen magnetycznych w stanie rozmagnesowanym, względem tych, które zajmowałyby w materiale bez σ_I . Powoduje to asymetrię natężenia emisji MeBN względem kierunku naprężenia. Opracowany w ramach tej dysertacji model pozwala również na odtworzenie tej asymetrii. Dzięki temu możliwa jest równoczesna ocena stanu wartości naprężenia mikro- i makroskopowego przy wykorzystaniu badania emisji MeBN, która do tej pory była kojarzona jedynie z mikronaprężeniem.
- 6. Analiza wyników pomiarów mechanicznego efektu Barkhausena zarejestrowanych w trakcie próby zmęczeniowej pozwala na stwierdzenie, że jest to zjawisko bardzo czułe na zachodzące podczas takiej próby zmiany mikrostruktury. Bardzo ważną zaletą MeBN jest możliwość przeprowadzania takiej analizy bezpośrednio w trakcie pracy maszyny do testów zmęczeniowych. Zaleca się dalsze badania mające na celu skojarzenie obserwowanych zmian w charakterze sygnału MeBN z faktycznymi procesami zachodzącymi w mikrostrukturze materiału. Zagadnienie monitorowania prób zmęczeniowych przy pomocy analizy pomiarów emisji MeBN posiada zatem duży potencjał rozwojowy.
- 7. W opracowanym w ramach tej dysertacji fenomenologicznym modelu natężenia emisji mechanicznego efektu Barkhausena w funkcji zadawanego naprężenia, występują założenia na temat struktur magnetycznych i efektów jakie na nie wywiera naprężenie, które mogą być zweryfikowane w przyszłości dzię-

ki postępom w mikroskopii magnetycznej. Pozwoliłoby to na udoskonalenie modelu oraz, być może, wyprowadzenie go na bazie teorii mikromagnetyzmu. Zjawiska takie jak, sposób przemieszczania granicy domen magnetycznych typu 90° pod wpływem naprężenia oraz zakresy ruchu GD 90° w obciążanym materiale, według wiedzy autora, nie zostały jeszcze bezpośrednio zaobserwowane za pomocą mikroskopii magnetycznej.

- 8. Układ opracowany w ramach tej dysertacji charakteryzowało ograniczenie maksymalnej amplitudy naprężenia w materiale. Dla próbek o granicy plastyczności odpowiednio wysokiej powodowało to znaczne niepewności w parametrach wyznaczonych w badaniu emisji MeBN i ograniczało możliwość i zakres stosowania modeli teoretycznych do analizy wyników. Dla próbek ze stali S460ML konieczne było wykorzystanie maszyny do testów zmęczeniowych, gdyż układ wykorzystywany przez autora nie osiągał nawet połowy zakresu sprężystego tego materiału. Należy zmodernizować układ i umożliwić na osiąganie wartości naprężenia rzędu 500 MPa, aby mieć możliwość pełnego badania większej gamy materiałów.
- 9. Zastosowanie analizy pojedynczych impulsów indukowanych w cewce detekcyjnej sondy MeBN może pozwolić na szerszy wgląd w morfologię defektów. Prawdopodobnie będzie to wymagało opracowania nowej konstrukcji sondy oraz układu analizy analogowej umożliwiającego uniknięcie deformacji kształtu impulsu przez elementy bierne sondy, tworzące *de facto* układ RLC. Możliwe będą dzięki temu również badania pozwalające na ocenę *zlepiania* impulsów pochodzących od pojedynczych zdarzeń odkotwiczania granic domen magnetycznych od defektów.
- 10. Na podstawie znanych oraz ujawnionych w tej dysertacji właściwości mechanicznego efektu Barkhausena można stwierdzić, że jest to bardzo cenne, a zarazem unikalne źródło informacji o mikrostrukturze, które cechuje wysoki potencjał poznawczy.

194

Spis skrótów

AMW Akademia Marynarki Wojennej w Gdyni

DM domena magnetyczna

DVRT transformatorowy, różnicowy czujnik przemieszczeń liniowych (z ang. - *Differential variable reluctance transformer*)

Fala EM fala elektromagnetyczna

FFT szybka transformata Fouriera (z ang. - fast Fourier Transform)

GD granica domen magnetycznych

IMN Instytut Metali Nieżelaznych w Skawinie

Int₁ wartość całki z przebiegu $U_{MeBN}(\sigma)$ w zakresie od ściskania do rozciągania

 Int_{1+2} przebieg Int_1+Int_2

 $Int_{1st\%}$ iloraz wartości całki z emisji mechanicznego efektu Barkhausena podczas pierwszego obciążania oraz całki z pętli histerezy

Int₂ wartość całki z przebiegu $U_{MeBN}(\sigma)$ w zakresie od rozciągania do ściskania

 Int_{2-1} przebieg Int_2 - Int_1

 Int_{MeBN} wartość całki z pętli histerezy mechanicznego efektu Barkhausena

IPPT Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN w Warszawie

MBN magnetyczny efekt Barkhausena

MeBN mechaniczny efekt Barkhausena

 $\mathbf{MeBN_{1st}}$ wartość maksimum emisji MeBN podczas pierwszego obciążania

 $\mathbf{MeBN_{max}}$ wartość maksimum emisji MeBN

MMA moment magnetyczny atomu

Model GC model Gateliera i Catty'ego

- Model~Kmodel Klebera
- $\textbf{Model S} \hspace{0.1 cm} \text{model Soultana}$
- Model SB model Smitha i Birchaka

PG Politechnika Gdańska

 ${\sf PW}\,$ przedwzmacniacz

RMS obwiednia napięcia skutecznego (z ang. - *root mean square*)

TWM tarcie wewnętrzne pochodzenia magnetycznego

XRD dyfrakcja promieni rentgenowskich (z ang. - *x-ray diffraction*)

Spis symboli

- A_D stała kalibracyjna układu do pomiaru odk
ształcenia próbki
- ${\cal B}\,$ indukcja pola magnetycznego
- B(H) pętla histerezy magnetycznej
- $\Delta\sigma_{max}$ separacja maksimów emisji mechanicznego efektu Barkhausena wyrażona w jednostkach naprężenia
- $E_{MeBN}\,$ wartość strat energii na emisję mechanicznego efektu Barkhausena w jednym cyklu drgań
- $E_{TWM}\,$ wartość strat energii na tarcie wewnętrzne pochodzenia magnetycznego w jednym cyklu drgań
- $f_0\,$ częstotliwość graniczna filtru
- ${\cal G}$ współczynnik wzmocnienia
- ${\cal H}\,$ natężenie pola magnetycznego
- ${\cal H}_C\,$ pole koercji magnetycznej
- ${\cal H}_V$ twardość w skali Vickersa
- ${\bf M}\,$ wektor magnetyzacji ferromagnetyka
- N_B liczba barier, parametr modelu
- N_{GD} liczba granic domen magnetycznych, parametr modelu
- $N(\sigma)$ funkcja rozkładu naprężeń wewnętrznych

