



mgr inż. Katarzyna Makowska

Instytut Transportu Samochodowego

PRACA DOKTORSKA

**Metodyka oceny stanu uszkodzenia materiałów
poddawanych laboratoryjnie symulowanym
obciążeniom eksploatacyjnym**

Promotor:

prof. dr hab. inż. Zbigniew L. Kowalewski

Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN

Warszawa

2014

*Składam podziękowania mojemu Promotorowi,
Panu prof. dr hab. inż. Zbigniewowi Kowalewskiemu za poświęcony
mi czas, przekazaną wiedzę oraz opiekę merytoryczną, a także Wszystkim,
którzy przyczynili się do powstania niniejszej pracy.*

*Dziękuję również Dyrekcji
za możliwość zrealizowania doktoratu w Instytucie Transportu Samochodowego.*

Spis treści

	<i>Streszczenie/Abstract</i>	5
	<i>Spis symboli</i>	8
	<i>Wprowadzenie</i>	9
1.	Analiza rozwoju uszkodzenia materiałów poddawanych wybranym rodzajom obciążenia – stan zagadnienia.....	11
1.1.	Problem rozwoju uszkodzenia materiałów w ujęciu metod niszczących.....	11
1.2.	Wybrane aspekty degradacji mikrostrukturalnej w warunkach obciążeń mechanicznych.....	17
1.3.	Badania ultradźwiękowe.....	23
1.4.	Badania magnetyczne.....	26
1.4.1.	Struktura domenowa materiałów ferromagnetycznych.....	27
1.4.2.	Procesy magnesowania ferromagnetyków.....	34
1.4.3.	Zjawisko Barkhausena i emisja magnetoakustyczna.....	36
1.4.4.	Przemieszczanie się granicy domenowej.....	41
1.4.5.	Przeszkody w przemieszczaniu się ścian domenowych.....	43
1.4.6.	Magnetyczne badania struktury Przykładowe zależności pomiędzy strukturą materiałów a wybranymi parametrami pochodzącymi z badań magnetycznych.....	44
1.4.7.	Wpływ naprężeń na emisję Barkhausena i emisję magnetoakustyczną.....	58
1.4.8.	Magnetyczne badania degradacji materiału.....	60
2.	Cel i tezy naukowe pracy.....	66
3.	Badany materiał oraz szczegóły przyjętej techniki pomiarowej.....	67
3.1.	Testowane materiały.....	67
3.2.	Badania wstępne.....	68
3.3.	Symulacja obciążeń eksploatacyjnych.....	71
3.4.	Badania magnetyczne.....	73
3.5.	Badania ultradźwiękowe.....	77
3.6.	Badania wytrzymałościowe oraz analiza mikrostruktury.....	80
3.6.1.	Ocena zmian właściwości mechanicznych stali obciążonej wstępnie.....	80
3.6.2.	Jakościowa ocena przełomów.....	80
3.6.3.	Ocena zmian właściwości mechanicznych stali obciążonej wstępnie.....	81
3.6.4.	Badania strukturalne metodą S/TEM.....	83
4.	Wyniki wstępnych badań charakteryzujących testowane materiały w stanie wyjściowym oraz po wstępnej deformacji.....	86
4.1.	Wyniki badań charakteryzujących początkowe właściwości testowanych materiałów.....	86
4.2.	Wyniki badań wprowadzających historię deformacji w warunkach laboratoryjnych.....	90
5.	Wyniki oceny wpływu wstępnej deformacji na rozwój uszkodzenia stali metodami magnetycznymi.....	96

6.	Ocena stopnia uszkodzenia stali metodami ultradźwiękowymi.....	131
7.	Wyniki oceny stopnia uszkodzenia stali na testów rozciągania oraz analizy przełomów.....	137
7.1.	Wyniki statycznych prób rozciągania – ocena zmian parametrów mechanicznych.....	137
7.2.	Analiza przełomów po testach rozciągania.....	149
8.	Analiza rozwoju uszkodzenia w stali na podstawie badań strukturalnych.....	157
8.1.	Wyniki badań w zakresie mikroskopii świetlnej.....	157
8.1.1.	Metalografia stali 40HNMA z płaskownika.....	157
8.1.2.	Metalografia stali 40HNMA z rurociągu.....	163
8.1.3.	Metalografia stali P91 z rurociągu.....	167
8.1.4.	Uwagi i wnioski z badań mikrostrukturalnych.....	170
8.2.	Wyniki badań w zakresie mikroskopii S/TEM.....	172
8.2.1.	Identyfikacja węglików, ich rozmieszczenie i podstawowe cechy morfologiczne.....	172
8.2.1.1.	Badania stali 40HNMA z płaskownika.....	172
8.2.1.2.	Badania stali 40HNMA z rurociągu po eksploatacji.....	176
8.2.1.3.	Wnioski dotyczące badań węglików.....	180
8.2.2.	Mikrostruktura dyslokacyjna stali 40HNMA po symulowanych obciążeniach laboratoryjnych.....	180
8.2.3.	Mikrostruktura domenowa.....	183
9.	Opracowanie wzajemnych związków pomiędzy udziałem pustek, właściwościami mechanicznymi a parametrami wyznaczonymi na podstawie badań nieniszczących.....	196
9.1.	Związki pomiędzy udziałem pustek a parametrami pochodzącymi z badań nieniszczących.....	196
9.2.	Związki pomiędzy parametrami pochodzącymi z badań mechanicznych i nieniszczących.....	201
9.2.1.	Całka wyznaczona z obwiedni sygnału napięciowego szumu Barkhausena.....	201
9.2.2.	Amplituda wyznaczona z obwiedni sygnału napięciowego szumu Barkhausena.....	206
9.2.3.	Całka wyznaczona z obwiedni sygnału napięciowego emisji magnetoakustycznej.....	211
9.2.4.	Amplituda wyznaczona z obwiedni sygnału napięciowego emisji magnetoakustycznej.....	215
9.2.5.	Pole koercji.....	222
9.2.6.	Indukcja nasycenia.....	225
9.2.7.	Współczynnik dwójłomności akustycznej.....	229
9.2.8.	Wnioski dotyczące związków pomiędzy parametrami wyznaczonymi na podstawie badań nieniszczących i statycznej próby rozciągania.....	232
10.	Syntetyczna analiza wyników badań oraz weryfikacja tez pracy.....	234
11.	Podsumowanie i wnioski końcowe.....	244
	<i>Bibliografia</i>	246

Streszczenie

Niniejsza rozprawa doktorska jest głównie poświęcona analizie związków parametrów wyznaczonych na podstawie badań nieniszczących i niszczących. Stale do zastosowań w podwyższonych temperaturach poddano początkowo pełzaniu lub deformacji plastycznej. Każdy z tych procesów był przerywany dla różnych etapów zaawansowania w celu otrzymania materiałów o różnym stopniu wyeksploatowania. Następnie, dla wstępnie odkształconych próbek wykonano badania zmian obwiedni szumu Barkhausena, emisji magnetoakustycznej, a także badania pętli histerezy magnetycznej. Zmiany te wyrażono za pomocą wybranych parametrów. Przeprowadzono również ultradźwiękowe badania, które wykorzystano do określenia współczynnika dwójłomności akustycznej oraz współczynnika elastoakustycznego. Wymienione powyżej parametry stosowano do oceny rozwoju uszkodzenia. Ponadto uszkodzenie materiału identyfikowano za pomocą parametrów wyznaczonych na podstawie wyników ze statycznej próby rozciągania oraz udziału pustek w stali. Przeprowadzono badania struktury krystalicznej i domenowej materiałów w zakresie skaningowej, transmisyjnej elektronowej mikroskopii S/TEM. Efektem końcowym pracy było opracowanie wzajemnych związków pomiędzy parametrami wyznaczonymi za pomocą niszczących i nieniszczących metod badawczych.

Abstract

This dissertation is mainly devoted to the analysis of the relationships determined by means of non-destructive and destructive methods. The steels for usage at elevated temperatures were firstly subjected to prior creep or plastic deformation. Each of these processes was interrupted for a range of the selected periods in order to achieve materials with varying degrees of exploitation. Then, on the pre-deformed specimens the changes of the Barkhausen noise and magnetoacoustic emission envelopes, as well as magnetic hysteresis loop variations were investigated. The changes were expressed by means of the selected parameters. Ultrasonic investigations were also carried out in order to determine the acoustic birefringence coefficient and elastoacoustic coefficient. Both of them were applied in assessments of damage development. Furthermore, a damage of the materials was identified using the basic parameters of static tensile test and voids content variation due to loading in the tested steel. The crystalline and domain structures of the materials in the range of scanning, transmission electron microscopy S/TEM were analysed. Finally, the relationships between the parameters determined from non-destructive and destructive testing methods were examined.

Spis symboli

T_m	temperatura topnienia
κ	miara uszkodzenia Kachanova
A_{ef}	efektywne pole przekroju
A_0	początkowe pole przekroju
ω	miara uszkodzenia Rabotnova
ν	stała materiałowa w prawie ewolucji uszkodzenia Rabotnova
η	stała materiałowa w prawie ewolucji uszkodzenia Rabotnova
$\dot{\epsilon}_0$	stała materiałowa w prawie ewolucji uszkodzenia Rabotnova
$\dot{\omega}_0$	stała materiałowa w prawie ewolucji uszkodzenia Rabotnova
σ_0	stała materiałowa w prawie ewolucji uszkodzenia Rabotnova
ω_1	miara uszkodzenia Othmana, Hayhursta i Dysona w modelu, w którym głównym mechanizmem sterującym procesem pełzania jest multiplikacja i ruch dyslokacji
ρ_i	początkowa gęstość dyslokacji
ρ	bieżąca gęstość dyslokacji
C	parametr odzwierciedlający skłonność materiału do przechodzenia w trzecie stadium pełzania w modelu uszkodzenie Othmana, Hayhursta i Dysona
ϵ	odkształcenie
ω_2	miara uszkodzenia Othmana, Hayhursta i Dysona w modelu, w którym głównym mechanizmem osłabienia materiału na skutek pełzania jest międzykrystaliczne zarodkowanie i wzrost pustek na granicach ziaren
ϵ_u	wartość odkształcenia przy zniszczeniu podczas jednoosiowego rozciągania
$\left(\frac{\sigma_1}{\sigma_e}\right)^v$	parametr uwzględniający rodzaj stanu naprężenia w prawie ewolucji Othmana, Hayhursta i Dysona, dotyczącym międzykrystalicznego zarodkowania i wzrostu pustek na granicach ziaren jako głównego mechanizmu osłabienia materiału
$\dot{\omega}_3$	prędkość rozwoju pustek w prawie Li, Bilby'ego i Howarda
$\dot{\epsilon}_m$	minimalna prędkość pełzania w prawie Li, Bilby'ego i Howarda
r_h	promień pustki w prawie Li, Bilby'ego i Howarda
l	głębokość rozprzestrzeniania się pustek w prawie Li, Bilby'ego i Howarda
B_{ak}	dwójłomność akustyczna
V_{Tp}	prędkość fali poprzecznej spolaryzowanej prostopadle do kierunku maksymalnych naprężeń rozciągających
V_{Tr}	prędkość fali poprzecznej spolaryzowanej równoległe do kierunku maksymalnych naprężeń rozciągających
t_{Tr}	czas przejścia przez grubość materiału fali poprzecznej spolaryzowanej równoległe kierunku maksymalnych naprężeń rozciągających
t_{Tp}	czas przejścia przez grubość materiału fali poprzecznej spolaryzowanej prostopadle kierunku maksymalnych naprężeń rozciągających
V_σ	prędkość przejścia fali ultradźwiękowej w materiale naprężonym
V_0	prędkość przejścia fali ultradźwiękowej w materiale nie naprężonym
t_0	czas przejścia przez ustalony odcinek drogi w materiale nie naprężonym

t_σ	czas przejścia przez ustalony odcinek drogi w materiale naprężonym
β	współczynnik elastoakustyczny
l_0	baza pomiarowa próbki
σ	naprężenie
R_{at}	odległość między atomami
r_{3d}	promień zewnętrznej powłoki elektronowej, tu 3d
J	całka wymiany, będąca różnicą pomiędzy energią dla równoległej i antyrównoległej konfiguracji spinów
N	całkowita liczba spinów w kryształ
i, j	numeracja węzłów sieci krystalicznej
\vec{S}_i, \vec{S}_j	wektory reprezentujące spiny atomów w i-tym i j-tym węzle sieci
E_w	energia wymiany
z	tzw. przybliżenie najbliższych sąsiadów; oznacza, że wzór (12) uwzględnia oddziaływanie każdego spinu tylko z najbliższymi sąsiadami w liczbie 'z', czyli sumowanie we wzorze (12) obejmuje każdą parę spinów tylko raz
φ	kąt pomiędzy wektorami \vec{S}_i i \vec{S}_j
E_s	energia magnetostaticzna
\vec{H}	natężenie pola magnetycznego
\vec{H}_d	natężenie pola odmagnesowującego
\vec{M}	wektor magnetyzacji
a	promień elipsoidy w opisie magnetyzacji próbki
c	promień elipsoidy w opisie magnetyzacji próbki
N_d	współczynnik rozmagnesowania
$\Delta N = N_a - N_c$	różnica współczynników kształtu odpowiadających promieniom a i c elipsoidy
K_s	stała anizotropii kształtu
K_1, K_2	stałe anizotropii magnetokrystalicznej
θ	kąt pomiędzy wektorem namagnesowania i wyróżnioną osią
E_a	energia magnetokrystaliczna
E_m	energia magnetosprężysta
α_i, γ_i	kosinusy kierunkowe wektora lokalnego namagnesowania \vec{J}_s i naprężenia $\vec{\sigma}$ względem kierunków krystalograficznych
λ_{100} i λ_{111}	stałe magnetostrykcji dla kierunków krystalograficznych odpowiednio $\langle 100 \rangle$ i $\langle 111 \rangle$
λ_s	stała magnetostrykcji materiału o magnetostrykcji izotropowej (bez wyróżnionego kierunku krystalograficznego)
\vec{J}_s	wektor namagnesowania lokalnego
ϕ	kąt pomiędzy kierunkiem wektora namagnesowania lokalnego \vec{J}_s i kierunkiem działania naprężenia $\vec{\sigma}$
E_d	energia ściany domenowej, oznaczenie ogólne
E_d^{180}	energia ściany domenowej typu 180°
E_d^{90}	energia ściany domenowej typu 90°
A	współczynnik wymiany (ang. exchange coefficient)
n	liczba atomów na jednostkę komórki elementarnej (ang. number of atoms per unit cell)

S	wartość spinu elektronu
k	stała Boltzmana
T_c	temperatura Curie
a^*	parametr sieciowy
h_B	głębokość detekcji impulsów Barkhausena
g_e	głębokość ekranowania fali elektromagnetycznej
μ_0	przenikalność magnetyczna próżni
μ_r	względna przenikalność magnetyczna ośrodka
σ_e	przewodnictwo właściwe materiału
f	częstość fali elektromagnetycznej
MBE/MBN	efekt / emisja / szum Barkhausena
MAE	emisja magnetoakustyczna / akustyczny efekt Barkhausena
p	ciśnienie wywierane na ścianę domenową
α	współczynnik zależny od typu granicy: dla granicy typu „180°” $\alpha = 2$, a dla granicy typu „90°” $\alpha = \sqrt{2}$
ψ	kąt pomiędzy wektorem natężenia pola magnetycznego \vec{H} i różnicą wektorów magnetyzacji \vec{M}
d	wielkość ziarna, parametr mikrostrukturalny
R_{in}	relatywna intensywność sygnału Barkhausena na granicy ziaren
P_{GB}	sygnał Barkhausena zmierzony na granicy pomiędzy ziarnami
P_{AVG}	średnia z dwóch sygnałów Barkhausena P_A i P_B zmierzonych w dwóch ziarnach materiału oddzielonych od siebie granicą
C_g	stała
F	siła rozciągająca
A_{pop}	przekrój poprzeczny
t_L	czas przejścia fali ultradźwiękowej pomiędzy głowicą nadawczą i odbiorczą
B	indukcja magnetyczna
h	grubość próbki
β_L	kąt Lorenza
v	prędkość elektronu
m	masa elektronu
Δf	odległość ogniska soczewki od próbki
λ	długość fali
Δx	odległość pomiędzy prążkami dyfrakcyjnymi
R^2	współczynnik dopasowania

Wprowadzenie

Współcześnie znanych jest wiele metod badań niszczących i nieniszczących, których wyniki określają stan uszkodzenia różnych elementów czy urządzeń. Do badań niszczących należą na przykład testy wytrzymałościowe i mikroskopia świetlna, natomiast do metod nieniszczących można zaliczyć badania ultradźwiękowe, radiograficzne, magnetyczne, metodę prądów wirowych i wiele innych. Wspólną cechą dużej części badań nieniszczących jest fakt, że w oparciu o nie określa się zwykle ostatnie stadium procesu uszkodzenia materiału. Dlatego też prowadzi się ciągle prace nad metodami, które pozwoliłyby na określanie degradacji materiału, z którego zbudowany jest dany element, już we wczesnym etapie procesu jego niszczenia. Metody te oparte są między innymi na pomiarze anizotropii akustycznej w technice ultradźwiękowej oraz na badaniach szumów Barkhausena i emisji magnetoakustycznej w technice magnetycznej.

W niniejszej pracy zaproponowano nowe podejście do oceny stanu degradacji materiału, ze szczególnym uwzględnieniem początkowego etapu uszkodzenia stali, polegające na opracowaniu związków między odkształceniem trwałym, naprężeniowymi parametrami mechanicznymi, parametrami strukturalnymi a wybranymi parametrami otrzymanymi w wyniku stosowania metod nieniszczących.

Badane zagadnienie jest bardzo ważne z punktu widzenia bezpieczeństwa eksploatacji różnego typu urządzeń lub instalacji. Opracowane związki pomiędzy odkształceniem trwałym/właściwościami mechanicznymi a parametrami pochodzącymi z badań nieniszczących mogą przyczynić się do wcześniejszego wykrywania uszkodzeń materiału, występujących pod wpływem obciążeń eksploatacyjnych oraz prognozowania dalszych zmian w materiale. Dodatkowo, w przyszłości, po przeprowadzeniu dalszych gruntownych badań, związki te mogą pozwolić na ograniczanie postojów inspekcyjnych urządzeń wykorzystywanych w różnych gałęziach przemysłu, np. w energetyce.

W pracy skoncentrowano się na strukturalnej degradacji stali petrochemicznych i energetycznych, wywołanej procesem pełzania lub deformacją plastyczną. Przy doborze materiału badawczego i prób pełzania jako procesu degradacji materiału kierowano się istnieniem aktualnych problemów eksploatacyjnych występujących w warunkach

obciążeń mechanicznych. Praca zatem wychodzi naprzeciw zainteresowaniom specjalistów zajmujących się problemami eksploatacji, a ściślej materiałami (i ich charakterystykami użytkowymi), które są stosowane w przemyśle petrochemicznym bądź energetycznym. Podjęto również decyzję o wprowadzeniu do programu badań mechanicznych deformacji plastycznej w celu porównania otrzymanych charakterystyk materiałowych z punktu widzenia różnych mechanizmów deformacji, występujących podczas tych dwóch różnych rodzajów obciążenia mechanicznego materiałów.

1. Analiza rozwoju uszkodzenia materiałów poddawanych wybranym rodzajom obciążenia – stan zagadnienia

1.1. Problem rozwoju uszkodzenia materiałów w ujęciu metod niszczących

Problem degradacji mikrostruktury i właściwości mechanicznych materiałów poddanych obciążeniom eksploatacyjnym stanowi bardzo istotne zagadnienie z punktu widzenia bezpieczeństwa użytkowania konstrukcji inżynierskich. Wśród tych obciążeń można wyróżnić statyczne, wywołujące proces pełzania zachodzący głównie przy stałym naprężeniu i zwykle w podwyższonej temperaturze, oraz na obciążenia cyklicznie zmienne, prowadzące do rozwoju procesu zmęczenia. Niniejsza praca dotyczy oceny rozwoju uszkodzenia wywołanego procesem pełzania.

Pełzanie ma istotny wpływ na zachowanie czystych metali w temperaturze powyżej $0,3T_m$, a dla stopów w temperaturach przekraczających $0,4T_m$, gdzie T_m jest temperaturą topnienia wyrażoną w stopniach Kelvina [Kowalewski, 2005, (1)]. Przebieg procesu można podzielić na trzy wyraźne etapy. W pierwszym prędkość odkształcania stopniowo maleje, w drugim przyjmuje ona wartość ustaloną, natomiast w trzecim etapie prędkość odkształcania zwiększa się, prowadząc do utraty spójności materiału i w konsekwencji do jego zniszczenia/zerwania [Ashby, Dyson, 1984]. Istnieją dwa podejścia teoretyczne dotyczące opisu procesu pełzania: fenomenologiczne (mechaniczne) oraz fizyczne (mikrostrukturalne).

Pierwsze fenomenologiczne podejście do opisu uszkodzenia przy pełzaniu zakładało skalarną miarę uszkodzenia przy procesie prowadzonym dla wartości naprężenia wyraźnie niższym od granicy plastyczności, [Kachanov, 1952]. Parametr ten stanowi iloraz efektywnego pola przekroju, uwzględniającego zmniejszenie początkowego pola przekroju o powierzchnię pustek oraz początkowego pola przekroju badanej próbki.

$$\kappa = \frac{A_{ef}}{A_0} \quad 1 \geq \kappa \geq 0 \quad (1)$$

gdzie:

A_{ef} – efektywne pole przekroju,

A_0 – początkowe pole przekroju.

Parametr ten przyjmuje wartość od 1 dla materiału bez defektów, przed obciążeniem, do 0 przy zniszczeniu materiału [Kowalewski, 2005, (1)]. Można go wyznaczyć jedynie na podstawie badań metalograficznych. Ze względu na niszczący

charakter tej metody, wykonanie takiej analizy jest bardzo pracochłonne [Dietrich, 2003] z uwagi na preparatykę złądów.

Rabotnov zmodyfikował parametr uszkodzenia Kachanova wprowadzając dopelnienie, które nadaje mu fizyczną interpretację. Oznacza powierzchnię zajmowaną w danej chwili przez defekty, która jest odniesiona do pola przekroju początkowego bez uszkodzeń [Kowalewski, 2005, (1)].

$$\omega = 1 - \kappa = \frac{A_0 - A_{ef}}{A_0} \quad 0 \leq \omega \leq 1 \quad (2)$$

Rabotnov nie tylko zmodyfikował parametr Kachanova, lecz również zaproponował prawo ewolucji uszkodzenia w postaci:

$$\frac{\dot{\omega}}{\dot{\omega}_0} = \frac{1}{(1 - \omega)^\eta} \cdot \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^\nu \quad (3)$$

gdzie:

$\nu, \eta, \dot{\epsilon}_0, \dot{\omega}_0, \sigma_0$ – stałe materiałowe

Propozycje Kachanova i Rabotnova uznano za początek kontynuualnej mechaniki uszkodzeń. Ich modele pełzania oraz ich następne modyfikacje [Hayhurst, 1983], [Dunne et al., 1990], [Dunne, Hayhurst, 1991] dotyczyły jednak jednoosiowego stanu naprężenia, podczas gdy większość elementów konstrukcji narażonych na pełzanie pracuje przy wieloosiowych obciążeniach. Stąd też wielu badaczy w swoich rozważaniach dotyczących pełzania uwzględnia złożone stany naprężenia [Hayhurst, 1972], [Findley et al., 1976], [Murakami, Sanomura, 1985], [Lin et al., 1993], [Kowalewski et al., 1994].

Drugie bardzo często stosowane podejście do opisu uszkodzenia wskutek pełzania ma charakter fizyczny i zakłada wyjaśnienie zjawiska na drodze zmian mikrostruktury materiałów, uwzględniając rozmaite rzeczywiste mechanizmy w nich zachodzące, jak na przykład procesy zarodkowania i wzrostu pustek. Jedną z bardziej znanych koncepcji fizycznych stanowi model zaproponowany przez Greenwooda [Greenwood, 1973], opracowany na podstawie jednoosiowych prób pełzania miedzi w temperaturze 500°C. Model ten uogólnili na złożone stany naprężenia Hayhurst i Leckie [Leckie, Hayhurst, 1977]. Drugim bardziej znanym modelem opierającym się na fizyce zjawisk podczas pełzania jest model Dysona-McLeana [Dyson, McLean, 1977]. Jego autorzy zrealizowali próby pełzania dla stopu Nimonic 80A, w temperaturze 750°C, w

warunkach jednoosiowego rozciągania i czystego skręcania. Wymienione modele stały się podstawą do budowy bardziej zaawansowanych modeli uszkodzenia, do których wprowadzano więcej niż jedną zmienną uszkodzenia. Jest to zgodne z obserwacjami mikrostruktury materiałów, ponieważ uszkodzenie zwykle rozwija się wskutek działania co najmniej kilku mechanizmów [Kowalewski, 2005, (1)].

Othman, Hayhurst i Dyson [Othman et al., 1993] zaproponowali model z dwiema zmiennymi uszkodzenia. Ma on zastosowanie do superstopów niklu, które jako materiał na łopatki silników lotniczych są szczególnie narażone na pełzanie. Model ten, w którym założono, że multiplikacja i ruch dyslokacji jest głównym mechanizmem sterującym proces pełzania, można opisać za pomocą równania:

$$\frac{d\omega_1}{dt} = C \cdot \frac{d\varepsilon}{dt} \quad (4)$$

przy czym:

$$\omega_1 = 1 - \frac{\rho_i}{\rho} \quad (5)$$

gdzie:

ρ_i – początkowa gęstość dyslokacji,

ρ – bieżąca gęstość dyslokacji,

C – parametr odzwierciedlający skłonność materiału do przechodzenia w trzecie stadium pełzania,

ε – odkształcenie.

Należy zwrócić uwagę na fakt, że wymieniony mechanizm opisuje zjawisko osłabienia materiału, które prowadzi do wzrostu prędkości pełzania, natomiast nie charakteryzuje rodzaju jego zniszczenia [Kowalewski, 2005, (1)].

Drugim mechanizmem odpowiedzialnym za osłabienie tych stopów jest międzykrystaliczne zarodkowanie i wzrost pustek na granicach ziaren [Othman et al., 1993]. W tym przypadku ewolucję zmiennej uszkodzenia można zapisać w postaci:

$$\frac{d\omega_2}{dt} = \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_e} \right)^v \cdot \frac{\dot{\varepsilon}_e}{3\varepsilon_u} \quad (6)$$

gdzie:

ε_u – wartość odkształcenia przy zniszczeniu podczas jednoosiowego rozciągania,

$\left(\frac{\sigma_1}{\sigma_e}\right)^v$ – parametr uwzględniający rodzaj stanu naprężenia.

W modelu tym proces zarodkowania pustek jest sterowany przez prędkość zarodkowania. Prędkość ta jest zależna liniowo od prędkości odkształcenia. Również zmienna uszkodzenia jest proporcjonalna do parametru określającego typ stanu naprężenia $(\sigma_1 / \sigma_e)^v$. Należy jednak zwrócić uwagę na to, że w literaturze brakuje danych umożliwiających wiarygodną ocenę wpływu stanu naprężenia na proces zarodkowania pustek [Kowalewski, 2005, (1)].

Li wraz ze współpracownikami [Li et al., 1994] scharakteryzowali miarę uszkodzenia, która uwzględnia rozrost utworzonych pustek:

$$\dot{\omega}_3 = [1/(1 - \omega_3)^n - (1 - \omega)] \cdot \dot{\varepsilon}_m \quad (7)$$

przy czym:

$$\omega_3 = r_h^2 / l^2 \quad (8)$$

gdzie:

$\dot{\omega}_3$ – prędkość rozwoju pustek,

$\dot{\varepsilon}_m$ – minimalna prędkość pełzania,

r_h – promień pustki,

l – głębokość rozprzestrzeniania się pustek.

Przytoczone literaturowe modele pełzania uwzględniają uszkodzenie materiału za pomocą zmiennych o charakterze skalarnym. Opisują one degradację materiałów w przypadku obciążeń proporcjonalnych. Jednak wiele badań dowiodło, że w materiale poddanym pełzaniu rozwijają się ukierunkowane mikropęknięcia [Hayhurst, 1972], [Dyson et al., 1976], [Dyson, McLean, 1977], [Hayhurst, 1972]. Anizotropowy charakter uszkodzenia potwierdziły jednoznacznie próby pełzania miedzi pod obciążeniem nieproporcjonalnym [Hayhurst et al., 1980], [Trąmpczyński, 1985]. Cienkościenne próbki miedziane poddano działaniu stałej siły osiowej, a także zmiennemu momentami skręcającemu. Stwierdzono, że w każdym z analizowanych stanów naprężenia uszkodzenie rozwijało się w różnych płaszczyznach, które odpowiadały maksymalnym naprężeniom rozciągającym. Ponadto zaobserwowano, że czas do zniszczenia przy takim samym obciążeniu był prawie dwukrotnie dłuższy niż w standardowej próbie jednoczesnego rozciągania i skręcania.

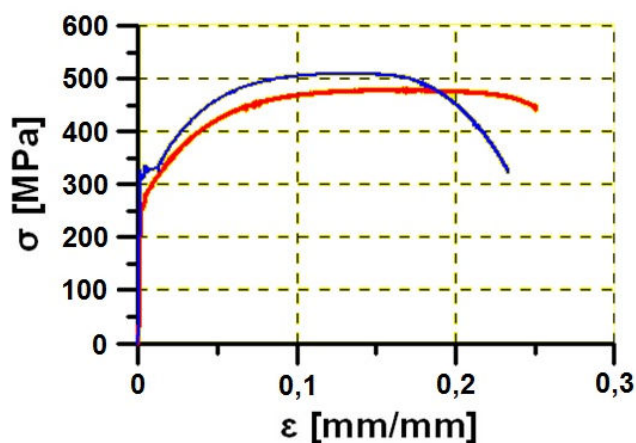
Kierunkowo rozwijające się w materiale mikropęknięcia powodują anizotropowość jego makroskopowych właściwości mechanicznych. Stąd też zaproponowano zmienne uszkodzenia o charakterze wektorowym oraz tensorowym. Ze względu na ścisłe powiązanie układu mikropęknięć z tensorem naprężenia opisującym stan materiału [Hayhurst et al., 1980], [Trąmpczyński, 1985] do opisu uszkodzenia wydaje się być szczególnie przydatna zmienna tensorowa, którą zaproponowali w swojej pracy Vakulenko i Kaczanov [Vakulenko, Kachanov, 1979]. Zmienna tensorowa została rozwinięta przez autorów następujących prac: [Murakami, Ohno, 1980], [Leckie F.A., Onat, 1981], [Betten, 1983]. W połączeniu z teorią funkcji tensorowych jest ona obiecującym narzędziem przy opisie uszkodzenia materiałów poddanych pełzaniu w warunkach wieloosiowych stanów naprężenia. Jednak przy sformułowaniu równań konstytutywnych może się okazać, że zmienna ta będzie zawierać zbyt dużą liczbę stałych materiałowych, których weryfikacja doświadczalna będzie utrudniona.

W odpowiedzi na trudności w wyznaczeniu większej reprezentacji stałych materiałowych, Litewka [Litewka, 1989], [Litewka, Hult, 1989] zaproponował nowy model uszkodzenia wskutek pełzania, wykorzystujący również zmienną tensorową. Zupełnie nowe podejście do opisu degradacji materiału polega na tym, że trzeci etap pełzania jest traktowany jako wynik obniżenia sztywności oraz wytrzymałości materiału na skutek degradacji jego struktury. Należy podkreślić, że model Litewki zawiera tylko dwie stałe materiałowe określające właściwości materiału, tj. wytrzymałość na rozciąganie i współczynnik Poissona oraz tylko jedną stałą, określającą rozwój uszkodzenia w czasie. Wadą tego modelu jest to, że odnosi się do materiałów idealnie sprężysto-plastycznych, oraz że charakteryzuje się brakiem ścisłego powiązania z fizycznymi mechanizmami osłabienia, które sterują deformacją wskutek pełzania.

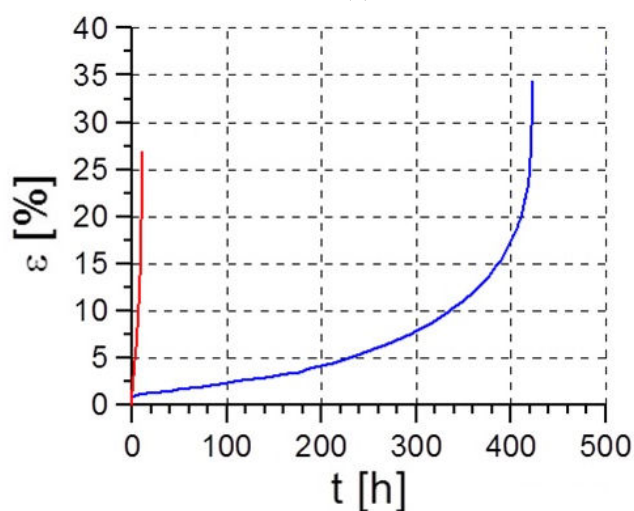
Przytoczone modele opisu zjawiska pełzania wskazują na jego dużą złożoność, wymuszającą prowadzenie zaawansowanych badań doświadczalnych równoległe z rozwojem modeli teoretycznych. Dlatego też w badaniach o charakterze doświadczalnym podejmowano różne próby oceny degradacji materiałów po pełzaniu za pomocą różnych technik niszczących. Jako pierwszą z nich można wymienić metodę badawczą polegającą na analizie ewolucji powierzchni plastyczności. Powierzchnia plastyczności jest zbiorem punktów usytuowanych w przestrzeni naprężenia, które reprezentują wartości naprężenia odpowiadające jednakowej wartości odkształcenia [Kowalewski, 2005, (1)]. Przeważnie, powierzchnie plastyczności, ze względu na koszt

oraz trudności wykonania badań w przestrzennym stanie naprężenia, określa się doświadczalnie dla płaskich stanów naprężenia [Kowalewski, 2005, (1)].

Istnieje wiele sposobów wyznaczania powierzchni plastyczności [Ikegami, 1975], [Hecker, 1976], [Trąmpczyński, 1992]. Najczęściej stosowane są dwie metody. W pierwszej wykorzystuje się wiele próbek. W tym przypadku każdy punkt powierzchni reprezentujący określony dany stan naprężenia jest wyznaczany na osobnej próbce. Natomiast w drugiej metodzie obciąża się tylko jedną próbkę, w celu uzyskania zadanego odkształcenia trwałego (tzw. offsetu) dla kolejnych kierunków określonych w dwuwymiarowej przestrzeni naprężenia (σ , τ) zgodnie, bądź przeciwnie do ruchu wskazówek zegara. Lepsze wyniki jakościowe daje jednak zastosowanie pierwszej wymienionej metody, ponieważ wymiary i kształt powierzchni plastyczności nie są zakłócone przez historię kolejnych kombinacji obciążenia [Kowalewski, 2005, (1)].



(a)



(b)

Rys. 1. Porównanie krzywych rozciągania (a) oraz pełzania (b) dla stali 13HMF w stanie wyjściowym (niebieskie krzywe) oraz po 144000h eksploatacji w warunkach pełzania (czerwone krzywe)

Do oceny uszkodzenia stanu uszkodzenia materiałów można wykorzystywać oczywiście prostsze, standardowe badania mechaniczne. Można zaliczyć do nich statyczne próby rozciągania w temperaturze pokojowej i podwyższonej, próby pełzania oraz badania twardości. Dzięki współpracy z jednostkami przemysłowymi udało się pozyskać stal 13HMF, eksploatowaną wskutek pełzania przez 144 000h. Na rysunku 1 zilustrowano wyniki statycznej próby rozciągania w temperaturze pokojowej (rys. 1a) oraz próby pełzania (rys. 1b) materiału po eksploatacji, i odniesiono je do wyników stali 13HMF w stanie wyjściowym.

Wyraźnie widać, że kształt zarówno krzywych rozciągania, jak i pełzania, ulega znacznej zmianie. W przypadku statycznej próby rozciągania można łatwo zauważyć, że granica plastyczności oraz granica wytrzymałości stali po eksploatacji obniża się w porównaniu do stali w stanie wyjściowym (rys. 1b). Znacznie bardziej wyraźne zmiany zaobserwowano w przypadku krzywych pełzania. Stal 13HMF wskutek eksploatacji istotnie miała obniżoną wytrzymałość na pełzanie, mierzoną około 30-krotnym zmniejszeniem się czasu do zniszczenia w stosunku do materiału w stanie wyjściowym.

Bardzo pomocne w ocenie rozwoju uszkodzenia materiałów wskutek pełzania są również badania mikroskopowe oraz badania rentgenowskiej analizy fazowej w różnych etapach zaawansowania procesu. Badania te umożliwiają identyfikację mechanizmów deformacji i uszkodzenia materiałów. Więcej informacji o tych technikach badawczych zamieszczono w następnym punkcie pracy.

1.2. Wybrane aspekty degradacji mikrostrukturalnej w warunkach obciążeń mechanicznych

Określenie degradacji materiału związane jest zwykle z ustaleniem zarówno zmian jego mikrostruktury, jak i pogorszenia charakterystyk użytkowych w wyniku oddziaływania obciążeń mechanicznych (na przykład wywołującym proces pełzania).

Niestabilność mikrostruktury stali poddanej procesowi pełzania można wyrazić dokładniej przez określenie zmian gęstości dyslokacji, określenie zaawansowania procesów zdrowienia i rekrytalizacji, a także przez stwierdzenie, czy, a jeśli tak, to jakie wystąpiły przemiany węglików i czy nastąpiło w stali wydzielenie się faz międzymetalicznych, np. Lavesa. Istotna jest także ocena stopnia rozpadu składnika strukturalnego (np. martenzytu odpuszczonego, bainitu bądź perlitu) oraz oszacowanie zubożenia osnowy materiału w pierwiastki stopowe, głównie chrom (Cr), molibden

(Mo) i wolfram (W) [Dobrzański, 2011]. Eksploatacja stali, np. w warunkach pełzania [Kassner, 2008], [Frost et al., 1982], [Sket, 2010] powoduje niekorzystne zmiany w obszarach faz i/lub składników strukturalnych, co prowadzi do powstania w materiale pustek, mikropęknięć i ostatecznie do zniszczenia elementu konstrukcyjnego. Konsekwencją wystąpienia niekorzystnych zmian struktury jest z kolei pogorszenie właściwości mechanicznych, takich jak naprężeniowe i odkształceniowe parametry wytrzymałościowe, twardość, czy udarność [Dobrzański, 2011].

Jednym z dominujących mechanizmów pęknięcia w stali pracującej w warunkach pełzania jest międzykrystaliczne pęknięcie kawitacyjne. Pustki zarodkują w materiale na skutek poślizgu po granicach ziaren i generują się na granicach ziaren pod kątem 90° lub 45° do osi naprężenia rozciągającego [Dobrzański, 2002].

Najbardziej znane są opisane dalej mechanizmy zarodkowania mikropustek. Według pierwszego z nich (model Chena-Machlina) poślizg wzdłuż granicy ziaren wywołuje na jej uskokach naprężenia rozciągające bądź ściskające, w zależności od orientacji uskoku względem kierunku poślizgu [Wyrzykowski et al., 1999]. W przypadku, gdy w miejscu uskoku naprężenie rozciągające przekracza wytrzymałość kohezijną, ciągłość materiału zostaje naruszona i powstaje pustka. Rozciąganie pustki zwiększa istniejące pole naprężenia rozciągającego, które powstaje na skutek relaksacji składowych naprężenia stycznego na powierzchni pustki. Podobny model Gifkinsa-McLeana przedstawiony na przykład w pracy [Wyrzykowski et al., 1999] uwzględnia dodatkowo fakt utworzenia podczas pełzania uskoku, w wyniku wyjścia na powierzchnię granicy dyslokacji z wewnętrznych obszarów ziarna, spowodowanego mechanizmem poślizgu. Prawdopodobnie spiętrzenie dyslokacji powoduje wystąpienie pola naprężenia, które kumuluje się wraz z naprężeniem rozciągającym na granicach, zwiększając rozwarście pustki na uskoku granicy [Wyrzykowski et al., 1999].

Kolejny, najbardziej rozpowszechniony mechanizm zarodkowania pustek opisany w pracy [Wyrzykowski et al., 1999], polega na naruszeniu na granicach ziaren spójności powierzchni międzyfazowych osnowa-cząsteczka drugiej fazy, bądź na pękaniu tych cząsteczek. Cząsteczki drugiej fazy przeciwdziałają poślizgowi. W pobliżu cząsteczki zwiększa się koncentracja naprężenia w wyniku wyjścia dyslokacji na powierzchnię granicy, co intensyfikuje koncentrację naprężenia rozciągającego, sprzyjając tym samym zarodkowaniu pustek na cząsteczkach.

Wyróżnia się dwa główne mechanizmy rozrostu pustek – dyfuzyjny i odkształceniowy [Wyrzykowski et al., 1999], oraz mechanizmy kombinowane dyfuzyjno-odkształceniowe [Dobrzański, 2002].

Dyfuzyjny mechanizm rozrostu pustek polega na koalescencji wakansów na swobodnych powierzchniach pustek. Można go opisać za pomocą modelu migracji wakansów z granic ziaren lub za pomocą modelu migracji wakansów z obszaru ziaren. Pierwszy z nich zakłada, że naprężenia rozciągające występujące na granicach ziaren zwiększają w nich koncentrację wakansów. Naprężenie rozciągające na swobodnej powierzchni pustki jest znacznie mniejsze niż na odcinkach rozciąganej granicy przylegających do pustki. Koncentracja wakansów na swobodnej powierzchni pustki jest także mniejsza. Powstaje więc gradient koncentracji wakansów, który powoduje ich przekształcenie w pustkę i zwiększa jej wymiary [Wyrzykowski et al., 1999].

Według modelu migracji wakansów z obszaru ziaren, odkształcenie pełzania w tych obszarach przyczynia się do generacji wakansów, które mogą tworzyć się na skutek wspinania dyslokacji, bądź ruchu progów dyslokacji krawędziowych, itd. W wyniku dyfuzji objętościowej wakansy te przechodzą do pustek i powodują ich rozrost [Wyrzykowski et al., 1999].

Mechanizm odkształceniowy zakłada natomiast, że pustki rozrastają się na skutek zwiększonego poślizgu wzdłuż granic ziaren. Poślizg wzdłuż granic ziaren zachodzi równocześnie z procesem dyfuzji. Intensywne odkształcenie przygraniczne wytworzone przez poślizg wzdłuż granic ziaren generuje wakansy, które następnie przechodzą do pustek i powodują ich rozrost w kierunku poprzecznym [Wyrzykowski et al., 1999].

Na skutek obniżenia temperatury i zwiększania prędkości odkształcenia zmienia się charakter pęknięcia międzykrystalicznego od pustkowego do szczelinowego. Pękaniu międzykrystalicznemu szczelinowemu sprzyja też zwiększona wytrzymałość wewnętrznych obszarów ziaren oraz zakotwiczenie granic ziaren przez wydzielania i atomy domieszek [Wyrzykowski et al., 1999]. Szczeliny klinowe powstają w wyniku poślizgu wzdłuż granic ziaren, przeważnie w miejscach styku trzech ziaren i rozwijają się wzdłuż granic ziaren usytuowanych w przybliżeniu prostopadle do kierunku działającego naprężenia.

Rozrost szczelin klinowych można opisać za pomocą kilku modeli. Najbardziej znane to rozwój szczeliny w wyniku poślizgu wzdłuż granic ziaren, rozwój szczeliny w wyniku kondensacji wakansów w wierzchołku pęknięcia, a także rozwój szczeliny przez migrację atomów od wierzchołka szczeliny do powierzchni pęknięcia, które

powstaje w wyniku aktywowanego cieplnie rozerwania wiązań międzyatomowych. Pozostałe modele rozrostu szczelin klinowych polegają na łączeniu pęknięcia z pustkami przed szczeliną oraz rozwojem pęknięcia na skutek odkształcenia plastycznego w wierzchołku szczeliny [Wyrzykowski et al., 1999].

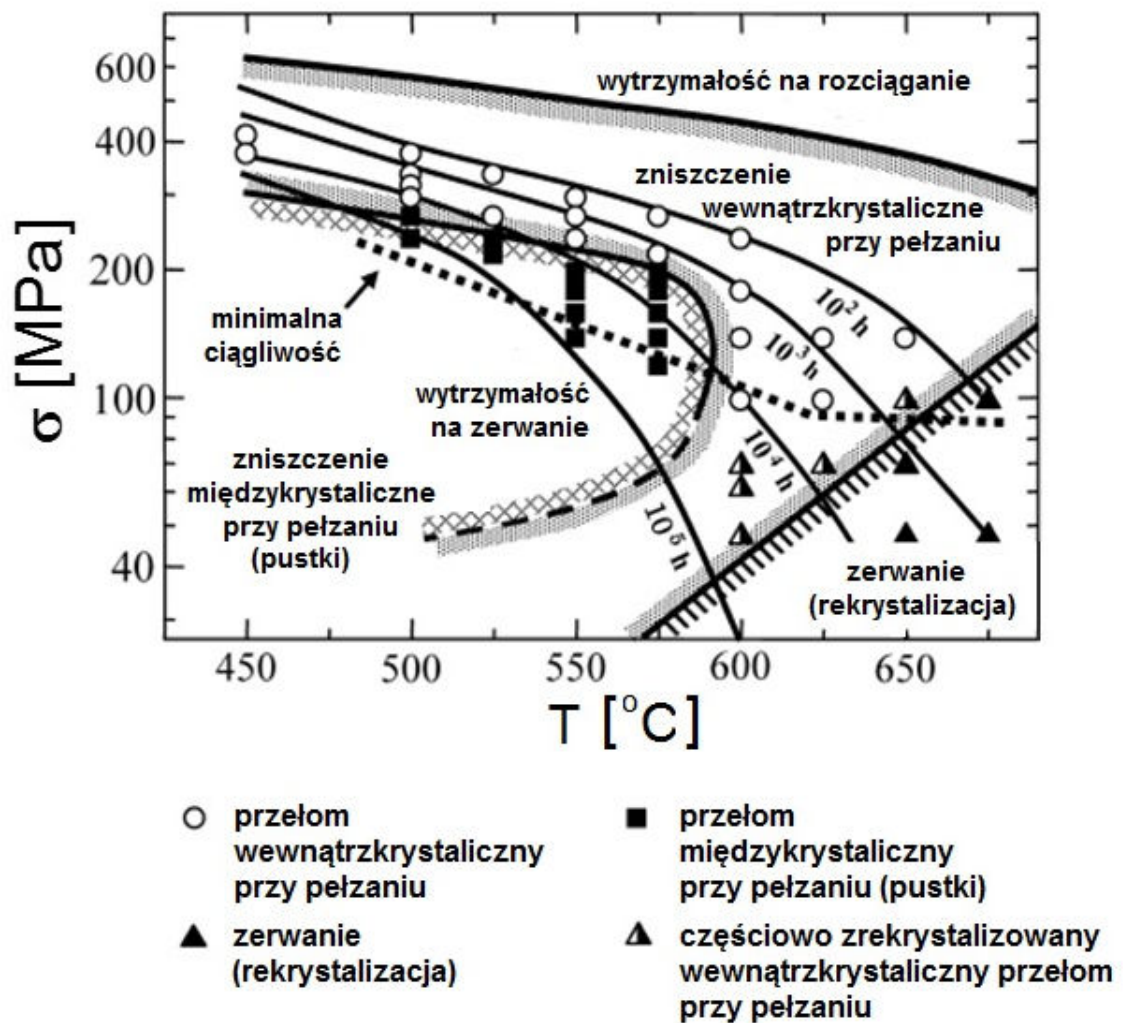
W przypadku dominującego międzykrystalicznego pęknięcia kawitacyjnego przekroczenie krytycznych wartości naprężenia rozciągającego powoduje spontaniczne tworzenie się nowych pustek, ich szybki wzrost i koalescencję z uprzednio istniejącymi pustkami. Tworzą się pęknięcia międzyziarnowe. Pęknięcia te rozprzestrzeniają się na całą długość granic, a następnie przechodzą na inne granice. Po przekroczeniu przez sumaryczną powierzchnię granic (zawierających pustki i pęknięcia) wartości krytycznej, następuje etap pełzania lawinowego, które prowadzi do pęknięcia międzykrystalicznego [Wyrzykowski et al., 1999].

Pęknięcie transkrystaliczne występuje przy znacznych naprężeniach i przy względnie dużych prędkościach odkształcenia. Struktura materiałów podatnych na pęknięcie transkrystaliczne charakteryzuje się przeważnie cząsteczkami drugiej fazy w osnowie materiału oraz rozwiniętą strukturą dyslokacyjną, powstałą w wyniku wcześniej przeprowadzonej obróbki technologicznej. Submikropęknięcia generują się pod wpływem koncentracji składowych naprężenia wokół cząsteczek z powodu dekohezji powierzchni międzyfazowych osnowy i cząsteczki, bądź na skutek pęknięcia cząsteczek, a następnie rozwijają się i przyjmują postać pustek i dalej łączą się w pęknięcia transkrystaliczne. Pękaniu transkrystalicznemu towarzyszy najczęściej pęknięcie międzykrystaliczne [Wyrzykowski et al., 1999].

Typy uszkodzeń dla konkretnych materiałów można zilustrować za pomocą map mechanizmów zniszczenia. Obrazują one obszary dominacji typów zniszczenia w zależności od poziomu naprężenia i temperatury. Przykładowo, w niniejszej pracy na rys. 2 zamieszczono mapę dla stali średniowęglowej o podwyższonej zawartości chromu (Cr), molibdenu (Mo) i wanadu (V) [Shinya et al., 2006].

Na mapie zamieszczono połączone linią punkty, prezentujące przy różnej temperaturze i naprężeniu czas do zniszczenia danej stali na skutek pełzania. Zaznaczono na niej jednak przede wszystkim, jaki charakter posiada przelom po zniszczeniu. Z mapy można na przykład odczytać, że w warunkach od najniższej analizowanej temperatury 450°C do temperatury około 580°C oraz w warunkach naprężenia od około 80MPa do około 200MPa powstają w stali pustki, a zniszczenie ma charakter międzykrystaliczny. Ponadto, na wykresie naniesiono również wyniki

dotyczące wytrzymałości na rozciąganie. Przykładowo, wartość tego parametru dla analizowanej przez autorów stali wynosi w temperaturze 600°C około 500MPa, a w temperaturze 650°C około 400MPa.



Rys. 2. Mapa mechanizmów zniszczenia dla stali średniwęglowej do pracy w podwyższonej temperaturze o podwyższonej zawartości chromu, molibdenu i wanadu [Shinya et al., 2006]

Dla oceny stopnia degradacji struktury obiektów przemysłowych można zastosować metodę replik matrycowych [Dobrzański, 2011] lub metodę replik ekstrakcyjnych [Das, 1997], [Dobrzański, 2011]. Pierwsza z technik dostarcza informacji o topografii struktury, natomiast druga pozwala na identyfikację występujących wydzielen oraz na obserwację ich cech morfologicznych (np. wielkości, kształtu czy rozmieszczenia) [Marder, 1989], [Dobrzański, 2011].

W przypadku pierwszej metody, najpierw dokonuje się za pomocą świetlnego mikroskopu przenośnego kontroli jakości wykonania zglądu trawionego oraz pobranej z niego repliki matrycowej, a następnie po napyleniu repliki warstwą przewodzącą dokonuje się jej obserwacji za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego [Dobrzański, 2011].

W przypadku metody replik ekstrakcyjnych wykonuje się na obiekcie zgląd trawiony i nakłada na niego replikę triafolową. Następnie za pomocą elektropolerki z głowicą polerująco-trawiącą rozpuszcza się osnowę materiału. Replikę z naniesionymi na nią wydzieleniami napyła się w próżni w celu obserwacji i analizy wydzielen na elektronowym mikroskopie skaningowym lub napyła węglem w celu oceny wydzielen na elektronowym mikroskopie transmisyjnym [Dobrzański, 2011].

Rozwój procesów wydzieleniowych można także zbadać metodą rentgenowskiej analizy fazowej, która oprócz identyfikacji poszczególnych rodzajów węglików umożliwia określenie ich udziałów. Na osuszony osad węglików, wyizolowany elektrolitycznie bezpośrednio na obiekcie, nakłada się replikę triafolową. Osad węglików na folii adhezyjnej jest poddawany analizie rentgenowskiej w laboratorium [Dobrzański, 2011].

Wymienione badania są jednak wysoce pracochłonne i kosztowne [Govindaraju et al., 1997], natomiast badania ultradźwiękowe, radiograficzne czy magneto-proszkowe [Lewińska-Romicka, 2001] umożliwiają wykrywanie wad materiałowych pojawiających się w ostatnim etapie eksploatacji materiału, np. pełzania. Przykładowo, badania ultradźwiękowe, umożliwiają wykrycie nieciągłości o wymiarach: głębokości od około 0,1mm w przypadku nieciągłości powierzchniowych, oraz nieciągłości o szerokości od około 0,001mm i długości bądź średnicy od około 0,7mm w przypadku nieciągłości objętościowych [Lewińska-Romicka, 2001].

Z kolei testy wytrzymałościowe oraz badania strukturalne, stanowiące o ocenie stanu technicznego obiektu, są stosunkowo kosztowne, a pobranie próbek wiąże się z osłabieniem danej konstrukcji.

Z powodu wad opisanych technik badawczych, w dalszym ciągu obserwuje się duże zainteresowanie nowoczesnymi technikami oraz kryteriami charakteryzowania degradacji struktury i zmian właściwości eksploatacyjnych materiałów.

W niniejszej pracy podjęto próbę określenia degradacji strukturalnej, odkształcenia trwałego oraz podstawowych właściwości mechanicznych stali konstrukcyjnej poddanej laboratoryjnym próbom pełzania i deformacji plastycznej za pomocą nowoczesnych

technik nieniszczących opierających się na pomiarach dwójłomności akustycznej i współczynnika elastoakustycznego (badania ultradźwiękowe) oraz efektu Barkhausena i emisji magnetoakustycznej (badania magnetyczne).

Możliwość zastąpienia kosztownych badań niszczących badaniami nieniszczącymi postanowiono zweryfikować w oparciu o opracowane zależności w relacji degradacja mikrostrukturalna oceniana metodami metalografii ilościowej – parametry wynikające z badań nieniszczących – parametry wynikające z badań mechanicznych.

1.3. Badania ultradźwiękowe

Badania ultradźwiękowe są powszechnie wykorzystywane do oceny stanu technicznego urządzeń i konstrukcji [Śliwiński, 1993]. Techniki te umożliwiają jednak wykrywanie potencjalnych uszkodzeń dopiero w ostatnich fazach procesu eksploatacji, np. pękania [Kowalewski, 2005, (2)].

Badania ultradźwiękowe oparte na pomiarach współczynnika tłumienia i prędkości fal ultradźwiękowych charakteryzują pewne ograniczenia. Wzrost wartości współczynnika tłumienia może być związany nie tylko z degradacją materiału, ale także z niejednorodnościami struktury, np. niejednorodną wielkością ziaren, oraz obecnością drobnych wad materiałowych powstałych podczas produkcji [Mackiewicz, 2005]. Ponadto, w warunkach przemysłowych dokładność pomiarów tłumienia fal ultradźwiękowych jest niska. Wynika to z trudności wyeliminowania wpływu na pomiary stanu powierzchni badanego materiału, niepłaskorównoległych ścianek oraz zakrzywionej powierzchni badanego obiektu [Mackiewicz, 2005]. Najskuteczniejszym zatem sposobem wykorzystania współczynnika tłumienia jest przeprowadzenie badań w tych samych punktach pomiarowych i obliczanie ich zmian [Mackiewicz, 2005].

W przypadku pomiarów prędkości fal ultradźwiękowych na eksploatowanych urządzeniach przemysłowych trudności stwarza dokładny pomiar grubości badanego materiału, który jest konieczny do obliczenia prędkości fali ultradźwiękowej, a także pomiar czasu przejścia fali. Podobnie jak w przypadku pomiaru współczynnika tłumienia, trudności przysparza wyeliminowanie wpływu niejednorodności struktury i geometrii konstrukcji [Mackiewicz, 2005].

Powodem podjęcia prób wykorzystania technik ultradźwiękowych do oceny degradacji materiałów we wcześniejszych etapach eksploatacji materiałów jest szybkość pomiarów, niska cena i łatwość ich do zastosowania w warunkach przemysłowych.

Dwójłomność akustyczna stanowi względną różnicę prędkości dwóch fal poprzecznych rozchodzących się w tym samym kierunku, ale o różnych wzajemnie prostopadłych polaryzacjach [Mackiewicz, 2005]. Parametr ten jest miarą anizotropii sprężystej materiału [Kowalewski et al., 2009] i jest wyrażany wzorem (9) [Szelążek et al., 2009]:

$$B_{ak} = 2 \frac{V_{Tp} - V_{Tr}}{V_{Tp} + V_{Tr}} = 2 \frac{t_{Tr} - t_{Tp}}{t_{Tp} + t_{Tr}} \quad (9)$$

gdzie:

- V_{Tp} – prędkość fali poprzecznej spolaryzowanej prostopadle do kierunku wartości maksymalnego naprężenia rozciągającego,
- V_{Tr} – prędkość fali poprzecznej spolaryzowanej równolegle do kierunku wartości maksymalnego naprężenia rozciągającego,
- t_{Tr} – czas przejścia przez grubość materiału fali poprzecznej spolaryzowanej równolegle do kierunku maksymalnego naprężenia rozciągającego,
- t_{Tp} – czas przejścia przez grubość materiału fali poprzecznej spolaryzowanej prostopadle do kierunku maksymalnego naprężenia rozciągającego.

Zmiany współczynnika dwójłomności akustycznej (anizotropii akustycznej) są spowodowane obrotem ziaren materiału, które obracają się, dążąc do ustawienia się kierunkami łatwego poślizgu równolegle do kierunku naprężenia wymuszającego odkształcenie [Mackiewicz et al., 2005]. Oprócz ukierunkowanej orientacji ziaren, czyli tekstury krystalograficznej, powstałej np. podczas procesu produkcyjnego, przyczyną anizotropii akustycznej materiału może być obecność mikrodefektów, charakteryzujących się ukierunkowaną orientacją lub/i geometrią [Mackiewicz, 2006]. Wykorzystanie metody badawczej, opartej na pomiarze współczynnika dwójłomności akustycznej do oceny stopnia degradacji materiałów, bazuje na założeniu, że powstała degradacja ma charakter ukieunkowany [Mackiewicz, 2006].

Pomiary anizotropii akustycznej mogą stanowić przydatną technikę badawczą do oceny degradacji materiałów, w tym pełzania, z uwagi na fakt, że wiele rodzajów obciążenia eksploatacyjnego, ma charakter kierunkowy, który może prowadzić do powstania w materiale reorientacji ziaren oraz ukierunkowanych mikrodefektów [Mackiewicz, 2003].

Stosowanie współczynnika dwójłomności akustycznej do oceny degradacji materiału wynika z wielu jego zalet. Podstawową korzystną cechą współczynnika dwójłomności akustycznej jest brak potrzeby pomiaru grubości materiału przy jego

wyznaczaniu – parametr ten określa się tylko na podstawie czasów przejścia fal ultradźwiękowych. Wyniki pomiarów nie są obarczone błędami wynikającymi z nierównoległości powierzchni oraz niejednorodności materiału badanego obiektu, ponieważ pomiary czasów przejścia wykonuje się w tym samym punkcie pomiarowym, tą samą głowicą, obróconą o 90° w stosunku do jej pierwotnego położenia. W tej sytuacji wiązka ultradźwiękowa przechodzi przez tę samą objętość materiału oraz odbija się od tego samego obszaru przeciwległej powierzchni. Różnicę pomiędzy warunkami pomiaru obu czasów przejścia fali stanowi jedynie kierunek jej polaryzacji [Mackiewicz, 2005].

Niewiele natomiast można spotkać publikacji poświęconych pełzaniu materiałów określanemu parametrem dwójłomności akustycznej [Sposito et al., 2010]. W Polsce prace nad dwójłomnością akustyczną prowadzone są głównie w Instytucie Podstawowych Problemów Techniki PAN w Warszawie i oprócz zastosowania dwójłomności akustycznej do oceny degradacji materiału, dotyczą one w dużej mierze pomiarów składowych naprężenia w materiałach konstrukcyjnych. Problemy charakteryzowania procesu pełzania za pomocą dwójłomności akustycznej zostały zaprezentowane na przykład w pracach [Kowalewski et al. 2009], [Szelażek et al., 2009].

Drugim parametrem ultradźwiękowym, mogącym mieć zastosowanie do oceny degradacji strukturalnej i zmian właściwości mechanicznych, jest współczynnik elastoakustyczny.

Współczynniki elastoakustyczne stanowią wielkości odzwierciedlające stopień proporcjonalności pomiędzy naprężeniem i względnymi zmianami prędkości fal [Deputat, 1987], [Szelażek, 2001], [Mackiewicz, 2003].

$$\frac{V_{\sigma} - V_0}{V_0} = \frac{t_0 - t_{\sigma}}{t_{\sigma}} = \beta \cdot \sigma \quad (10)$$

gdzie:

- V_{σ} – prędkość przejścia fali ultradźwiękowej w materiale poddanym obciążeniu,
- V_0 – prędkość przejścia fali ultradźwiękowej w materiale bez obciążenia,
- t_0 – czas przejścia przez ustalony odcinek drogi w materiale bez obciążenia,
- t_{σ} – czas przejścia przez ustalony odcinek drogi w materiale poddanym obciążeniu,

β – współczynnik elastoakustyczny,

σ – naprężenie.

Zatem:

$$\beta = \frac{V_{\sigma} - V_0}{V_0 \cdot \sigma} = \frac{t_0 - t_{\sigma}}{t_{\sigma} \cdot \sigma} \quad (11)$$

W związku ze stwierdzonym faktem, że największe zmiany prędkości przy ustalonym przyroście naprężenia występują w przypadku fal podłużnych rozchodzących się w kierunku działania naprężenia [Egle et al., 1976], [Egle et al., 1979], parametry przejścia właśnie tych fal przez materiał mogą być stosowane do oceny degradacji materiałowej. Z drugiej strony, najmniej czułe na naprężenia są fale poprzeczne rozchodzące się w kierunku prostopadłym do kierunku działania naprężenia i spolaryzowane prostopadle do kierunku działania naprężenia [Egle et al., 1976], [Egle et al., 1979].

Trudność w pomiarach stałych elastoakustycznych polega na precyzyjnym pomiarze prędkości fali ultradźwiękowej w funkcji kontrolowanego naprężenia materiału. Badania takie są łatwiejsze do wykonania np. podczas prób ciśnieniowych rurociągów lub zbiorników [Mackiewicz, 2003].

1.4. Badania magnetyczne

Zjawisko Barkhausena i towarzysząca mu emisja magnetoakustyczna są szeroko opisywane w literaturze [Jiles, 1998], [Augustyniak, 2003], [Byeon et al., 2005], [Buttle et al., 2006], [Błachnio, 2009], [Wilson et al., 2009], [Neyra Astudillo et al., 2012], [Dubec et al., 2012], [Yadav et al., 2013], [Blaow et al., 2013]. Zdaniem autorki rozprawy celowe jest przedstawienie w sposób syntetyczny podstawowych zagadnień dotyczących teorii ferromagnetyków, efektu Barkhausena i emisji magnetoakustycznej, w zakresie wynikającym z potrzeb pracy.

W dalszej jej części scharakteryzowano wpływ mikrostruktury materiału i występującego w nim stanu naprężenia na sygnały napięciowe emisji Barkhausena oraz emisji magnetoakustycznej. Celem tych prac jest podanie interpretacji zmian wymienionych sygnałów mierzonych na próbkach stalowych poddanych degradacji. Podano przykłady wykorzystania zjawiska Barkhausena i emisji magnetoakustycznej do oceny uszkodzenia materiału na skutek deformacji wywołanej pełzaniem lub plastycznym płynięciem.

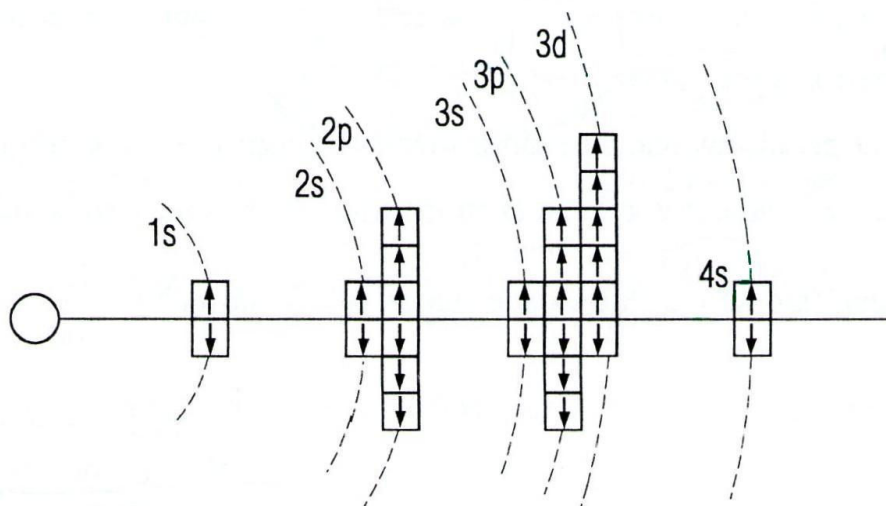
1.4.1. Struktura domenowa materiałów ferromagnetycznych

Ferromagnetykami określa się substancje, w których występuje spontaniczne, równoległe uporządkowanie dipoli magnetycznych, nazywane zjawiskiem polaryzacji spontanicznej [Piech, 1998]. Ferromagnetyzm powstaje w wyniku oddziaływania wymiennego elektronów z niezapełnionych powłok i ma ono charakter kwantowy [Encyklopedia fizyki współczesnej, 1983]. Ferromagnetyki zbudowane są z domen magnetycznych – obszarów spontanicznego namagnesowania, mających wymiary od kilku do kilkunastu mikrometrów [Piech, 1998].

Ferromagnetyki nie poddane działaniu zewnętrznego pola magnetycznego charakteryzują się zerową polaryzacją, ponieważ domeny magnetyczne ustawiają się w ten sposób, że tworzą zamknięte obwody magnetyczne. Wektory momentów magnetycznych zespołów domen charakteryzują się wtedy chaotyczną orientacją przestrzenną, co powoduje, że wypadkowy moment magnetyczny ferromagnetyka jest równy zeru [Kleszczewski, 1997]. Przyłożenie do ferromagnetyków zewnętrznego pola magnetycznego orientuje wektory magnetyczne domen. Zwiększenie natężenia pola magnetycznego do pewnej wartości powoduje całkowite uporządkowanie obszarów spontanicznego namagnesowania (domen) i następuje nasycenie magnetyczne, charakteryzowane przez indukcję nasycenia – występuje wówczas maksymalna polaryzacja magnetyczna. Po usunięciu pola magnetycznego, po uprzednim namagnesowaniu, ferromagnetyki zachowują pewien wypadkowy moment magnetyczny, tzw. pozostałość magnetyczną.

Domeny magnetyczne stanowią mikroobszary, w których namagnesowanie jest jednorodne, zarówno ze względu na wielkość amplitudy, jak i kierunek. „Struktura domenowa powstaje w wyniku dążenia układu do stanu o minimalnej energii wewnętrznej” – podział ferromagnetyka na domeny powoduje znaczne zmniejszenie energii pola rozmagnesowującego [Encyklopedia fizyki współczesnej, 1983]. Uprzywilejowanie powstawania struktury domenowej zamiast stanu jednorodnego namagnesowania wynika z tego, że silniejsze oddziaływania wymienne mają charakter krótkozasięgowy (ograniczone są zwykle do najbliższych sąsiadów), natomiast słabsze oddziaływania dipolowe – długozasięgowy, i wolno maleją wraz z odległością. Dlatego też w ferromagnetyku możliwe jest istnienie struktury domenowej oraz jednorodnego lub prawie jednorodnego namagnesowania w mikroobszarach domen.

Zjawisko ferromagnetyzmu jest uwarunkowane spinowymi (a nie orbitalnymi) momentami magnetycznymi i jest ono możliwe tylko w kryształach zawierających atomy pierwiastków przejściowych, czyli atomy o niezapełnionej wewnętrznej powłoce elektronowej. Należą do nich metale przejściowe grupy żelaza, posiadające niezapełnioną powłokę 3d (żelazo, nikiel, kobalt) oraz pierwiastki ziem rzadkich (gadolin oraz w bardzo niskich temperaturach: erb, dysproz, tul, holm, terb) charakteryzujące się niezapełnioną powłoką 4f. Przykładowo, atom żelaza charakteryzuje się sześcioma elektronami na powłoce 3d, przy czym pięć z nich posiada równoległe ustawione spiny, a jeden przeciwnie, tak jak na rys. 3. Jest tak dlatego, ponieważ elektrony na niezapełnionych podpowłokach ustawiają się tak, by wartość momentu spinowego (spinowej liczby kwantowej) była maksymalna, co daje układowi minimum energii.



Rys. 3. Konfiguracja elektronów w atomie żelaza [Kleszczewski, 1997]

Właściwości magnetyczne kryształu zależą od odległości między jego atomami R_{at} oraz od promieni zewnętrznych powłok r_{3d} jego atomów. W kryształcie zbudowanym z atomów o niezerowych spinowych momentach magnetycznych odległości międzyatomowe są duże i powłoki jego atomów nie nakładają się wzajemnie, nie występuje oddziaływanie wymienne i tym samym nie występuje sprzężenie pomiędzy momentami magnetycznymi atomów – materiał jest wtedy paramagnetykiem. Gdy odległość pomiędzy atomami w kryształcie jest mała i spełniona jest zależność $\frac{R_{at}}{2r_{3d}} < 1,5$, wtedy powłoki elektronowe atomów (funkcje falowe) nakładają się na siebie. Korzystniejsze energetycznie jest w tej sytuacji antyrównoległe ustawienie momentów

magnetycznych i kryształ jest wtedy także paramagnetykiem. Gdy sieć krystaliczna zbudowana jest z tych samych atomów, ich momenty magnetyczne kompensują się, a materiał staje się diamagnetykiem. Natomiast, jeżeli zachodzi relacja: $\frac{R_{at}}{2r_{3d}} > 1,5$, wówczas spinowe momenty magnetyczne atomów ustawiają się równolegle na skutek działania energii wymiany i materiał wykazuje własności ferromagnetyczne.

Liczba, wielkość i kształt domen magnetycznych oraz kierunki ich namagnesowania względem osi krystalograficznych zależą od energii wewnętrznej ferromagnetyka, która jest sumą głównie pięciu składników: energii wymiany E_w , energii magnetostatycznej E_s , energii anizotropii magnetokrystalicznej E_a , energii magnetosprężystej E_m oraz energii granic domenowej E_d [Piech, 1998].

Energia wymiany E_w jest odpowiedzialna za powstawanie w ferromagnetykach spontanicznego namagnesowania i jest określona zależnością [Encyklopedia fizyki współczesnej, 1983]:

$$E_w = -2J \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^z \vec{S}_i \vec{S}_j \quad (12)$$

gdzie:

- J – całka wymiany, będąca różnicą pomiędzy energią dla równoległej i antyrównoległej konfiguracji spinów,
- N – całkowita liczba spinów w kryształach,
- i, j – numeracja węzłów sieci krystalicznej,
- z – tzw. przybliżenie najbliższych sąsiadów; oznacza, że wzór (12) uwzględnia oddziaływanie każdego spinu tylko z najbliższymi sąsiadami w liczbie ‘z’, czyli sumowanie we wzorze (12) obejmuje każdą parę spinów tylko raz,
- \vec{S}_i i \vec{S}_j – wektory reprezentujące spiny atomów w i-tym i j-tym węźle sieci.

Dla jednej pary spinów \vec{S}_i oraz \vec{S}_j powyższy wzór można zapisać następująco:

$$E_w = -2JS_i S_j \cos \varphi \quad (13)$$

gdzie:

- φ – kąt pomiędzy wektorami \vec{S}_i i \vec{S}_j .

Uporządkowanie ferromagnetyczne istnieje wtedy, gdy $J > 0$ (spiny \vec{S}_i i \vec{S}_j są skierowane równolegle), co odpowiada kątowi $\varphi = 0^\circ$ oraz najniższej wartości energii

E_w . Natomiast, jeśli $J < 0$, najniższa wartość energii odpowiada kątowi $\varphi = 180^\circ$ i spiny \vec{S}_i i \vec{S}_j są skierowane antyrównoległe, to wtedy występuje uporządkowanie antyferromagnetyczne oraz ferrimagnetyczne. W uporządkowaniu antyferromagnetycznym ze względu na takie same wartości bezwzględne spinów \vec{S}_i i \vec{S}_j wypadkowy spin jest równy zero. Natomiast dla uporządkowania antyferromagnetycznego wartości bezwzględne spinów \vec{S}_i i \vec{S}_j są różne i spin wypadkowy jest różny od zera.

Energia magnetostaticzna E_s związana jest z polem rozmagnesowującym próbkę i wyraża się zależnością, która w zapisie skalarnym przyjmuje postać [Cullity, 2009]:

$$E_s = 0,5 \cdot H_d \cdot M \quad (14)$$

natomiast w opisie wektorowym:

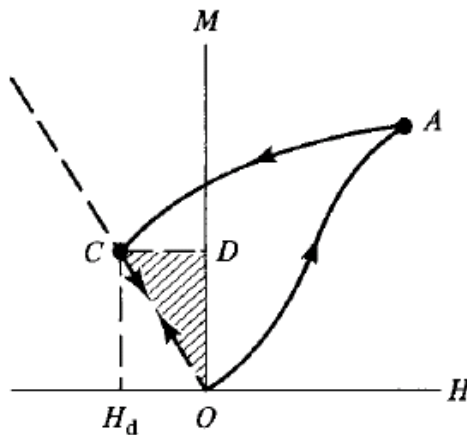
$$E_s = -0,5 \cdot \vec{H}_d \cdot \vec{M} \quad (15)$$

gdzie:

\vec{H}_d – natężenie pola odmagnesowującego,

\vec{M} – wektor magnetyzacji.

Zależność ta wynika ze wzoru na pole trójkąta wpisanego w pętlę histerezy magnetycznej (rys. 4).



Rys. 4. Sposób wyznaczania energii magnetostaticznej [Cullity, 2009]

Podstawiając równanie [Leonowicz et al., 2006]:

$$\vec{H}_d = N_d \cdot \vec{M} \quad (16)$$

gdzie:

N_d – współczynnik rozmagnesowania zależny od kształtu namagnesowanego obszaru

można otrzymać związki na energię magnetostatyczną, które w zapisie skalarnym mogą przyjąć postać:

$$E_s = 0,5 \cdot N_d \cdot M^2 \text{ [erg/cm}^3\text{] (CGS)} \quad (17)$$

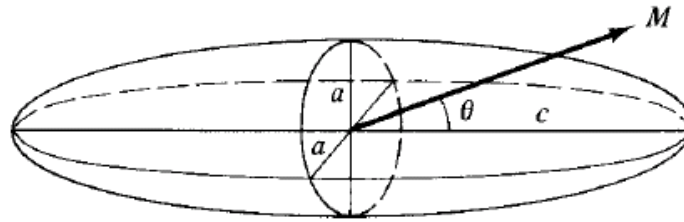
lub

$$E_s = 0,5 \cdot \mu_0 \cdot N_d \cdot M^2 \text{ [J/m}^3\text{] (SI)} \quad (18)$$

Przy założeniu, że próbka ma kształt elipsoidy (rys. 5), M^2 można zastąpić przez $a^2 + b^2$, przy czym $b = a$.

Wtedy:

$$E_s = 0,5 \cdot [(M \cdot \cos\theta)^2 \cdot N_c + (M \cdot \sin\theta)^2 \cdot N_a] \quad (19)$$



Rys. 5. Schemat próbki o kształcie elipsoidy z zaznaczonym punktem przyłożenia wektora magnetyzacji [Cullity, 2009]

Korzystając ze związku trygonometrycznego $\cos^2\theta = 1 - \sin^2\theta$ otrzymujemy:

$$E_s = 0,5 \cdot M^2 \cdot N_c + K_s \cdot \sin^2\theta \quad (20)$$

gdzie:

$$K_s = 0,5 \cdot (N_a - N_c) \cdot M^2 \text{ [erg/cm}^3\text{] (CGS)} \quad (21)$$

lub

$$K_s = 0,5 \cdot \mu_0 \cdot (N_a - N_c) \cdot M^2 \text{ [J/m}^3\text{] (SI)} \quad (22)$$

co można zapisać

$$K_s = 0,5 \cdot \Delta N \cdot M^2 \text{ [erg/cm}^3\text{] (CGS)} \quad (23)$$

lub

$$K_s = 0,5 \cdot \mu_0 \cdot \Delta N \cdot M^2 \text{ [J/m}^3\text{] (SI)} \quad (24)$$

K_s – stała anizotropii kształtu.

Próbka materiału magnesuje się zawsze łatwiej wzdłuż jego dłuższej osi (oś c) niż wzdłuż krótszej (oś a) [Cullity, 2009]. Gdy wymiary próbki ' a ' i ' c ' są jednakowe $N_a = N_c$, to $K_s = 0$ i anizotropia kształtu zanika. Energia magnetostatyczna przyjmuje wartość

niższą dla próbek materiałów o małych wymiarach poprzecznych w porównaniu z równoległym do kierunku magnesowania wymiarem podłużnym [Piech, 1998]. Energia ta przyjmuje wartość minimalną, gdy dodatkowo wektory \vec{H}_d i \vec{M} w równaniu (15) są równoległe [Piech, 1998].

Energia magnetokrystaliczna E_a jest energią wymaganą do obrócenia systemów spinów domen od kierunku łatwej magnetyzacji. Źródło energii magnetokrystalicznej związane jest z ruchem spinu i ruchem orbitalnym elektronu. Pole zewnętrzne reorientuje spin elektronu, co powoduje, że orbita elektronu także próbuje się reorientować. Jest ona jednak silnie związana z siecią i dlatego jest odporna na obrót osi spinu [Cullity, 2009]. Energia magnetokrystaliczna jest zależna od kierunku położenia wektora magnetyzacji nasycenia względem kierunku osi łatwej magnetyzacji tego kryształu [Cullity, 2009]. Dla ferromagnetyków jednoosiowych o jednej osi łatwego magnesowania wzór na gęstość energii anizotropii magnetokrystalicznej można zapisać następująco [Piech, 1998]:

$$E_a = K_1 \cdot \sin^2 \theta + K_2 \cdot \sin^4 \theta + \dots, \quad (25)$$

gdzie:

- K_1, K_2 – stałe anizotropii magnetokrystalicznej;
- θ – kąt pomiędzy wektorem namagnesowania i wyróżnioną osią.

Dla żelaza stałe anizotropii magnetokrystalicznej wynoszą odpowiednio $K_1 = 4,5 \cdot 10^4$ i $K_2 = 1,5 \cdot 10^4$ [J/m³] [Galt et al., 1956], natomiast energia anizotropii magnetokrystalicznej E_a osiąga minimum, gdy wektor namagnesowania jest równoległy do kierunku $\langle 100 \rangle$ (kierunek łatwego namagnesowania), natomiast maksimum, gdy wektor namagnesowania jest równoległy do kierunku $\langle 111 \rangle$ (kierunek łatwego namagnesowania). Można więc zapisać:

$$\text{Fe: } E_{a\langle 100 \rangle} < E_{a\langle 110 \rangle} < E_{a\langle 111 \rangle} \quad [\text{Cullity, 2009}] \quad (26)$$

Dla niklu stała anizotropii magnetokrystalicznej K_1 jest ujemna, a kierunkami łatwego i trudnego namagnesowania są odpowiednio $\langle 111 \rangle$ i $\langle 100 \rangle$.

$$\text{Ni: } E_{a\langle 111 \rangle} < E_{a\langle 110 \rangle} < E_{a\langle 100 \rangle} \quad [\text{Cullity, 2009}] \quad (27)$$

Energia magnetośprężysta E_m powstaje w naprężonym materiale ferromagnetycznym w wyniku magnetośprężystego odkształcenia magnetostrykcyjnego. Zjawisko magnetostrykcji polega na zmianie wymiarów

ferromagnetyka przy jego namagnesowaniu – następuje zmiana odległości międzyatomowych w kryształach względem osi krystalograficznych w zależności od kierunku spontanicznego namagnesowania \vec{J}_s . W sytuacji, gdy na materiał ferromagnetyczny o strukturze sześcienniej działa jednorodne naprężenie, energię magnetosprężystą można obliczyć z zależności:

$$E_m = -1,5\lambda_{100}\sigma \cdot [(\alpha_1\gamma_1)^2 + (\alpha_2\gamma_2)^2 + (\alpha_3\gamma_3)^2] + -3\lambda_{111}\sigma \cdot (\alpha_1\alpha_2\gamma_1\gamma_2 + \alpha_2\alpha_3\gamma_2\gamma_3 + \alpha_1\alpha_3\gamma_1\gamma_3) \quad (28)$$

gdzie:

α_i i γ_i – cosinusy kierunkowe wektora lokalnego namagnesowania \vec{J}_s i naprężenia $\vec{\sigma}$ względem kierunków krystalograficznych,

λ_{100} i λ_{111} – stałe magnetostrykcji dla kierunków krystalograficznych, odpowiednio $\langle 100 \rangle$ i $\langle 111 \rangle$.

Ponieważ dla materiałów o magnetostrykcji izotropowej zachodzi $\lambda_{100} = \lambda_{111} = \lambda_s$, wyrażenie (29) to można uprościć do postaci:

$$E_m = -1,5 \cdot \lambda_s \cdot \sigma \cdot \cos^2(\phi) \quad (29)$$

gdzie:

ϕ – kąt pomiędzy kierunkiem wektora namagnesowania lokalnego \vec{J}_s i kierunkiem działania naprężenia $\vec{\sigma}$.

Z podanego wzoru wynika, że energia magnetosprężysta osiąga minimum dla $\phi = 0^\circ$, gdy iloczyn $\lambda_s \cdot \sigma$ jest dodatni i dla $\phi = 90^\circ$, gdy iloczyn $\lambda_s \cdot \sigma$ jest ujemny.

Energia granic domenowych E_d związana jest z obecnością granic domenowych w materiale. Energię ściany domenowej dla materiału o sieci sześcienniej można wyznaczyć z zależności [Cullity, 2009]:

$$E_d^{180} = 4 \cdot \sqrt{A \cdot K_1} \quad \text{dla ściany domenowej typu } 180^\circ \quad (30)$$

$$E_d^{90} = 2 \cdot \sqrt{A \cdot K_1} \quad \text{dla ściany domenowej typu } 90^\circ \quad (31)$$

przy czym:

$$A = \frac{n \cdot J \cdot S^2}{a^*} \quad (32)$$

gdzie:

- A – współczynnik wymiany (ang. exchange coefficient)
- K_1 – stała anizotropii magnetokrystalicznej
- n – liczba atomów na jednostkę komórki elementarnej (ang. number of atoms per unit cell)
- S – wartość spinu elektronu
- J – stała wymiany (ang. exchange constant)

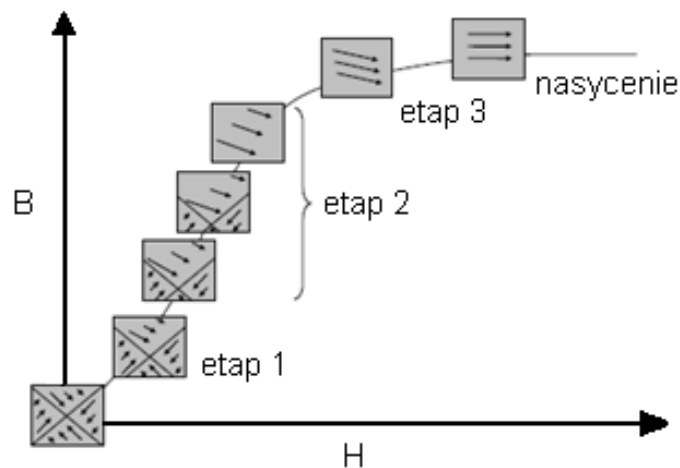
$$J \approx 0,3 \cdot k \cdot T_c \quad (33)$$

gdzie:

- k – stała Boltzmana,
- T_c – temperatura Curie,
- a^* – parametr sieciowy.

1.4.2. Procesy magnesowania ferromagnetyków

Kształt pętli histerezy magnetycznej zależy głównie od dwóch mechanizmów: procesu przemieszczania granic domenowych oraz od rotacji wektora namagnesowania w domenach [Piech, 1998] (rys. 6).



Rys. 6. Zmiany kształtu domen magnetycznych podczas magnesowania materiału ferromagnetycznego [Fix, 2010]

Nienamagnesowany zewnętrznym polem magnetycznym ferromagnetyk ($\vec{H} = 0$), na który nie działa zewnętrzne naprężenie ($\sigma = 0$), charakteryzuje się domenami magnetycznymi o wypadkowych momentach magnetycznych skierowanych wzdłuż osi namagnesowania w ten sposób, aby materiał miał najniższą wartość energii anizotropii

magnetokrystalicznej. Pochodzące od poszczególnych domen namagnesowanie wypadkowe kompensuje się, ponieważ są one chaotycznie zorientowane względem siebie. Działanie zewnętrznego pola magnetycznego \vec{H} na ferromagnetyk powoduje stopniową reorientację jego struktury domenowej. Wraz ze wzrostem \vec{H} rośnie wartość energii magnetostaticznej E_s . W obszarze dolnego zakrzywienia pętli histerezy, w zakresie mniejszych natężeń pola \vec{H} , domeny magnetyczne o kierunkach momentów dipolowych zbliżonych do kierunku działania natężenia pola \vec{H} powiększają się kosztem domen magnetycznych o kierunkach momentów dipolowych zasadniczo różnych od kierunku pola zewnętrznego, co powoduje przesuwanie się granic domenowych (jest to pierwszy mechanizm procesu magnesowania), (rys. 6). W tym zakresie natężenia pola magnetycznego ruch ścian domenowych jest odwracalny. Domeny zamykające praktycznie nie zanikają.

W obszarze w przybliżeniu liniowej zależności $B(H)$ następuje dalszy wzrost jednych domen kosztem drugich (dalsze przesuwanie się ścian domenowych) aż do całkowitego zaniku domen o kierunkach momentów dipolowych innych niż kierunek zewnętrznego pola magnetycznego. Jest to proces nieodwracalny, który powoduje powstawanie strat histerezowych – część energii pobranej z zewnętrznego pola magnetycznego \vec{H} zamienia się na ciepło powodując nagrzewanie ferromagnetyka.

W obszarze górnego zakrzywienia charakterystyki $\vec{B}(\vec{H})$ ferromagnetyk wchodzi w stan nasycenia – wektory namagnesowania domen obracają się od kierunku osi łatwego namagnesowania do kierunku działania zewnętrznego pola magnetycznego (drugi mechanizm procesu magnesowania) [Piech, 1998], co jest procesem odwracalnym, przy czym domeny nie zmieniają swojej objętości. Jest to proces korzystny energetycznie pomimo występowania energii anizotropii magnetycznej. Im kąt pomiędzy wektorem namagnesowania domeny a kierunkiem działania zewnętrznego pola magnetycznego jest mniejszy, tym energia anizotropii magnetycznej hamująca rotację domen jest wyższa. Domeny zamykające zanikają na skutek procesu rotacji wektora namagnesowania domen. Po przekroczeniu pewnej wartości natężenia pola magnetycznego \vec{H}_s (natężenie pola nasycenia), materiał magnesuje się tylko nieznacznie, ponieważ nastąpiło nasycenie magnetyczne materiału, czyli całkowite uporządkowanie obszarów spontanicznego namagnesowania (zakończyły się procesy przemieszczania ścian domenowych i obroty wektorów namagnesowania).

Ponadto, w silnych polach magnetycznych następuje nieznaczny przyrost namagnesowania spowodowany ustawianiem się spinowych momentów magnetycznych w kierunku zewnętrznego pola magnetycznego \vec{H} (trzeci mechanizm procesu magnesowania).

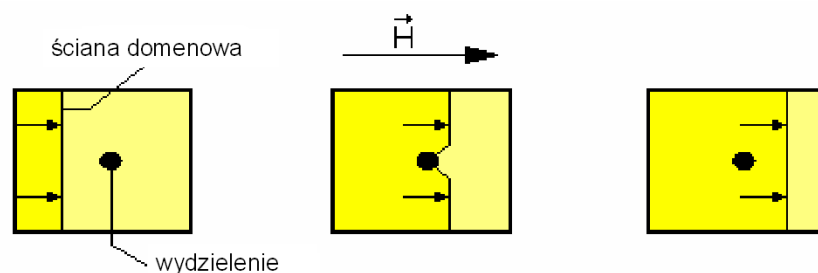
W celu rozmagnesowania próbki wytwarza się pole magnetyczne o natężeniu równym $-H_c$ (skierowane przeciwnie niż pole magnesujące) [Jaworski et al., 1960].

1.4.3. Zjawisko Barkhausena i emisja magnetoakustyczna

Zjawisko Barkhausena polega na skokowym przebiegu zmiany namagnesowania ferromagnetyka pod wpływem zmieniających się warunków zewnętrznych [Słownik fizyczny, 1984]. W przypadku, gdy zmiana namagnesowania ferromagnetyka występuje pod wpływem natężenia pola magnetycznego, mówi się o polowym (klasycznym) efekcie Barkhausena. Gdy namagnesowanie ferromagnetyka ulega zmianie pod wpływem zmian naprężenia, zjawisko to nazywa się mechanicznym efektem Barkhausena.

Polowy (klasyczny) efekt Barkhausena polega głównie na wymuszeniu przez zmianę natężenia pola magnetycznego skokowych ruchów granic domenowych [Schroeder et al., 1979]. Ściany domenowe [Hubert et al., 1982] są chwilowo hamowane przez bariery mikrostrukturalne, takie jak: granice ziaren, wydzielenia, dyslokacje czy pustki, a następnie uwalniane pod wpływem zmian pola magnetycznego (rys. 7).

Skokowe ruchy granic domenowych (tzw. skoki Barkhausena) generują fale elektromagnetyczne, które powodują indukcyjną impulsową emisję Barkhausena do zbliżonego materiału cewki detekcyjnej [Buttle et al., 1986], [Jiles, 2000].



Rys. 7. Schemat kotwiczenia granicy domenowej na wydzieleniu

Typ granicy domenowej jest określony względnymi kierunkami namagnesowania sąsiednich domen [Piech, 1998]. Materiał o sieci sześcienniej, charakteryzujący się, tak jak żelazo, dodatnim współczynnikiem anizotropii magnetokrystalicznej K , posiada granice domenowe typu 180° oraz typu nie- 180° o kącie między kierunkami namagnesowania sąsiednich domen 90° (w pierwszym przypadku sąsiednie domeny mają wektory namagnesowania \vec{J}_s ustawione względem siebie antyrównolegle, natomiast w drugim przypadku sąsiednie domeny mają wektory namagnesowania \vec{J}_s ustawione względem siebie prostopadle), natomiast materiał charakteryzujący się ujemnym współczynnikiem anizotropii magnetokrystalicznej K , np. nikiel, posiada granice domenowe typu 180° oraz dwa typy granic nie- 180° o kątach pomiędzy kierunkami namagnesowania sąsiednich domen 71° i 109° [Jiles, 1998]. Technika badawcza oparta na pomiarze emisji Barkhausena jest techniką powierzchniową. Fale elektromagnetyczne są tłumione przez prądy wirowe. Głębokość impulsów Barkhausena jest określona zależnością (34) [Dudziewicz, 1972]:

$$h_B \approx g_e = (\pi \cdot \mu_0 \cdot \mu_r \cdot \sigma_e \cdot f)^{\frac{1}{2}} \quad (34)$$

gdzie:

- h_B – głębokość detekcji impulsów Barkhausena,
- g_e – głębokość ekranowania fali elektromagnetycznej,
- μ_0 – przenikalność magnetyczna próżni,
- μ_r – względna przenikalność magnetyczna ośrodka,
- σ_e – przewodnictwo właściwe materiału,
- f – częstotliwość fali elektromagnetycznej.

Ze wzoru (34) wynika, że impulsy Barkhausena docierają do cewki detekcyjnej z warstwy przypowierzchniowej na odległość rzędu ułamka milimetra [Jiles et al., 1987].

Efekt Barkhausena może być przykładowo wykorzystywany w badaniach składowych naprężenia resztkowego [Lindgren et al., 2003], do określania liczby cykli procesu zmęczenia oraz zmęczenia w podwyższonych temperaturach [Mészáros et al., 2007], odporności na pęknięcie [Kim et al., 2003].

Z uwagi na to, że technika oparta na pomiarze szumów Barkhausena jest powierzchniową metodą badawczą, wykorzystuje się ją również do oceny jakości warstw powierzchniowych, np. nawęglanych i hartowanych [de Campos et al., 2011],

[Monlevade et al., 2012], hartowanych indukcyjnie [Lo et al., 2006] lub laserowo [Lomaev et al., 2000] czy po kulowaniu [Žagar et al., 2009], [Gür et al., 2011].

Kształt obwiedni sygnału Barkhausena zależy od kształtu magnesującego elementu urządzenia pomiarowego (elektromagnes, solenoid) [Bhattacharya et al., 1997]. Przy badaniach szumu Barkhausena bardzo istotny jest dobór parametrów pomiarowych, m.in. częstotliwości prądu magnesującego oraz pasma przepustowego zastosowanego filtra (filtr dolnoprzepustowy, górnoprzepustowy o określonej częstotliwości granicznej) [Pal'a et al., 2008]. Na podstawie badań stali niskowęglowej Pal'a i współpracownicy stwierdzili, że napięcie szumu Barkhausena wzrasta wraz ze wzrostem częstotliwości prądu magnesującego oraz ze wzrostem częstotliwości filtra dolnoprzepustowego.

Zaletą nieniszczących badań magnetycznych, opierających się na pomiarze emisji Barkhausena, jest krótki czas wykonywania pomiarów [Korbiel, 2006].

Mechaniczny efekt Barkhausena polega na wymuszeniu skokowych ruchów granic domenowych przez naprężenia zewnętrzne. W ferromagnetyku zachodzi zjawisko magnetosprężyste – naprężenia i związane z nimi odkształcenia zmieniają oddziaływania sił wymiany pomiędzy sąsiednimi atomami, prowadząc do zmiany rozkładu spinów w domenach, co powoduje zmianę właściwości magnetycznych [Piech, 1998]. Struktura domenowa ulega modyfikacji pod wpływem naprężenia głównie na skutek przesuwania ścian domenowych typu nie-180° [Augustyniak et al., 1995], [Augustyniak et al., 2004]. Zmiana położenia granicy domenowej pod wpływem naprężenia zależy od jej typu [Degauques, 1991]. Wynika to z równania (35).

$$\Delta E_m = -1,5 \cdot \lambda_s \cdot \sigma \cdot [\cos^2 \phi_1 - \cos^2 \phi_2] \quad (35)$$

gdzie:

- ΔE_m – zmiana energii magnetosprężystej jednostki objętości ferromagnetyka,
- λ_s – stała magnetostrykcji,
- σ – naprężenia zewnętrzne,
- ϕ – kąt pomiędzy kierunkiem działania naprężenia $\vec{\sigma}$ a kierunkiem wektora namagnesowania lokalnego \vec{J}_s .

Naprężenia zewnętrzne zmieniają skokowo położenie napotykających zaburzenia sieci krystalicznej granic typu „nie-180°”, generując impulsy Barkhausena. Naprężenie zewnętrzne nie powoduje natomiast zmiany położenia granic typu „180°” (powoduje

tylko zmianę ich szerokości), ponieważ nie ulega zmianie energia magnetosprężysta. Wynika to ze związków (36) i (37).

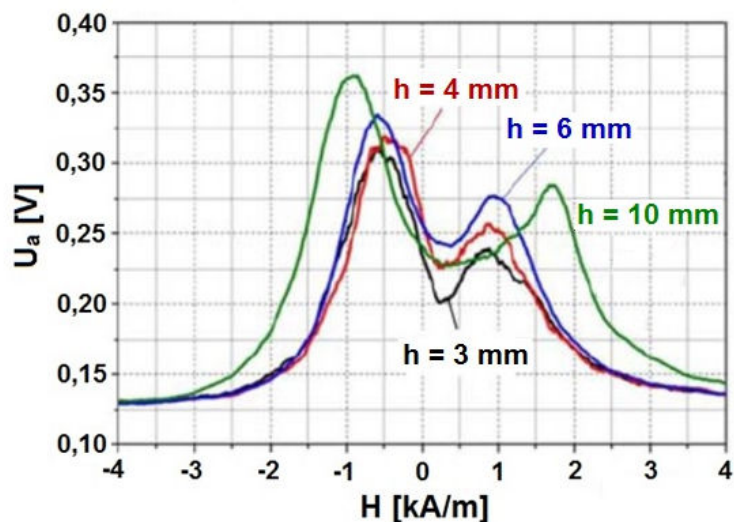
$$\varphi_2 = 180^\circ + \varphi_1 \quad (36)$$

$$\cos \varphi_2 = -\cos \varphi_1 \quad (37)$$

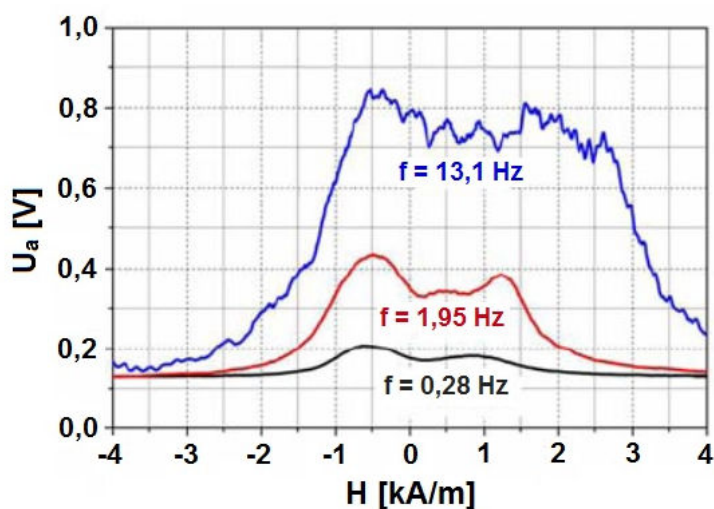
Polowy efekt Barkhausena jest wielokrotnie silniejszy od mechanicznego efektu Barkhausena [Augustyniak, 1995] ze względu na procentowo większą liczbę i powierzchnię granic domenowych odpowiedzialnych za powstawanie polowego efektu Barkhausena (dwie populacje granic domenowych, typu „180°” i „nie-180°”) niż mechanicznego efektu Barkhausena (głównie granice domenowe typu „nie-180°”) [Augustyniak et al., 1995].

Emisja magnetoakustyczna stanowi sygnał akustyczny generowany przez ruch ścian domenowych materiału nie-180° (w stalach 90°) w wyniku zmiany objętości materiału o niezerowej magnetostrykcji. Ściany domenowe typu 180° nie powodują lokalnych zmian odkształcenia [Sablík et al., 2000], [Augustyniak et al., 2008]. Uważa się również, że obecność maksimów emisji magnetoakustycznej jest związana z powstawaniem i anihilacją ścian domenowych [Augustyniak et al., 2003].

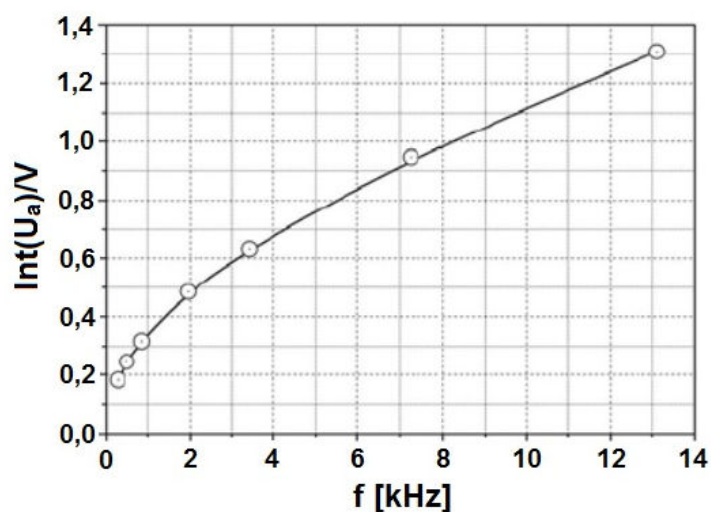
Podobnie jak emisja Barkhausena, emisja magnetoakustyczna zależy od wielu czynników. Wyniki pomiarów emisji magnetoakustycznej zależą między innymi od kształtu badanej próbki. Fakt ten opisano na przykład w pracy [Dhar et al., 1991], w której stwierdzono, że wraz ze wzrostem grubości próbek wyciętych z rury i zwiększoną ich długością zmniejsza się napięcie skuteczne emisji magnetoakustycznej (wymiary próbek: 25/50/180/1900mm×200mm×10mm). Autorzy [Augustyniak et al., 2008] badając wpływ grubości próbek stali 13HMF na emisję magnetoakustyczną (wymiary próbek: 130mm×20mm×3÷10mm) stwierdzili natomiast, że wraz ze wzrostem grubości próbek zwiększa się amplituda obwiedni emisji magnetoakustycznej. Ponadto, zwiększeniu ulega odległość pomiędzy dwoma maksimami próbki o grubości 10mm wyraźnie się zwiększyła (rys. 8a). W tej samej pracy analizowano także wpływ częstotliwości na kształt obwiedni emisji magnetoakustycznej próbki o grubości 10mm. Stwierdzono, że dla wyższej częstotliwości maksima zanikły (rys. 8b). Dla tej samej próbki stwierdzono dodatkowo, że wraz ze wzrostem częstotliwości zwiększa się wartość całki (odniesionej do objętości próbki) wyznaczonej z obwiedni emisji magnetoakustycznej (rys. 8c).



Rys. 8a. Obwiednie MAE dla próbek stali 13HMF o różnej grubości [Augustyniak et al., 2008]



Rys. 8b. Obwiednie MAE dla próbki stali 13HMF uzyskane przy wybranych wartościach częstotliwości sygnału [Augustyniak et al., 2008]



Rys. 8c. Całka MAE dla próbki stali 13HMF w funkcji częstotliwości sygnału [Augustyniak et al., 2008]

Technika opierająca się na badaniach emisji magnetoakustycznej, z powodu silnego tła akustycznego (ang. acoustic background) oraz czułości na szумы elektryczne (ang. electric noises) nie znalazła zastosowania w przemyśle [Dobmann et al., 2008], [Skalsky et al., 2011]. Sygnał magnetoakustyczny wymaga większych wzmocnień niż sygnał Barkhausena [Bhattacharya, 1999].

Z mechanicznym efektem Barkhausena stowarzyszona jest emisja mechano-magnetoakustyczna. Podobnie jak w przypadku polowego efektu Barkhausena i emisji magnetoakustycznej, skokowe ruchy granic domenowych typu nie-180° podczas mechanicznej emisji Barkhausena powodują emisję fal akustycznych – emisję mechano-magnetoakustyczną [Augustyniak, 1994], [Augustyniak, 2003].

Wszystkie wymienione cztery zjawiska: emisja Barkhausena, emisja magnetoakustyczna, mechaniczna emisja Barkhausena oraz mechaniczna emisja magnetoakustyczna opisano szerzej w pracy [Augustyniak, 1999].

1.4.4. Przemieszczanie się granicy domenowej

Przemieszczenie granicy domenowej można opisać za pomocą ciśnienia p , jakie wywiera pole magnetyczne \vec{H} na ścianę domenową oraz za pomocą funkcji gęstości energii powierzchniowej $E_d(x)$ ściany domenowej. Wartość energii powierzchniowej ściany domenowej $E_d(x)$ wynika z położenia ścianki względem osi krystalograficznych, wtrąceń niemetalicznych, defektów struktury krystalograficznej. Zależy ona także od naprężeń wewnętrznych [Piech, 1998]. Zewnętrzne pole magnetyczne \vec{H} wywołuje zmianę energii magnetostatycznej E_s w sąsiadujących domenach, co powoduje, że na granicę domenową wywierane jest ciśnienie p [Piech, 1998].

Pole magnetyczne o natężeniu \vec{H} , wywierające ciśnienie p na ścianę domenową (każdego typu 180°/nie-180°), opisuje się zależnością (38) [Piech, 1998]:

$$p = \vec{H} \cdot (\vec{M}_1 - \vec{M}_2) = \alpha \cdot H \cdot M \cdot \cos(\psi) \quad (38)$$

gdzie:

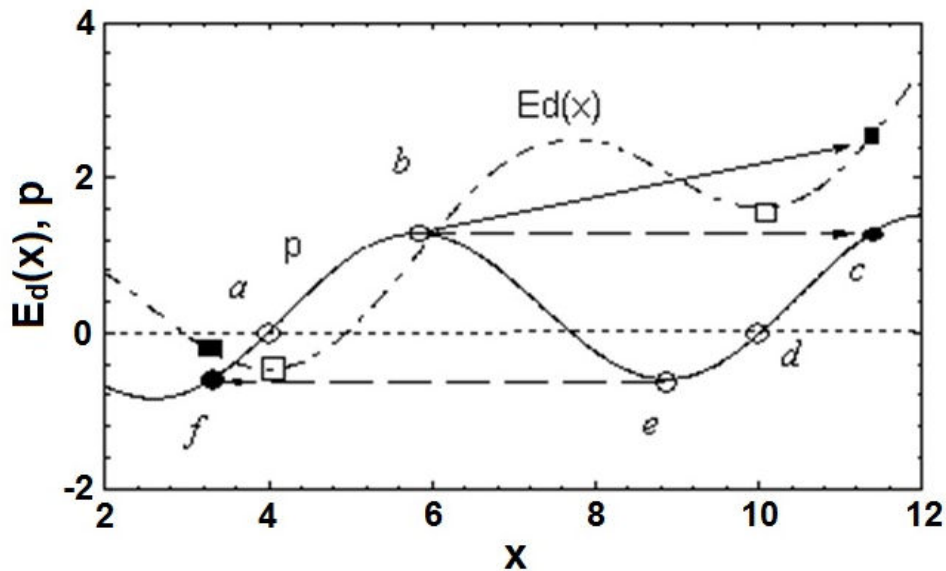
- p – ciśnienie wywierane na ścianę domenową,
- \vec{H} – wektor natężenia pola magnetycznego,
- \vec{M}_1 – wektor magnetyzacji jednej domeny,
- \vec{M}_2 – wektor magnetyzacji drugiej domeny,

- α – współczynnik zależny od typu granicy: dla granicy typu „180°” $\alpha = 2$,
a dla granicy typu „90°” $\alpha = \sqrt{2}$,
- ψ – kąt pomiędzy wektorem \vec{H} i różnicą wektorów magnetyzacji \vec{M} .

Ciśnienie przemieszcza granicę domenową do położenia o wartości x na osi odciętych, w którym ciśnienie p i pochodna funkcji $E_d(x)$ przyjmują jednakowe wartości

$$p(x) = \frac{\delta E_d(x)}{\delta x} \quad (39)$$

Na rysunku 9 przedstawiono ogólny schemat ruchu granicy domenowej każdego typu (180°/nie-180°) [Augustyniak, 1995].



Rys. 9. Schemat ruchu granicy domenowej typu 180°/nie-180° pod wpływem pola magnetycznego. $E_d(x)$ – gęstości energii powierzchniowej ściany domenowej, $p(x)$ – gradient energii $E_d(x)$ [Augustyniak, 1995]

Jeżeli na granicę domenową nie działa pole magnetyczne ($\vec{H} = 0$), to znajduje się ona w położeniu równowagi (np. granica domenowa typu 180° przecina wtrącenie w stopie), czyli w punkcie $a = 4$ na osi odciętych (rys. 9). Oznacza to, że w tym punkcie funkcja $E_d(x)$ przyjmuje wartość lokalnie minimalną, tzn. $\frac{\delta E_d(x)}{\delta x} = 0$. Zastosowanie pola magnetycznego o natężeniu \vec{H} przesuwa odwracalnie granicę domenową do punktu b , gdzie ciśnienie osiąga wartość maksymalną $p = \left(\frac{\delta E_d(x)}{\delta x} \right)_{\max}$, po czym następuje skok Barkhausena granicy domenowej do punktu c , gdzie ciśnienie jest

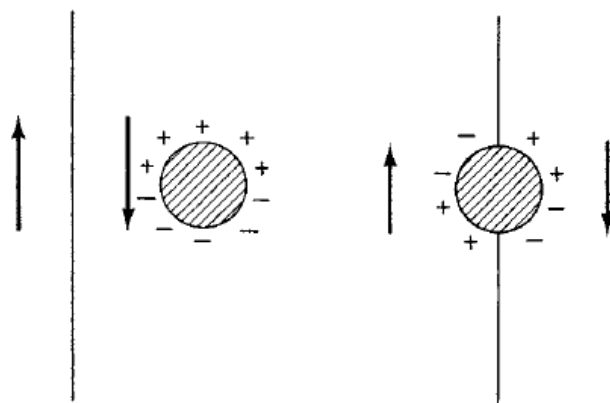
ponownie zrównoważane z gradientem energii $E_d(x)$: $\frac{\delta E_d(x)}{\delta x} = p(x) = 0$. Gdy natężenie pola magnetycznego dalej wzrasta, granica domenowa przesuwa się dalej w prawo, natomiast gdy natężenie pola magnetycznego maleje, granica domenowa przesuwa się do punktu d , w którym funkcja $E_d(x)$ przyjmuje znowu wartość lokalnie minimalną, czyli $\frac{\delta E_d(x)}{\delta x} = 0$ (rys. 9) [Augustyniak, 1995].

Jeśli umieścimy materiał w polu magnetycznym o przeciwnym natężeniu ($\vec{H} < 0$), granica domenowa ulegnie przesunięciu do punktu e , a gdy ujemne pole magnetyczne ponownie wzrośnie, wówczas granica domenowa wykona kolejny skok Barkhausena do punktu f . Jeśli natężenie pola magnetycznego zostanie zredukowane $\vec{H} = 0$, to granica domenowa powróci do punktu a [Augustyniak, 1995].

1.4.5. Przeszkody w przemieszczaniu się ścian domenowych

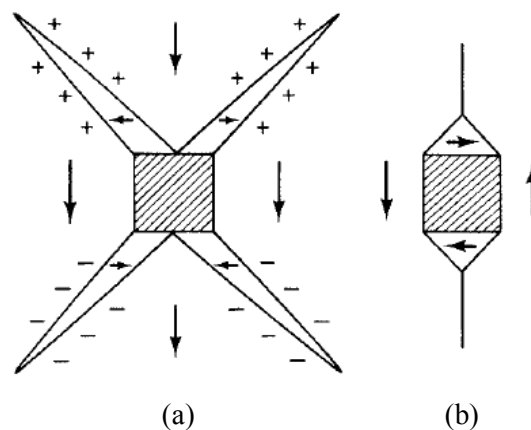
Domeny magnetyczne przemieszczające się w kryształach w trakcie cyklu magnetyzacji napotyka na swojej drodze dwa rodzaje przeszkód: wtrącenia i mikronaprężenia szczątkowe [Cullity, 2009]. „Z magnetycznego punktu widzenia wtrącenie w domenie jest obszarem, który posiada inne spontaniczne namagnesowanie od otaczającego go materiału lub nie jest namagnesowany wcale” [Cullity, 2009].

Wtrącenia w materiale/kryształach stanowią na przykład wydzielenia drugiej fazy w stopie: tlenki, siarczki, pustki, pęknięcia. Néel (1944), w teorii pola rozproszonego/teorii pola zmiennego (ang. disperse field theory/variable field theory), wytłumaczył przyczynę chwilowego hamowania ścian domenowych na wtrąceniach.



Rys. 10. Interakcja domeny magnetycznej z wtrąceniem [Néel, 1944]

Wtrącenie w kształcie sfery w domenę magnetyczną (rys. 10), o pewnym rozmieszczeniu wokół niego wolnych biegunów magnetycznych (ang. free magnetic poles), charakteryzuje się energią magnetostaticzną E_s o wartości $\frac{2\pi\mu_0\vec{M}_s^2 r^3}{9}$. Gdy ściana domenowa przecina wtrącenie, następuje zmiana rozmieszczenia wokół niego wolnych biegunów magnetycznych, przez co dwukrotnie zmniejsza się energia magnetostaticzna E_s przyjmując wartość $\frac{\pi\mu_0\vec{M}_s^2 r^3}{9}$ [Néel, 1944]. Poprzednie prace na temat tego zjawiska nie uwzględniały rozmieszczenia wokół defektu wolnych biegunów magnetycznych [Kersten, Leipzig, 1943], [Kersten, 1943]. Néel także stwierdził, że energia magnetostaticzna E_s wtrącenia w domenę magnetyczną może być zmniejszona przez utworzenie na nim/wokół niego domen o spiczastym kształcie (ang. spike domains) (rys. 11a), lub może być nawet zredukowana do zera, w przypadku gdy ściana domenowa przecina wtrącenie i gdy przy wtrąceniu utworzą się domeny domykające (rys. 11b) [Cullity, 2009].



Rys. 11. Domeny spiczaste (a) i domykające (b) na wtrąceniu [Néel, 1994]

1.4.6. Magnetyczne badania struktury

Przykładowe zależności pomiędzy strukturą materiałów a wybranymi parametrami pochodzącymi z badań magnetycznych

Wartość sygnału Barkhausena zależy od wielkości ziarna materiału. Potwierdził to Ng [Ng et al., 2003] dla stali niskowęglowej (~0,13%C), wyżarzanej w zakresie temperatur 300-800°C. Wyniki jego pracy zamieszczono w tabeli 1.

Tabela 1. Wielkość ziarna, twardość i parametry wyznaczone z obwiedni sygnału Barkhausena dla próbek stali o zawartości 0,13%C, nie wyżarzanej i wyżarzanej, w stanie nie odkształconym i odkształconym [Ng et al., 2003]

T _{wyz} [°C]	d [μm]	VHN	V _{BEP(0)} [j.w.]	rms _{Bark(0)} [j.w.]	R _e [MPa]	V _{BEP(Re)} [j.w.]	R _m [MPa]	V _{BEP(Rm)} [j.w.]	ε _B [%]
0	10	143	33	264	267	44	369	67	10,6
300	15	144	29	227	269	51	355	73	12,0
400	12	141	26	222	236	52	340	74	12,9
500	21	137	32	232	250	59	343	73	13,0
600	27	124	30	222	229	46	316	73	15,7
700	25	118	14	134	216	20	318	32	15,2
800	75	104	14	117	193	27	306	38	16,3

T _{wyz} [°C]	– temperatura wyżarzania
d [μm]	– wielkość ziarna
V _{BEP(0)} [j.w.]	– maksymalna wartość obwiedni sygnału Barkhausena próbki przed odkształceniem
rms _{Bark(0)} [j.w.]	– wartość skuteczna wyznaczona z obwiedni sygnału Barkhausena próbki przed odkształceniem
V _{BEP(Re)} [j.w.]	– maksymalna wartość obwiedni sygnału Barkhausena próbki odkształconej przez działanie naprężenia odpowiadającego granicy plastyczności
V _{BEP(Rm)} [j.w.]	– maksymalna wartość obwiedni sygnału Barkhausena próbki odkształconej przez działanie naprężenia odpowiadającego wytrzymałości na rozciąganie
ε _B [%]	– odkształcenie przy zerwaniu (ang. strain-at-break)

Ng et al. otrzymał dla stali niskowęglowej empiryczną zależność:

$$V_{BEP} \sim d^{-0,43} \quad (40)$$

gdzie:

V_{BEP} – maksymalna wartość obwiedni sygnału Barkhausena w jednostkach wymiernych (j.w.),

d – rozmiar ziarna,

a także otrzymał zależność:

$$rms \sim d^{-0,41} \quad (41)$$

gdzie:

rms (root mean square) – wartość skuteczna w jednostkach wymiernych (j.w.), wyznaczona z obwiedni sygnału Barkhausena.

Ponadto, materiały odkształcone do osiągnięcia granicy plastyczności lub wytrzymałości na rozciąganie charakteryzują się odpowiednio wyższymi parametrami wyznaczonymi z obwiedni sygnału Barkhausena (V_{BEP} i rms) w porównaniu do materiałów przed odkształceniem [Ng et al., 2003].

Yamuara et al. [Yamuara et al., 2001] otrzymali relację Halla-Peacha pomiędzy rozmiarem ziarna a sygnałem Barkhausena dla czystego żelaza. Zgodnie z modelem Sakamoto [Sakamoto et al., 1987] zależność ta wynosi:

$$MBN = C_g \times d^{-1/2} \quad (42)$$

gdzie:

C_g – stała.

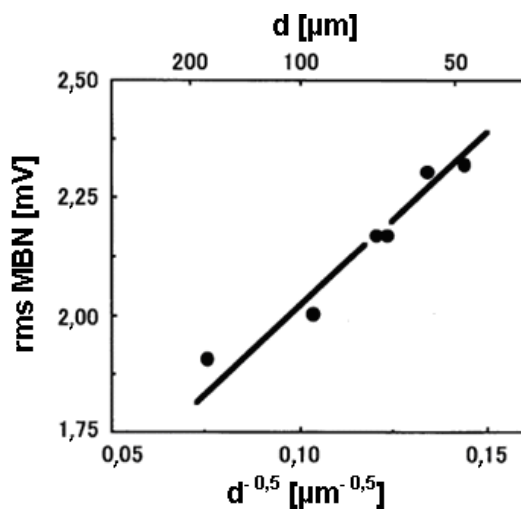
Sygnal Barkhausena maleje wraz ze wzrostem wielkości ziarna, ponieważ wtedy zmniejsza się udział granic ziaren w materiale (rys. 12a) [Yamuara et al., 2001]. Granice ziaren stanowią uprzywilejowane miejsca nukleacji domen magnetycznych, a także stanowią przeszkody dla ich przemieszczania, co rzutuje na wielkość sygnalu Barkhausena [Yamuara et al., 2001].

Ponadto, w celu oceny sygnalu Barkhausena na granicy ziaren w stopie żelazokrzem (Fe-3%Si), zaproponowano parametr:

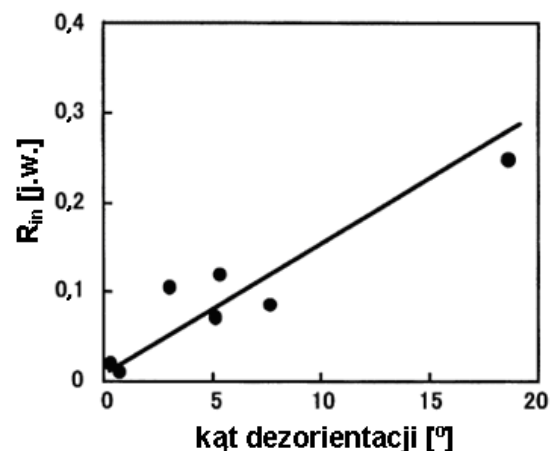
$$R_{in} = (P_{GB} - P_{AVG}) / P_{AVG} \quad [Yamuara et al., 2001] \quad (43)$$

gdzie:

- R_{in} – relatywna intensywność sygnalu Barkhausena na granicy ziaren,
- P_{GB} – sygnal Barkhausena zmierzony na granicy między ziarnami,
- P_{AVG} – średnia z dwóch sygnalów Barkhausena P_A i P_B zmierzonych w dwóch ziarnach materiału oddzielonych od siebie granicą.



Rys. 12a. Sygnal Barkhausena w funkcji wielkości ziarna d [Yamuara et al., 2001]



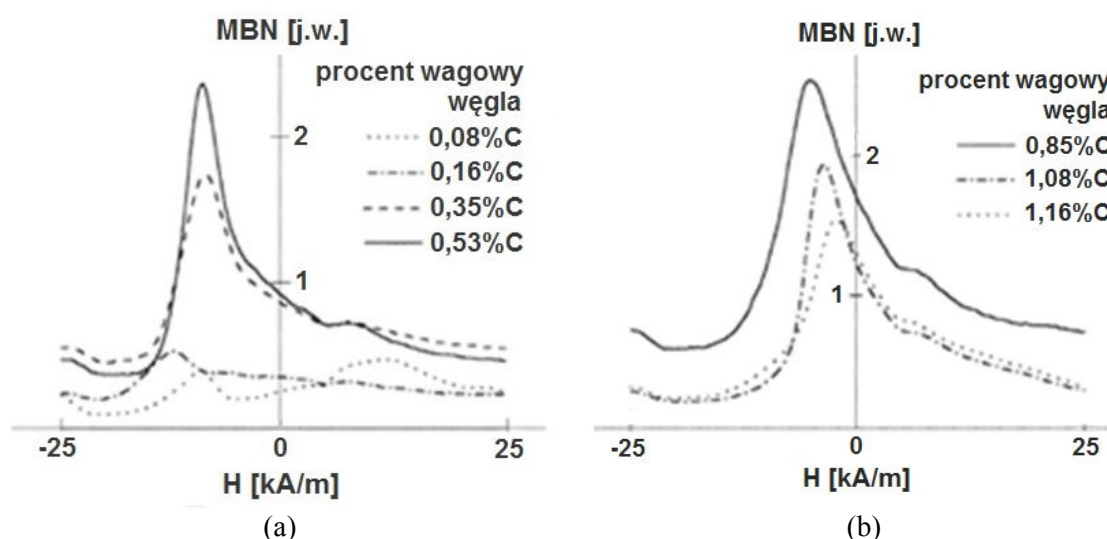
Rys. 12b. Relatywna intensywność sygnalu Barkhausena na granicy ziaren w funkcji kąta dezorientacji granicy [Yamuara et al., 2001]

Stwierdzono [Yamuara et al., 2001], że sygnal Barkhausena zmierzony na granicy dwóch ziaren wzrasta ze wzrostem kąta dezorientacji granicy ziarna (rys.12b). Z tabeli 2 [Yamuara et al., 2001] wynika, że interakcja pomiędzy ścianami domenowymi a niskokątowymi granicami ziaren jest niewielka. Wyniki te sugerują, że w materiale o większym udziale granic niskokątowych ściany domenowe będą przemieszczać się łatwiej niż w materiale o bardziej zróżnicowanych typach granic.

Tabela 2. Kąt dezorientacji granicy ziarna oraz sygnał Barkhausena w stali Fe-3%Si [Yamuara et al., 2001]

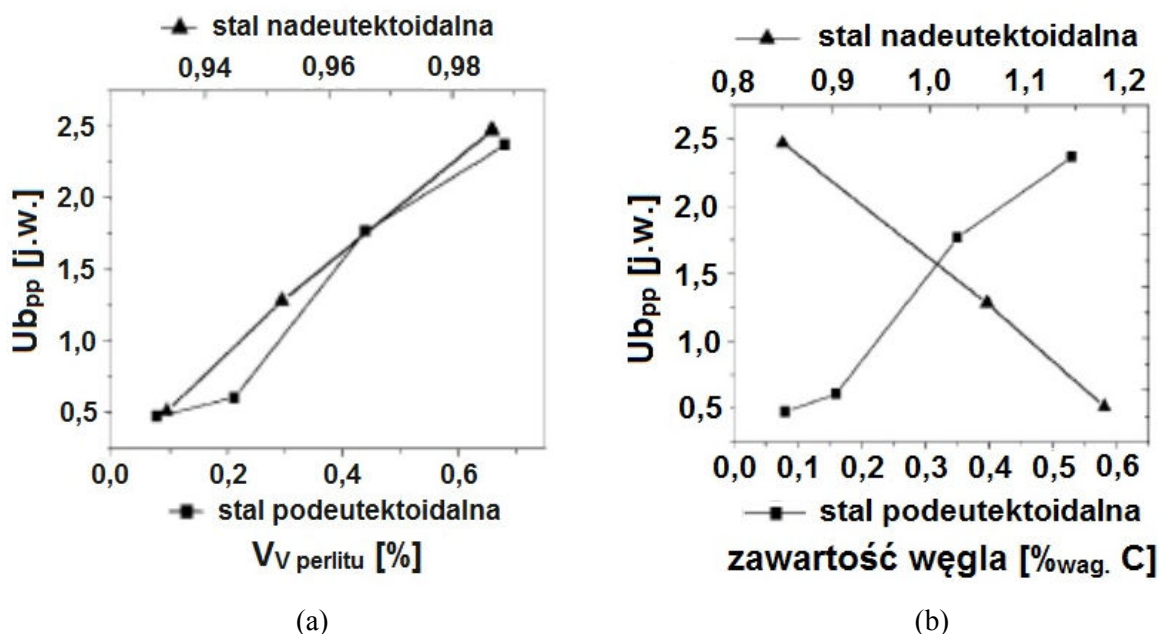
Kąt dezorientacji granicy ziarna [°]	Sygnał Barkhausena					R_{in}
	P_A [mV]	P_B [mV]	P_{AVG} [mV]	P_{GB} [mV]	$P_{GB} - P_{AVG}$ [mV]	
0,38	13,22	18,85	16,04	16,37	0,33	0,021
0,73	20,57	20,69	20,63	20,86	0,23	0,011
3,15	10,26	11,36	10,81	11,93	1,12	0,104
5,08	16,84	17,52	17,18	18,41	1,23	0,072
5,26	19,81	24,06	21,94	24,64	2,70	0,123
7,72	24,36	24,76	24,56	26,66	2,10	0,086
18,78	10,56	10,84	10,70	13,34	2,64	0,247

Koo et al. [Koo et al., 2003] przeprowadzili pomiary emisji Barkhausena na próbkach stalowych o zawartościach węgla wynoszących 0,08, 0,16, 0,35, 0,53, (rys. 13a); 0,85, 1,08, 1,16%C (rys.13b). Obróbka cieplna zapewniła podobny rozmiar ziaren perlitu i podobną grubość płytek cementytu. Badane materiały austenityzowano w temperaturze 1000°C, a następnie schłodzono: stale podeutektoidalne 0,08-0,53%C w piecu, a nadeutektoidalne 0,85-1,16%C na powietrzu.



Rys. 13. Obwiednie emisji Barkhausena dla stali podeutektoidalnych (a) i nadeutektoidalnych (b) [Koo et al., 2003]

Dla stali podeutektoidalnych (rys.13a) sygnał Barkhausena rośnie wraz ze wzrostem zawartości węgla i perlitu, natomiast dla stali nadeutektoidalnych (rys.13b) maleje wraz ze wzrostem zawartości węgla i cementytu. Najwyższy sygnał Barkhausena zaobserwowano dla stali o zawartości węgla 0,85%C, najbardziej zbliżonej do stali eutektoidalnej. Wyniki badań zaprezentowano także w postaci wykresów przedstawiających wysokość piku (ang. peak height) w funkcji zawartości perlitu (rys.14a) oraz węgla (rys.14b).

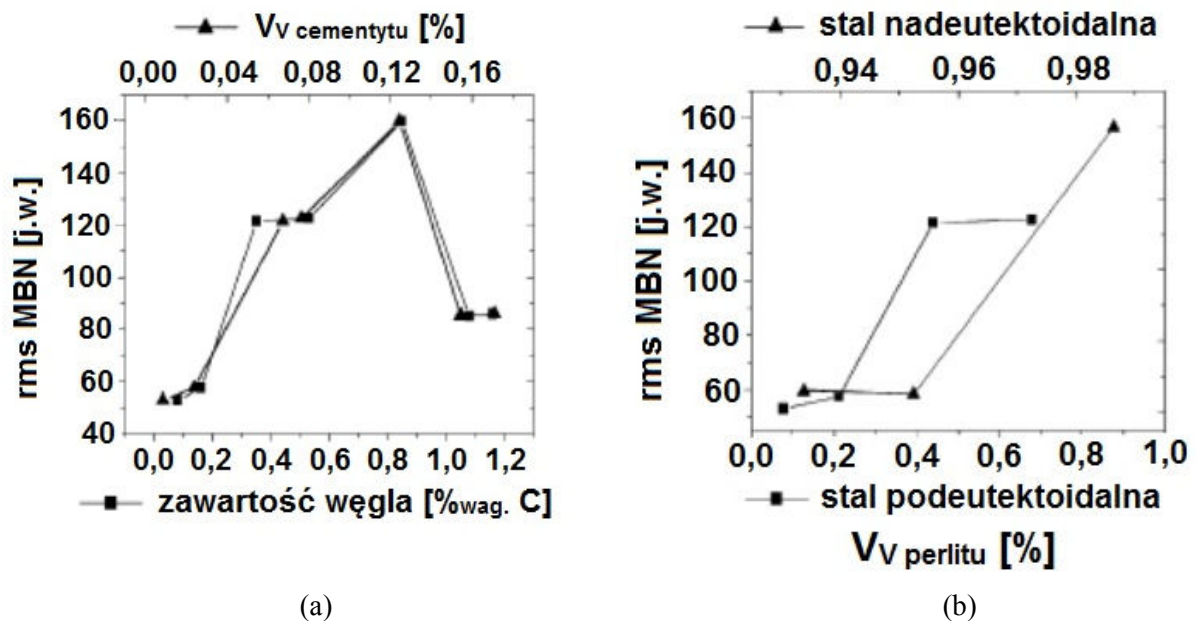


Rys. 14. Maksymalna wartość obwiedni emisji Barkhausena dla stali podeutektoidalnych (kwadraty) i nadeutektoidalnych (trójkąty) w funkcji udziału objętościowego perlitu (a) i węgla (b) [Koo et al., 2003]

W przypadku stali podeutektoidalnych, wraz ze wzrostem zawartości węgla, pojawia się coraz więcej ziaren perlitu kosztem ziaren ferrytu, przez co powiększa się powierzchnia granic ziaren ferryt-perlit. Wzmocnieniu ulega także sygnał (wysokość piku) Barkhausena, co sugeruje, że granice ziaren i struktura płytkowa stanowią miejsca nukleacji ścian domenowych oraz hamują ruch ścian domenowych.

Stale nadeutektoidalne wraz ze wzrostem zawartości węgla zawierają coraz więcej udziału objętościowego cementytu kosztem udziału objętościowego perlitu, co powoduje osłabienie sygnału (wysokości piku) Barkhausena. Przemieszczanie się ścian domenowych w cementycie jest trudniejsze niż w ferrycie i dlatego, aby wymusić ich ruch, potrzebne jest silniejsze pole magnetyczne – dlatego piki stali nadeutektoidalnych zaobserwowano przy wyższych wartościach natężenia pola magnetycznego \vec{H} niż piki stali podeutektoidalnych.

Z obwiedni emisji Barkhausena wyznaczono także wartość skuteczną [Koo et al., 2003]. Zmienia się ona nieliniowo względem zawartości węgla (rys.15a) i perlitu (rys.15b) w materiale.



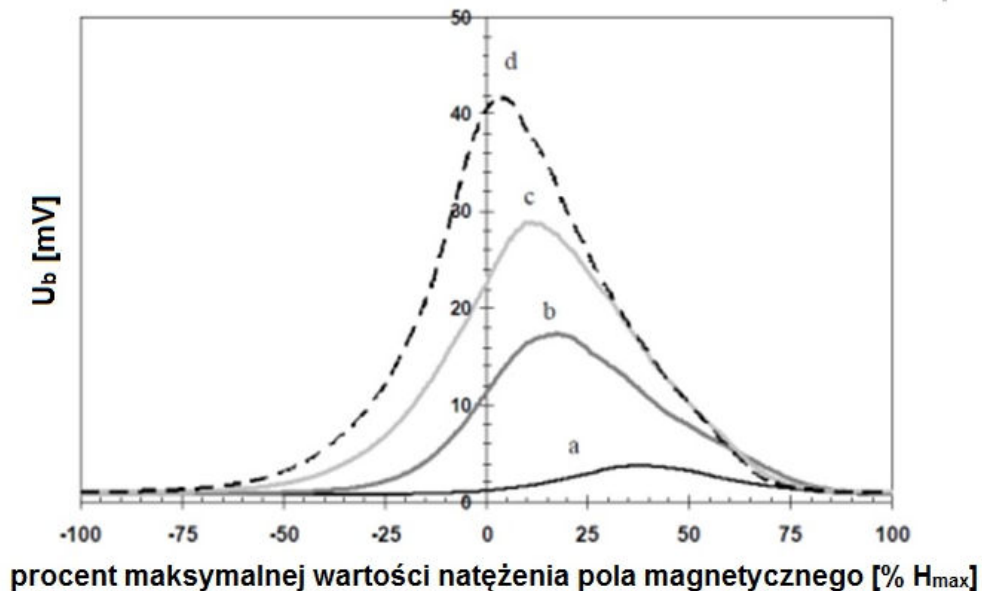
Rys. 15. Napięcie skuteczne wyznaczone z obwiedni emisji Barkhausena dla stali pondeutektoidalnych i nadeutektoidalnych w funkcji udziału objętościowego cementytu (kwadraty) i zawartości węgla (trójkąty) (a); w funkcji udziału objętościowego perlitu (b) [Koo et al., 2003]

Gür i Çam [Gür et al., 2007] badali emisję Barkhausena pochodzącą od struktur stali SAE 4140 powstałych na skutek różnych procesów obróbki cieplnej. Wyniki badań przedstawiono na rysunku 16.

Z wykresu wynika, że najslabszy sygnał Barkhausena zmierzono na próbce martenzytycznej (krzywa „a” na rys. 16). Mały rozmiar igieł martenzytu decyduje o małym rozmiarze domen magnetycznych. Ponadto, duża gęstość dyslokacji w martenzycie utrudnia rozrost domen magnetycznych. Odwrócenie magnetyzacji (ang. the reversal of magnetization) wymaga silnego pola magnetycznego. Przemieszczenia ścian domenowych są krótkie. Nowe domeny magnetyczne powstają z trudnością. Wymienione czynniki tłumaczą kształt obwiedni Barkhausena: szeroki pik o małej amplitudzie, wygenerowany przy wysokim natężeniu pola magnetycznego [Gür et al., 2007].

W przypadku próbki hartowanej i odpuszczanej (krzywa „b” na rys. 16) zaobserwowano silniejszy sygnał Barkhausena z maksimum przesuniętym ku niższym wartościom pola magnetycznego. Spowodowane to jest transformacją struktury martenzytycznej w strukturę składającą się z wydzielen cementytu sferoidalnego w osnowie ferrytycznej. Ponadto, naprężenia szczątkowe prawie całkowicie ulegają

usunięciu. Domeny magnetyczne powiększają się na skutek zmian morfologicznych struktury. Domeny magnetyczne nukleują i przemieszczają się łatwiej niż w strukturze martenzytycznej, co tłumaczy kształt obwiedni (krzywa „b” na rys. 16) [Gür et al., 2007].



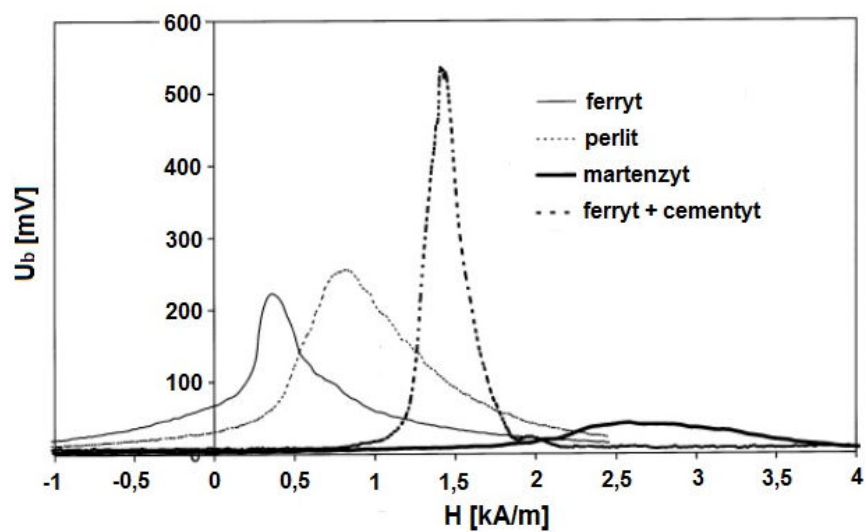
Rys. 16. Obwiednie napięcia skutecznej emisji Barkhausena dla próbek stali SAE4140 o różnych strukturach: a) martenzytycznej (hartowanie w wodzie), b) wydzielenia cementytu sferoidalnego w osnowie ferrytycznej (hartowanie w wodzie i odpuszczanie 600°C/2h), c) drobnoziarnista perlityczno-ferrytyczna (kąpiel solna 600°C/10min), d) gruboziarnista perlityczno-ferrytyczna (kąpiel solna 680°C/1h); wszystkie materiały były uprzednio austenitowane w temperaturze 850°C/0,5h [Gür et al., 2007]

Sygnal Barkhausena pochodzący od struktury perlityczno-ferrytycznej (krzywa „c” na rys. 16) jest silniejszy od sygnałów struktur martenzytycznej (krzywa „a” na rys. 16) i ferrytycznej z wydzielieniami cementytu (krzywa „b” na rys. 16), a jego maksimum jest jeszcze bardziej przesunięte ku niższym wartościom pola magnetycznego. Maksymalna odległość, jaką pokonuje ściana domenowa w ferrycie, zależy od wielkości ziarna, bowiem granice ziaren stanowią skuteczne przeszkody dla ruchu ścian domenowych. Średnia droga swobodna granic domenowych w perlicie może być wydłużona na skutek korzystnej orientacji płytek względem kierunku działania pola magnetycznego [Gür et al., 2007].

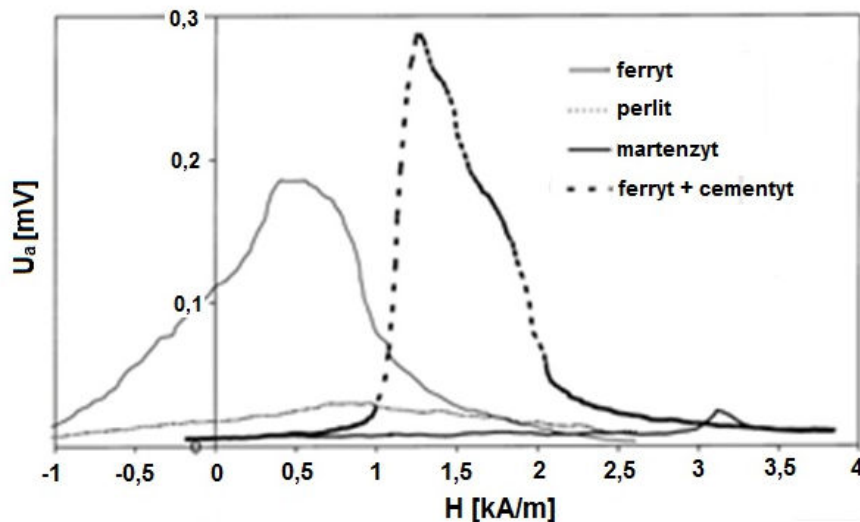
W gruboziarnistej strukturze perlityczno-ferrytycznej (krzywa „d” na rys. 16) ściany domenowe pokonują jeszcze większe odległości pomiędzy przeszkodami (głównie w postaci granic ziaren) niż w przypadku drobnoziarnistej struktury perlityczno-

ferrytycznej (krzywa „c” na rys. 16) i dlatego amplituda sygnału Barkhausena jest większa, a jej maksimum jeszcze bardziej przesunięte ku niższym wartościom pola magnetycznego – niższe natężenie pola magnetycznego jest wymagane by odkotwiczyć ściany domenowe od przeszkód [Gür et al., 2007].

Podobne badania przeprowadzili Saquet, Chicois i Vincent [Saquet et al., 1999], z tym że pomiary swoje rozszerzyli o badania emisji magnetoakustycznej. Badali oni stale o strukturze ferrytycznej (stal X10), perlitycznej (stal XC80) i martenzytycznej (stal XC55). Wyniki ich pomiarów wykazały, że obwiednie sygnału Barkhausena i emisji magnetoakustycznej charakteryzują się innym kształtem (rys. 17) [Saquet et al., 1999].



(a)



(b)

Rys. 17. Obwiednie napięcia skutecznego emisji Barkhausena (a), emisji magnetoakustycznej (b) dla stali o strukturze ferrytycznej (XC10), perlitycznej (XC80), martenzytycznej (XC55) oraz dla stali o strukturze zrekrytalizowanego ferrytu z wydzieleniami sferoidalnego cementytu (XC55) [Saquet et al., 1999]

Dla stali ferrytycznej pik na obwiedni napięcia skutecznego emisji Barkhausena jest wąski i dosyć symetryczny, podczas gdy pik na obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej znacznie szerszy. Oznacza to, że przy natężeniu pola magnetycznego około 0,35kA/m ściany domenowe typu 180° są bardziej aktywne niż ściany domenowe typu 90°. Ściany domenowe typu 90° charakteryzują się natomiast większą aktywnością niż ściany domenowe typu 180° przy natężeniu pola magnetycznego niższym i wyższym niż natężenie pola magnetycznego, przy którym występuje pik na obwiedni napięcia skutecznego emisji sygnału Barkhausena, i przy których oczekuje się powstawania i anihilacji domen [Saquet et al., 1999].

Dla perlitu intensywność sygnału Barkhausena jest znacznie większa niż sygnału emisji magnetoakustycznej, co wskazuje na to, że reorientacja struktury magnetycznej spowodowana jest przede wszystkim ruchem ścian domenowych typu 180°. Dla perlitu pik sygnału Barkhausena pojawia się przy większym natężeniu pola magnetycznego niż dla ferrytu, co sugeruje, że ściany domenowe typu 180° w perlicie przemieszczają się trudniej niż w ferrycie i potrzebne jest większe natężenie pola magnetycznego aby je przemieścić. Nieregularności w postaci naprzemiennie ułożonych płytek cementytu i ferrytu stanowią przypuszczalnie przeszkody dla granic domenowych [Saquet et al., 1999].

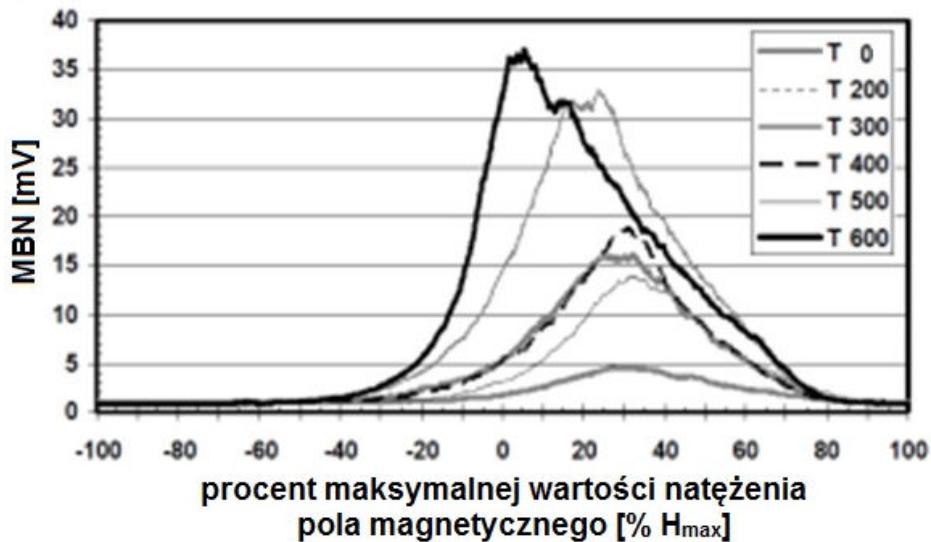
Dla próbki martenzytycznej, podobnie jak w pracy [Saquet et al., 1999], stwierdzono najslabszy pik sygnału Barkhausena w porównaniu do pików MBN pochodzących od pozostałych struktur. W martenzycie stwierdzono także niską aktywność granic 90°, odpowiedzialnych za emisję magnetoakustyczną.

Magnetyczna emisja Barkhausena może być wykorzystana do badań stali odpuszczonej. Davut et al. [Davut et al., 2006] techniką tą badali stal SAE 4140 (rys. 18).

Stal SAE 4140 po hartowaniu charakteryzuje się najniższą amplitudą obwiedni Barkhausena. Wynika to, jak poprzednio wspomniano, z dużej gęstości dyslokacji w sieci martenzytu oraz obecności mikronapreżeń szczątkowych w igłach martenzytu [Davut et al., 2006].

Odpuszczanie w temperaturze 200° powoduje lekkie podwyższenie wysokości pików, które spowodowane jest redukcją tetragonalności martenzytu. Z przesyconego roztworu stałego, jakim jest martenzyt, wydziela się węgiel w postaci płytek węgla ϵ [Gulajew, 1957]. Mimo tego procesu mikrostruktura martenzytu jest nadal iglasta, na co wskazuje kształt pików [Davut et al., 2006].

W temperaturze 300-400°C nadal maleje gęstość dyslokacji oraz następuje dalsza utrata tetragonalności martenzytu: węgiel ϵ przemienia się w cementyt Fe_3C [Gulajew, 1957]. Przemieszczanie ścian domenowych staje się łatwiejsze, na co wskazuje kształt i pozycja pików emisji Barkhausena [Davut et al., 2006]. W temperaturze 400°C stal ma strukturę złożoną z ferrytu i cementytu [Gulajew, 1957].



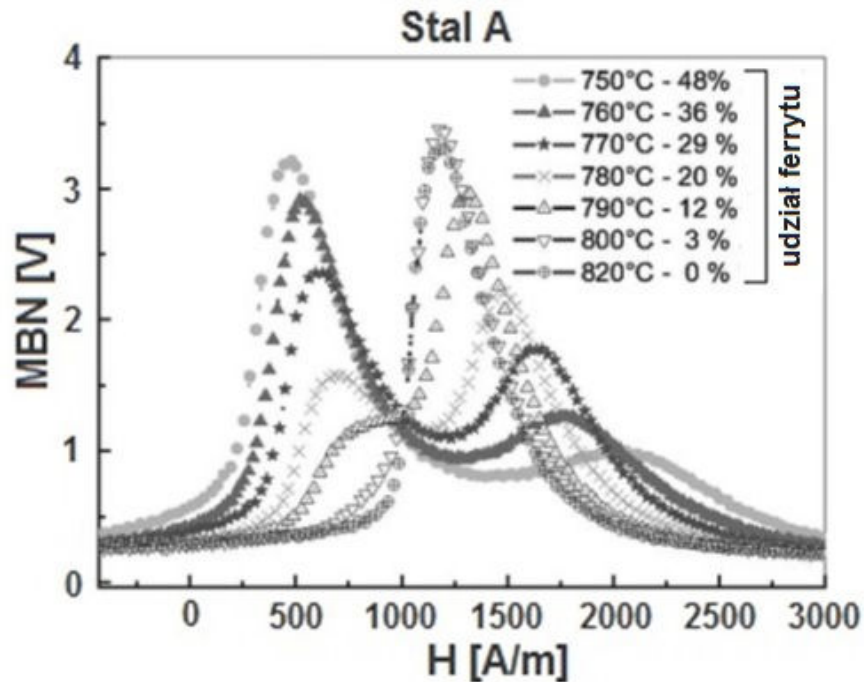
Rys. 18. Obwiednie emisji Barkhausena dla stali SAE 4140 o różnych temperaturach odpuszczania [Davut et al., 2006]

W temperaturze 500°C i 600°C węgliki ulegają sferoidyzacji i rozpoczyna się rekrytalizacja ferrytu. Następuje pogrubienie mikrostruktury krystalicznej i w konsekwencji domenowej. Naprężenia resztkowe prawie całkowicie zostają usunięte. Czynniki te powodują znaczący wzrost amplitud emisji Barkhausena, odpowiadających temperaturom odpuszczania 500°C i 600°C, a także przesunięcie ich maksimum w kierunku niższych wartości pola magnetycznego. W temperaturach tych nukleacja i przemieszczanie się ścian domenowych jest najłatwiejsze. W przypadku temperatur odpuszczania 500°C i 600°C pierwsze maksimum na obwiedni emisji Barkhausena przypisuje się fazie magnetycznie miękkiej – ferrytycznej, natomiast drugie maksimum fazie magnetycznie twardej – węglkowej.

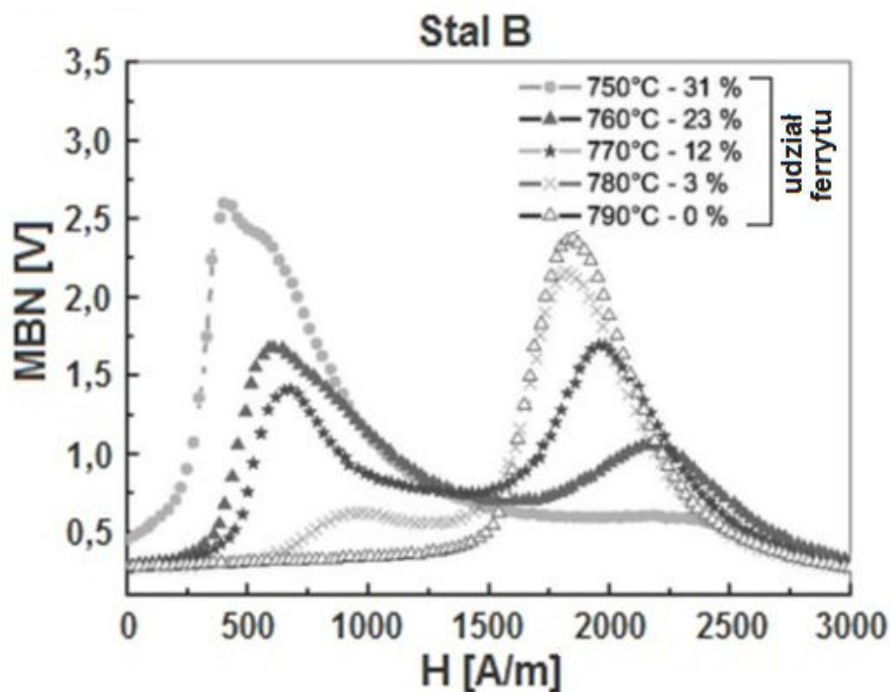
Podobne wyniki, dla stali SAE 5140 odpuszczanej w tych samych temperaturach, otrzymali Davut et al. [Davut et al., 2007]. Autorzy wymienionej pracy otrzymali jednak pojedyncze maksima.

W pracy [Kleber et al., 2008] zbadano sygnał Barkhausena pochodzący od dwóch testowanych stali (o zawartości węgla 0,343%C i 0,476%C) o różnych udziałach ferrytu i martenzytu. Dla obydwu materiałów na obwiedniach emisji Barkhausena stwierdzono

występowanie, przy różnych wartościach natężenia pola magnetycznego, pików pochodzących od fazy ferrytycznej i martenzytycznej, o amplitudach proporcjonalnych do udziału tych faz (rys. 19) [Kleber et al., 2008].



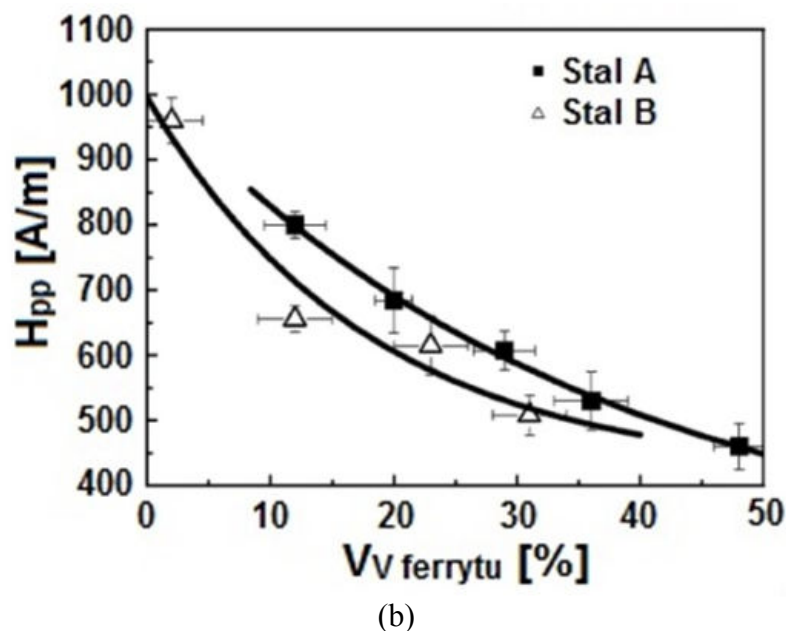
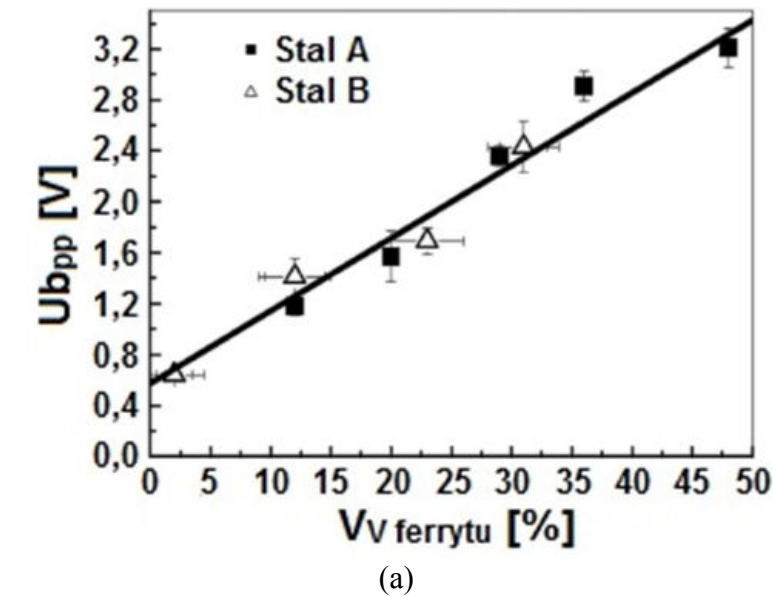
(a)



(b)

Rys. 19. Obwiednie emisji Barkhausena stali o zawartości węgla: (a) 0,343%C (Stal A); (b) 0,476%C (Stal B) [Kleber et al., 2008]

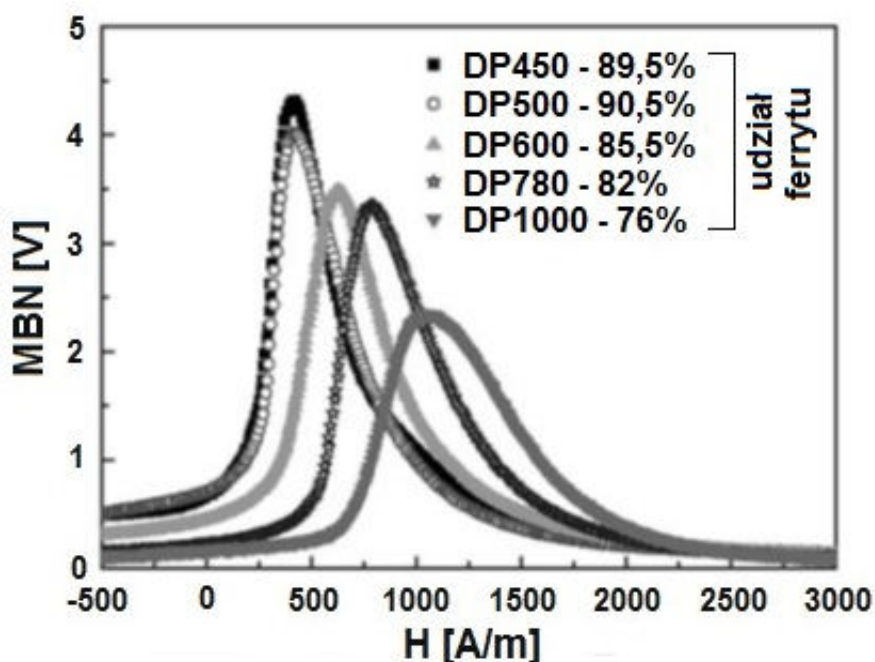
Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono występowanie liniowych zależności pomiędzy maksymalną wartością napięcia skutecznego Barkhausena a udziałem procentowym ferrytu (w zakresie niższych wartości natężenia pola magnetycznego) oraz zależności wykładnicze pomiędzy wartościami natężenia pola magnetycznego, przy których występuje pik sygnału Barkhausena a udziałem procentowym ferrytu (rys. 20) [Kleber et al., 2008].



Rys. 20. Amplituda piku (a) i odpowiadające mu natężenie pola magnetycznego (b) w funkcji udziału objętościowego ferrytu dla stali o zawartościach węgla 0,343%C i 0,476%C [Kleber et al., 2008]

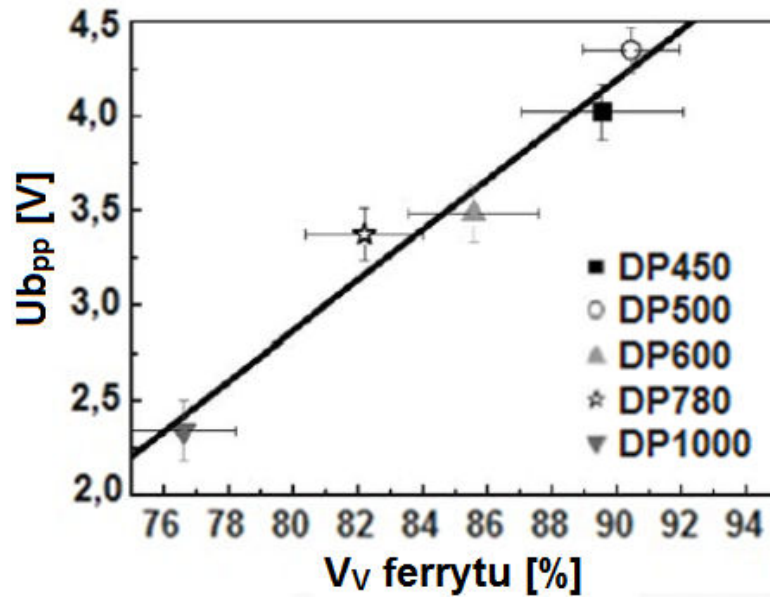
Wraz ze zwiększaniem udziału ferrytu w materiale zwiększa się liczba ścian domenowych i w konsekwencji sygnał Barkhausena staje się silniejszy – wzrasta amplituda piku emisji Barkhausena. Dyslokacje, wydzielenia i naprężenia resztkowe także przyczyniają się do zmiany kształtu obwiedni Barkhausena, ale wyraźne liniowe zależności występujące pomiędzy amplitudami pików a udziałem objętościowym ferrytu wskazują na to, że czynniki te mają wpływ drugorzędny w porównaniu do wpływu mikrostruktury stali [Kleber et al., 2008].

Analogiczne badania przeprowadzono dla różnych gatunków stali duplex, o mikrostrukturze składającej się z ferrytu i w mniejszym stopniu martenzytu i bainitu [Kleber et al., 2008]. Dla wszystkich badanych stali duplex stwierdzono występowanie pojedynczego piku, pochodzącego od ferrytu (rys. 21). Udział objętościowy martenzytu czy bainitu jest w tym przypadku zbyt mały, aby zaobserwować dodatkowy pik na obwiedni emisji Barkhausena.

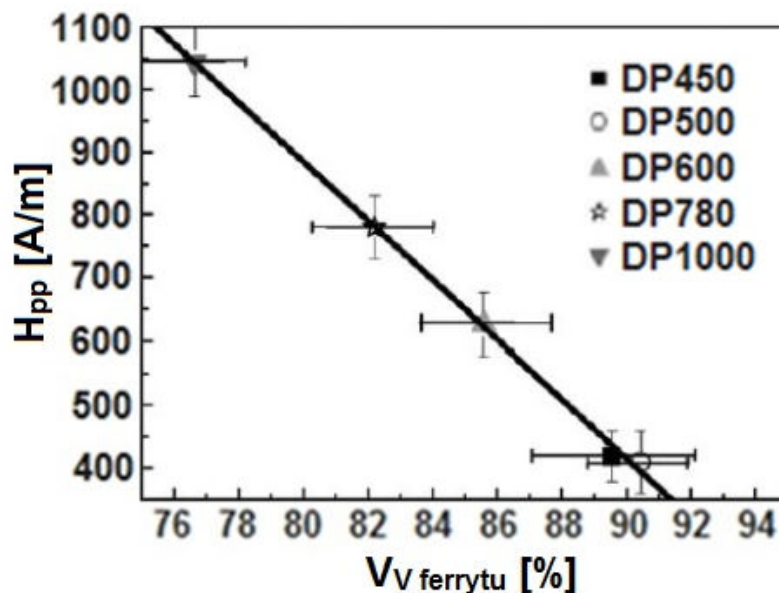


Rys. 21. Obwiednie emisji Barkhausena dla różnych gatunków stali duplex, o różnym udziale objętościowym ferrytu [Kleber et al., 2008]

W przypadku stali duplex stwierdzono, że oba parametry pochodzące z badań magnetycznych (amplituda i natężenie występowania piku) wykazują istotne liniowe korelacje z udziałem objętościowym ferrytu (rys. 22).



(a)

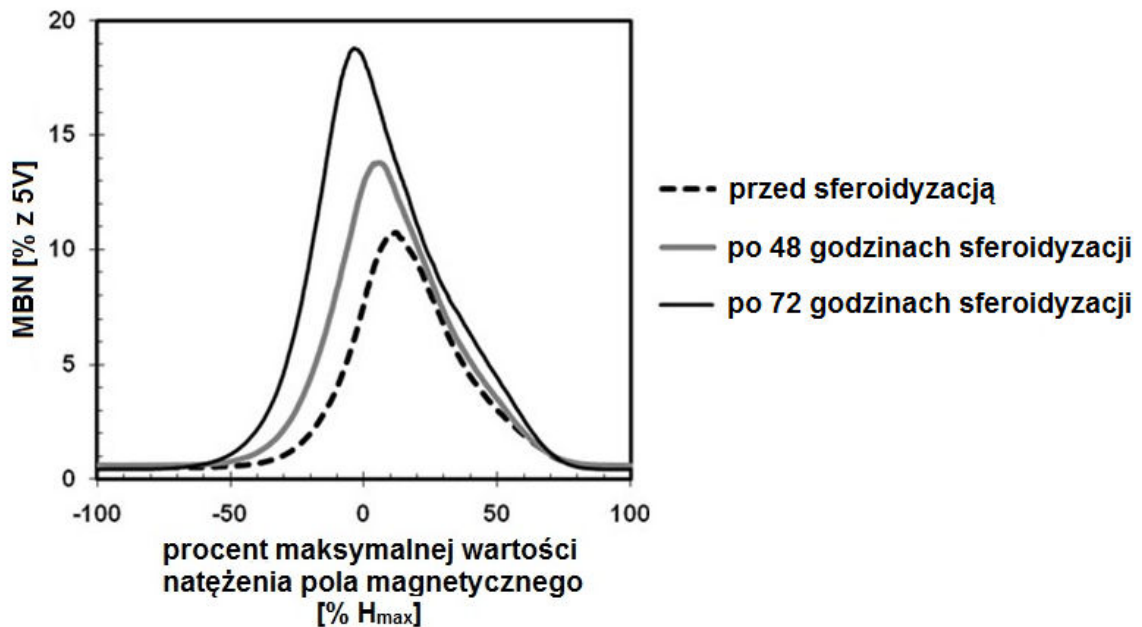


(b)

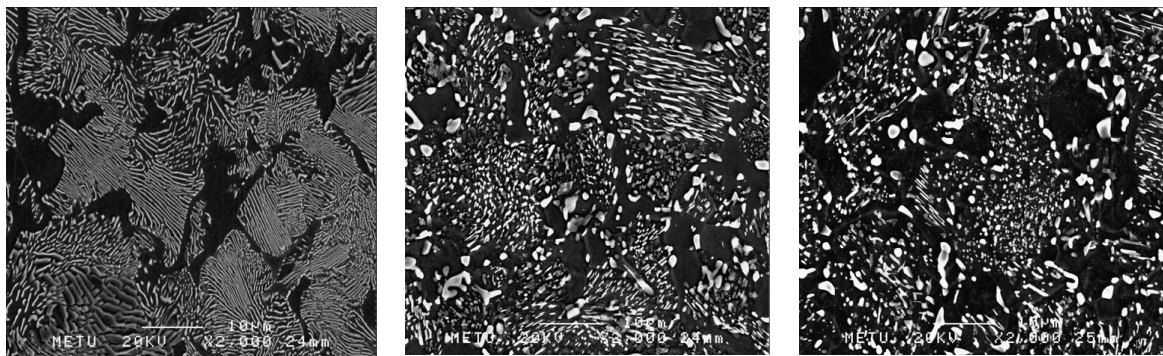
Rys. 22. Amplituda piku (a) i odpowiadające mu natężenie pola magnetycznego (b) w funkcji udziału objętościowego ferrytu dla różnych gatunków stali duplex [Kleber et al., 2008]

Davut i Gür [Davut i Gür, 2010] stwierdzili występowanie zależności pomiędzy emisją Barkhausena i stopniem sferoidyzacji cementytu płytkowego w stali AISI 1060 ($C = 0,56\%$). Zaobserwowano, że wraz z czasem trwania sferoidyzacji, powodującym wzrost stopnia sferoidyzacji cementytu płytkowego (rys. 23b-d), obwiednie emisji Barkhausena charakteryzują się wyższym maksimum, przemieszczonym ku niższym wartościom natężenia pola magnetycznego (rys. 23a). Wyniki te sugerują zarazem, że

ściany domenowe przemieszczają się łatwiej w przypadku cementytu sferoidalnego niż płytkowego. Wymagane jest też niższe natężenie pola magnetycznego, aby wymusić ich ruch.



Rys. 23a. Obwiednie emisji Barkhausena dla stali AISI1060 o różnym stopniu sferoidyzacji [Davut et al., 2010]



(b)
austenityzacja: 800°C/1h,
bez wyżarzania,
chłodzenie w piecu

(c)
austenityzacja: 800°C/1h
wyżarzanie: 700°C/48h
chłodzenie w piecu

(d)
austenityzacja: 800°C/1h
wyżarzanie: 700°C/72h
chłodzenie w piecu

Rys. 23. Stal AISI1060 [Davut et al., 2010]

1.4.7. Wpływ wartości naprężenia na emisję Barkhausena i emisję magnetoakustyczną

W badaniach nad wpływem naprężenia na emisję Barkhausena i emisję magnetoakustyczną dowiedziono, że w przypadku materiałów o dodatniej stałej magnetostrykcji, sygnał Barkhausena rośnie wraz ze zwiększoną wartością naprężenia

rozciągającego, a następnie maleje [Anglada-Rivera et al., 2001], [Stewart et al., 2004], [Blaow et al., 2007]. Zjawisko to można wyjaśnić na przykładzie kryształu żelaza [Kleber et al., 2004]. W kryształach żelaza, na który nie działają żadne naprężenia, momenty magnetyczne domen są zorientowane wzdłuż kierunku łatwego namagnesowania, zgodnego z kierunkiem krystalograficznym [100]. Gdy polikrystaliczną próbkę podda się naprężeniu rozciągającemu, domeny magnetyczne o momentach magnetycznych równoległych do osi działania naprężenia, są energetycznie uprzywilejowane i powiększają się kosztem pozostałych. Uprzywilejowanie ścian domenowych wynika z równania określającego energię magnetosprężystą, przedstawionego w podrozdziale 1.4.1. W związku z tym, że naprężenie rozciągające i stała magnetostrykcji dla żelaza są dodatnie, to ich iloczyn jest także dodatni, co oznacza, że energia magnetosprężysta osiąga minimum wtedy, gdy momenty magnetyczne domen są ułożone względem siebie równolegle, tzn. gdy kąt pomiędzy kierunkiem wektora namagnesowania lokalnego \vec{J}_s i kierunkiem działania naprężenia $\vec{\sigma}$ wynosi 0. Po przekroczeniu wartości naprężenia krytycznego sygnał Barkhausena maleje na skutek pojawienia się w materiale indukowanej anizotropii stanu naprężenia. Przy natężeniu pola magnetycznego około 16kAm^{-1} , następuje zmiana znaku stałej magnetostrykcji żelaza z dodatniego na ujemny [Cullity et al., 2009] i kierunkiem łatwej magnetyzacji w kryształach żelaza staje się kierunek [111] [Kleber et al., 2004]. Domeny magnetyczne szeregują się wzdłuż kierunku łatwej magnetyzacji [111], różnego od kierunku działania naprężenia [Anglada-Rivera et al., 2001]. Proces szeregowania ścian domen magnetycznych typu 180° wzdłuż kierunku [100], zgodnego z przyłożonym kierunkiem naprężenia jest zatem osłabiony [Kleber et al., 2004] i dlatego sygnał Barkhausena maleje.

Natomiast w przypadku poddania materiałów o dodatniej stałej magnetostrykcji naprężeniu ściskającemu, sygnał Barkhausena maleje [da Silva Junior, Cruz, 2001]. Jeśli próbkę podda się sile wywołującej naprężenie ściskające, to energia magnetosprężysta osiąga minimum, gdy kąt pomiędzy kierunkiem działania naprężenia i kierunkiem wektora namagnesowania lokalnego wynosi 90° . Powiększają się wtedy ściany domenowe typu 90° kosztem pozostałych domen [Kleber et al., 2004].

W przypadku materiałów o ujemnej stałej magnetostrykcji, np. niklu, sygnał Barkhausena maleje wraz ze wzrostem naprężenia rozciągającego, natomiast rośnie

dla naprężenia ściskającego (w pewnych zakresach zmian wartości pomiarowych) [Ng et al., 1992].

Sygnal emisji magnetoakustycznej na skutek działania naprężenia zmienia się odmiennie niż sygnal emisji Barkhausena. W przypadku obciążenia wywołującego w stali (dodatnia stała magnetostrykcji) naprężenia rozciągające, wektory magnetyzacji (ang. magnetization) \vec{M} ustawiają się równoległe do osi działania naprężenia (celem zminimalizowania energii magnetosprężystej): ściany domenowe typu 180° powiększają się kosztem ścian domenowych typu 90° redukując emisję magnetoakustyczną [Ng et al., 1992]. Zupełnie inne zachowanie przy tym samym rodzaju obciążenia można zaobserwować w materiałach o ujemnej wartości stałej magnetostrykcji. Na przykład w niklu poddanym naprężeniu rozciągającemu wektory magnetyzacji (ang. magnetization) \vec{M} ustawiają się prostopadle do osi działania naprężenia, i ściany domenowe typu 90° powiększają się kosztem ścian domenowych typu 180° - sygnal emisji magnetoakustycznej wzrasta.

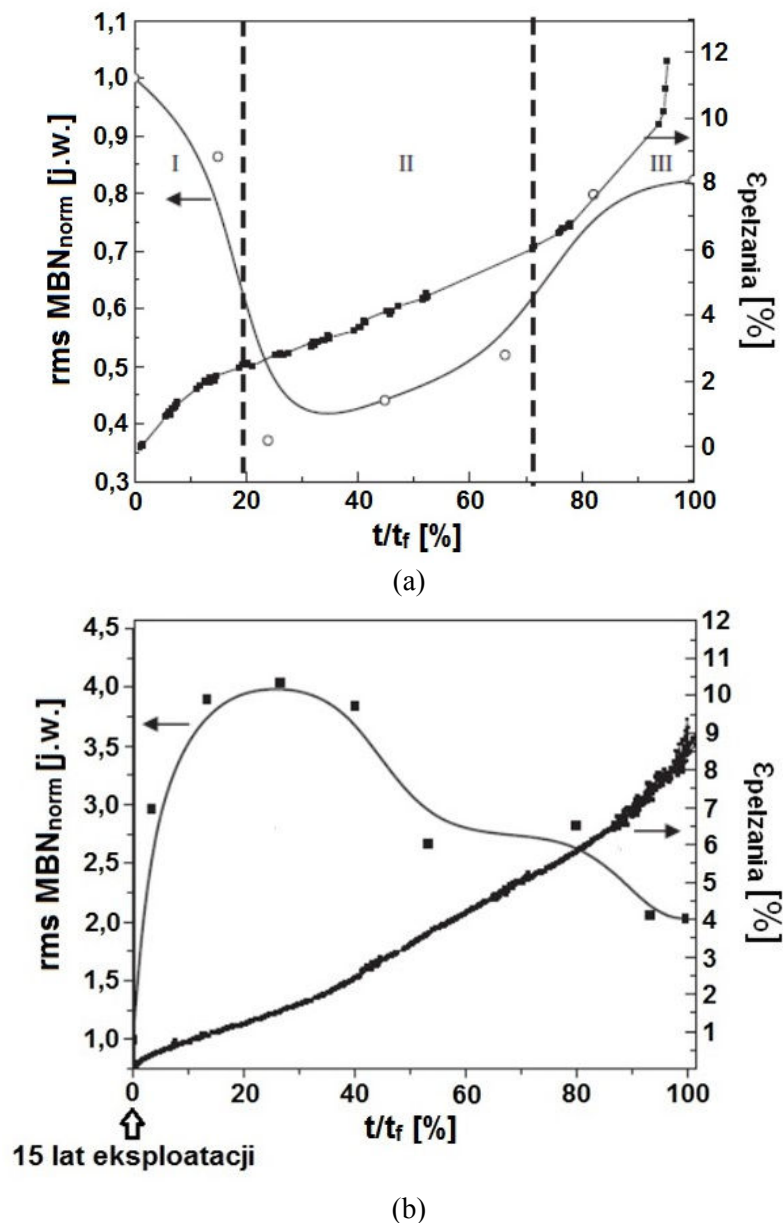
Wpływ naprężenia rozciągającego i ściskającego na sygnal emisji magnetoakustycznej został szerzej opisany m.in. w pracach [Shibata et al., 1981] oraz [Gorkonov et al., 2001].

1.4.8. Magnetyczne badania degradacji materiału

Magnetyczne badania degradacji materiału prowadzili między innymi Mohopatra et al. [Mohopatra et al., 2008]. Określali oni za pomocą wartości skutecznej napięcia sygnału Barkhausena uszkodzenie dwóch serii próbek ze stali niskowęglowej typu 5Cr-0,5Mo (0,11%C) poddanej procesowi pełzania w warunkach laboratoryjnych (600°C , 60MPa). Pierwsza seria próbek była hartowana w temperaturze 900°C i odpuszczana w 400°C , natomiast druga seria próbek została wycięta z rurociągu eksploatowanego przez 15 lat (400°C , 28,11MPa). W przypadku serii próbek wyciętych z materiału wcześniej nie eksploatowanego autorzy stwierdzili spadek wartości rms sygnału Barkhausena w pierwszym etapie pełzania, dalszy spadek, a następnie wzrost wartości tego sygnału w drugim etapie pełzania oraz jego stopniowy wzrost do wartości ustalonej w trzecim etapie pełzania (rys. 24a).

Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono, że w początkowym etapie pełzania z osnowy materiału wydzielają się nowe węgliki, zwiększając tym samym gęstość przeszkód dla ścian domenowych. Ruch granic domenowych jest zatem wtedy

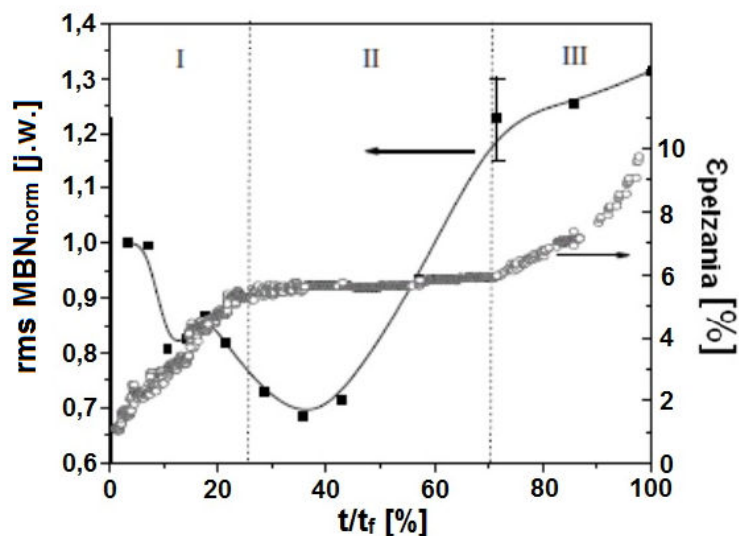
utrudniony i dlatego wartość skuteczna napięcia sygnału Barkhausena maleje [Mohopatra et al., 2008]. Koagulacja węglików w dalszym etapie pełzania powoduje jednak zmniejszenie gęstości przeszkód dla ścian domenowych, co skutkuje z kolei wzrostem sygnału Barkhausena. W trakcie dalszego trwania procesu pełzania następuje dalsza koagulacja masywnych, kruchych węglików bogatych w Cr i Mo, obok których, na granicach ziaren powstają mikropustki. Mikropustki te generują pole demagnetyzujące, powodujące minimalny spadek sygnału Barkhausena.



Rys. 24. Wyniki badań pełzania przeprowadzonych w warunkach 600°C/60MPa i wartości skutecznej napięcia sygnału emisji Barkhausena stali typu 5Cr-0,5Mo o zawartości 0,11%C dla próbek: (a) bez wcześniejszej historii deformacji, po samej obróbce cieplnej $T_{\text{aust}} = 900^\circ\text{C}$, $T_{\text{odp}} = 400^\circ\text{C}$; (b) eksploatowanych uprzednio przez 15 lat w warunkach 400°C/28,11MPa [Mohopatra et al., 2008]

Z kolei dla serii próbek wyciętych z rurociągu eksploatowanego stwierdzono początkowo wzrost, a następnie spadek wartości rms sygnału Barkhausena (rys. 24b). W tym przypadku nie wystąpił na początku procesu pełzania spadek wartości rms sygnału Barkhausena, ponieważ drobne węgliki nie wydzieliły się. Przyczyną tego był 15-letni okres eksploatacji rurociągu, który przekroczył już 70% zaplanowanej żywotności. W tej serii próbek stalowych od razu następowała koagulacja węglików zmniejszająca gęstość przeszkód dla ścian domenowych i przez to sygnał Barkhausena wzrastał. Gdy w materiale zaczynały pojawiać się mikropustki, wzrost sygnału Barkhausena zaczynał maleć na skutek pojawienia się w materiale pola demagnesującego. Gdy następowało łączenie mikropustek ze sobą w większe pustki lub pęknięcia, pole demagnetyzujące powiększało się znacznie i sygnał Barkhausena dalej malał [Mohopatra et al., 2008].

Podobne badania opisano w pracy [Mitra et al., 2007], w której również badano stal typu 9Cr-1Mo (0,09%C) poddawaną pełzaniu przy naprężeniu 125MPa w temperaturze 600°C. W oparciu o uzyskane wyniki stwierdzono, że wartość rms sygnału Barkhausena malała w pierwszym etapie pełzania, w drugim etapie dalej malała, osiągając minimum, a następnie silnie wzrastała. W trzecim etapie pełzania wartość rms sygnału Barkhausena wzrastała stosunkowo nieznacznie, przyjmując niemal liniową zależność względem czasu (rys. 25).



Rys. 25. Krzywa pełzania stali 5Cr-0,5Mo o zawartości 0,09%C testowanej w temperaturze 600°C i przy naprężeniu 125MPa oraz przebieg zmian wartości skutecznej napięcia sygnału emisji Barkhausena [Mitra et al., 2007]

Augustyniak i współpracownicy [Augustyniak et al., 2007] sprawdzali możliwość detekcji zdegradowanych obszarów eksploatowanych rurociągów za pomocą emisji

magnetoakustycznej. Badania przeprowadzono na próbce wyciętej z rurociągu nie eksploatowanego oraz na pięciu próbkach wyciętych z rur eksploatowanych w przemyśle energetycznym. Wyniki przedstawiono w postaci całki z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej. Przeprowadzono także badania mikrostrukturalne. Wykazano, że różnica pomiędzy wartością całki określonej dla próbki materiału nie eksploatowanego a wartością całki dla próbki poddanej degradacji w stopniu największym wynosi około 50%. Stwierdzono również, że w badanym typie stali (2,25Cr-1Mo) „wzrost i koagulacja wydzieleni skutkuje zmniejszeniem natężenia emisji natężenia MAE”. Analizie poddano także pole koercji H_c . W wyniku przeprowadzonej analizy wykazano wyższe wartości pola koercji dla próbek z rurociągu eksploatowanego w odniesieniu do koercji dla próbki wyciętej z rurociągu nie eksploatowanego.

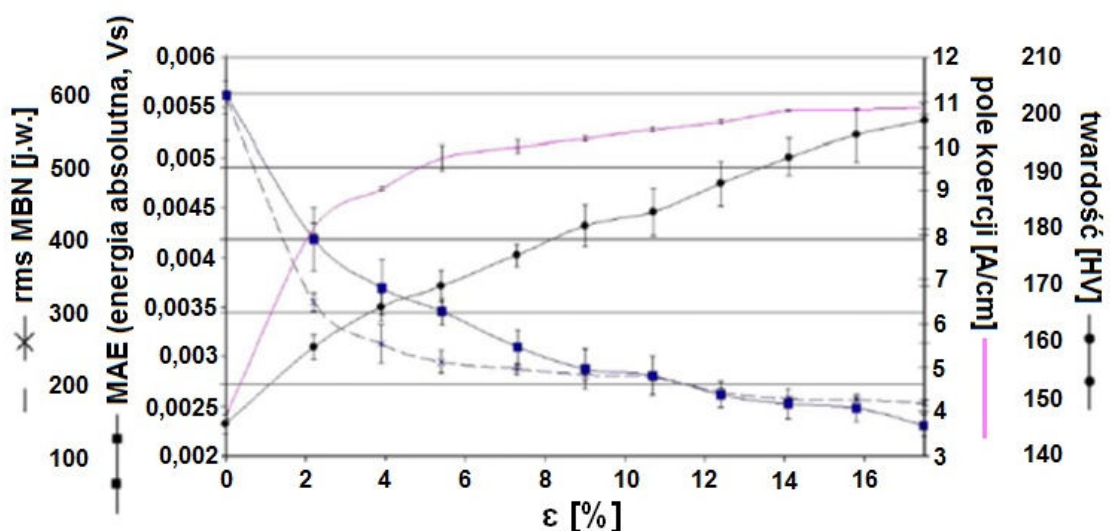
Stupakov et al. [Stupakov et al., 2007] badali stal niskowęglową CSN12013 (C = 0,03%) poddaną deformacji plastycznej do około 23%. Stwierdzono, że wraz ze wzrostem odkształcenia plastycznego napięcie skuteczne emisji Barkhausena początkowo wzrasta (do ok. 2,5%), a następnie maleje, natomiast koercja materiału stale wzrasta.

Piotrowski i współpracownicy [Piotrowski et al., 2009] badali stal CSN12021 (C = 0,07÷0,15%) deformowaną plastycznie do 18,2%. W oparciu o wykonane badania stwierdzono, że wraz ze wzrostem odkształcenia następuje wzrost koercji oraz spadek całki z obwiedni napięcia skutecznego emisji Barkhausena. W przypadku emisji magnetoakustycznej otrzymano wzrost wartości tej całki, uzyskując maksimum dla odkształcenia trwałego 1,9%, po osiągnięciu którego nastąpił jednak jej spadek. Różnica w poziomach sygnału Barkhausena i emisji magnetoakustycznej wynika z różnych mechanizmów oddziaływania granic domenowych typu 180° i 90° ze strukturą dyslokacyjną. W trakcie deformacji plastycznej zmienia się ich populacja oraz siła kotwiczenia tych domen na przeszkodach. Domeny domykające, odpowiedzialne za powstanie emisji magnetoakustycznej, tworzą się głównie w strukturach dyslokacyjnych (ang. dislocation tangles) oraz komórkach dyslokacyjnych (ang. dislocation cell walls), będących tzw. obszarami twardymi (ang. hard regions) [Piotrowski et al., 2009]. Z kolei za emisję Barkhausena odpowiedzialne są ściany domenowe znajdujące się głównie w tzw. obszarach miękkich (ang. soft regions) [Piotrowski et al., 2009].

Wcześniej opisane wyniki badań zmian pola koercji na skutek deformacji plastycznej potwierdzono w badaniach Jiles i współpracowników [Jiles et al., 1987], na podstawie których wykazano dla stali AISI 4140 zdeformowanej do $\varepsilon = 17,5\%$ 30%-towy wzrost H_c w odniesieniu do próbki w stanie wyjściowym.

Skalsky et al. [Skalsky et al., 2011] stwierdzili spadek sygnału emisji magnetoakustycznej określony jako całkowita suma amplitud impulsów emisji magnetoakustycznej (ang. total amplitude sum for the impulses of MAE) dla stali niskowęglowej ‘grade 15’ (stal analogiczna do SAE 1015) dla próbek zdeformowanych plastycznie do 1,5% oraz dla próbek o wprowadzonych jedynie odkształceniach sprężystych do 0,13%.

Zmniejszenie intensywności emisji magnetoakustycznej wraz ze stopniem deformacji plastycznej (zadaniem przez rozciąganie) można wytłumaczyć następująco. Przyłożenie do próbki siły wywołującej określone naprężenie powoduje ustawienie wektora magnetyzacji wzdłuż kierunku działania naprężenia, co powoduje minimalizację energii magnetosprężystej. Obszar ścian domenowych typu 180° powiększa się kosztem ścian domenowych typu 90° [Ng et al., 1992], które są odpowiedzialne za emisję magnetoakustyczną (choć wraz z granicami domenowymi typu 180° także za efekt Barkhausena). Plastyczna deformacja powoduje zwiększenie gęstości dyslokacji, a to z kolei prowadzi do wzrostu interakcji granic domenowych z dyslokacjami, co zmniejsza dynamikę ścian domenowych [O’Sullivan et al., 2004].



Rys. 26. Wartość napięcia skutecznego emisji Barkhausena, emisja magnetoakustyczna wyrażona jako energia absolutna, pole koercji oraz twardość HV w odniesieniu do odkształcenia trwałegoadanego przez pełzanie dla materiału AISI 430 [O’Sullivan et al., 2004]

Dyslokacje stanowią większą barierę dla ścian domenowych typu 180° niż dla granic domenowych typu 90° , czego dowodzą wyniki otrzymane przez [O'Sullivan et al., 2004] (rys. 26). W pracy [O'Sullivan et al., 2004] emisja magnetoakustyczna wyrażona jest za pomocą parametru zwanego energią absolutną. Jego miarą jest pole powierzchni pod krzywą bezwzględnych wartości zmian napięcia emisji magnetoakustycznej w funkcji czasu [O'Sullivan et al., 2004].

Dyslokacje stanowią większą barierę dla ścian domenowych typu 180° niż dla granic domenowych typu 90° , czego dowodzą wyniki otrzymane przez [O'Sullivan et al., 2004]. Zostało to zobrazowane graficznie na rysunku 26 [O'Sullivan et al., 2004].

Powstały również publikacje, w których omówiono zastosowanie parametrów magnetycznych do oceny uszkodzeń materiałów poddanych degradacji w inny sposób niż przez pełzanie czy przez deformację plastyczną, np. przez zmęczenie [Palma et al., 2005], [Gorkunov et al., 2006], ale z uwagi na zakres niniejszej pracy nie będą one omawiane.

Przytoczone w niniejszym rozdziale przykłady wskazują na to, że metody magnetyczne są bardzo czułe na zmiany mikrostruktury oraz stanu naprężenia. W pracy doktorskiej podjęto zatem próbę wykorzystania do oceny stopnia rozwoju uszkodzenia parametrów wyznaczonych z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena, emisji magnetoakustycznej oraz pętli histerezy magnetycznej, a także współczynnika dwójłomności akustycznej i współczynnika elastoakustycznego, wyznaczonych na pomocą najczęściej stosowanych w diagnostyce badań ultradźwiękowych. Założono, że wymienione parametry uszkodzenia pozwolą zidentyfikować podstawowe właściwości mechaniczne oraz degradację mikrostruktury stali z wprowadzonym odkształceniem trwałym wskutek pełzania bądź płynięcia plastycznego, a także samą wartość tego odkształcenia.

2. Cel i tezy naukowe pracy

Celem pracy jest określenie rozwoju uszkodzenia rozumianego jako degradację strukturalną i jako zmiany właściwości mechanicznych stali za pomocą parametrów wyznaczonych za pomocą badań ultradźwiękowych lub/i magnetycznych. Dla realizacji tak sformułowanego celu rozprawy, materiały postanowiono odkształcać na skutek pełzania bądź deformacji plastycznej o różnym stopniu zaawansowania w ten sposób, aby uzyskać materiał badawczy o narastającym poziomie uszkodzenia. Degradację strukturalną określono w sposób zarówno jakościowy, jak i ilościowy w zakresie mikroskopii świetlnej, a także metodą jakościową za pomocą mikroskopii S/TEM, natomiast zmiany charakterystyk mechanicznych po obciążeniach wstępnych (pełzanie/deformacja plastyczna) wyznaczono za pomocą statycznej próby rozciągania.

Sformułowano następujące tezy naukowe pracy:

- 1. Występują istotne zależności między poziomem odkształcenia trwałego, a także parametrami czułymi na stopień uszkodzenia wynikającymi ze statycznej próby rozciągania a parametrami wyznaczonymi w badaniach nieniszczących.**
- 2. Występują istotne zależności między degradacją strukturalną (wyrażoną jako udział pustek w materiale) a parametrami uzyskanymi na podstawie badań nieniszczących.**

Pozytywna weryfikacja przedstawianych tez naukowych pracy będzie stanowić podstawę do zastępowania w przyszłości kosztownych i czasochłonnych badań niszczących badaniami o charakterze nieniszczącym.

3. Badany materiał oraz szczegóły przyjętej techniki pomiarowej

W niniejszym rozdziale rozprawy doktorskiej przedstawiono badane materiały oraz podano uzasadnienie ich wyboru. Przedstawiono ogólny schemat programu badań oraz omówiono szerzej zastosowane techniki badawcze.

3.1. Testowane materiały

Do badań wytypowano stal 40HNMA przeznaczoną do pracy w podwyższonych temperaturach, głównie stosowaną w energetyce. Jedną serię próbek wycięto z nowo zakupionego płaskownika i poddano ulepszeniu cieplnemu według normy [PN-89/H-84030/03], zgodnie z wariantem B (hartowanie 850°C, odpuszczanie 500°C w oleju). Dzięki nawiązanej współpracy z instytucjami produkującymi energię elektryczną udało się pozyskać fragmenty eksploatowanych rur wyciętych z rurociągów podczas ich postojów inspekcyjnych. Z fragmentów tych wycięto drugą serię próbek ze stali 40HNMA. Stal 40HNMA z historią obciążenia wybrano ze względu na potencjalną możliwość wytworzenia w niej, w stosunkowo krótkim czasie, pustek na skutek pełzania wywołanego w próbach przyspieszonych. Fakt ten miał ułatwić poszukiwanie wzajemnych relacji między parametrami pochodzącymi z prób nieniszczących i niszczących. Uzyskane wyniki będą przedmiotem zestawienia i porównania z wynikami serii próbek wyciętych z płaskownika (nie poddanego eksploatacji w warunkach przemysłowych). W niniejszej pracy przedstawiono również wyniki stali P91, również z rurociągu, jako przykładu materiału stosowanego obecnie w przemyśle energetycznym, w celu stwierdzenia, czy opracowane dla stali 40HNMA zależności będą także miały zastosowanie w odniesieniu do stali P91.

Program badawczy, jaki zastosowano podczas realizacji pracy obejmował badania wstępne (kontrolne analizy składu chemicznego, jakościowe badania metalograficzne i statyczną próbę rozciągania), symulację obciążeń eksploatacyjnych, badania nieniszczące magnetyczne i ultradźwiękowe, badania zmian właściwości mechanicznych pod wpływem wprowadzonej historii deformacji, ocenę przelomów, jakościowe i ilościowe badania w zakresie mikroskopii świetlnej, a także badania metodami S/TEM. Schemat planu badań przedstawiono na rys. 27.