- $N_{SB}(\sigma)$ funkcja rozkładu naprężeń wewnętrznych wykorzystywana w modelu Smitha i Birchaka
- $N_{ZGD}(\sigma_{GD})$ rozkład częstości występowania zakresów ruchu granic domen magnetycznych, wyrażony w jednostkach naprężenia
- $\Phi_{ex}\,$ gęstość energii wymiany ferromagnetyka
- ρ_d gęstość dyslokacji
- σ_I makronaprężenie
- σ_{1st} wartość naprężenia, przy której następuje maksimum emisji MeBN podczas pierwszego obciążania
- σ_{II} mikronaprężenie
- σ_{III} subm
kronaprężenie
- $\sigma_B\,$ wartość naprężenia potrzebna do odkotwiczenia granicy domeny magnetycznej od bariery
- $\sigma(\epsilon)$ pętla histerezy mechanicznej
- σ_{FWHM} szerokość połówkowa maksimum emisji mechanicznego efektu Barkhausena
- $\sigma_{GDmax}\,$ wartość naprężenia odpowiadająca największemu zakresowi ruchu granicy domen magnetycznych w materiale
- $\sigma_{GDmin}\,$ wartość naprężenia odpowiadająca najmniejszemu zakresowi ruchu granicy domen magnetycznych w materiale
- $\sigma_i\,$ wartość średnia naprężenia wewnętrznego
- $\sigma^1_i\,$ wartość średnia naprężenia wewnętrznego wyznaczona przy wykorzystaniu składnika funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych o mniejszej wartości średniej
- σ_i^{SB} wartość średnia naprężenia wewnętrznego wyznaczona przy pomocy modelu Smitha i Birchaka

- σ_i^{SB+} wartość średnia naprężenia wewnętrznego wyznaczona przy pomocy modelu Smitha i Birchaka, na podstawie przebiegu pierwszego rozciągania
- σ_i^{SB-} wartość średnia naprężenia wewnętrznego wyznaczona przy pomocy modelu Smitha i Birchaka, na podstawie przebiegu pierwszego ściskania
- $\sigma_i^{XRD}\,$ wartość średnia naprężenia wewnętrznego wyznaczona przy pomocy pomiaru dyfrakcji promieni rentgenowskich
- σ_{pos} wartość naprężenia, przy której następuje maksimum emisji mechanicznego efektu Barkhausena
- $\sigma_{WEWmax}\,$ wartość naprężenia odpowiadająca największej amplitudzie kotwiczenia barier w materiale
- $\sigma_{WEWmin}\,$ wartość naprężenia odpowiadająca najmniejszej amplitudzie kotwiczenia barier w materiale
- $\sigma_x\,$ wartość naprężenia potrzebna do przemieszczenia granicy domeny magnetycznej do położenia bariery
- T_c temperatura Curie
- $U_{cRMS}\,$ wartość napięcia skutecznego liczona dla całej pętli histerezy mechanicznego efektu Barkhausena
- U_f różnica wartości napięcia w parze fotoogniw
- $U_{MeBN}\,$ chwilowa wartość obwiedni mechanicznego efektu Barkhausena po eliminacji wpływu prędkości zmian naprężenia
- $U_n\,$ sygnał napięciowy z układu Analizatora MeBN
- $U_{RMS}\,$ chwilowa wartość obwiedni mechanicznego efektu Barkhausena
- $v_\sigma\,$ prędkość zmian naprężenia
- ${\cal W}\,$ energia wewnętrzna ferromagnetyka
- ${\cal W}_a$ energia anizotropii magnetokrystalicznej ferromagnetyka
- W_d energia granic domenowych ferromagnetyka

- $W_m\,$ energia magnetosprężysta ferromagnetyka
- $W_{s}\,$ energia magnetostatyczna ferromagnetyka
- $W_w\,$ energia wymiany ferromagnetyka

Spis rysunków

2.1	Kosinusy kierunkowe, α_i	12
2.2	Gęstość energii anizotropii magnetokrystalicznej fazy $\alpha\text{-}Fe$	13
2.3	Granice domen magnetycznych typu Blocha i Neela $\ .\ .\ .\ .$.	17
2.4	$\label{eq:przyklady} Przyklady ustawienia powierzchni granic domen magnetycznych wzglę-$	
	dem kierunku magnetyzacji materiału	19
2.5	Przykładowe struktury magnetyczne	20
2.6	Teoretyczne struktury magnetyczne	21
2.7	Struktura magnetyczna w polikrysztale - FeSi $\ \ldots \ \ldots \ \ldots \ \ldots$	23
2.8	Struktura domen magnetycznych w kształcie cho inki $\ \ldots\ \ldots\ \ldots$	24
2.9	Podstawowe typy struktur magnetycznych obserwowane na powierzch-	
	ni materiału	25
2.10	Oddziaływanie dyslokacji liniowej na granice domen magnetycznych	27
2.11	Oddziaływanie inkluzji z granicą 90° \ldots	29
2.12	Rozkład energii granicy domenowej 90° w pobliżu inkluzji	29
2.13	Wpływ naprężenia na strukturę domenową	31
2.14	Straty energii na TWM dla różnych rozkładów naprężeń wewnętrznych	35
2.15	Dopasowanie funkcji wynikających z modeli Cochardta oraz Smitha	
	i Birchaka do wyników pomiarów tarcia wewnętrznego pochodzenia	
	magnetycznego	35
2.16	Schematyczne przedstawienie pętli histerezy magnetomechanicznych	37
2.17	Straty energii w modelu SB 2 w zależności od osiąganej amplitudy	
	wartości naprężenia.	37
2.18	Dopasowanie modelu Smitha i Birchaka 2 do wyników pomiarów	
	tarcia wewnętrznego pochodzenia magnetycznego $\ . \ . \ . \ .$	38
2.19	Propozycja zależności strat energii w materiale od amplitudy warto-	
	ści naprężenia podczas oscylacji	40

2.20	Schemat generacji i odbioru sygnału towarzyszącego przeskokom Bar-	
	khausena	42
2.21	Zakres głębokości wnikania fal EM w stalach	43
2.22	Odkształcenie granicy domen magnetycznych na kotwiczącym ją de-	
	fekcie	43
2.23	Porównanie natężenia emisji MBN i MeBN	46
2.24	Wpływ metod rozmagnesowania na pomiar MeBN podczas pierw-	
	szego obciążania próbki	47
2.25	Zależność polowa MeBN	48
2.26	Fazy zmian emisji MeBN podczas prób zmęczeniowych	49
2.27	Zmiany parametrów magneto-mechanicznych wraz z zmianą kierun-	
	ku osi głównej próbek z blachy Fe-Si o zorientowanym ziarnie wzglę-	
	dem anizotropii materiału	50
2.28	Porównanie strat energii w TWM i MeBN	51
2.29	Porównanie strat energii na MeBN podczas pierwszego obciążania	
	próbki oraz drgań o malejącej amplitudzie	52
2.30	Porównanie wartości średniego odkształcenia wewnętrznego otrzy-	
	manych za pomocą analizy pomiarów TWM i MeBN $\ .\ .\ .\ .$.	53
3.1	Hipotetyczne rozkłady składników naprężenia wewnętrznego w krysz-	
	${\rm tale} \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ . \ $	57
3.2	Skale zasięgów elementów struktury generujących naprężenie we-	
	wnętrzne i technik ich pomiaru	58
3.3	Zmiana naprężenia wewnętrznego w głębokości materiału wyznaczo-	
	na doświadczalnie	60
3.4	Rozkład wartości naprężenia wewnętrznego wokół spawu $\ .\ .\ .$	61
3.5	Zależność amplitudowa TWM wraz z opisem modelem SB dla próbek	
	żeliwnych	62
5.1	Geometria próbek ze stali 13HMF	72
5.2	Geometria próbek ze stali P91	74
6.1	Geometrie cewek wykorzystywane do pomiaru impulsów napięcio-	
	wych MeBN	78
6.2	Sonda MeBN 1 - przekrój	79

6.3	Sonda MeBN 2 - przekrój	80
6.4	Przetwarzanie analogowe sygnału napięciowego w Analizatorze MeBN	80
6.5	Transkonduktancja Analizatora MeBN	81
6.6	Przetwarzanie analogowe sygnału napięciowego w Analizatorze MeBN	
	II	82
6.7	Transkonduktancja Analizatora MeBN II	83
6.8	Zdjecie ukladu pomiarowego MeBN	84
6.9	Schemat układu pomiarowego MeBN z optycznym pomiarem od-	
	kształcenia próbki	85
6.10	Zależność poziomu naprężenia w warstwie powierzchniowej próbki	
	od różnicy napięć na fotoogniwach	86
6.11	Schemat układu pomiarowego MeBN z pomiarem odk ształcenia prób- $$	
	ki przez DVRT	87
6.12	Kalibracja sond DVRT	88
6.13	Maszyny do testów zmęczeniowych	89
6.14	Układy do pomiaru MeBN z wykorzystaniem maszyn do testów zmę-	
	czeniowych	90
6.15	Uchwyt do próbek tłumiący zewnętrzne drgania mechaniczne	91
6.16	Wpływ prędkości zmian naprężenia na MeBN	92
6.17	Znormalizowana zależność obwiedni MeBN od prędkości obciążania	93
6.18	Schemat układu wykorzystywanego do pomiaru pola koercji magne-	
	tycznej próbek	95
7.1	Okno programu <i>Filtry.vi</i>	99
7.2	Okno programu <i>DoMeBN.vi</i>	99
7.3	Okno programu ScalanieMeBN.vi	100
8.1	Model struktury magnetycznej krystalitu używany w modelu Soultana.	104
8.2	Energie ferromagnetyka w zależności od pozycji GD w modelu Soultana.	104
8.3	Emisja MeBN podczas obciążania materiału w modelu Soultana	106
8.4	Powiązanie przemieszczenia GD z zadawanym naprężeniem	110
8.5	Kotwiczenie oraz odkotwiczanie GD	112
8.6	Kotwiczenie oraz odkotwiczanie GD z interakcją z drugą barierą $\ .$.	113
8.7	Rozkłady prawdopodobieństwa wystąpienia barier o danym σ $~$	116
8.8	Odwrotność dystrybuanty rozkładu $N(\sigma)$	117

8.9	Schematyczne przedstawienie zakresu ruchu pojedynczej GD wraz	
	z barierami \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots	117
8.10	Wpływ liczby GD na emisję MeBN w modelu	121
8.11	Punkty charakterystyczne pętli histerezy MeBN	123
8.12	Wpływ liczby barier na emisję MeBN w modelu	127
8.13	Wpływ relatywnych wysokości barier na emisję MeBN w modelu	128
8.14	Wpływ parametrów modelu na pozycję maksimum emisji MeBN	129
8.15	Wpływ parametrów modelu na szerokość połówkową maksimum emi-	
	sji MeBN	130
8.16	Wpływ parametrów modelu na całki z emisji MeBN \ldots	130
8.17	Wpływ parametrów modelu na wysokość maksimum emisji ${\rm MeBN}$.	131
8.18	Wpływ $\frac{\sigma_i}{R}$ na charakter emisji MeBN $\ .\ .\ .\ .\ .\ .$	132
8.19	Wyniki doświadczalne pomiarów emisji MeBN dla stali ${\rm S235JR}$ oraz	
	dopasowanie za pomocą funkcji wynikającej z modelu $\ .\ .\ .\ .$	133
8.20	Funkcje rozkładu naprężeń wewnętrznych otrzymane za pomocą funk-	
	cji wynikających z różnych modeli	134
8.21	Wpływ istnienia więcej niż jednej bariery w zakresie ruchu GD na	
	prawdopodobieństwo wystąpienia przeskoku przy danym σ	135
8.22	Przykład przetwarzania sygnału napięciowego MeBN	137
8.23	Przykład pętli histerezy MeBN	138
8.24	Przykład dopasowania funkcji wynikającej z modelu SB do przebiegu	
	MeBN dla pierwszego obciążania	138
8.25	Przykład dopasowania funkcji wynikającej z modelu SB do przebiegu	
	MeBN dla pierwszego obciążania	139
8.26	Przykład dopasowania funkcji wynikających z różnych modeli do	
	przebiegu U_{MeBN}	140
9.1	Pętle histerezy MeBN dla Fe-Si 3% wraz z przebiegiem pierwszego	
	obciążaniem	144
9.2	Dopasowanie funkcji wynikających z modelu SB do przebiegu emisji	
	MeBN dla pierwszego obciążania próbek z Fe-Si 3%	145
9.3	Dopasowanie funkcji wynikających z proponowanego modelu do prze-	
	biegu emisji MeBN dla pierwszego obciążania próbek z Fe-Si 3%	145