Rys. 27. Schemat planu badań

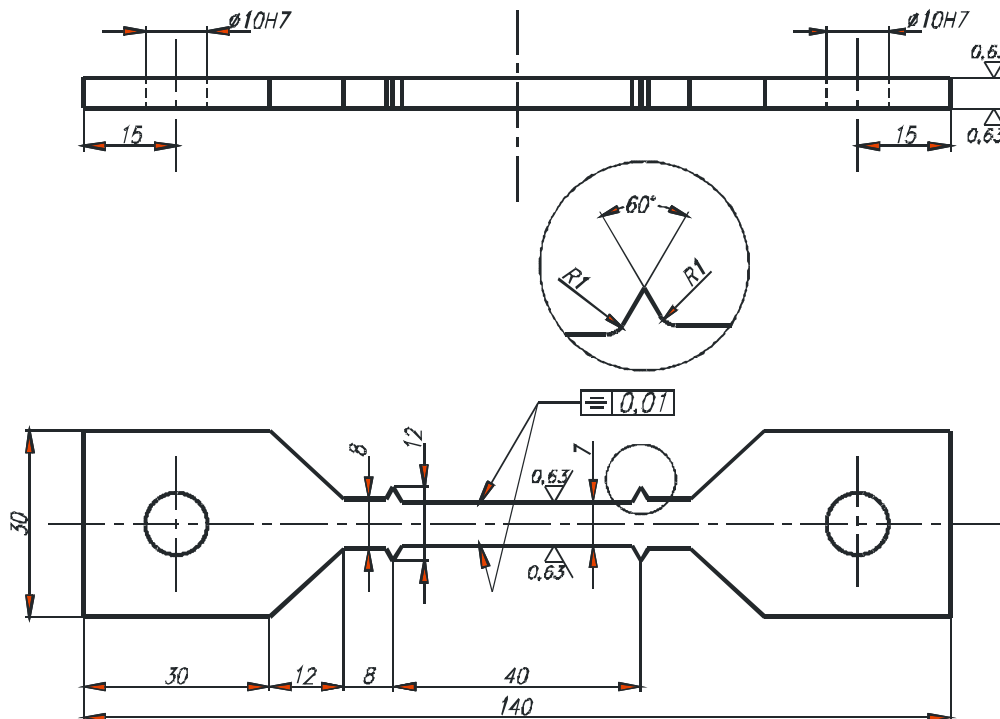
3.2. Badania wstępne

W pierwszym etapie pracy wykonano kontrolne analizy składu chemicznego, jakościowe badania metalograficzne oraz wykonano statyczną próbę rozciągania w temperaturze pokojowej dla materiałów bez historii obciążenia.

Badania w zakresie mikroskopii świetlnej przeprowadzono na zglądach metalograficznych przygotowanych na automatycznej szlifierko-polerce ROTOPOL 21 produkcji duńskiej firmy STRUERS. Urządzenie to wyposażone jest w automatyczny dozownik MULTIDOSER z zestawem zawieszin polerskich, zapewniający optymalną i ekonomiczną ilość zawiesziny polerskiej zużywanej w procesie polerowania próbek oraz w głowicę dociskową ROTOFORCE 4 (ze standardowym uchwytem na sześć próbek), umożliwiającą utrzymywanie w czasie polerowania stałego docisku próbek do tarczy polerskiej. Początkowo próbki szlifowano, a następnie polerowano stosując zawiesziny diamentowe o kolejno malejącej granulacji: 9, 6, 3, 1 μm , a do ostatniego etapu

polerowania używano tlenku krzemu (OPS) - również w postaci zawiesiny. Badania mikrostruktury próbek przeprowadzono przy użyciu mikroskopu metalograficznego firmy OLYMPUS typ PMG 3. W celu zobrazowania mikrostruktury stali zgłądy wytrawiono nitałem (2% roztwór kwasu azotowego w alkoholu etylowym).

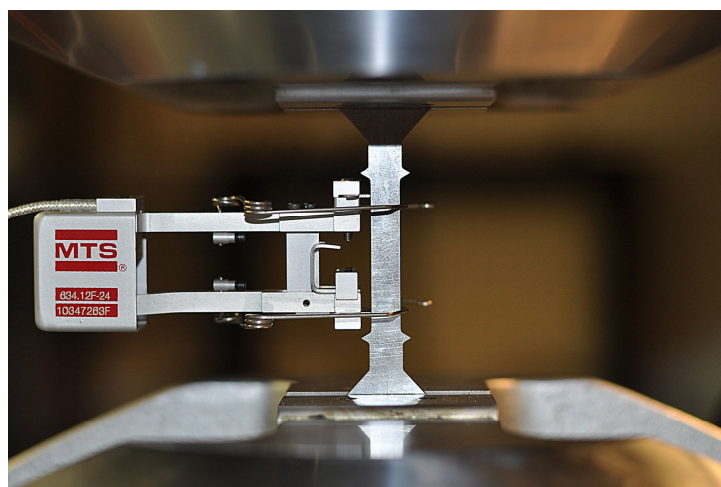
Statyczną próbę rozciągania wykonano na maszynie wytrzymałościowej MTS810 przy sterowaniu przemieszczeniem przy prędkości 1mm/min. Maszyna ta wyposażona była dodatkowo w komorę kriogeniczną i piec, które umożliwiają wykonywanie testów w zakresie temperatur od -130° do 1000°C , przy czym zakres obciążania wynosił $\pm 250\text{kN}$. Do pomiaru przemieszczenia zastosowano ekstensometr model MTS 634.12F24 z bazą pomiarową 28,5mm. Badania przeprowadzono na próbkach płaskich o długości pomiarowej 40mm i przekroju $5\text{mm}\times 7\text{mm}$. Na rysunku 28 przedstawiono wszystkie wymiary próbek (a), a także zdjęcie maszyny wytrzymałościowej (b) i zamocowany na próbce ekstensometr mechaniczny (c).



Rys 28a. Wymiary próbek



Rys. 28b. Maszyna wytrzymałościowa MTS810 do badań w jednoosiowym stanie naprężenia



Rys. 28c. Widok próbki w szczękach maszyny wytrzymałościowej z zamocowanym ekstensometrem mechanicznym

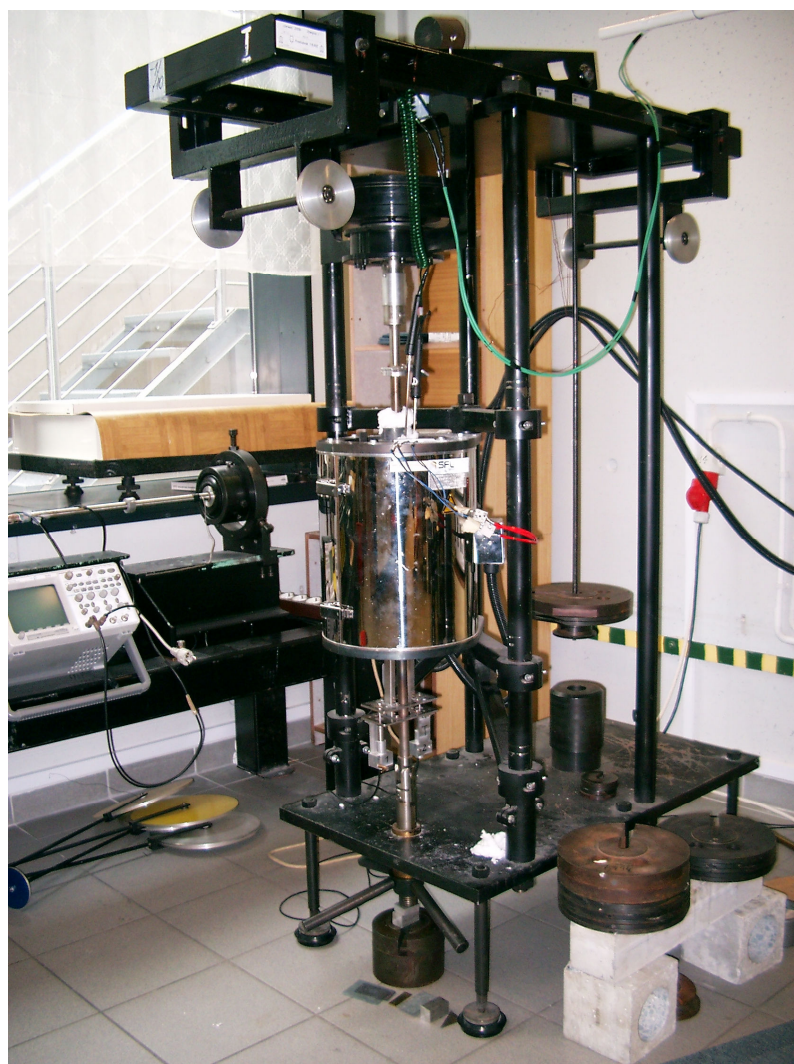
3.3. Symulacja obciążeń eksploatacyjnych

Próbki stali energetycznych o długości pomiarowej 40mm i wymiarach przekroju 5×7mm, wyciętych wzdłużnie z płaskownika (40HNMA) oraz z rurociągów eksploatowanych (40HNMA, P91), poddano obciążeniom mechanicznym. Na części próbek z każdej grupy stali przeprowadzono testy pełzania przyspieszonego. Każdy test pełzania dla próbek z danej grupy stali zatrzymywano po różnych czasach obciążania, aby w ten sposób otrzymać materiały o różnym stopniu degradacji. Pozostałe próbki poddano deformacji plastycznej. Podobnie, jak próby pełzania, proces plastycznego płynięcia zatrzymywano w analogiczny sposób w celu uzyskania próbek stali o różnych wartościach odkształcenia trwałego. Oba rodzaje deformacji różnią się wywołującymi je mechanizmami. Głównymi mechanizmami odkształcenia podczas symulowanego w niniejszej pracy pełzania był poślizg oraz wspinanie dyslokacji, natomiast głównym mechanizmem odkształcenia podczas plastycznego płynięcia był tylko poślizg dyslokacji [Frost, Ashby, 1982]. Wybór dwóch sposobów obciążania materiałów był podyktowany zamiarem wykazania możliwości rozróżnienia historii deformacji stali za pomocą parametrów wyznaczanych w oparciu o badania nieniszczące i niszczące, opisane w dalszej części pracy. Liczebność każdej serii próbek wynosiła:

- dla stali 40HNMA z płaskownika
 - 7 próbek przeznaczonych do prób pełzania i statycznej próby rozciągania (seria 1 – pełzanie – statyczna próba rozciągania),
 - 3 próbki przeznaczone do prób pełzania i badań mikrostruktury (seria 2 – pełzanie – mikrostruktura),
 - 8 próbek przeznaczonych do prób deformacji wprowadzonej na skutek płynięcia plastycznego i statycznej próby rozciągania (seria 1 – płynięcie plastyczne – statyczna próba rozciągania),
 - 3 próbki przeznaczone do prób deformacji wprowadzonej na skutek płynięcia plastycznego i badań mikrostruktury (seria 2 – płynięcie plastyczne – mikrostruktura);
- dla stali 40HNMA z rurociągu
 - 7 próbek przeznaczonych do prób pełzania, statycznej próby rozciągania i badań mikrostruktury (seria 1),

- 4 próbki przeznaczone do prób deformacji wprowadzonej na skutek płynięcia plastycznego, statycznej próby rozciągania i badań mikrostruktury (seria 2);
- dla stali P91
 - 7 próbek przeznaczonych do prób pełzania, statycznej próby rozciągania i badań mikrostruktury (seria 1),
 - 4 próbki przeznaczone do prób deformacji wprowadzonej na skutek płynięcia plastycznego, statycznej próby rozciągania i badań mikrostruktury (seria 2).

Do pomiaru deformacji w próbie pełzania zastosowano ekstensometr o bazie pomiarowej 40mm, zawierający układ z dwóch czujników pomiarowych firmy Peltron oznaczonych jako PTx10. Fotografię pełzarki i układu ekstensometrycznego zamocowanego na próbce przedstawiono na rys. 29a,b.



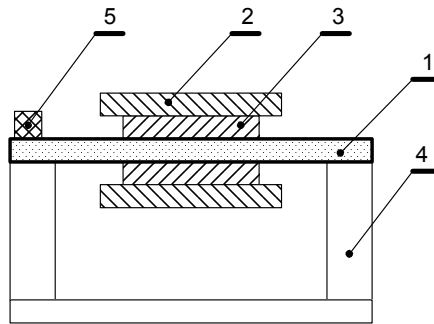
Rys. 29a. Zdjęcie pełzarki wykorzystanej w badaniach



Rys. 29b. Zdjęcie próbki oraz zamocowanego na niej układu ekstensometrycznego

3.4. Badania magnetyczne

Nieniszczące badania magnetyczne wykonano na próbkach poddanych pełzaniu lub deformacji plastycznej. Polegały one na przeprowadzeniu pomiarów szumów Barkhausena, emisji magnetoakustycznej oraz badania kształtu pętli histerezy magnetycznej. Wykorzystano w tym celu urządzenie przedstawione na rys. 30. Próbkę (1) magnesowano za pomocą solenoidu (2). Cewkę (3) wykorzystano do detekcji sygnału napięciowego, niezbędnego do uzyskania magnetycznej pętli histerezy. Poziom natężenia pola magnetycznego wewnątrz solenoidu wyznaczano za pomocą czujnika hallotronowego. Do zamknięcia strumienia magnetycznego zastosowano zworę typu C ze stali krzemowej (4).



Rys. 30. Schemat urządzenia do pomiarów właściwości magnetycznych;
 1 – próbka, 2 – solenoid, 3 – cewka detekcyjna, 4 – zwoja,
 5 – przetwornik piezoelektryczny

Pętlę histerezy magnetycznej wyznaczano z indukowanego na cewce detekcyjnej (3) sygnału napięcia U_0 metodą całkowania tego napięcia po czasie.

$$U_0 = N \cdot S \cdot \frac{dB}{dt} \quad (44)$$

$$dB = \frac{U_0}{N \cdot S} \cdot dt \quad (45)$$

$$\int_0^\tau dB = \frac{1}{N \cdot S} \int_0^\tau U_0 dt \quad (46)$$

$$B(\tau) = \frac{1}{N \cdot S} \int_0^\tau U_0 dt \quad (47)$$

gdzie:

U_0 [V] – napięcie indukowane w cewce,

N – liczba zwojów na próbce,

S [m²] – przekrój próbki.

Z pętli histerezy magnetycznej wyznaczono pole koercji oraz indukcję nasycenia.

Obwiednie szumów Barkhausena uzyskano wyodrębniając z sygnału napięciowego U_0 za pomocą filtra górno-przepustowego składową szybkozmienną, dla której określano wartość napięcia skutecznego. Obwiednie napięcia skutecznego szumu Barkhausena na wyjściu z cewki wyznaczano ze wzoru (48):

$$U_b = \sqrt{\frac{\int_0^\tau U_{tb1}^2(t) dt}{\tau}} \quad (48)$$

gdzie:

U_b [V] – napięcie skuteczne szumu Barkhausena na wyjściu z cewki,

U_{tb1} [V] – składowa szybkozmienna definiująca napięcie wyodrębnione za pomocą filtra górno-przepustowego z napięcia indukowanego na cewce detekcyjnej,

τ [s] – czas całkowania.

Z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena wyznaczono dwa parametry – amplitudę i całkę.

Amplitudę szumu Barkhausena wyznaczono jako różnicę między największą wartością napięcia skutecznego obwiedni a wartością napięcia skutecznego tła szumu Barkhausena.

$$Ub_{pp} = Ub_{max} - Ub_{min} \quad (49)$$

gdzie:

Ub_{pp} [V] – amplituda obwiedni napięcia skutecznego sygnału Barkhausena,

Ub_{max} [V] – maksymalne napięcie skuteczne obwiedni szumu Barkhausena (wysokość piku),

Ub_{min} [V] – napięcie skuteczne tła szumu Barkhausena.

Całkę z obwiedni napięcia skutecznego efektu Barkhausena $Int(U_b)$, po korekcji „tła” szumu układu pomiarowego, określono ze związku:

$$Int(U_b) = \int_{-U_g \max}^{+U_g \max} U_{sb} dU_g \quad (50)$$

przy czym:

$$U_{sb} = \sqrt{U_b^2 - U_{tb}^2} \quad (51)$$

gdzie:

U_{sb} [V] – napięcie skuteczne szumu Barkhausena (po korekcji),

U_{tb} [V] – napięcie skuteczne tła szumu Barkhausena.

Emisję magnetoakustyczną mierzono za pomocą przetwornika piezoelektrycznego (5) rys. 27.

Obwiednie napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej wyznaczano z następującego równania:

$$U_a = \sqrt{\frac{\int_0^{\tau} U_{ia1}^2(t) dt}{\tau}} \quad (52)$$

gdzie:

U_a [V] – napięcie skuteczne emisji magnetoakustycznej na wyjściu z przetwornika piezoelektrycznego,

U_{ta1} [V] – składowa szybkozmienna definiująca napięcie wyodrębnione za pomocą filtra górno-przepustowego z przetwornika piezoelektrycznego.

Następnie, z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej wyznaczono amplitudę i całkę.

Amplitudę emisji magnetoakustycznej określono z następującej zależności:

$$U_{a_{pp}} = U_{a_{max}} - U_{a_{min}} \quad (53)$$

gdzie:

$U_{a_{pp}}$ [V] – amplituda obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej,

$U_{a_{max}}$ [V] – maksymalne napięcie skuteczne obwiedni emisji magnetoakustycznej (wysokość piku),

$U_{a_{min}}$ [V] – napięcie skuteczne tła emisji magnetoakustycznej.

Całkę $Int(U_a)$ z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej, po korekcji „tła”, wyznaczono z zależności przyjmującej postać:

$$Int(U_a) = \int_{-U_g \max}^{+U_g \max} U_{sa} dU_g \quad (54)$$

przy czym:

$$U_{sa} = \sqrt{U_a^2 - U_{ta}^2} \quad (55)$$

gdzie:

U_{sa} [V] – napięcie skuteczne emisji magnetoakustycznej (po korekcji),

U_{ta} [V] – napięcie skuteczne tła emisji magnetoakustycznej.

Badania magnetyczne szumu Barkhausena i emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z płaskownika po ulepszeniu cieplnym wykonano przy dwóch częstotliwościach magnesowania $f = 0,5\text{Hz}$ (nazywanym w niniejszej pracy wolnym magnesowaniem) i $f = 3,5\text{Hz}$ (nazywanym dalej szybkim magnesowaniem).

Wszystkie wartości parametrów wyznaczonych na podstawie badań magnetycznych znormalizowano (dla stali 40HNMA z płaskownika oraz dla stali P91 podzielono je przez wartości odpowiednich parametrów próbek nie odkształconych laboratoryjnie $\varepsilon = 0\%$, a dla stali 40HNMA z rurociągu podzielono je przez wartości odpowiednich parametrów próbki odkształconej laboratoryjnie do $\varepsilon = 0,36\%$).

3.5. Badania ultradźwiękowe

Po badaniach magnetycznych próbki szlifowano tak, aby zapewnić płaskość i równoległość ich obu przeciwległych powierzchni. Po zmierzeniu grubości próbek wykonywano badania ultradźwiękowe. Nieniszczące badania ultradźwiękowe polegały na pomiarach dwójłomności akustycznej B_{ak} , którą wyznaczano na podstawie następującej zależności:

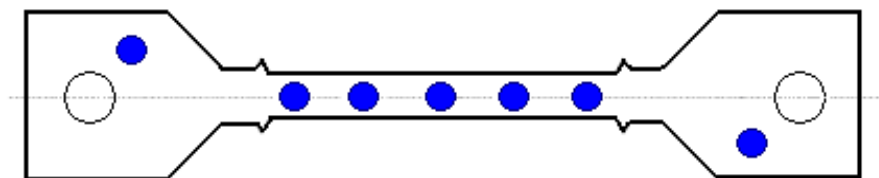
$$B_{ak} = 2 \cdot \frac{t_l - t_p}{t_l + t_p} \quad (56)$$

gdzie:

t_l [μ s] – czas przejścia fali spolaryzowanej w kierunku osi próbki (w kierunku obciążenia),

t_p [μ s] – czas przejścia fali spolaryzowanej w kierunku prostopadłym do obciążenia próbki.

Pomiary czasu przejścia fal wykonywano metodą echa w środkowych częściach pomiarowych płaskich próbek wytrzymałościowych. Do badań wykorzystano głowicę normalną wprowadzającą do materiału fale poprzeczne, wyposażoną w przetwornik o średnicy 8mm i częstotliwości $f = 5$ MHz. Ośrodek sprzęgający, umożliwiający przeniesienie drgań ścinania z głowicy do materiału próbki, stanowiła żywica epoksydowa o wysokim współczynniku lepkości (bez utwardzacza). Pomiary ultradźwiękowe wykonywano metodą różnicową – różnicę czasów mierzono między trzecim a pierwszym odbiciem fal od przeciwległej powierzchni próbki. W ten sposób wyeliminowano wpływ czasu przejścia fali przez warstwę żywicy epoksydowej. Wiązkę ultradźwiękową wprowadzano każdorazowo w kierunku grubości próbek w pięciu miejscach na ich długościach pomiarowych oraz do obu części uchwytych, co ilustruje rysunek 31.

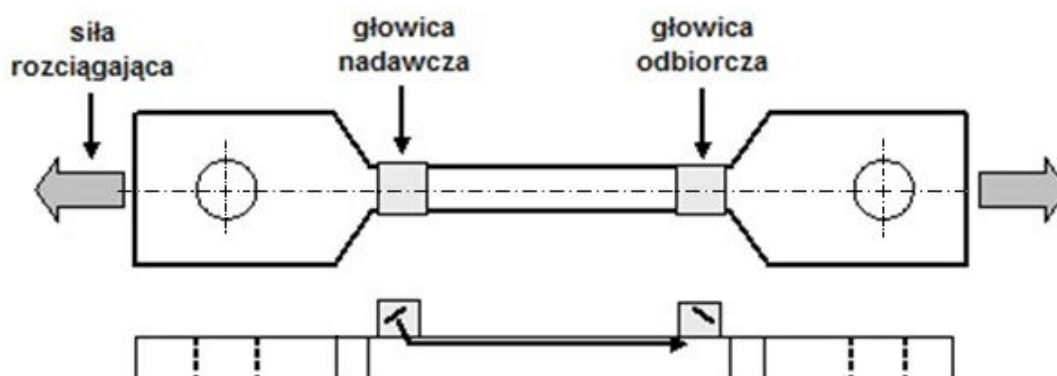


Rys. 31. Schemat próbki wytrzymałościowej z naniesionymi punktami pomiarowymi do określenia współczynnika dwójłomności akustycznej

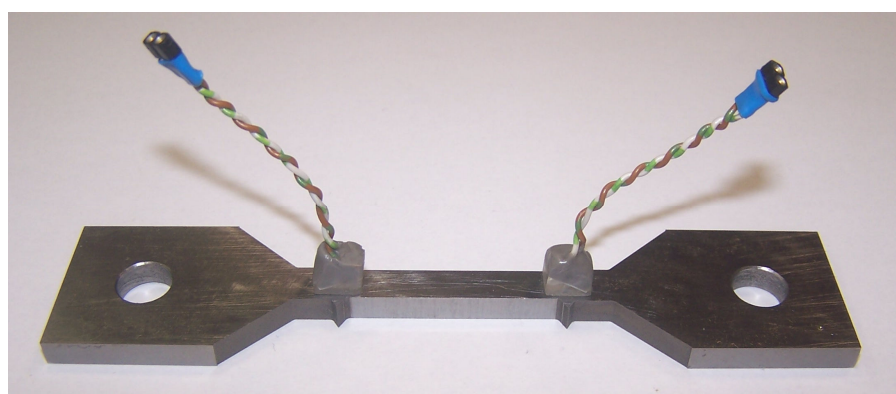
Błąd pomiaru dwójłomności wynika głównie z niedokładności pomiarów czasu przejścia fal (± 1 ns), co dla baz pomiarowych o długości ok. 8 mm (podwójna grubość próbki) daje błąd pomiarów dwójłomności ΔB wynoszący $\pm 0,08\%$.

W pracy podjęto próby wyznaczenia dla obu stali 40HNMA również współczynnika elastoakustycznego, mając na uwadze, że baza pomiarowa badanych próbek jest zbyt krótka ($l_0 = 40\text{mm}$). Do otrzymania prawidłowych wartości współczynnika elastoakustycznego minimalna długość bazy powinna wynosić około 20-30mm.

Wartości współczynnika elastoakustycznego wyznaczano na podstawie pomiarów wykonywanych podczas prób jednoosiowego rozciągania próbek. Badania wykonano metodą przepuszczania fal ultradźwiękowych. Głowica nadawcza wprowadzała do materiału próbki podłużne fale podpowierzchniowe, które po przejściu odcinka pomiarowego rejestrowane były przez głowicę odbiorczą (rys. 32).



(a)



(b)

Rys. 32. Schemat pomiaru współczynnika elastoakustycznego w części pomiarowej próbki (a) oraz zdjęcie próbki z głowicami (b)

Pierwszą serię próbek badanego materiału stanowiła stal 40HNMA pochodząca z rurociągu eksploatowanego. W tym przypadku przetworniki piezoelektryczne (o wymiarach 2,5×6mm i częstotliwości rezonansowej 4MHz) przyklejono na stałe do powierzchni próbki za pomocą żywicy epoksydowej, która spełniała jednocześnie rolę klina załamującego fale ultradźwiękowe tak, aby rozchodziły się one równoległe do powierzchni próbki. Odległość między przetwornikami odpowiadała w przybliżeniu długości części pomiarowej próbki i wynosiła około 40mm.

Druga seria zawierała również próbki wykonane ze stali 40HNMA, ale tym razem wycięte były z płaskownika (nie poddanego eksploatacji w warunkach przemysłowych). Głowice przytwierdzone były do próbki w inny sposób, a mianowicie za pomocą silnych magnesów utrzymujących je w ustalonym położeniu podczas całego eksperymentu. Częstotliwość rezonansowa głowic wynosiła $f = 3\text{MHz}$, zaś długość boku przetwornika 10mm. Głowice sprzęgano akustycznie z powierzchnią materiału za pomocą warstwy oleju maszynowego.

Próbki z przytwierdzonymi głowicami mocowano w uchwytach maszyny wytrzymałościowej i poddawano kontrolowanemu obciążeniu siłą rozciągającą. Naprężenie rozciągające σ_{11} wyliczano jako stosunek przyłożonej siły - F do przekroju poprzecznego - A_{pop} części pomiarowej próbki.

$$\sigma_{11} = \frac{F}{A_{pop}} \quad (57)$$

Z uwagi na różny stopień deformacji badanych próbek, ich przekroje poprzeczne różniły się między sobą a także zmieniały się na długości beleczki pomiarowej jednej próbki (występowanie szyjki lub przewężenia). W celu uwzględnienia zmian przekroju próbki na długości jej części pomiarowej szerokość beleczki mierzono w kilkunastu punktach (co 5 mm) i do obliczeń naprężenia σ_{11} przyjmowano wartość średnią.

W trakcie eksperymentu zwiększano wartość naprężenia rozciągającego w zakresie od 0 do około 345MPa dla stali 40HNMA z rurociągu oraz od 0 do około 200MPa dla stali 40HNMA z płaskownika mierząc jednocześnie czas przejścia fali podłużnej między głowicami - t_L .

Z nachylenia uzyskanej zależności $t_L(\sigma_{11})$ wyznaczano współczynnik elastoakustyczny β_{111} . Przy wyznaczaniu współczynnika elastoakustycznego uwzględniano (odejmowano) zmianę czasu przejścia fali wynikającą ze wzrostu

odległości między głowicami wskutek rozciągania próbki. Zmianę tę obliczono znając moduł Younga, średnie naprężenie oraz odległość między głowicami.

Błąd wyznaczenia współczynnika elastoakustycznego β_{111} wynika z kilku sumujących się czynników, takich jak dokładność pomiarów czasu przejścia fal ultradźwiękowych (± 1 ns), dokładność określania średniego naprężenia rozciągającego w części pomiarowej próbki (2-3%), dokładność przyjętego modułu Younga dla materiału próbki (2-3%), błąd odległości między głowicami (2-3%). Dla badanych próbek i stosowanej techniki badań błąd ten można oszacować na $\Delta\beta_{111} \approx 0,1 \cdot 10^{-5} \text{ MPa}^{-1}$.

3.6. Badania wytrzymałościowe oraz analiza mikrostruktury

3.6.1. Ocena zmian właściwości mechanicznych stali obciążonej wstępnie

Ocenę zmian właściwości mechanicznych stali obciążonej wstępnie przeprowadzono w oparciu o statyczną próbę rozciągania w temperaturze pokojowej na próbkach poddanych laboratoryjnemu pełzaniu (przyspieszonemu) i deformacji plastycznej do określonych wartości odkształcenia trwałego. Celem tych badań było określenie wpływu wstępnego obciążenia na granicę plastyczności oraz wytrzymałość na rozciąganie stali 40HNMA i P91.

3.6.2. Jakościowa ocena przelomów

W celu jakościowego określenia charakteru zmian przelomów próbek powstałych na skutek zadanych wcześniej obciążeń mechanicznych przeprowadzono badania fraktograficzne. Jakościowe badania przelomów po pełzaniu/deformacji plastycznej do określonych stopni odkształcenia oraz po statycznej próbie rozciągania wykonano przy użyciu mikroskopu skaningowego (JEOL 6360 LA). Urządzenie to daje możliwość otrzymania niskiej próżni, od około 10Pa, co umożliwia obserwacje bez napyłania próbek złotem lub węglem. Standardowo mikroskop ten jest wyposażony w mikroanalizator dyspersyjny do analizy składu chemicznego w mikroobszarach.



Rys. 33. Mikroskop skaningowy wykorzystywany do badań przelomów

3.6.3. Jakościowe i ilościowe badania metalograficzne w zakresie mikroskopii świetlnej

Przedmiotem badań przeprowadzonych w zakresie mikroskopii świetlnej były zerwane na skutek statycznej próby rozciągania próbki wstępnie odkształconych stali 40HNMA z rurociągu i P91 z rurociągu, a także próbki stali 40HNMA z płaskownika po wstępnym obciążeniu. Próbki do badań mikroskopowych stali 40HNMA z płaskownika pobrano z obszarów o najwyższej bezwzględnej wartości współczynnika dwójłomności akustycznej. Celem badań metalograficznych było określenie degradacji mikrostrukturalnej. W przypadku wystąpienia pustek w materiale wyznaczano ich udział powierzchniowy (A_A [%]), przy czym zgodnie z zasadą Delese'a [Ryś, 1995], [Underwood, 1970]

$$A_A = V_V \quad (58)$$

gdzie (V_V [%]) oznacza udział objętościowy, w danym przypadku pustek).

Ilościowe badania metalograficzne wykonano na komputerowym analizatorze obrazu firmy CLEMEX typ 1024C, sprzężonym z mikroskopem metalograficznym firmy OLYMPUS typ PMG 3 (rys. 34).



Rys. 34. Mikroskop świetlny wykorzystany do jakościowych i ilościowych analiz metalograficznych

W celu prawidłowego określenia parametru A_A [%] przeprowadzono detekcję obrazu mikrostruktury tak, aby uzyskać obrazy binarne niezbędne przy wykonywaniu metalograficznych badań ilościowych. Analizę wszystkich próbek przeprowadzono w jednakowych warunkach pomiarowych, przy powiększeniu mikroskopowym $200\times$. Z uwagi na trudności metodologiczne w uzyskaniu prawidłowej detekcji obrazu, pomiary wykonano sumarycznie dla pustek i wtrąceń niemetalicznych. Decyzję taką podjęto zakładając quasi-stałą zawartość i podobieństwo morfologii wtrąceń niemetalicznych występujących w badanych próbkach stali.

W celu określenia zasięgu oddziaływania obciążeń mechanicznych ilościową analizę metalograficzną przeprowadzano zawsze od przelomu próbek, co 1,05mm, wzdłuż osi obciążeń, w kierunku części chwytowej próbki.

3.6.4. Badania strukturalne metodą S/TEM

Badania strukturalne metodą S/TEM wykonano dla stali 40HNMA z płaskownika oraz dla stali 40HNMA pochodzącej z eksploatowanego rurociągu, w której utworzyły się pustki w wyniku pełzania.

Po wstępnych obserwacjach SEM, zdecydowano się pobrać z części pomiarowej próbki poddawanych pełzaniu małych próbeczek metodą FIB (Focused Ion Beam) w postaci cienkich lamelek. Wybór metody preparatyki był podyktowany koniecznością pobrania próbek zawierających wybraną cechę (tu pustkę).

Lamelki FIB pobrano przy pomocy urządzenia Dual Beam Quanta 3D 200i firmy FEI. Pobrane lamelki zamocowano na siateczkach miedzianych, po czym pocieniono je do przezroczystości wymaganej dla wiązki elektronowej (tj. do $<100\text{nm}$). Końcowe wymiary lamelek to ok. $20\mu\text{m} \times 8\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$. Badania, wymagane do realizacji celów pracy wykonano metodą skaningowo – transmisyjnej mikroskopii (S/TEM) na mikroskopie Titan 80-300 firmy FEI (rys.35).



Rys. 35. Mikroskop skaningowo-transmisyjny wykorzystany w badaniach wydzielen struktur dyslokacyjnej i domenowej

[<http://www.imz.gliwice.pl/pl/aktualnosci.php?wid=30&news=233>]

Mikroskop ten jest wyposażony w spektrometr dyspersji energii EDS, układ trzech detektorów BF (Bright Field) / ADF (Annular Dark Field) / HAADF (High Angle Annular Dark Field) do skaningowego trybu pracy oraz w niskopolową soczewkę Lorentza. Mikroskop pozwala na prowadzenie obserwacji w zakresie energii 80 – 300keV w trybie klasycznym (TEM) z rozdzielczością punktową poniżej 0,10nm oraz w trybie skanowania wiązki po powierzchni (S/TEM) z rozdzielczością do 0,14nm.

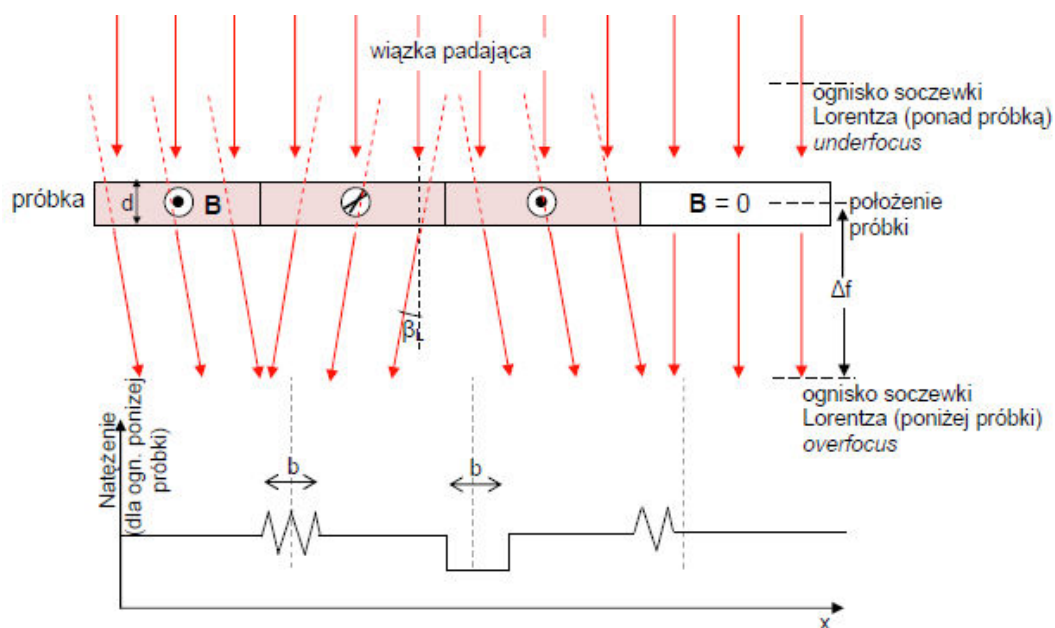
Identyfikację węglików prowadzono w konwencjonalnym trybie TEM z wykorzystaniem dyfrakcji SAD i mikrodyfrakcji. Ponadto, w trybie S/TEM wykonano analizy EDS wybranych węglików. Po zlokalizowaniu węglika na obrazach TEM w jasnym polu, dokonano reorientacji próbki w taki sposób, aby węgiel znajdował się w osi pasa o możliwie najniższych indeksach. Dalej zarejestrowano obrazy dyfrakcji SAD (tj. z przesłoną selektorową), a w przypadku obiektów o małych rozmiarach – mikrodyfrakcji. Odczytane z obrazów dyfrakcyjnych odległości międzypłaszczyznowe odpowiadające poszczególnym refleksom stanowiły podstawę do identyfikacji węglików występujących w badanej stali.

Do obrazowania ścian domen magnetycznych zastosowano mikroskopię Lorentza w trybie Fresnela (tj. przy soczewce Lorentza zogniskowanej ponad lub pod próbką). Soczewka obiektywowa stosowana do prowadzenia standardowych obserwacji TEM charakteryzuje się dużym polem magnetycznym (ok. 1,7T), które eliminuje całkowicie efekty związane z magnetyzmem próbki. Dlatego w mikroskopii Lorentza pozostaje ona nie wzbudzona, a jej funkcję przejmuje niskopolowa soczewka zwana soczewką Lorentza. Pozwala ona na pracę przy powiększeniach do około 60k× z rozdzielczością 1-2nm, przez co nadaje się do obserwacji struktury magnetycznej próbek. Mechanizm powstawania kontrastu ścianek domenowych przedstawiono na rysunku 36. Jest to kontrast fazowy. Wiązka przechodząc przez próbkę w wyniku oddziaływania z jej wewnętrznym polem magnetycznym jest odchylana o kąt Lorentza [Heidenreich, 1964]:

$$\beta_L = \frac{e}{m} \cdot \frac{B \cdot d}{v} \quad (59)$$

gdzie:

- e – ładunek elektronu,
- m – masa elektronu,
- v – prędkość elektronu,
- B – indukcja magnetyczna w próbce,
- d – grubość próbki.



Rys. 36. Schemat powstawania kontrastu fazowego w mikroskopii Lorentza [Heidenreich, 1964]

Kąt odchylenia jest mały, rzędu 0,1 mrad, dlatego aby obserwować domeny magnetyczne wymagane jest zogniskowanie soczewki Lorentza daleko (kilkaset μm) od próbki. Odchylenie powoduje, że ściany domenowe są widoczne jako białe i ciemne linie, w zależności od ich wzajemnej orientacji. Po ustawieniu ogniska soczewki po przeciwnej stronie próbki następuje odwrócenie kontrastu. Szerokość ściany domenowej widziana na obrazie wynosi [Heidenreich, 1964]:

$$b \sim 2\beta_L \cdot \Delta f \quad (60)$$

gdzie:

Δf – odległość ogniska od próbki.

Zastosowanie optyki geometrycznej dla wiązki elektronowej daje pogląd o tworzeniu obrazu w trybie Fresnela. Nie wyjaśnia ona powstawania prążków dyfrakcyjnych w obszarze, w którym wiązka po przejściu przez próbkę jest zbieżna. Jest to efekt interferencji dwóch koherentnych fal. Odległość między prążkami wyraża się przybliżonym wzorem [Heidenreich, 1964]:

$$\Delta x \approx \lambda/2\beta_L \quad (61)$$

Lamelki wprowadzono do mikroskopu przy wyłączonych wszystkich soczewkach, aby nie zmienić wektora magnetyzacji próbki.

4. Wyniki wstępnych badań charakteryzujących testowane materiały w stanie wyjściowym oraz po wstępnej deformacji

W rozdziale przedstawiono wyniki badań wstępnych obejmujących: analizy kontrolne składu chemicznego, jakościową ocenę mikrostruktury (mikroskopia świetlna) oraz wyznaczenie podstawowych parametrów mechanicznych na podstawie statycznej próby rozciągania. Ponadto przedstawiono szczegółowe dane dotyczące prób rozciągania oraz symulacji procesów pełzania.

4.1. Wyniki badań charakteryzujących początkowe właściwości testowanych materiałów

Dla każdego z badanych materiałów przeprowadzono ocenę ich składu chemicznego. Wyniki kontrolnych analiz badanych stali (40HNMA i P91) zamieszczono w tabelach 3-5.

Tabela 3. Skład chemiczny stali 40HNMA z płaskownika

analizowany pierwiastek	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Fe
40HNMA	0,44	0,31	0,64	0,015	0,010	0,74	0,02	reszta
analizowany pierwiastek	Ni	Al	Cu	Ti	Nb	W	V	
40HNMA	1,40	0,015	0,16	0,050	0	0,03	<0,01	

Tabela 4. Skład chemiczny stali 40HNMA z rurociągu eksploatowanego

analizowany pierwiastek	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
40HNMA	0,36	0,58	0,45	0,015	0,010	0,80	0,43
analizowany pierwiastek	Ni	Al	Cu	Ti	Nb	V	Fe
40HNMA	1,82	0,065	0,16	<0,01	<0,01	0,01	reszta

Tabela 5. Skład chemiczny stali P91 z rurociągu eksploatowanego

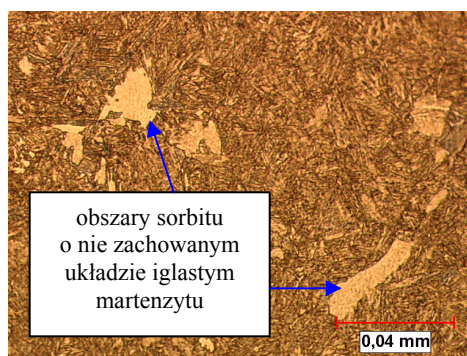
analizowany pierwiastek	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
P91	0,06	0,40	0,45	0,013	<0,01	8,8	0,90
analizowany pierwiastek	Ni	Al	Cu	Ti	Nb	V	Fe
P91	0,31	0,033	0,12	<0,01	<0,01	0,21	reszta

Wyniki przedstawione w tabelach 3-5 pokazują, że skład chemiczny badanych stali w przybliżeniu mieści się w zakresach przewidzianych w normach odpowiednio [PN-

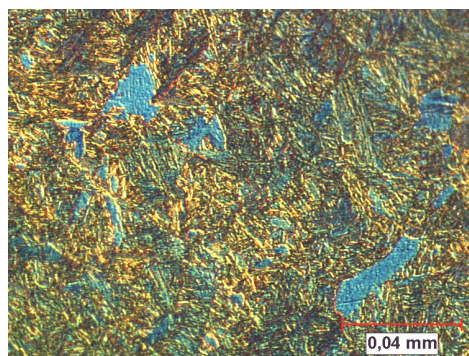
89/H-84030/03] (tabela 3 i 4) dla stali 40HNMA oraz [PN-EN 10216-2] (tabela 5) dla stali P91.

Kolejnym krokiem w analizie początkowych testów charakteryzujących badane materiały były obserwacje mikrostruktury. Wyniki wstępnych obserwacji przeprowadzonych w zakresie mikroskopii świetlnej udokumentowano fotografiami wykonanymi w stanie trawionym (rys. 37-39). Stwierdzono, że obie serie próbek ze stali 40HNMA charakteryzowały się strukturą sorbityczną z zachowanym układem iglastym martenzytu, przy czym zaobserwowano, że stal 40HNMA pochodząca z płaskownika posiadała pewne równomiernie rozmieszczone obszary sorbitu o nie zachowanym układzie iglastym martenzytu, widoczne na zdjęciach jako jaśniejsze miejsca. Sumaryczny udział tych obszarów wynosił około 2%.

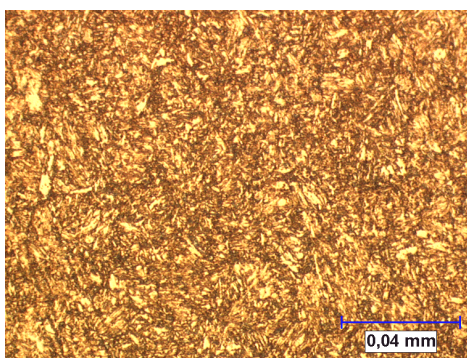
Stal P91 charakteryzowała się w całej swojej objętości mikrostrukturą sorbityczną z zachowanym układem iglastym martenzytu. W literaturze anglojęzycznej mikrostruktura ta nazywana jest również martenzytem odpuszczonym (ang. tempered martensite).



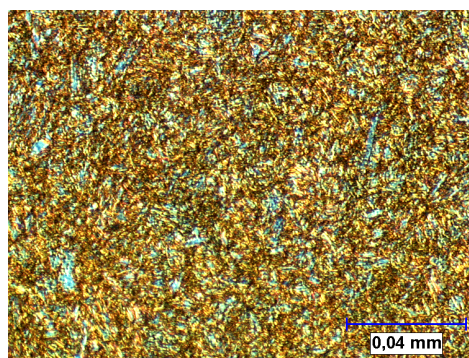
Rys. 37a. Stal 40HNMA z płaskownika, stan trawiony, światło zwykłe, pow. 500×



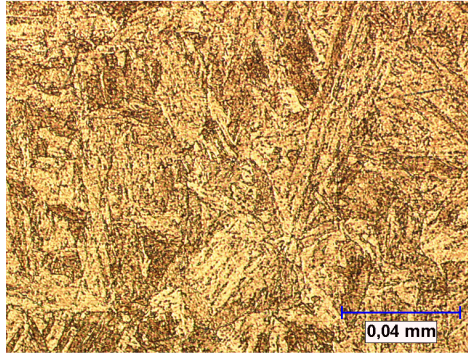
Rys. 37b. Stal 40HNMA z płaskownika, stan trawiony, kontrast fazowy, pow. 500×



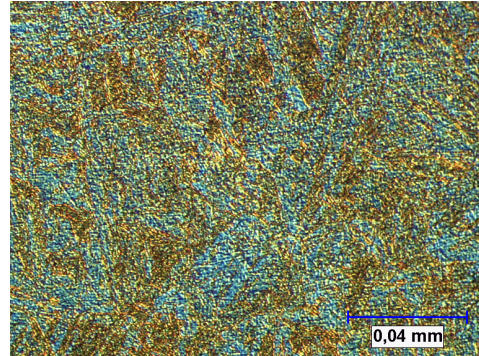
Rys. 38a. Stal 40HNMA z rurociągu, stan trawiony, światło zwykłe, pow. 500×



Rys. 38b. Stal 40HNMA z rurociągu, stan trawiony, kontrast fazowy, pow. 500×

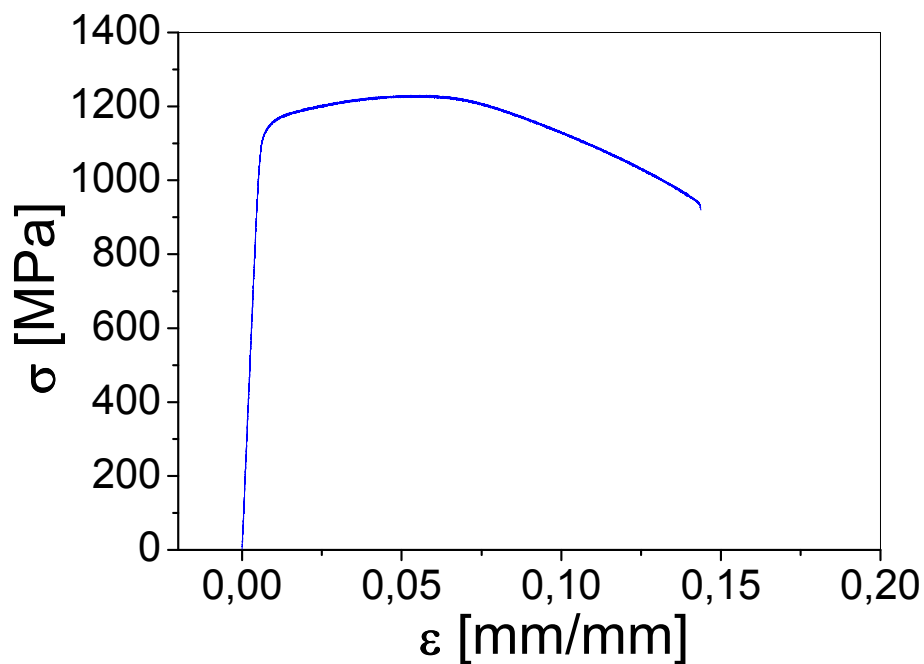


Rys. 39a. Stal P91 z rurociągu, stan trawiony, światło zwykłe, pow. 500×

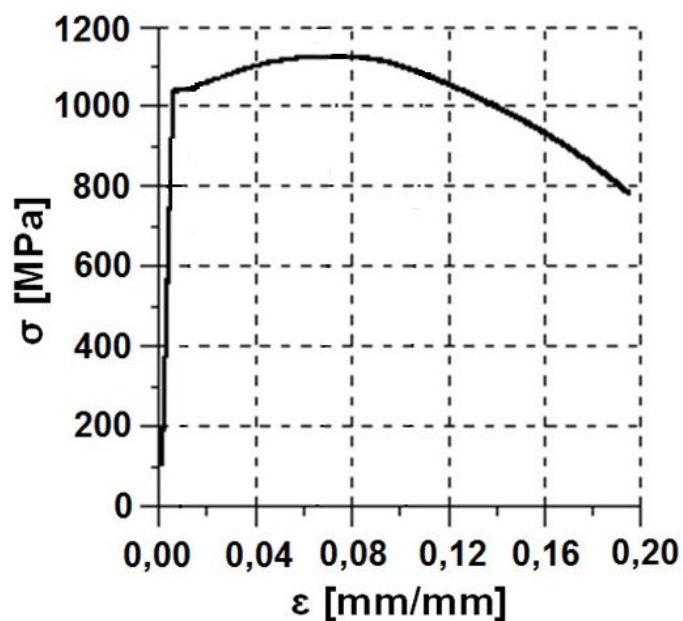


Rys. 39b. Stal P91 z rurociągu, stan trawiony, kontrast fazowy, pow. 500×

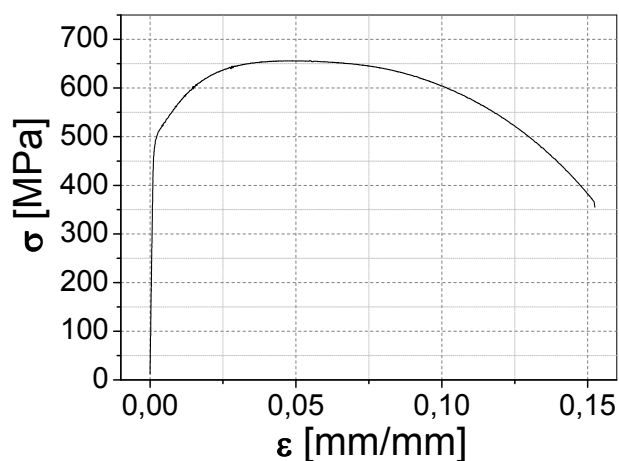
Ostatnim etapem początkowej charakteryzacji badanych materiałów były statyczne próby rozciągania. Na ich podstawie określono najważniejsze naprężeniowe i odkształceniowe parametry mechaniczne. Wyniki statycznych prób rozciągania stali 40HNMA i P91 zilustrowano na kolejnych rysunkach od 40 do 43 w postaci krzywych rozciągania, natomiast w tabeli 6 zamieszczono określone na ich podstawie parametry mechaniczne.



Rys. 40. Krzywa rozciągania dla stali 40HNMA z płaskownika



Rys. 41. Krzywa rozciągania dla stali 40HNMA z rurociągu



Rys. 42. Krzywa rozciągania dla stali P91 z rurociągu

Tabela 6. Wyniki statycznej próby rozciągania

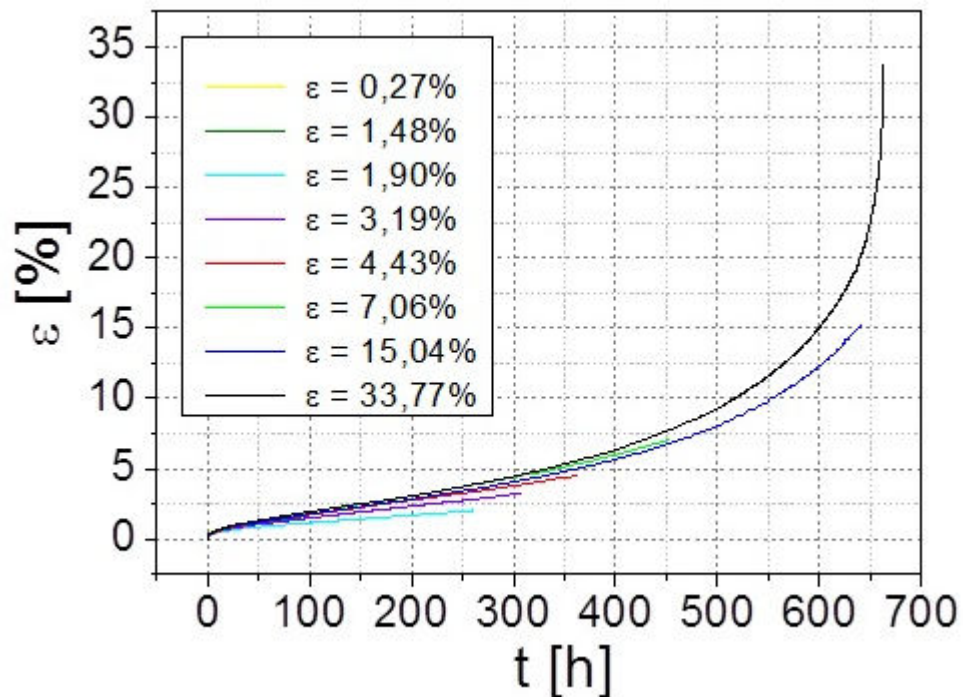
stal	R_e lub $R_{0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	E [MPa]	A [%]
40HNMA z płaskownika	1153	1246	207033	15
40HNMA z rurociągu eksploatowanego	1040	1124	204229	19
P91 z rurociągu eksploatowanego	508	672	212887	32

Różnice we właściwościach mechanicznych pomiędzy obiema stalami 40HNMA oraz stalą P91 wynikają między innymi z zawartości w nich węgla. Różna zawartość węgla jest również jedną z przyczyn różnic występujących pomiędzy właściwościami mechanicznymi obu partii stali 40HNMA.

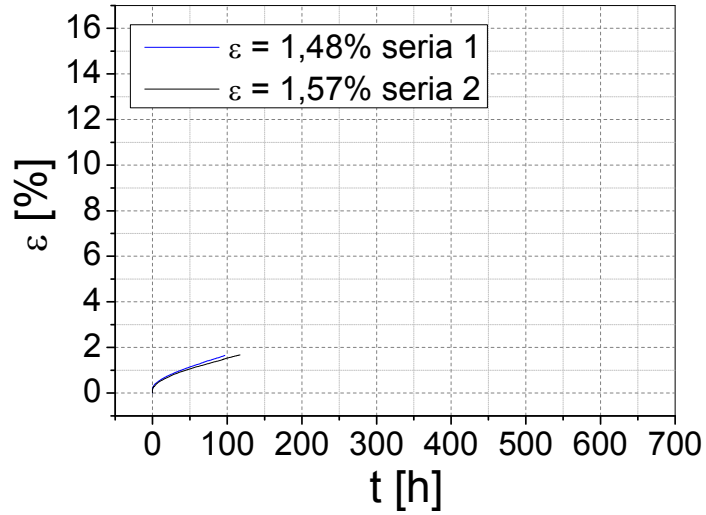
4.2. Wyniki badań wprowadzających historię deformacji w warunkach laboratoryjnych

W celu wprowadzenia celowej historii deformacji w stalach 40HNMA i P91 zastosowano dwa rodzaje obciążenia: stałe – wywołujące proces pełzania, w podwyższonej temperaturze oraz monotonicznie rosnące – prowadzące do płynięcia plastycznego w temperaturze pokojowej. Każdy z procesów przerywano po różnych czasach ich zaawansowania w celu otrzymania materiału badawczego symulującego zróżnicowany stopień wyeksploatowania.

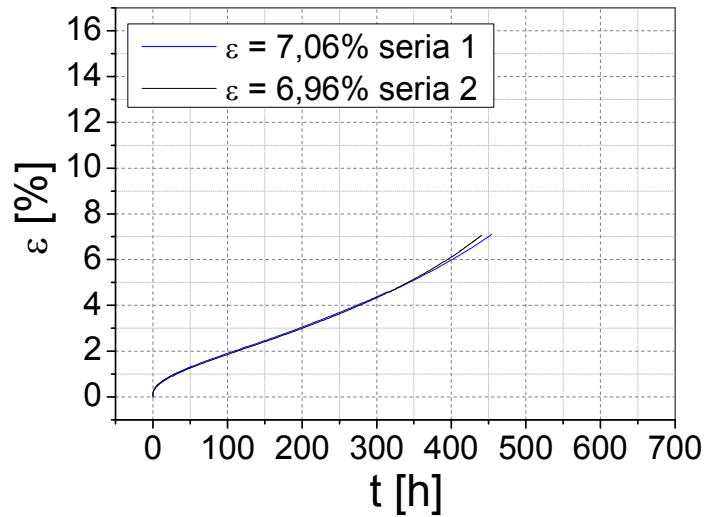
Krzywe pełzania dla stali 40HNMA z płaskownika przedstawiono na rys. 43 i 44, a z rurociągu na rys. 46, punkty prezentujące czasy, po których próby pełzania przerywano ilustrują odpowiednio rys. 45a i 47a, natomiast czasy, po których przerywano płynięcie plastyczne na rys. 45b i 47b. Wartości odkształcenia trwałego zadanego przez pełzanie albo przez deformację plastyczną zestawiono odpowiednio w tabelach 7-12.



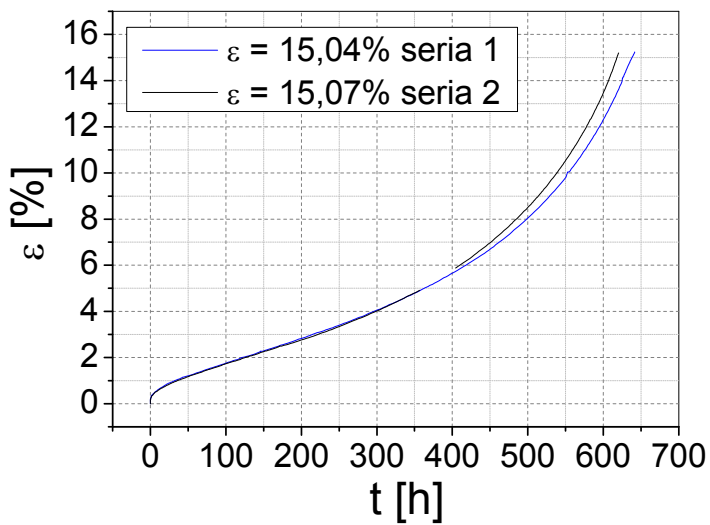
Rys. 43. Krzywe pełzania dla stali 40HNMA bez wstępnej historii obciążenia (seria 1)



(a)



(b)



(c)

Rys. 44. Wybrane krzywe pełzania dla stali 40HNMA, z serii prób nr 1 oraz nr 2 przeznaczonych do badań mikrostruktury

Tabela 7. Wartości odkształcenia trwałego wprowadzonego wskutek pełzania dla próbek z serii 1 stali 40HNMA z płaskownika

Stal 40HNMA, pełzanie: $T = 500^{\circ}\text{C}$, $\bar{\sigma} = 250\text{MPa}$: seria 1							
nr próby	1	2	3	4	5	6	7
ε [%]	0,27	1,48	1,90	3,19	4,43	7,06	15,04
t [h]	5	97	261	308	364	454	642

Tabela 8. Wartości odkształcenia trwałego wprowadzonego wskutek pełzania dla próbek z serii 2 stali 40HNMA z płaskownika

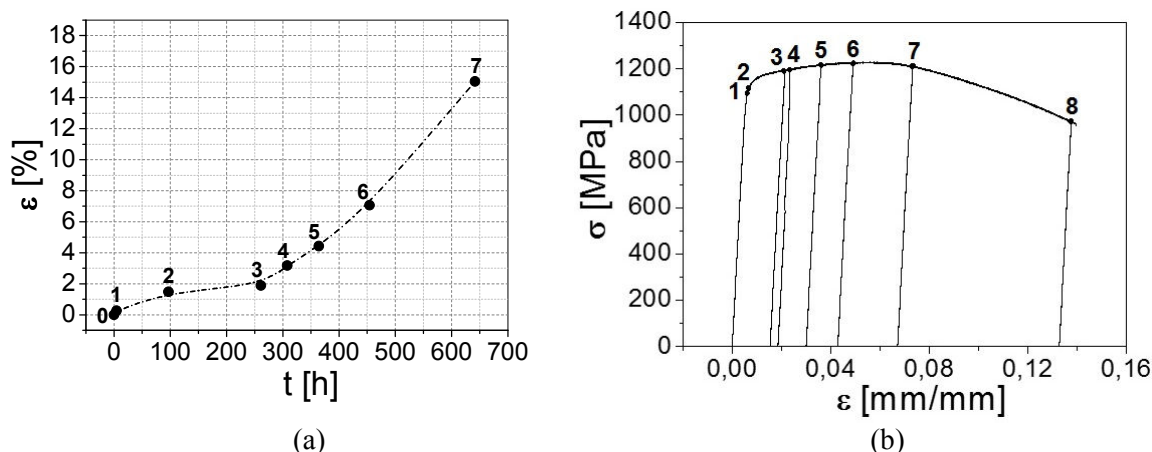
Stal 40HNMA, pełzanie: $T = 500^{\circ}\text{C}$, $\bar{\sigma} = 250\text{MPa}$: seria 2			
nr próby	1	2	3
ε [%]	1,57	6,96	15,07
t [h]	117	440	620

Tabela 9. Wartości odkształcenia trwałego wprowadzonego wskutek plastycznego płynięcia dla próbek z serii 1 stali 40HNMA z płaskownika

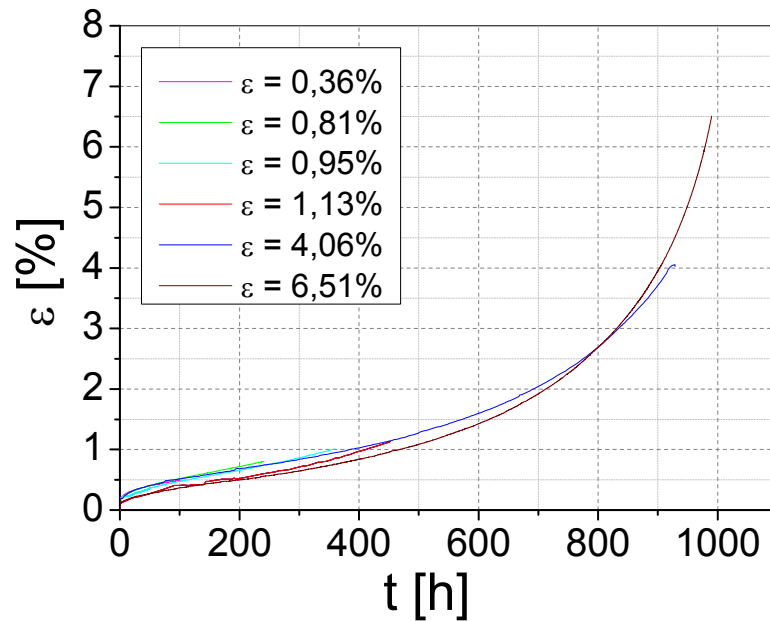
Stal 40HNMA, deformacja plastyczna: $T = 25^{\circ}\text{C}$, $V = 1\text{mm/min}$: seria 1								
nr próby	1	2	3	4	5	6	7	8
ε [%]	0,22	0,79	1,39	1,78	3,04	4,23	6,85	13,20

Tabela 10. Wartości odkształcenia trwałego wprowadzonego wskutek plastycznego płynięcia dla próbek serii 2 stali 40HNMA z płaskownika

Stal 40HNMA, deformacja plastyczna: $T = 25^{\circ}\text{C}$, $V = 1\text{mm/min}$: seria 2			
nr próby	1	2	3
ε [%]	1,78	6,88	13,22

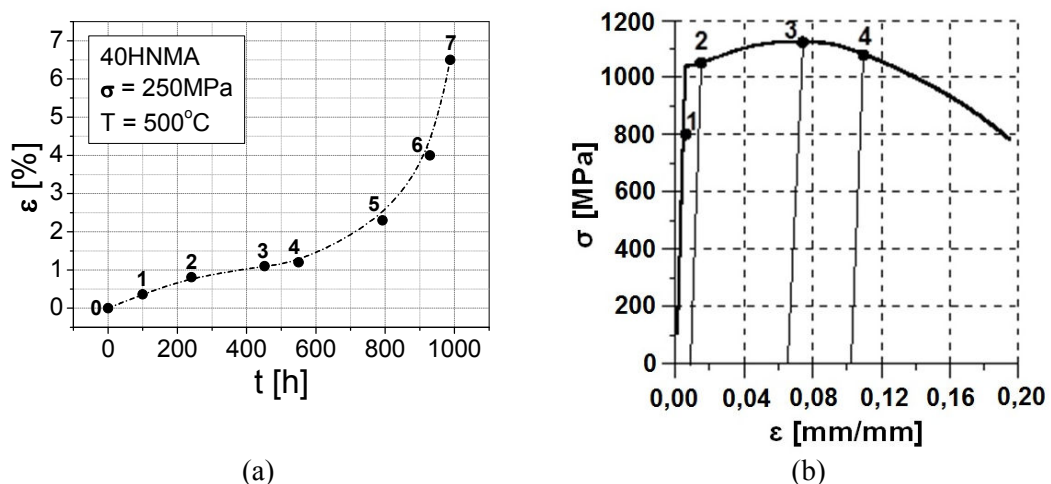


Rys. 45. Krzywa pełzania (a) oraz krzywa rozciągania (b) stali 40HNMA (z płaskownika) z punktami reprezentującymi czasy (rys. 45a) lub wartości odkształcenia (rys. 45b) odpowiadające przerywaniu testu



Rys. 46. Krzywe pełzania stali 40HNMA z rurociągu eksploatowanego

Uzyskane wyniki pokazują, że stal 40HNMA z rurociągu, która przed laboratoryjnymi próbami pełzania była poddawana eksploatacji w rzeczywistych warunkach, charakteryzuje się niższym odkształceniem przy pełzaniu oraz krótszym czasem pełzania niż stali 40HNMA z płaskownika po obróbce cieplnej. Większa odporność na pełzanie materiału z rurociągu wynika z podwyższonej zawartości wagowej molibdenu (0,43% Mo) w porównaniu do stali 40HNMA z płaskownika (0,02% Mo) [Blicharski, 2004], a także z bardziej jednorodnej mikrostruktury tej stali. W materiale z płaskownika stwierdzono obecność obszarów sorbitycznych o nie zachowanym iglastym układzie martenzytu. Wyniki badań mikrostruktury w zakresie mikroskopii S/TEM są opisane w punkcie 8.2.



Rys. 47. Krzywa pełzania (a) oraz krzywa rozciągania (b) stali 40HNMA (z rurociągu) z punktami reprezentującymi czasy (rys. 47a) lub wartości odkształcenia (rys. 47b) odpowiadające przerywaniu testu

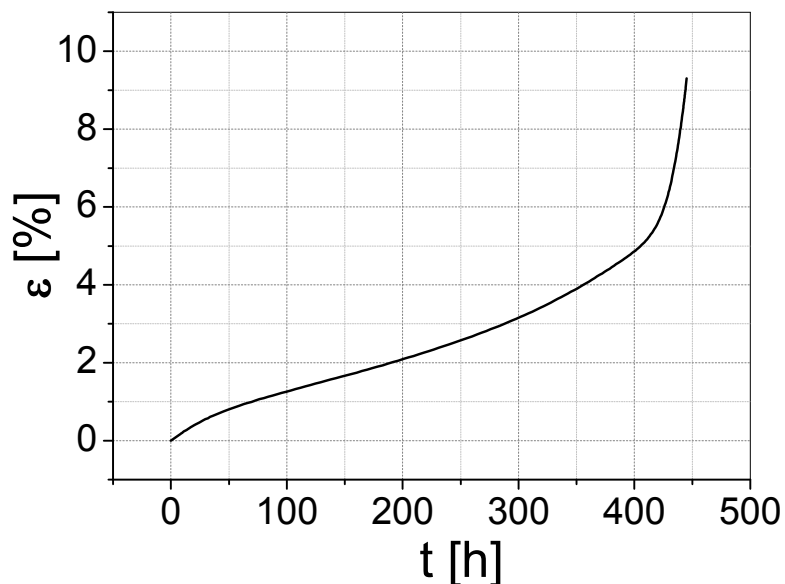
Tabela 11. Wartości odkształcenia trwałego wprowadzonego wskutek pełzania stali 40HNMA pochodzącej z rurociągu

Stal 40HNMA, pełzanie: $T = 500^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 250\text{MPa}$							
nr próby	1	2	3	4	5	6	7
ε [%]	0,36	0,81	0,95	1,13	4,06	6,51	10,24
t [h]	100	241	360	452	929	988	1133

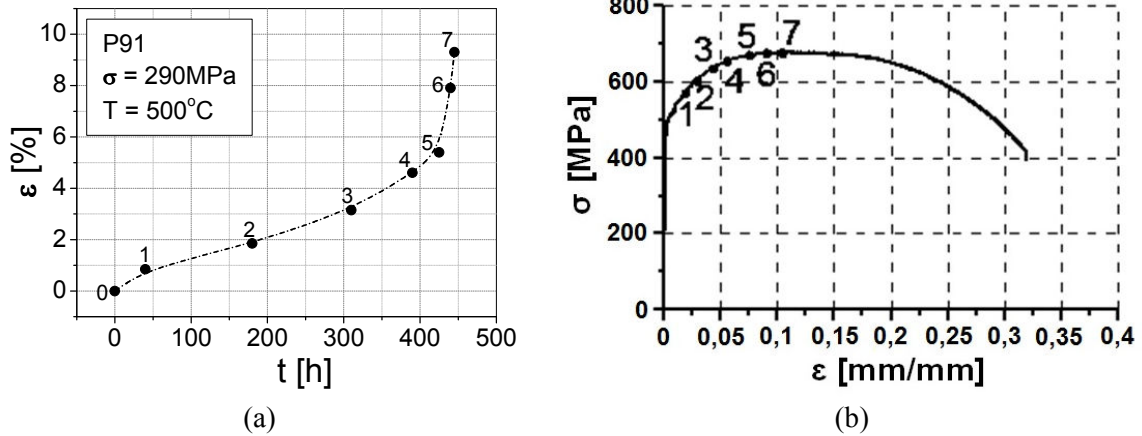
Tabela 12. Wartości odkształcenia trwałego wprowadzonego wskutek plastycznego płynięcia stali 40HNMA pochodzącej z rurociągu

Stal 40HNMA, deformacja plastyczna: $T = 25^{\circ}\text{C}$, $V = 1\text{mm/min}$				
nr próby	1	2	3	4
ε [%]	0,5	1,5	6,5	10,5

Przykładową krzywą pełzania stali P91 przedstawiono na rys. 48, natomiast punkty reprezentujące czasy, po których próby pełzania przerywano przedstawiono na rys. 49a. Z kolei na rys. 49b pokazano charakterystykę rozciągania tej stali, na której oznaczono punkty odpowiadające wartości deformacji w chwili przerywania testu rozciągania. Uzyskane wartości odkształcenia trwałego wskutek pełzania lub deformacji plastycznej zestawiono odpowiednio w tabelach 13 i 14.



Rys. 48. Krzywa pełzania stali P91



Rys. 49. Krzywa pełzania (a) oraz krzywa rozciągania (b) stali 40HNMA (z rurociągu) z punktami reprezentującymi czasy (rys. 49a) lub wartości odkształcenia (rys. 49b) odpowiadające przerywaniu testu

Tabela 13. Wartości odkształcenia trwałego stali P91 zadanego przez pełzanie

Stal P91, pełzanie: $T = 500^\circ\text{C}$, $\sigma = 290\text{MPa}$							
nr próby	1	2	3	4	5	6	7
ϵ [%]	0,85	1,85	3,15	4,60	5,90	7,90	9,30
t [h]	40	180	310	390	425	440	445

Tabela 14. Wartości odkształcenia trwałego stali P91 zadanego przez deformację plastyczną

Stal P91, deformacja plastyczna: $T = 25^\circ\text{C}$, $V=1\text{mm/min}$							
nr próby	1	2	3	4	5	6	7
ϵ [%]	2,0	3,0	4,5	5,5	7,5	9,0	10,5

5. Wyniki oceny wpływu wstępnej deformacji na rozwój uszkodzenia stali metodami magnetycznymi

Obwiednie napięcia skutecznego szumu Barkhausena i emisji magnetoakustycznej stali 40HNMA i P91 przedstawiono odpowiednio na rysunkach 50-59 i 60-63.

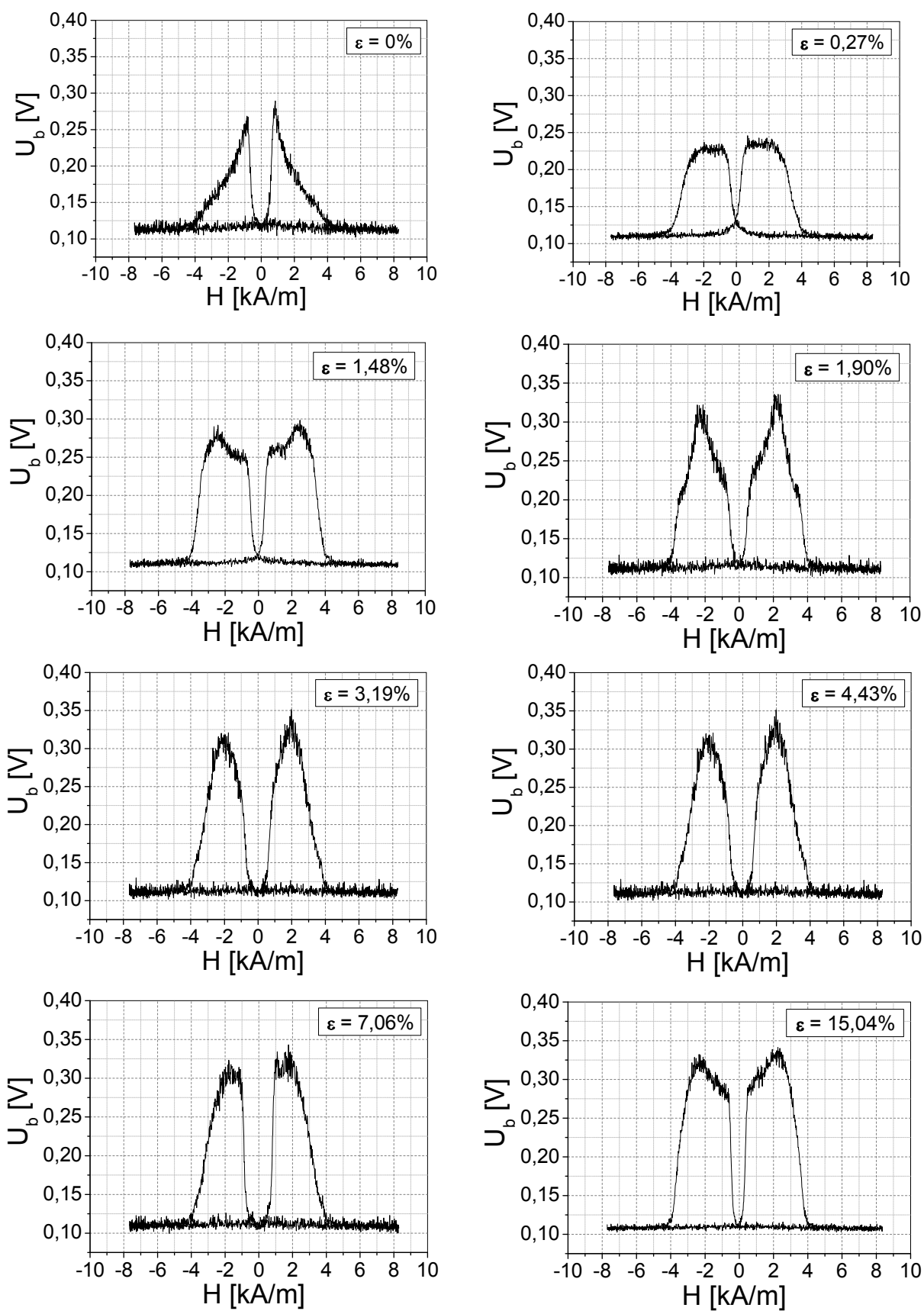
Z rysunku 50 wynika, że obciążenie na skutek pełzania zmienia nieznacznie kształt obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena stali 40HNMA z płaskownika. Zaobserwowano, że piki pochodzące od wszystkich próbek po tym typie obciążenia, charakteryzują się zbliżoną amplitudą i szerokością (zarówno dla $f = 0,5\text{Hz}$, jak i dla $f = 3,5\text{Hz}$), (rys. 50-51). Podwójne maksimum można starać się wyodrębnić dla próbki odkształconej do 1,48% ($f = 0,5\text{Hz}$ i $f = 3,5\text{Hz}$), co wynika z obniżenia gęstości dyslokacji (na skutek działania temperatury) zarówno w obszarach o mikrostrukturze sorbitycznej o układzie iglastym martenzytu, jak i w obszarach sorbitycznych, charakteryzującym się brakiem układu iglastego martenzytu, przy czym pierwsze maksimum występuje dla fazy sorbitycznej o nie zachowanym układzie iglastym martenzytu, natomiast drugie dla fazy sorbitycznej o zachowanym układzie iglastym martenzytu. W przypadku próbek o większych odkształceniach obserwuje się ponownie jedno wyraźne maksimum, ponieważ dłuższy jest czas obciążenia materiału, podczas którego wprowadza się coraz więcej dyslokacji do obu rodzajów faz materiałowych. Przez to fazy te charakteryzują się coraz bardziej zbliżonymi właściwościami magnetycznymi, tzn. z podobną siłą zakotwiczenia i odblokowują się w nich granice domenowe.

Deformacja plastyczna zmienia kształt obwiedni szumu Barkhausena w odmienny sposób (rys. 52-53). Początkowo, dla odkształcenia 0,22%, amplituda obwiedni maleje na skutek wprowadzonych do materiału dyslokacji. Dla próbek odkształconych powyżej 0,22% charakter obwiedni zmienia się – pojedyncze maksimum przekształca się na podwójne. Pierwsze, szpiczaste maksimum, związane jest z obszarami sorbitu o nie zachowanym układzie iglastym martenzytu, natomiast drugie, występujące przy wyższym natężeniu pola magnetycznego, pochodzi od obszarów sorbitu o zachowanym układzie iglastym martenzytu. Sorbit o nie zachowanym układzie iglastym martenzytu jest bardziej czuły na naprężenia rozciągające niż sorbit z zachowanym układem martenzytu. Z danych literaturowych wiadomo natomiast, że naprężenia rozciągające powodują wzrost impulsów szumu Barkhausena [Kleber et al., 2004].

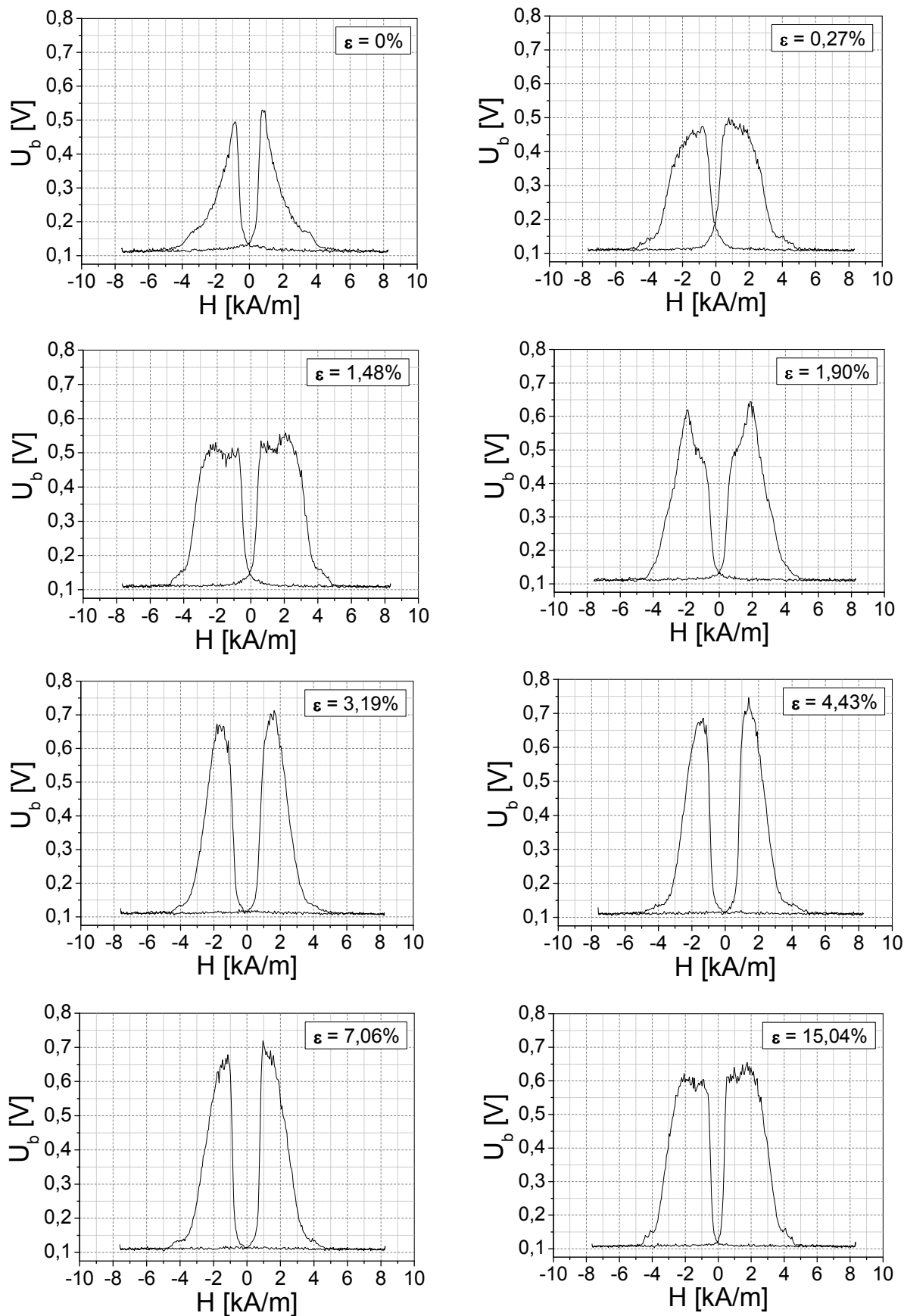
Po przekroczeniu odkształcenia plastycznego 1,78%, amplituda obwiedni szumu Barkhausena obniża się w wyniku wprowadzonych do materiału kolejnych dyslokacji, utrudniających przemieszczanie się ścian domenowych. Opisywane zmiany zachodzą w warunkach zarówno wolnego, jak i szybkiego magnesowania.

Obwiednie napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej dla próbki nieodkształconej ($\varepsilon = 0\%$) oraz po obciążeniach wywołanych pełzaniem charakteryzują się dwoma maksimumami (rys. 54-55). Augustyniak i inni [Augustyniak et al., 2003] sugerują, że pierwsze z nich wynika z powstawania, a drugie jest konsekwencją ich anihilacji. Pełzanie zmienia wartości amplitudy obwiedni, nie powodując jednocześnie ich transformacji w pojedynczy pik. Przeciwnie, zmiany takie występują w wyniku deformacji plastycznej, nawet już przy $\varepsilon = 0,22\%$ (rys. 56-57).

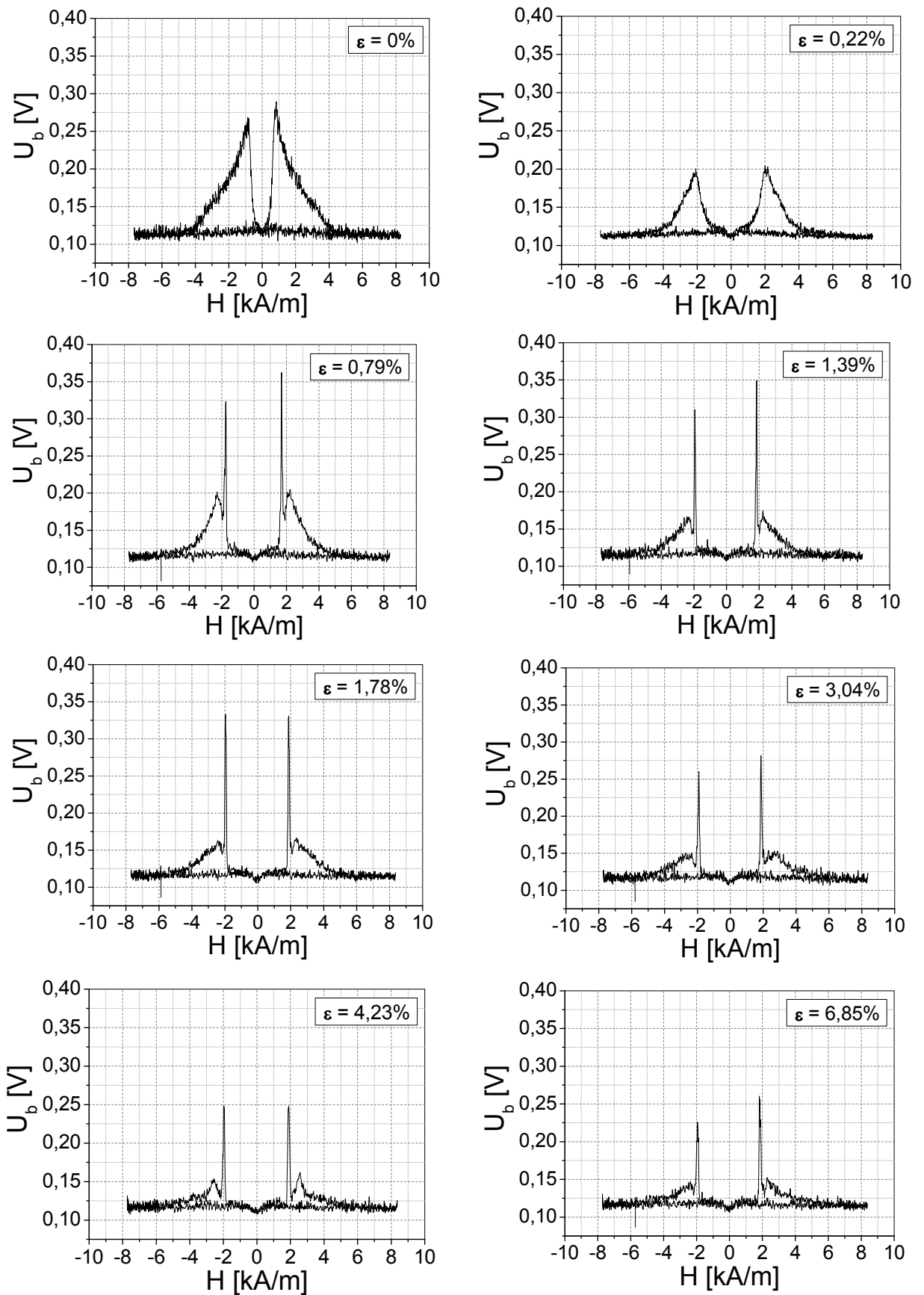
Ponadto, w przypadku pełzania, nie stwierdzono występowania tak ostrych i wysokich pików (typu „szpilki”) emisji magnetoakustycznej, jak w przypadku szumu Barkhausena. Oznacza to, że za piki te odpowiedzialne są granice domenowe typu 180° , których populacja zwiększa się wraz ze zwiększającymi się naprężeniami rozciągającymi [Kleber et al., 2004].