9.4	Parametry wyznaczane z danych zebranych podczas prób zmęcze- niowych	147
9.5	Zmiany pętli histerezy mechanicznej $\sigma(\epsilon)$ w kolejnych cyklach zmę-	1.40
	czeniowych probki ze stali 13HMF	148
9.6	Zmiany całki oraz napięcia skutecznego z pełnego okresu pętli histe-	
	rezy MeBN w kolejnych cyklach zmęczeniowych ze stali $13\mathrm{HMF}$	149
9.7	Zmiany separacji maksimów emisji MeBN oraz różnicy całek pod	
	pół-okresami w kolejnych cyklach zmęczeniowych próbki ze stali $13\mathrm{HM}$	F150
9.8	Ewolucja naprężeń wewnętrznych wyznaczonych za pomocą analizy	
	emisji MeBN (model SB) w trakcie próby zmęczeniowej próbki ze	
	stali 13HMF	151
9.9	Zmiany iloczynu przesunięcia i poszerzenia pętli $\sigma(\epsilon)$ podczas próby	
	zmęczeniowej próbki ze stali 13HMF	152
9.10	Petle histerezy MeBN wraz z przebiegiem pierwszego obciażania dla	
	próbek ze stali S235JR poddanej różnym stopniom deformacji pla-	
	stycznej	154
9 1 1	Średnie napreżenie wewnetrzne w próbkach ze stali S235.IB po defor-	
0.11	macii plastycznej wyznaczone za pomoca dopasowania funkcji wyni-	
	kajacoj z modolu	155
0.19	Śradnia paprożania wawnetrzna w próbkach za stali S235 IB po dofor	100
9.12	manii plastvoznaj uvznaczona za nomaca dopasowania funkcji uvrji	
	macji plastycznej wyznaczone za pomocą dopasowania funkcji wym-	157
0.10	kającej z modelu SB	197
9.13	Pętle histerezy MeBN wraz z pierwszym obciązaniem dla probek że	
	stali P91 po wygrzewaniu w $T = 720$ °C	159
9.14	Pętle histerezy MeBN wraz z pierwszym obciążaniem dla próbek ze	
	stali P91 po wygrzewaniu w $T = 750 ^{\circ}\text{C}$	160
9.15	Pętle histerezy MeBN wraz z pierwszym obciążaniem dla próbek ze	
	stali P91 po wygrzewaniu w $T = 780 ^{\circ}\text{C}$	161
9.16	Funkcje rozkładu naprężeń wewnętrznych dla próbek ze stali P91 po	
	obróbce cieplnej	163
9.17	Ewolucja średnich naprężeń wewnętrznych wraz z obróbką cieplną	
	stali P91, wyznaczonych za pomocą modelu SB oraz pomiarów XRD	164
9.18	Ewolucja średnich naprężeń wewnętrznych wraz z obróbką cieplną	
	stali P91, wyznaczonych za pomocą proponowanego modelu $\ldots\ldots$	165

9.19	Zależność ${\cal H}_C$ i ${\cal H}_V$ od wyznaczonego przy pomocy XRD wartości	
	mikronaprężenia $\sigma_i^{XRD},$ dla próbek ze stali P 91 $\ \ .$	166
9.20	Zależność σ_i^{SB-} od wyznaczonego przy pomocy XRD wartości mi-	
	kronaprężenia $\sigma_i^{XRD},$ dla próbek ze stali P 91	166
9.21	Zmiana wartości H_C oraz H_V wraz z obróbką cieplną stali P91	167
9.22	Natężenie emisji MeBN podczas pierwszego rozciągania oraz ściska-	
	nia wraz z dopasowaniem funkcji wynikającej z modelu SB dla pró-	
	bek ze stali X20, po wygrzewaniu w $T=720{\rm ^{o}C.}$	168
9.23	Natężenie emisji MeBN podczas pierwszego rozciągania oraz ściska-	
	nia wraz z dopasowaniem funkcji wynikającej z modelu SB dla pró-	
	bek ze stali X20, po wygrzewaniu w $T=750{\rm ^{o}C.}$	169
9.24	Natężenie emisji MeBN podczas pierwszego rozciągania oraz ściska-	
	nia wraz z dopasowaniem funkcji wynikającej z modelu SB dla pró-	
	bek ze stali X20, po wygrzewaniu w $T=780^{\circ}\mathrm{C.}$	170
9.25	Ewolucja średniego naprężenia wewnętrznego wyznaczonego za po-	
	mocą modelu SB oraz różnicy tego naprężenia między rozciąganiem	
	a ściskaniem, wraz z obróbką cieplną stali X20 \hdots	172
9.26	Zmiany twardości i pola koercji wraz z obróbką cieplną stali $\mathrm{X}20$	173
9.27	Twardość oraz pole koercji w funkcji wyznaczonych średniego naprę-	
	żenia wewnętrznego, dla próbek ze stali X20 $\ .$	174
9.28	Pętle histerezy MeBN wraz z przebiegiem pierwszego obciążania dla	
	próbek ze stali S235JR poddanej walcowaniu na gorąco $\ . \ . \ . \ .$	175
9.29	Wyniki wyznaczania średnich naprężeń wewnętrznych w próbkach ze	
	stali S235JR poddanych walcowaniu na gorąco	177
9.30	Wpływ obciążania materiału w różnych kierunkach na energię we-	
	wnętrzną ferromagnetyka	178
9.31	Pętle histerezy magnetycznej próbek ze stali S235JR po walcowaniu	180
9.32	Wyniki pomiarów pola koercji magnetycznej i twardości próbek ze	
	stali S235JR poddanych walcowaniu na gorąco	181
9.33	Porównanie wartości średniego naprężenia wewnętrznego, w stali ${\rm S235J}$	R
	poddanej walcowaniu na gorąco, otrzymanych różnymi metodami $\ $.	181
9.34	Pętle histerezy MeBN wraz z przebiegiem pierwszego obciążania dla	
	próbek ze stali S460ML poddanej walcowaniu na gorąco	183
9.35	Średnie naprężenie wewnętrzne wyznaczone za pomocą dopasowania	
------	---	-----
	funkcji wynikającej z modelu SB dla próbek ze stali S460ML po	
	walcowaniu na gorąco	184
9.36	Wyniki pomiarów pola koercji magnetycznej i twardości próbek ze	
	stali S460ML poddanych walcowaniu na gorąco	185