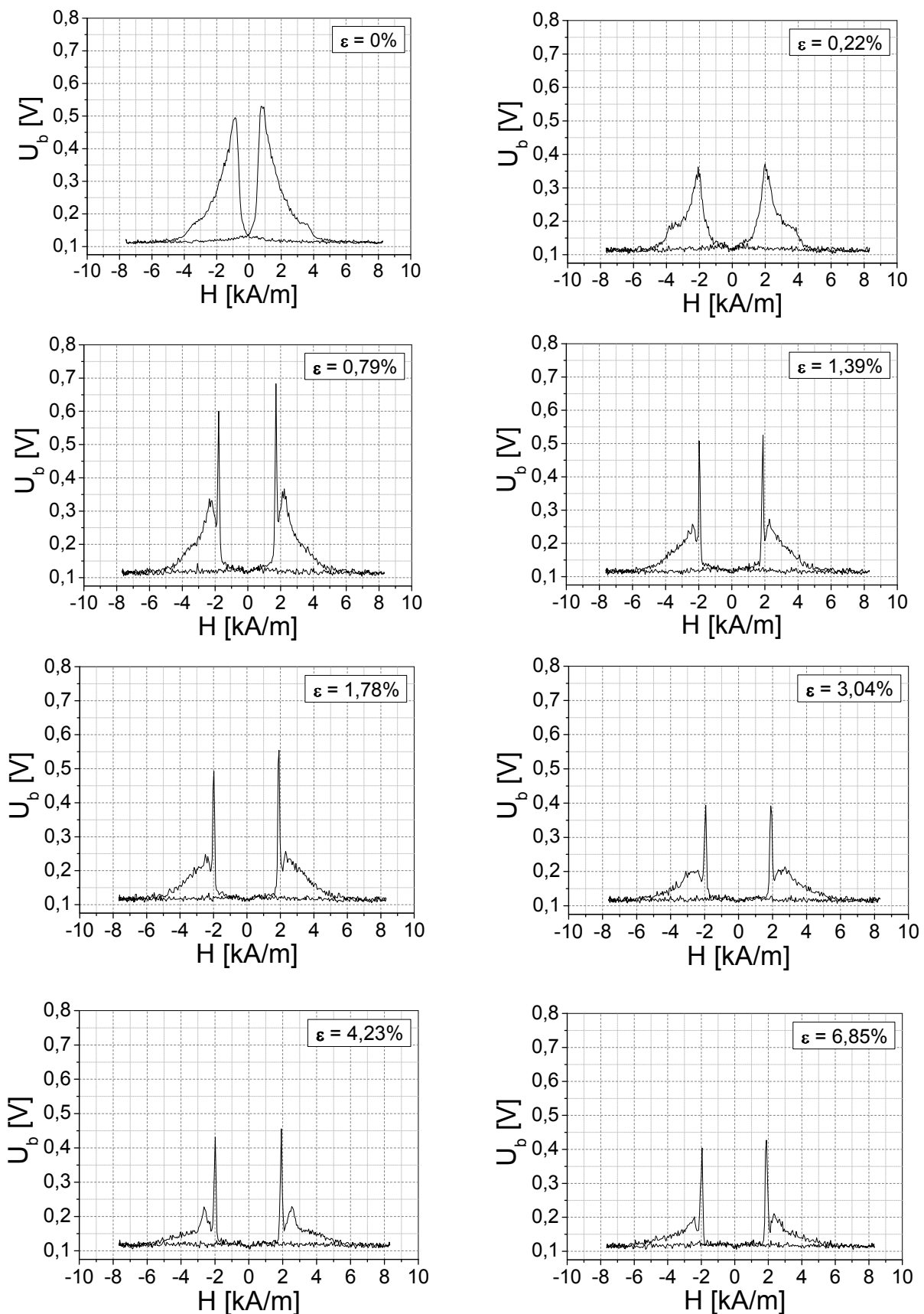
Rys. 50. Obwiednie napięcia skutecznego szumu Barkhausena stali 40HNMA (z płaskownika, po ulepszeniu cieplnym) po pełzaniu – wolne magnesowanie ($f = 0,5\text{Hz}$)



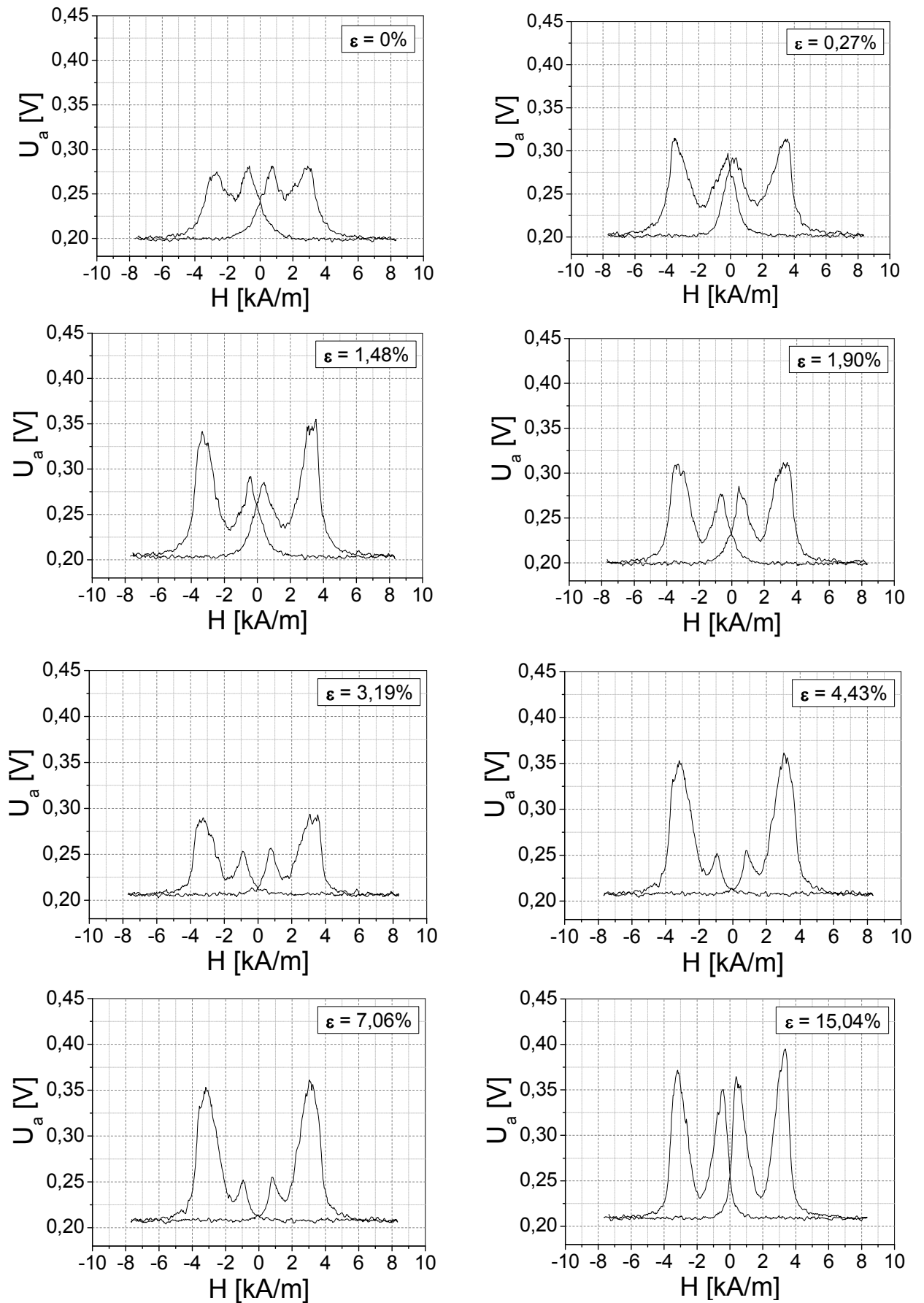
Rys. 51. Obwiednie napięcia skutecznego szumu Barkhausena stali 40HNMA (z płaskownika, po ulepszeniu cieplnym) po pelzaniu – szybkie magnesowanie ($f = 3,5\text{Hz}$)



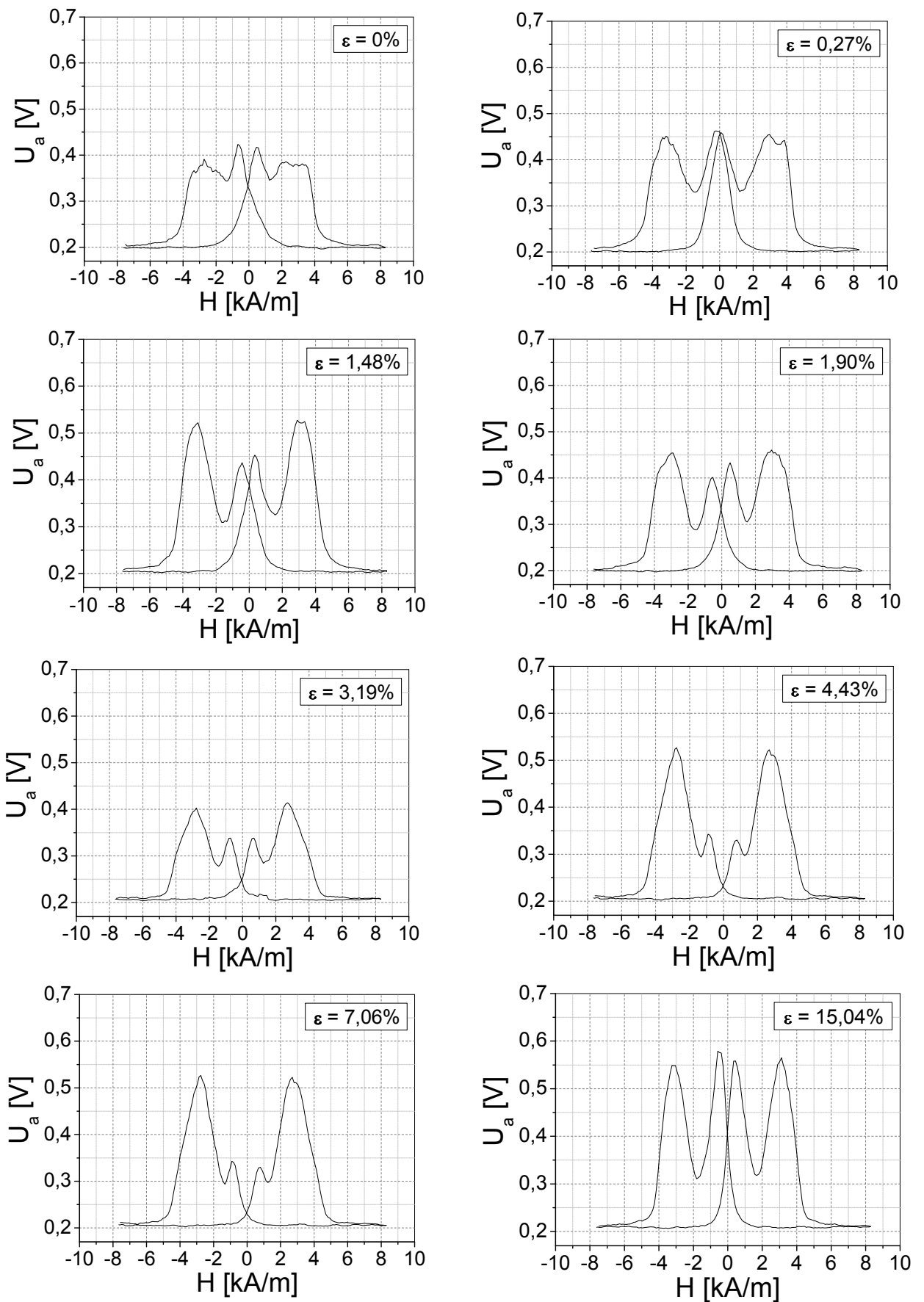
Rys. 52. Obwiednie napięcia skutecznego szumu Barkhausena stali 40HNMA (z płaskownika, po ulepszeniu cieplnym) po deformacji plastycznej – wolne magnesowanie ($f = 0,5\text{Hz}$)



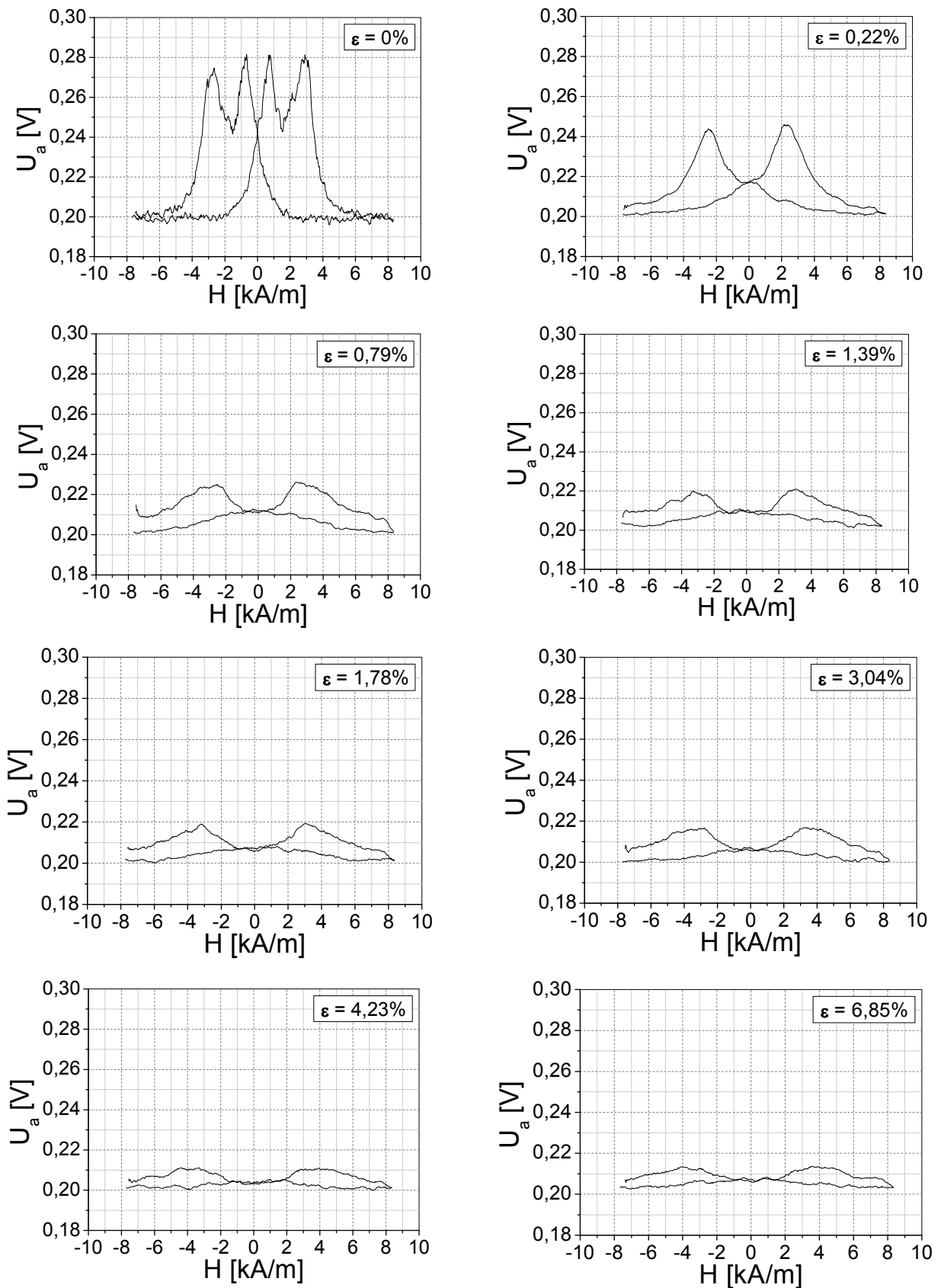
Rys. 53. Obwiednie napięcia skutecznego szumu Barkhausena stali 40HNMA (z płaskownika, po ulepszeniu cieplnym) po deformacji plastycznej – szybkie magnesowanie ($f = 3,5\text{Hz}$)



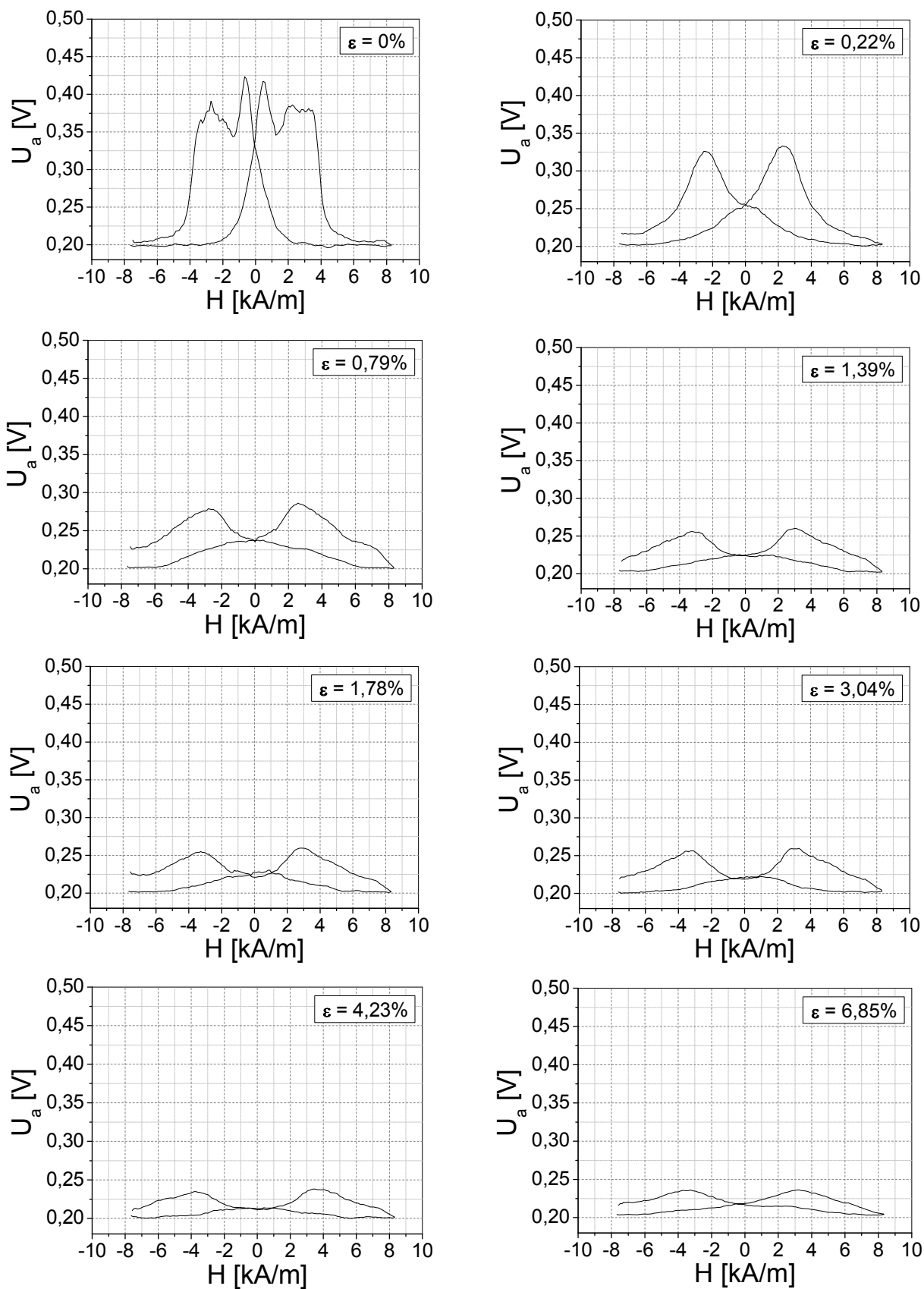
Rys. 54. Obwiednie napięcia skuteczne emisji magnetoakustycznej stali 40HNMA (z płaskownika, po ulepszeniu cieplnym) po pełzaniu – wolne magnesowanie ($f = 0,5\text{Hz}$)



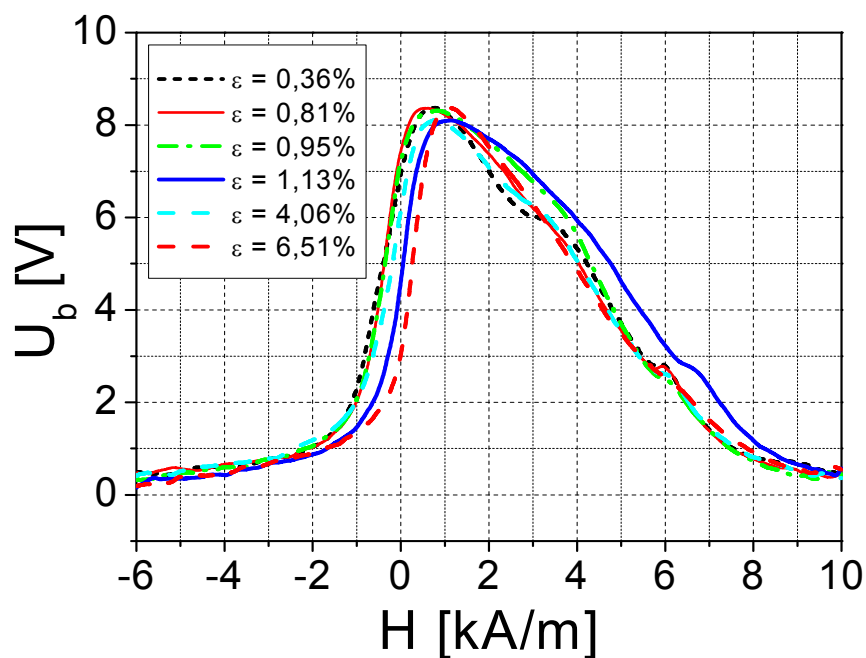
Rys. 55. Obwiednie napięcia skuteczne emisji magnetoakustycznej stali 40HNMA (z płaskownika, po ulepszeniu cieplnym) po pełzaniu – szybkie magnesowanie ($f = 3,5\text{Hz}$)



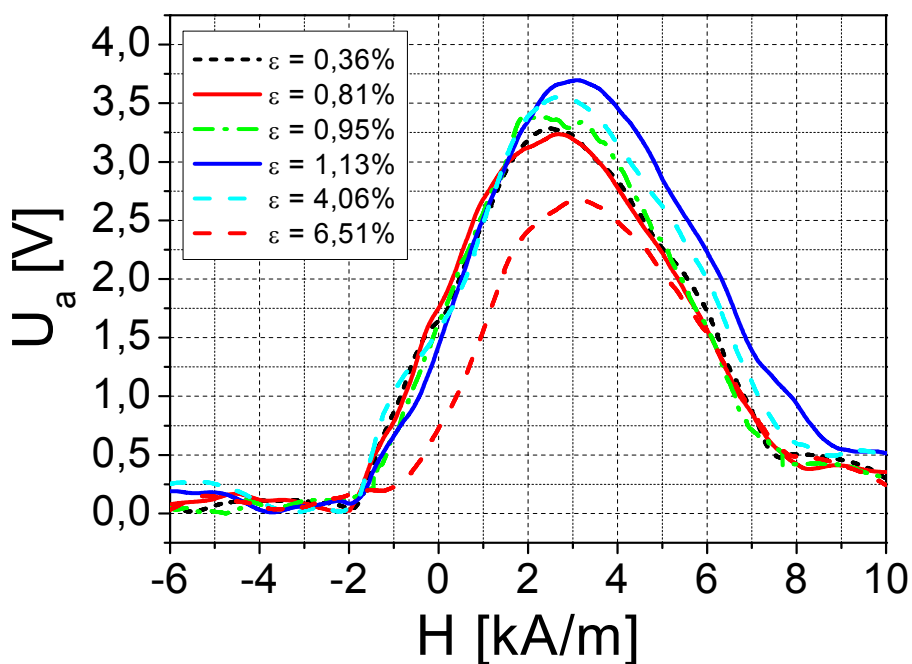
Rys. 56. Obwodnie napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej stali 40HNMA (z płaskownika, po ulepszeniu cieplnym) po deformacji plastycznej – wolne magnesowanie ($f = 0,5\text{Hz}$)



Rys. 57. Obwiednie napięcia skuteczne emisji magnetoakustycznej stali 40HNMA (z płaskownika, po ulepszeniu cieplnym) po deformacji plastycznej – szybkie magnesowanie ($f = 3,5\text{Hz}$)



Rys. 58. Obwiednie napięcia skutecznego sygnału Barkhausena po pełzaniu stali 40HNMA eksploatowanej



Rys. 59. Obwiednie napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej po pełzaniu stali 40HNMA eksploatowanej

Z przeprowadzonych badań wynika, że zarówno napięcie skuteczne emisji Barkhausena, jak i emisji magnetoakustycznej, zmierzone w stali 40HNMA z rurociągu po pełzaniu, zależą od stopnia wprowadzonego do niej odkształcenia trwałego. Z wykresów (rys. 58-59) wynika jednak, że emisja magnetoakustyczna jest bardziej

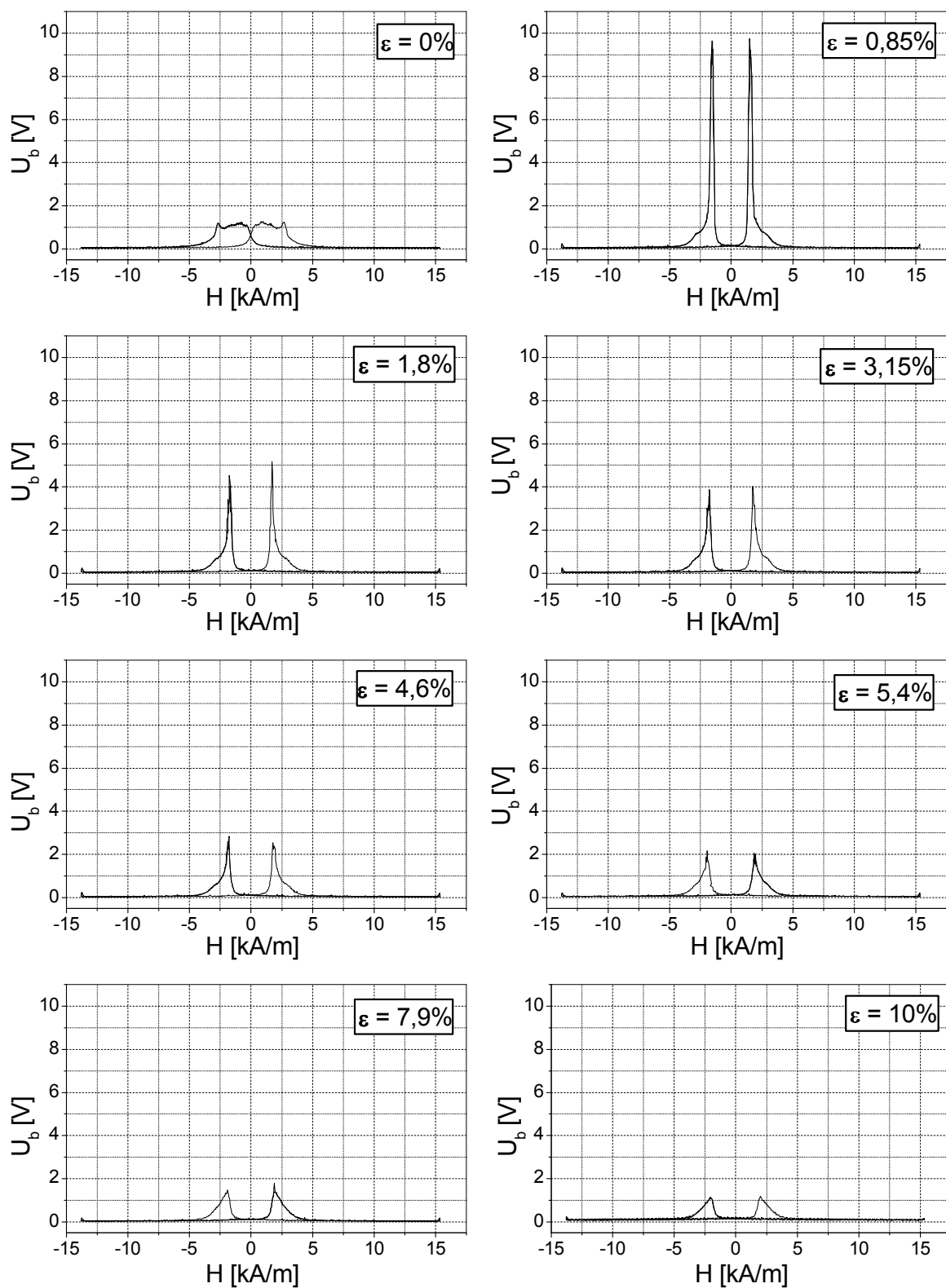
czuła na wprowadzone odkształcenie trwałę do stali 40HNMA z rurociągu po pełzaniu niż emisja Barkhausena.

W przypadku obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena dla stali 40HNMA po eksploatacji w warunkach przemysłowych i laboratoryjnych testach pełzania zaobserwowano pojedyncze minimum, co jest zgodne z wynikami badań kontrolnych mikrostruktury, które dowodzą, że materiał ten w całej swojej objętości posiada mikrostrukturę sorbityczną z zachowanym układem iglastym martenzytu (jeden rodzaj fazy materiałowej).

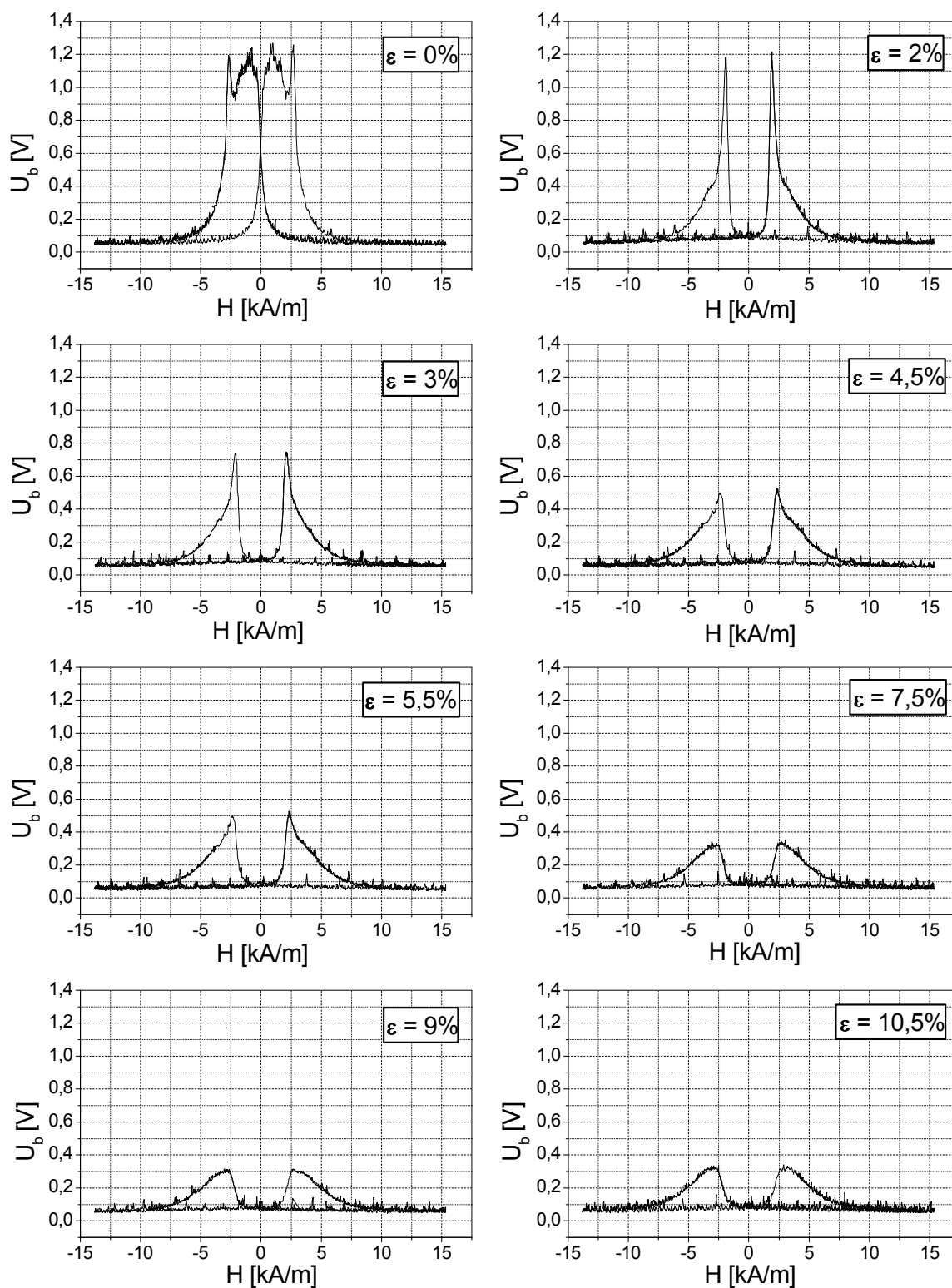
Obecność pojedynczego maksimum na obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej dla tej serii stali można wytłumaczyć silną degradacją mikrostruktury – piki powstawania i anihilacji ścian domenowych pokrywają się ze sobą. Materiał ten poddawano obciążeniom dwukrotnie – raz w warunkach przemysłowych i ponownie w warunkach laboratoryjnych. Spodziewanym efektem zastosowanych warunków pełzania miały być rozwinięte pustki. Będzie to przedmiotem rozważań ujętych w podpunkcie (7.1).

Z prac dotyczących mikrostruktury stali P91 [Pesicka et al., 2003] wiadomo, że materiał ten po długotrwałym odpuszczaniu bądź po procesie pełzania, charakteryzuje się niejednorodną mikrostrukturą dyslokacyjną. Ziarna o wysokiej gęstości dyslokacji graniczą z ziarnami bez dyslokacji [Pesicka et al., 2003]. Badaną w niniejszej pracy stal P91 pozyskano z rurociągu eksploatowanego, można zatem założyć, że mikrostruktura dyslokacyjna tego materiału jest zbliżona do tej opisywanej w [Pesicka et al., 2003]. Uzasadnia ten fakt występowanie podwójnego maksimum dla próbki stali P91 bez obciążenia wstępnego ($\varepsilon = 0\%$) na obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena. Z drugiej strony wraz ze wzrostem deformacji plastycznej/pełzania przyspieszonego podwójne maksimum przekształca się w pojedyncze na skutek sukcesywnego zwiększania się liczby dyslokacji w obu rodzajach ziaren.

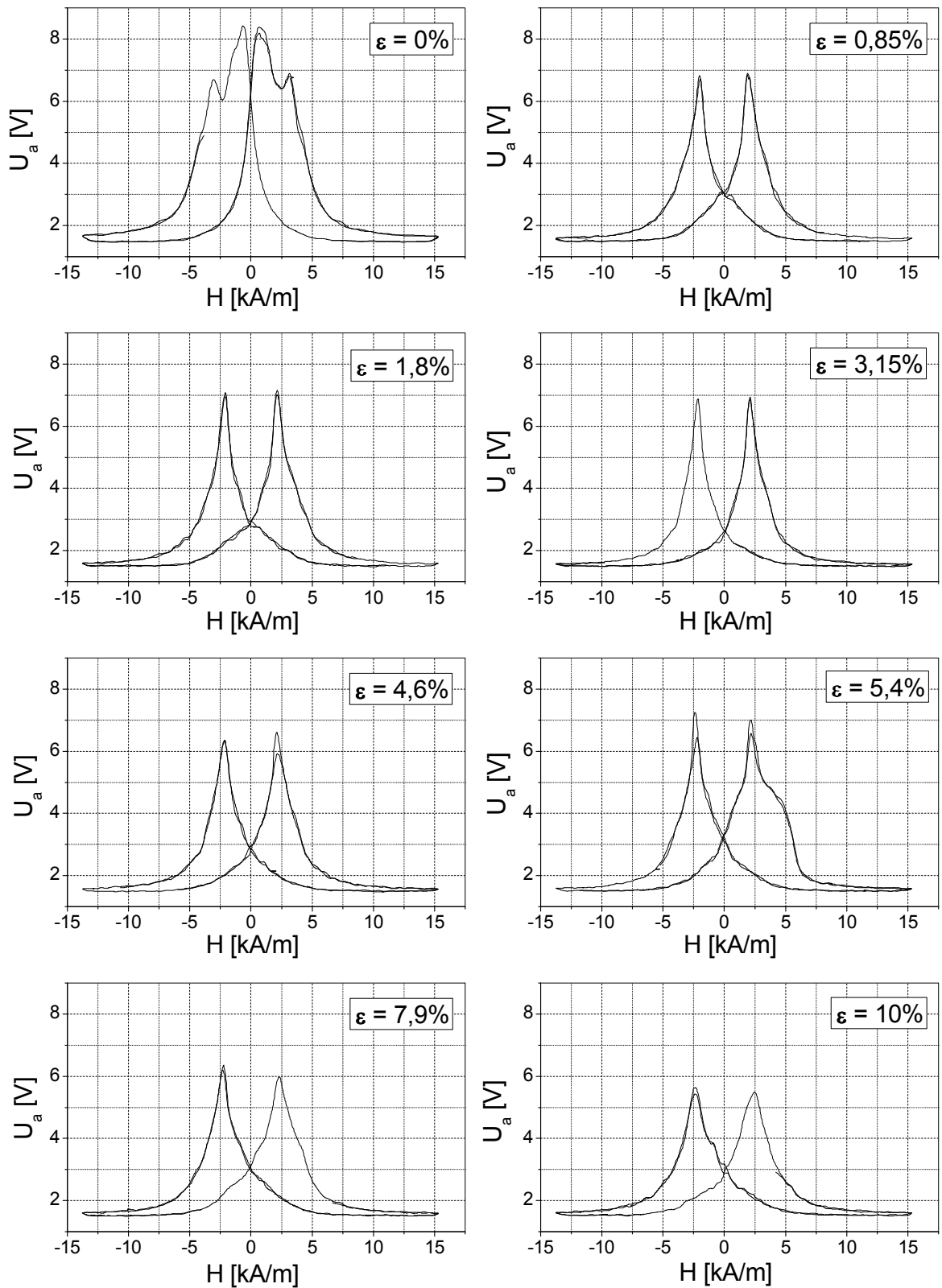
W przypadku obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej transformacja podwójnego maksimum na pojedyncze dla próbek po pełzaniu przyspieszonym, wynika z zastosowanego wysokiego naprężenia rozciągającego $\sigma = 290\text{MPa}$. Jest ono wyższe niż zastosowane naprężenie rozciągające dla stali 40HNMA z płaskownika $\sigma = 250\text{MPa}$, dla której zaobserwowano podwójne maksima emisji magnetoakustycznej (dla wszystkich próbek po pełzaniu przyspieszonym). Deformacja plastyczna zmieniła obwiednie emisji magnetoakustycznej stali P91, podobnie jak stali 40HNMA z płaskownika.



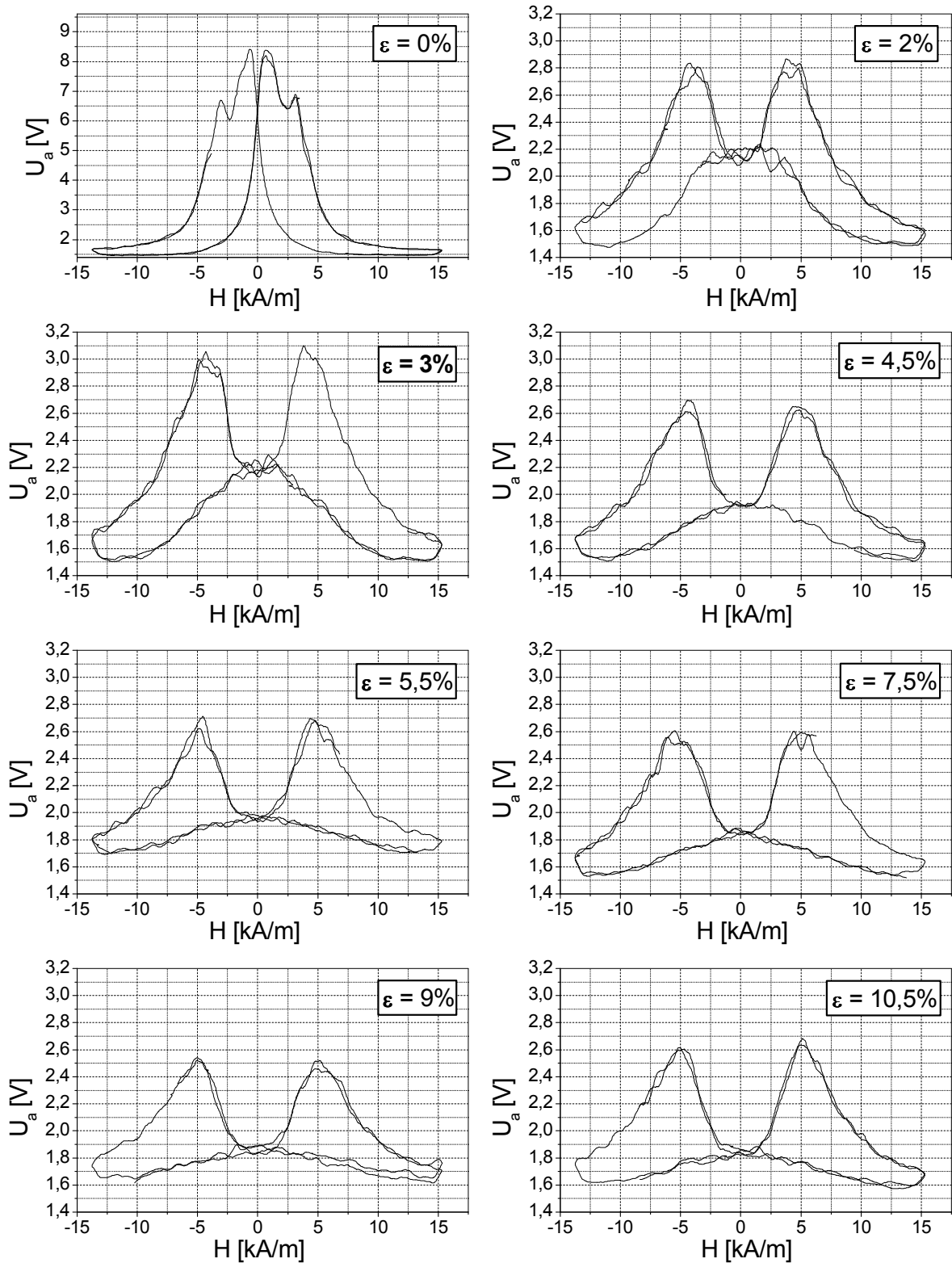
Rys. 60. Obwiednie napięcia skutecznego Barkhausena w funkcji natężenia pola magnetycznego dla próbek stali P91 o różnym stopniu odkształcenia trwałego zadanym przez pełzanie



Rys. 61. Obwiednie napięcia skutecznego Barkhausena w funkcji natężenia pola magnetycznego dla próbek stali P91 o różnym stopniu odkształcenia trwałego zadanym przez deformację plastyczną



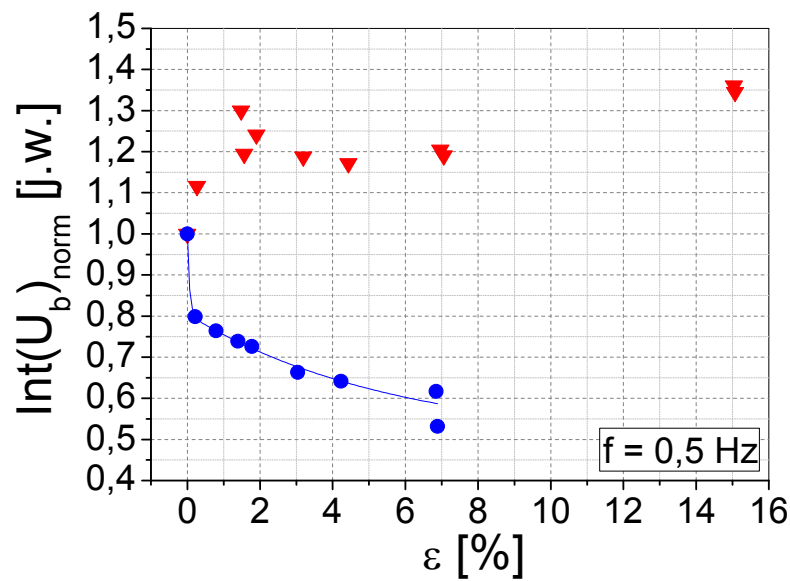
Rys. 62. Obwiednie napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej w funkcji natężenia pola magnetycznego dla próbek stali P91 o różnym stopniu odkształcenia trwałego zadanym przez pełzanie



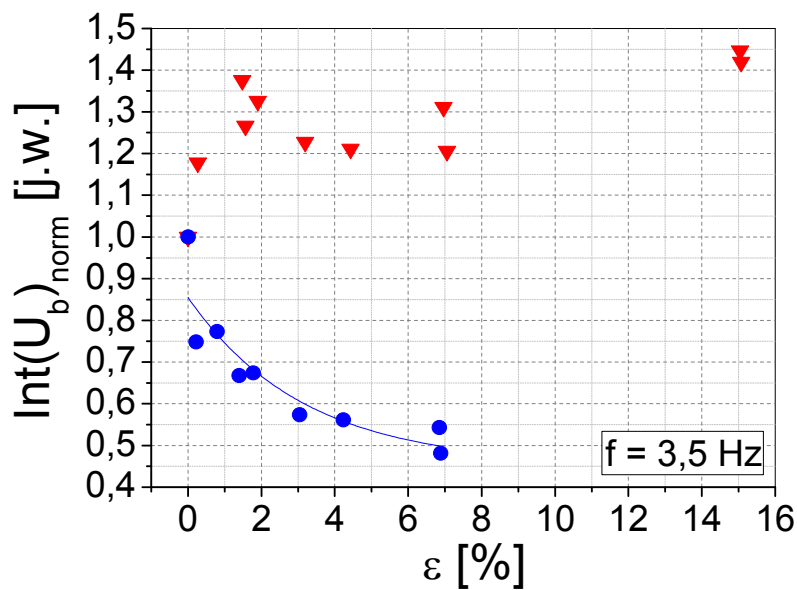
Rys. 63. Obwiednie napięcia skutecznej emisji magnetoakustycznej w funkcji natężenia pola magnetycznego dla próbek stali P91 o różnym stopniu odkształcenia trwałego zadanych przez deformację plastyczną

Szczegółowe dane dotyczące obwiedni uzyskano analizując wyznaczone z nich parametry (rys. 54-76), tj.

- całkę wyznaczoną z obwiedni sygnału napięciowego szumu Barkhausena, rys. 64-66,
- amplitudę wyznaczoną z obwiedni sygnału napięciowego szumu Barkhausena, rys. 67-69,
- całkę wyznaczoną z obwiedni sygnału napięciowego emisji magnetoakustycznej, rys. 70-72,
- amplitudę wyznaczoną z obwiedni sygnału napięciowego emisji magnetoakustycznej, rys. 73-76.

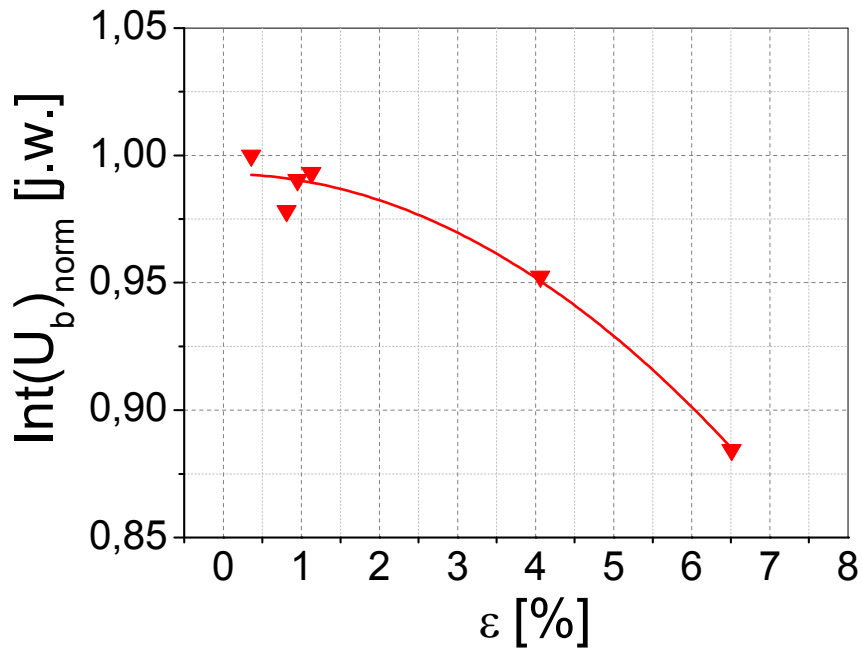


(a)

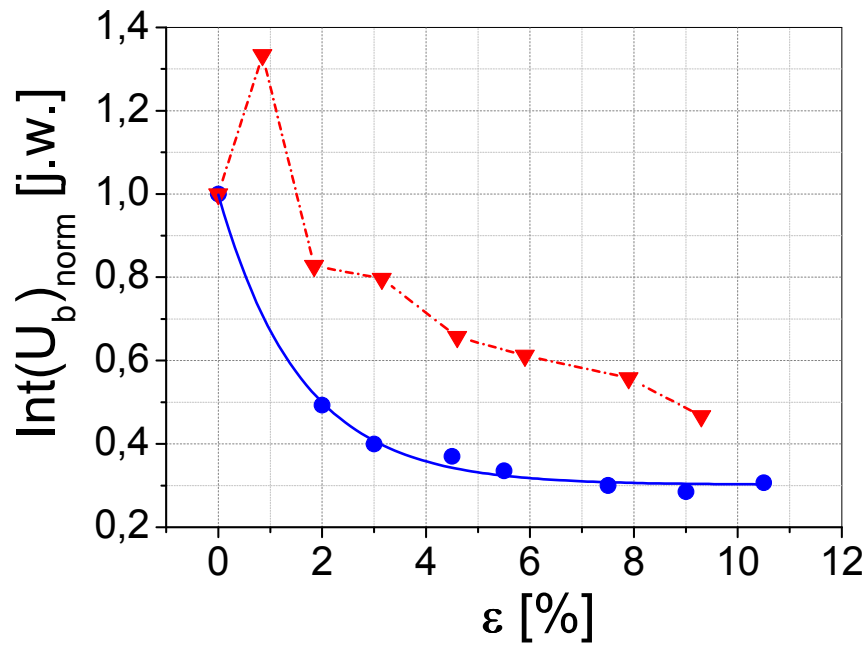


(b)

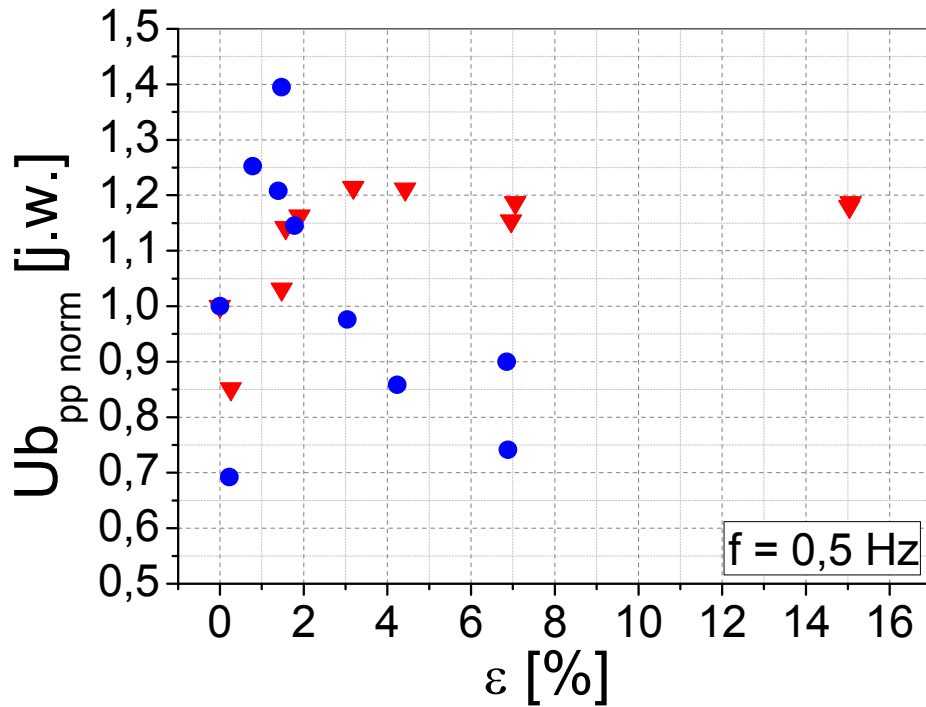
Rys. 64. Całka wyznaczona z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena stali 40HNMA z płaskownika w warunkach: (a) wolnego, (b) szybkiego magnesowania w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



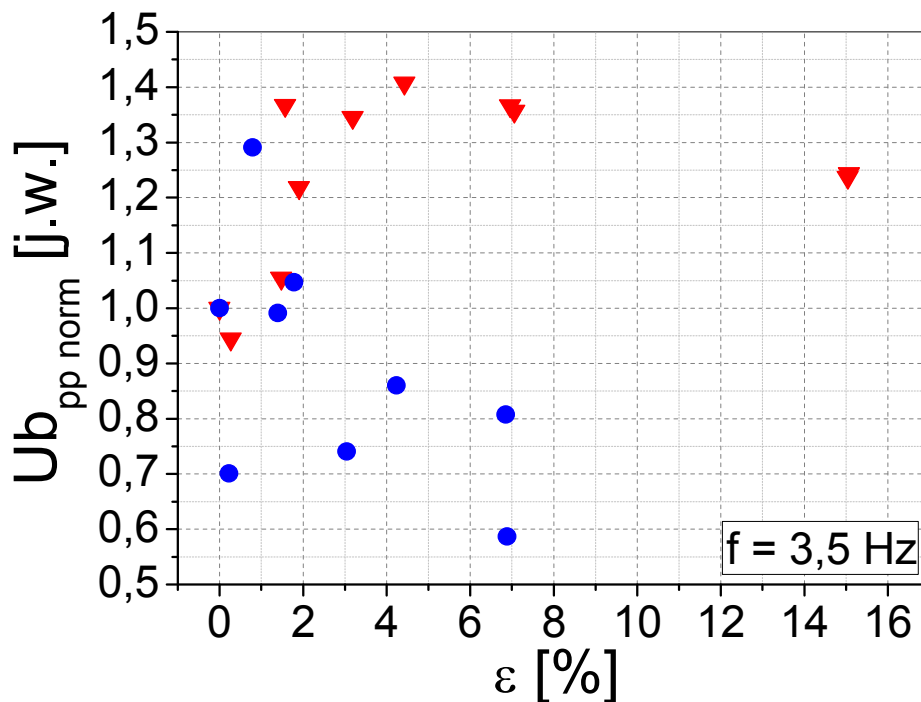
Rys. 65. Całka wyznaczona z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena stali 40HNMA z eksploатовanego rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych w funkcji odkształcenia trwałego



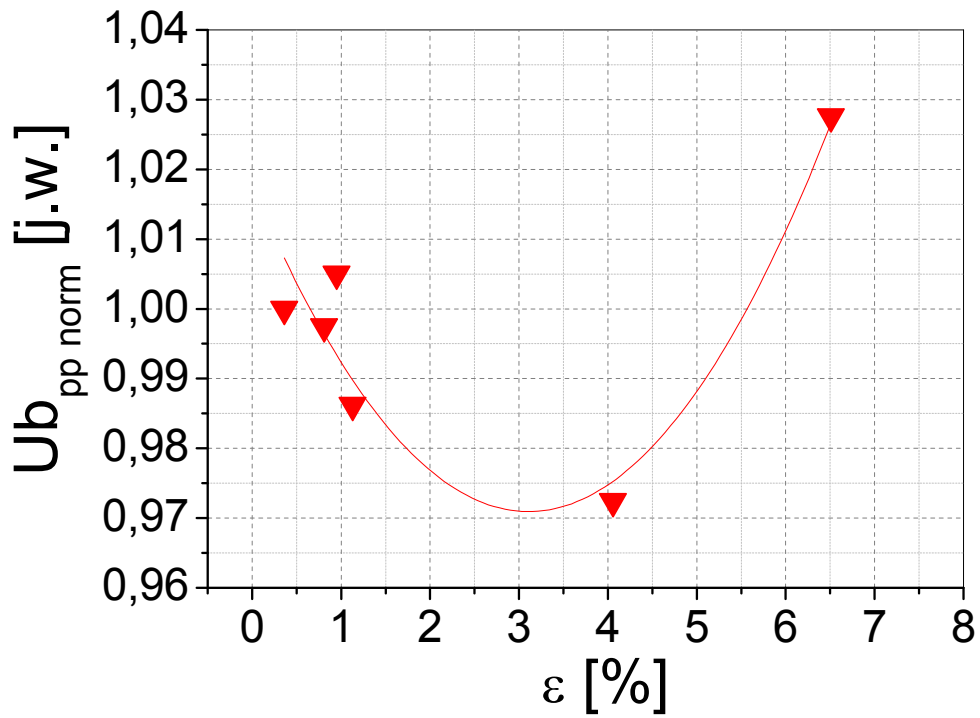
Rys. 66. Całka wyznaczona z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena stali P91 w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



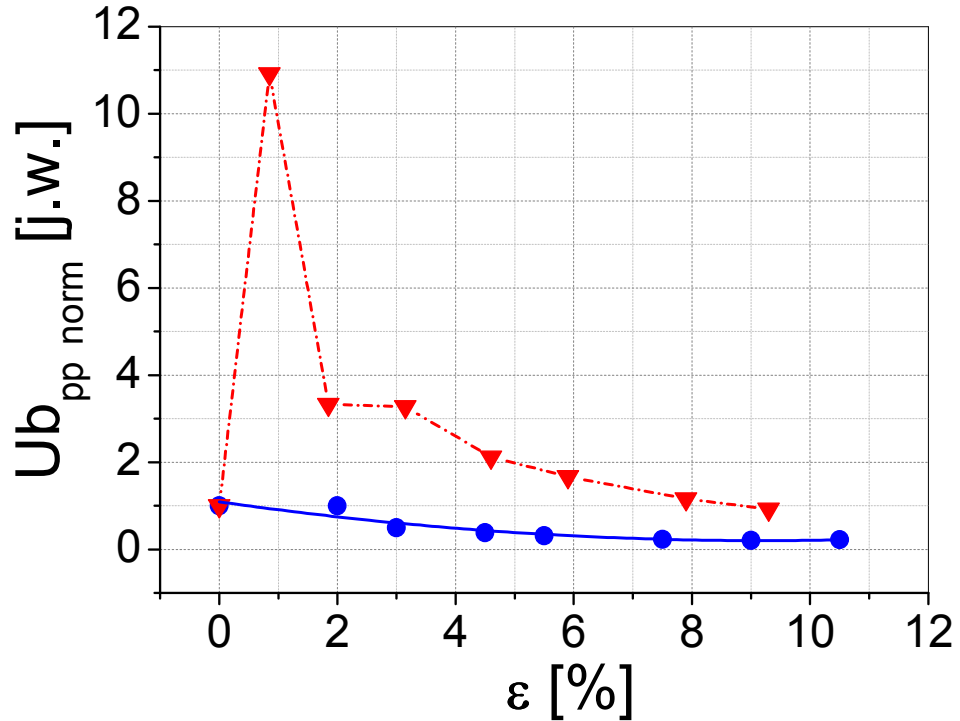
Rys. 67a. Amplituda wyznaczona z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena stali 40HNMA z płaskownika w warunkach wolnego magnesowania w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



Rys. 67b. Amplituda wyznaczona z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena stali 40HNMA z płaskownika w warunkach szybkiego magnesowania w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



Rys. 68. Amplituda wyznaczona z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena stali 40HNMA z eksploатовanego rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych w funkcji odkształcenia trwałego



Rys. 69. Amplituda wyznaczona z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena stali P91 w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)

Wartość całki wyznaczonej z obwiedni sygnału napięciowego szumu Barkhausena dla stali 40HNMA z płaskownika (rys. 64) po pełzaniu wzrasta dla małych wartości odkształcenia, co jest związane z obniżeniem gęstości dyslokacji i tym samym wartości naprężenia na skutek działania temperatury. Ze wzrostem wstępnej deformacji uzyskanej przy pełzaniu, następuje nieznaczne obniżenie wartości całki, co jest wynikiem wprowadzenia do materiału dodatkowych dyslokacji, utrudniających przemieszczanie się ścian domenowych. Dalszy wzrost odkształcenia prowadzi do ponownego wzrostu sygnału Barkhausena, wyrażonego w postaci całki, ponieważ zdrowienie materiału zachodzi szybciej od jego wzmocnienia wskutek deformacji. W przypadku stali 40HNMA pochodzącej z płaskownika i poddanej wstępnej deformacji plastycznej wartość całki maleje (rys. 64) na skutek sukcesywnego wprowadzania do materiału nowych dyslokacji. W efekcie zmniejsza się średnia droga swobodna dla przemieszczających się granic domenowych oraz zwiększa się siła ich kotwiczenia [Baldev et al., 2001]. Ściany domenowe przemieszczają się mniej efektywnie, co powoduje, że wartość rozważanej całki maleje [O'Sullivan, 2004]. Zupełnie inny przebieg otrzymano w przypadku amplitudy wyznaczonej z obwiedni sygnału napięciowego emisji Barkhausena dla rozpatrywanej serii materiału (rys. 67a,b). Wspomniana amplituda szumu Barkhausena dla próbek po pełzaniu początkowo szybko wzrasta w zakresie stosunkowo małych wartości odkształcenia wraz z ich wzrostem (do ok. 3%), a następnie nieznacznie maleje. Zmiany te są bardziej widoczne dla wyższej częstotliwości ($f = 3,5\text{Hz}$, rys. 67b) niż dla niższej ($f = 0,5\text{Hz}$, rys. 67a). W przypadku deformacji plastycznej, amplituda ta (rys. 67) wzrasta, podobnie jak w przypadku pełzania, natomiast po przekroczeniu odkształcenia $\varepsilon \approx 1,5\%$ gwałtownie maleje. Tendencja ta jednak zanika dla wyższej częstotliwości badania $f = 3,5\text{Hz}$. Przedstawione wyniki wskazują, że wartość amplitudy wyznaczonej z obwiedni szumu Barkhausena nie charakteryzują w wystarczającym stopniu zjawisk zachodzących w badanym materiale poddanym wcześniej pełzaniu lub deformacji plastycznej.

W przypadku stali 40HNMA, pochodzącej z rurociągu eksploatowanego, stwierdzono początkowo stabilny poziom całki wyznaczonej z obwiedni napięcia skutecznego emisji Barkhausena, a następnie, po przekroczeniu wartości ok. 1,1% odkształcenia trwałego wywołanego pełzaniem, zmniejszanie jej wartości (rys. 65). Spadek natężenia emisji Barkhausena reprezentowany przez wspomnianą całkę w zakresie odkształcenia powyżej 1,1% był spowodowany powstawaniem pustek, a następnie ich sukcesywnym wzrostem [Makowska et al., 2012], co wcześniej stwierdzili

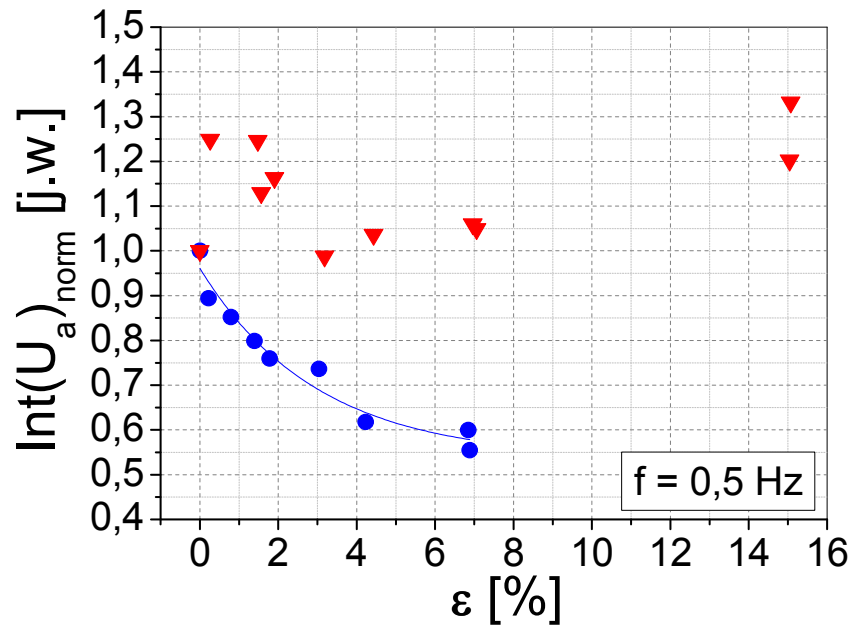
również [Kowalewski et al., 2009]. Dotychczasowe badania wskazują np. [O'Sullivan et al., 2004], że pustki stanowią przeszkody dla ścian domenowych (180° i 90°). Nieco inny charakter zmian można dostrzec analizując wartości amplitudy wyznaczonej z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena dla stali 40HNMA pozyskanej z rurociągu (rys. 68) – różnicę obserwuje się dla ostatniego etapu pełzania. Podobnie jak w przypadku stali 40HNMA z płaskownika, amplituda obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena również i w przypadku pozyskania tego materiału z eksploatowanego rurociągu nie odzwierciedla w ostatnim etapie degradacji zmian w mikrostrukturze materiału.

Analiza zmian całki wyznaczonej z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena dla stali P91 po deformacji plastycznej wykazała jej stopniowy spadek (rys. 66). Dla tej samej stali poddanej wstępnie pełzaniu wartości tej całki są systematycznie wyższe od jej wartości po deformacji plastycznej. Ponadto, dla materiału po pełzaniu zaobserwowano pojedyncze maksimum przy ok. 1% odkształcenia. Taki sam charakter zmian (z wyjątkiem maksimum) zaobserwowano dla amplitudy wyznaczonej z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena stali P91 (rys. 69).

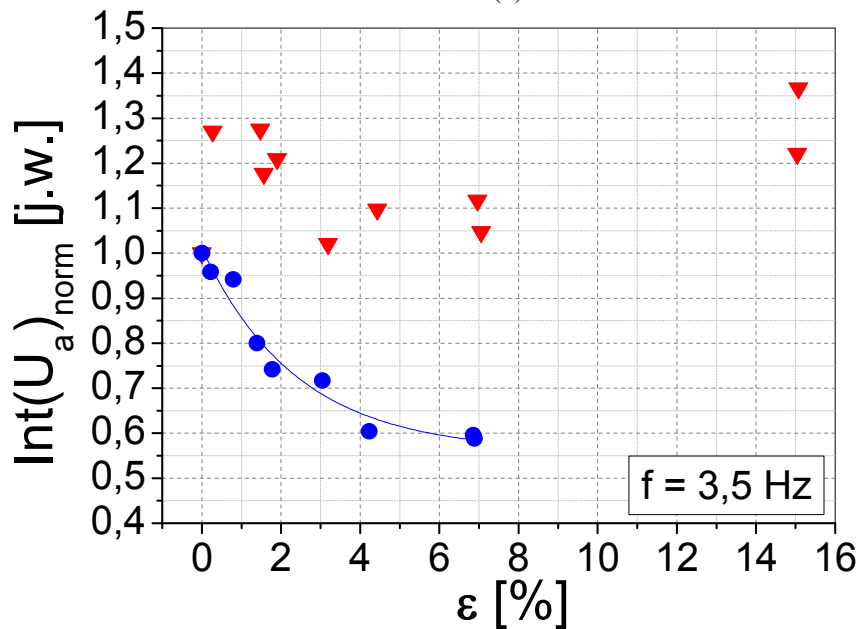
Zarówno całka (rys. 66), jak i amplituda (rys. 69) wyznaczone z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena zależą od zmian zachodzących w mikrostrukturze materiału, zmieniającej się pod wpływem różnych typów obciążenia. Deformacja plastyczna stali P91 prowadzi do zwiększenia gęstości dyslokacji. Wprowadzenie do materiału deformacji plastycznej o wartości wyższej od 2% prowadzi do powstania w materiale dyslokacyjnej struktury komórkowej, która redukuje średnią drogę swobodną dla przemieszczających się ścian domenowych oraz zwiększa siłę kotwiczenia ścian domenowych [Baldev et al., 2001]. W konsekwencji ściany domenowe przemieszczają się mniej efektywnie i intensywność sygnału monotonicznie maleje [O'Sullivan et al., 2004].

W przypadku pełzania stali P91 zaobserwowany początkowo pik (rys. 69) związany jest z nagłym zmniejszeniem gęstości dyslokacji w subziarnach martenzytu na skutek odpuszczania materiału w temperaturze 500°C . W materiale następuje proces zdrowienia, poprzez poślizg i wspinanie dyslokacji. Naprężenie pełzania (290MPa) prowadzi w tym samym czasie do poligonizacji przez wspinanie dyslokacji [Dobrzański, 2002]. Ponadto, materiał umacnia się na skutek tworzenia się w nim dyslokacyjnej struktury komórkowej wysokiej gęstości. Dyslokacyjna struktura

komórkowa utrudnia, jak w przypadku deformacji plastycznej, przemieszczanie się ścian domenowych, co prowadzi do zmniejszenia liczby skoków Barkhausena [Baldev et al., 2001]. Należy zwrócić uwagę na fakt, że ze względu na zastosowany poziom naprężenia (290MPa) przeprowadzone laboratoryjnie pełzanie było zjawiskiem łączącym dwa procesy: pełzanie i deformację wywołaną procesem płynięcia plastycznego [Makowska et al., 2014].

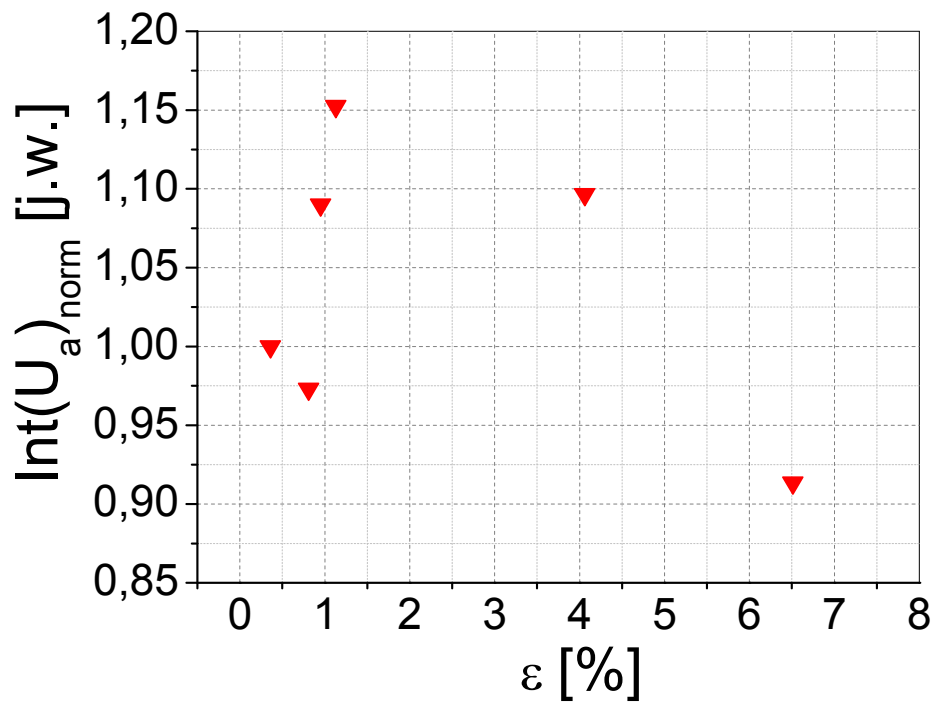


(a)

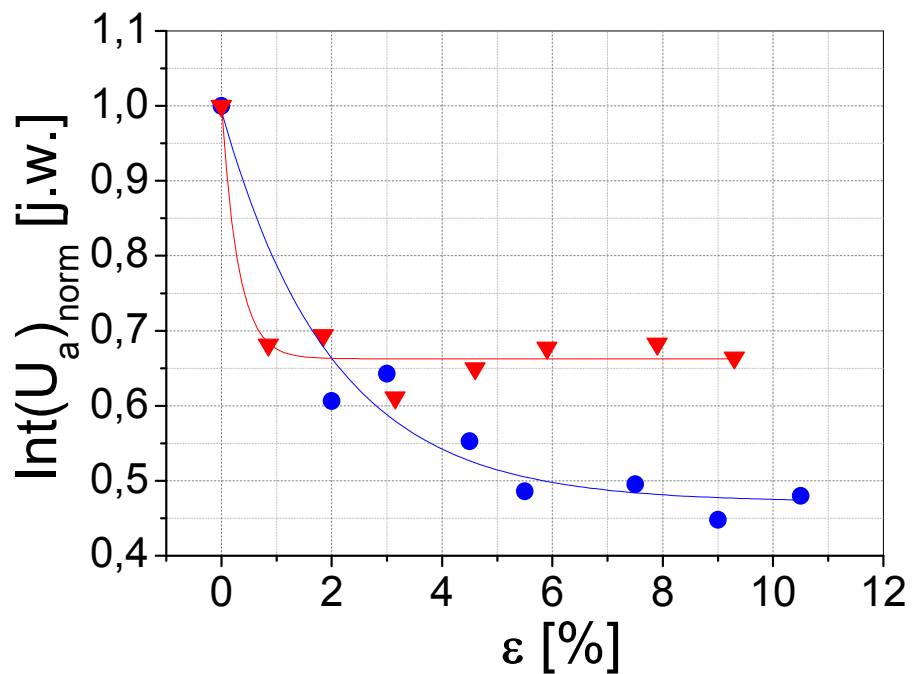


(b)

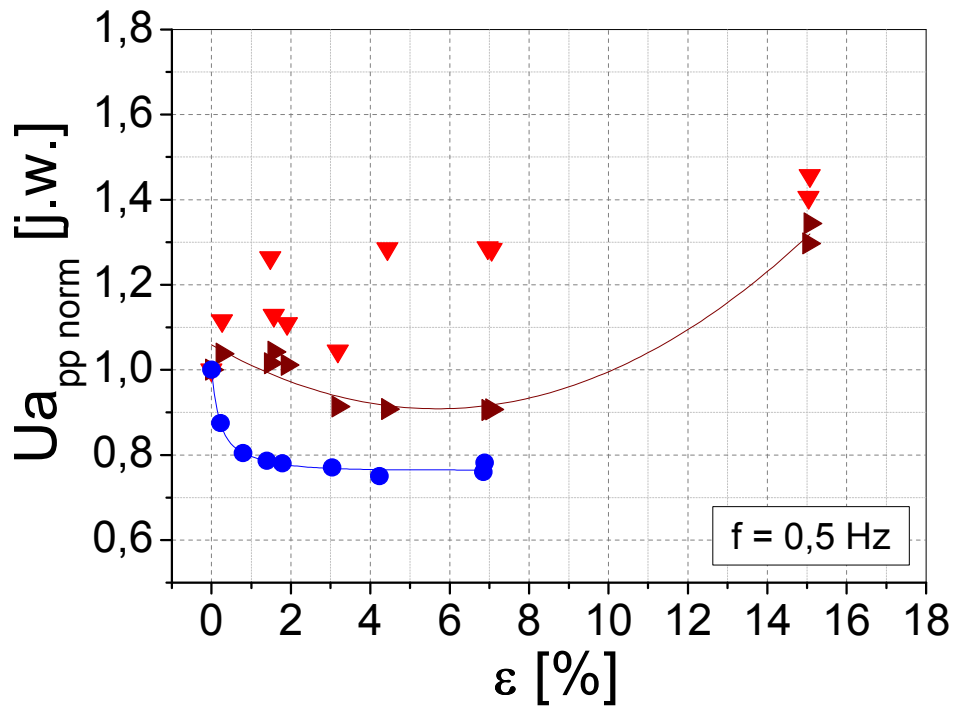
Rys. 70. Całka wyznaczona z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej stali 40HNMA z płaskownika w warunkach: (a) wolnego, (b) szybkiego magnesowania w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



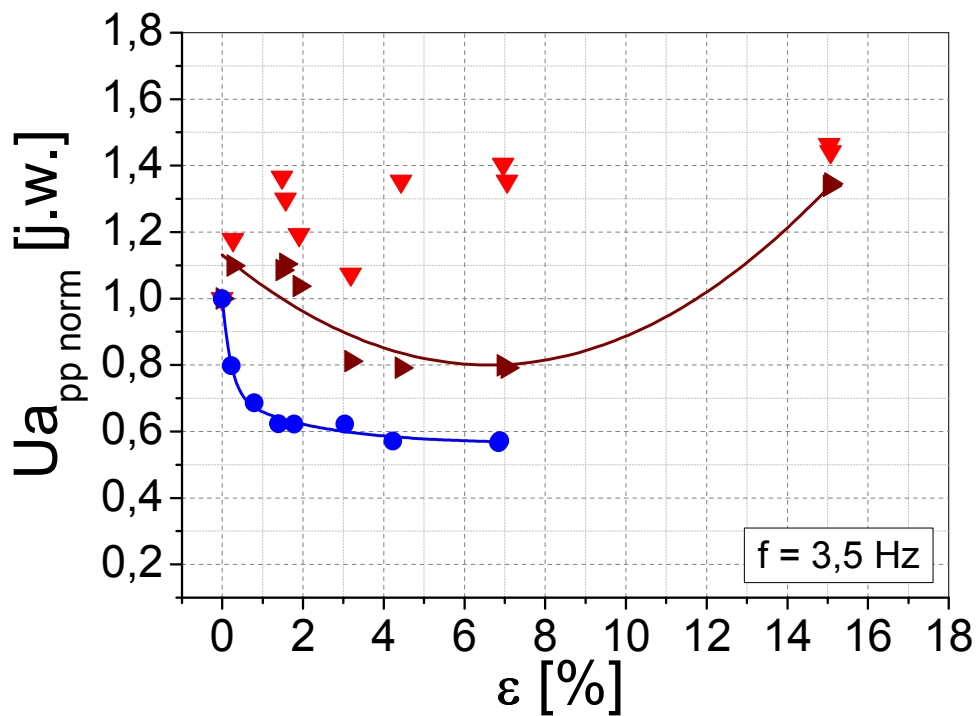
Rys. 71. Całka wyznaczona z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych w funkcji odkształcenia trwałego



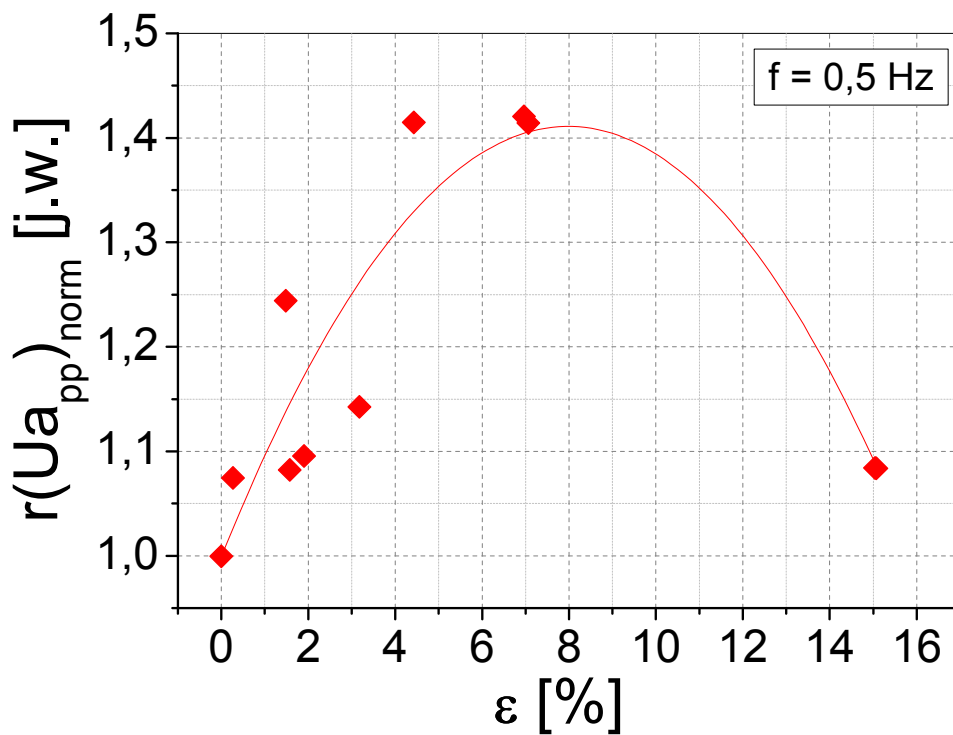
Rys. 72. Całka wyznaczona z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej stali P91 w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



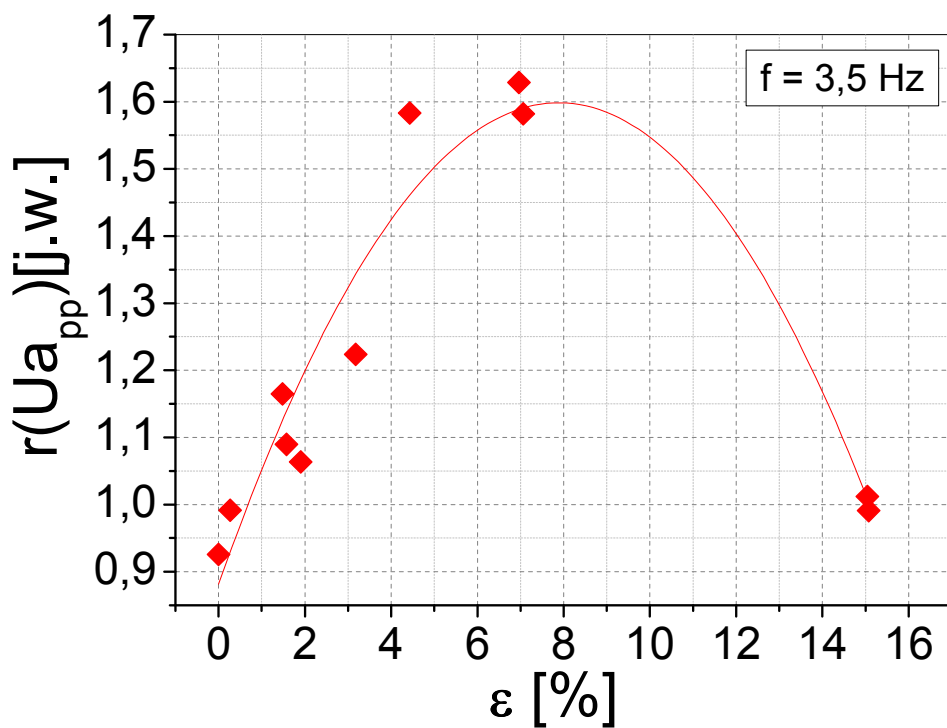
Rys. 73a. Amplituda wyznaczona z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej stali 40HNMA z płaskownika w warunkach wolnego magnesowania w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty czerwone – pełzanie, prawy pik; trójkąty brązowe – pełzanie, lewy pik; kółka – deformacja plastyczna)



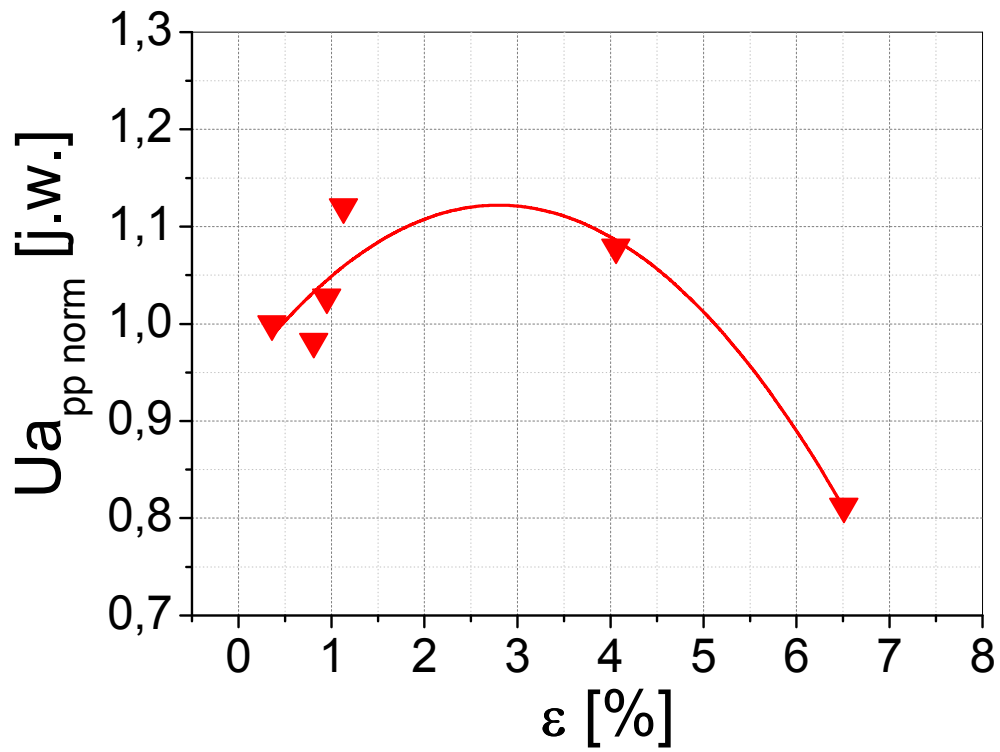
Rys. 73b. Amplituda wyznaczona z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej stali 40HNMA z płaskownika w warunkach szybkiego magnesowania w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty czerwone – pełzanie, prawy pik; trójkąty brązowe – pełzanie, lewy pik; kółka – deformacja plastyczna)



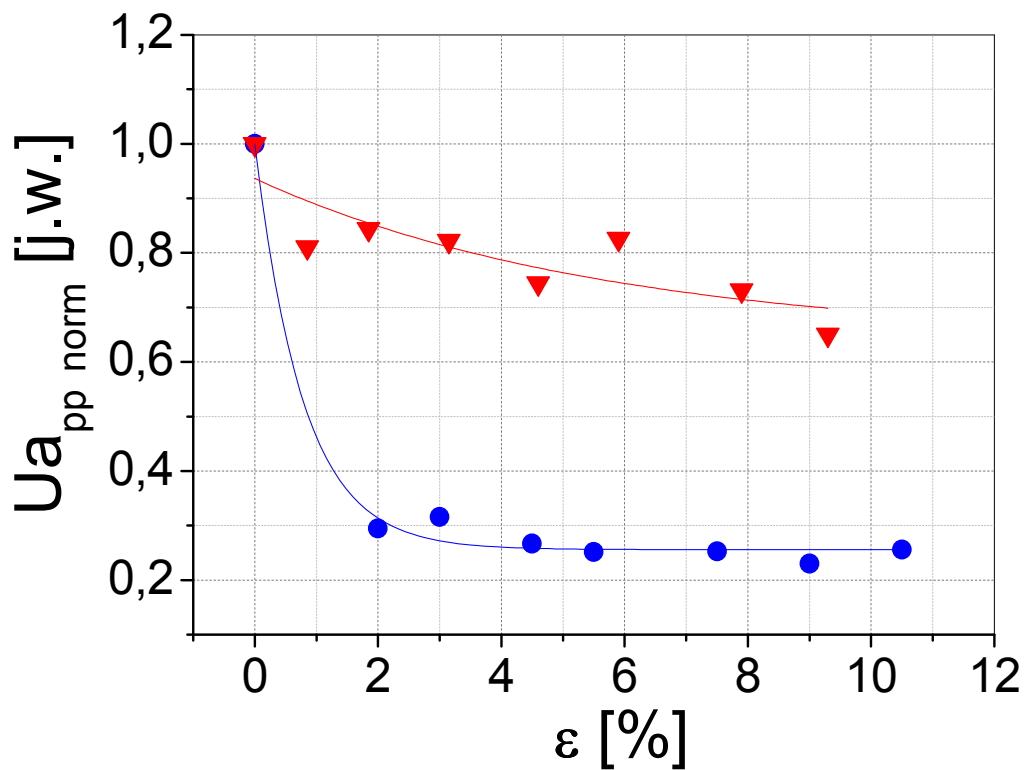
Rys. 74a. Stosunek pików emisji magnetoakustycznej stali 40HNMA z płaskownika po pełzaniu w warunkach wolnego magnesowania w funkcji odkształcenia trwałego



Rys 74b. Stosunek pików emisji magnetoakustycznej stali 40HNMA z płaskownika po pełzaniu w warunkach szybkiego magnesowania w funkcji odkształcenia trwałego



Rys. 75. Amplituda wyznaczona z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej stali 40HNMA z rurociągu eksploatowanego po pelzaniu w warunkach laboratoryjnych w funkcji odkształcenia trwałego



Rys. 76. Amplituda wyznaczona z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej stali P91 w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pelzanie, kółka – deformacja plastyczna)

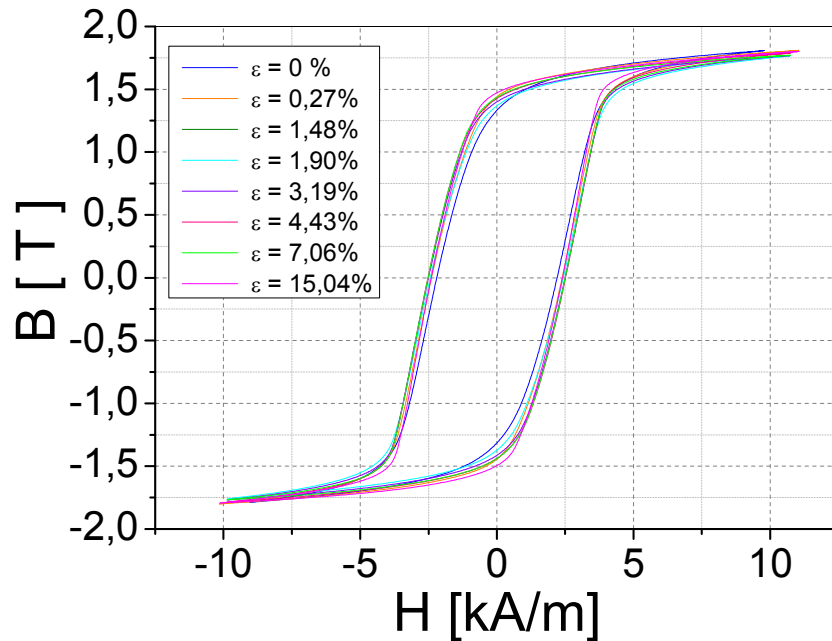
Analiza charakteru zmian całki wyznaczonej z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z płaskownika pokazała, że (rys. 70) jest on podobny do zmian otrzymanych do całki określonej z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena (rys. 64). Zbliżony kierunek zmian dla drugiego i trzeciego etapu pełzania zaobserwowano dla piku (amplitudy) występującego przy niższym natężeniu pola magnetycznego na obwiedni napięcia skutecznego (lewy pik), (rys. 73). W tym przypadku zmiany te można opisać funkcją paraboliczną.

Początkowy wzrost wartości całki z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej (dla zakresu odkształconego do ok. 1% odkształcenia) dla stali 40HNMA pochodzącej z rurociągu eksploatowanego (rys. 71), spowodowany jest obniżeniem wartości składowych naprężenia w mikrostrukturze sorbitycznej stali na skutek zmniejszenia dyslokacji w materiale pod wpływem działania podwyższonej temperatury (500°C). Zmniejszenie gęstości dyslokacji powoduje zwiększenie ruchliwości granic typu 90°. Ponadto, zwiększeniu ulega udział powierzchniowy granic typu 90° przez powstanie domykających domen na pustkach. Po przekroczeniu ok. 1% odkształcenia trwałego, zadanego na skutek pełzania, następuje obniżenie wartości całki z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej wyznaczonej dla stali 40HNMA pochodzącej z rurociągu eksploatowanego (rys. 71). Stanowi to konsekwencję demagnetyzacji stali w obszarze coraz bardziej rozrastających się pustek wraz z coraz większym stopniem odkształcenia materiału [Mohopatra et al., 2008], a także zmniejszającą się wraz z odkształceniem siłą kotwiczenia granic typu 90° w domykających domenach powstałych na tych pustkach [Kowalewski et al., 2009], [Makowska et al., 2012].

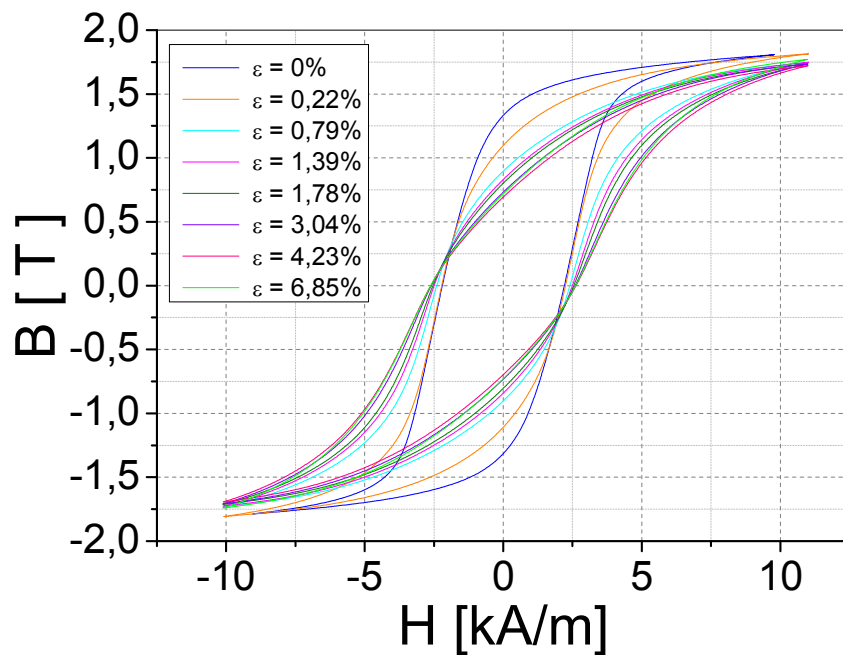
Charakter zmian całki z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej stali P91 (rys. 72) jest zbliżony do charakteru zmian całki z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena (rys. 66). Różnice wynikają z faktu, że za emisję magnetoakustyczną odpowiedzialne są granice domenowe typu 90°, natomiast za szum Barkhausena dwie populacje domen: 90° i 180° [Jiles, 1998], [O'Sullivan et al., 2004]. Wyższe wartości amplitudy obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej dla próbek stali po pełzaniu laboratoryjnym niż po deformacji plastycznej wynikają z tego, że pierwszy wymieniony proces przeprowadzony był w temperaturze podwyższonej ($T = 500^{\circ}\text{C}$), w której następowało zdrowienie materiału.

Zaobserwowano ponadto, że kierunek zmian całki i amplitudy określonych dla emisji magnetoakustycznej stali P91 jest taki sam (rys. 72, 76).

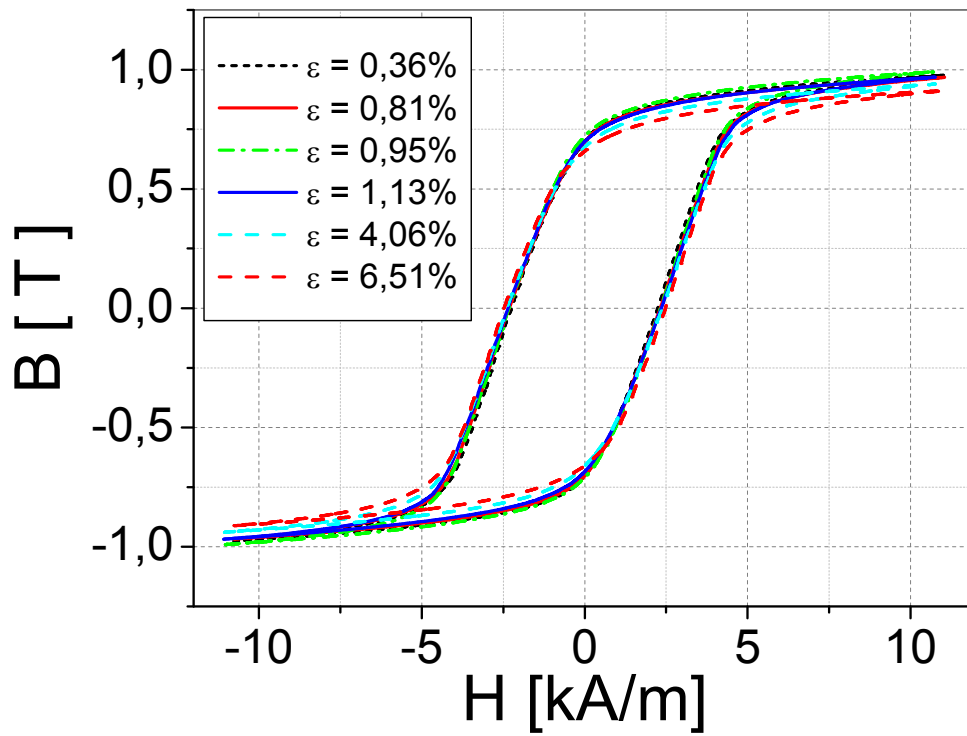
Badania pętli histerezy magnetycznej wykazały, że ich kształt zmienia się wraz z odkształceniem materiału (rys. 77-79). Jest to widoczne dla wszystkich badanych stali, natomiast zmiany te są wyraźniejsze dla materiałów po deformacji plastycznej, a szczególnie dla stali P91, pomiędzy próbką nie odkształconą a pozostałymi próbkami tej stali po deformacji plastycznej (rys. 82b).



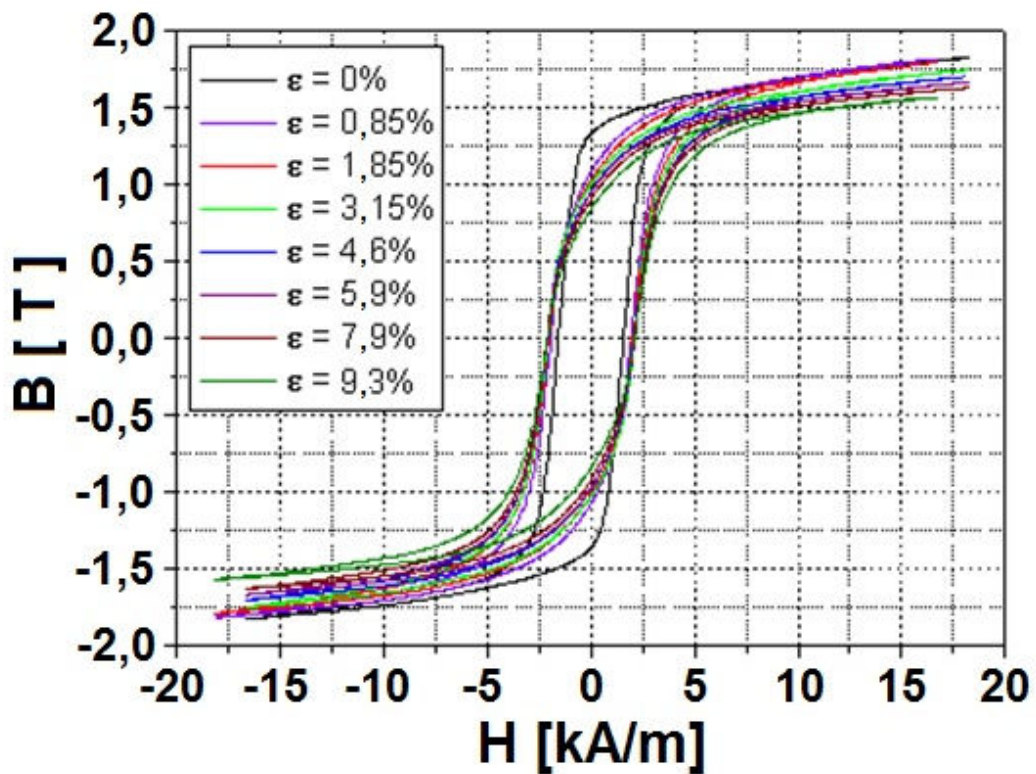
Rys. 77a. Zmiany pętli histerezy magnetycznej stali 40HNMA z płaskownika po pełzaniu



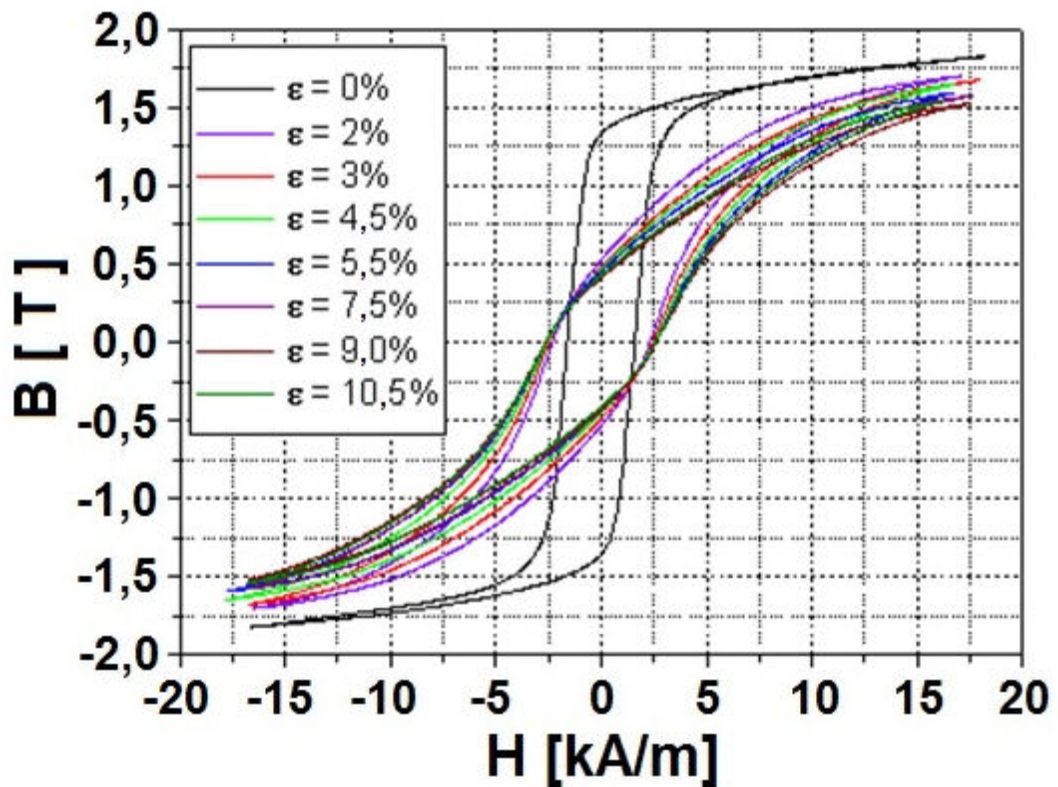
Rys. 77b. Zmiany pętli histerezy magnetycznej stali 40HNMA z płaskownika po deformacji plastycznej



Rys. 78. Zmiany pętli histerezy magnetycznej stali 40HNMA z rurociągu po pełzaniu

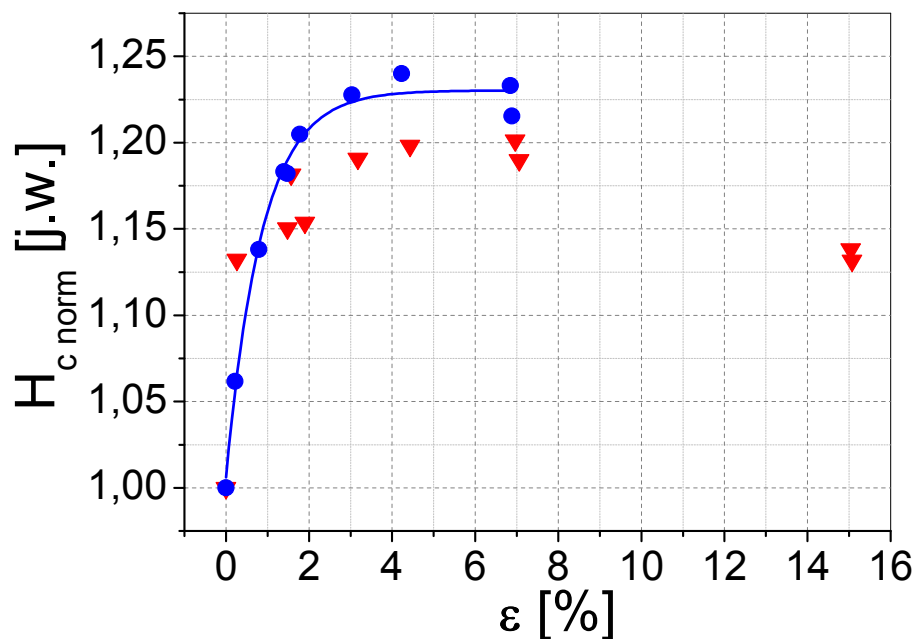


Rys. 79a. Zmiany pętli histerezy magnetycznej stali P91 po pełzaniu

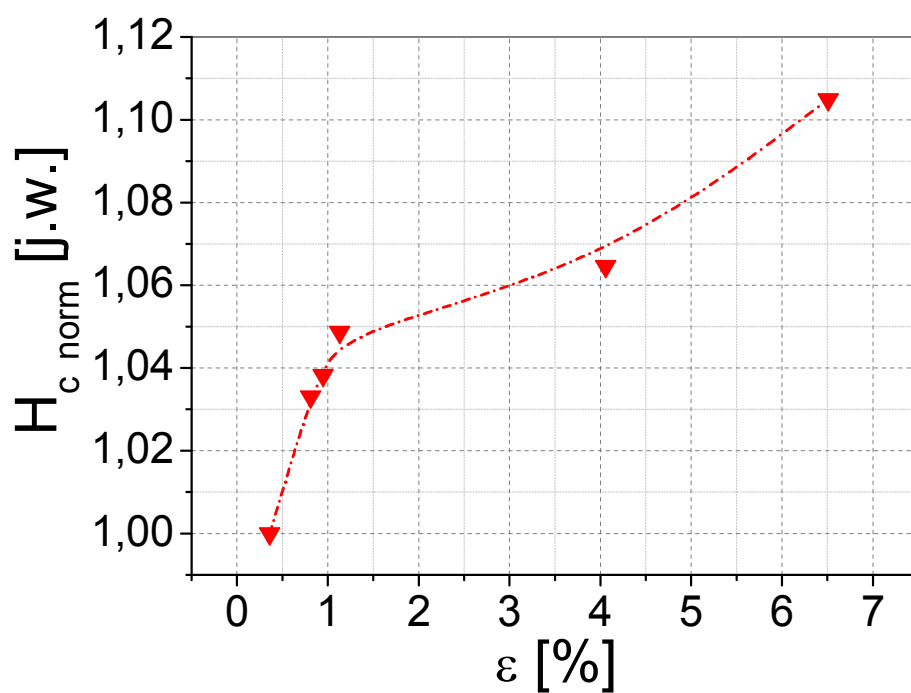


Rys. 79b. Zmiany pętli histerezy magnetycznej stali P91 po deformacji plastycznej

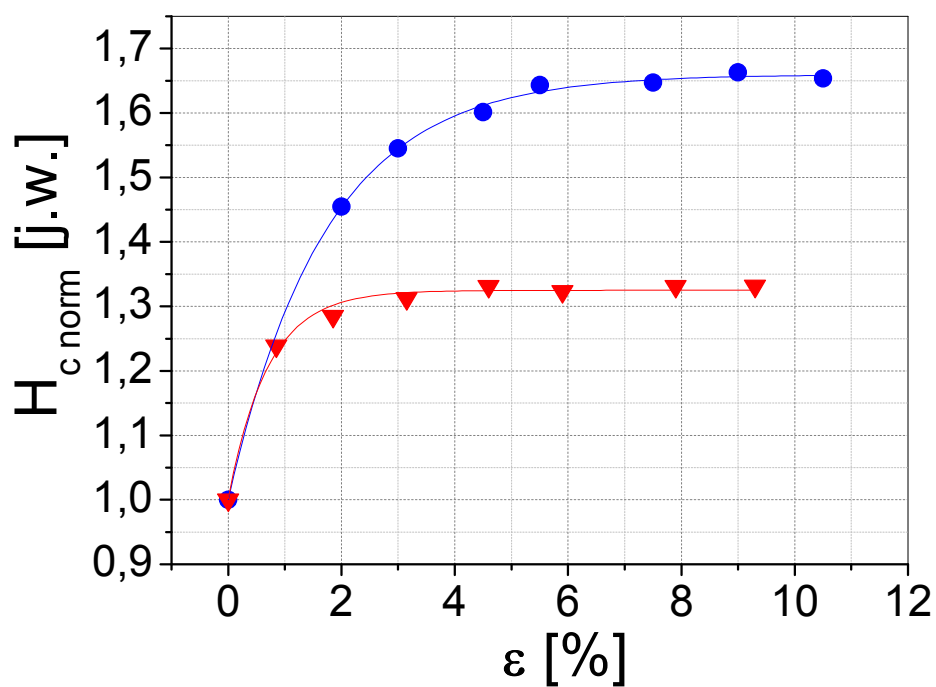
W celu dokładniejszego przeanalizowania zmian kształtu pętli histerezy magnetycznej wyznaczono z nich pole koercji (rys. 80-82) oraz indukcję nasycenia (rys. 83-85), przedstawiając je w funkcji odkształcenia trwałego.