Spis tabel

5.1	Skład chemiczny stali S235JR	68
5.2	Właściwości mechaniczne stali S235JR	68
5.3	Skład chemiczny stali S460ML	68
5.4	Właściwości mechaniczne stali S460ML	69
5.5	Skład chemiczny stali 13HMF	69
5.6	Właściwości mechaniczne stali 13HMF	69
5.7	Skład chemiczny stali P91	70
5.8	Właściwości mechaniczne stali P91	70
5.9	Skład chemiczny stali X20	71
5.10	Właściwości mechaniczne stali X20	71
5.11	Właściwości mechaniczne blachy Fe-Si 3%	71
5.12	Oznaczenia próbek	73
5.13	Parametry mikrostrukturalne próbek ze stali ${\rm S235JR}$ oraz ${\rm S460ML}$	74
6.1	Natężenie mechanicznego efektu Barkhausena w zależności od geo-	
	metrii cewki	78
8.1	Parametry modelu użyte w symulacji której wyniki przedstawiono	
	na rys. 8.10	120
8.2	Parametry modelu użyte w symulacji przedstawionej na rys. 8.11	123
8.3	Parametry modelu użyte w symulacji przedstawionej na rys. 8.11 .	133

Bibliografia

- Opracowanie magnetycznej metody oceny stanu naprężeń w materiałach konstrukcyjnych zwłaszcza anizotropowych. Raport końcowy z projektu NCBiR nr PBS1/A9/14/2012, Politechnika Gdańska, 2015.
- [2] M. Adamski. Naprężenia własne: przykłady pomiarów ultradźwiękowych. Biuro Gamma, 1999.
- [3] AK Steel. CARLITE® M-3 grain oriented electrical steel. http://www.matweb.com/search/datasheettext.aspx?matguid= 2c0222112ae043c4bdd2e667cc83ab69. pobrano 06.2016.
- [4] B. Augustyniak. Direct detection of magnetomechanical hysteresis by mechanical Barkhausen effect. w (Materialy) ICCMPA Bahrain, 1993.
- [5] B. Augustyniak. Zjawiska magnetosprężyste i ich wykorzystanie w nieniszczących badaniach materiałów, volume 38 of Monografia. Politechnika Gdańska, 2003.
- [6] B. Augustyniak and J. Degauque. New approach to hysteresis process investigation using mechanical and magnetic Barkhausen effects. *Journal of magnetism and magnetic materials*, 140:1837–1838, 1995.
- B. Augustyniak and J. Degauque. Microstructure inspection by means of mechanical Barkhausen effect analysis. *Le Journal de Physique IV*, 6(C8):C8– 527, 1996.
- [8] B. Augustyniak, P. Maciakowski, M. Chmielewski, L. Piotrowski, M. Gazda, and J. Karczewski. Application of mechanical Barkhausen noise for internal stress evaluation in S235JR steel after hot-rolling. w 10th European Conference on Magnetic Sensors and Actuators, 2014.

- [9] B. Augustyniak, P. Maciakowski, and L. Piotrowski. Study of microstress state of P91 steel using complimentary mechanical Barkhausen, magnetoacoustic emission and XRD techniques. w 58th Annual Conference on Magnetism and Magnetic Materials, 2013.
- [10] B. Augustyniak, P. Maciakowski, L. Piotrowski, and M. Chmielewski. Assesment with the help of mechanical Barkhausen effect of residual stress in grain oriented polycrystalline 3% Si-Fe sheet. w 20th International Conference on Soft Magnetic Materials, 2011.
- [11] B. Augustyniak, P. Maciakowski, L. Piotrowski, and M. Chmielewski. Assessment with mechanical Barkhausen effect of residual stress in grain oriented polycrystalline 3% Si-Fe sheet. *IEEE Transactions on Magnetics*, 48(4):1405–1408, 2012.
- [12] B. Augustyniak, L. Piotrowski, P. Maciakowski, M. Chmielewski, M. Lech-Grega, and J. Żelechowski. Study of microstress state of P91 steel using complementary mechanical Barkhausen, magnetoacoustic emission, and X-ray diffraction techniques. *Journal of Applied Physics*, 115(17):17E306, 2014.
- [13] H. Barkhausen. Zwei mit Hilfe der neuen Verstärker entdeckte Erscheinungen. Phys. Z, 20:401, 1919.
- [14] W. Biłous, J. Wasiak, W. Hajewska, W. Szteke, and T. Wagner. Własności stali 13HMF na rurociągi pary świeżej w świetle badań udarności i odporności na pękanie. Technical report, Instytut Energii Atomowej - OINTEA, 1993. w: Badania materiałowe na potrzeby elektrowni i przemysłu energetycznego.
- [15] H. Bittel. Noise of ferromagnetic materials. *IEEE Transactions on Magnetics*, 5(3):359–365, 1969.
- [16] M. Blaszkiewicz, L. Albertin, and W. Junker. The eddy current technique for determining residual stresses in steels. w *Materials Science Forum*, volume 210, pages 179–186. Trans Tech Publ, 1996.
- [17] R. M. Bozorth. Ferromagnetism. Ferromagnetism, by Richard M. Bozorth, pp. 992. ISBN 0-7803-1032-2. Wiley-VCH, August 1993., 1, 1993.

XVIII

- [18] T. Burakowski and Wierzchoń T. Inżynieria Powierzchni. WNT, 1995.
- [19] K. H. J. Buschow, F. R. Boer, et al. Physics of magnetism and magnetic materials, volume 92. Springer, 2003.
- [20] D. J. Buttle, C. B. Scruby, G. A. D. Briggs, and J. P. Jakubovics. The measurement of stress in steels of varying microstructure by magnetoacoustic and barkhausen emission. *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 1987.
- [21] J. Catty. Etude des relations entre la microstructure, l'état de contrainte d'une part, les propriétés magnétiques et magnétostrictives d'autre part, dans du fer pur et des alliages a bas carbone. PhD thesis, INSA de Lyon, 1995.
- [22] S. Chikazumi and C. D. Graham. *Physics of Ferromagnetism 2e.* Number 94. Oxford University Press on Demand, 2009.
- [23] M. Chmielewski. Relacja pomiędzy natężeniem mechanicznego efektu Barkhausena, a stratami na histerezę magnetomechaniczną. Praca doktorska, Politechnika Gdańska, 1998.
- [24] A. W. Cochardt. The origin of damping in high-strength ferromagnetic alloys. Journal of applied mechanics - transactions of the ASME, 20(2):196–200, 1953.
- [25] M. F. Collins, V. J. Minkiewicz, R. Nathans, L. Passell, and G. Shirane. Critical and spin-wave scattering of neutrons from iron. *Physical Review*, 179(2):417, 1969.
- [26] V. F. Coronel and D. N. Beshers. Magnetomechanical damping in iron. Journal of applied physics, 64(4):2006–2015, 1988.
- [27] B. D. Cullity and C. D. Graham. Introduction to magnetic materials. John Wiley & Sons, 2011.
- [28] J. Degauque. Magnetomechanical effects and magnetomechanical damping of ferromagnetic materials. w *Materials Science Forum*, volume 119, pages 839–846. Trans Tech Publ, 1993.