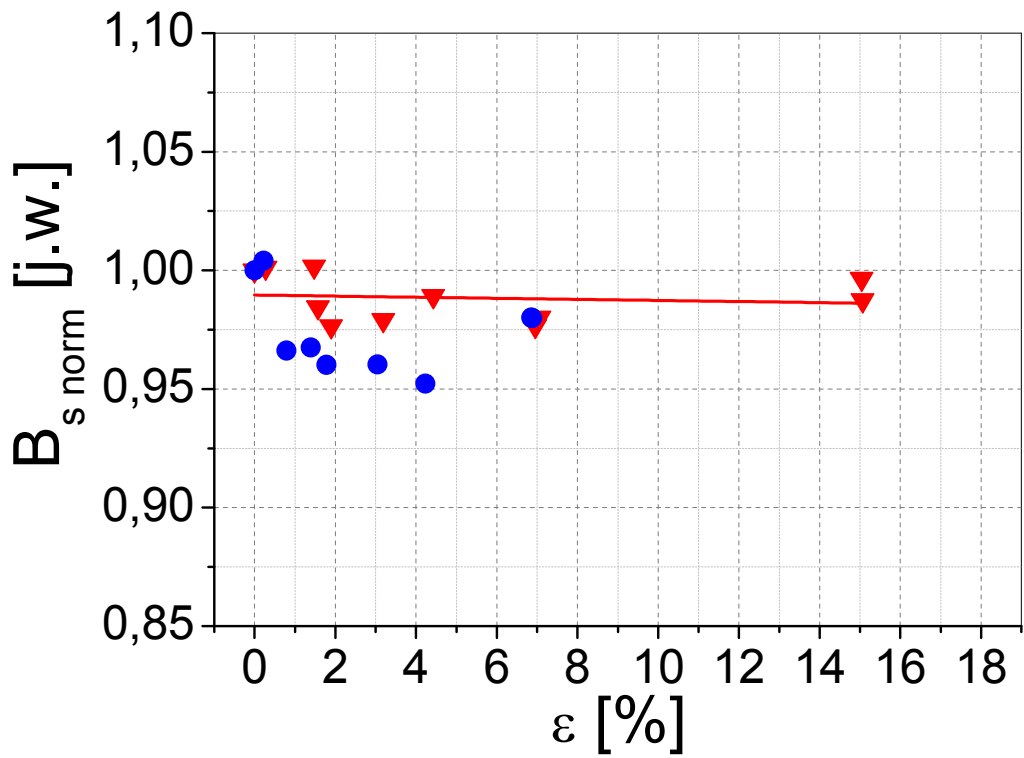
Rys. 80. Pole koercji stali 40HNMA z płaskownika w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



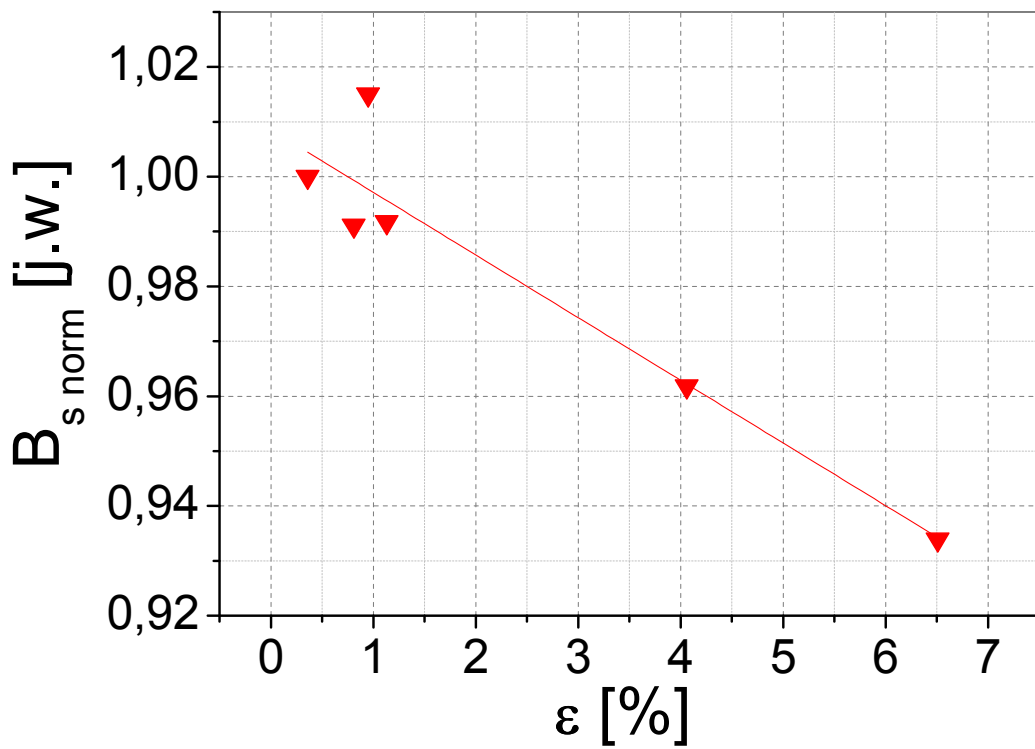
Rys. 81. Pole koercji stali 40HNMA z rurociągu po pełzaniu w funkcji odkształcenia trwałego



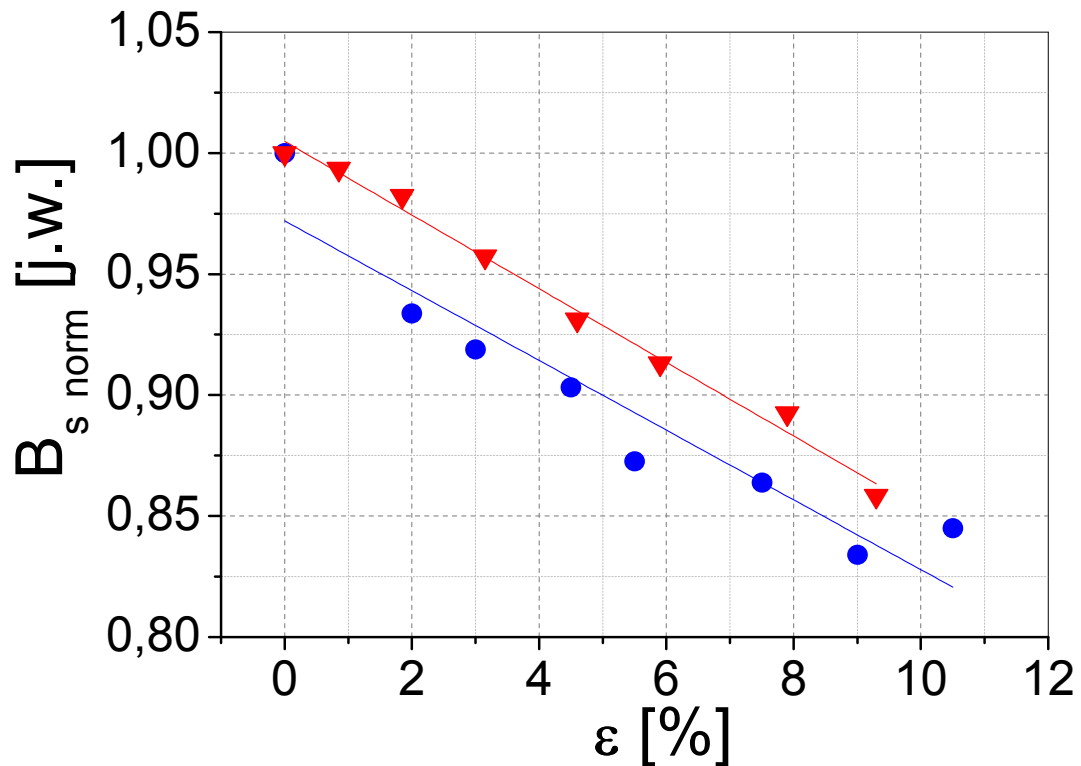
Rys. 82. Pole koercji stali P91 w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



Rys. 83. Indukcja nasycenia dla stali 40HNMA z płaskownika w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



Rys. 84. Indukcja nasycenia dla stali 40HNMA z rurociągu po pełzaniu w funkcji odkształcenia trwałego



Rys. 85. Indukcja nasycenia dla stali P91 w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)

Wzrost pola koercji materiału po deformacji plastycznej według [Kuleev et al., 2007] zależy od trzech czynników, które w zapisie analitycznym ujmują następujący związek:

$$H_c^0 = H_c(\varepsilon = 0) + \Delta H_c^\sigma(\rho) + \Delta H_c^0(\sigma_{res}) \quad (62)$$

Pierwszy człon tego równania związany jest z początkowym polem koercji, jakie posiada próbka przy maksymalnej wartości naprężenia, które nie wprowadzają jeszcze w materiale odkształcenia trwałego. Na pole koercji wpływa również zwiększająca się wraz z odkształceniem gęstość dyslokacji (drugi człon równania) [Jiles, 1998]. Zgodnie z koncepcją [Jiles, 1998] wydzielenia o innych właściwościach magnetycznych niż osnowa materiału również utrudniają przemieszczanie ścian domenowych poprzez ich zakotwiczenie. Trzeci czynnik związany jest obecnością w materiale naprężeń resztkowych [Kuleev et al., 2007]. Badania rentgenowskie wskazują, że naprężenie rozciągające, działające podczas deformacji plastycznej, powoduje w materiale resztkowe naprężenia ściskające [Rusnak et al., 1969]. Gdy naprężenie rozciągające przekroczy granicę plastyczności, następuje w materiale nagła multiplikacja dyslokacji (ang. rapid dislocation multiplication) [Thompson, 1991]. Dyslokacje w materiale łatwo się spiętrzają i tworzą struktury dyslokacyjne, które powodują w materiale ściskające

naprężenia resztkowe [Thompson, 1991]. Obecność ściskających naprężeń resztkowych jest również konsekwencją obecności w materiale granic ziaren [Kuleev et al., 2007].

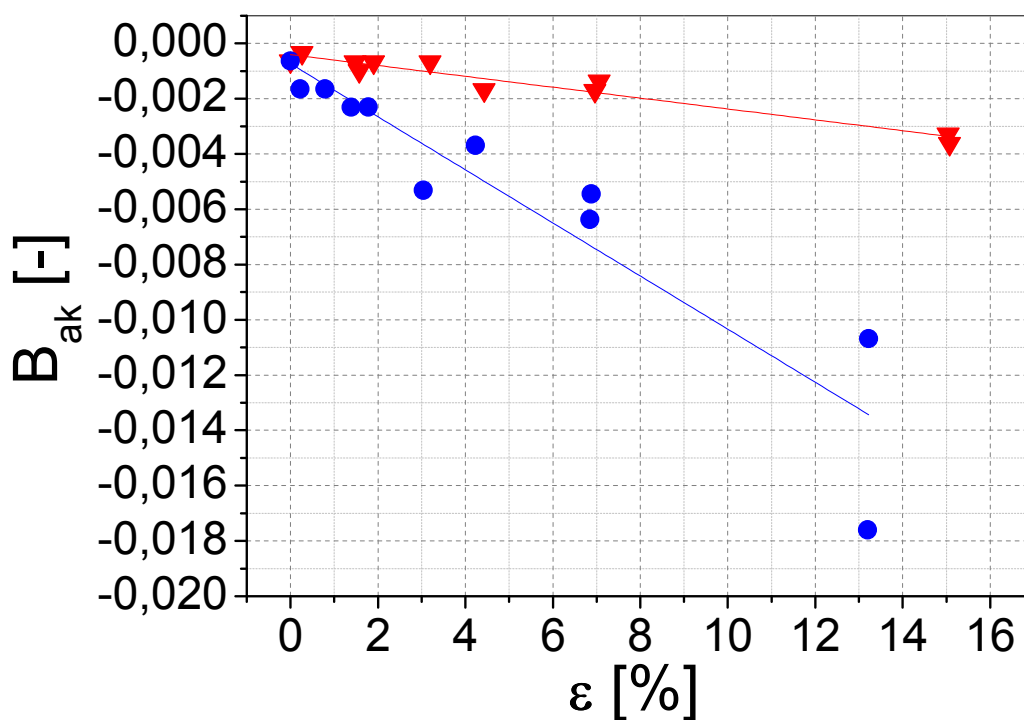
Analizując zależności pola koercji w funkcji odkształcenia trwałego, wprowadzonego na skutek pełzania, można zauważyć, że charakter ich zmian jest zbliżony zarówno dla pierwszego, jak i drugiego etapu tego procesu (stal 40HNMA z płaskownika, stal 40HNMA z rurociągu oraz stal P91). Różnice w przebiegu pojawiają się dopiero dla trzeciego etapu pełzania. W przypadku stali 40HNMA z płaskownika pole koercji maleje na skutek dominującego procesu zdrowienia (rys. 80). Natomiast pustki, których udział sukcesywnie wzrasta wraz z czasem pełzania, powodują zmianę właściwości magnetycznych materiału w kierunku magnetycznie twardym, tzn. przyczyniają się do wzrostu wartości pola koercji [Jiles, 1998] (rys. 81). W przypadku, gdy proces wzmocnienia deformacyjnego i zdrowienia zachodzi ze zbliżoną prędkością, jak dla stali P91, wartość pola koercji w trzecim etapie pełzania nie ulega zmianie (rys. 82).

Dla stali 40HNMA z rurociągu i stali P91 zaobserwowano dodatkowo, że odkształcenie trwałe można określić dla każdego etapu procesu uszkodzenia za pomocą indukcji nasycenia (rys. 84-85). Jednakże w przypadku stali 40HNMA z płaskownika wartości indukcji nasycenia nie ulegały znaczącym zmianom przy wzroście wartości odkształcenia (rys. 83).

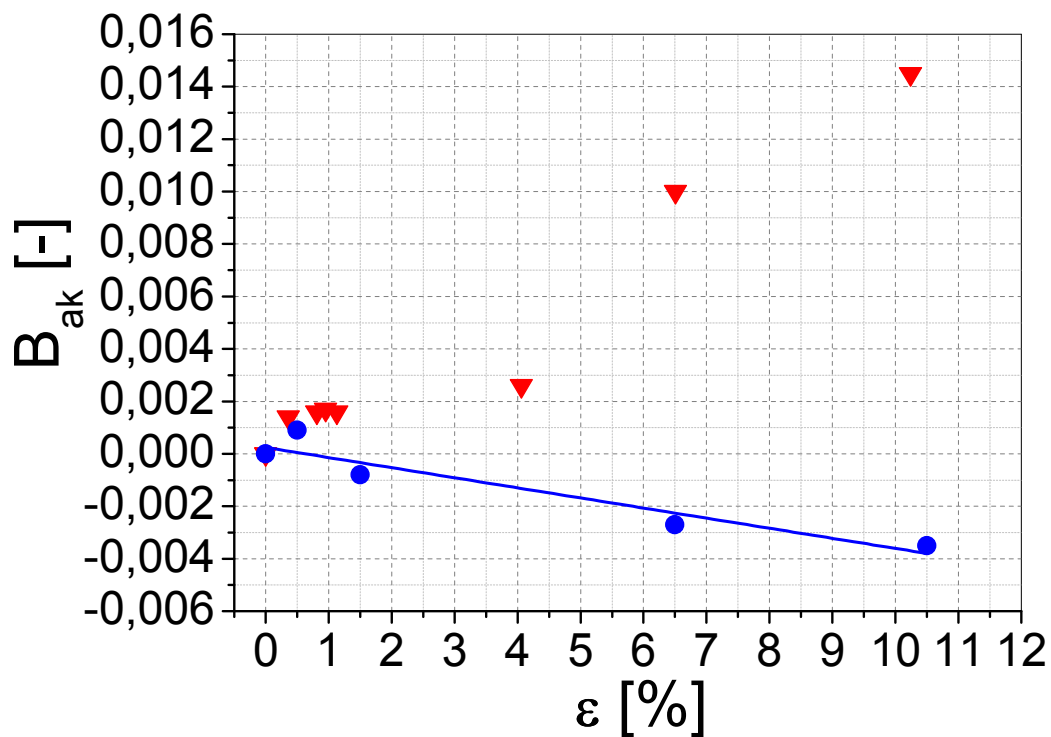
6. Ocena stopnia uszkodzenia stali metodami ultradźwiękowymi

Wyniki badań ultradźwiękowych przedstawiono na rys. 86-90. Na rys. 86-88 zilustrowano przebieg zmian dwójłomności akustycznej w funkcji trwałego odkształcenia wprowadzonego przez pełzanie lub proces plastycznego płynięcia [Mackiewicz, 2005], [Mackiewicz, 2006], [Makowska et al., 2011]. W przypadku próbek charakteryzujących się wyraźnym przewężeniem, maksymalna wartość bezwzględna dwójłomności akustycznej odpowiadała właśnie temu miejscu pomiaru, czyli tzw. „szyjce”.

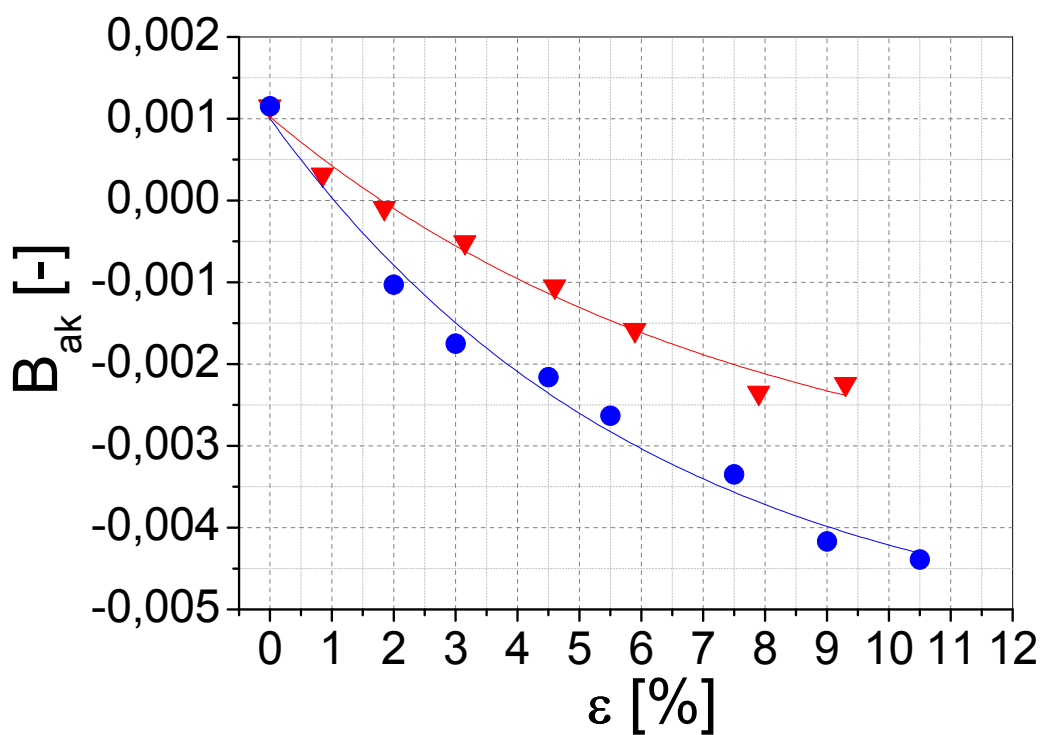
Charakter zmian współczynnika dwójłomności akustycznej po pełzaniu stali 40HNMA z rurociągu po eksploatacji jest odmienny niż stali 40HNMA z płaskownika i stali P91, natomiast charakter zmian tego współczynnika po deformacji plastycznej jest dla wszystkich testowanych stali zbliżony.



Rys. 86. Dwójłomność akustyczna stali 40HNMA z płaskownika w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna) [Makowska et al., 2013]



Rys. 87. Dwójłomność akustyczna stali 40HNMA z rurociągu eksploatowanego w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna) [Makowska et al., 2013]



Rys. 88. Dwójłomność akustyczna stali P91 w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)

W przypadku eksploatowanej stali 40HNMA po pełzaniu laboratoryjnym stwierdzono wzrost wartości współczynnika dwójłomności akustycznej w funkcji odkształcenia trwałego (rys. 87). Wyraźny wzrost tego parametru odnotowano przy odkształceniu ok. 4%, odpowiadającemu trzeciemu etapowi pełzania. Wzrost wartości współczynnika dwójłomności akustycznej wynika ze zróżnicowania prędkości fal poprzecznych spolaryzowanych równoległe i prostopadle do kierunku działania obciążenia, przechodzących przez kolejne próbki materiału [Mackiewicz, 2005]. Wyniki badań [Dobmann et al., 1992] uzyskane dla na stali 14MoV63 poddanej pełzaniu w temperaturze 550°C w warunkach działania jednoosiowego naprężenia rozciągającego o wartości 145MPa i 160MPa dowodzą, że prędkość fali poprzecznej o polaryzacji równoległej do kierunku działania naprężenia maleje nieznacznie szybciej niż prędkość fali o polaryzacji prostopadłej do kierunku obciążenia. W przypadku stali 40HNMA z rurociągu po pełzaniu laboratoryjnym różnice tych prędkości wynikają z faktu pojawienia się w tej serii próbek pustek o wydłużonym kształcie, rozwijających się prostopadle do kierunku osi naprężenia, które wpływają odpowiednio na gęstość oraz stałe sprężystości materiału [Mackiewicz, 2005]. Wraz z liczbą i rozmiarami ukierunkowanych mikropęknięć, wzrastają także różnice w efektywnych modułach sprężystości materiału w kierunkach równoległym i prostopadłym do płaszczyzny orientacji mikropęknięć [Mackiewicz, 2006]. Prędkości fal ultradźwiękowych, które zależą bezpośrednio od modułów sprężystości, będą się zatem również różnicować [Śliwiński, 1993].

Dla pozostałych serii próbek testowanych materiałów (stal 40HNMA z rurociągu eksploatowanego po deformacji plastycznej, stal P91 po deformacji plastycznej, a także stal 40HNMA z płaskownika oraz stal P91 po pełzaniu), dla których nie stwierdzono występowania pustek, odnotowano spadek wartości współczynnika dwójłomności akustycznej (rys. 86-88). Przyczyną zmian współczynnika dwójłomności akustycznej była w tych przypadkach anizotropowa mikrostruktura materiału, która wykształciła się na skutek rotacji ziaren, które obracając się, ustawiają się kierunkami łatwego poślizgu równoległe do kierunku wymuszającego odkształcenie [Mackiewicz et al., 2005]. Wraz ze wzrostem odkształcenia następuje sukcesywnie uporządkowywanie ziaren materiału zgodnie z kierunkiem działania maksymalnego naprężenia. Wyniki badań próbek ze stali ferrytycznej, zamieszczone w raporcie [Panetta, 2004] dowodzą, że wraz z rozciąganiem materiału w zakresie sprężystym prędkość fali poprzecznej spolaryzowanej równoległe do kierunku działania obciążenia maleje, natomiast

spolaryzowanej prostopadle do działania obciążenia praktycznie nie ulega zmianie. Po wprowadzeniu do materiału odkształcenia trwałego prędkości fal poprzecznych o polaryzacji równoległej i prostopadłej ulegają obniżeniu w podobny sposób. Przy odciażaniu, prędkość fali spolaryzowanej równoległe do kierunku działania obciążenia wzrasta, a spolaryzowanej prostopadle jest praktycznie stała [Panetta, 2004].

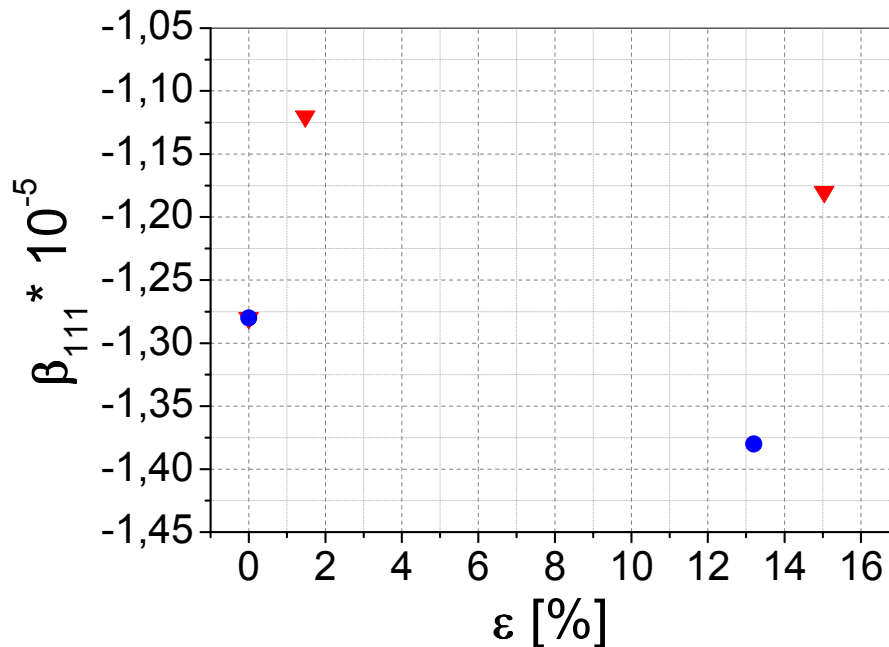
Dla stali 40HNMA z płaskownika oraz stali P91 zauważono większe zmiany dwójłomności akustycznej w przypadku płynięcia plastycznego niż pełzania (rys. 86, 88). Zarówno płynięcie plastyczne w temperaturze pokojowej, jak i pełzanie w temperaturze podwyższonej powodują reorientację ziaren oraz produkują nowe dyslokacje i nowe defekty punktowe podczas przecinania się dyslokacji. Jednak w przypadku pełzania, na skutek działania podwyższonej temperatury ($T = 500^{\circ}\text{C}$), nowe dyslokacje są bardzo szybko zakotwiczone przez ruchliwe w wysokiej temperaturze defekty punktowe, a zarazem wzajemnie się anihilują (następuje proces odpuszczania), przez co nie występuje tak duże umocnienie, jak w przypadku deformacji plastycznej. W podwyższonej temperaturze następuje reorientacja ziaren co powoduje, że zmniejszeniu ulega stopień anizotropii mikrostrukturalnej w porównaniu do tego stopnia uzyskanego dla stali po deformacji plastycznej.

Wyniki prób pomiarów współczynnika elastoakustycznego zamieszczono na rys. 89 i 90.

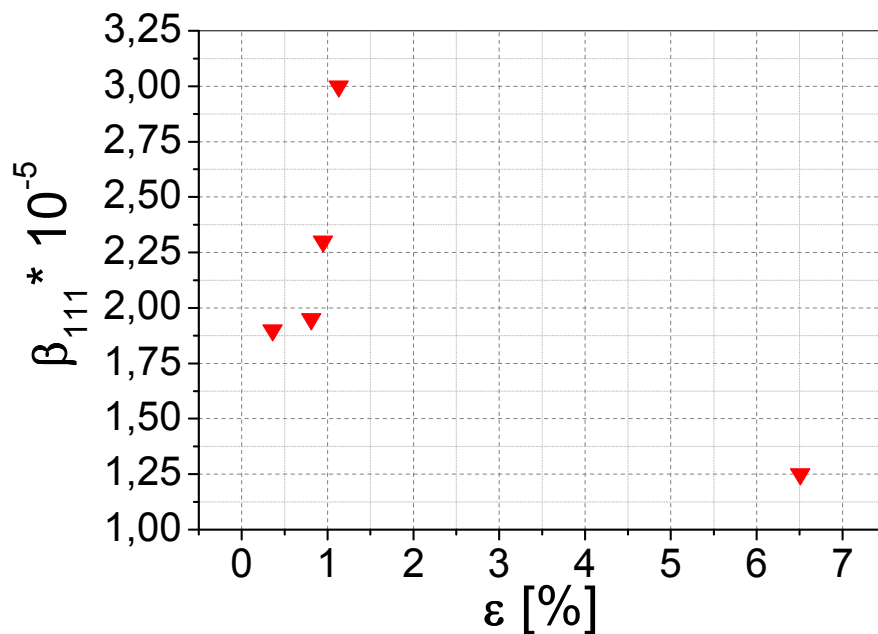
Pomiary współczynnika elastoakustycznego β_{111} wykonane na 4 próbkach stali 40HNMA z płaskownika (rys. 89) wskazują, że deformacja plastyczna na zimno prowadzi do niewielkiego zmniejszenia jego wartości, natomiast proces pełzania w podwyższonej temperaturze do jej zwiększenia. Fakt, że wzrost wartości współczynnika β_{111} słabo zależy od wartości odkształcenia pełzania może świadczyć o tym, że decydujący wpływ na jego zmianę miała sama temperatura próby pełzania.

Tendencja względnych zmian współczynnika elastoakustycznego dla stali 40HNMA z rurociągu po pełzaniu (rys. 90) jest podobna do zmian współczynnika elastoakustycznego stali 40HNMA z płaskownika poddanego również pełzaniu (rys. 89). Dla obu serii próbek zaobserwowano wzrost wartości współczynnika elastoakustycznego w zakresie odkształcenia do 1,5%. Przyczyny takiego zachowania można upatrywać w obniżeniu gęstości dyslokacji w materiale na skutek działania temperatury. Dla większej wartości odkształcenia zaobserwowano spadek wartości współczynnika elastoakustycznego. Należy jednak zwrócić uwagę, że różnice w wartości współczynnika elastoakustycznego stali 40HNMA z płaskownika dla danego

typu deformacji mieszczą się w granicach błędów, który wynosi $\Delta\beta_{111} \approx 0,1 \cdot 10^{-5} \text{ MPa}^{-1}$. Ze względu na małą liczbę zbadanych próbek przedstawione wnioski, dotyczące szczególnie badania po deformacji plastycznej, mają jedynie charakter wstępnej obserwacji.



Rys. 89. Współczynnik elastoakustyczny stali 40HNMA z płaskownika w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



Rys. 90. Współczynnik elastoakustyczny stali 40HNMA z rurociągu eksploatowanego w funkcji odkształcenia trwałego

Dodatkowym czynnikiem utrudniającym właściwą interpretację wyników był sposób mocowania głowic ultradźwiękowych za pomocą żywicy epoksydowej, spełniającej jednocześnie rolę klina załamującego fale ultradźwiękowe tak, aby rozchodziły się one równoległe do powierzchni próbki. Pomimo, że przypuszczalnie odwzorowano poprawnie kierunek zmian współczynnika elastoakustycznego, to jednak pozostają wątpliwości dotyczące otrzymanych jego wartości przy stosunkowej niskiej czułości tego parametru na zmiany stopnia uszkodzenia wprowadzonego rozpatrywanymi w pracy procesami deformacyjnymi. Dodatkowo wartości tego współczynnika widoczne na rys. 90 są wynikiem deformacji klinów załamujących, stanowiących jednocześnie klej, którym przetworniki były mocowane do próbki.

7. Wyniki oceny stopnia uszkodzenia stali na podstawie testów rozciągania oraz analizy przelomów

Skutecznym sposobem oceny stopnia wyeksploatowania materiałów są metody niszczące, w tym technika oparta o wyniki statycznej próby rozciągania. Należy jednak podkreślić, że jest to metodyka bardzo kosztowna zarówno od strony realizowanych badań, jak i z punktu widzenia pozyskania materiału badawczego, wymagającego wycięcia fragmentów instalacji z pracujących obiektów, co wiąże się z zatrzymaniem ich działania.

W poniższym punkcie rozprawy zaprezentowane zostaną wyniki rozciągania dla stali z rurociągów eksploatowanych oraz stali 40HNMA z płaskownika (po ulepszeniu cieplnym) po różnych typach deformacji (pełzanie w temperaturze podwyższonej lub odkształcenie wskutek plastycznego płynięcia w temperaturze pokojowej).

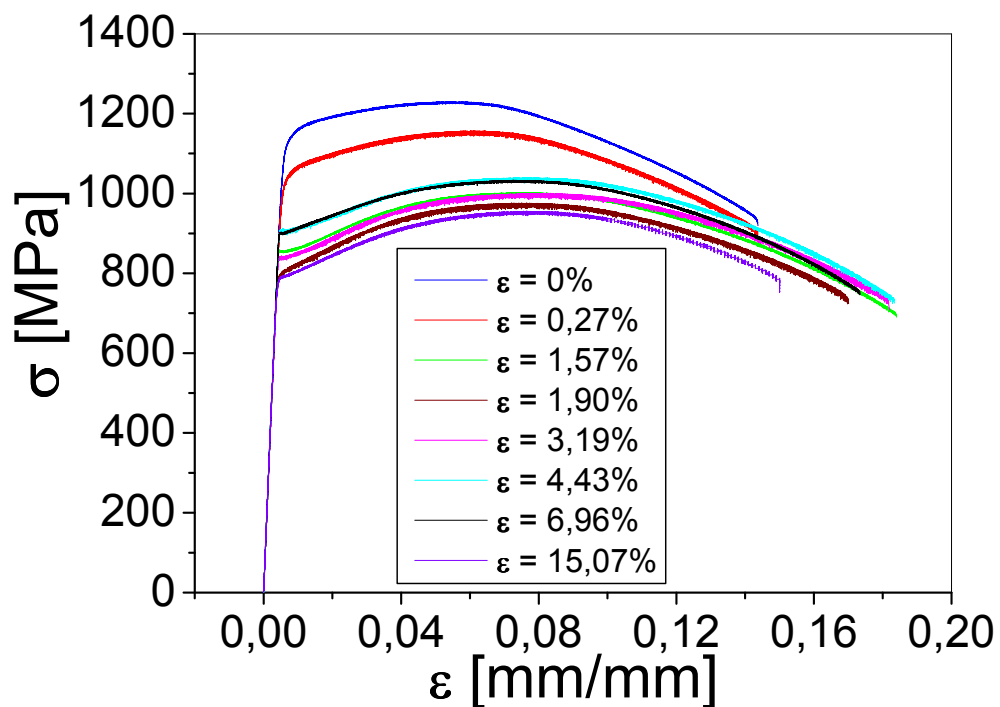
7.1. Wyniki statycznych prób rozciągania – ocena zmian parametrów mechanicznych

Próbki z wprowadzoną historią deformacji wskutek pełzania lub plastycznego płynięcia poddano testom rozciągania. Wyniki standardowych prób rozciągania serii próbek ze stali 40HNMA z płaskownika po ulepszeniu cieplnym przedstawiono na rysunkach 91a oraz 91b odpowiednio dla próbek po pełzaniu oraz wstępnym rozciąganiu. Porównanie krzywych rozciągania zamieszczonych na obu rysunkach identyfikuje istotne różnice w ich przebiegu w zależności od wprowadzonej historii deformacji. Wstępna deformacja wywołana procesem pełzania powoduje efekt osłabienia materiału, wyrażający się obniżeniem naprężenia dla jednakowych wartości odkształcenia. Łatwo zauważyć jednak, że nie otrzymano tutaj zależności wprost proporcjonalnej między osłabieniem a wartością wstępnej deformacji drogą pełzania.

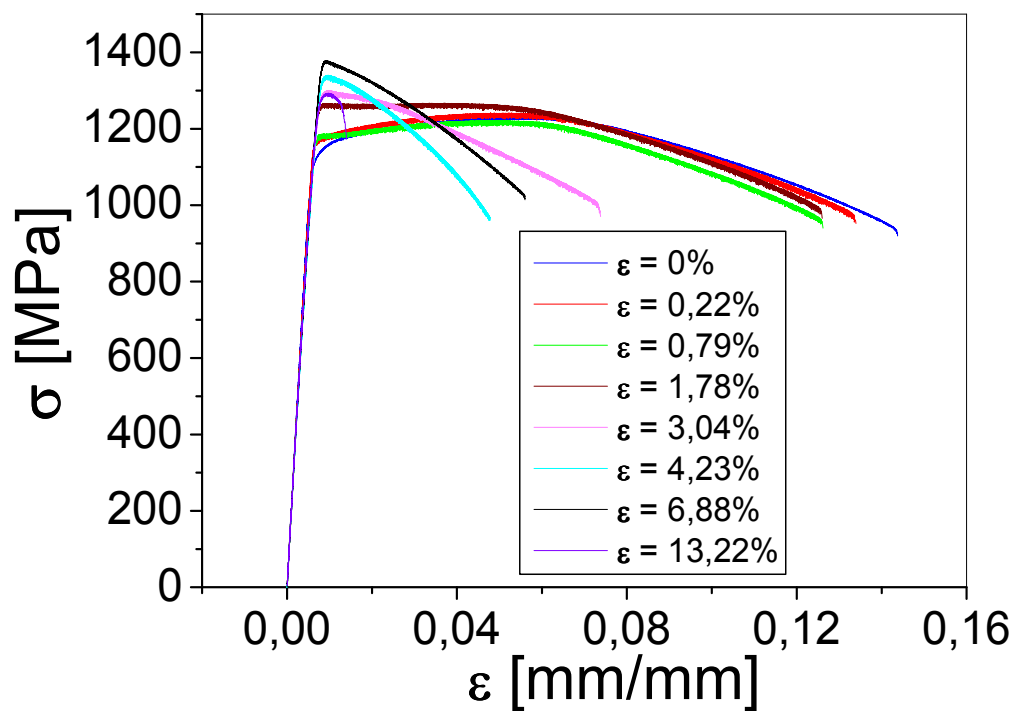
Całkowicie odmienny charakter reprezentują krzywe rozciągania materiału wstępnie rozciągniętego wskutek procesu plastycznego płynięcia. W tym przypadku uzyskano efekt wzmocnienia, tj. kolejne krzywe rozciągania układają się powyżej krzywej rozciągania dla materiału bez historii deformacji, rys. 91b. Także i dlatego rodzaju wstępnej deformacji nie zaobserwowano, aby efekt wzmocnienia był wprost proporcjonalny do wartości wstępnego odkształcenia.

Na podstawie otrzymanych krzywych rozciągania określono wybrane parametry naprężeniowe oraz odkształceniowe, które miały identyfikować stopień wrażliwości materiału na wprowadzoną deformację zarówno pod względem jej wartości, jak i rodzaju.

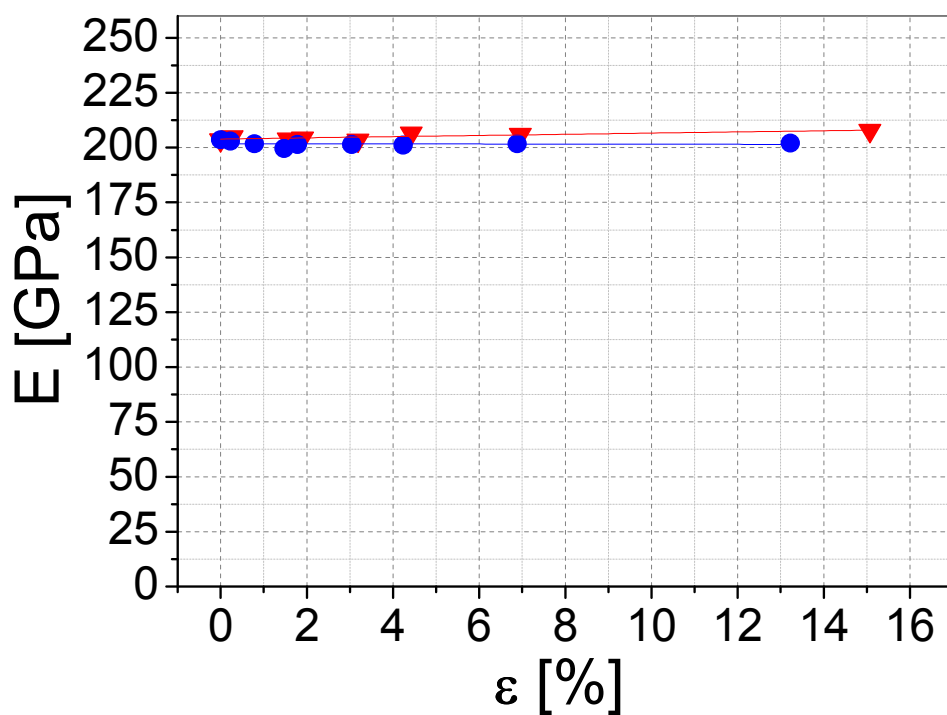
Spośród parametrów naprężeniowych próby rozciągania rozpatrywano zmiany modułu Younga (E), granicy plastyczności ($R_{0,2}$) oraz doraźnej granicy wytrzymałości (R_m), natomiast ze zbioru parametrów odkształceniowych wybrano wydłużenie względne (A). Moduł Younga praktycznie nie uległ zmianie po wprowadzeniu odkształcenia wywołanego pełzaniem lub płynięciem plastycznym (rys. 91e). Kolejne dwa parametry naprężeniowe $R_{0,2}$ oraz R_m wykazywały jednak istotną wrażliwość na wprowadzoną historię deformacji i to zarówno pod względem wartości wstępnej deformacji, jak i jej rodzaju, rys. 91d,e. Przebieg zmian tych parametrów potwierdza wnioski wynikające z porównania krzywych rozciągania na rys. 91a i b. Także jedyny rozpatrywany parametr odkształceniowy A próby rozciągania okazał się czuły na wprowadzoną historię deformacji. Jak pokazano na rys. 91f wydłużenie względne stali po deformacji plastycznej obniża się wraz z odkształceniem, natomiast nie wykazuje takiej tendencji dla materiału po pełzaniu.



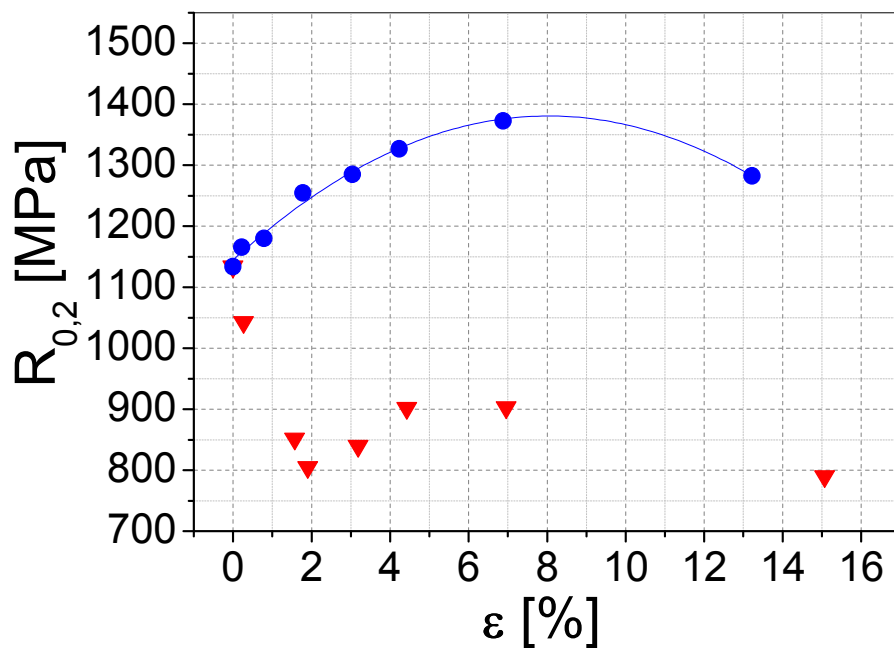
Rys. 91a. Krzywe rozciągania stali 40HNMA z płaskownika po wstępnym pełzaniu



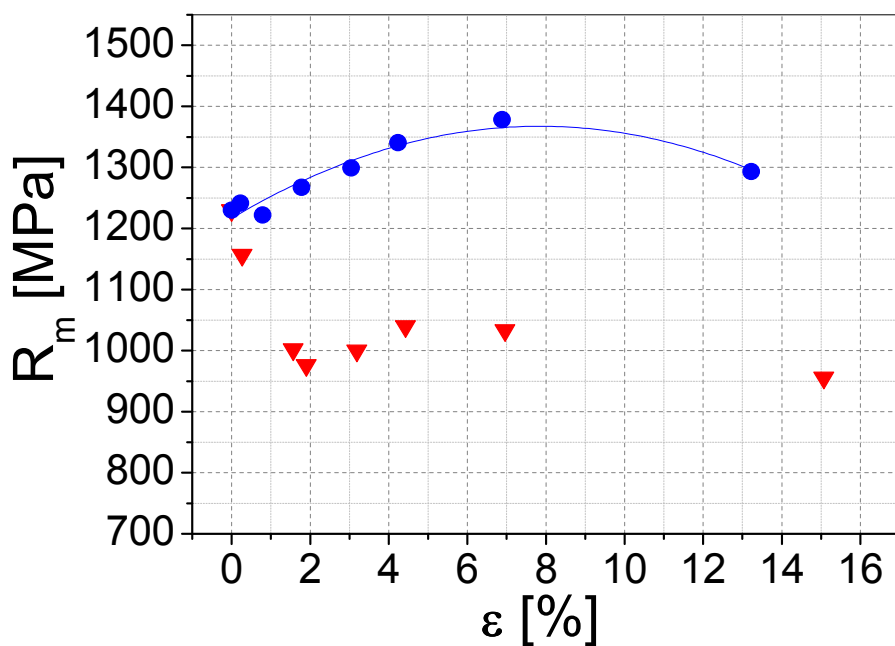
Rys. 91b. Krzywe rozciągania stali 40HNMA z płaskownika po wstępnej deformacji plastycznej



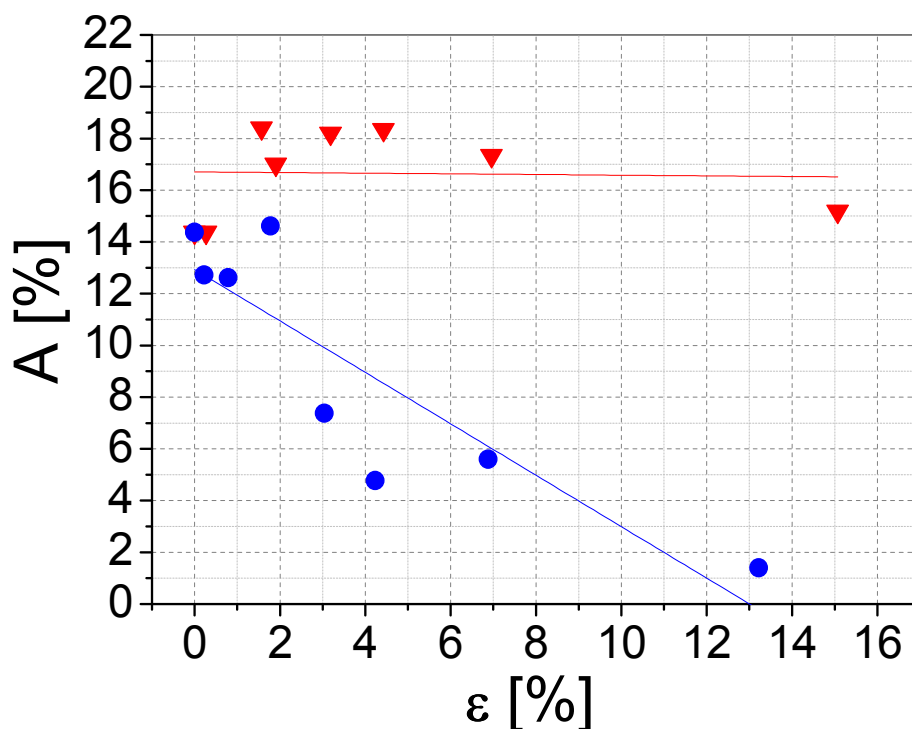
Rys. 91c. Moduł Younga stali 40HNMA z płaskownika w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



Rys. 91d. Granica plastyczności stali 40HNMA z płaskownika w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pęczanie, kółka – deformacja plastyczna)



Rys. 91e. Granica wytrzymałości stali 40HNMA z płaskownika w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pęczanie, kółka – deformacja plastyczna)

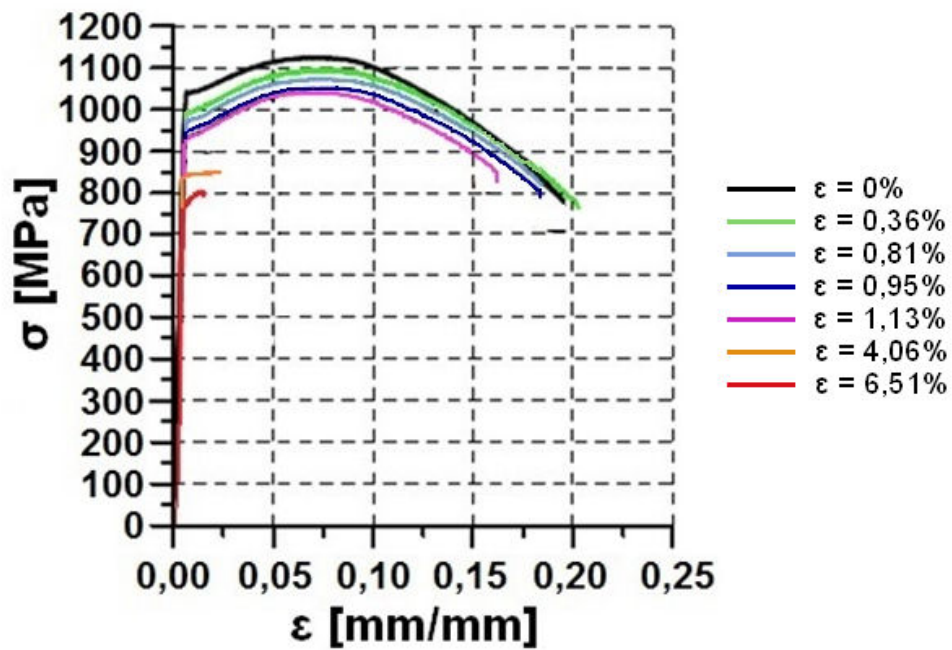


Rys. 91f. Wydłużenie względne stali 40HNMA z płaskownika w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)

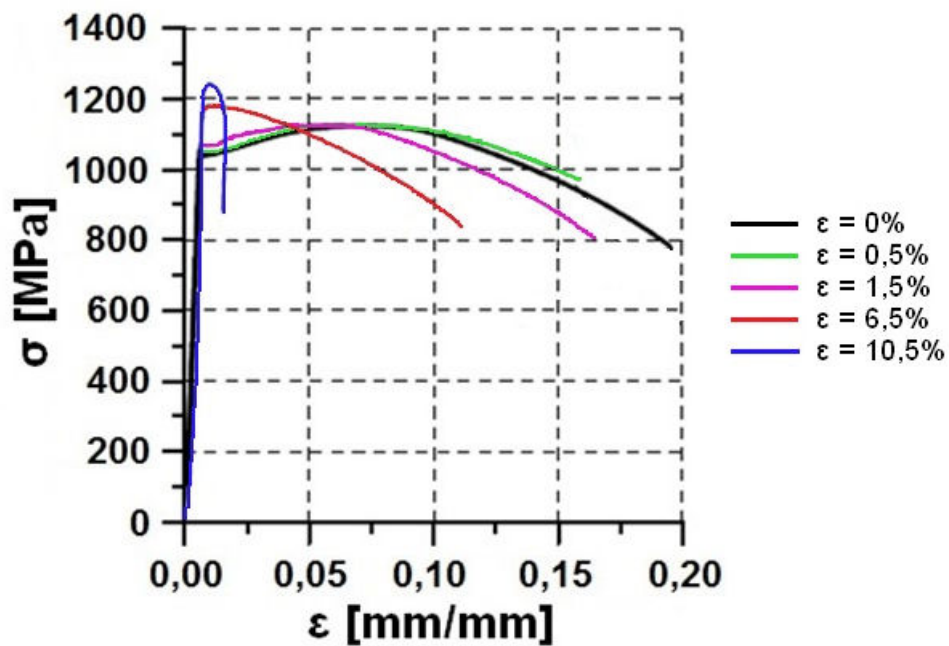
Stal 40HNMA z rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych uległa osłabieniu, natomiast po deformacji plastycznej następowało jej umocnienie (rys. 92a,b,c,d). Przyczyną osłabienia stali 40HNMA po pełzaniu było sukcesywne powstawanie i rozwój pustek wraz z narastaniem odkształcenia trwałego (pkt 8.1.2). Natomiast po deformacji plastycznej właściwości mechaniczne stali 40HNMA z rurociągu ulegały poprawie na skutek umocnienia odkształceniowego. Moduł Younga, podobnie jak w przypadku stali 40HNMA z płaskownika nie zmieniał się znacząco po wprowadzeniu odkształcenia na skutek pełzania, jednak po plastycznym płynięciu nieznacznie malał (rys. 92e). Z kolei wydłużenie względne stali 40HNMA z rurociągu obniżało się znacznie zarówno po pełzaniu, jak po płynięciu plastycznym, przy czym po płynięciu plastycznym charakteryzuje się ono wyższymi wartościami w odniesieniu do stali o podobnym odkształceniu wprowadzonym na skutek pełzania (rys. 92f).

Podobnie, jak w przypadku stali 40HNMA z płaskownika najbardziej wrażliwymi parametrami identyfikującymi wprowadzoną degradację były granica plastyczności oraz granica wytrzymałości doraźnej. Porównując wartości tych dwóch parametrów dla obu serii testów (rys. 91d z rys. 92c oraz rys. 91e z rys. 92d) łatwo zauważyć, że większą

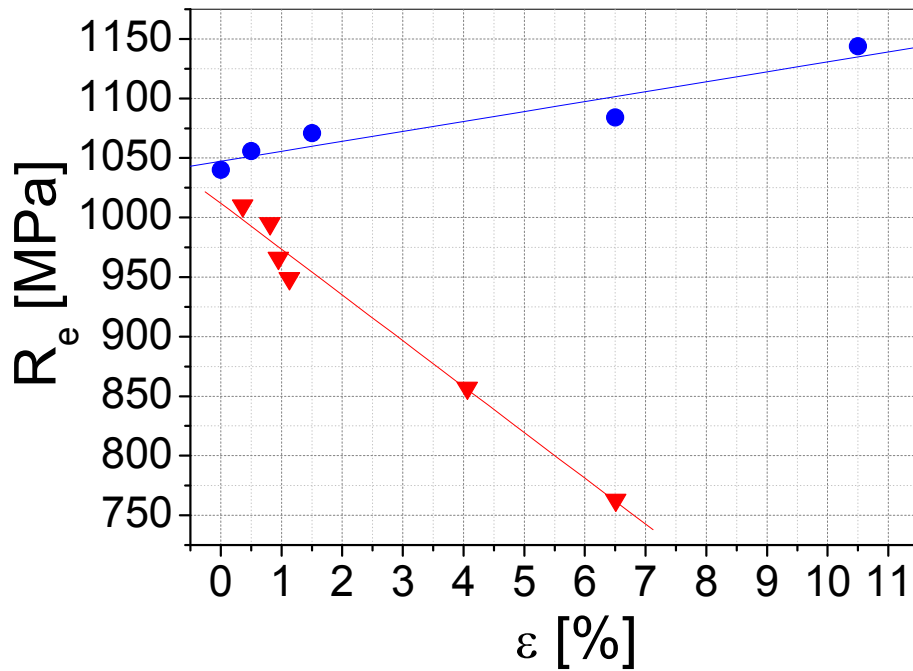
czułość tych parametrów na historię deformacji otrzymano dla stali wcześniej eksploatowanej.



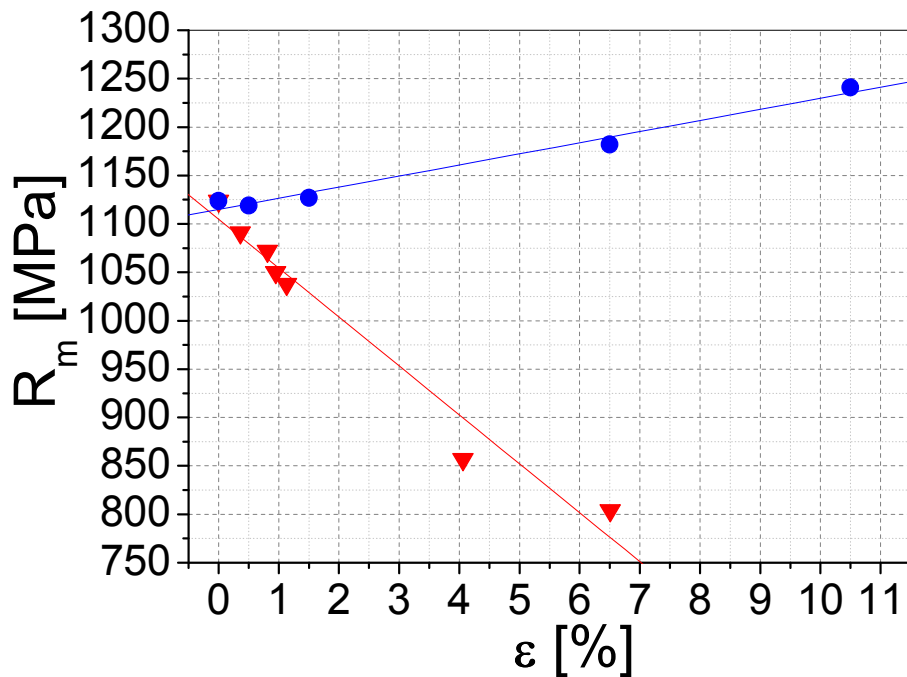
Rys. 92a. Krzywe rozciągania stali 40HNMA z rurociągu po wstępnym pełzaniu



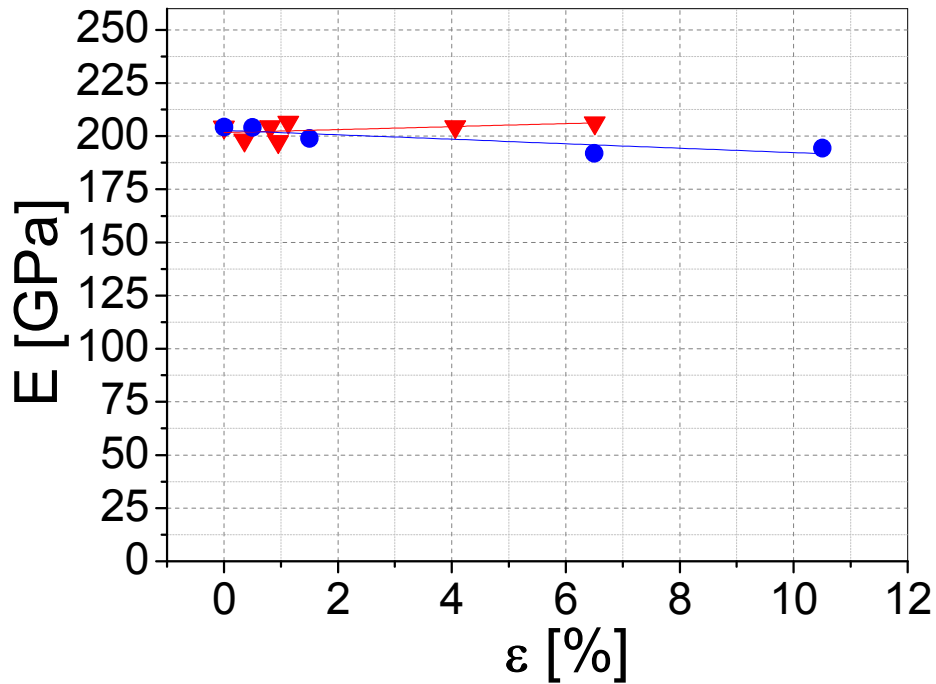
Rys. 92b. Krzywe rozciągania stali 40HNMA z rurociągu po wstępnej deformacji plastycznej



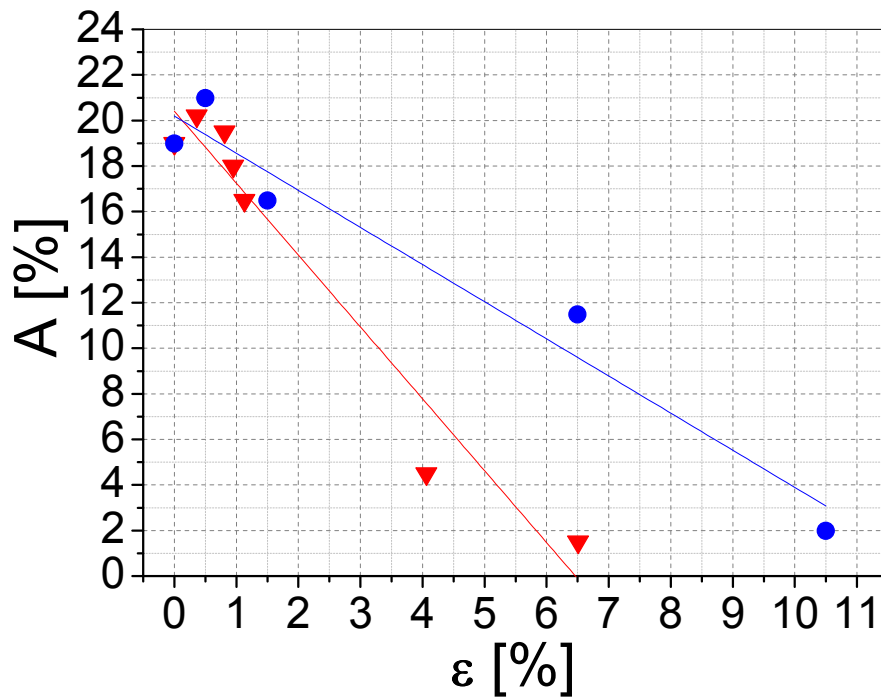
Rys. 92c. Wyraźna granica plastyczności stali 40HNMA z rurociągu eksploatowanego w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



Rys. 92d. Wytrzymałość na rozciąganie stali 40HNMA z rurociągu eksploatowanego w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



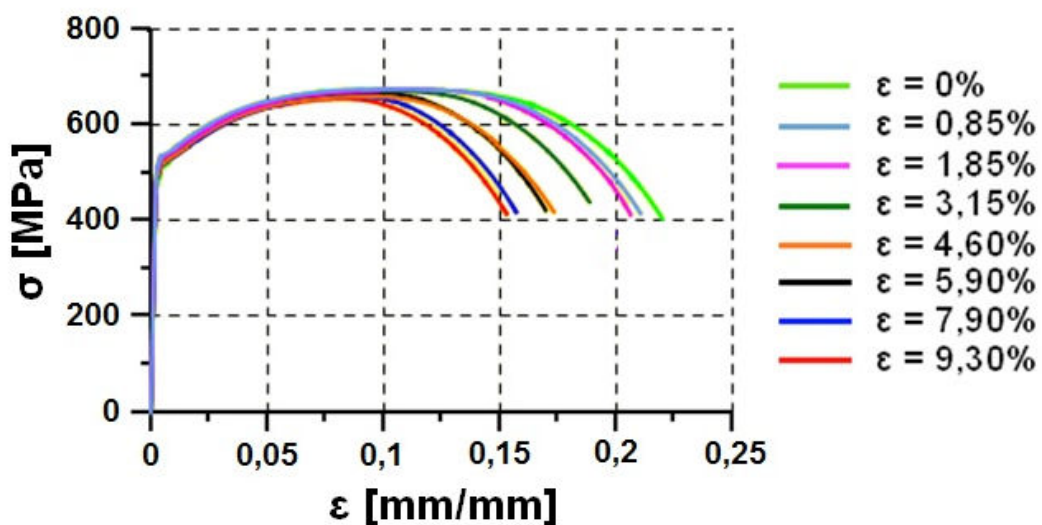
Rys 92e. Moduł Younga stali 40HNMA z rurociągu eksploatowanego w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



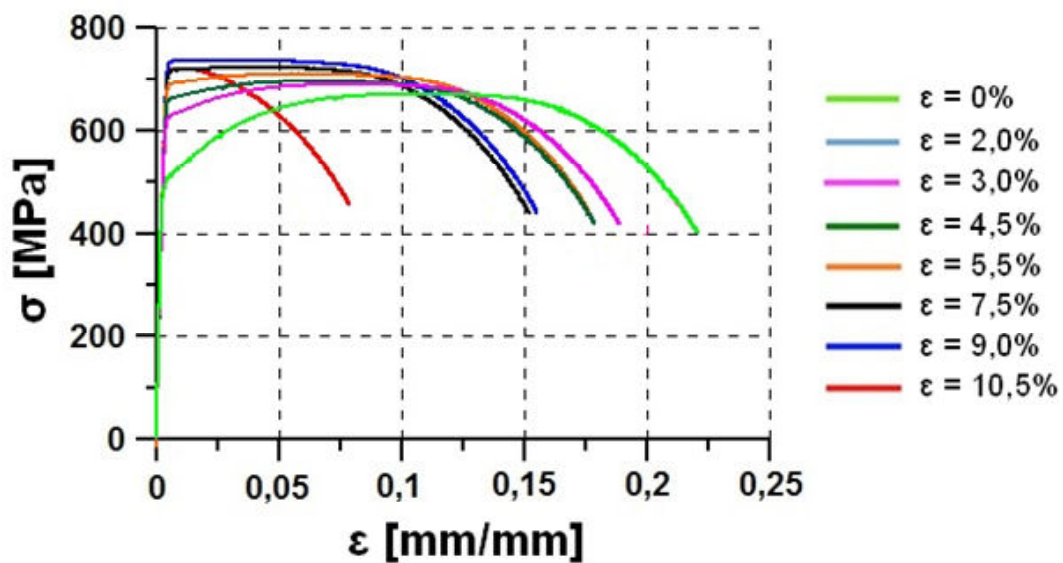
Rys. 92f. Wydłużenie względne stali 40HNMA z rurociągu w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)

Nieco inny charakter zmian krzywych rozciągania i rozpatrywanych parametrów mechanicznych uzyskano dla stali P91. Ilustrują to rysunki 93a, 93b. Historia deformacji zadana przez pełzanie stosunkowo niewiele zmieniała przebieg krzywej

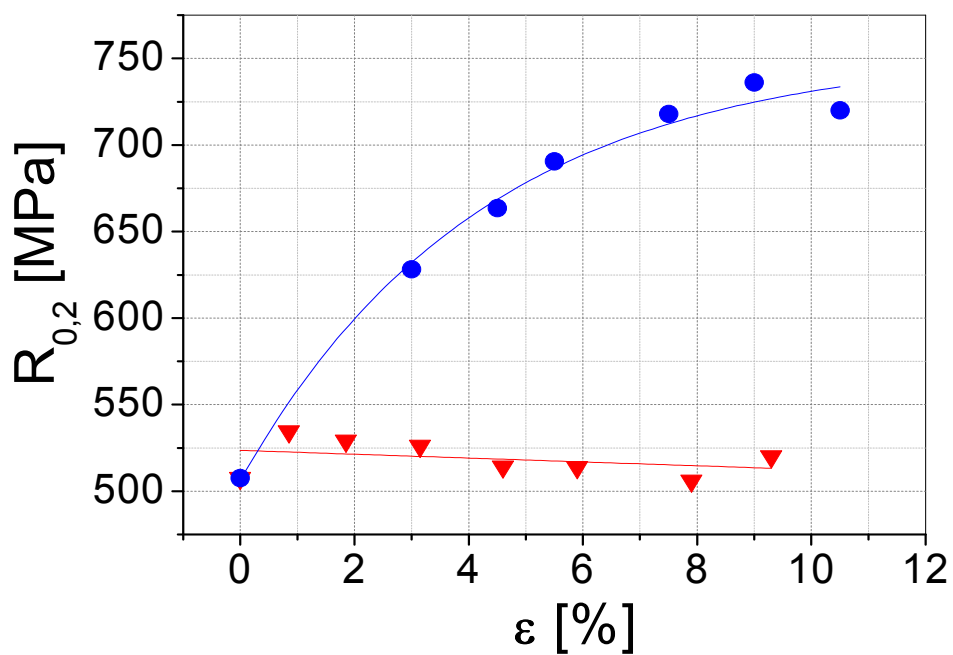
rozciągania materiału w stanie dostawy. Istotnej zmianie uległa wartość odkształcenia przy zniszczeniu. W przypadku wstępnej deformacji zaprowadzanej przez proces plastycznego płynięcia uzyskano efekt podobny do stali 40HNMA, a mianowicie, umocnienie materiału. Wpływ zadawanej historii deformacji lepiej odzwierciedlają zmiany podstawowych parametrów z prób rozciągania. Umowna granica plastyczności stali P91 po pełzaniu jest praktycznie mało wrażliwa na wprowadzone uprzednio do materiału odkształcenie trwałe (rys. 93a,c). Jednak wstępna deformacja wywołana plastycznym płynięciem była przy pomocy tego parametru ($R_{0,2}$) całkiem dobrze identyfikowana, rys. 93c. Z kolei wytrzymałość na rozciąganie bardzo dobrze opisywała stopień degradacji wywołanej zarówno pełzania, jak i plastycznego płynięcia. Była także czuła na wartość wstępnej deformacji, szczególnie dla bardziej zaawansowanej historii odkształcenia. Wartość modułu Younga dla stali P91 nieznacznie obniżyła się wraz z wprowadzonym odkształceniem na skutek pełzania bądź deformacji plastycznej (rys. 83e). Łatwo zauważyć, że stal P91 po pełzaniu charakteryzuje się wyższymi wartościami tego parametru niż próbki po płynięciu plastycznym. Trzeba także podkreślić, że moduł Younga stali P91 w odróżnieniu od dwóch poprzednich serii próbek wykonanych ze stali 40HNMA z płaskownika i z rurociągu, umożliwił identyfikację rodzaju wstępnej deformacji. Również wartość wydłużenia względnego tego materiału obniża się bardzo podobnie po pełzaniu i po deformacji plastycznej jak dla stali 40HNMA, co zaprezentowano na rys. 93f.



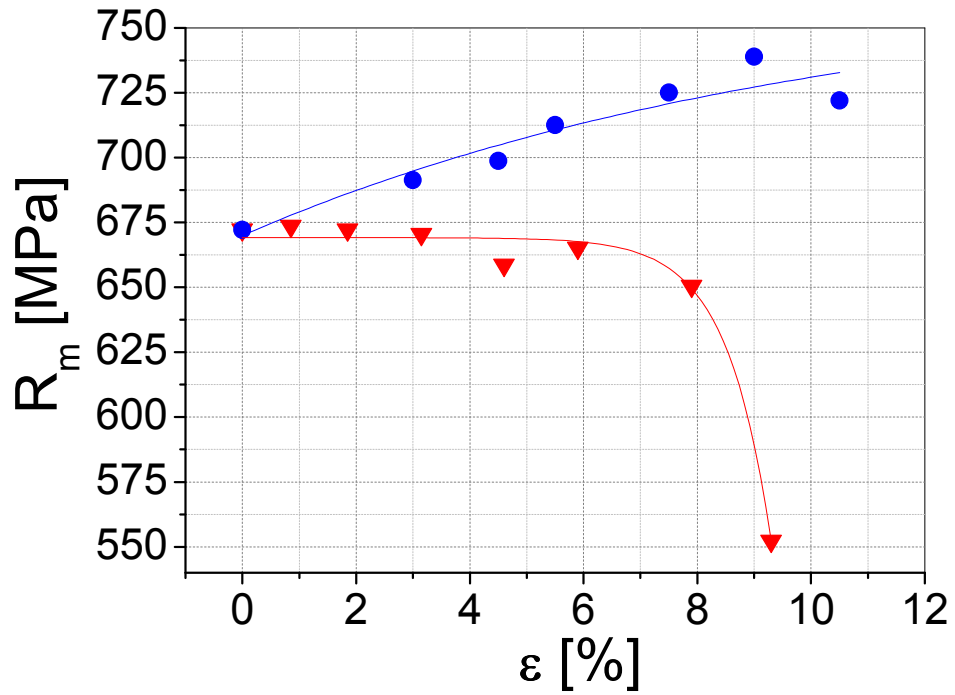
Rys. 93a. Krzywe rozciągania stali P91 po wstępnym pełzaniu



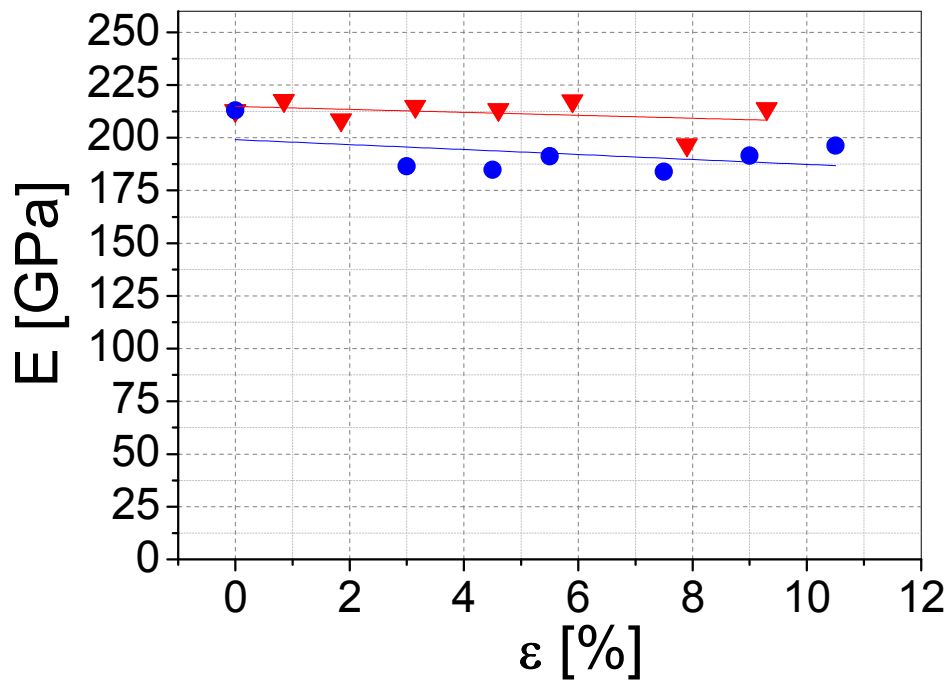
Rys. 93b. Krzywe rozciągania stali P91 po wstępnej deformacji plastycznej



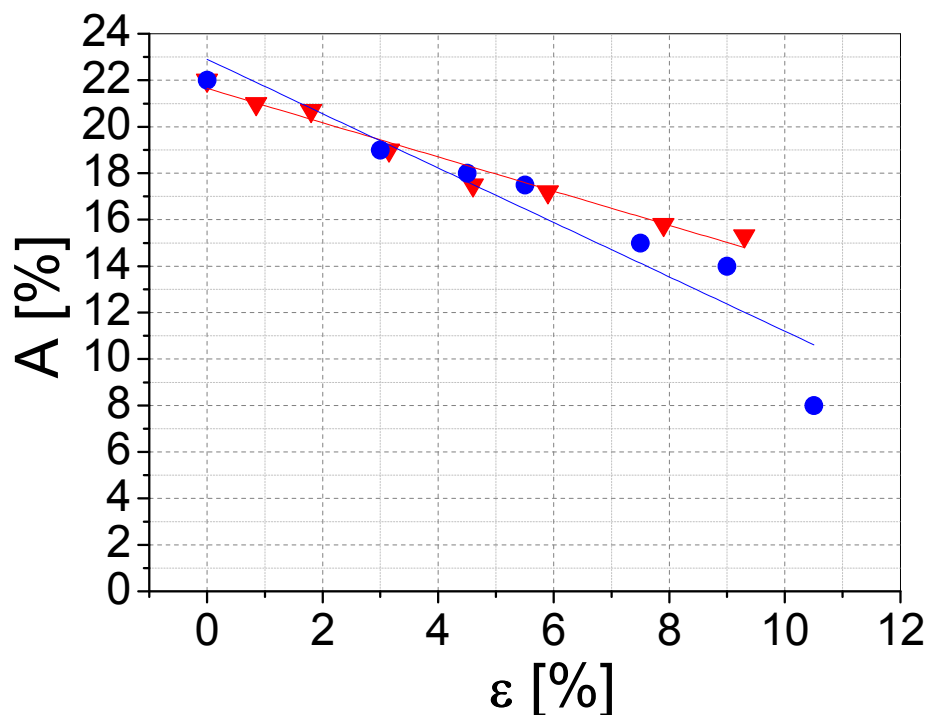
Rys. 93c. Umowna granica plastyczności stali P91 w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



Rys. 93d. Wytrzymałość na rozciąganie stali P91 w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



Rys. 93e. Moduł Younga stali P91 w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



Rys. 93f. Wytrzymałość na rozciąganie stali P91 w funkcji odkształcenia trwałego (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)

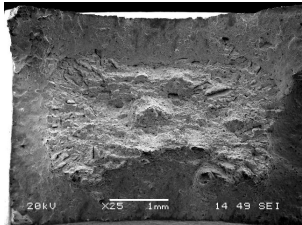
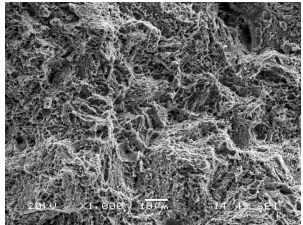
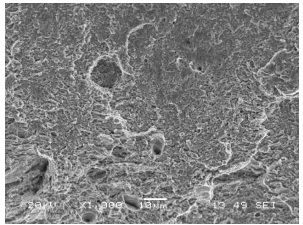
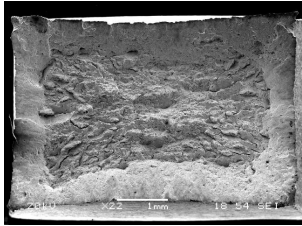
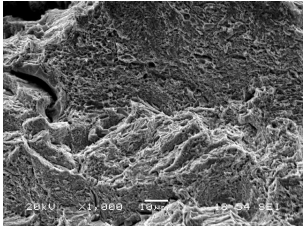
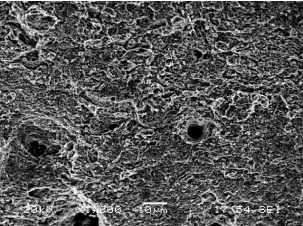
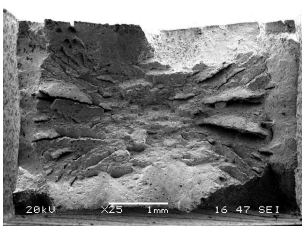
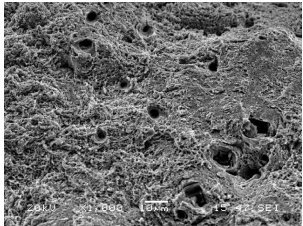
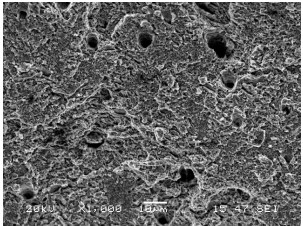
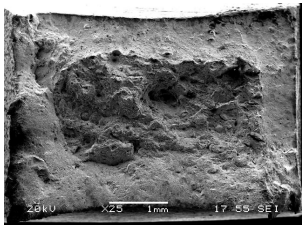
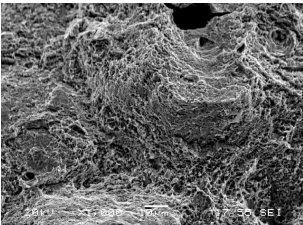
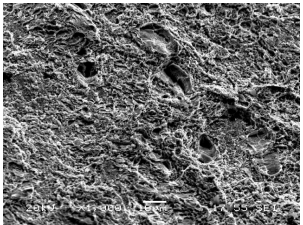
Przedstawione wyniki testów rozciągania materiałów z historią deformacji pozwalają wytypować parametry mechaniczne najbardziej czułe na stopień oraz rodzaj deformacji. Z uwagi na to kryterium w dalszym rozważaniach wzięto pod uwagę granicę plastyczności oraz granicę wytrzymałości doraźnej. W kolejnych punktach pracy zmiany wymienionych parametrów testu rozciągania zostaną skonfrontowane ze zmianami parametrów czułych na uszkodzenie materiałów, określanych technikami magnetycznymi, ultradźwiękowymi oraz mikroskopowymi.

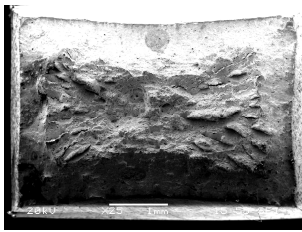
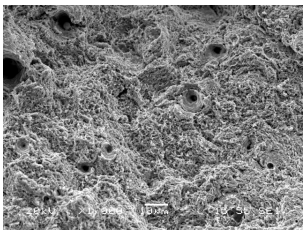
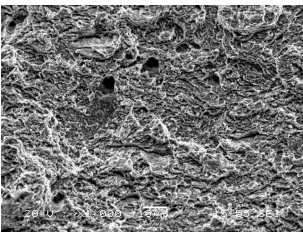
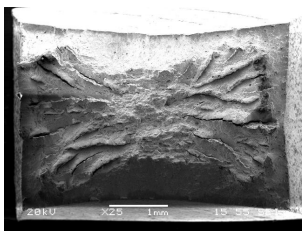
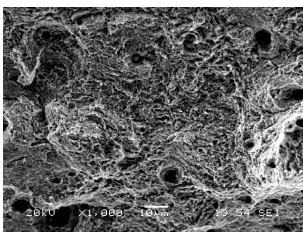
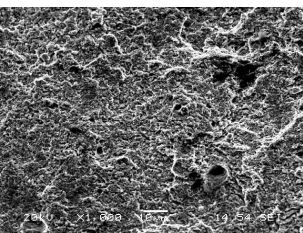
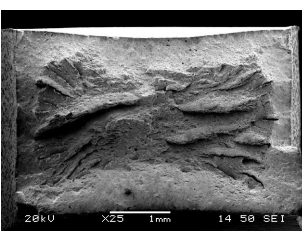
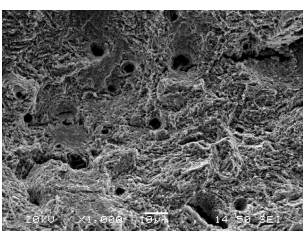
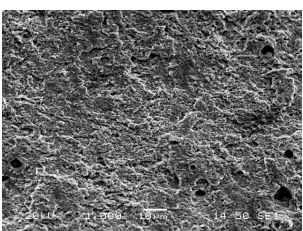
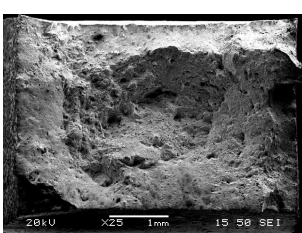
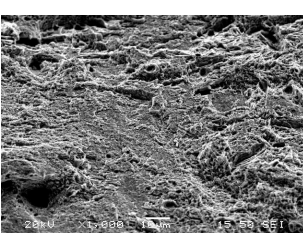
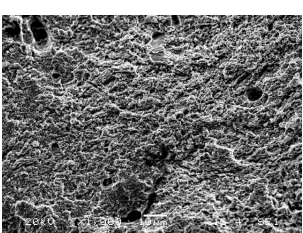
7.2. Analiza przelomów po testach rozciągania

Badania skaningowe stali 40HNMA nie obciążonej w warunkach przemysłowych (z płaskownika) po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych wykazały, że stal ta po każdym przeprowadzonym wstępnym procesie obciążania charakteryzuje się przelosem mieszanym typu ciągliwo-kruchoego (tabela 15).

W strefie ciągliwej (zewnątrznej) oraz kruchej (wewnętrznej) każdej próbki zaobserwowano liczne wtrącenia niemetaliczne, natomiast dodatkowo w strefie kruchej próbek stwierdzono występowanie licznych mikro- i makropęknięć.

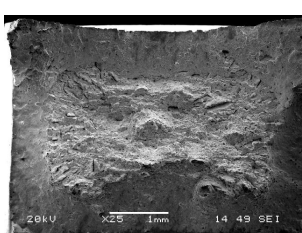
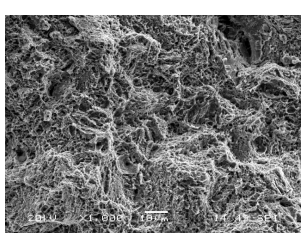
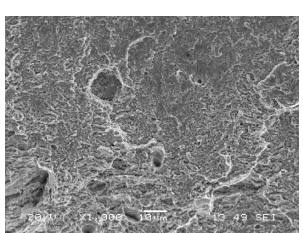
Tabela 15. Przelosey stali 40HNMA z płaskownika po pełzaniu w 500°C oraz po rozciąganiu w temperaturze pokojowej

ϵ [%]	25×	środek 1000×	brzeg 1000×
0			
0,27			
1,57			
1,90			

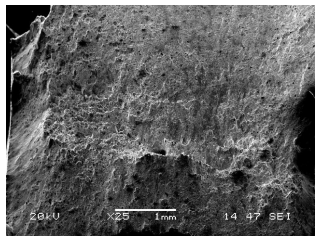
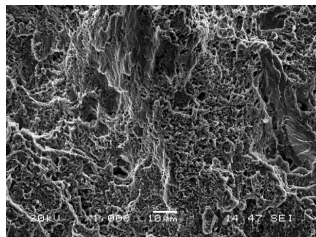
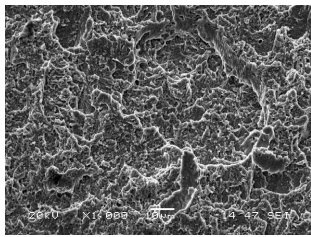
ε [%]	25×	środek 1000×	brzeg 1000×
3,19			
4,43			
6,96			
15,07			

Podobnie jak w poprzednim przypadku stwierdzono, że stal 40HNMA z płaskownika po różnych stadiach deformacji plastycznej (tabela 16) charakteryzuje się również przełomem ciągliwo-kruchym.

Tabela 16. Przełomy stali 40HNMA z płaskownika po procesie rozciągania wstępnego i ponownego rozciągania w temperaturze pokojowej

ε [%]	25×	środek 1000×	brzeg 1000×
0			

ε [%]	25×	środek 1000×	brzeg 1000×
0,22			
0,79			
1,78			
3,04			
4,23			
6,88			

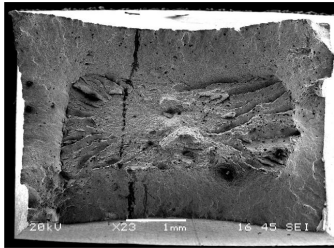
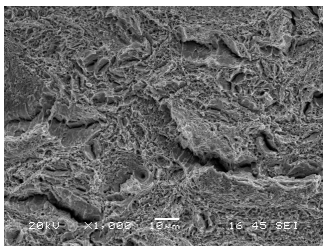
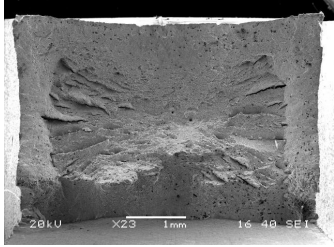
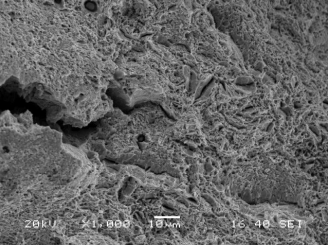
ε [%]	25×	środek 1000×	brzeg 1000×
13,22			

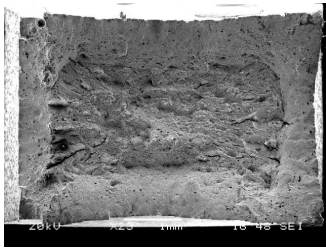
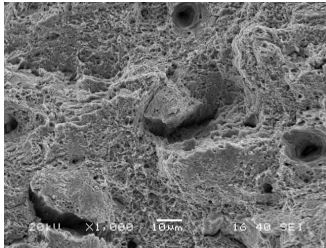
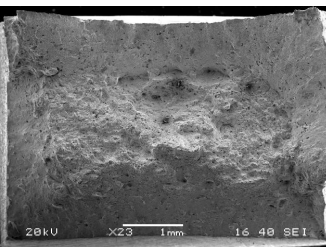
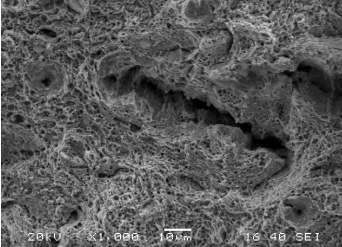
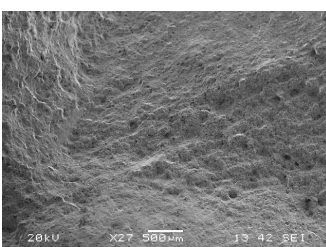
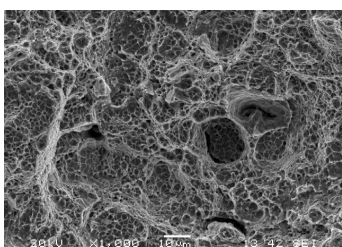
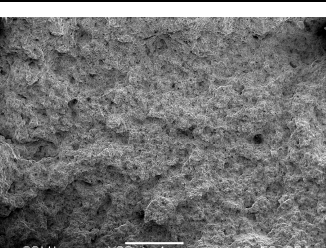
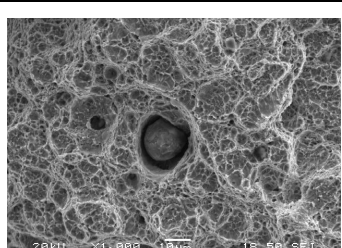
Podczas obserwacji przełomów stali 40HNMA z rurociągu po pełzaniu, przeprowadzonych przy małych powiększeniach (23×-27×), stwierdzono, że wraz ze wzrostem odkształcenia trwałego (czasu pełzania) przełom stali zmienia się z ciągliwo-kruchego na kruchy (tabela 17).

Próbki odkształcone w zakresie 0,36-1,13% charakteryzują się dwiema strefami powierzchni przełomów: zewnętrzną - ciągliwą oraz wewnętrzną - kruchą.

W przypadku próbek odkształconych w zakresie 0,36-0,95% na skutek pełzania, w strefie wewnętrznej, zaobserwowano liczne makropęknięcia. Przy większym powiększeniu widoczne są liczne mikropęknięcia oraz wtrącenia niemetaliczne. Zdjęcia umieszczone w tabeli 17 po prawej stronie obrazują środkową część przełomów.

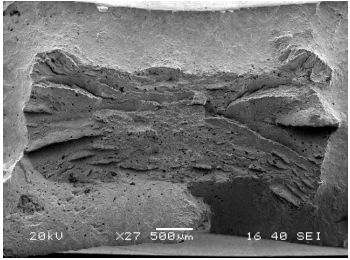
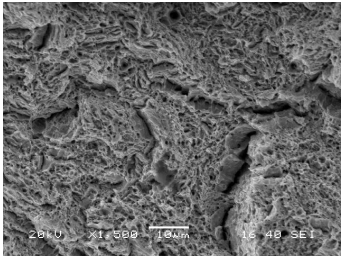
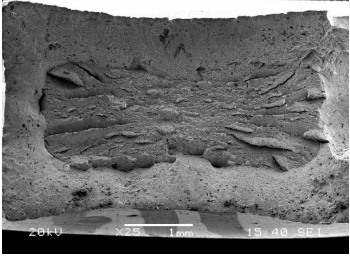
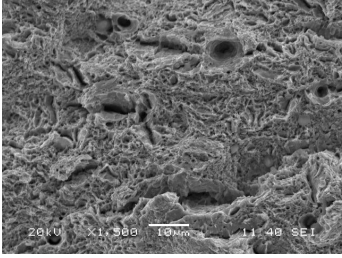
Tabela 17. Przełomy stali 40HNMA eksploatowanej (urociąg) i poddanej pełzaniu w 500°C, a następnie rozciąganiu w temperaturze pokojowej

ε [%]	Przełomy	
	powiększenie 23×	powiększenie 1000×
0,36		
0,81		

ε [%]	Przełomy	
	powiększenie 23×	powiększenie 1000×
0,95		
1,13		
4,06		
6,51		

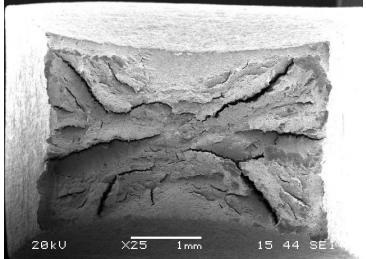
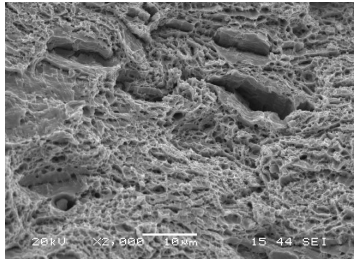
Po deformacji plastycznej, zadawanej wskutek procesu plastycznego płynięcia w temperaturze pokojowej, wszystkie próbki stali 40HNMA charakteryzują się przełomem mieszanym (tabela 18). Z uwagi na fakt, że przełomy w tym przypadku nie ulegają zmianie, w tabeli 18 zamieszczono zdjęcia próbek o najmniejszym i największym stopniu wstępnej deformacji plastycznej, na których widoczne są liczne makro i mikropęknięcia.

Tabela 18. Przełomy stali 40HNMA z rurociągu eksploatowanego po procesie rozciągania wstępnego i ponownego rozciągania w temperaturze pokojowej

ε [%]	Przełomy	
	powiększenie 23×	powiększenie 1000×
0,5		
10,5		

Analiza przełomów stali P91 po pełzaniu i deformacji plastycznej (tabele 19-20) wykazała, że ich charakter po obu typach obciążeniach (pełzanie, deformacja plastyczna) jest praktycznie taki sam i w obu przypadkach praktycznie nie zmienia się wraz ze wzrostem odkształcenia trwałego. Ponadto, można zauważyć, że długość makropęknięć widoczna na przełomach stali P91 jest większa i są one głębsze niż na przełomach stali 40HNMA.

Tabela 19. Przełomy stali P91 po procesie pełzania w 500°C i rozciąganiu w temperaturze pokojowej

ε [%]	Przełomy	
	powiększenie 25×	powiększenie 2000×
0		

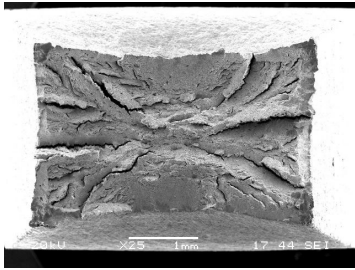
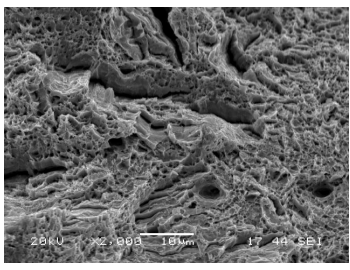
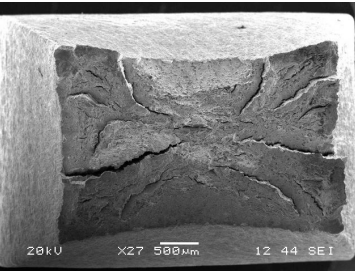
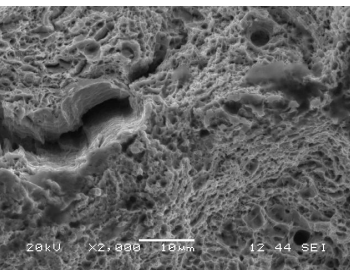
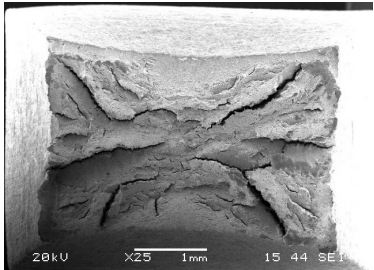
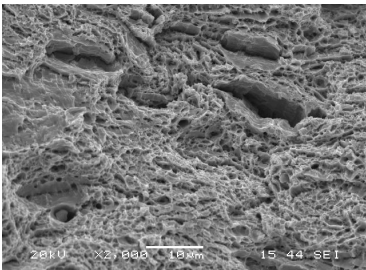
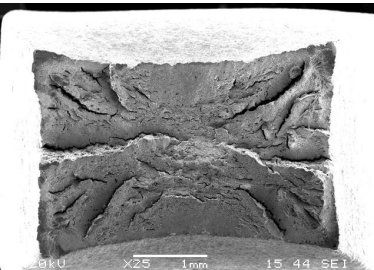
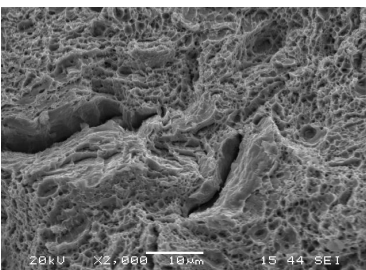
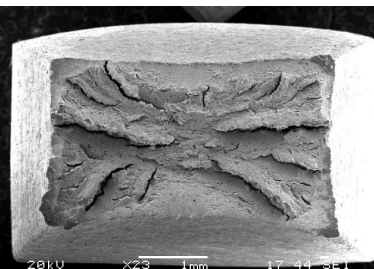
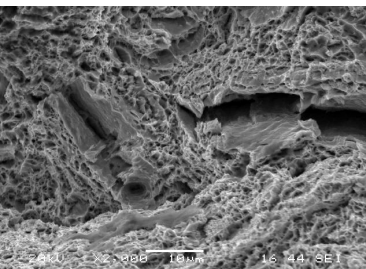
ε [%]	Przełomy	
	powiększenie 25×	powiększenie 2000×
0,85		
9,3		

Tabela 20. Przełomy stali P91 po procesie deformacji plastycznej i rozciąganiu w temperaturze pokojowej

ε [%]	Przełomy	
	powiększenie 25×/23×	powiększenie 2000×
0		
3		
10,5		

Podsumowując uzyskane wyniki analizy fraktograficznej należy stwierdzić, że przelomy stali 40HNMA z płaskownika i stali P91 mają charakter ciągliwo-kruchy, natomiast przelom stali 40HNMA z rurociągu po pełzaniu zmienia się z ciągliwo-kruchego na kruchy po przekroczeniu wartości odkształcenia około 4%. Pozwala to identyfikować pojawienie się trzeciego etapu pełzania dla tego typu materiału.

8. Analiza rozwoju uszkodzenia w stali na podstawie badań strukturalnych

Badania mikrostruktury pozwalają oceniać przyczyny zmian właściwości materiałów, uzyskiwane zarówno technikami niszczącymi, jak i nieniszczącymi. Dodatkowo dają szansę identyfikacji parametrów strukturalnych czułych na rozwój uszkodzenia, które można potem korelować z analogicznymi parametrami uzyskanymi z badań wykorzystujących wymienione techniki. W poniższym rozdziale przedstawiono wyniki badań mikrostruktury stali po różnych rodzajach obciążenia przy zastosowaniu mikroskopii świetlnej, skaningowej i skaningowo-transmisyjnej.

8.1. Wyniki badań w zakresie mikroskopii świetlnej

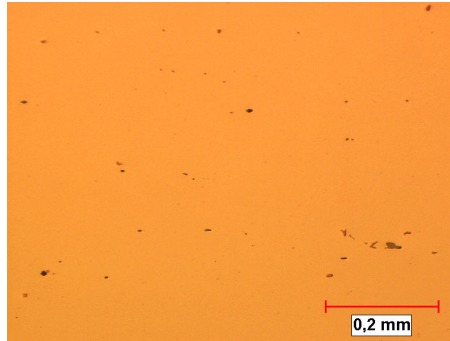
Standardową metodą oceny mikrostruktury jest mikroskopia świetlna. Jednak, podobnie jak statyczna próba rozciągania, jest techniką pracochłonną i kosztowną. Pozwala ona identyfikować potencjalne nieciągłości materiałowe oraz określać mikrostrukturę materiałów, mającą bezpośredni wpływ na ich właściwości.

Obserwacje mikrostruktury stali 40HNMA z płaskownika i z rurociągu eksploatowanego oraz stali P91 po próbie pełzania, przeprowadzone w zakresie mikroskopii świetlnej w stanie nietrawionym i trawionym, udokumentowano fotografiami wykonanymi przy oświetleniu konwencjonalnym (rys. 94-126).

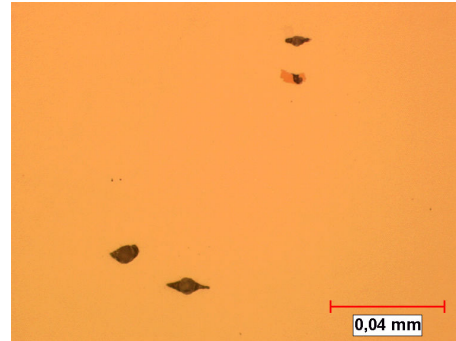
8.1.1. Metalografia stali 40HNMA z płaskownika

Badania metalograficzne stali 40HNMA z płaskownika wykazały równomierne rozłożenie wtrąceń niemetalicznych w materiale (94a-100a). W przypadku próbek zarówno po pełzaniu, jak i po deformacji plastycznej zaobserwowano mikropęknięcia rozchodzące się w kierunku równoległym do kierunku walcowania i kierunku pełzania/rozciągania, będące skutkiem głównie procesu technologicznego (przeróbki plastycznej) (rys. 94b-100b). W obu przypadkach nastąpiła również degradacja większych azotków, polegająca na ich defragmentacji, przy czym po pełzaniu nastąpiła ona w kierunku działania naprężenia (rys. 95b, 96b) i była ona stosunkowo niewielka. W przypadku deformacji plastycznej defragmentacja azotków nastąpiła w kierunku prostopadłym do kierunku działania obciążenia (rys. 98b, 99b) i była znacznie większa. Zgodnie z przewidywaniami, nie stwierdzono po pełzaniu występowania typowych pustek, ponieważ próba ta miała charakter laboratoryjny (tj. wykonywano testy

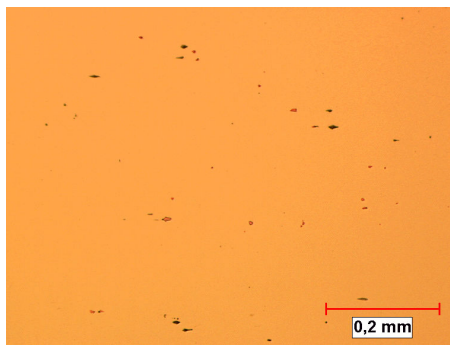
krótkotrwałe) i służyła jedynie wprowadzeniu deformacji wstępnej, która miała za zadanie modyfikowanie mikrostruktury osnowy materiału i jego właściwości mechanicznych.



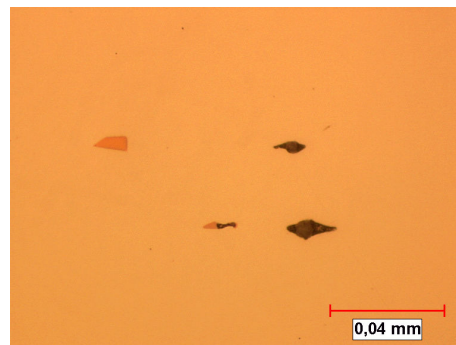
Rys. 94a. Stal 40HNMA z płaskownika przed pełzaniem, światło konwencjonalne, pow. 100×



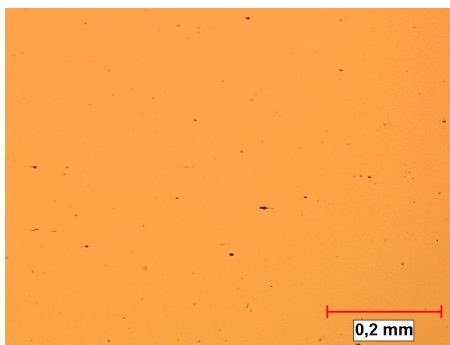
Rys. 94b. Stal 40HNMA z płaskownika przed pełzaniem, światło konwencjonalne, pow. 500×



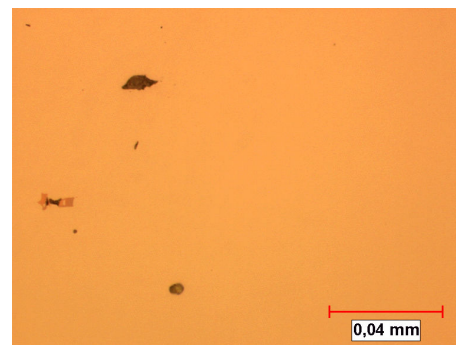
Rys. 95a. Stal 40HNMA z płaskownika po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 1,48\%$, światło konwencjonalne, pow. 100×



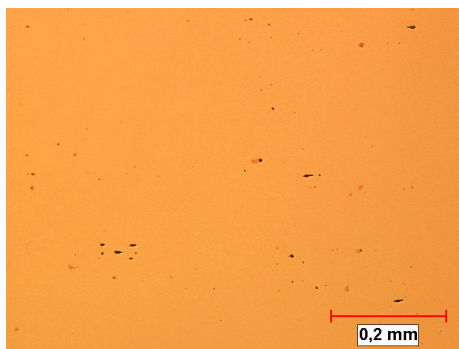
Rys. 95b. Stal 40HNMA z płaskownika po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 1,48\%$, światło konwencjonalne, pow. 500×



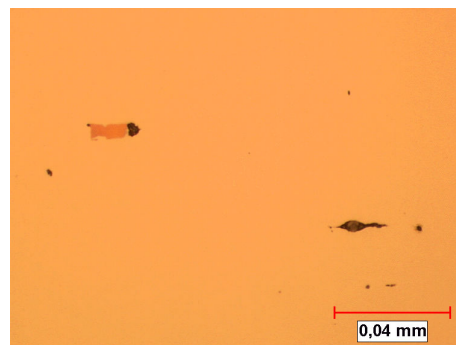
Rys. 96a. Stal 40HNMA z płaskownika po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 7,06\%$, światło konwencjonalne, pow. 100×



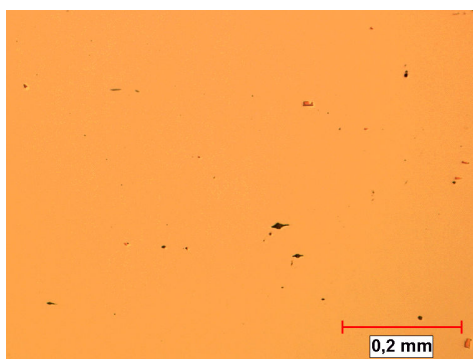
Rys. 96b. Stal 40HNMA z płaskownika po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 7,06\%$, światło konwencjonalne, pow. 500×



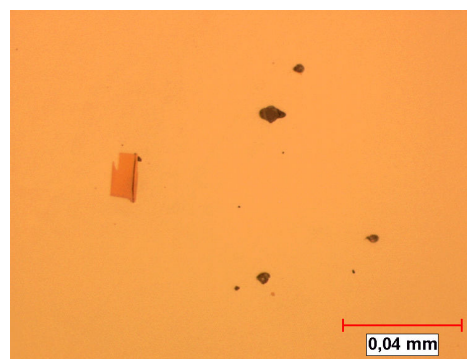
Rys. 97a. Stal 40HNMA z płaskownika po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\epsilon = 15,04\%$, światło konwencjonalne, pow. 100×



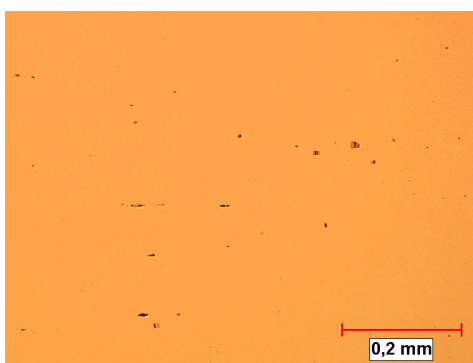
Rys. 97b. Stal 40HNMA z płaskownika po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\epsilon = 15,04\%$, światło konwencjonalne, pow. 500×



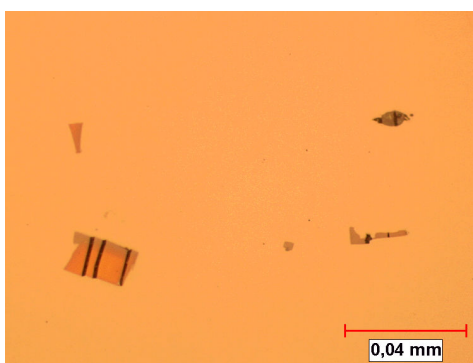
Rys. 98a. Stal 40HNMA z płaskownika po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\epsilon = 1,39\%$, światło konwencjonalne, pow. 100×



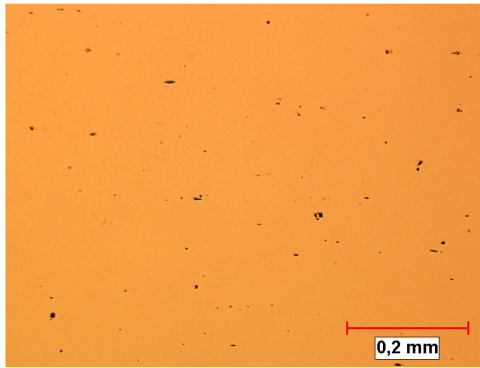
Rys. 98b. Stal 40HNMA z płaskownika po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\epsilon = 1,39\%$, światło konwencjonalne, pow. 500×



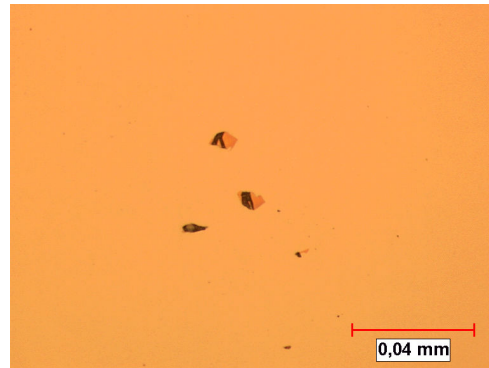
Rys. 99a. Stal 40HNMA z płaskownika po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\epsilon = 6,85\%$, światło konwencjonalne, pow. 100×



Rys. 99b. Stal 40HNMA z płaskownika po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\epsilon = 6,85\%$, światło konwencjonalne, pow. 500×

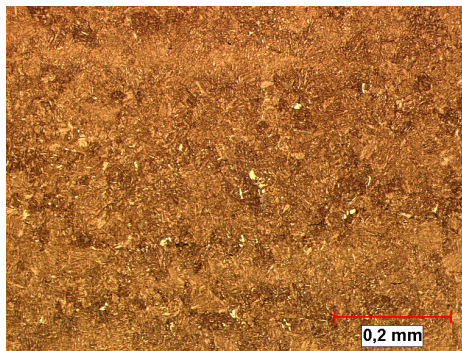


Rys. 100a. Stal 40HNMA z płaskownika po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 13,20\%$, światło konwencjonalne, pow. $100\times$



Rys. 100b. Stal 40HNMA z płaskownika po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 13,20\%$, światło konwencjonalne, pow. $500\times$

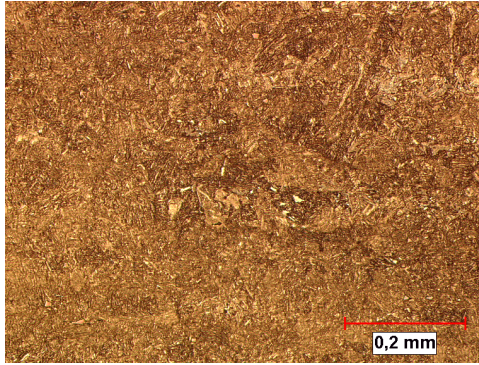
Trawienie nitałem ujawniło mikrostrukturę sorbityczną materiału z zachowanym układem iglastym martenzytu (rys. 101-107). Gdziekolwiek w osnowie materiału zaobserwowano jasne miejsca stanowiące również obszary sorbitu, z tym, że bez zachowanego układu iglastego martenzytu. Stwierdzono przy tym, że w każdej z badanych próbek udział powierzchniowy tych obszarów jest w przybliżeniu taki sam (rys. 101-107).



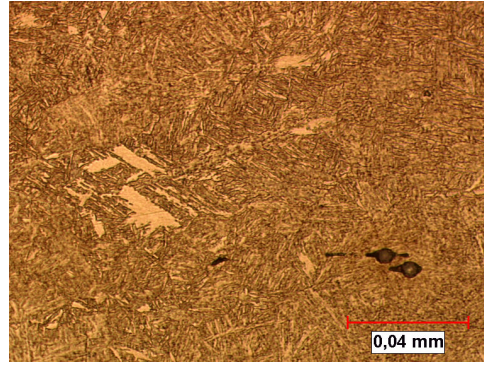
Rys. 101a. Stal 40HNMA z płaskownika przed symulowanymi obciążeniami, stan trawiony, światło konwencjonalne, pow. $100\times$



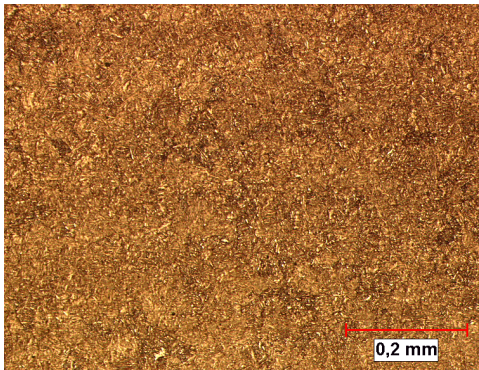
Rys. 101b. Stal 40HNMA z płaskownika przed symulowanymi obciążeniami, stan trawiony, światło konwencjonalne, pow. $500\times$



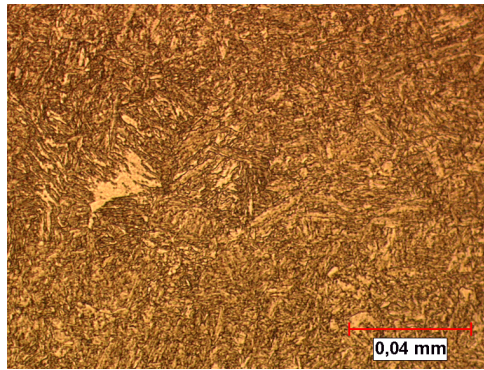
Rys. 102a. Stal 40HNMA z płaskownika po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 1,48\%$, stan trawiony, światło konwencjonalne, pow. 100×



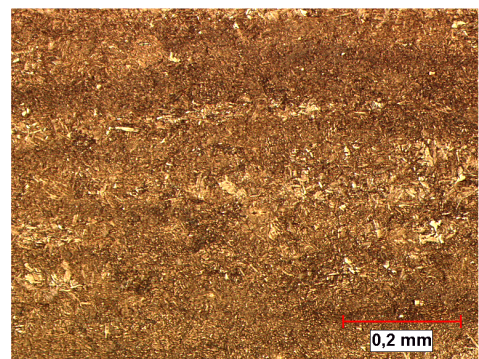
Rys. 102b. Stal 40HNMA z płaskownika po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 1,48\%$, stan trawiony, światło konwencjonalne, pow. 500×



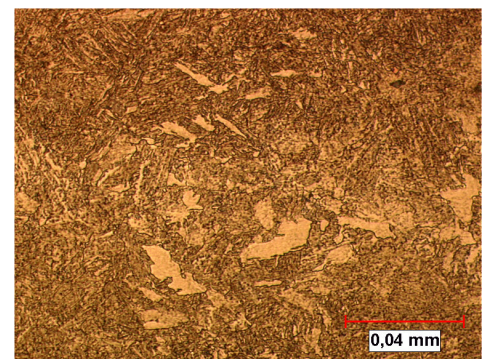
Rys. 103a. Stal 40HNMA z płaskownika po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 7,06\%$, stan trawiony, światło konwencjonalne, pow. 100×



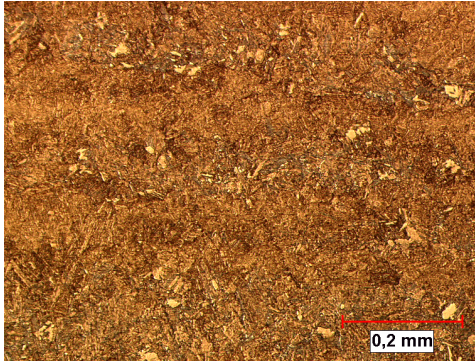
Rys. 103b. Stal 40HNMA z płaskownika po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 7,06\%$, stan trawiony, światło konwencjonalne, pow. 500×



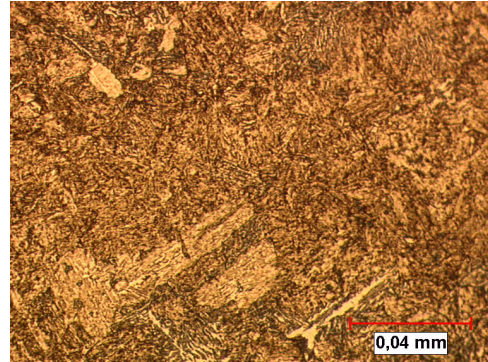
Rys. 104a. Stal 40HNMA z płaskownika po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 15,04\%$, światło konwencjonalne, pow. 100×



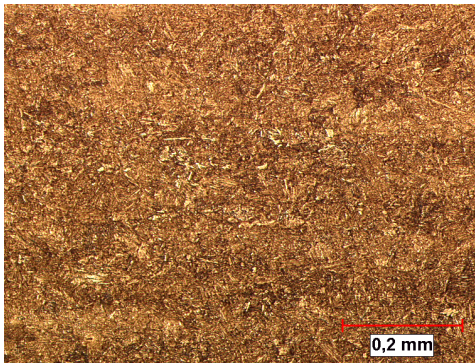
Rys. 104b. Stal 40HNMA z płaskownika po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 15,04\%$, stan trawiony, światło konwencjonalne, pow. 500×



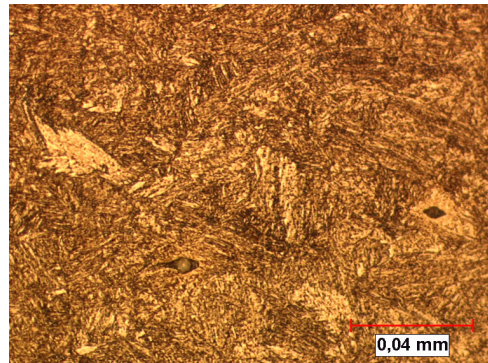
Rys. 105a. Stal 40HNMA z płaskownika po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 1,39\%$, stan trawiony, światło konwencjonalne, pow. 100×



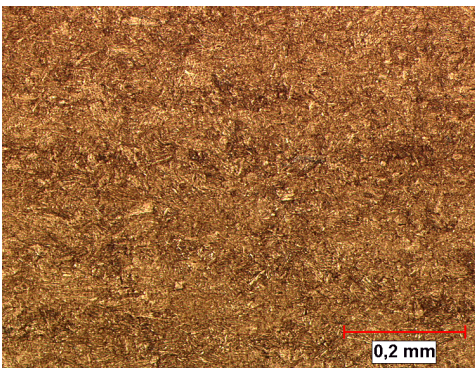
Rys. 105b. Stal 40HNMA z płaskownika po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 1,39\%$, stan trawiony, światło konwencjonalne, pow. 500×



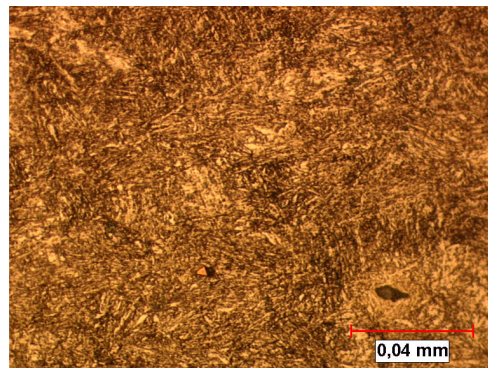
Rys. 106a. Stal 40HNMA z płaskownika po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 6,85\%$, stan trawiony, światło konwencjonalne, pow. 100×



Rys. 106b. Stal 40HNMA z płaskownika po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 6,85\%$, stan trawiony, światło konwencjonalne, pow. 500×



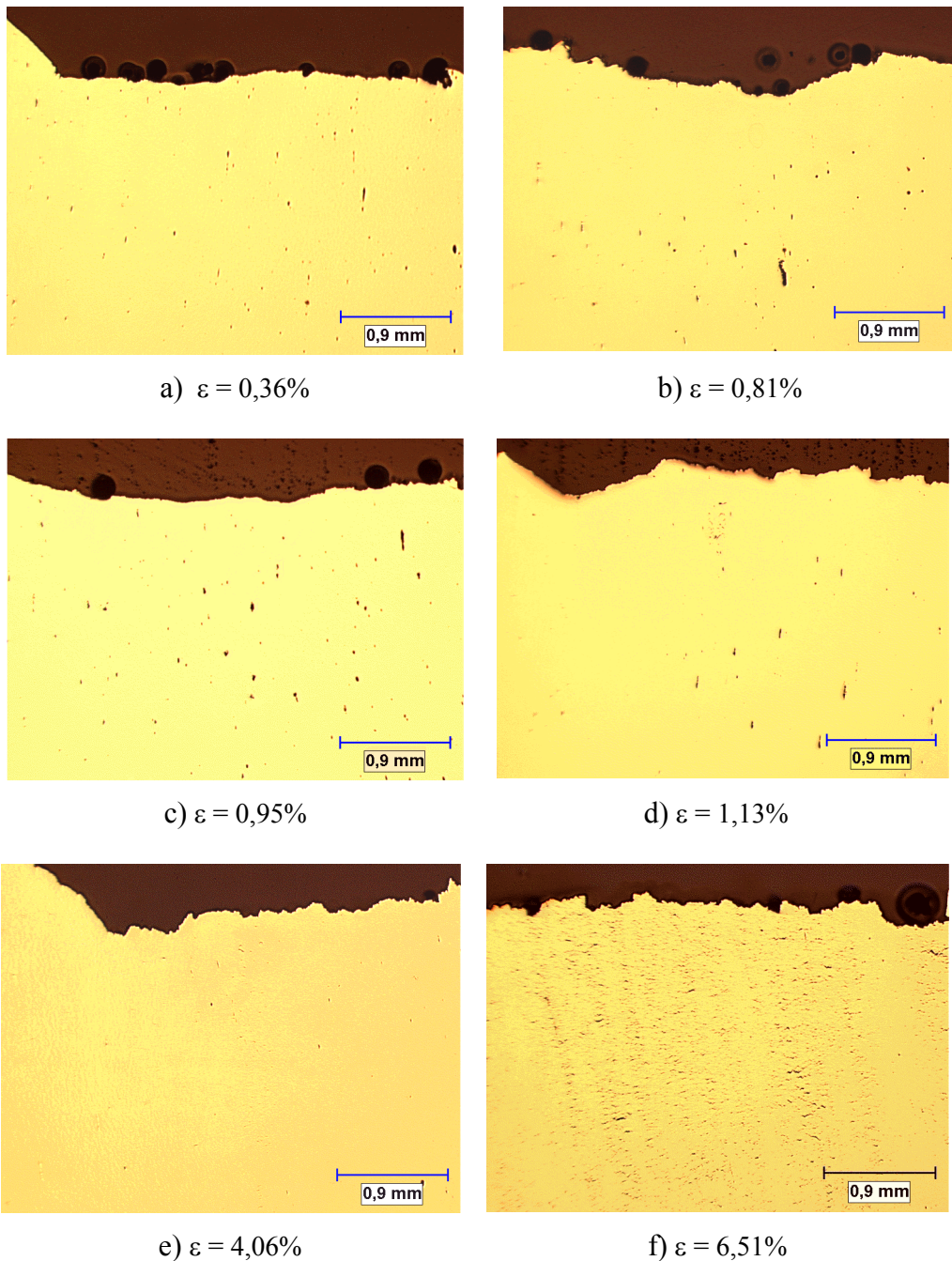
Rys. 107a. Stal 40HNMA z płaskownika po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 13,20\%$, stan trawiony, światło konwencjonalne, pow. 100×



Rys. 107b. Stal 40HNMA z płaskownika po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 13,20\%$, stan trawiony, światło konwencjonalne, pow. 500×

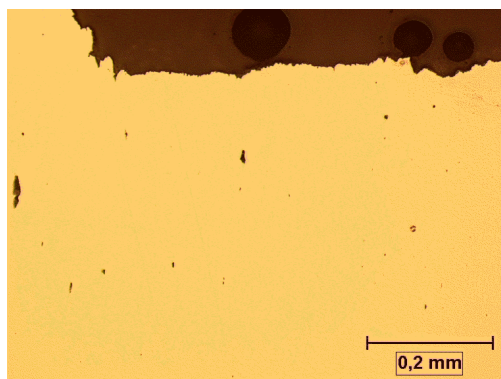
8.1.2. Metalografia stali 40HNMA z rurociągu

Badania metalograficzne stali 40HNMA po pełzaniu ujawniły występowanie w materiale licznych pustek (rys. 108, 109b), rozwijających się prostopadłe do osi obciążenia a jednocześnie prostopadłe do kierunku rozmieszczenia wtrąceń niemetalicznych. Ze zdjęć zamieszczonych na rysunkach 108-109 wynika, że udział i głębokość pustek zależy od wartości odkształcenia trwałego wywołanego pełzaniem, co zaprezentowano graficznie na rysunku 110.

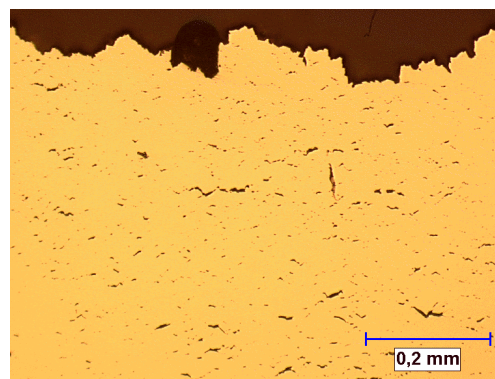


Rys. 108. Stal 40HNMA po pełzaniu do różnych wartości odkształcenia, światło konwencjonalne, pow. 25×

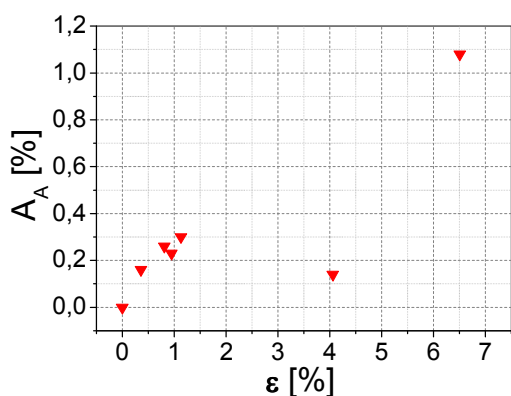
Na rysunku 109, dla lepszej wizualizacji defektów, przedstawiono przy większym powiększeniu próbki o najmniejszej ($\varepsilon = 0,36\%$) i największej ($\varepsilon = 6,51\%$) wartości wstępnego odkształcenia.



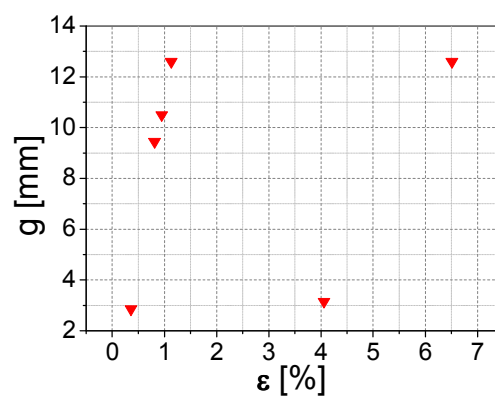
Rys. 109a. Stal 40HNMA po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 0,36\%$, pow. $100\times$



Rys. 109b. Stal 40HNMA po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 6,51\%$, pow. $100\times$

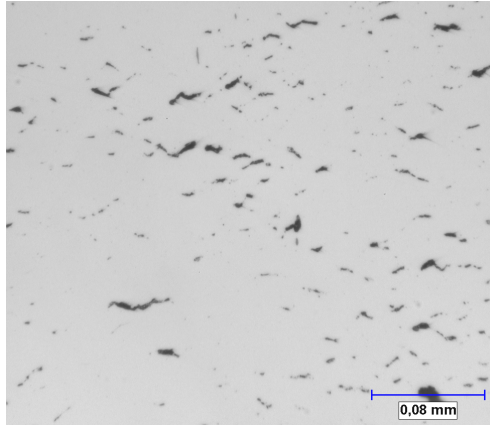


Rys. 110a. Udział pustek w stali 40HNMA w funkcji odkształcenia wstępnego

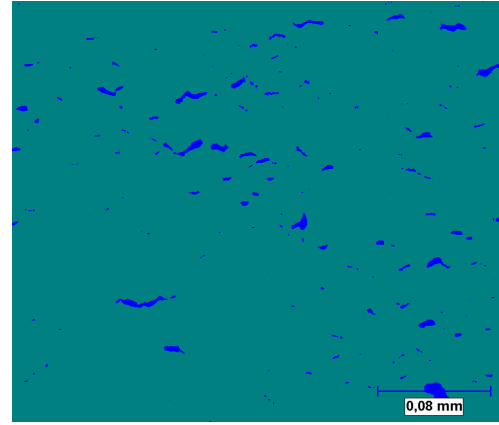


Rys. 110b. Głębokość występowania pustek w funkcji odkształcenia wstępnego

Przykładowy obraz rzeczywisty mikrostruktury i jej obraz binarny (uzyskany w wyniku przeprowadzonej detekcji), przeznaczony do metalograficznej analizy ilościowej ilustrują odpowiednio rys. 111a i 111b.

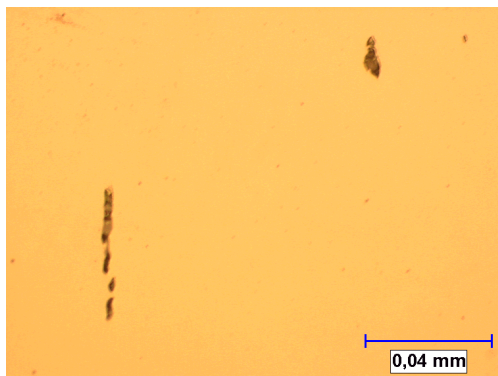


Rys. 111a. Pustki w stali 40HNMA, $\epsilon = 6,51\%$, światło konwencjonalne, pow. $200\times$

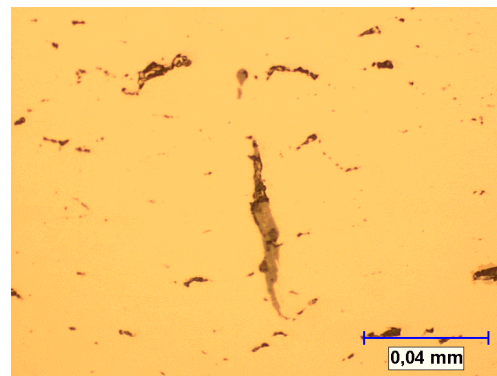


Rys. 111b. Obraz binarny, przygotowany do analizy ilościowej

Przy większym powiększeniu zauważalna jest dodatkowo fragmentacja wydłużonych wtrąceń niemetalicznych (rys. 112).



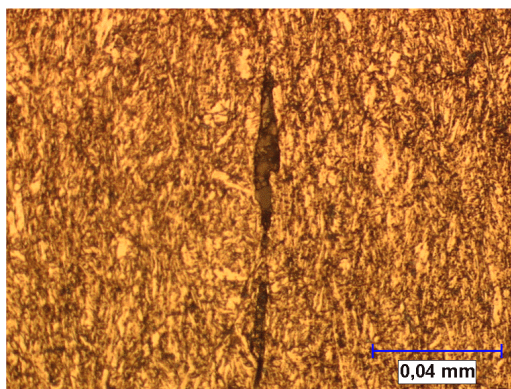
Rys. 112a. Stal 40HNMA po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\epsilon = 0,36\%$, pow. $500\times$



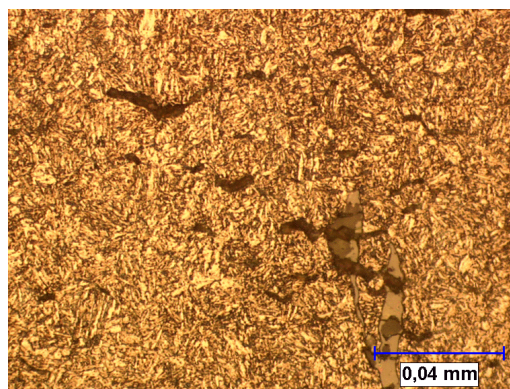
Rys. 112b. Stal 40HNMA po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\epsilon = 6,51\%$, pow. $500\times$

Na rysunkach 114-117 zobrazowano stal 40HNMA z rurociągu po deformacji wstępnej wprowadzonej na skutek płynięcia plastycznego i po statycznej próbie rozciągania. Fotografie ilustrują utratę ciągłości wtrąceń niemetalicznych z osnową materiału (rys. 115, 116). Jest to szczególnie widoczne na zdjęciach zamieszczonych na rysunkach 116a i 117a.

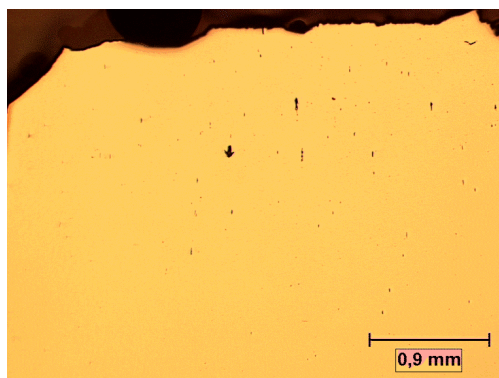
Po wytrawieniu stali 40HNMA nitalem stwierdzono, że wykazuje ona strukturę sorbityczną (rys. 113, 117). Zidentyfikowane miejsca pustek związane są przede wszystkim z granicami pierwotnych ziaren austenitu, stanowiącymi najsłabsze miejsca w mikrostrukturze, a zatem najbardziej podatne na oddziaływanie obciążenia.



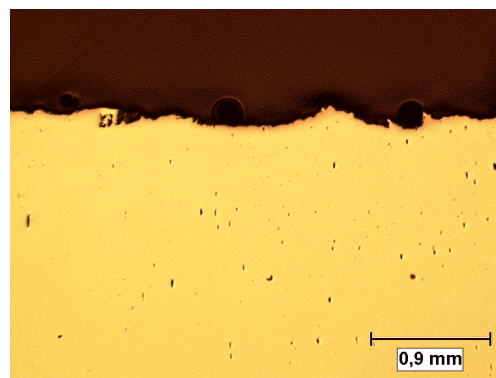
Rys. 113a. Stal 40HNMA po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 0,36\%$, trawienie nitałem, pow. $500\times$



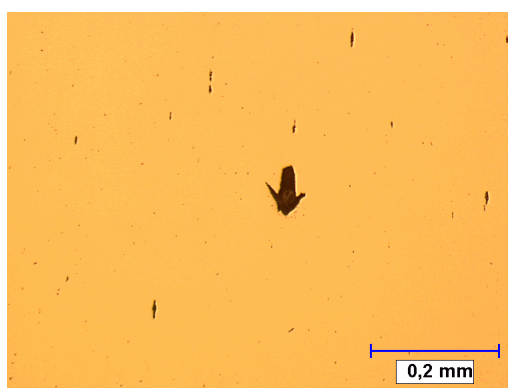
Rys. 113b. Stal 40HNMA po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 6,51\%$, trawienie nitałem, pow. $500\times$



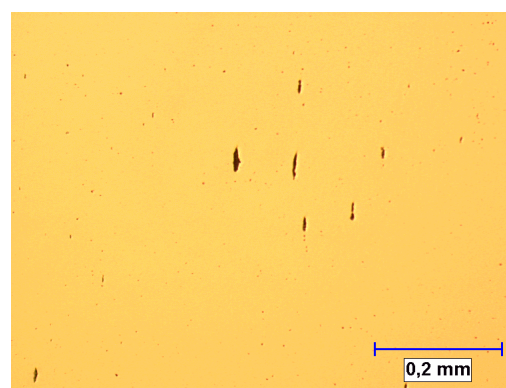
Rys. 114a. Stal 40HNMA po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 0,5\%$, pow. $25\times$



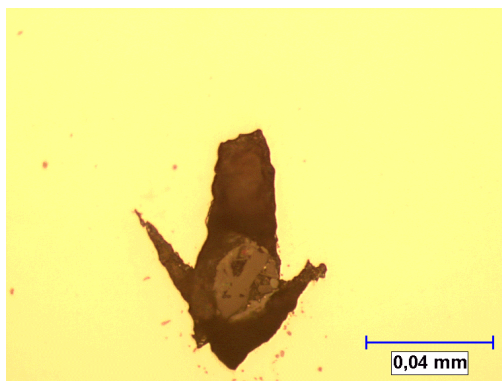
Rys. 114b. Stal 40HNMA po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 10,5\%$, pow. $25\times$



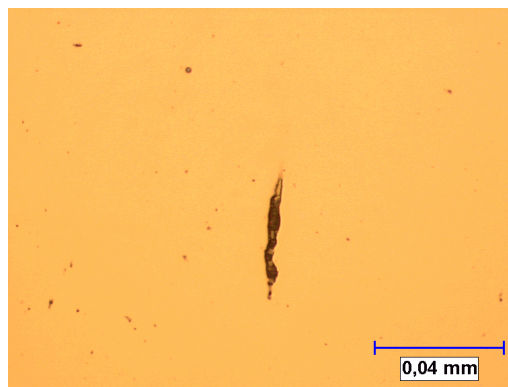
Rys. 115a. Stal 40HNMA po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 0,5\%$, pow. $100\times$



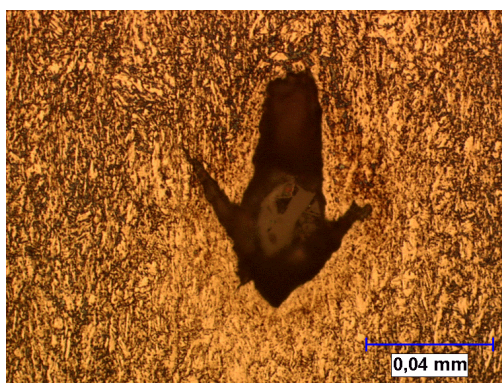
Rys. 115b. Stal 40HNMA po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 10,5\%$, pow. $100\times$



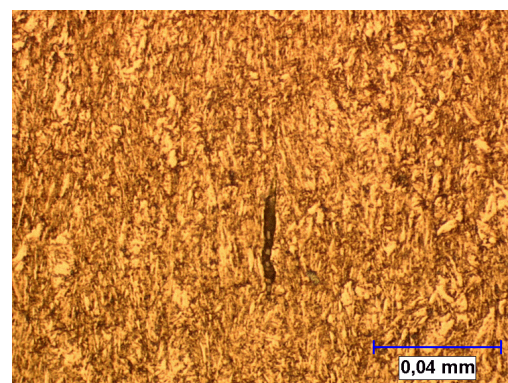
Rys. 116a. Stal 40HNMA po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 0,5\%$, pow. $500\times$



Rys. 116b. Stal 40HNMA po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 10,5\%$, pow. $500\times$



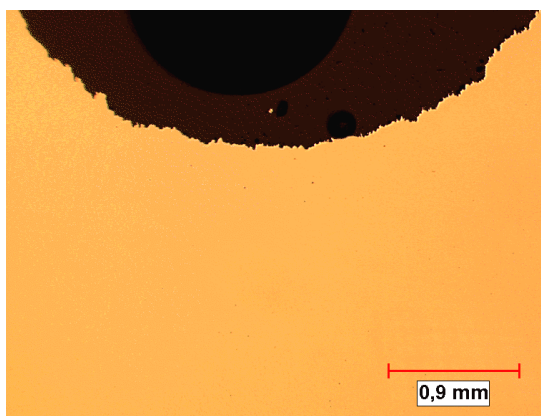
Rys. 117a. Stal 40HNMA po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 0,5\%$, trawienie nitałem, pow. $500\times$



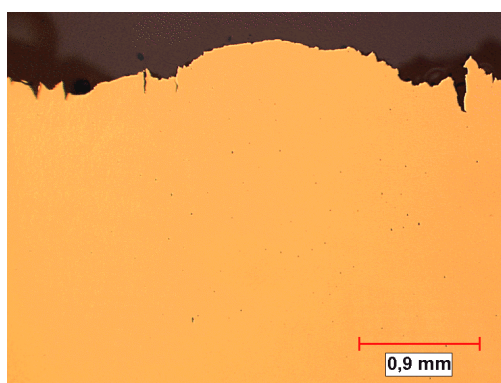
Rys. 117b. Stal 40HNMA po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 10,5\%$, trawienie nitałem, pow. $500\times$

8.1.3. Metalografia stali P91 z rurociągu

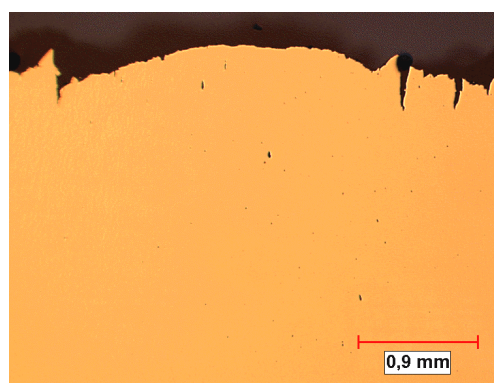
Wyniki badań metalograficznych stali P91 w stanie nietrawionym przedstawiono na rysunkach 118-121 oraz 123-125. Stwierdzono, że na skutek pełzania w materiale nie wytworzyły się pustki (rys. 118-121). Zaobserwowano jedynie nieznaczną liczbę wtrąceń niemetalicznych, które na skutek pełzania utraciły spójność z osnową materiału (rys. 120, 121, 124, 125). Podobne zjawisko zauważono dla stali P91 po wstępnej deformacji plastycznej (rys. 125b).



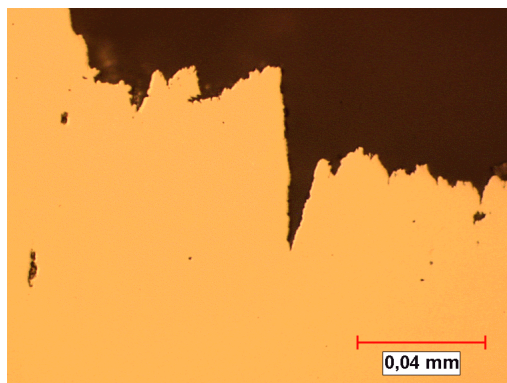
Rys. 118. Stal P91 po statycznej próbie rozciągania, pow. 25×



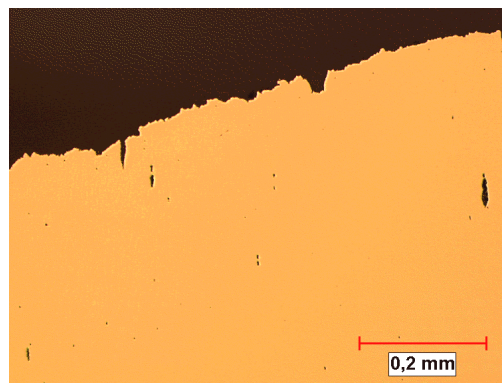
Rys. 119a. Stal P91 po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 0,85\%$, pow. 25×



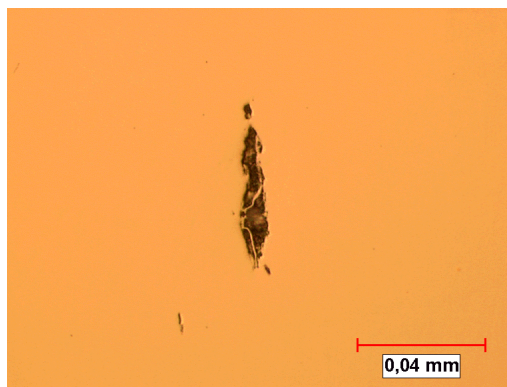
Rys. 119b. Stal P91 po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 9,3\%$, pow. 25×



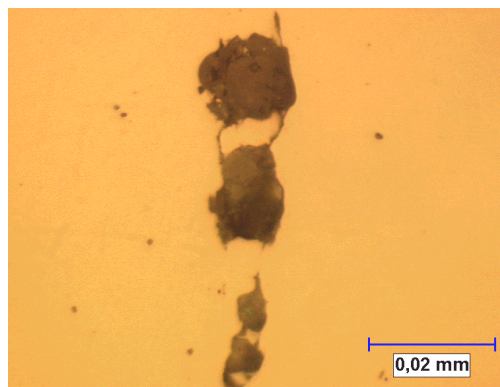
Rys. 120a. Stal P91 po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 0,85\%$, pow. 100×



Rys. 120b. Stal P91 po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 9,3\%$, pow. 100×

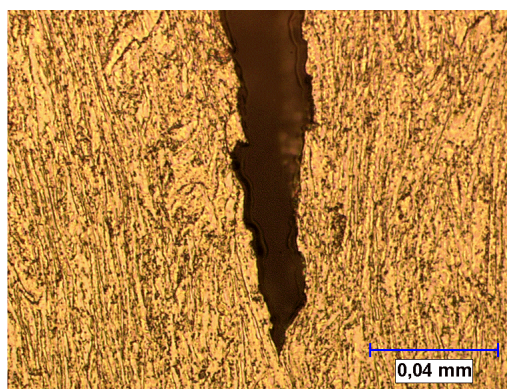


Rys. 121a. Stal P91 po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 9,3\%$, pow. $500\times$

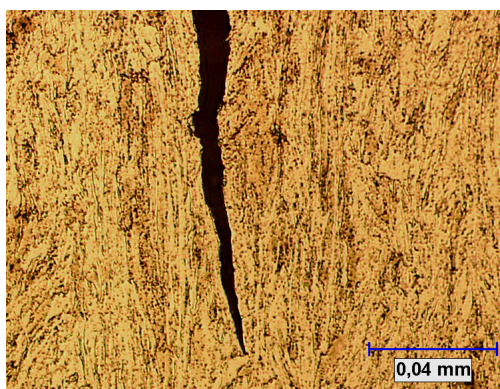


Rys. 121b. Stal P91 po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 9,3\%$, pow. $1000\times$

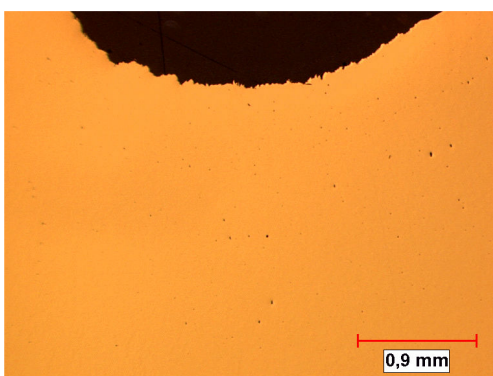
Wytrawienie stali P91 nitalem ujawniło anizotropowy charakter mikrostruktury wyrażający się wydłużonymi ziarnami zgodnie z kierunkiem odkształcania (rys. 122, 126).



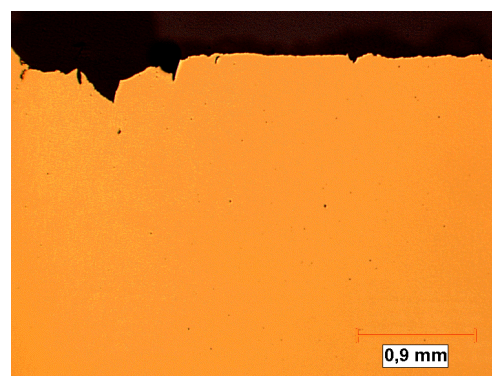
Rys. 122a. Stal P91 po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 0,85\%$, trawienie nitalem, pow. $500\times$



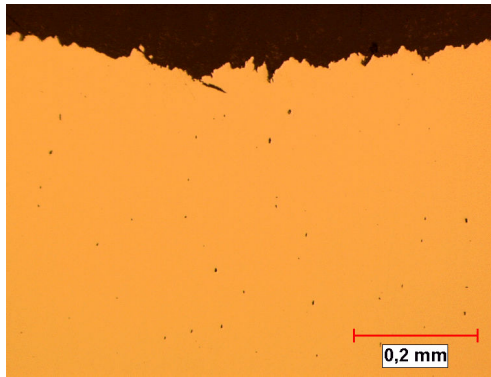
Rys. 122b. Stal P91 po pełzaniu do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 9,3\%$, trawienie nitalem, pow. $500\times$



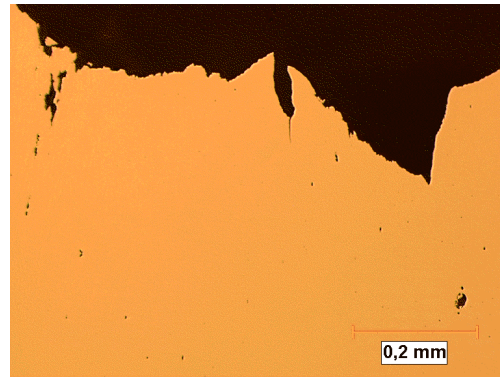
Rys. 123a. Stal P91 po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 3\%$, pow. $25\times$



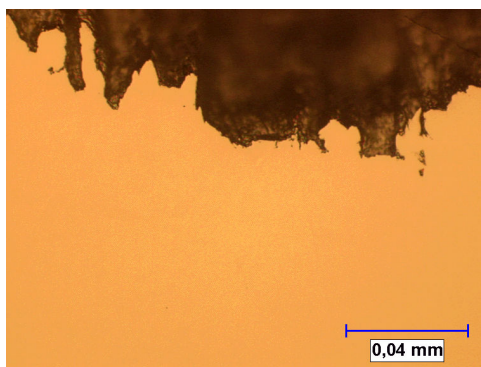
Rys. 123b. Stal P91 po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 10,5\%$, pow. $25\times$



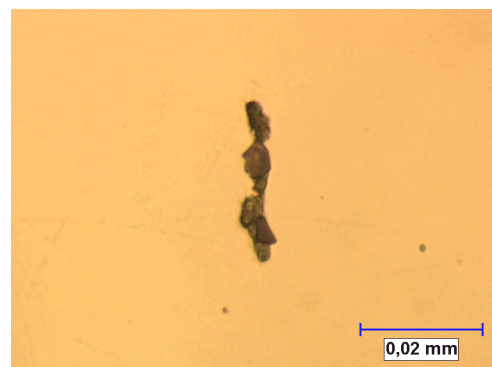
Rys. 124a. Stal P91 po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 3\%$, pow. $100\times$



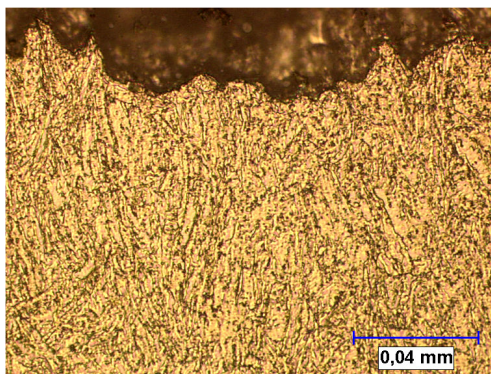
Rys. 124b. Stal P91 po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 10,5\%$, pow. $100\times$



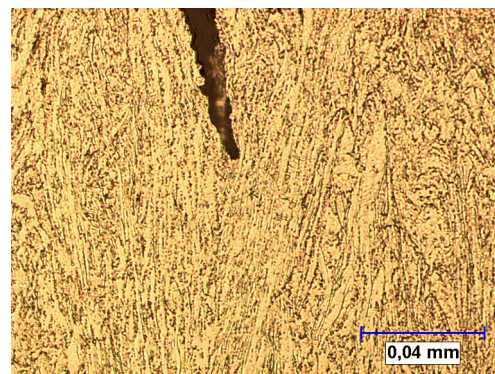
Rys. 125a. Stal P91 po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 3\%$, pow. $500\times$



Rys. 125b. Stal P91 po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 10,5\%$, pow. $1000\times$



Rys. 126a. Stal P91 po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 3\%$, trawienie nitałem, pow. $500\times$



Rys. 126b. Stal P91 po deformacji plastycznej do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 10,5\%$, trawienie nitałem, pow. $500\times$

8.1.4. Uwagi i wnioski z badań mikrostrukturalnych

Wyniki badań przeprowadzone w zakresie mikroskopii świetlnej wykazały powstanie pustek w stali 40HNMA z rurociągu na skutek laboratoryjnych testów pełzania i ich rozwój do postaci mikropęknięć w kierunku prostopadłym do działania

naprężenia. Udział tych pustek wzrastał wraz ze wzrostem odkształcenia trwałego. Typowych dla pełzania uszkodzeń w postaci pustek nie zaobserwowano dla stali 40HNMA z płaskownika. Zaobserwowano jednak w tym materiale nieznaczne mikropęknięcia rozchodzące się wzdłuż kierunku walcowania, będące skutkiem procesu technologicznego wytwarzania tej stali. Są one jakościowo podobne, nie zmieniają się wraz ze wzrostem wartości odkształcenia trwałego, wprowadzonego na skutek pełzania bądź deformacji plastycznej. W stali P91 również nie zaobserwowano typowych pustek powstałych na skutek pełzania laboratoryjnego, ani tak rozwiniętych mikropęknięć typowych dla obróbki plastycznej (walcowania, procesu technologicznego stali), jak otrzymane dla stali 40HNMA z płaskownika. Przyczyna braku tych mikropęknięć jest związana z faktem, że w stali P91 występują jedynie pojedyncze, niewielkie w porównaniu do stali 40HNMA wtrącenia niemetaliczne, wokół których następuje koncentracja naprężeń [Kukla et al., 2011], prowadząca do rozwoju mikropęknięć. Pustki i mikropęknięcia, niezależnie od źródła ich pochodzenia, wpływają na wartości parametrów magnetycznych i ultradźwiękowych. Związki pomiędzy udziałem pustek a parametrami wyznaczonymi na podstawie statycznej próby rozciągania będą przedmiotem rozważań w następnym rozdziale.

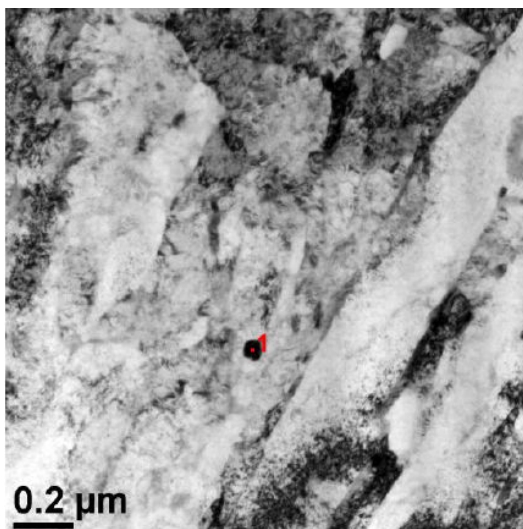
8.2. Wyniki badań w zakresie mikroskopii S/TEM

Bardziej dokładną analizę mikrostruktury przeprowadzono przy większych powiększeniach w zakresie mikroskopii skaningowej. Umożliwia ona charakterystykę wydzielen węglikowych w osnowie stali, która polega na określeniu ich składu chemicznego, morfologii oraz rozmieszczenia w materiale.

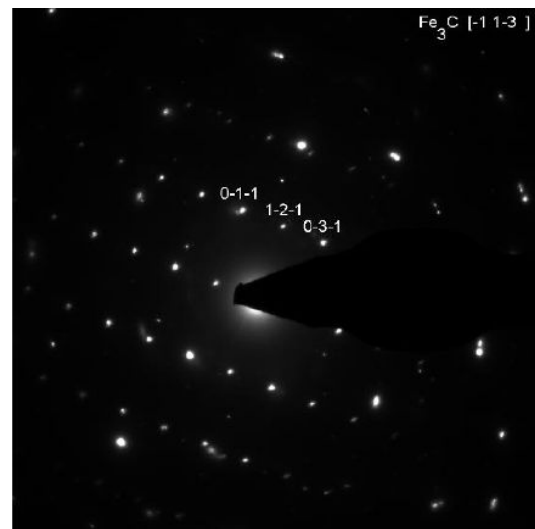
8.2.1. Identyfikacja węglików, ich rozmieszczenia i podstawowych cech morfologicznych

8.2.1.1. Badania stali 40HNMA z płaskownika

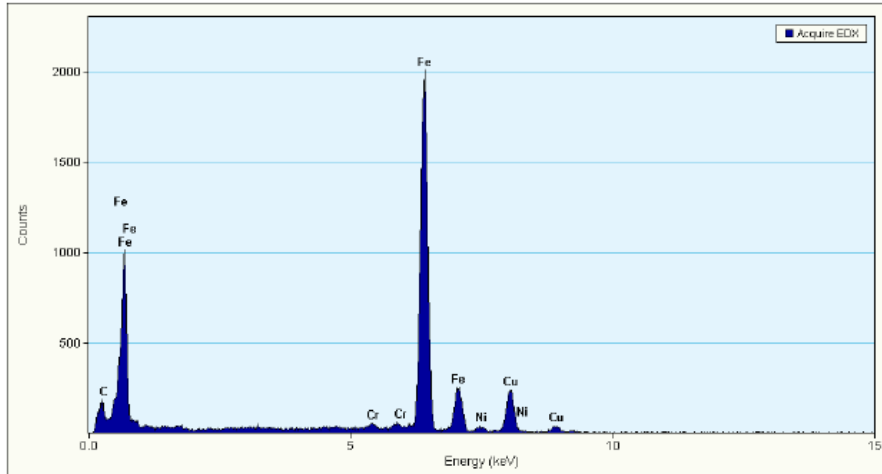
Analiza stechiometryczna węglików wykazała, że w stali 40HNMA występują dwa ich typy: M_3C oraz M_7C_3 (rys. 127-131). Węglik M_3C występuje w stalach stopowych zawierających nieznaczne ilości Mo, W i V, to znaczy do około 1,13%Mo, do około 0,1%W i do około 0,1%V [Blicharski, 2004], [Łomozik, 2013]. Warunek ten był spełniony dla tego materiału, ponieważ zgodnie z przeprowadzonymi badaniami składu chemicznego zawartość tych pierwiastków wynosiła: W = 0,03%, Mo = 0,02%, V = 0,01% (rozdział 4.1). Mikroanaliza składu chemicznego wykazała, że w obszarach zidentyfikowanych węglików (zarówno M_3C , jak i M_7C_3) występuje podwyższona zawartość żelaza (Fe), chromu (Cr) i manganu (Mn). Chrom rozpuszcza się w cementycie (Fe_3C) do zawartości 18%, natomiast mangan, występujący zawsze w stalach, rozpuszcza się w cementycie w dowolnych ilościach [Blicharski, 2004].



a) Badany węglik

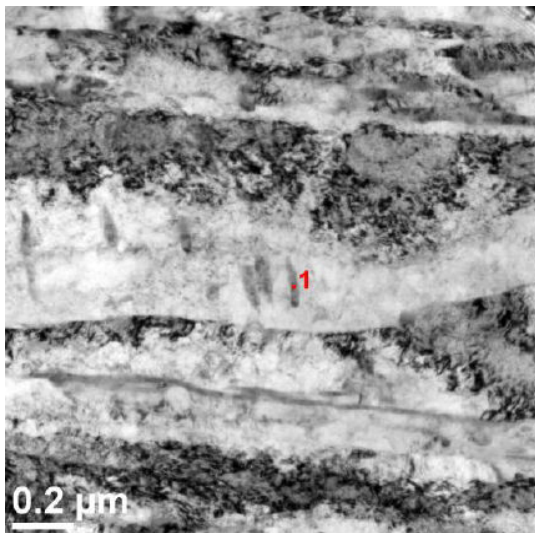


b) Rozwiązanie dyfrakcji dla danego węglika

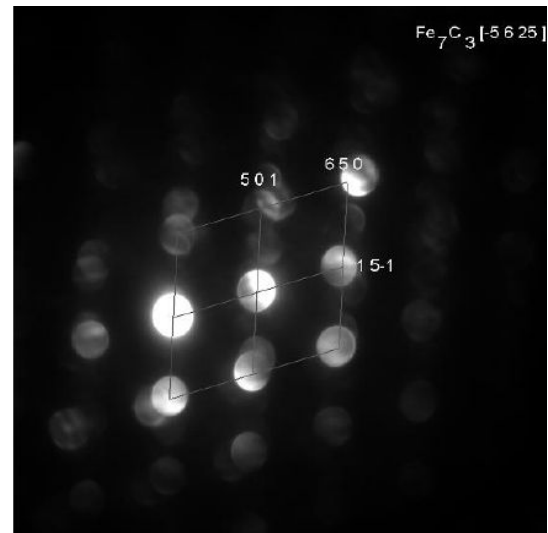


c) Wyniki składu chemicznego w mikroobszarze węgla

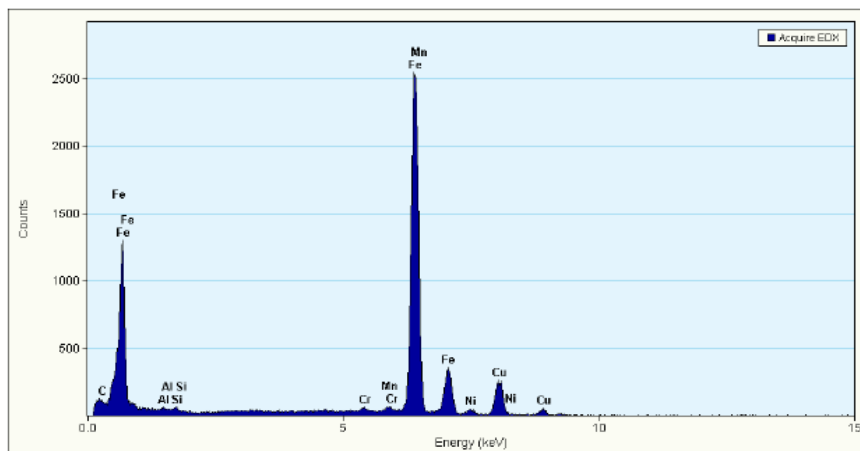
Rys 127. Przykładowa identyfikacja węgla typu M_3C w stali 40HNMA z płaskownika, przed testem laboratoryjnym pełzania



a) Badany węgiel



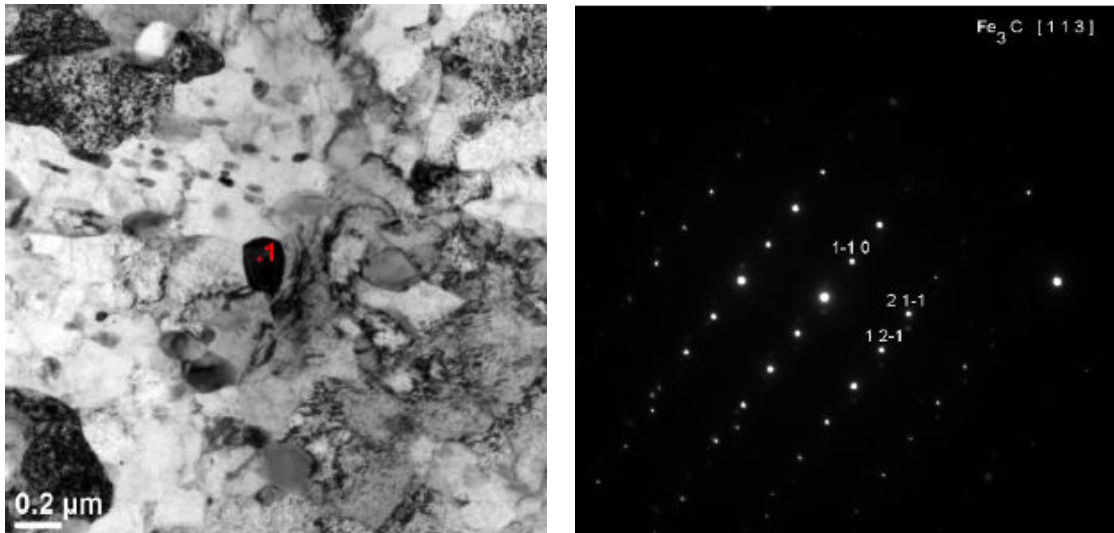
b) Rozwiązanie dyfrakcji dla danego węgla



c) Wyniki składu chemicznego w mikroobszarze węgla

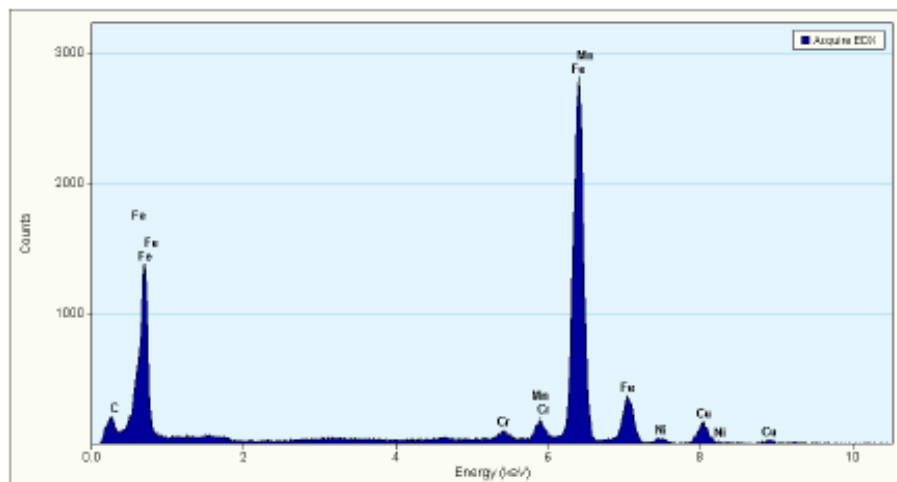
Rys 128. Przykładowa identyfikacja węgla typu M_7C_3 w stali 40HNMA z płaskownika, przed testem laboratoryjnym pełzania

Te same badania przeprowadzono również dla próbki, która była poddana pełzaniu dla najdłuższego rozpatrywanego okresu trwania próby, a zatem działania temperatury. Stwierdzono ten sam skład stechiometryczny węglików oraz ten sam skład chemiczny w mikroobszarach węglików.



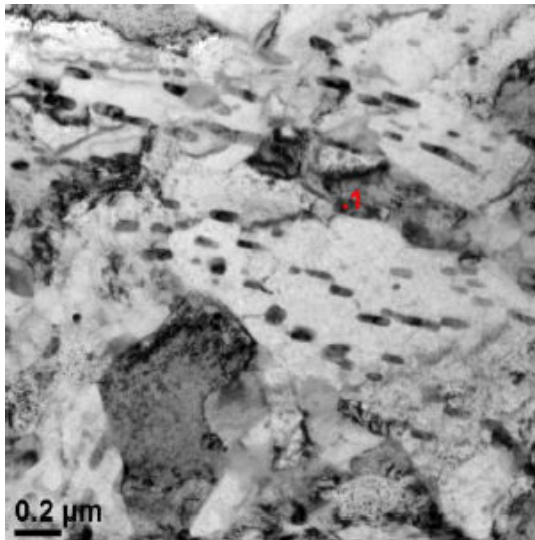
a) Badany węglik

b) Rozwiązanie dyfrakcji dla danego węglika

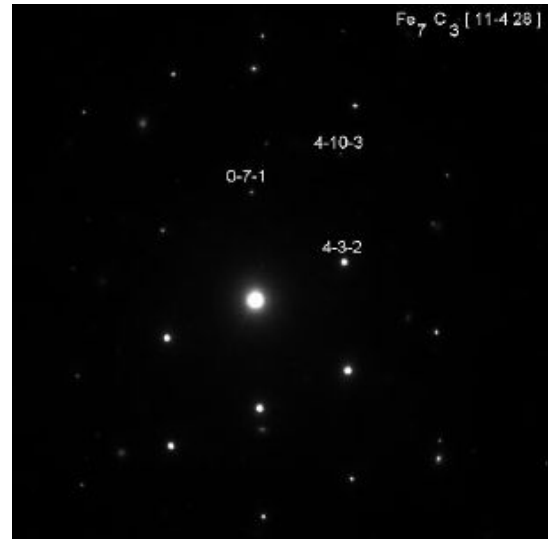


c) Wyniki składu chemicznego w mikroobszarze węglika

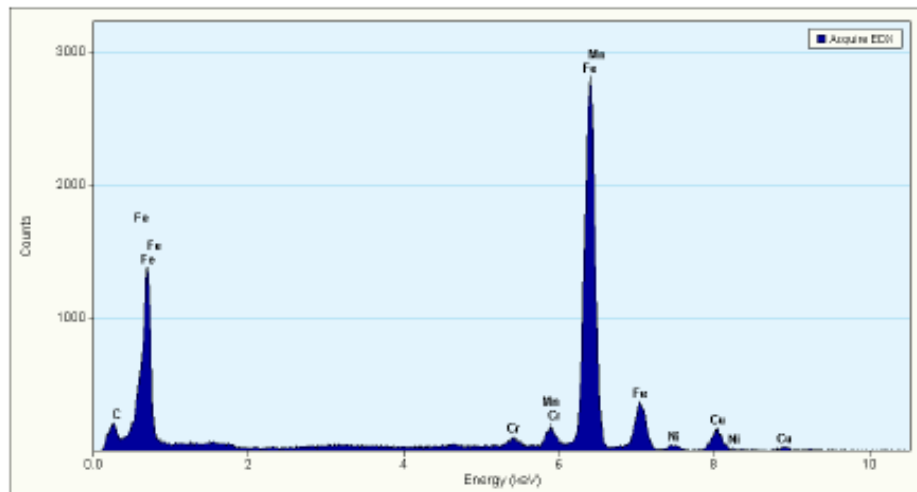
Rys 129. Przykładowa identyfikacja węglika typu M_3C w stali 40HNMA z płaskownika po pełzaniu laboratoryjnym do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 15,04\%$ ($t = 641,5$ h)



a) Badany węglik



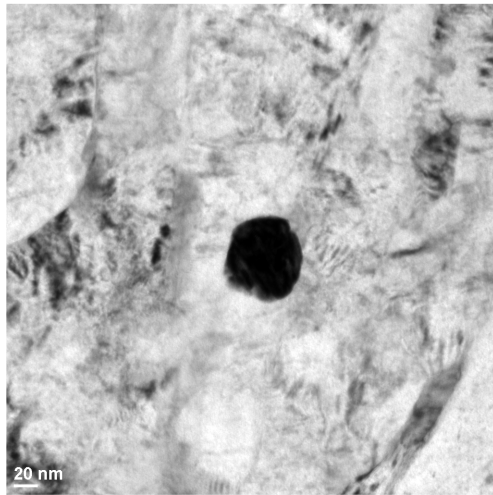
b) Rozwiązanie dyfrakcji dla danego węglika



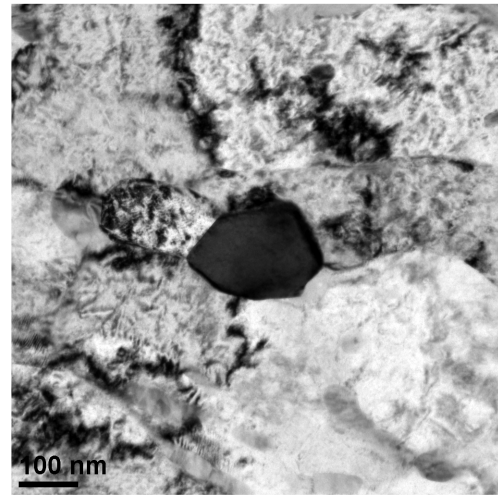
c) Wyniki składu chemicznego w mikroobszarze węglika

Rys 130. Przykładowa identyfikacja węglika typu M_7C_3 w stali 40HNMA z płaskownika, po pełzaniu laboratoryjnym do wartości odkształcenia wynoszącej $\varepsilon = 15,04\%$ ($t = 641,5$ h)

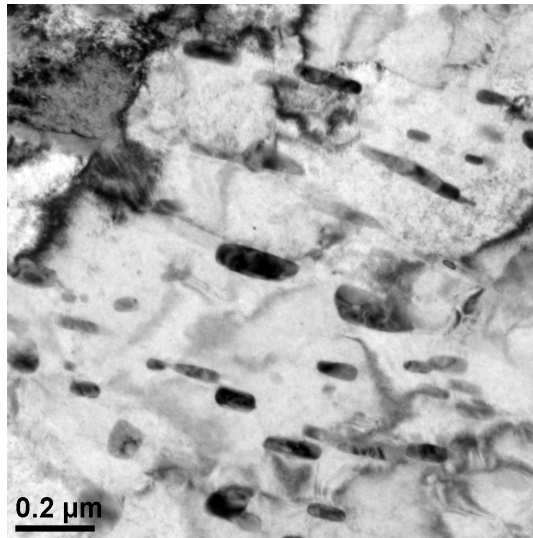
Dla obu próbek stwierdzono ponadto, że węgliki M_3C występują losowo na granicach (rys. 129a) i wewnątrz ziaren (rys. 127a) oraz charakteryzują się przekrojem zbliżonym do okrągłego (rys. 127a, 129a). Węgliki M_7C_3 występują natomiast głównie wewnątrz ziaren stali, są równomiernie rozłożone w jej osnowie i charakteryzują się wydłużonym kształtem (rys. 128a, 129a, 130a).



a) Węglik typu M_3C wewnątrz ziarna
($\varepsilon = 0\%$)



b) Węglik typu M_3C na granicy ziaren
($\varepsilon = 15,04\%$)



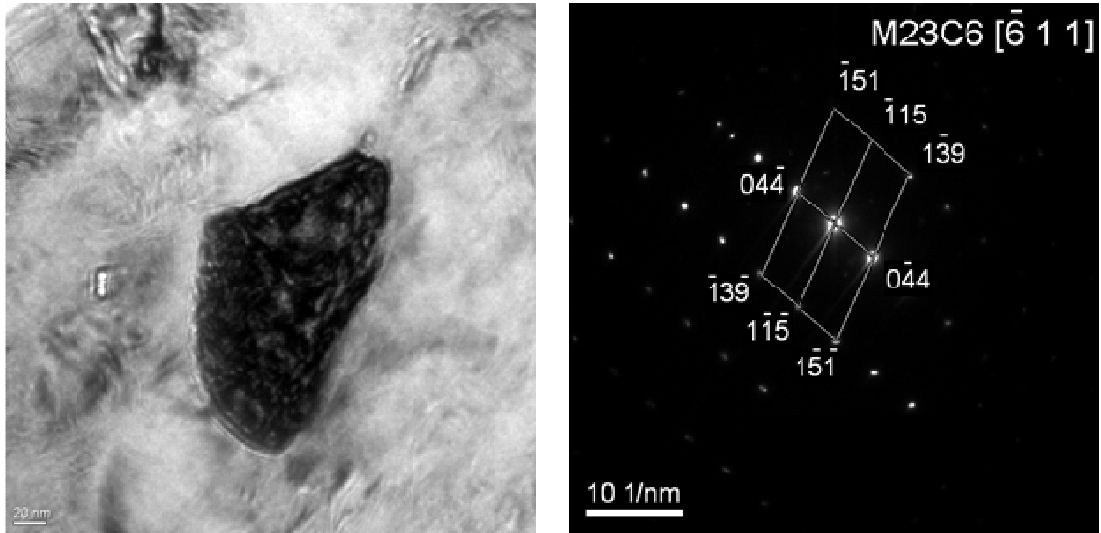
c) Węgliki typu M_7C_3 wewnątrz ziarna
($\varepsilon = 15,04\%$)

Rys. 131. Ilustracja rozmieszczenia węglików typu M_3C oraz M_7C_3 w stali 40HNMA z płaskownika przed (a) i po pełzaniu (b) i (c)

8.2.1.2. Badania stali 40HNMA z rurociągu po eksploatacji

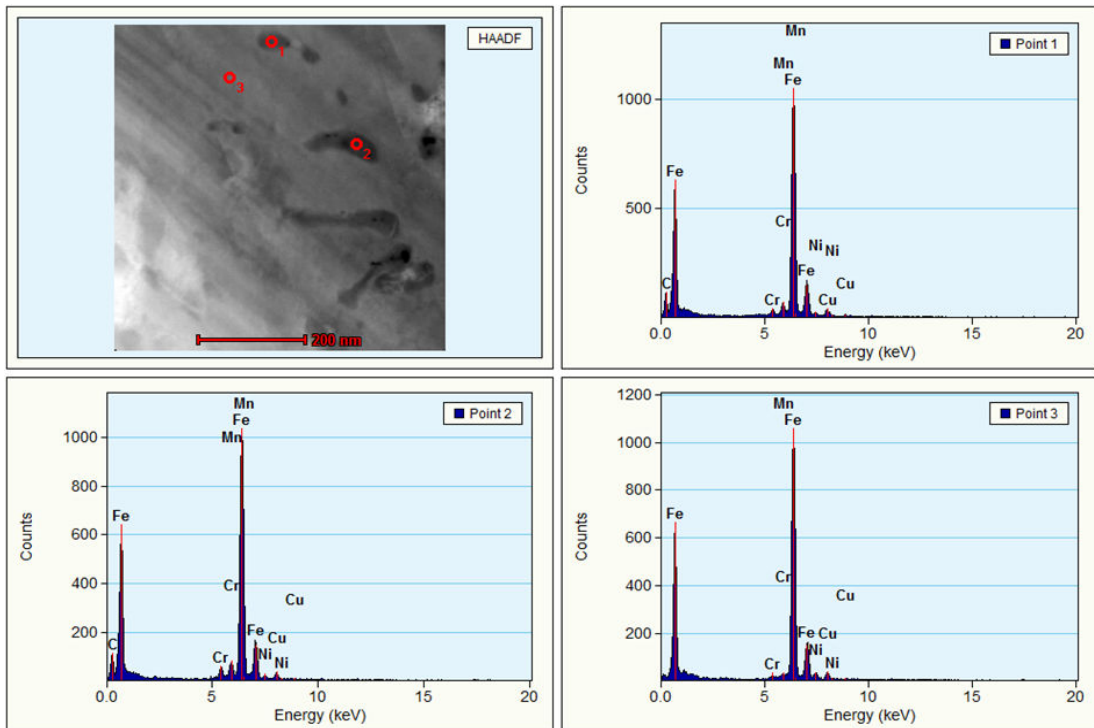
W przypadku stali 40HNMA z rurociągu eksploatowanego, zarówno przed, jak i po najdłuższym działaniu temperatury (warunki pełzania), stwierdzono występowanie węglika $M_{23}C_6$ (rys. 132, 133). Węgliki te występują głównie na granicach ziaren i charakteryzują się tendencją do grupowania w postaci łańcuszków. Przekrój tych wydzieleni jest zbliżony do okrągłego i podłużnego. Ponadto, zaobserwowano, że węgliki zidentyfikowane przy pustkach są większe oraz występują w postaci

odizolowanych od siebie wydzielań (rys. 134). W obszarach węglików zarówno przed, jak i po pełzaniu występuje podwyższona zawartość pierwiastków węglikotwórczych Fe, Cr, Mo, Mn (rys. 132c, 133c), co potwierdza ich złożony skład chemiczny typu $M_{23}C_6$.



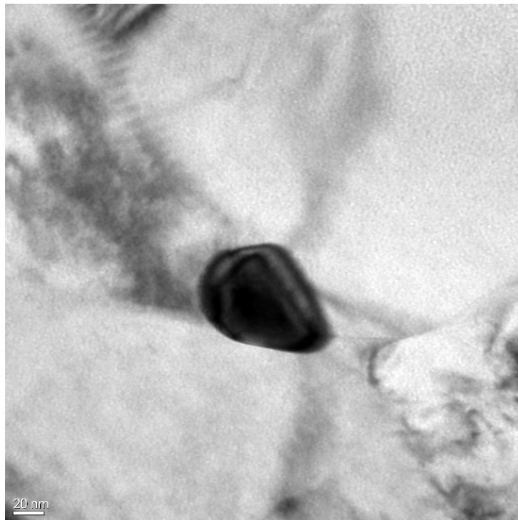
a) Badany węglik

b) Rozwiązanie dyfrakcji dla danego węglika

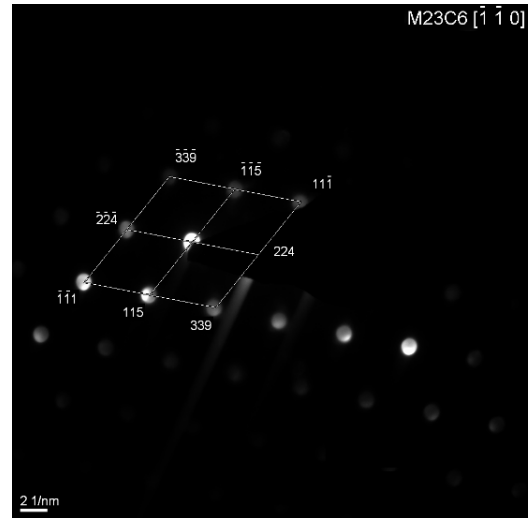


c) Wyniki składu chemicznego w mikroobszarze węglika oraz osnowy materiału

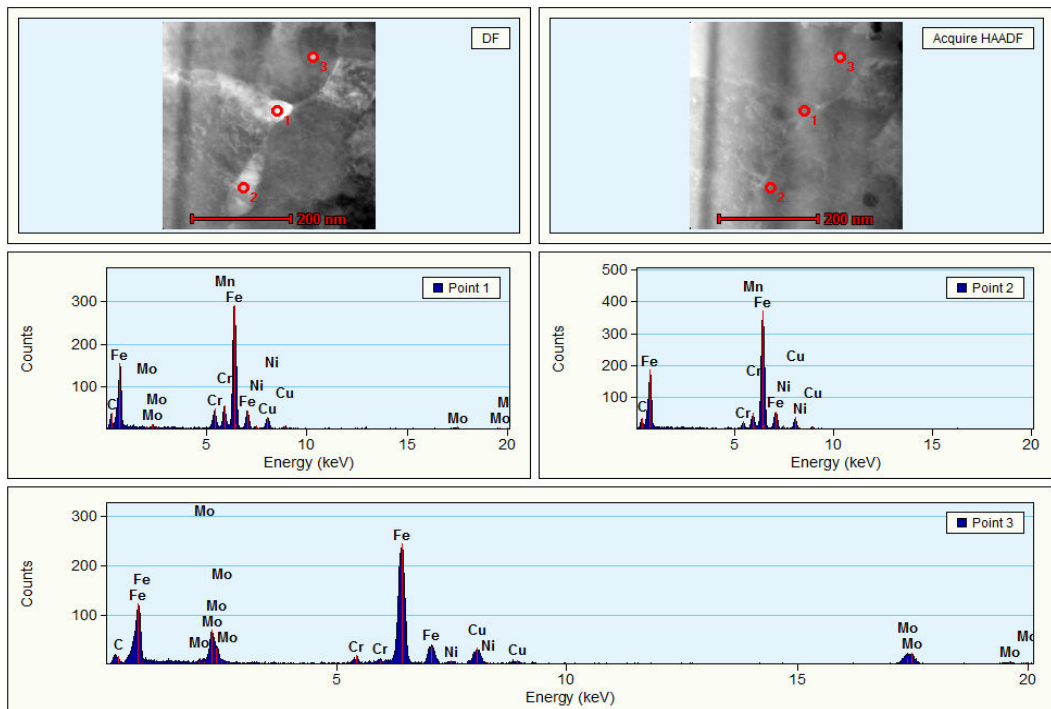
Rys. 132. Przykładowa identyfikacja węglika typu $M_{23}C_6$ w stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu po pełzaniu laboratoryjnym do osiągnięcia odkształcenia wynoszącego $\varepsilon = 0,36\%$ ($t = 100$ h)



a) Badany węglik

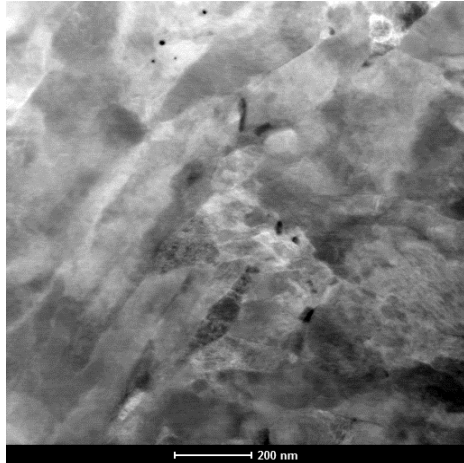


b) Rozwiązanie dyfrakcji dla danego węglika

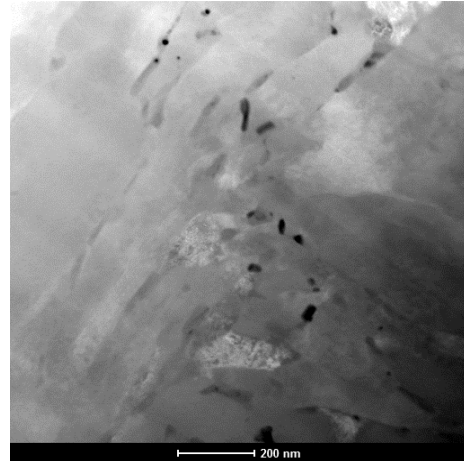


c) Wyniki składu chemicznego w mikroobszarze węglika oraz osnowy materiału

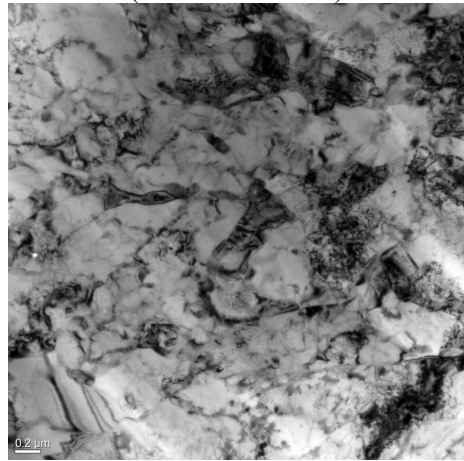
Rys. 133. Przykładowa identyfikacja węglika typu $M_{23}C_6$ w stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu po pelzaniu laboratoryjnym do osiągnięcia odkształcenia wynoszącego $\varepsilon = 6,51\%$ ($t = 988$ h)



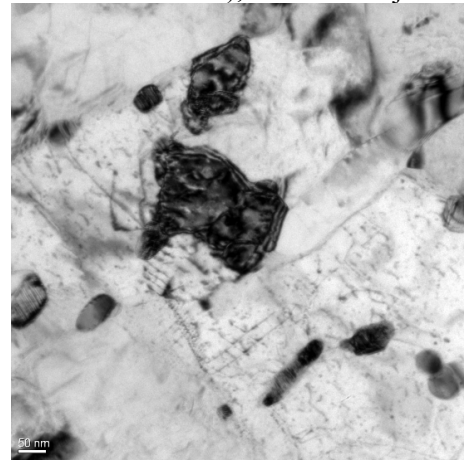
a) Węgliki typu $M_{23}C_6$ tworzące łańcuszki na granicach ziaren ($\varepsilon = 0,36\%$) – obrazowanie elektronowe (obraz STEM DF)



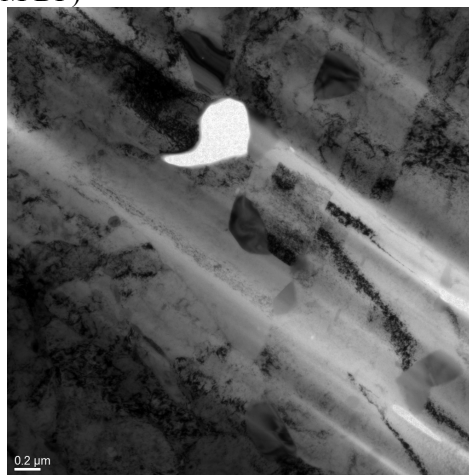
b) Węgliki typu $M_{23}C_6$ tworzące łańcuszki na granicach ziaren ($\varepsilon = 0,36\%$) – kontrast na podstawie składu chemicznego (obraz STEM HAADF), to samo miejsce



c) Węgliki typu $M_{23}C_6$ tworzące łańcuszki na granicach ziaren ($\varepsilon = 6,51\%$) – obrazowanie elektronowe (obraz STEM DF)



d) Rozmieszczenie węglików typu $M_{23}C_6$ ($\varepsilon = 6,51\%$) – obrazowanie elektronowe (obraz STEM DF)



e) Izolowane węgliki typu $M_{23}C_6$ przy pustce ($\varepsilon = 6,51\%$) - obrazowanie elektronowe (obraz STEM DF)

Rys. 134. Ilustracja rozmieszczenia węglików typu $M_{23}C_6$ w stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu

8.2.1.3. Wnioski dotyczące badań węglików

Badania stali 40HNMA z płaskownika oraz w stali 40HNMA z rurociągu w zakresie mikroskopii S/TEM wykazały obecność w ich strukturze różnych typów węglików. Dla obu grup materiałów nie można określić etapu pełzania laboratoryjnego na podstawie analizy stechiometrycznej węglików. Zaobserwowano różnice w rozmieszczeniu węglików w osnowie stali 40HNMA z płaskownika i stali 40HNMA z rurociągu. W pierwszym przypadku były one rozłożone równomiernie w osnowie materiału oraz miejscowo na granicach ziaren pierwotnego austenitu. W drugim przypadku węgliki były rozmieszczone głównie na granicach ziaren, skupiając się w postaci łańcuszków. Wyniki badań sugerują zatem, że stal 40HNMA z płaskownika powinna charakteryzować się większą odpornością na pełzanie (wyrażoną np. przez czas do zniszczenia). W rzeczywistości tak nie jest z uwagi na niską zawartość molibdenu w materiale (0,02%Mo) oraz niejednorodną osnowę stali, która zawiera obszary sorbitu o nie zachowanym układzie iglastym martenzytu.