- [29] J. Degauque. Magnetic domains. w Materials Science Forum, volume 366, pages 453–482. Trans Tech Publ, 2001.
- [30] T. Erber, S. A. Guralnick, C. U. Segre, and W. Tong. Correlation between the piezo-Barkhausen effect and the fatigue limit of steel. *Journal of Physics* D: Applied Physics, 45(46):465002, 2012.
- [31] A. Ercuta and I. Mihalca. Magnetomechanical damping and magnetoelastic hysteresis in permalloy. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 35(22):2902, 2002.
- [32] D. Gandy. X20 CrMoV12-1 Steel Handbook, volume 1012740. Electric Power Research Institute, 2006.
- [33] Y. Gannac, J. Degauque, B. Astie, and J. L. Gaufier. Anisotropy of magnetomechanical damping and magnetic properties of oriented and non-oriented Fe-Si alloys. w *Materials Science Forum*, volume 119, pages 565–572. Trans Tech Publ, 1993.
- [34] T. Garstka and D. Rydz. Explosively welded ti-ni bimetallic plate characterization using barkhausen noise. *Journal of Electrical Engineering*, 66(7):186– 189, 2015.
- [35] R. C. Gatelier. Etude de l'influence de la microstructure du fer pur et d'alliages binaires fer pur-carbone sur le bruit ferromagnétique. PhD thesis, INSA de Lyon, 1993.
- [36] H. Gengnagel and U. Hofmann. Temperature dependence of the magnetocrystalline energy constants K1, K2, and K3 of iron. *Physica Status Solidi (B)*, 29(1):91–97, 1968.
- [37] R. Gerber, C. D. Wright, and G. Asti. Applied magnetism, volume 253. Springer Science & Business Media, 2013.
- [38] W. Gerlach and P. Lertes. Uber magneto-elastische Effekte. Zeitschrift für Physik A Hadrons and Nuclei, 4(3):383–392, 1921.

- [39] R. Gunnert. Method for measuring residual stresses in the interior of a material. Document No. X-162-57, Commission X of the International Institute of Welding, pages 10–24, 1957.
- [40] V. Hauk, P. Holler, and E. Macherauch. Measuring techniques of residual stresses-present situation and future aims. *Residual Stresses in Science and Technology.*, 1:231–242, 1986.
- [41] W. Heisenberg. Zur theorie des ferromagnetismus. Zeitschrift für Physik, 49(9-10):619–636, 1928.
- [42] P. Höller, G. Dobmann, R. E. Green Jr, V. Hauk, and C. O. Ruud. Nondestructive characterization of materials. Springer, Berlin, 1989.
- [43] A. Hubert and R. Schäfer. Magnetic domains: the analysis of magnetic microstructures. Springer Science & Business Media, 2008.
- [44] D. Hull and D. J. Bacon. *Introduction to dislocations*. Butterworth-Heinemann, 2001.
- [45] D. Jiles. Introduction to magnetism and magnetic materials. CRC press, 2015.
- [46] P. Johanssen. Determination of residual stresses in thick welded plated utilizing X-rays and layer removal techniques, Part 1: Theory for reconstruction of original stress state. Technical report, Internal Report, Department of Materials and Solid Mechanics, The Royal Institute of Technology, 1978.
- [47] L. P. Karjalainen and M. Moilanen. Detection of plastic deformation during fatigue of mild steel by the measurement of Barkhausen noise. NDT International, 12(2):51–55, 1979.
- [48] Y. N. Kharitonov. Determination of the elastic limit in ferromagnetic materials using the mechanical Barkhausen effect. Soviet Physics Journal, 10(12):71–73, 1967.
- [49] C. Kittel and J. K. Galt. Ferromagnetic domain theory. Solid State Physics, 3:437–564, 1956.

- [50] C. Kittel and D. F. Holcomb. Introduction to solid state physics, volume 35. American Association of Physics Teachers, 1967.
- [51] X. Kleber, Y. Brechet, and A. Vincent. Simulation numérique des événements Barkhausen: Application à l'étude de l'influence des obstacles microstructuraux. *Matériaux et techniques*, 88(9-10):39–43, 2000.
- [52] Z. L. Kowalewski and T. Szymczak. An influence of cyclic torsion parameters on tensile characteristic variation. w DAS-29, 29th Danubia-Adria Symposium, 2012.
- [53] C. Kownacki. Wavelet analysis of barkhausen noise in reconstructing ddistributions of residual stress. Solid State Phenomena, 144:112–117, 2009.
- [54] H. Kronmüller and M. Fähnle. Micromagnetism and the microstructure of ferromagnetic solids. Cambridge: Cambridge University Press, 2003.
- [55] D. Kukla and M. Ciesielski. Ocena stopnia uszkodzenia zmęczeniowego stali dla energetyki z zastosowaniem metody prądów wirowych,". w 40 Krajowa Konferencja Badań Nieniszczących, 2011.
- [56] D. Kukla, L. Dietrich, and M. Ciesielski. Ocena stopnia uszkodzenia eksploatacyjnego materiału rurociągu parowego na podstawie analizy zmian właściwości zmęczeniowych i mikrostruktury. acta mechanica et automatica, 5:55– 60, 2011.
- [57] L. D. Landau and E. S. Lifshitz. On the theory of the dispersion of magnetic permeability in ferromagnetic bodies. *Phys. Z. Sowjetunion*, 8(153):101–114, 1935.
- [58] C. K. Loong, J. M. Carpenter, J. W. Lynn, R. A. Robinson, and H. A. Mook. Neutron scattering study of the magnetic excitations in ferromagnetic iron at high energy transfers. *Journal of applied physics*, 55(6):1895–1897, 1984.
- [59] E. Macherauch, H. Wohlfahrt, and U. Wolfstieg. Zur zweckmäßigen definition von eigenspannungen. HTM, 28(3):201–211, 1973.

XXII

- [60] P. Maciakowski. Comparative study of mechanical Barkhausen noise, magnetic and mechanical properties of ferritic, ferritic-bainitic and martensitic steels. w 21st International Conference on Soft Magnetic Materials, 2013.
- [61] P. Maciakowski, B. Augustyniak, M. Chmielewski, and L. Piotrowski. Application of mechanical Barkhausen noise in assessment of X20 steel properties after heat treatment. *Journal of Electrical Engineering*, 63(7s):102–105, 2012.
- [62] P. Maciakowski, B. Augustyniak, M. Chmielewski, L. Piotrowski, M. Lech-Grega, and Zelechowski J. Evolution of macro-residual stress levels in plastically deformed low-carbon steels evaluated using mechanical Barkhausen noise. w *IEEE International Magnetics Conference, INTERMAG Europe*, 2014.
- [63] P. Maciakowski, B. Augustyniak, L. Piotrowski, and M. Chmielewski. Measurements of the mechanical Barkhausen noise in ferromagnetic steels, w X Symposium of Magnetic Measurements, 2011.
- [64] P. Maciakowski, B. Augustyniak, L. Piotrowski, and M. Chmielewski. Application of mechanical Barkhausen noise in assessment of X20 steel properties after heat treatment. w *Magnetic Measurements*, 2012.
- [65] P. Maciakowski, B. Augustyniak, L. Piotrowski, and M. Chmielewski. Measurements of the mechanical Barkhausen noise in ferromagnetic steels. *Prace Instytutu Elektrotechniki*, (258):221–228, 2012.
- [66] P. Maciakowski, B. Augustyniak, L. Piotrowski, and M. Chmielewski. Metody pomiaru mechanicznego efektu Barkhausena w stalach ferromagnetycznych. w 4 Konferencja Naukowo-Techniczna Diagnostyka Maszyn i Urządzeń Technicznych, 2012.
- [67] P. Maciakowski, B. Augustyniak, L. Piotrowski, and M. Chmielewski. Sensor of mechanical Barkhausen noise signal. w 9th European Conference on Magnetic Sensors and Actuators, 2012.
- [68] L. Małkiński, Z. Kaczkowski, and B. Augustyniak. Application of Barkhausen effect measurements in piezomagnetic study of metallic glasses. *Journal of* magnetism and magnetic materials, 112(1):323–324, 1992.

- [69] J. Mathar. Determination of initial stresses by measuring the deformation around drilled holes. *Trans. ASME*, 56(4):249–254, 1934.
- [70] P. Mazzetti and G. Montalenti. Power spectrum of the Barkhausen noise of various magnetic materials. *Journal of Applied Physics*, 34(11):3223–3225, 1963.
- [71] L. Néel. Bases d'une nouvelle théorie générale du champ coercitif. w Annales de l'Université de Grenoble, volume 22, pages 299–343, 1946.
- [72] W. D. Nix and R. A. Huggins. Coercive force of iron resulting from the interaction of domain boundaries with large nonmagnetic inclusions. *Physical Review*, 135(2A):A401, 1964.
- [73] I. C. Noyan and J. B. Cohen. Residual stress: measurement by diffraction and interpretation. Springer, 2013.
- [74] R. C. O'Handley. Modern magnetic materials. Wiley, 2000.
- [75] W. S. Paxton and T. G. Nilan. Domain configurations and crystallographic orientation in grain-oriented silicon steel. *Journal of Applied Physics*, 26(8):994–1000, 1955.
- [76] J. Pešička, R. Kužel, A. Dronhofer, and G. Eggeler. The evolution of dislocation density during heat treatment and creep of tempered martensite ferritic steels. Acta materialia, 51(16):4847–4862, 2003.
- [77] K. Pomorski, J. Kubicki, and A. Drotlew. Nowe zastosowania efektu barkhausena do wyznaczania stanu naprężeń w warstwie wierzchniowej odlewów i części maszyn. Krzepnięcie metali i stopów, 2(44):515–522, 2000.
- [78] P. S. Prevey. X-ray diffraction residual stress techniques. ASM International, ASM Handbook., 10:380–392, 1986.
- [79] A. Puškár. Internal friction of materials. Cambridge Int Science Publishing, 2001.
- [80] V. M. Rudyak. The Barkhausen effect. Soviet Physics Uspekhi, 13(4):461, 1971.

XXIV

- [81] C. Ruud. Handbook of Residual Stress and Deformation in Steel, chapter Measurement of Residual Stress, pages 99–117. ASM International, 2002.
- [82] P. Ruuskanen and P. Kettunen. Two ferromagnetic methods for the evaluation of the fatigue limit in polycrystalline iron. NDT International, 13(3):105–108, 1980.
- [83] P. Ruuskanen and P. Kettunen. Non-destructive method of measuring the fatigue limit of ferromagnetic materials by use of the mechanical Barkhauser phenomenon, August 25 1987. US Patent 4,689,558.
- [84] M. J. Sablik and B. Augustyniak. Magnetic methods of nondestructive evaluation. Wiley Encyclopedia of Electrical and Electronics Engineering, 1999.
- [85] D. Senczyk. Naprężenia własne : wstęp do generowania, sterowania i wykorzystania. Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, 1996.
- [86] D. Senczyk. Mikronaprężenia. Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, 1997.
- [87] D. W. Shin, J. Degauque, and B. Astie. Magnetomechanical behavior of pure Fe, Ni and 49Fe–49Co–2V. Journal of magnetism and magnetic materials, 215:165–167, 2000.
- [88] G. W. Smith and J. R. Birchak. Effect of internal stress distribution on magnetomechanical damping. *Journal of Applied Physics*, 39(5):2311–2316, 1968.
- [89] G. W. Smith and J. R. Birchak. Internal stress distribution theory of magnetomechanical hysteresis-an extension to include effects of magnetic field and applied stress. *Journal of Applied Physics*, 40(13):5174–5178, 1969.
- [90] M. Soultan. Approche du bruit magnétomécanique, application au suivi de la fatigue en flexion rotative. PhD thesis, INSA Lyon, 2004.
- [91] M. Soultan, X. Kleber, J. Chicois, and A. Vincent. Mechanical Barkhausen noise during fatigue of iron. NDT & E International, 39(6):493–498, 2006.
- [92] K. W. Stewart. Ferromagnetic Domains. University Press, Cambridge, 1954.