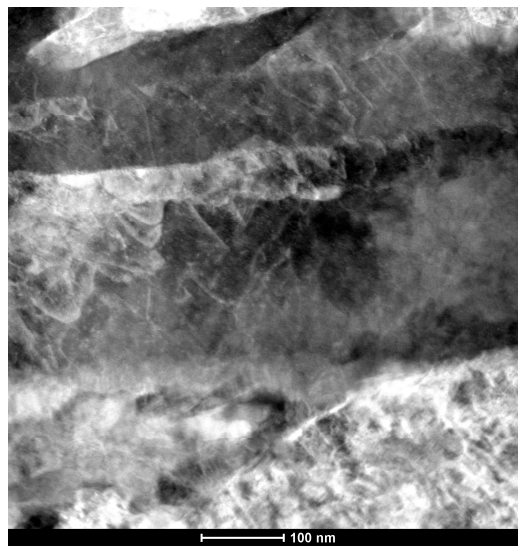
8.2.2. Mikrostruktura dyslokacyjna stali 40HNMA po symulowanych obciążeniach laboratoryjnych

W podrozdziale tym na rys. 135 zidentyfikowano za pomocą kontrastu HAADF mikroskopu S/TEM strukturę dyslokacyjną dla stali 40HNMA z płaskownika. Zastosowanie kontrastu HAADF (kontrast na podstawie składu chemicznego) lepiej uwidocznia dyslokacje niż obrazowanie elektronowe (kontrast STEM DF). Należy jednak powiedzieć, że badania te wykonano lokalnie w nanoobszarach. Przeprowadzenie dokładnej analizy gęstości dyslokacji wymagałoby przeprowadzenia analizy ilościowej, poprzedzonej zeskanowaniem znacznej powierzchni.

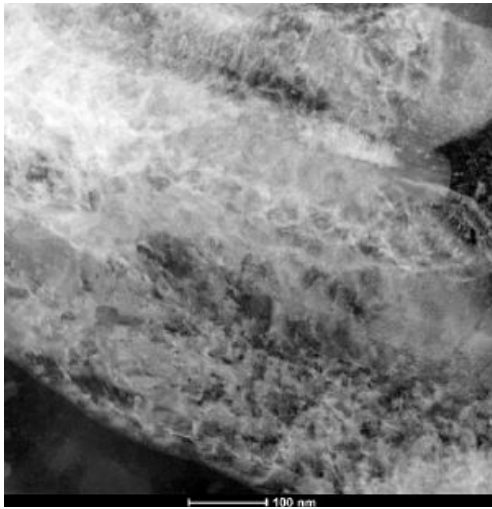
Analizując zamieszczone w pracy zdjęcia, można jednak stwierdzić, że stal 40HNMA z płaskownika po pełzaniu do wartości odkształcenia około 1,5% charakteryzuje się mniejszą liczbą dyslokacji niż stal przed próbą pełzania, po samym ulepszeniu cieplnym ($\varepsilon = 0\%$). Jest to zgodne z wynikami otrzymanymi w makroskali, ponieważ zaobserwowano obniżenie granicy plastyczności i wytrzymałości na rozciąganie oraz podwyższenie parametrów magnetycznych, takich jak całka i amplituda z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena i emisji magnetoakustycznej. Po czasie pełzania, niezbędnym do osiągnięcia odkształcenia trwałego wynoszącym około 7%, zaobserwowano nieznaczny wzrost liczebności

dyslokacji. W rezultacie granica plastyczności oraz wytrzymałość na rozciąganie wzrasta, a wartości parametrów magnetycznych obniżają się, ponieważ dyslokacje stanowią przeszkody w przemieszczaniu się ścian domenowych. W stali 40HNMA po pełzaniu do wartości odkształcenia około 15% dyslokacje widoczne są najwyraźniej w osnowie materiału. Trudno jednak na podstawie zamieszczonego zdjęcia jednoznacznie stwierdzić, czy jest ich mniej niż w stali odkształconej do wartości około 7%, co sugerują wyniki badań mechanicznych i magnetycznych. Trudność w oszacowaniu tej liczby wynika z nałożenia się na fotografii zamieszczonej na rys.135d linii dyslokacji i granic małych subziaren. Liczba dyslokacji stali 40HNMA po płynięciu plastycznym wydaje się nieznacznie zwiększać, co jest jednak również trudne jednoznacznie do stwierdzenia z powodu wyraźnie widocznych w materiale granic ziaren i podziaren.

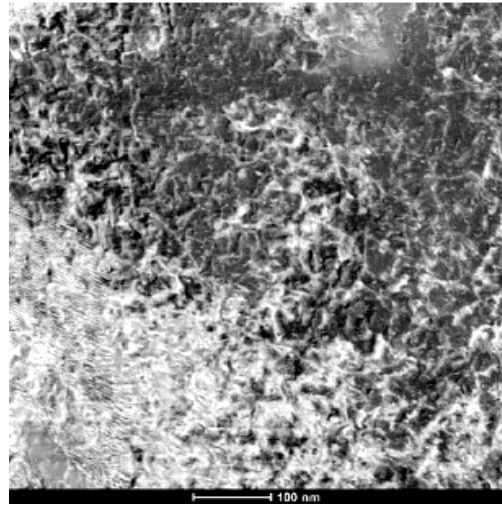
Przeprowadzona lokalnie w nanoobszarach obserwacja dyslokacji nie zaprzecza wynikom statycznej próby rozciągania oraz badaniom szumu Barkhausena i emisji magnetoakustycznej. Jednak dla sformułowania bardziej konstruktywnych wniosków, potrzebne są dalsze badania.



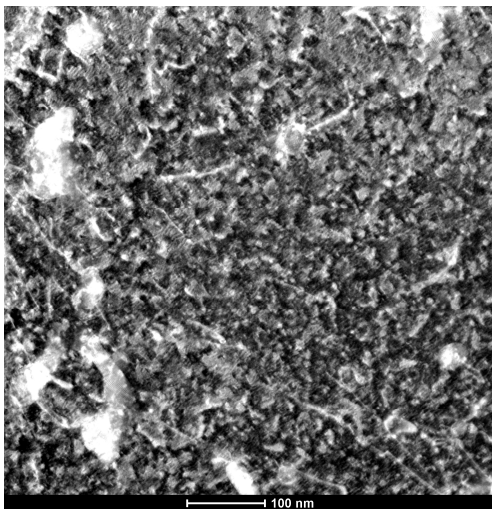
a) $\varepsilon = 0\%$



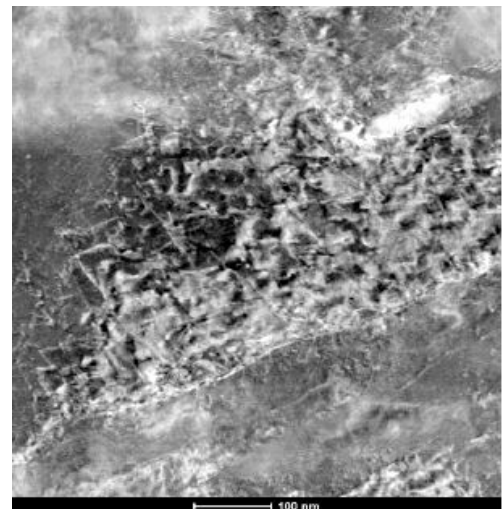
b) pełzanie, $\varepsilon = 1,48\%$



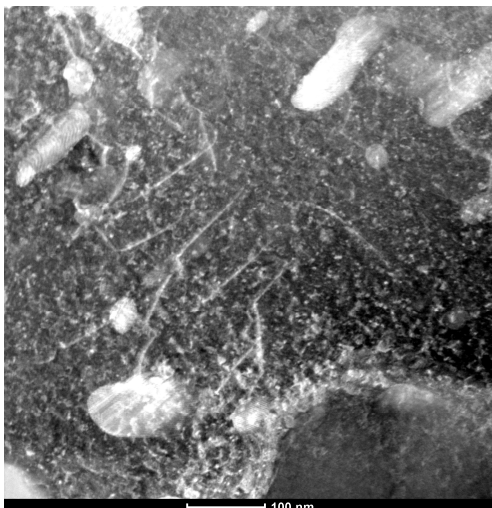
c) deformacja plastyczna, $\varepsilon = 1,39\%$



d) pełzanie, $\varepsilon = 7,06\%$



e) deformacja plastyczna, $\varepsilon = 6,85\%$



f) pełzanie, $\varepsilon = 15,04\%$



g) deformacja plastyczna, $\varepsilon = 13,20\%$

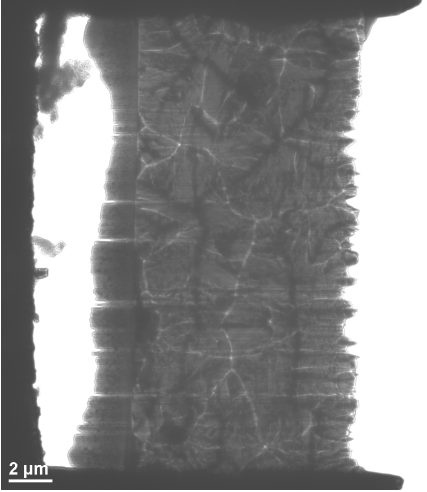
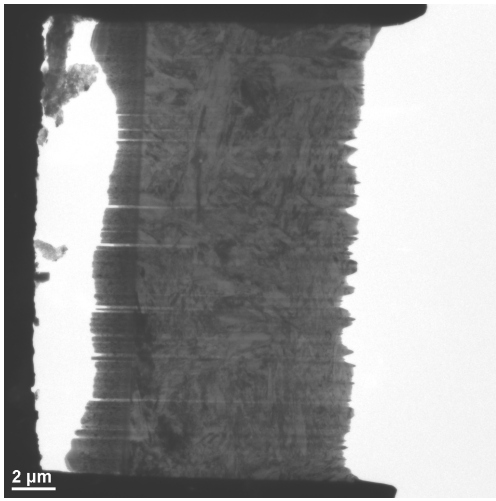
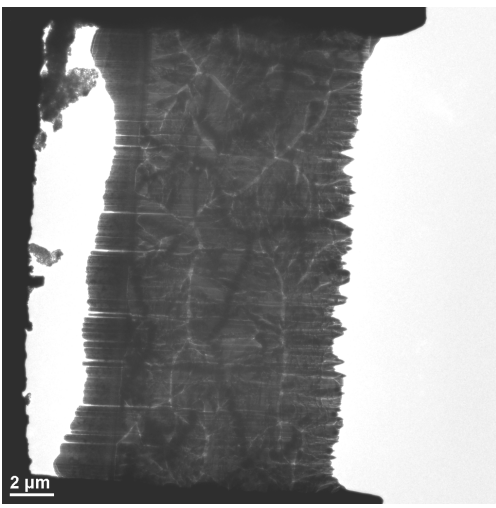
Rys. 135. Struktura dyslokacyjna stali 40HNMA po testach w warunkach laboratoryjnych

8.2.3. Mikrostruktura domenowa

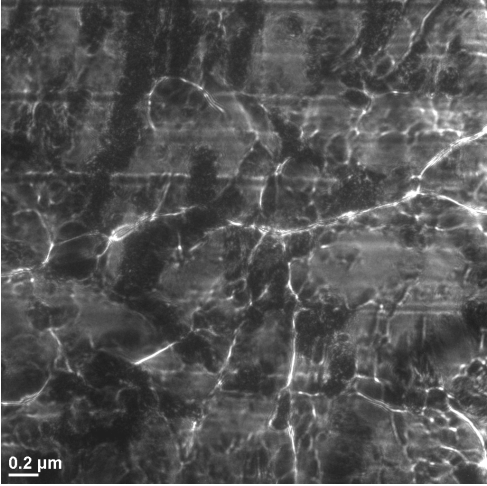
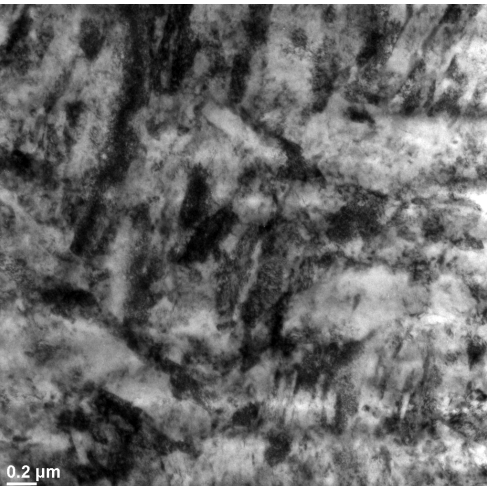
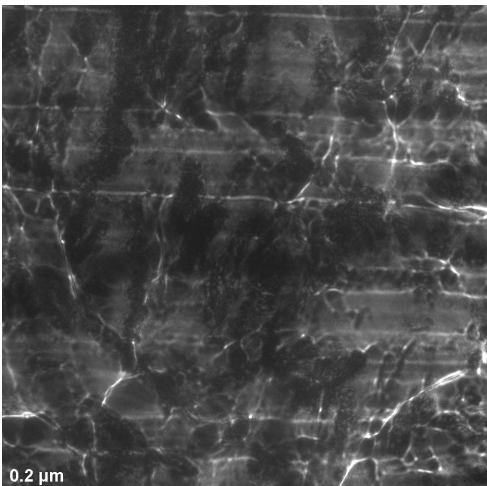
Jak opisano w pierwszym rozdziale, struktura domenowa powstaje w wyniku dążenia układu do stanu o minimalnej energii wewnętrznej [Encyklopedia fizyki współczesnej, 1983]. Siły wymiany, które wynikają z mechaniki kwantowej, powodują równoległe ustawienie sąsiednich nieskompensowanych momentów magnetycznych atomów w całym obszarze materiału ferromagnetycznego [Piech, 1998]. Jednak taka sytuacja nie jest korzystna energetycznie, ponieważ prowadzi do maksymalnego wzrostu energii magnetostaticznej. W celu obniżenia wartości tej energii ferromagnetyki są zbudowane z domen magnetycznych – obszarów namagnesowanych w przeciwnych kierunkach.

Rysunki 136-147 ilustrują strukturę domenową stali 40HNMA z płaskownika i z rurociągu przy różnych warunkach magnesowania (różnych wartościach Δf) oraz odpowiadającą im z tych samych obszarów mikrostrukturę krystaliczną. Uwidocznione struktury pozwalają zauważyć, że wielkość i kształt domen magnetycznych stali 40HNMA z płaskownika nie zmienia się na skutek zastosowanych rodzajów obciążenia wywołujących pełzanie i deformację plastyczną (rys. 136, 138, 141). Co więcej, wielkość i kształt domen magnetycznych stali 40HNMA z rurociągu (rys. 143, 145) jest podobny do wielkości i kształtu domen magnetycznych stali 40HNMA z płaskownika, pomimo różnicy w rozmieszczeniu węglików w obu stalach. W przypadku stali 40HNMA z płaskownika są one rozmieszczone równomiernie w osnowie materiału oraz miejscowo na granicach ziaren pierwotnego austenitu, natomiast w stali 40HNMA z rurociągu skupiają się one w postaci łańcuszków na granicach ziaren lub rzadziej - występują w sposób izolowany na granicach ziaren. Można zauważyć, że wraz ze zwiększeniem czasu obciążenia wywołującego pełzanie, pojawiły się w stali pustki, a wokół nich utworzyła się granica domykająca.

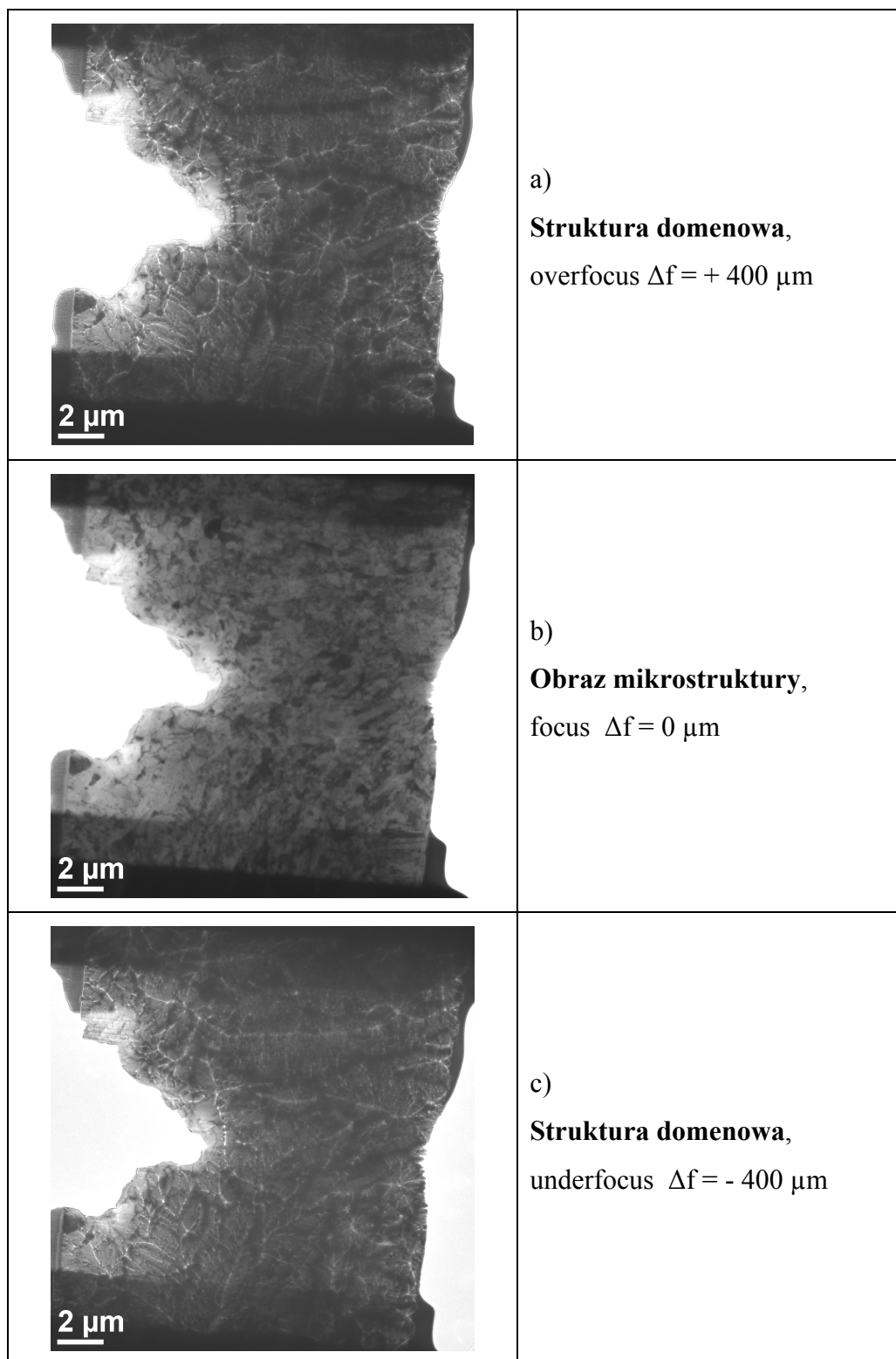
Chociaż nie stwierdzono zmiany kształtu i wielkości domen magnetycznych po zastosowaniu obciążenia, można na zdjęciach zaobserwować kotwiczenie granic domenowych na różnych elementach mikrostruktury: na węglkach (np. rys. 139, 140), łańcuszkach węglików (np. rys. 147), granicach ziaren (np. rys. 139, 140) i na pustkach (np. rys. 147).

	<p>a)</p> <p>Struktura domenowa, overfocus $\Delta f = + 400 \mu\text{m}$, poziome linie stanowią ślady po wiązce jonów Ga (a nie domeny)</p>
	<p>b)</p> <p>Obraz mikrostruktury, focus $\Delta f = 0 \mu\text{m}$</p>
	<p>c)</p> <p>Struktura domenowa, underfocus $\Delta f = - 400 \mu\text{m}$</p>

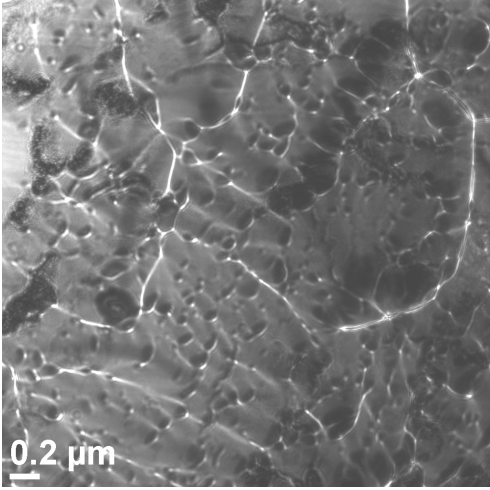
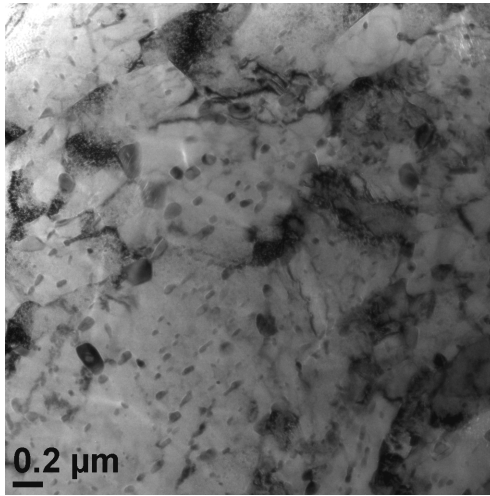
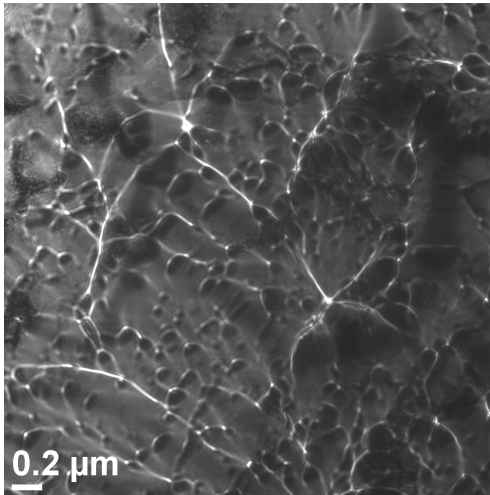
Rys. 136. Mikrostruktura domenowa i krystaliczna stali 40HNMA przed pełzaniem w warunkach laboratoryjnych, $\varepsilon = 0\%$, pow. $1050\times$

	<p>a)</p> <p>Struktura domenowa, overfocus $\Delta f = + 250 \mu\text{m}$, poziome linie stanowią ślady po wiązce jonów Ga (a nie domeny)</p>
	<p>b)</p> <p>Obraz mikrostruktury, focus $\Delta f = 0 \mu\text{m}$</p>
	<p>c)</p> <p>Struktura domenowa, underfocus $\Delta f = - 250 \mu\text{m}$</p>

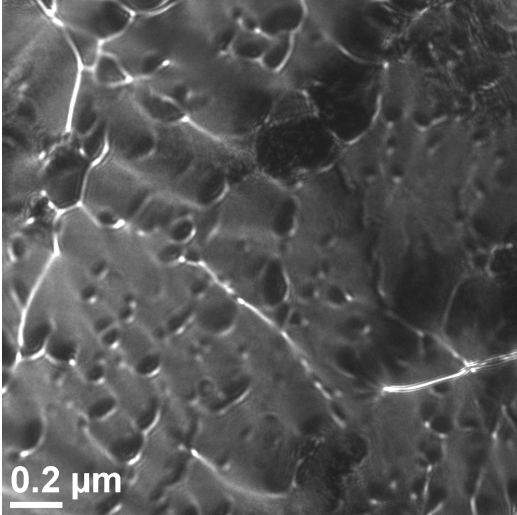
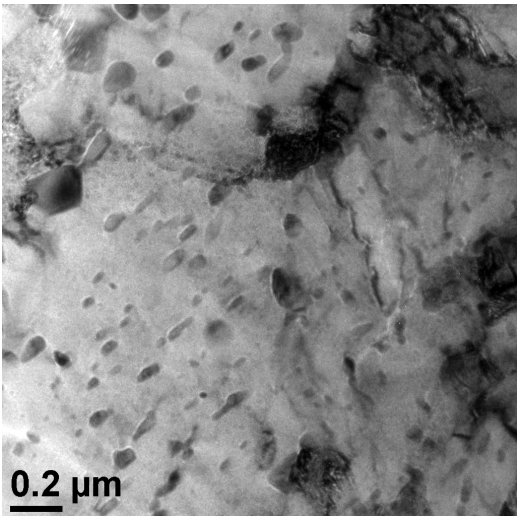
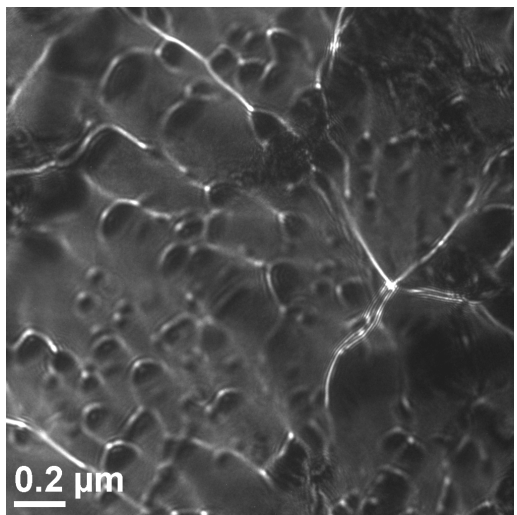
Rys. 137. Mikrostruktura domenowa i krystaliczna stali 40HNMA przed pełzaniem w warunkach laboratoryjnych, $\varepsilon = 0\%$, pow. $4700\times$



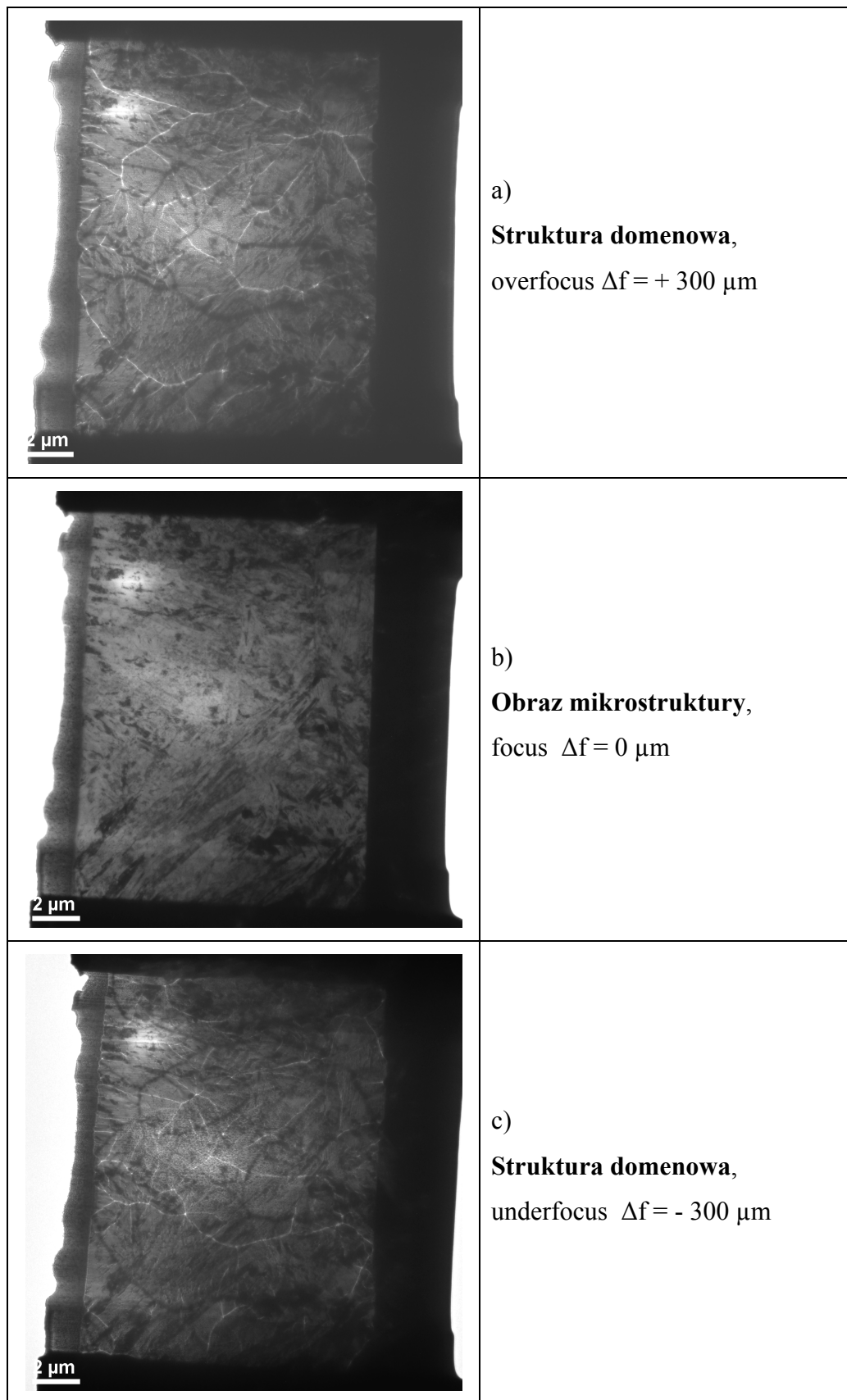
Rys. 138. Mikrostruktura domenowa i krystaliczna stali 40HNMA po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych, $\epsilon = 15,04\%$, pow. $1300\times$

	<p>a) Struktura domenowa, overfocus $\Delta f = + 300 \mu\text{m}$</p>
	<p>b) Obraz mikrostruktury, focus $\Delta f = 0 \mu\text{m}$</p>
	<p>c) Struktura domenowa, underfocus $\Delta f = - 300 \mu\text{m}$</p>

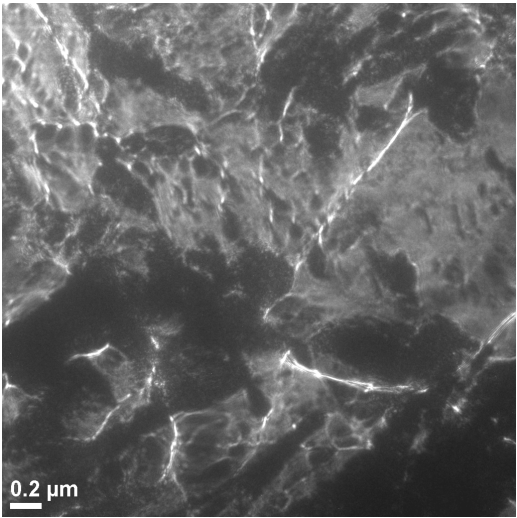
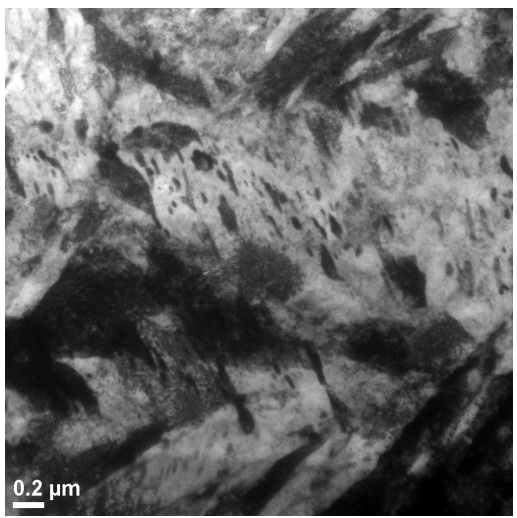
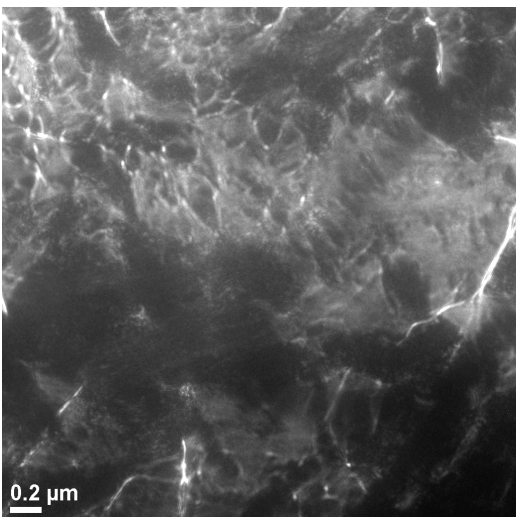
Rys. 139. Mikrostruktura domenowa i krystaliczna stali 40HNMA po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych, $\epsilon = 15,04\%$, pow. $2700\times$

	<p>a) Struktura domenowa, overfocus $\Delta f = + 250 \mu\text{m}$</p>
	<p>b) Obraz mikrostruktury, focus $\Delta f = 0 \mu\text{m}$</p>
	<p>c) Struktura domenowa, underfocus $\Delta f = - 250 \mu\text{m}$</p>

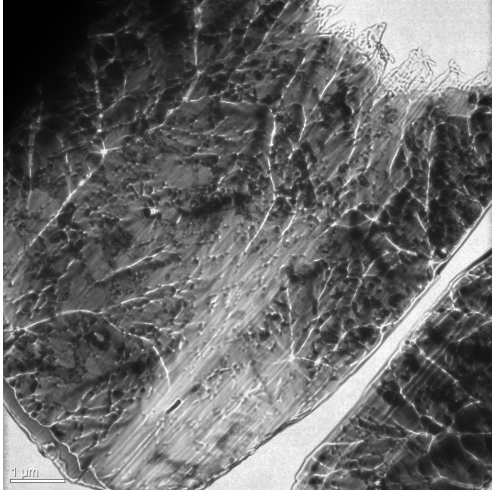
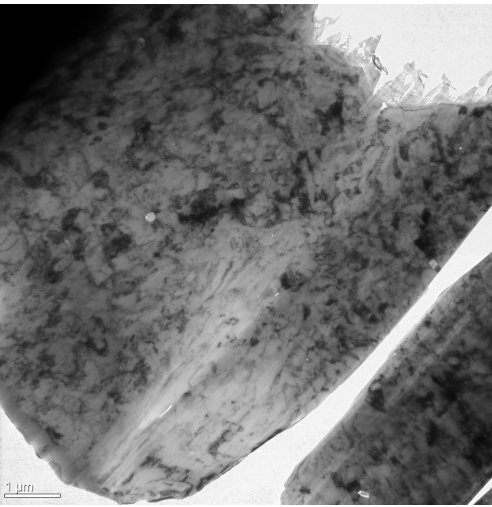
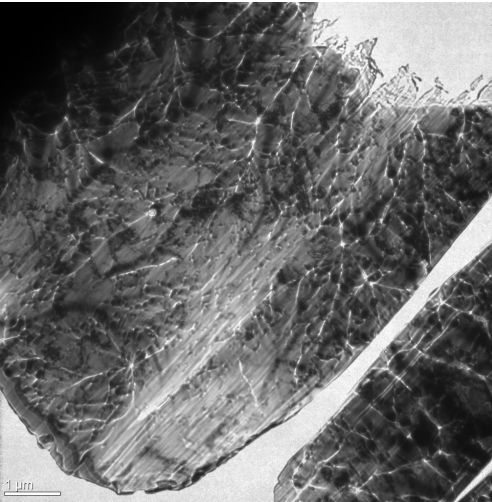
Rys. 140. Mikrostruktura domenowa i krystaliczna stali 40HNMA po pelzaniu w warunkach laboratoryjnych, $\epsilon = 15,04\%$, pow. $11500\times$



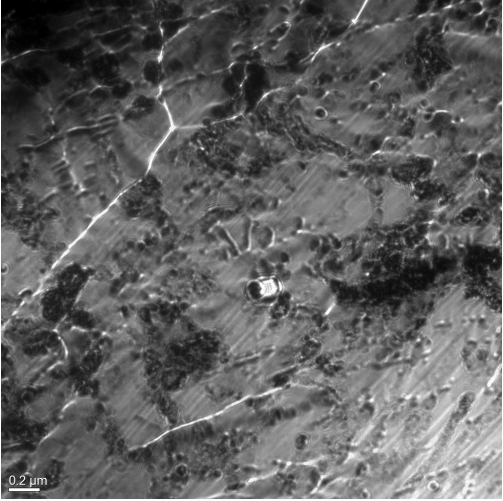

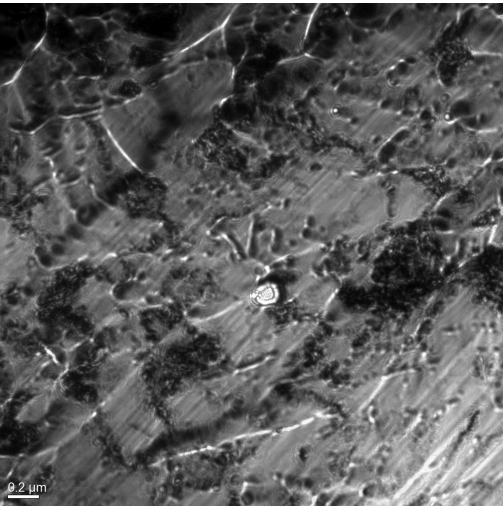
Rys. 141. Mikrostruktura domenowa i krystaliczna stali 40HNMA po deformacji plastycznej, $\epsilon = 13,20\%$, pow. $1050\times$

	<p>a) Struktura domenowa, overfocus $\Delta f = + 350 \mu\text{m}$,</p>
	<p>b) Obraz mikrostruktury, focus $\Delta f = 0 \mu\text{m}$</p>
	<p>c) Struktura domenowa, underfocus $\Delta f = - 350 \mu\text{m}$</p>

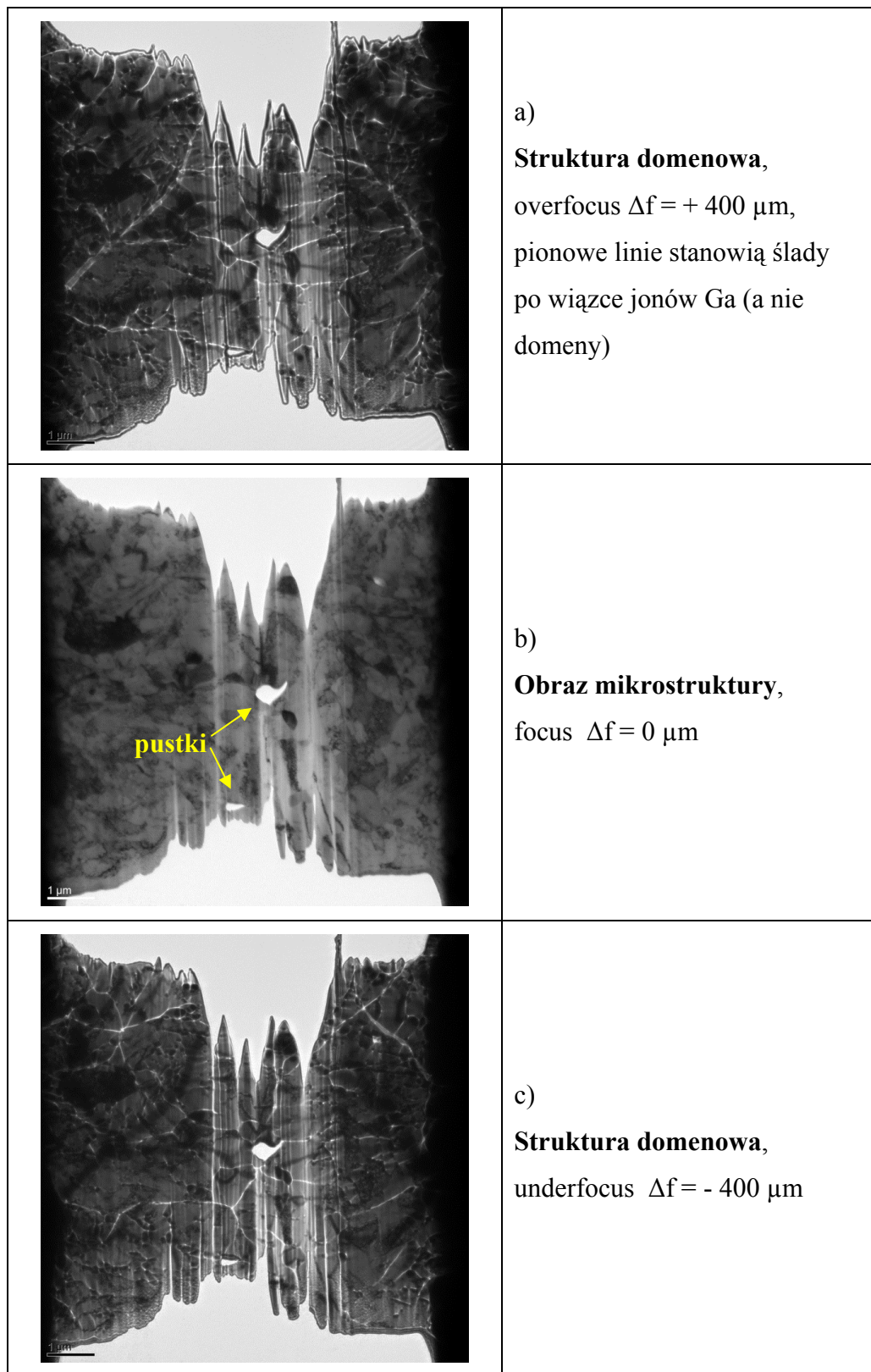
Rys. 142. Mikrostruktura domenowa i krystaliczna stali 40HNMA po deformacji plastycznej, $\epsilon = 13,20\%$, pow. $6700\times$

	<p>a) Struktura domenowa, overfocus $\Delta f = + 400 \mu\text{m}$</p>
	<p>b) Obraz mikrostruktury, focus $\Delta f = 0 \mu\text{m}$</p>
	<p>c) Struktura domenowa, underfocus $\Delta f = - 400 \mu\text{m}$</p>

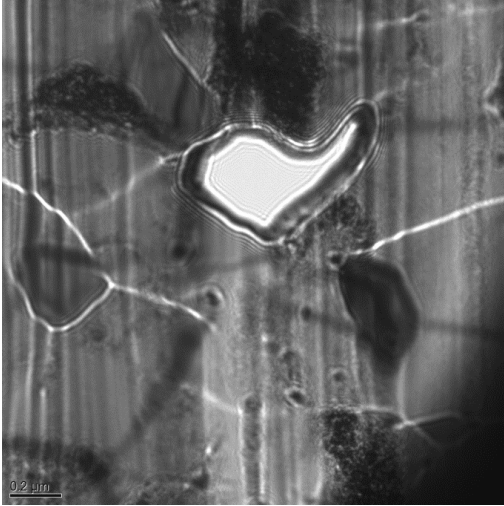
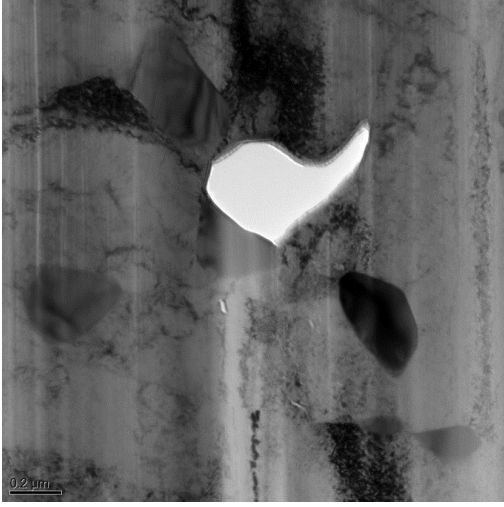
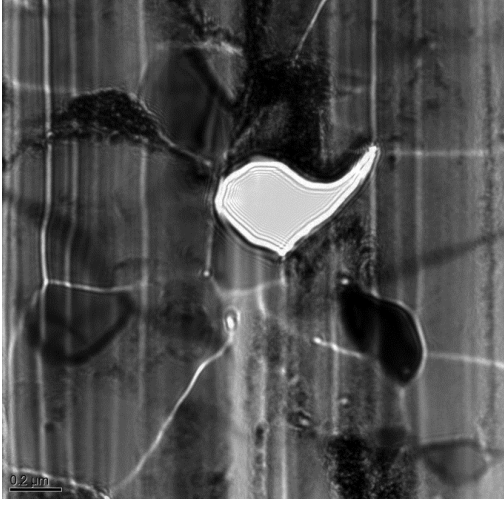
Rys. 143. Mikrostruktura domenowa i krystaliczna stali 40HNMA z rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych, $\epsilon = 0,36\%$, pow. $2700\times$

	<p>a) Struktura domenowa, overfocus $\Delta f = + 220 \mu\text{m}$,</p>
	<p>b) Obraz mikrostruktury, focus $\Delta f = 0 \mu\text{m}$</p>
	<p>c) Struktura domenowa, underfocus $\Delta f = - 220 \mu\text{m}$</p>

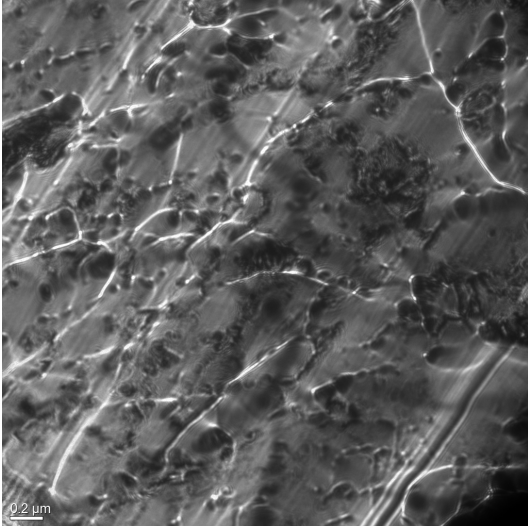
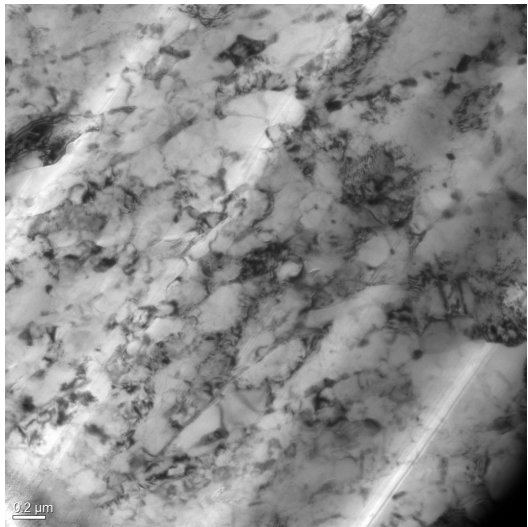
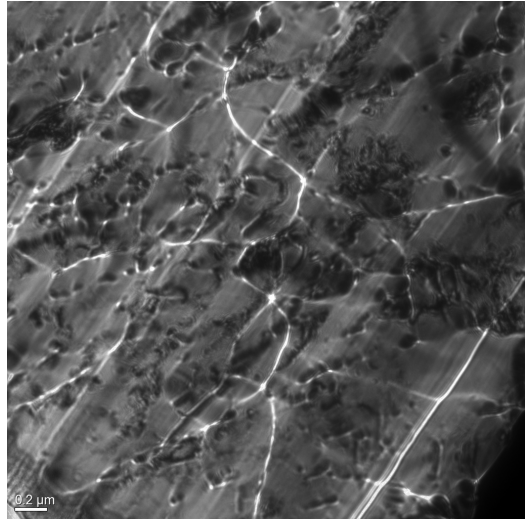
Rys. 144. Mikrostruktura domenowa i krystaliczna stali 40HNMA z rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych, $\epsilon = 0,36\%$, pow. $7000\times$



Rys. 145. Mikrostruktura domenowa i krystaliczna stali 40HNMA z rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych, $\epsilon = 6,51\%$, pow. $2700\times$

	<p>a) Struktura domenowa, overfocus $\Delta f = + 175 \mu\text{m}$, pionowe linie stanowią ślady po wiązce jonów Ga (a nie domeny)</p>
	<p>b) Obraz mikrostruktury, focus $\Delta f = 0 \mu\text{m}$</p>
	<p>c) Struktura domenowa, underfocus $\Delta f = - 175 \mu\text{m}$</p>

Rys. 146. Mikrostruktura domenowa i krystaliczna stali 40HNMA z rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych, $\varepsilon = 6,51\%$, pow. $11500\times$

	<p>a) Struktura domenowa, overfocus $\Delta f = + 220 \mu\text{m}$,</p>
	<p>b) Obraz mikrostruktury, focus $\Delta f = 0 \mu\text{m}$</p>
	<p>c) Struktura domenowa, underfocus $\Delta f = - 220 \mu\text{m}$</p>

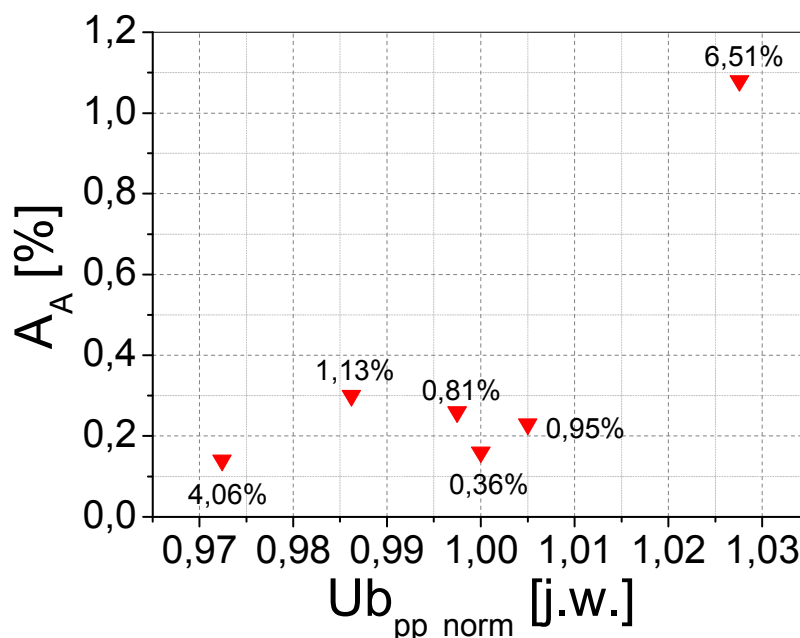
Rys. 147. Mikrostruktura domenowa i krystaliczna stali 40HNMA z rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych, $\varepsilon = 6,51\%$, obszar bez pustek, kotwiczenie ścian domenowych na łańcuszkach węglików, pow. $24000\times$

9. Opracowanie wzajemnych związków pomiędzy udziałem pustek, właściwościami mechanicznymi a parametrami wyznaczonymi na podstawie badań nieniszczących

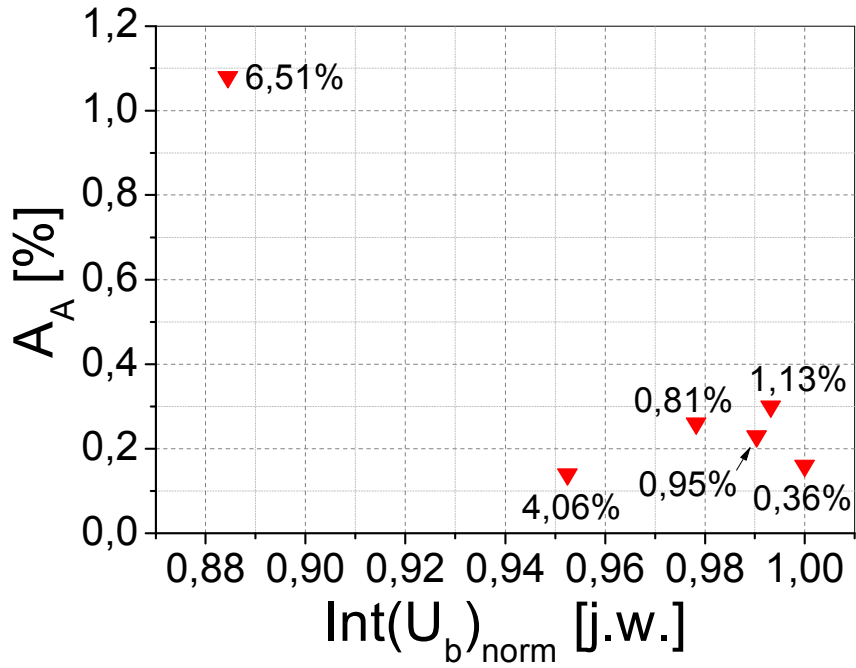
Tezy niniejszej rozprawy doktorskiej zakładają istnienie wzajemnych związków między parametrami wyznaczonymi za pomocą metod nieniszczących oraz niszczących. W niniejszym rozdziale przedstawiono takie związki pomiędzy udziałem pustek i parametrami wyznaczonymi ze statycznej próby rozciągania a parametrami pochodzącymi z badań magnetycznych oraz ultradźwiękowych.

9.1. Związki pomiędzy udziałem pustek a parametrami pochodzącymi z badań nieniszczących

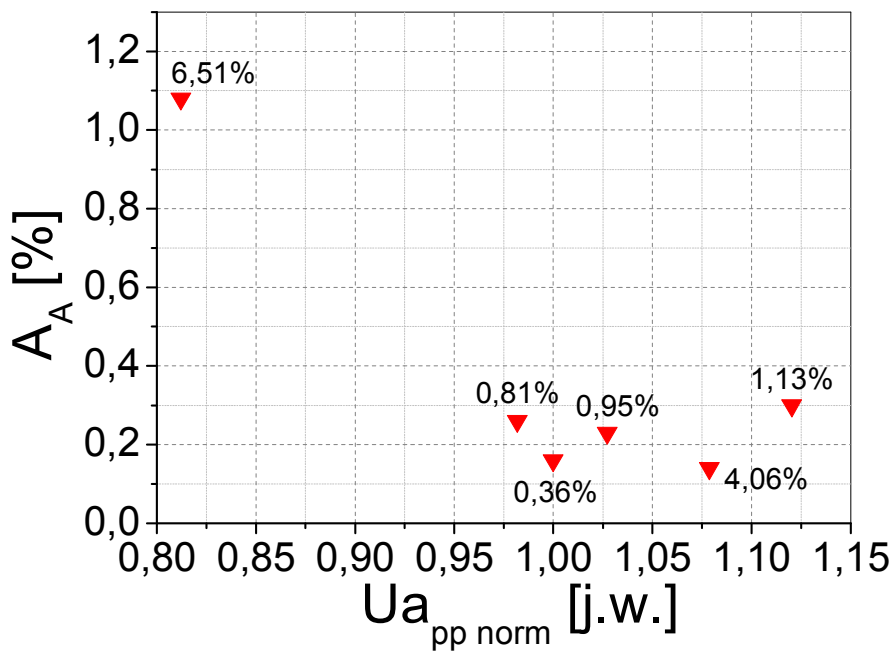
Wzajemne zależności między udziałem powierzchniowym pustek (A_A) oraz parametrami pochodzącymi z badań nieniszczących przedstawiono na rys. 148 i 149 (wyniki dla materiałów po pełzaniu), przy czym zgodnie z zasadą Delese'a, jak wspomniano wcześniej, $A_A = V_V$ [Underwood, 1970], [Ryś, 1995], gdzie V_V oznacza udział objętościowy pustek.



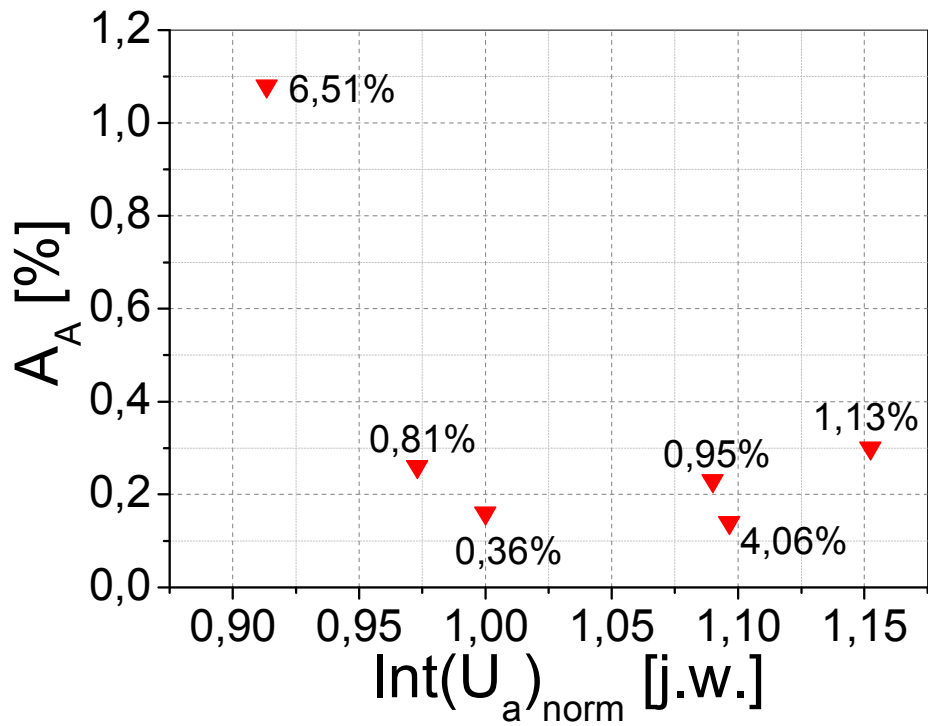
Rys. 148a. Udział powierzchniowy pustek w funkcji zmiany amplitudy z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali 40HNMA z rurociągu



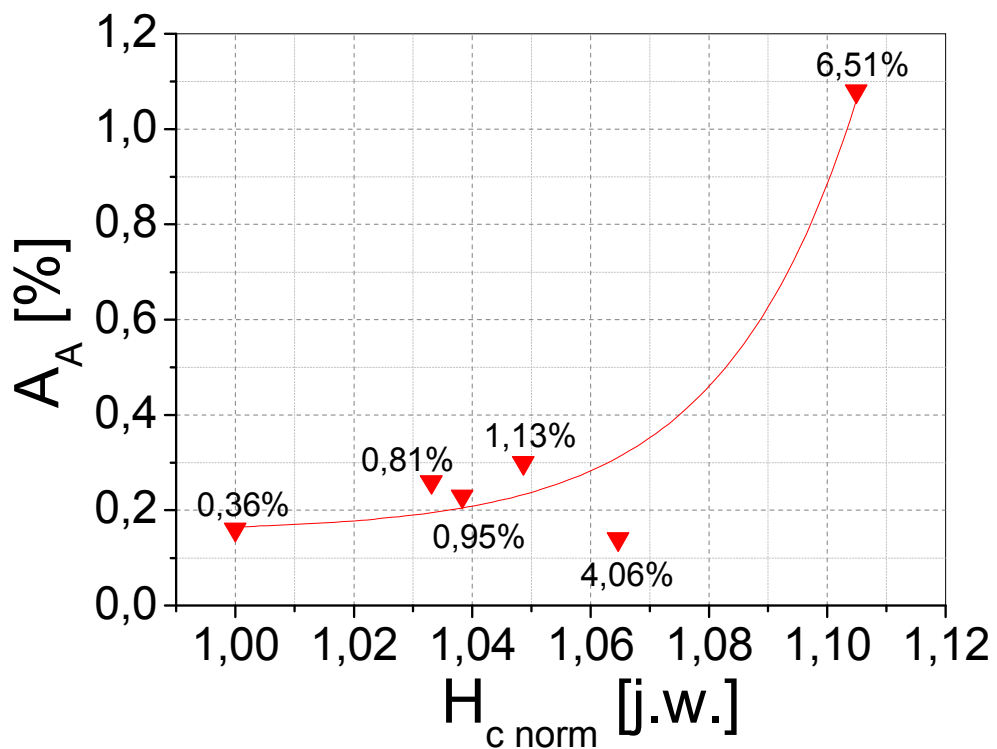
Rys. 148b. Udział powierzchniowy pustek w funkcji zmiany całki z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali 40HNMA z rurociągu



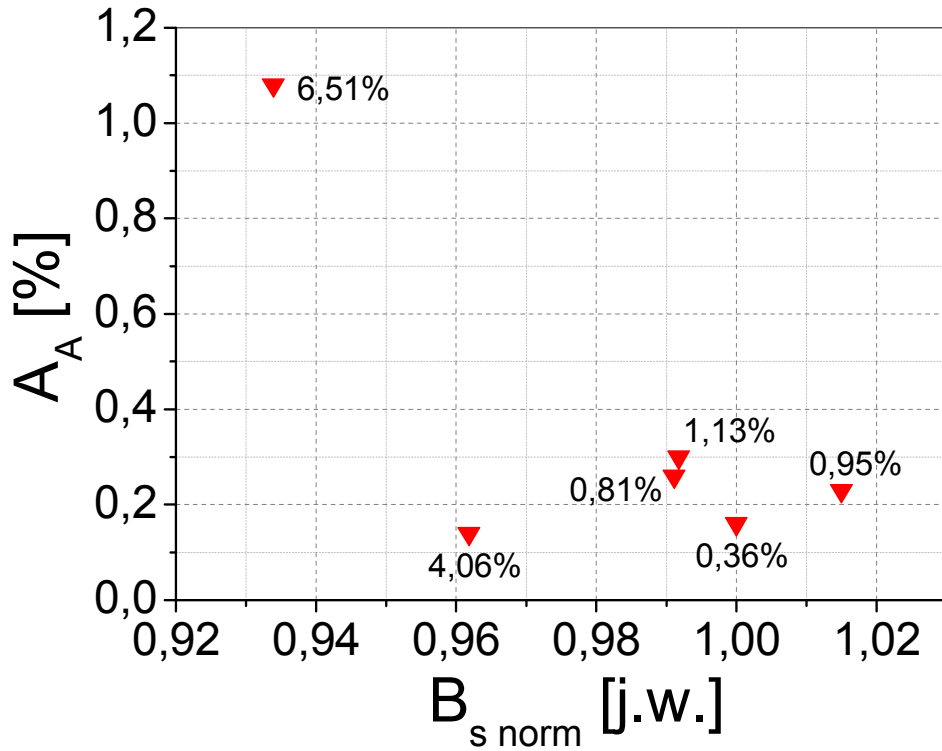
Rys. 148c. Udział powierzchniowy pustek w funkcji zmiany amplitudy obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z rurociągu



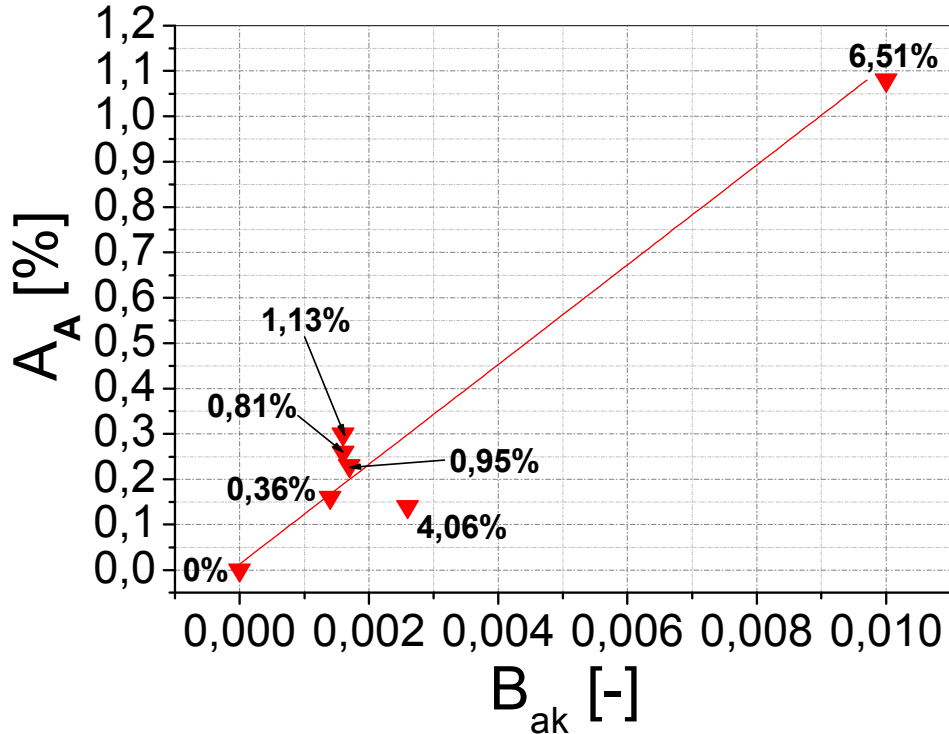
Rys. 148d. Udział powierzchniowy pustek w funkcji zmiany całki z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z rurociągu



Rys. 148e. Udział powierzchniowy pustek w funkcji zmiany pola koercji stali 40HNMA z rurociągu [Makowska et al., 2012]



Rys. 148f. Udział powierzchniowy pustek w funkcji indukcji nasycenia stali 40HNMA z rurociągu



Rys. 149. Udział powierzchniowy pustek w funkcji zmiany współczynnika dwójłomności akustycznej dla stali 40HNMA z rurociągu [Makowska et al., 2012]

Analiza zamieszczonych wykresów pozwala sformułować wniosek, że tylko pole koercji (rys. 148e) [Makowska et al., 2012] oraz współczynnik dwójłomności akustycznej (rys. 149) umożliwiają określenie udziału powierzchniowego pustek (A_A) w stali 40HNMA przy zadanych warunkach eksploatacyjnych. Między udziałem powierzchniowym pustek a polem koercji zaobserwowano związek wykładniczy, natomiast między udziałem powierzchniowym pustek a współczynnikiem dwójłomności akustycznej związek opisany funkcją liniową.

Związki te są opisane za pomocą różnych funkcji, ponieważ inne czynniki są odpowiedzialne za zmiany pola koercji i współczynnika dwójłomności akustycznej. W pierwszym przypadku jest to sukcesywna demagnetyzacja materiału, a w drugim zmiany wartości efektywnych modułów Younga w kierunku równoległym i prostopadłym do osi obciążenia na skutek utworzenia się i stopniowego zwiększania udziału powierzchniowego pustek.

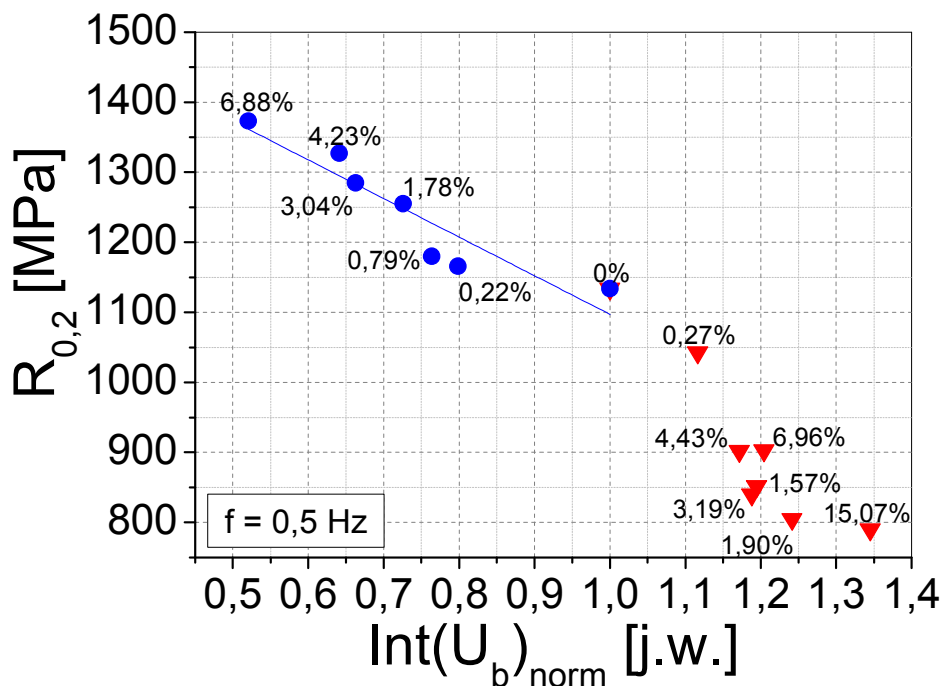
Zwraca również uwagę fakt, że zmiany pola koercji w zależności od odkształcenia trwałego zachodzą także zgodnie z przebiegiem funkcji wykładniczej. Z przeprowadzonej analizy wynika, że dla współczynnika dwójłomności akustycznej uzyskano lepsze dopasowanie funkcji niż w przypadku pola koercji. Wyniki dla próbek odkształconych w zakresie 0,81-1,13% na wykresie $A_A = f(B_{ak})$ na rys. 149 należy potraktować jako węzeł pomiarowy, bowiem wszystkie one charakteryzują drugi etap pelzania.

9.2. Związki pomiędzy parametrami pochodzącymi z badań mechanicznych i nieniszczących

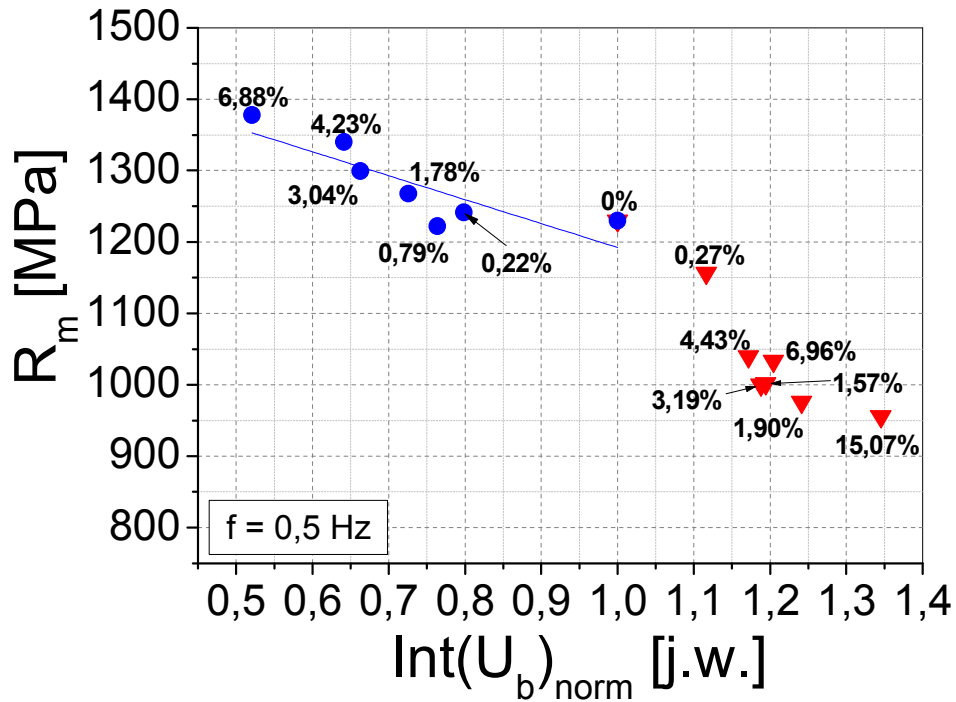
Zależności pomiędzy parametrami pochodzącymi z badań nieniszczących a właściwościami mechanicznymi otrzymanymi z prób rozciągania stali 40HNMA z płaskownika i z rurociągu oraz stali P91 przedstawiono na rys. 150-171. Na zamieszczonych wykresach podano wartości wstępnego odkształcenia trwałego próbek, aby stwierdzić, czy dane zależności mają charakter funkcyjny.

9.2.1. Całka wyznaczona z obwiedni sygnału napięciowego szumu Barkhausena

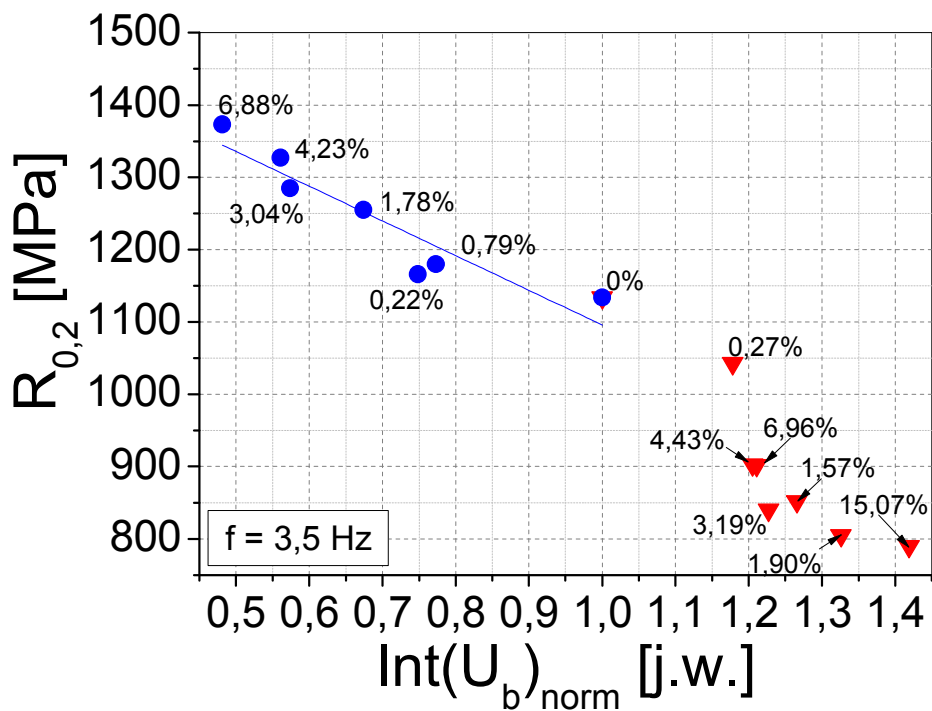
Zbadano wzajemne związki między wartością całki wyznaczonej z obwiedni sygnału napięciowego szumu Barkhausena, a umowną granicą plastyczności $R_{0,2}$ (rys. 150a, rys. 150c), granicą wytrzymałości doraźnej R_m (rys. 150b, rys. 150d) dla stali 40HNMA z płaskownika, R_e (rys. 151a) i R_m (rys. 151b) dla stali 40HNMA z rurociągu oraz $R_{0,2}$ (rys. 152a) i R_m (rys. 152b) dla stali P91.



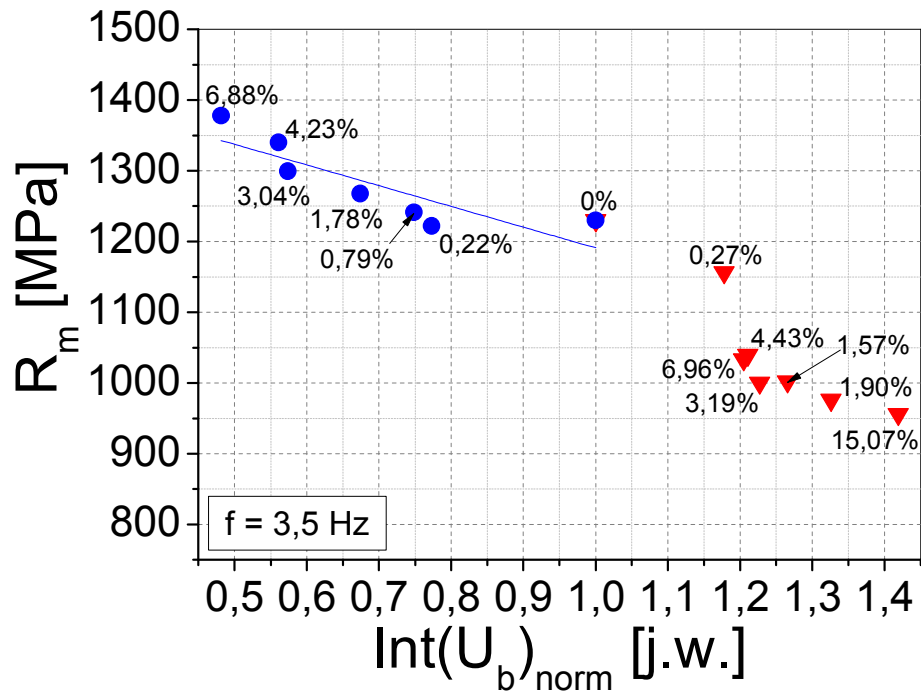
Rys. 150a. Związek między umowną granicą plastyczności a całką z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali 40HNMA z płaskownika (warunki wolnego magnesowania), (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



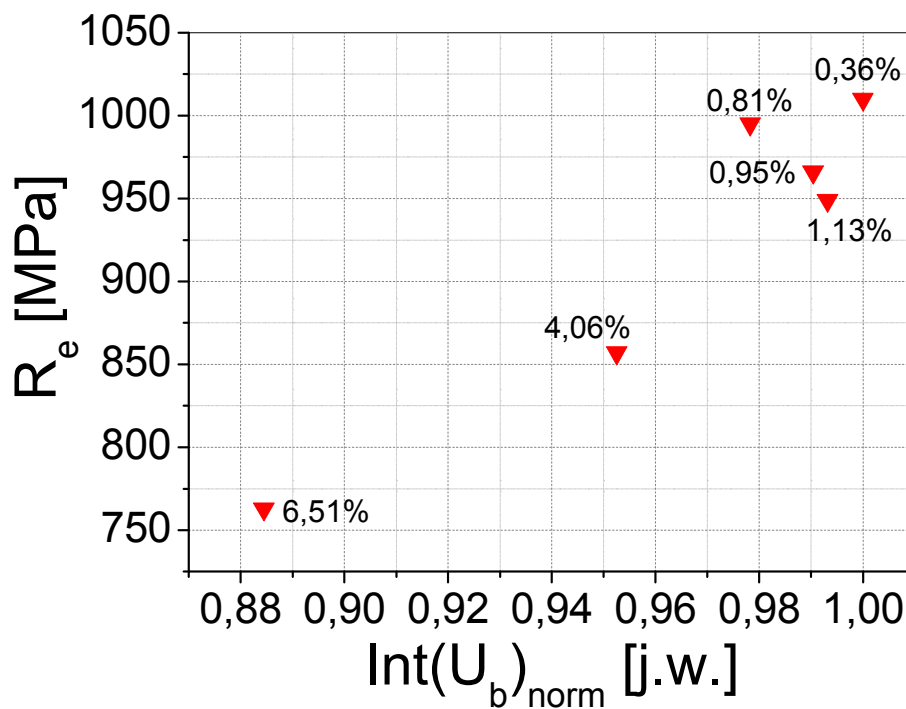
Rys. 150b. Związek między granicą wytrzymałości a całką z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali 40HNMA z płaskownika (warunki wolnego magnesowania), (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



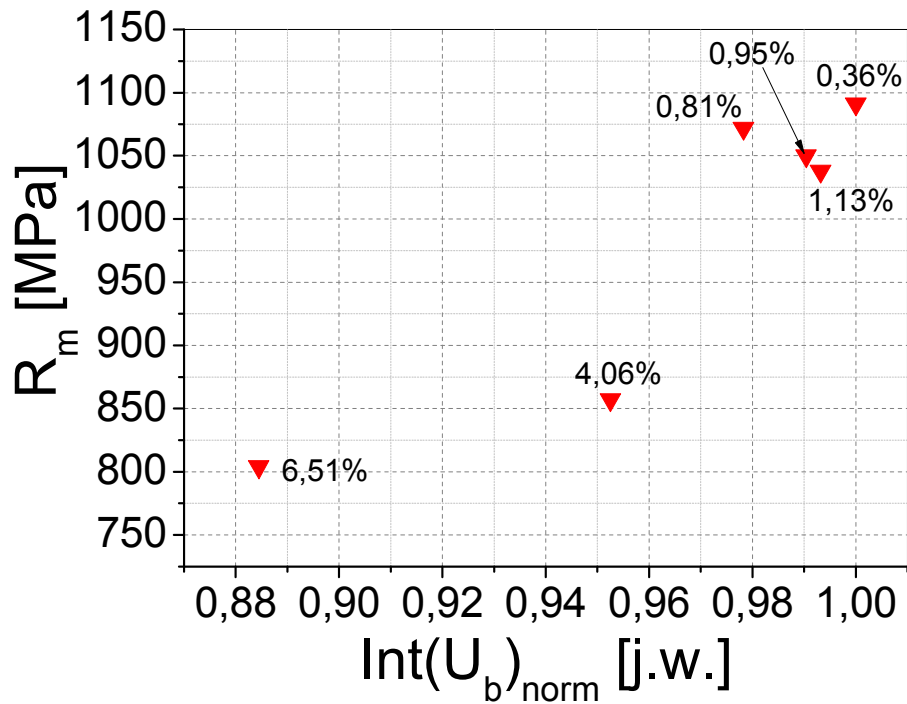
Rys. 150c. Związek między umowną granicą plastyczności a całką z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali 40HNMA z płaskownika (warunki szybkiego magnesowania), (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



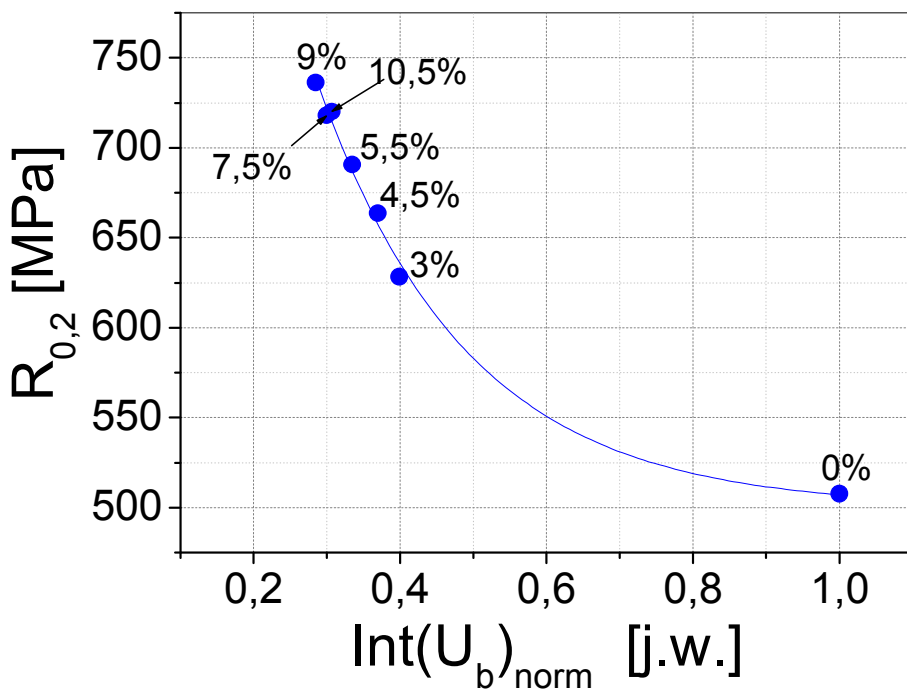
Rys. 150d. Związek między granicą wytrzymałości a całką z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali 40HNMA z płaskownika (warunki szybkiego magnesowania), (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



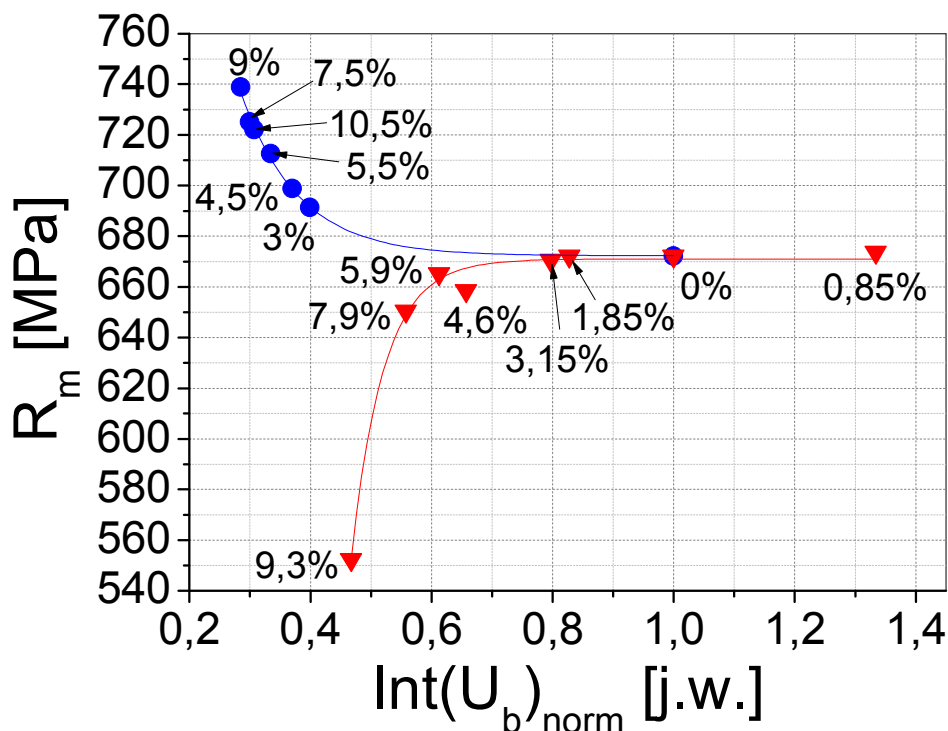
Rys. 151a. Związek między umowną granicą plastyczności a całką z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych [Makowska et al., 2013]



Rys. 151b. Związek między granicą wytrzymałości a całką z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych [Makowska et al., 2013]



Rys. 152a. Związek między umowną granicą plastyczności a całką z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali P91 po deformacji wprowadzonej wskutek plastycznego płynięcia [Makowska et al., 2014]

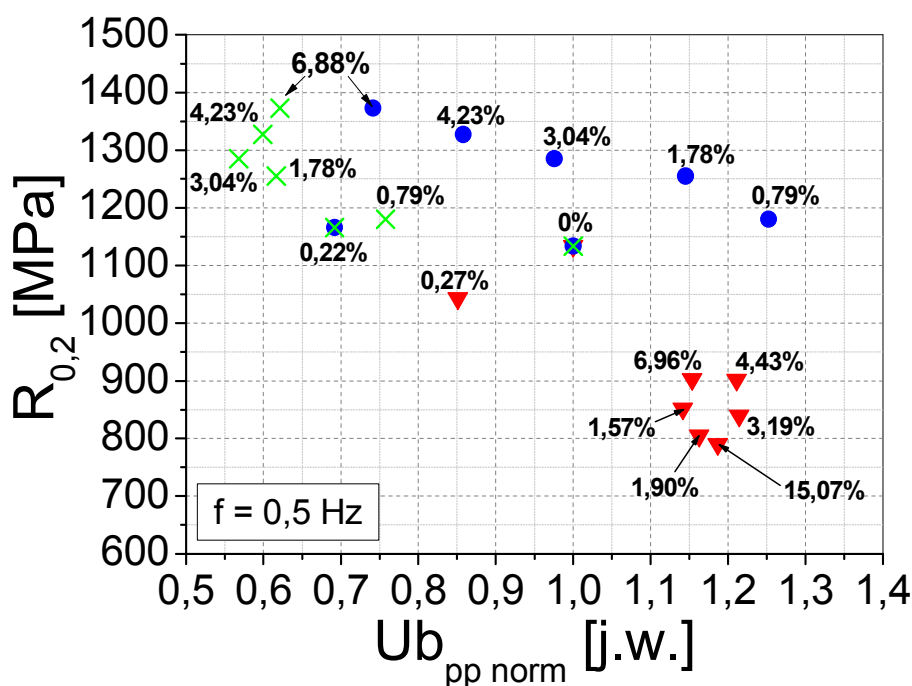


Rys. 152b. Związek między granicą wytrzymałości a całką z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali P91 (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna) [Makowska et al., 2014]

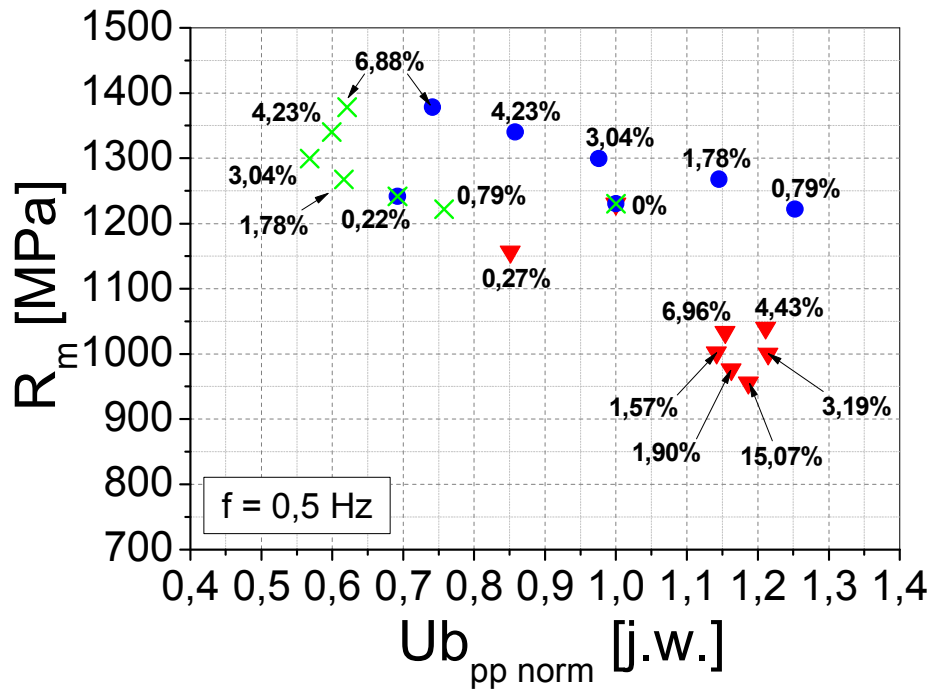
Przedstawione wykresy wskazują na występowanie związków funkcyjnych między granicą plastyczności/granicą wytrzymałości a całką z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena dla stali 40HNMA po deformacji plastycznej (rys. 150, 152). W przypadku stali 40HNMA z płaskownika są to zależności liniowe (rys. 150), natomiast w przypadku stali P91 – wykładnicze (rys. 152). Całka z sygnału napięciowego szumu Barkhausena umożliwia również oszacowanie granicy wytrzymałości stali P91 po pełzaniu laboratoryjnym (rys. 152b). Dotyczy to drugiego i trzeciego etapu pełzania. Zaobserwowano ponadto, że wartościom granicy plastyczności i wytrzymałości stali 40HNMA z płaskownika odpowiadają wyższe wartości całki dla serii próbek po pełzaniu niż dla serii po deformacji plastycznej (rys. 150). Stanowi to konsekwencję działania temperatury, która powoduje częściową anihilację defektów w materiale, skutkując obniżeniem procesu umacniania materiału (jednocześnie zachodzi proces zdrowienia i deformacji plastycznej) oraz podwyższeniem wartości parametru $\text{Int}(U_b)$.

9.2.2. Amplituda wyznaczona z obwiedni sygnału napięciowego szumu Barkhausena

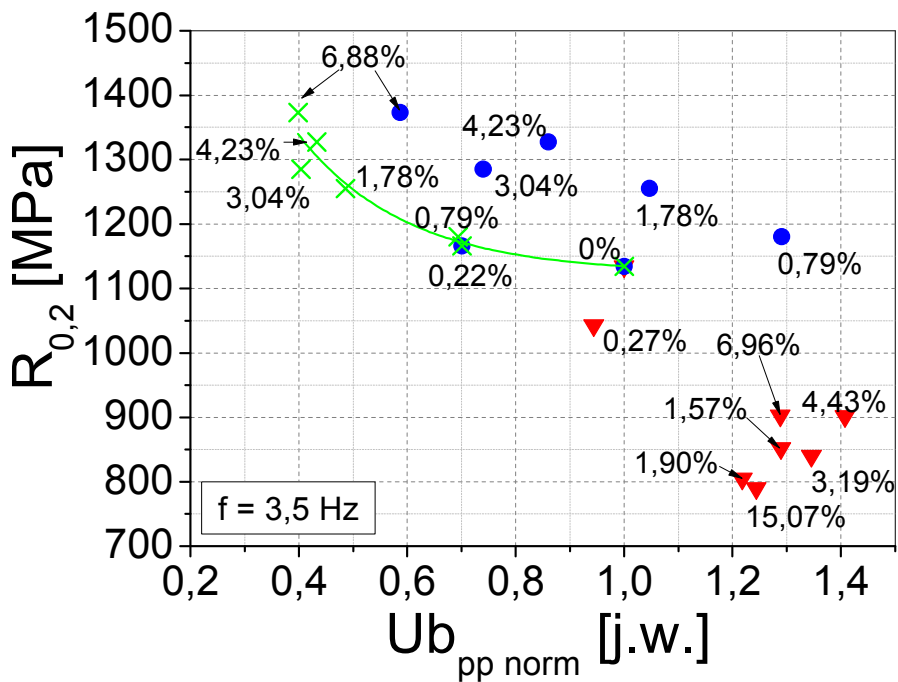
Zbadano wzajemne związki między wartością amplitudy wyznaczonej z obwiedni sygnału napięciowego szumu Barkhausena, a umowną granicą plastyczności $R_{0,2}$ (rys. 153a, rys. 153c), granicą wytrzymałości doraźnej R_m (rys. 153b, rys. 153d) dla stali 40HNMA z płaskownika, R_e (rys. 154a) i R_m (rys. 154b) dla stali 40HNMA z rurociągu oraz $R_{0,2}$ (rys. 155a) i R_m (rys. 155b) dla stali P91.