- [93] G. Sumner and K. M. Entwistle. The stress-dependent damping capacity of ferromagnetic metals. *Journal of the Iron and Steel institute*, 192:238–245, 1959.
- [94] L. J. Swartzendruber and G. E. Hicho. Effect of sensor configuration on magnetic Barkhausen observations. *Journal of Research in Nondestructive Evaluation*, 5(1):41–50, 1993.
- [95] Thysen Krupp Materials International. Material data sheet P91/T91, 2010.
- [96] S. Tiitto and S. Saynajakangas. Spectral damping in Barkhausen noise. IEEE Transactions on Magnetics, 11(6):1666–1672, 1975.
- [97] H. Träuble. Magnetisierungskurve der Ferromagnetika. w Moderne Probleme der Metallphysik, pages 157–475. Springer, 1966.
- [98] E. P. T. Tyndall and J. M. B. Kellogg. Note on the Barkhausen effect under mechanical stress. *Physical Review*, 30(3):354, 1927.
- [99] F. Vicena. On the connection between the coercive force of a ferromagnetic and internal stress. *Czechoslovak Journal of Physics*, 4(4):436–438, 1954.
- [100] F. Vicena. On the influence of dislocations on the coercive force of ferromagnetics. *Czechoslovak Journal of Physics*, 5(4):499–501, 1955.
- [101] G. K. Williamson and W. H. Hall. X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram. Acta metallurgica, 1(1):22–31, 1953.
- [102] P. J. Withers and P. J. Webster. Neutron and synchrotron X-ray strain scanning. *Strain*, 37(1):19–33, 2001.
- [103] A. K. Wong. Stress distribution: analysis using thermoelastic effect. w H K J Buschow, editor, *Encyclopedia of Materials*, volume 210. Trans Tech Publ, 2001.
- [104] R. J. Young. Residual stresses: measurement by Raman shifts. w H K J Buschow, editor, *Encyclopedia of Materials*, volume 210. Trans Tech Publ, 2001.

XXVI

[105] K. Zschiesche. Über magnetoelastische Effekte. Zeitschrift für Physik A Hadrons and Nuclei, 11(1):201–214, 1922.

XXVII

Streszczenie w języku polskim

Mechaniczny efekt Barkhausena, właściwości oraz wykorzystanie do wyznaczania funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych

Dysertacja dotyczy zjawiska mechanicznego efektu Barkhausena (MeBN) i jego wykorzystania do wyznaczania funkcji rozkładu naprężeń wewnętrznych, $N(\sigma)$, w stalach ferromagnetycznych. MeBN jest to zjawisko indukowania impulsów napięciowych w cewce stykającej się z lub nawiniętej na ferromagnetyk poddany działaniu zmiennego naprężenia. Jest to efekt reorganizacji struktury magnetycznej pod wpływem naprężenia, podczas którego granice domen magnetycznych typu nie-180° (GD) przemieszczają się skokowo w nowe pozycje równowagi. Towarzysząca temu zdarzeniu emisja MeBN jest jeszcze nadal stosunkowo mało poznanym źródłem informacji o rozkładzie składników mikronaprężenia określanych w literaturze jako σ_{III} . Mają one charakter krótkozasięgowy i towarzyszą defektom struktury. W ramach tej dysertacji opracowany został układ pomiarowy pozwalający na pomiar emisji MeBN z dużą rozdzielczością i wysokim stosunkiem sygnału do szumów. Zidentyfikowany został problem wpływu prędkości zmian naprężenia na natężenie emisji MeBN, v_{σ} , oraz opracowana została procedura pozwalająca na uzyskanie wyników niezależnych od v_{σ} . Opracowany został fenomenologiczny model zależności emisji MeBN od zadawanego naprężenia. Pozwala on na wyznaczenie funkcji rozkładu wartości naprężenia potrzebnego do odkotwiczenia GD od bariery, oddzielając je od wartości naprężenia potrzebnego do przemieszczenia GD. Było to niemożliwe w dotychczas wykorzystywanych modelach, takich jak np. model Smitha i Birchaka. Na tej podstawie została opisana metoda analizy wyników pomiarów emisji MeBN pozwalająca na wyznaczanie $N(\sigma)$. Wytworzone i zbadane zostały serie próbek stalowych o możliwie najbardziej zróżnicowanym stanie naprężenia wewnętrznego. Zaobserwowany został po raz pierwszy wpływ makronaprężenia wewnętrznego, σ_I , na emisję MeBN. Jego wielkość została oszacowana za pomocą opisanego w tej dysertacji modelu. Porównanie wyników dotyczących oceny mikronaprężenia wewnętrznego uzyskanego przez analizę wyników MeBN, dyfrakcji promieni rentgenowskich oraz pomiarów twardości, H_V , i pola koercji magnetycznej, H_C , pozwala uwiarygodnić zastosowane metody analizy.

Streszczenie w języku angielskim

Mechanical Barkhausen noise, its properties and application to evaluation of internal stress distribution function

This dissertation concerns mechanical Barkhausen noise (MeBN) and its application to evaluation of internal stress distribution function, $N(\sigma)$, in ferromagnetic steels. MeBN is a phenomen of inducing of voltage pulses in a coil surrounding or adjacent to a ferromagnetic material subjected to time-varying mechanical load. Its cause are the irreversible and abrupt motions of non-180° magnetic domain walls (DW) under the influence of external stress, which are being pinned and unpinned from structural defects. The emission of MeBN pulses that accompanies these events is still a not well understood source of information on distribution of microstresses referred to as σ_{III} in the literature. These microstresses are short-ranged and they are associated with structural defects. Within this dissertation an experimental apparatus was designed that allows for a precise measurement of MeBN emission with high signal-to-noise ratios. A problem of the influence of the rate of change of stress, v_{σ} , on intensity of MeBN was identified and a corrective procedure that allows to produce results independent of v_{σ} was devised. A phenomenological model of the influence of stress on MeBN emission was developed and studied. It allows to obtain internal stress distribution function $N(\sigma)$ that concerns stresses that are separated from stresses that are associated with movement of DW and which are only linked with depinning stresses (σ_{III}). This wasn't possible using previous models developed for MeBN and magnetomechanical hysteresis description, such as the Smith and Birchak model. This forms the basis for devising of methods of MeBN results analysis that allow to obtain $N(\sigma)$ concerning σ_{III} . Influence of internal macrostresses, σ_I on MeBN was for observed the first time. The values of σ_I were evaluated using the aforementioned model. The comparative analysis of the results of microstresses obtained with MeBN and X-ray diffraction methods and also mechanical hardness H_V and magnetic coercivity H_C values allows one to validate the developed methods of MeBN analysis.