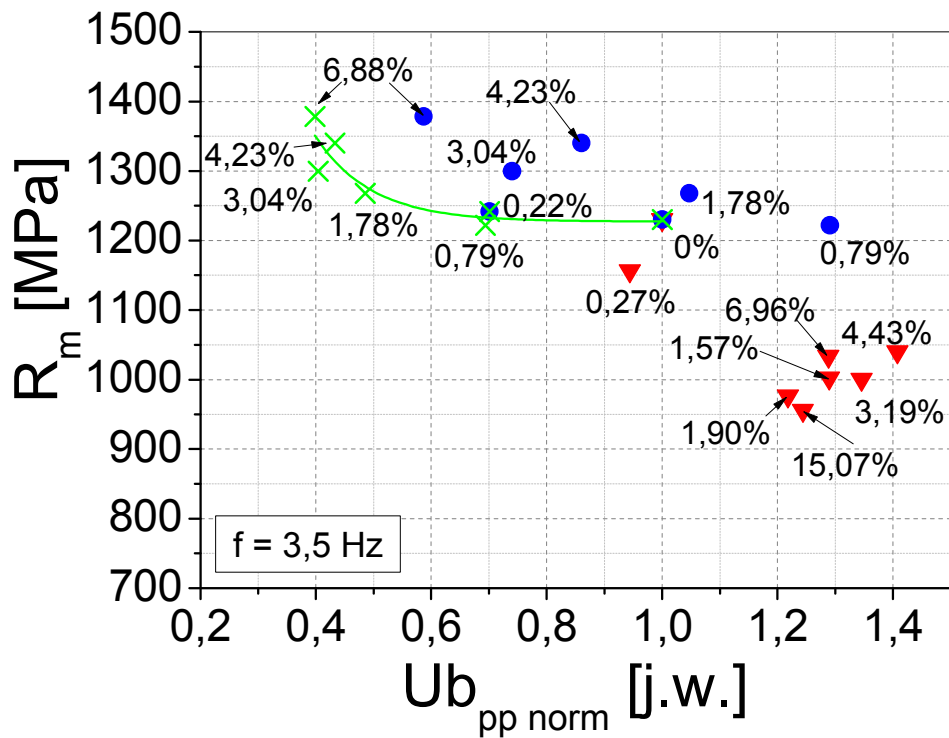
Rys. 153a. Związek między umowną granicą plastyczności a amplitudą z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali 40HNMA z płaskownika (warunki wolnego magnesowania), (trójkąty – pełzanie; kółka – deformacja plastyczna, lewy pik; krzyżyki – deformacja plastyczna, prawy pik)



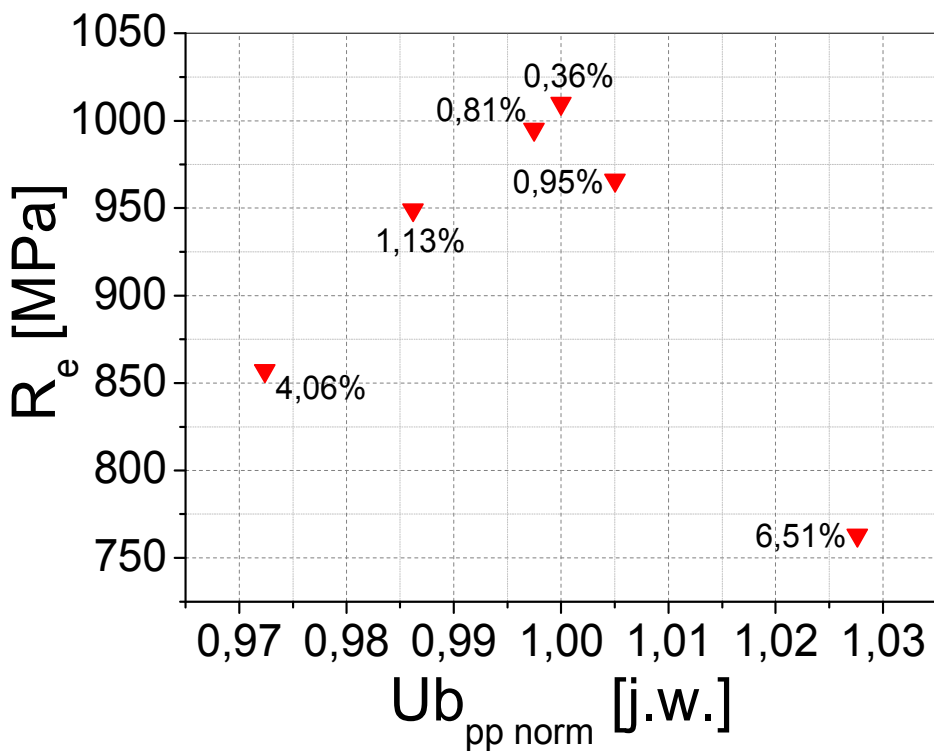
Rys. 153b. Związek między granicą wytrzymałości a amplitudą z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali 40HNMA z płaskownika (warunki wolnego magnesowania), (trójkąty – pełzanie; kółka – deformacja plastyczna, lewy pik; krzyżyki – deformacja plastyczna, prawy pik)



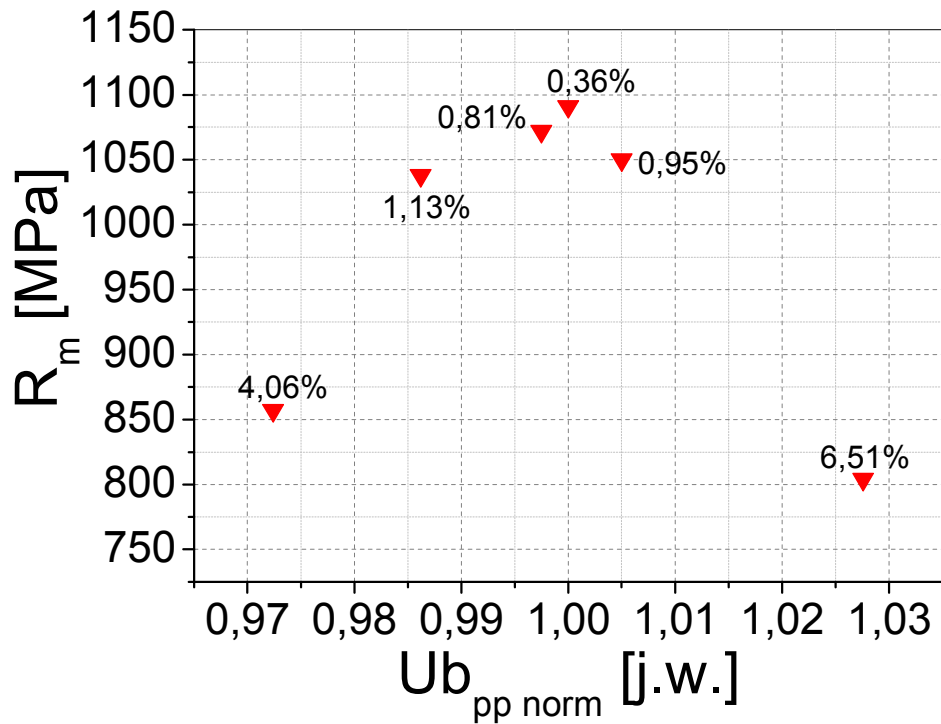
Rys. 153c. Związek między umowną granicą plastyczności a amplitudą z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali 40HNMA z płaskownika (warunki szybkiego magnesowania), (trójkąty – pełzanie; kółka – deformacja plastyczna, lewy pik; krzyżyki – deformacja plastyczna, prawy pik)



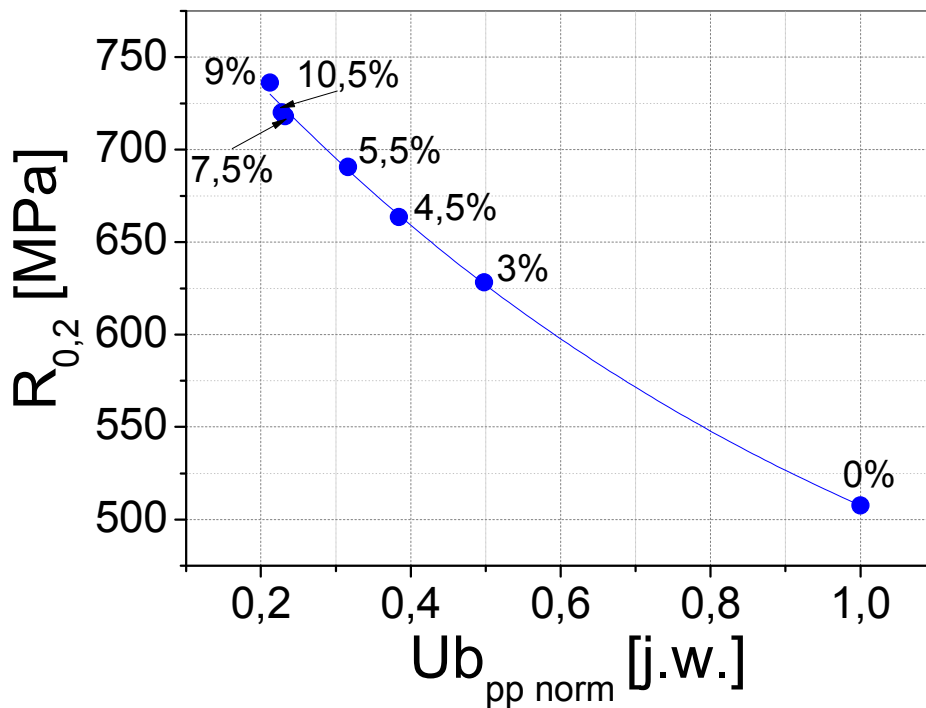
Rys. 153d. Związek między granicą wytrzymałości a amplitudą z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali 40HNMA z płaskownika (warunki szybkiego magnesowania), (trójkąty – pełzanie; kółka – deformacja plastyczna, lewy pik; krzyżyki – deformacja plastyczna, prawy pik)



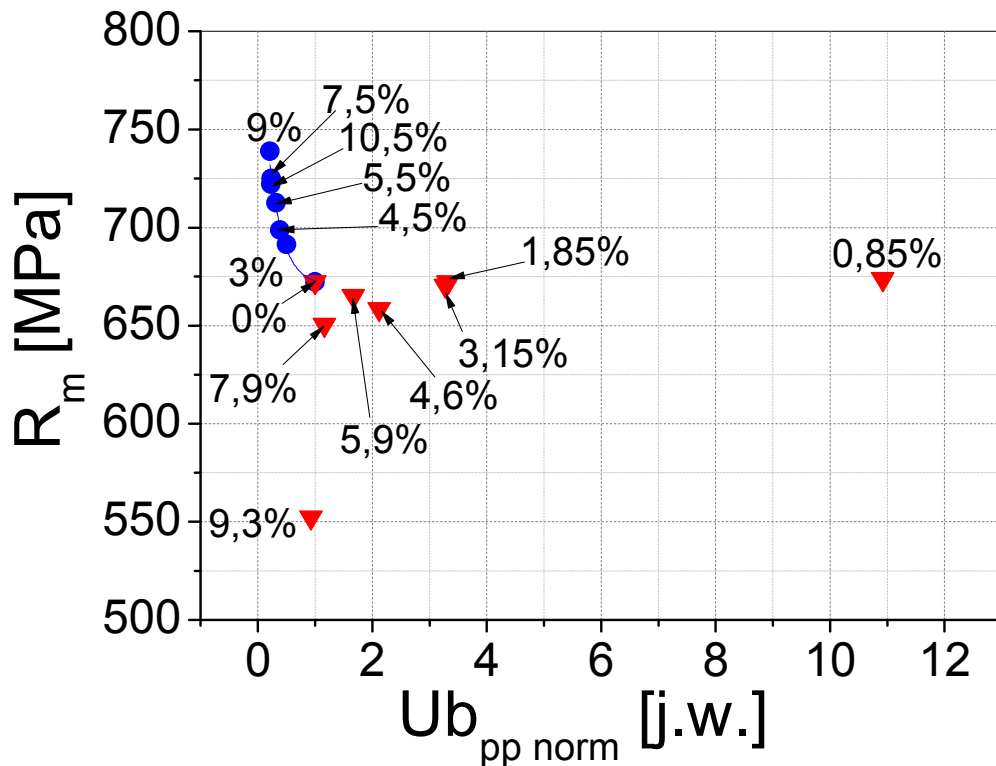
Rys. 154a. Związek między wyraźną granicą plastyczności a amplitudą z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych



Rys. 154b. Związek między granicą wytrzymałości a amplitudą z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych



Rys. 155a. Związek między umowną granicą plastyczności a amplitudą z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali P91 po płynięciu plastycznym [Makowska et al., 2014]



Rys. 155b. Związek między granicą wytrzymałości a amplitudą z obwiedni rms szumu Barkhausena dla stali P91 (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna) [Makowska et al., 2014]

Między amplitudą wyznaczoną z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena a umowną granicą plastyczności oraz wytrzymałością na rozciąganie materiałów po deformacji plastycznej otrzymano związki wyrażające się funkcjami wykładniczymi (rys. 153, 155). W przypadku stali 40HNMA z płaskownika relację taką stwierdzono jednak tylko w warunkach szybkiego magnesowania, dla pikę występującego przy wyższym natężeniu pola magnetycznego (prawy pik na obwiedni sygnału napięciowego emisji magnetoakustycznej), (rys. 153e,d). Za jego obecność odpowiada sorbit o zachowanym układzie iglastym martenzytu.

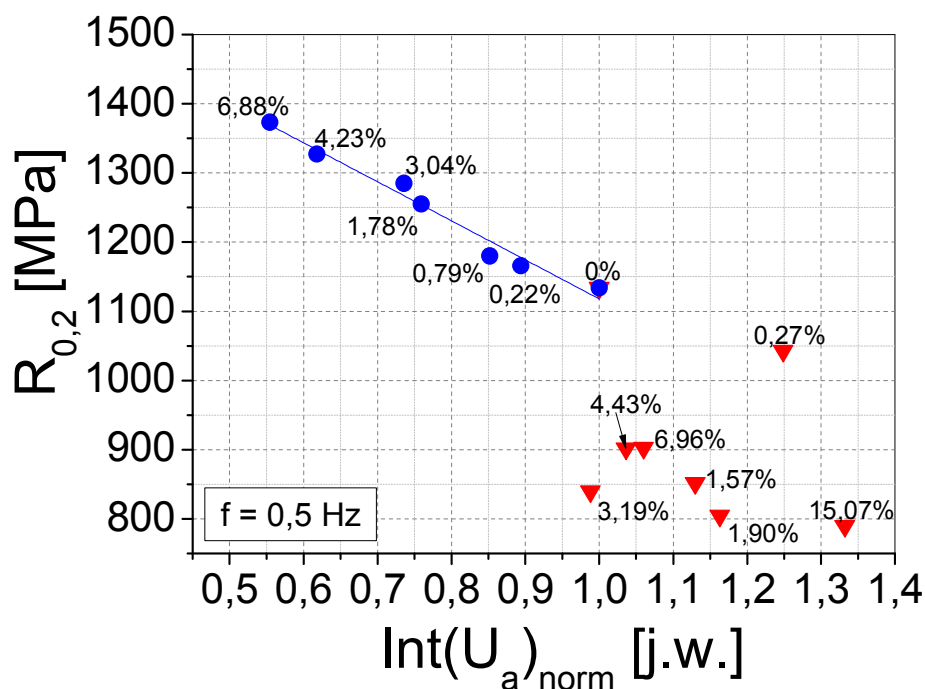
Ponieważ próbki stali P91 odkształcone na skutek deformacji plastycznej w zakresie od 7,5% do 10,5% charakteryzowały się zbliżonymi wartościami granicy plastyczności i wytrzymałości, dopasowano funkcję dla całego zakresu wyników odpowiadającym wszystkim próbkom po odkształceniu wstępnym (jest to tzw. węzeł pomiarowy), (rys. 155a,b).

Nie znaleziono funkcyjnych związków między właściwościami mechanicznymi badanych stali poddanych próbom pełzania a amplitudą szumu Barkhausena (rys. 154a,b). Zaobserwowano jednak, że wartościom granicy wytrzymałości stali P91 po

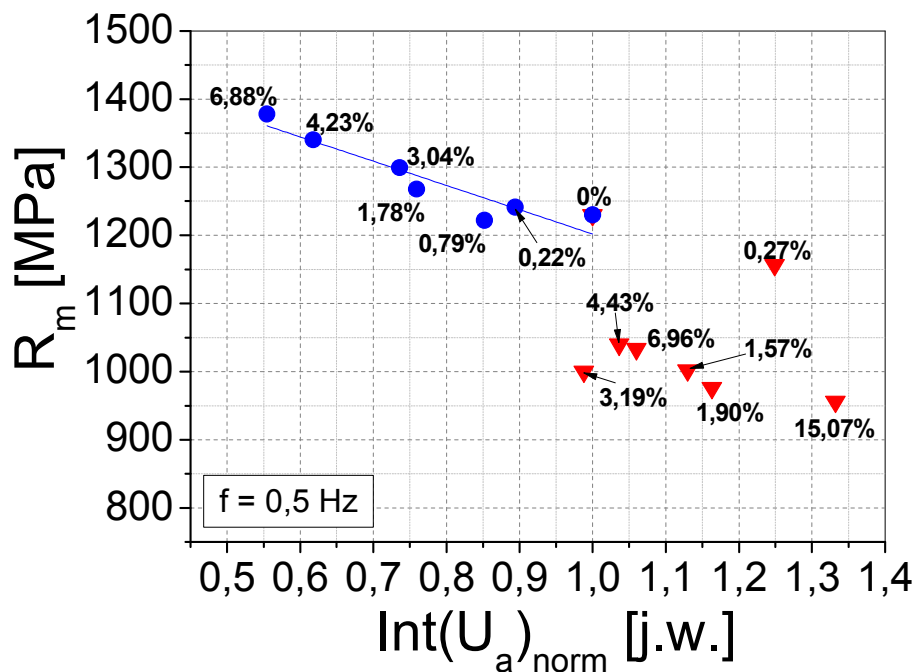
pełzaniu (laboratoryjnym) odpowiadają wyższe wartości amplitudy sygnału napięciowego szumu Barkhausena, natomiast wartościom granicy wytrzymałości stali P91 po deformacji plastycznej – niższe (rys. 155b).

9.2.3. Całka wyznaczona z obwiedni sygnału napięciowego emisji magnetoakustycznej

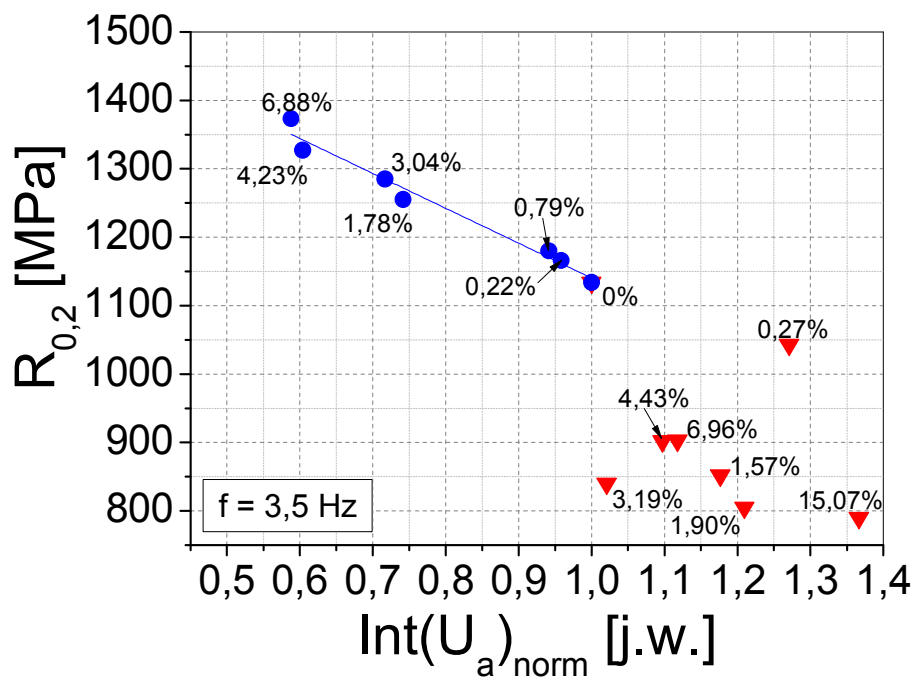
Zbadano wzajemne związki między wartością całki wyznaczonej z obwiedni sygnału napięciowego emisji magnetoakustycznej, a umowną granicą plastyczności $R_{0,2}$ (rys. 156a, rys. 156c), granicą wytrzymałości doraźnej R_m (rys. 156b, rys. 156d) dla stali 40HNMA z płaskownika, R_e (rys. 157a) i R_m (rys. 157b) dla stali 40HNMA z rurociągu oraz $R_{0,2}$ (rys. 158a) i R_m (rys. 158b) dla stali P91.



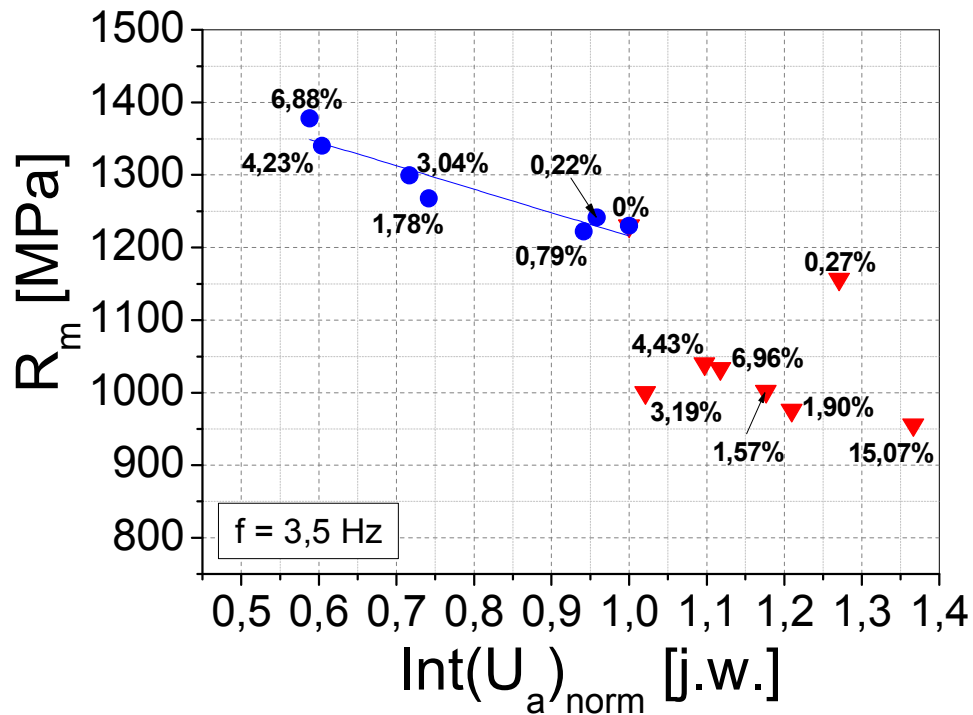
Rys 156a. Związek między umowną granicą plastyczności a całką z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z płaskownika (warunki wolnego magnesowania), (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



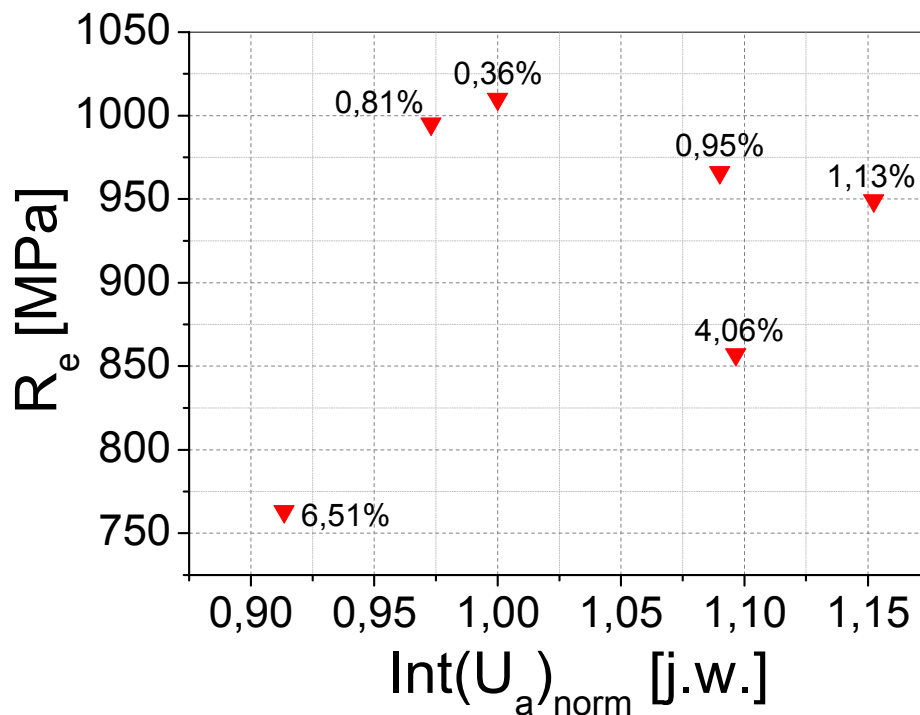
Rys. 156b. Związek między granicą wytrzymałości a całką z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z płaskownika (warunki wolnego magnesowania), (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



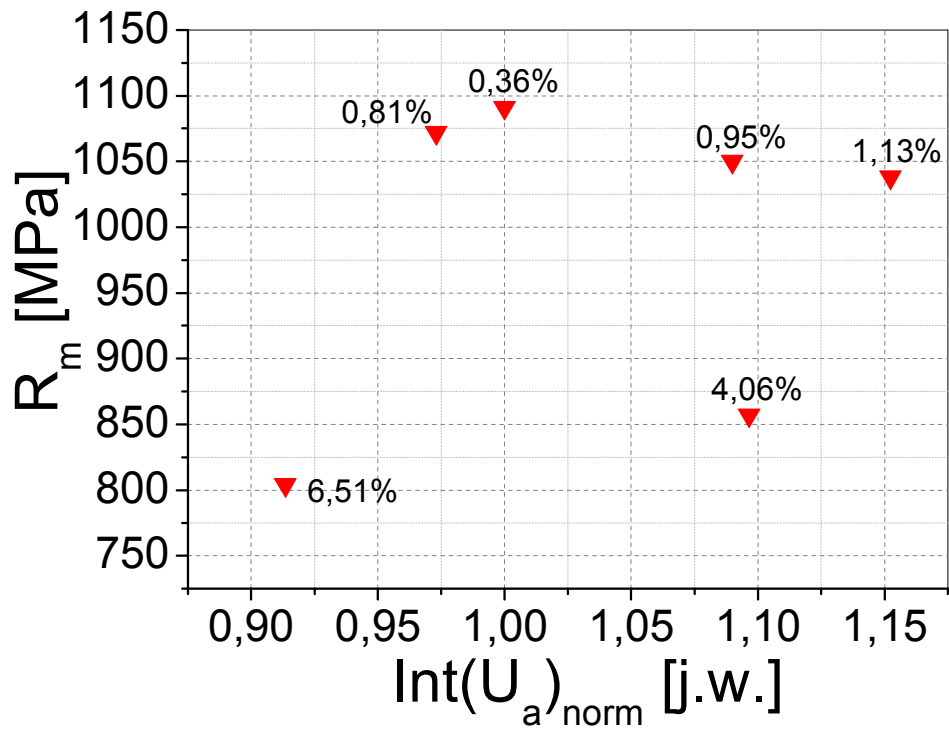
Rys. 156c. Związek między umowną granicą plastyczności a całką z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z płaskownika (warunki szybkiego magnesowania), (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



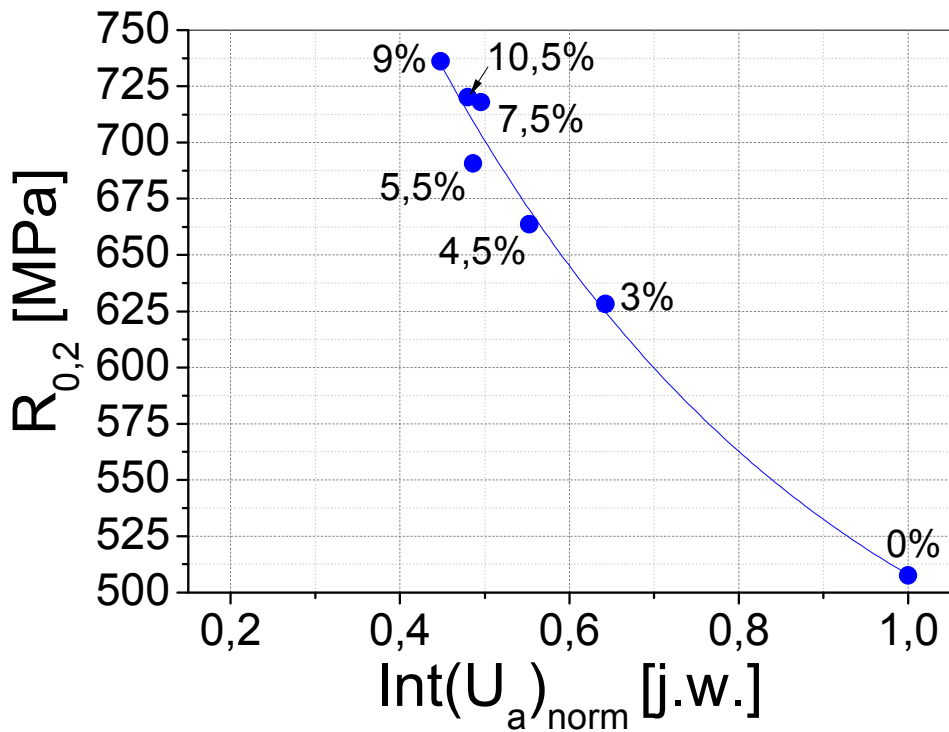
Rys. 156d. Związek między granicą wytrzymałości a całką z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z płaskownika (warunki szybkiego magnesowania), (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



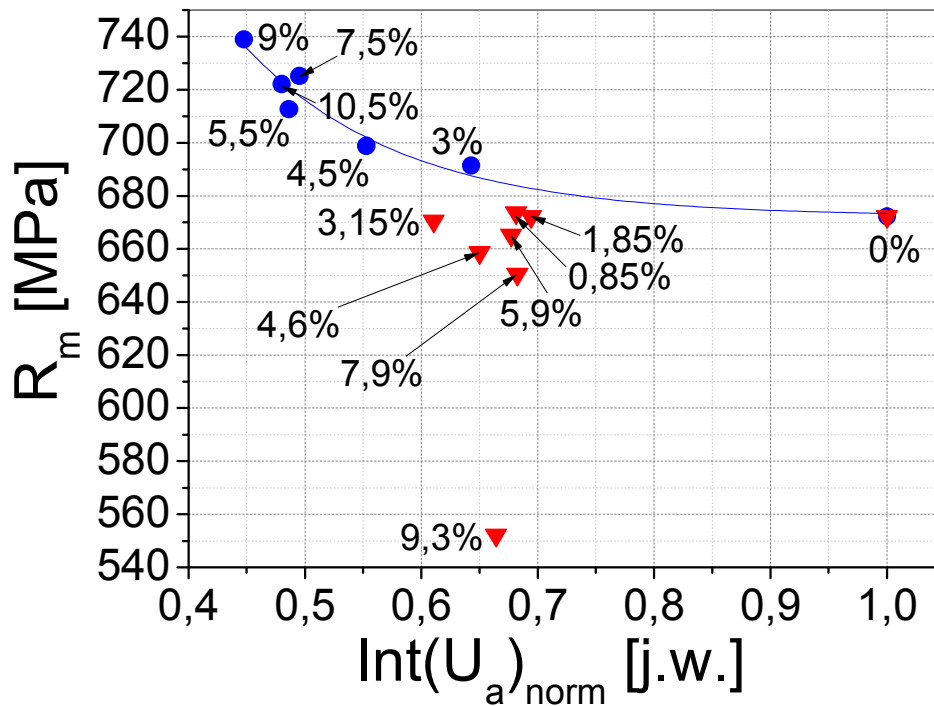
Rys. 157a. Związek między umowną granicą plastyczności a całką z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych



Rys. 157b. Związek między granicą wytrzymałości a całką z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych



Rys. 158a. Związek między umowną granicą plastyczności a całką z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali P91 po deformacji wprowadzonej wskutek plastycznego płynięcia

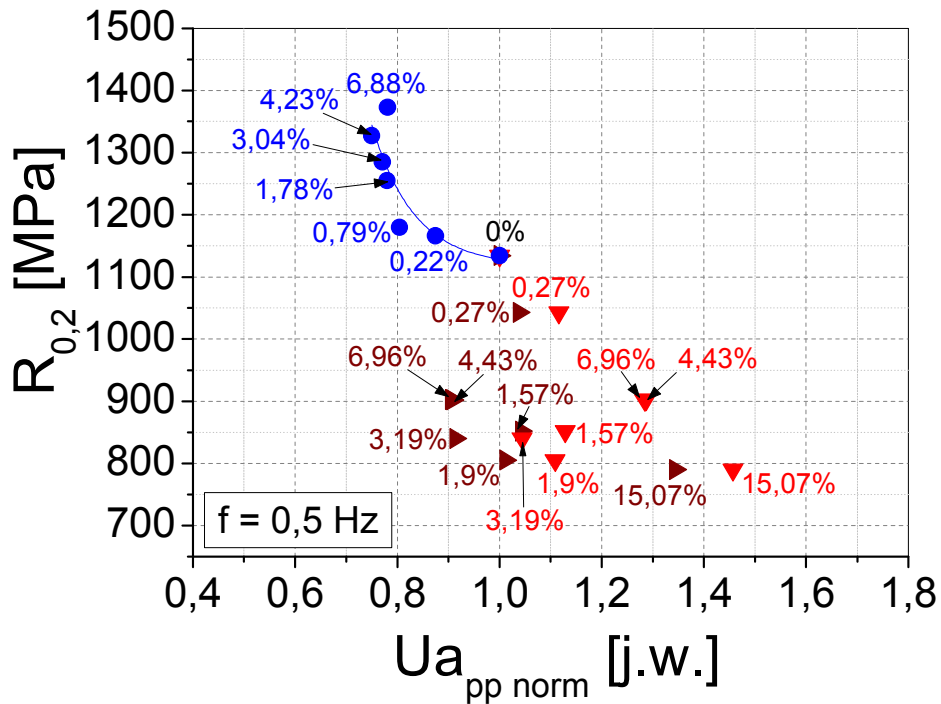


Rys. 158b. Związek między granicą wytrzymałości a całką z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali P91 (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)

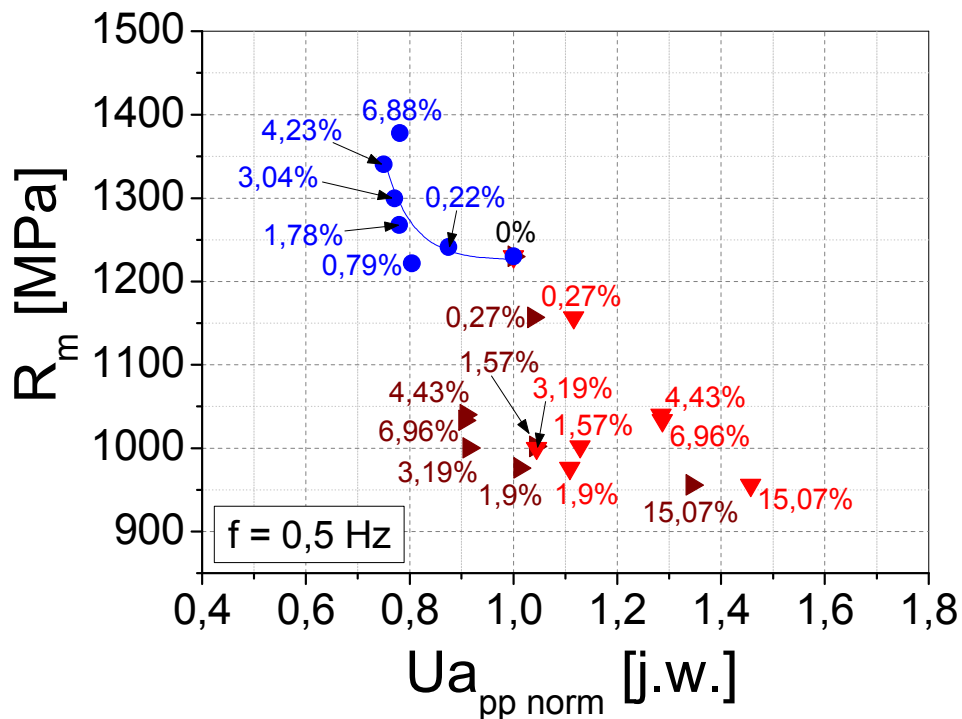
Związki liniowe zaobserwowano między granicą plastyczności/wytrzymałości na rozciąganie stali 40HNMA z płaskownika a całką wyznaczoną z obwiedni sygnału napięciowego emisji magnetoakustycznej (rys. 156). Parametr ten umożliwia oszacowanie właściwości mechanicznych stali P91 po deformacji plastycznej (rys. 158).

9.2.4. Amplituda wyznaczona z obwiedni sygnału napięciowego emisji magnetoakustycznej

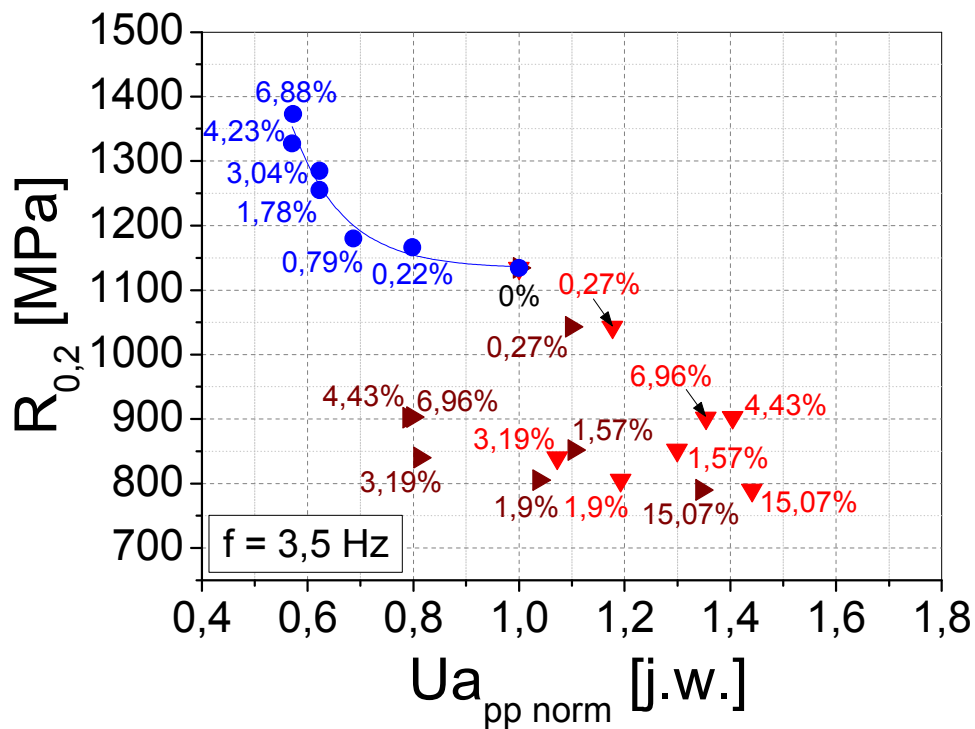
Zbadano wzajemne związki między wartością całki wyznaczonej z obwiedni sygnału napięciowego emisji magnetoakustycznej, a umowną granicą plastyczności $R_{0,2}$ (rys. 159a, rys. 159c), granicą wytrzymałości doraźnej R_m (rys. 159b, rys. 159d) dla stali 40HNMA z płaskownika, R_e (rys. 161a) i R_m (rys. 161b) dla stali 40HNMA z rurociągu oraz $R_{0,2}$ (rys. 162a) i R_m (rys. 162b) dla stali P91. Analizie poddano również wzajemne związki między stosunkiem pików z obwiedni emisji rms emisji magnetoakustycznej a umowną granicą plastyczności $R_{0,2}$ (rys. 160a, rys. 160c) oraz wytrzymałością na rozciąganie R_m (rys. 160b, rys. 160d) dla stali 40HNMA z płaskownika.



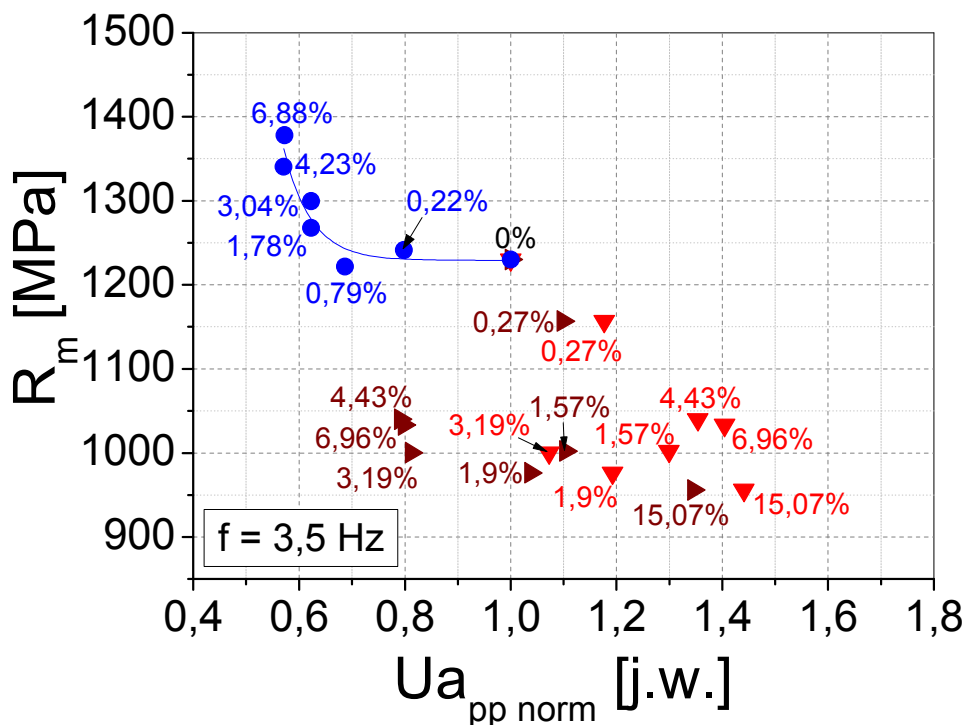
Rys. 159a. Związek między umowną granicą plastyczności a amplitudą z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z płaskownika (warunki wolnego magnesowania), (trójkąty czerwone – pełzanie, prawy pik; trójkąty brązowe – pełzanie, lewy pik; kółka – deformacja plastyczna)



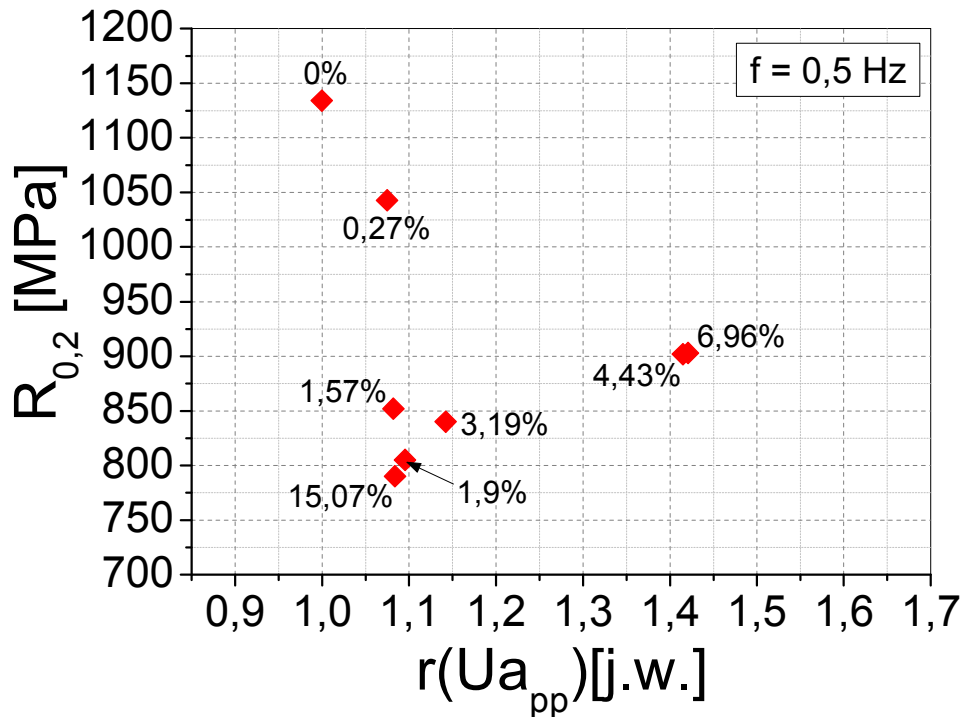
Rys. 159b. Związek między granicą wytrzymałości a amplitudą z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z płaskownika (warunki wolnego magnesowania), (trójkąty czerwone – pełzanie, prawy pik; trójkąty brązowe – pełzanie, lewy pik; kółka – deformacja plastyczna)



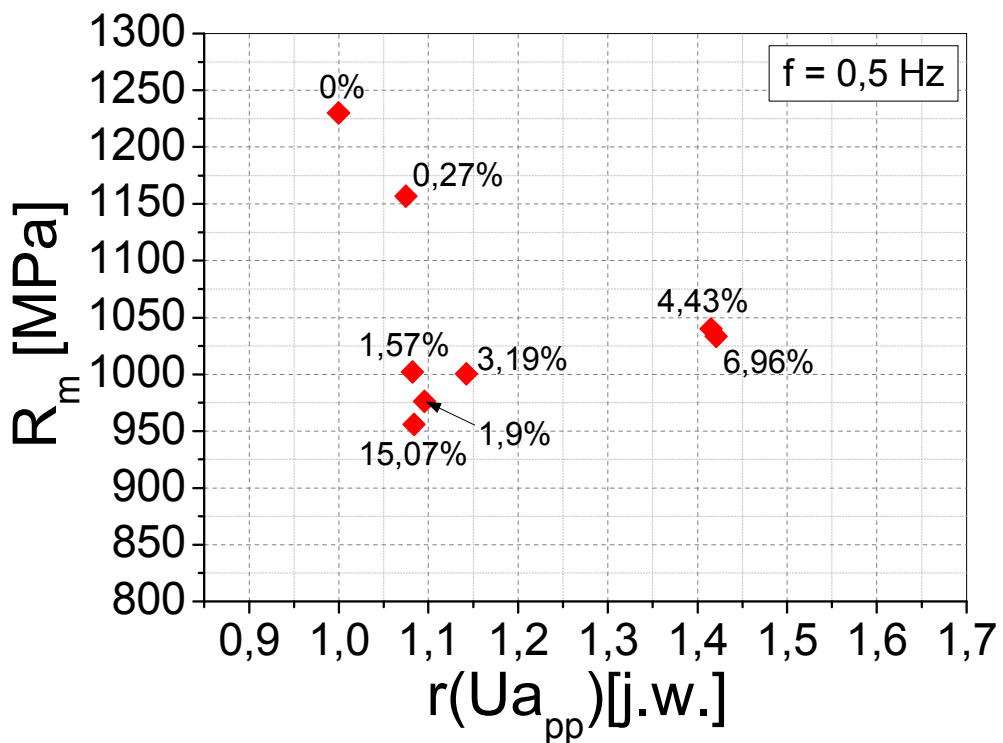
Rys. 159c. Związek między umowną granicą plastyczności a amplitudą z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z płaskownika (warunki szybkiego magnesowania), (trójkąty czerwone – pełzanie, prawy pik; trójkąty brązowe – pełzanie, lewy pik; kółka – deformacja plastyczna)



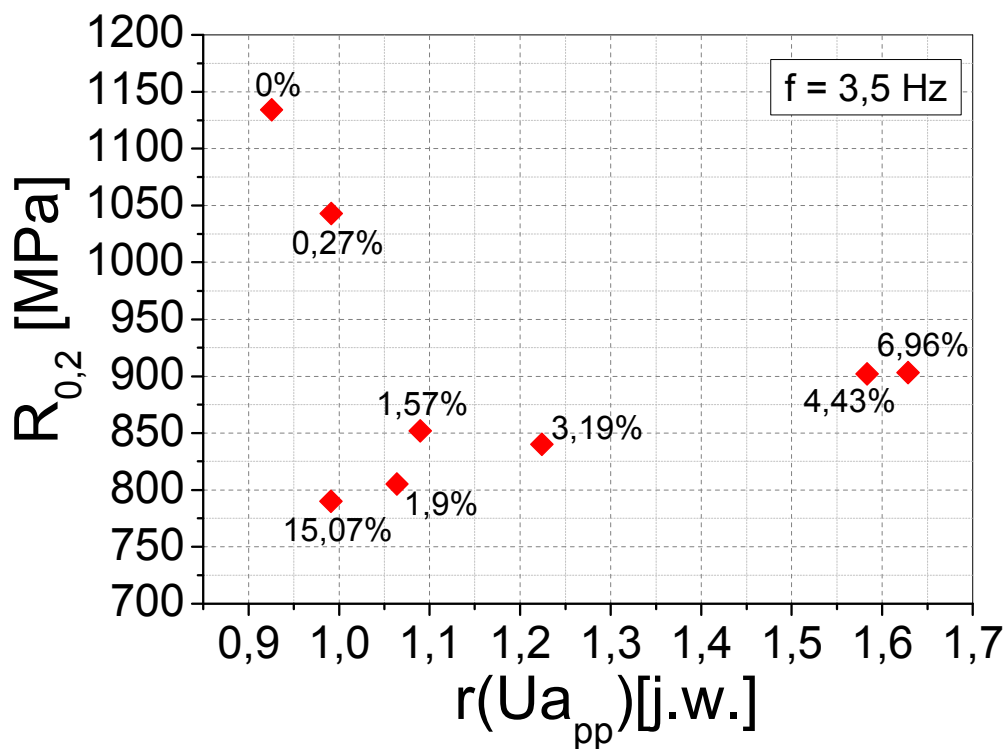
Rys. 159d. Związek między granicą wytrzymałości a amplitudą z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z płaskownika (warunki szybkiego magnesowania), (trójkąty czerwone – pełzanie, prawy pik; trójkąty brązowe – pełzanie, lewy pik; kółka – deformacja plastyczna)



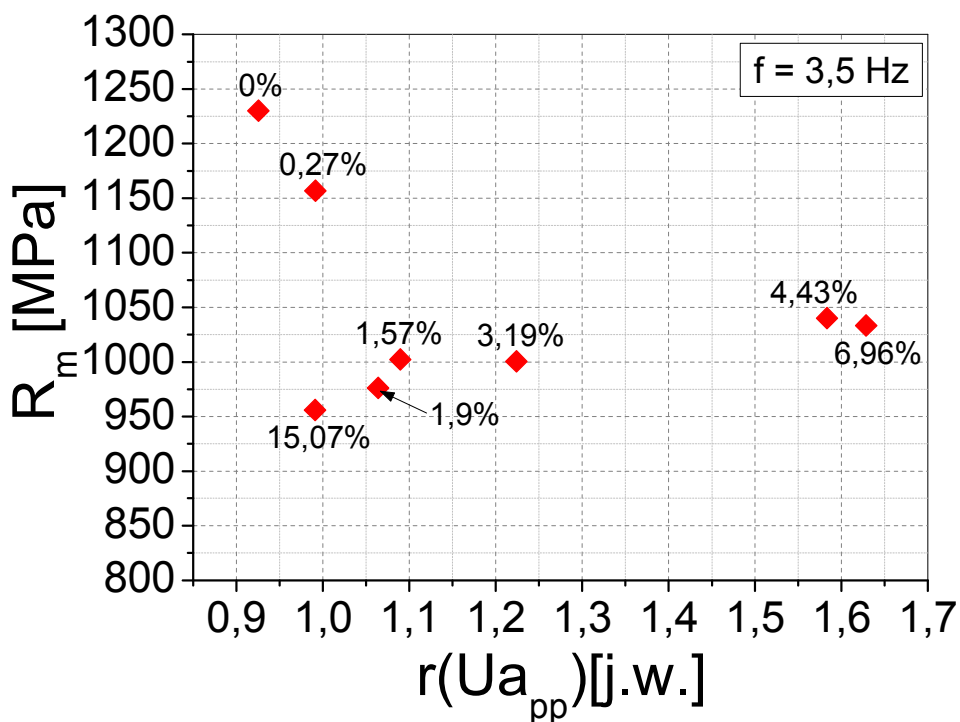
Rys. 160a. Związek między umowną granicą plastyczności a stosunkiem pików z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z płaskownika po pełzaniu (warunki wolnego magnesowania)



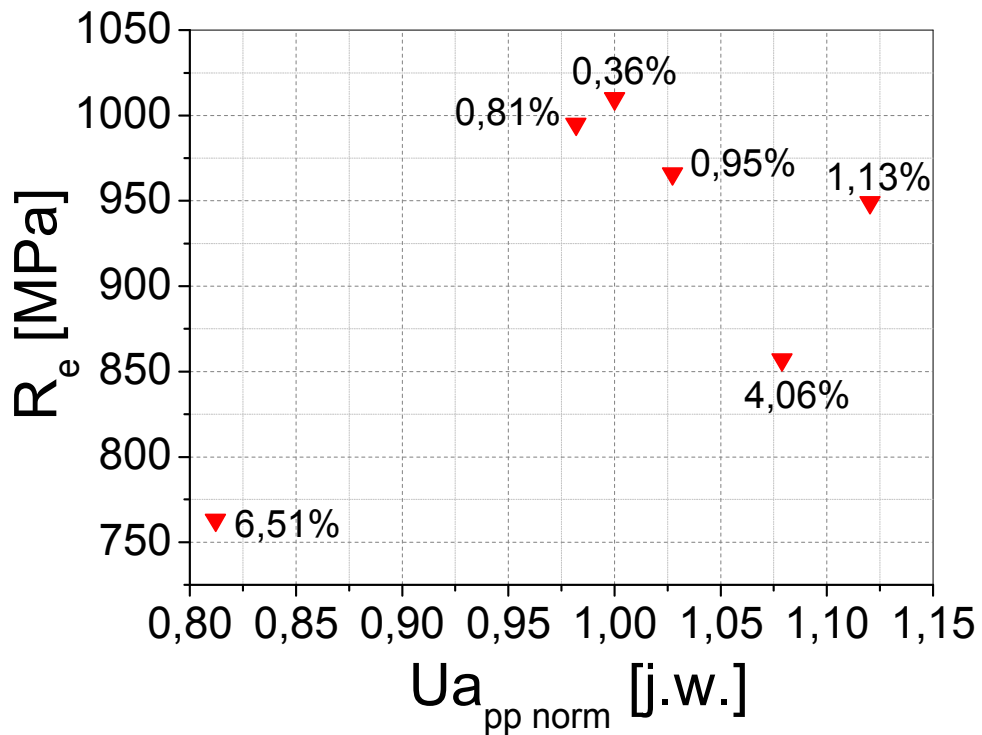
Rys. 160b. Związek między granicą wytrzymałości a stosunkiem pików z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z płaskownika po pełzaniu (warunki wolnego magnesowania)



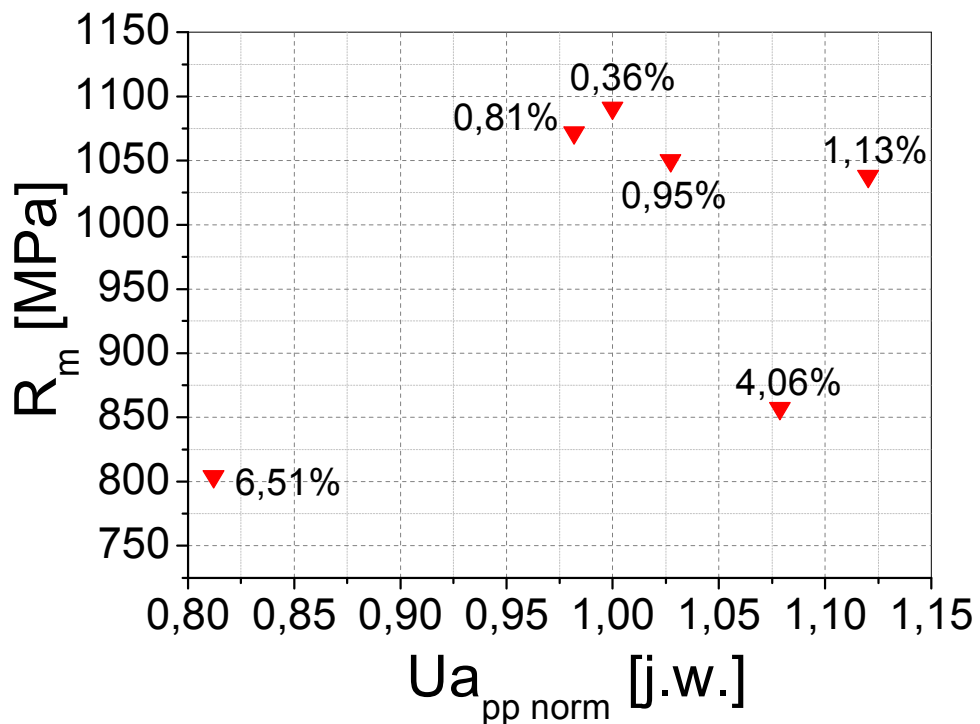
Rys. 160c. Związek między umowną granicą plastyczności a stosunkiem pików z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z płaskownika po pełzaniu (warunki szybkiego magnesowania)



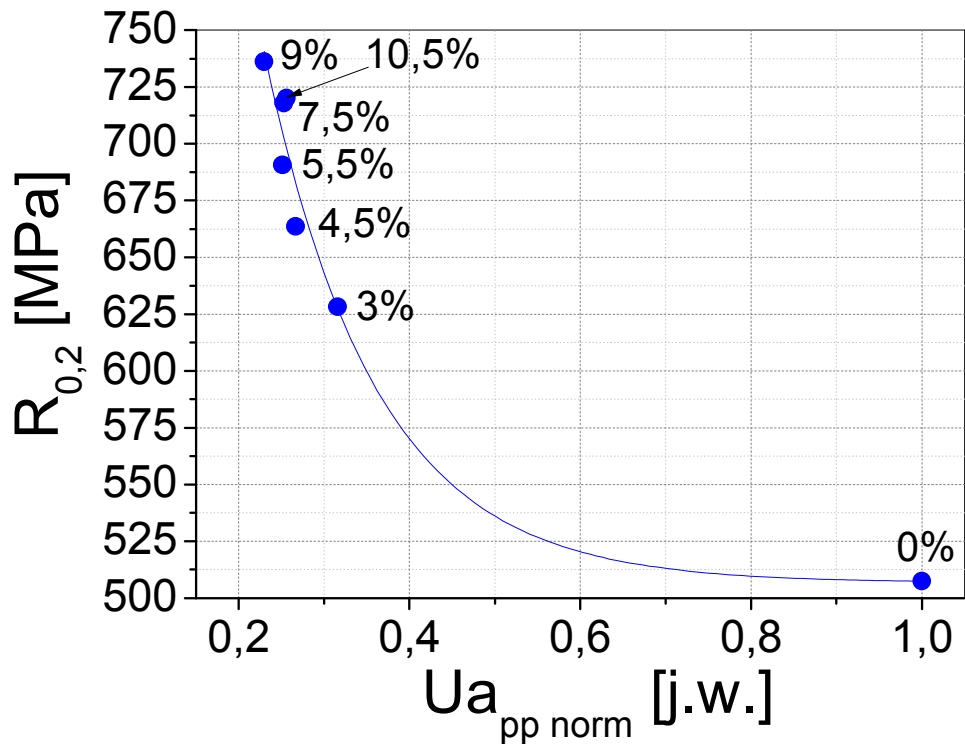
Rys. 160d. Związek między granicą wytrzymałości a stosunkiem pików z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z płaskownika po pełzaniu (warunki szybkiego magnesowania)



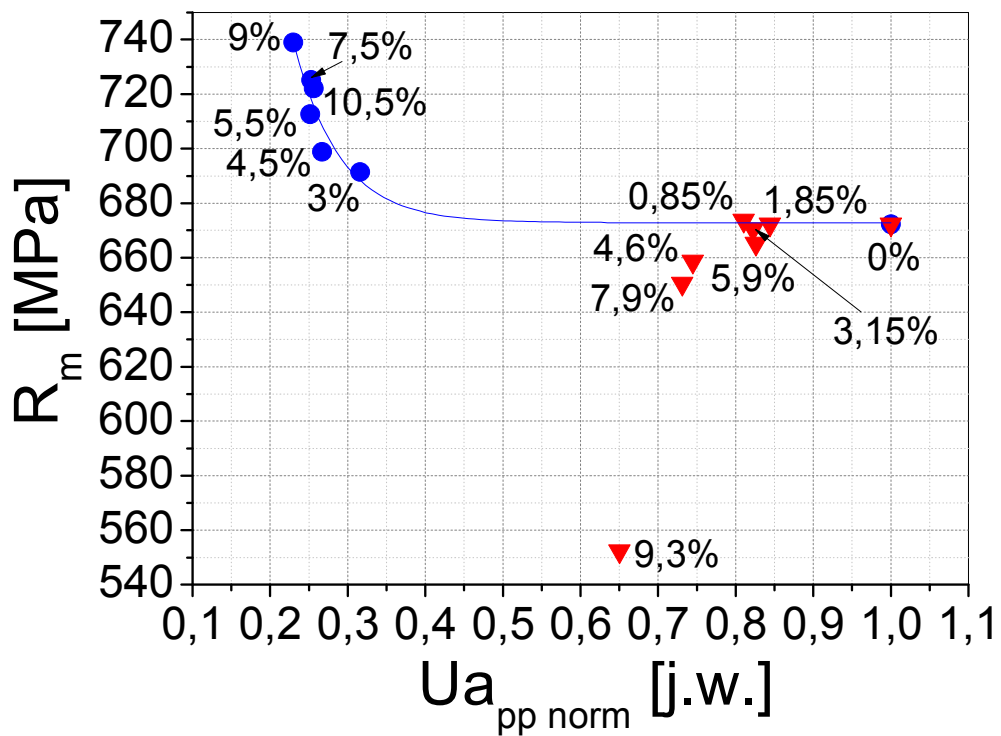
Rys. 161a. Związek między wyraźną granicą plastyczności a amplitudą z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych



Rys. 161b. Związek między granicą wytrzymałości a amplitudą z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych



Rys. 162a. Związek między umowną granicą plastyczności a amplitudą z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali P91 po deformacji wprowadzonej wskutek plastycznego płynięcia

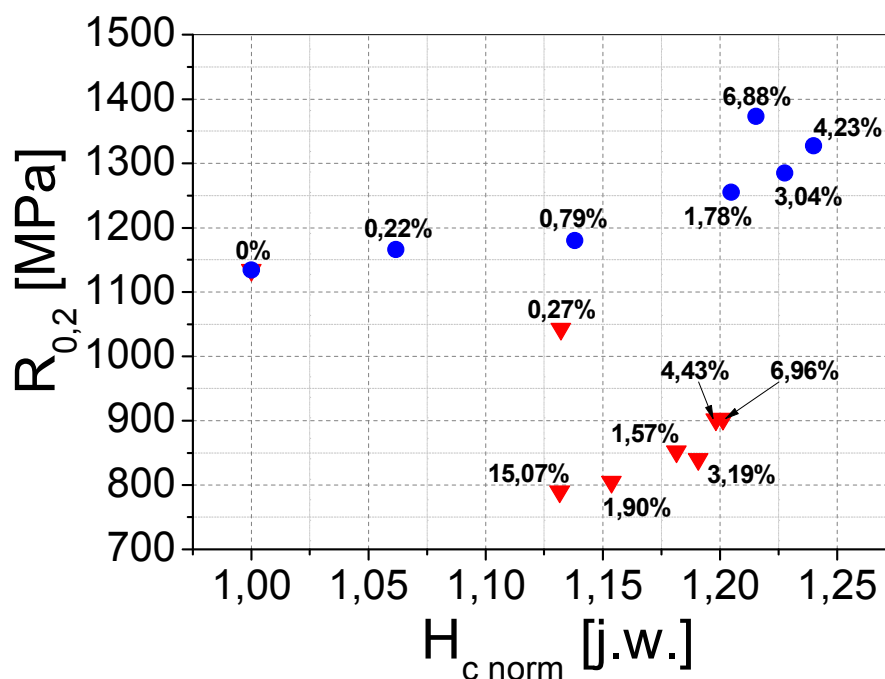


Rys. 162b. Związek między granicą wytrzymałości a amplitudą z obwiedni rms emisji magnetoakustycznej dla stali P91 (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)

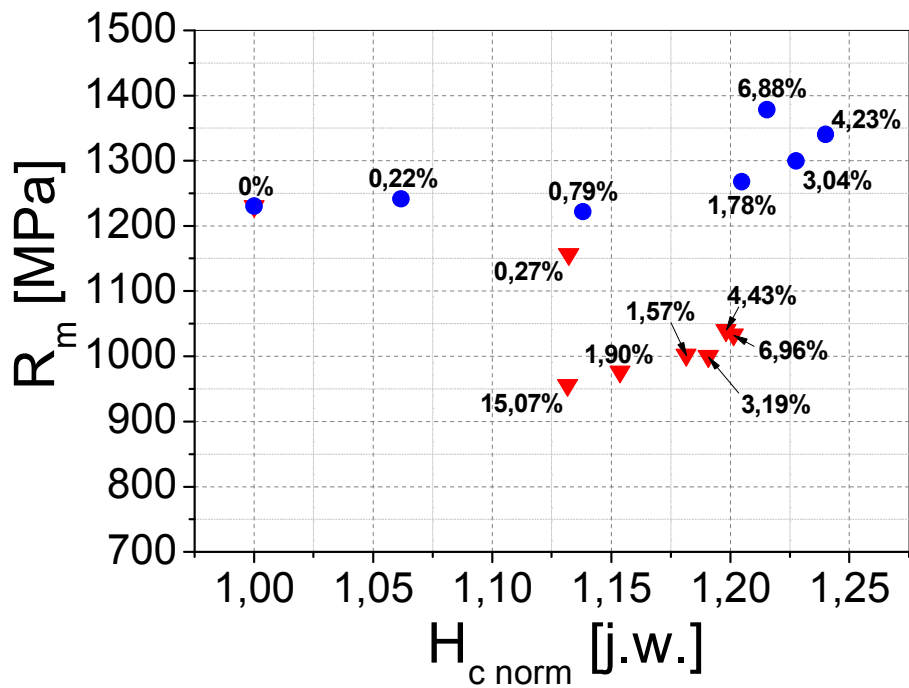
Między granicą plastyczności i wytrzymałością na rozciąganie a amplitudą wyznaczoną z obwiedni sygnału napięciowego emisji magnetoakustycznej obu stali po deformacji plastycznej (rys. 159, 162) zaobserwowano związki, które można opisać funkcjami wykładniczymi. Nie stwierdzono natomiast występowania funkcyjnych związków pomiędzy stosunkiem pików stali 40HNMA po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych a jej właściwościami mechanicznymi (rys. 159). Podobnie jak w przypadku poprzednich parametrów wyznaczonych metodami nieniszczącymi, nie zaobserwowano relacji funkcyjnych między granicą plastyczności i granicą wytrzymałością na rozciąganie stali 40HNMA z rurociągu a amplitudą sygnału napięciowego emisji magnetoakustycznej (rys. 161).

9.2.5. Pole koercji

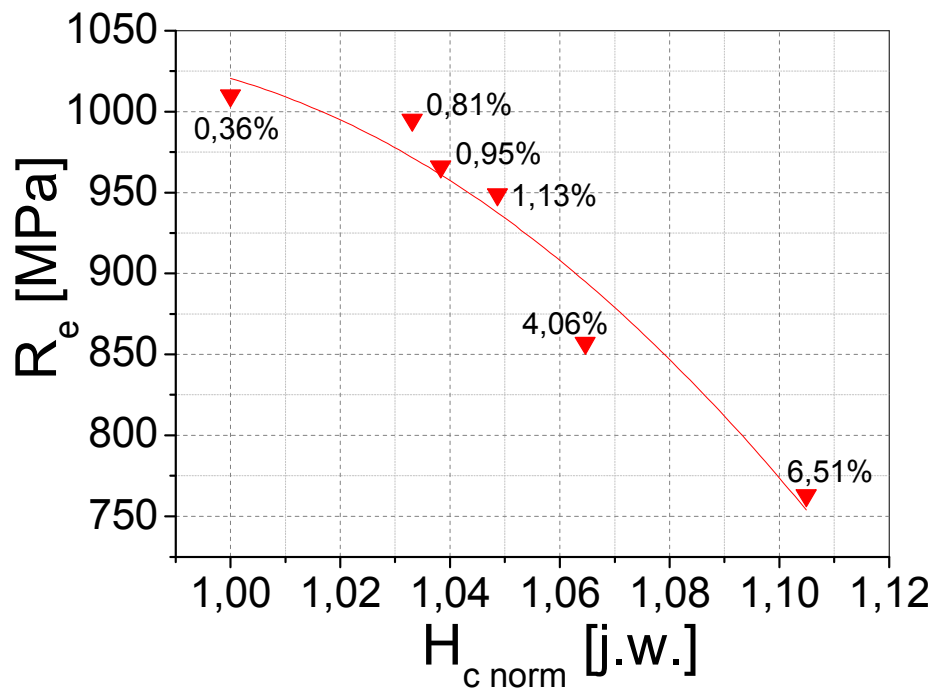
Zbadano wzajemne związki między polem koercji a umowną granicą plastyczności $R_{0,2}$ (rys. 163a), granicą wytrzymałości doraźnej R_m (rys. 163b) dla stali 40HNMA z płaskownika, R_e (rys. 164a) i R_m (rys. 164b) dla stali 40HNMA z rurociągu oraz $R_{0,2}$ (rys. 165a) i R_m (rys. 165b) dla stali P91.



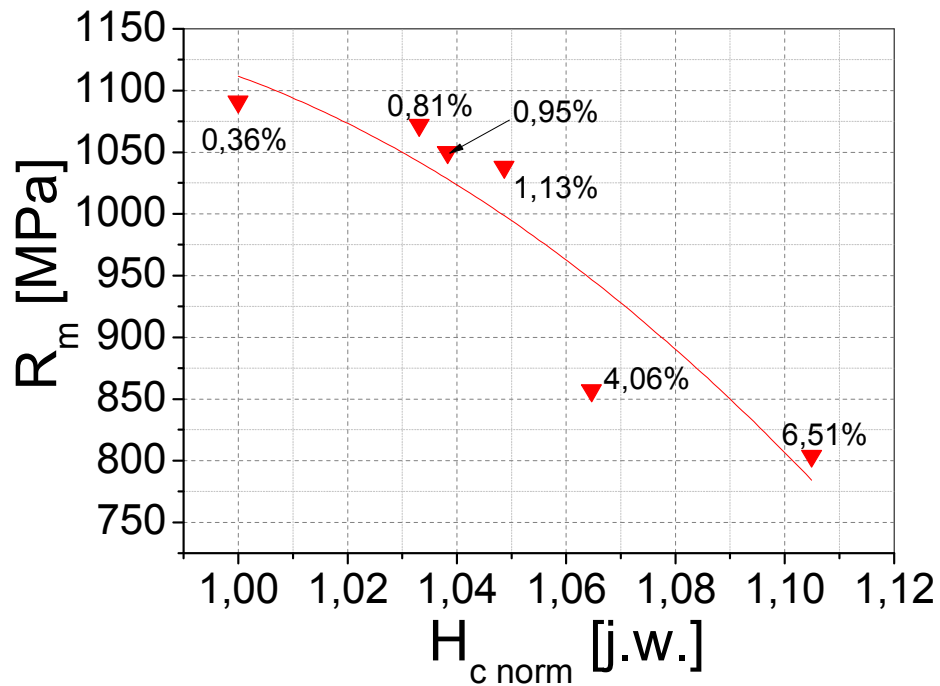
Rys. 163a. Związek między umowną granicą plastyczności a polem koercji dla stali 40HNMA z płaskownika (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



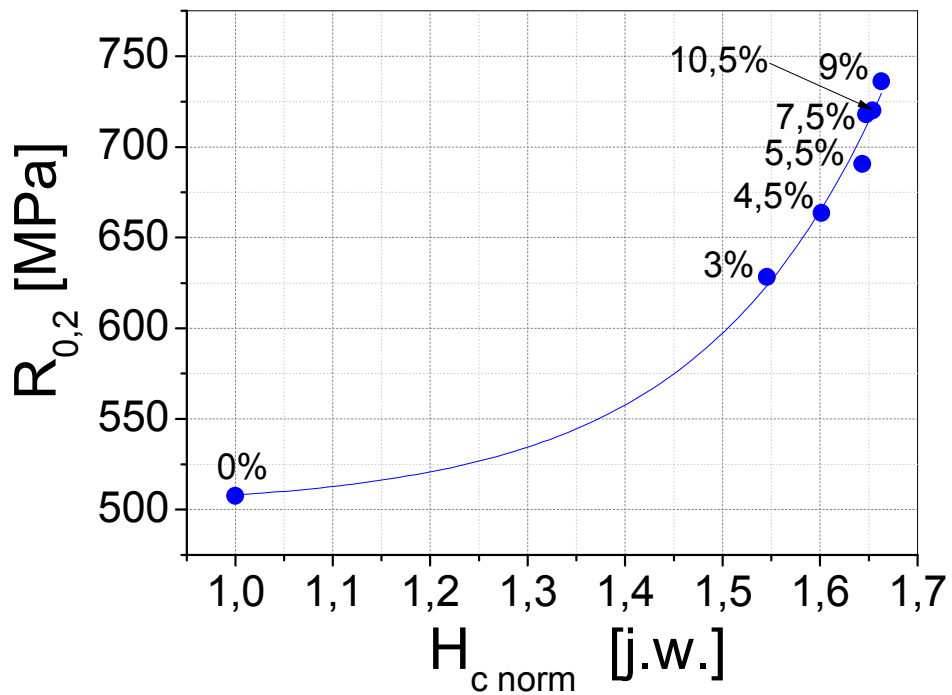
Rys. 163b. Związek między granicą wytrzymałości a polem koercji dla stali 40HNMA z płaskownika (trójkąty – pęczanie, kółka – deformacja plastyczna)



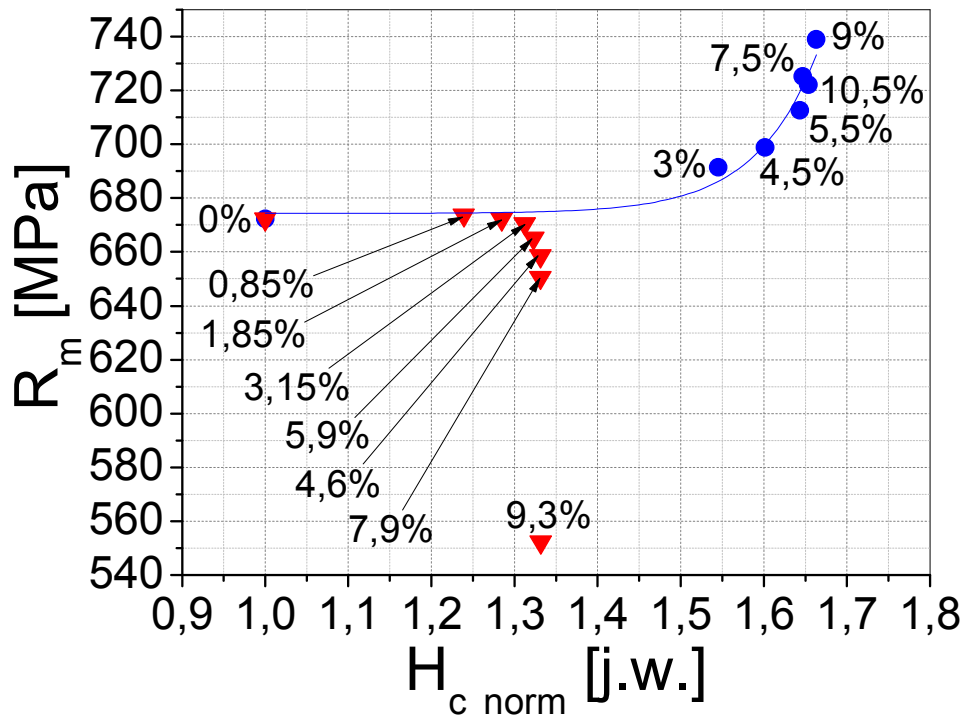
Rys. 164a. Związek między wyraźną granicą plastyczności a polem koercji dla stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu po pęczaniu w warunkach laboratoryjnych



Rys. 164b. Związek między granicą wytrzymałości a polem koercji dla stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych



Rys. 165a. Związek między umowną granicą plastyczności a polem koercji dla stali P91 po deformacji wprowadzonej wskutek plastycznego płynięcia

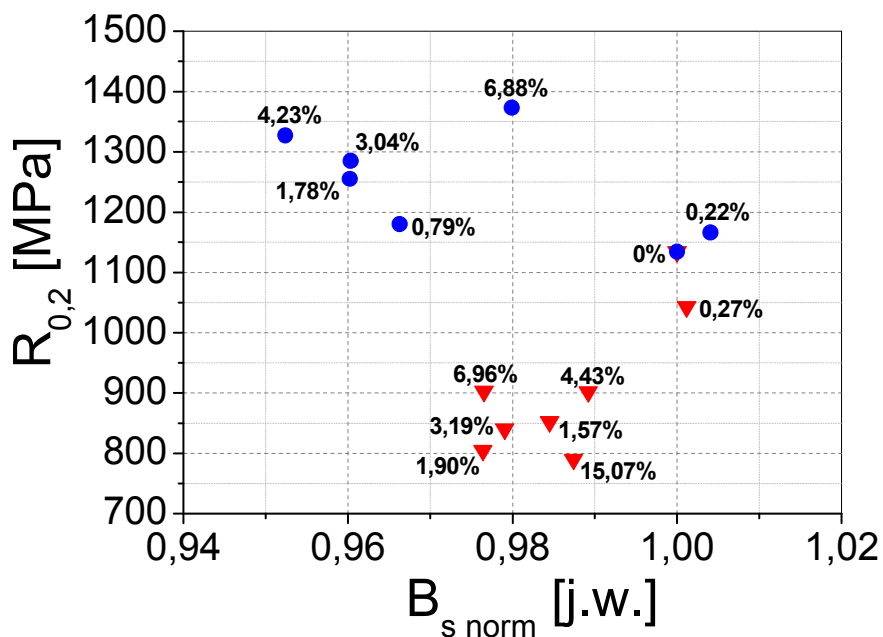


Rys. 165b. Związek między granicą wytrzymałości a polem koercji dla stali P91 (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)

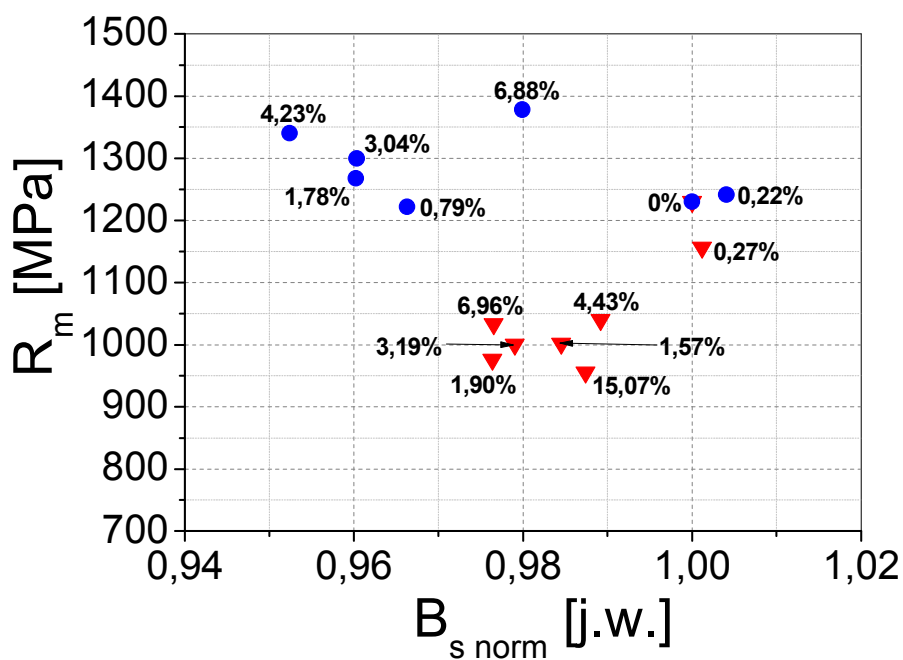
Analiza wyników doświadczalnych wykazała występowanie związków funkcyjnych między właściwościami mechanicznymi stali 40HNMA z rurociągu eksploatowanego po pełzaniu a polem koercji (rys. 164a,b). Zaobserwowano także, podobnie jak w poprzednich przypadkach, związki funkcyjne pomiędzy właściwościami mechanicznymi stali P91 po deformacji plastycznej a wielkością pola koercji (rys. 165a,b).

9.2.6. Indukcja nasycenia

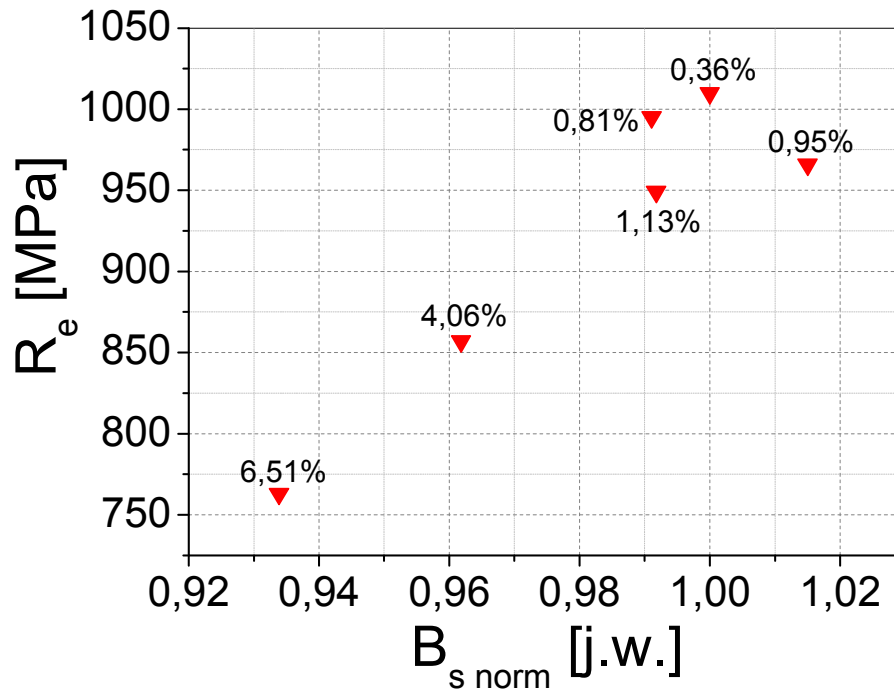
Zbadano wzajemne związki między indukcją nasycenia a umowną granicą plastyczności $R_{0,2}$ (rys. 166a), granicą wytrzymałości doraźnej R_m (rys. 166b) dla stali 40HNMA z płaskownika, R_e (rys. 167a) i R_m (rys. 167b) dla stali 40HNMA z rurociągu oraz $R_{0,2}$ (rys. 168a) i R_m (rys. 168b) dla stali P91.



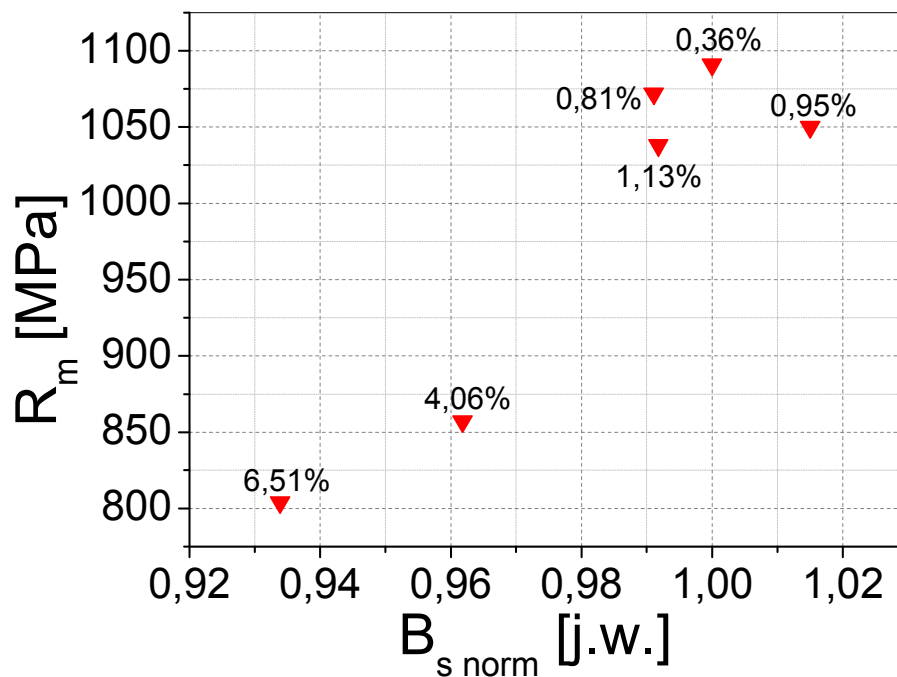
Rys. 166a. Związek między umowną granicą plastyczności a indukcją nasycenia dla stali 40HNMA z płaskownika (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



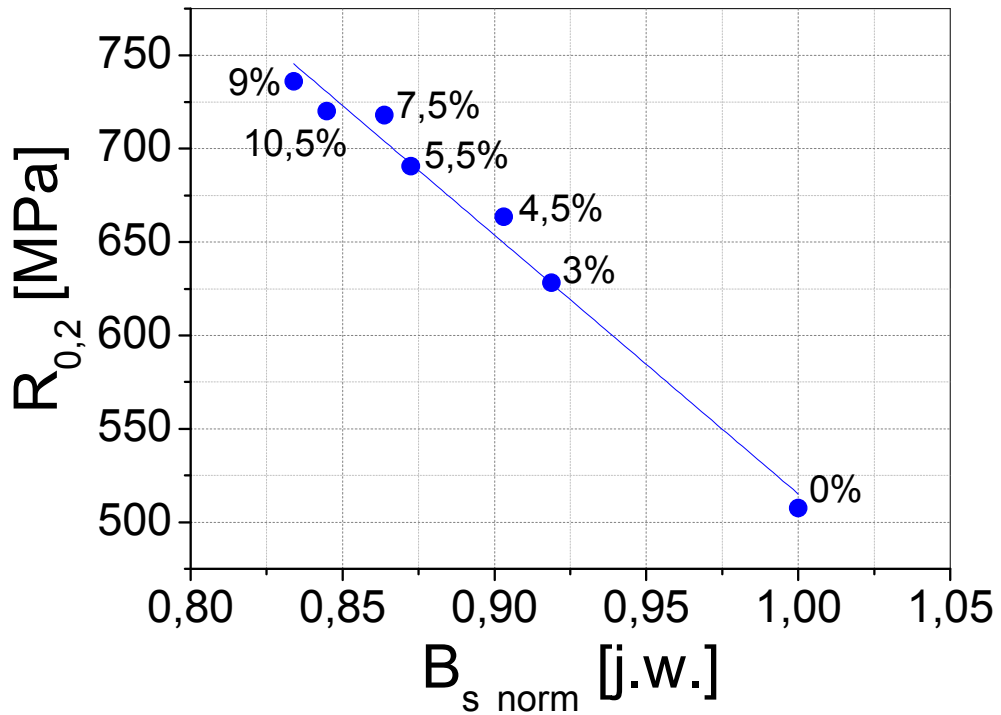
Rys. 166b. Związek między granicą wytrzymałości a indukcją nasycenia dla stali 40HNMA z płaskownika (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



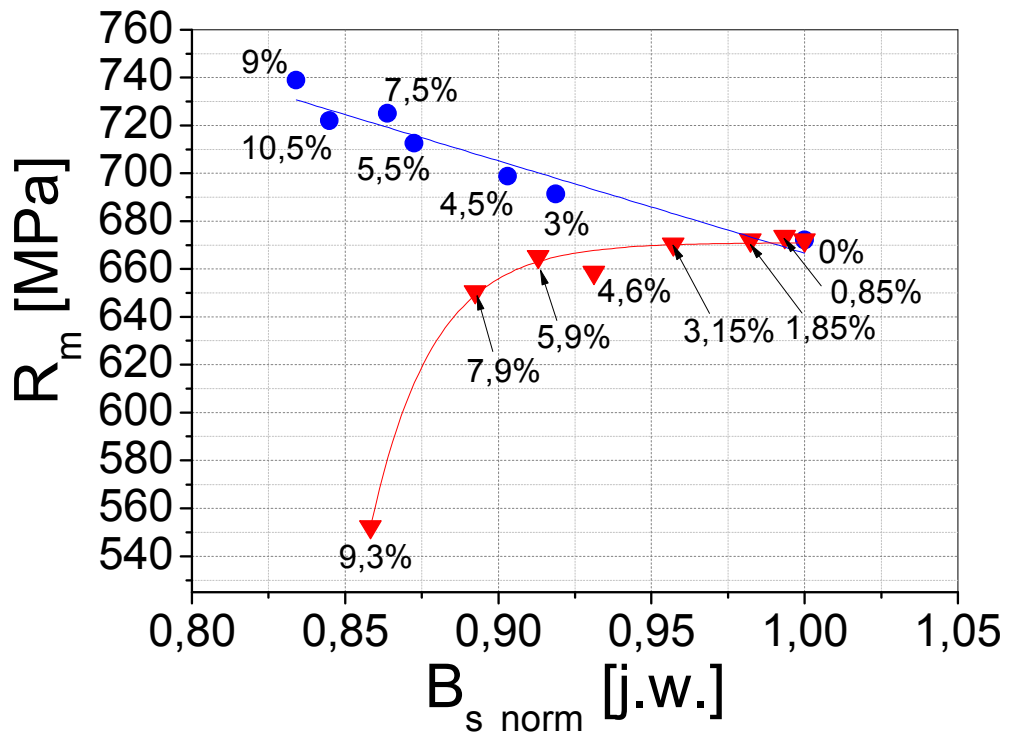
Rys. 167a. Związek między wyraźną granicą plastyczności a indukcją nasycenia dla stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych



Rys. 167b. Związek między granicą wytrzymałości a indukcją nasycenia dla stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu po pełzaniu w warunkach laboratoryjnych



Rys. 168a. Związek między umowną granicą plastyczności a indukcją nasycenia dla stali P91 po deformacji wprowadzonej wskutek plastycznego płynięcia

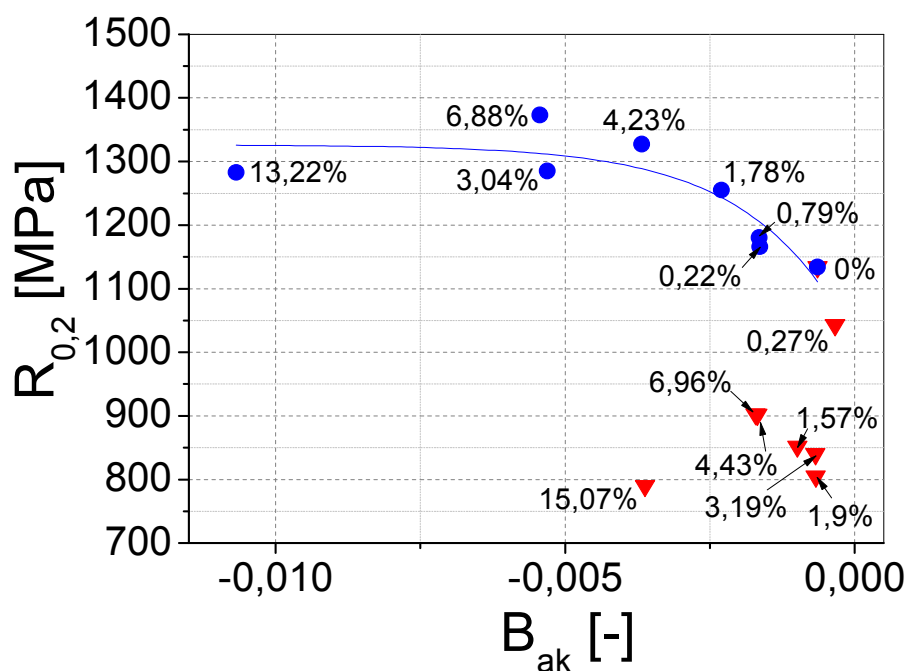


Rys. 168b. Związek między granicą wytrzymałości a indukcją nasycenia dla stali P91 (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)

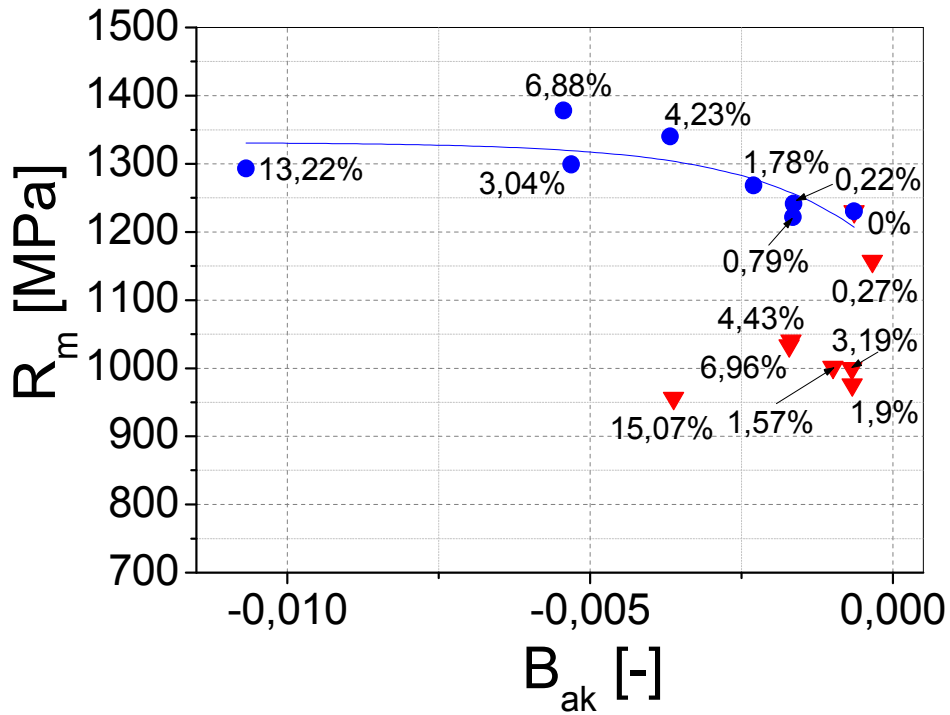
Indukcja nasycenia jest parametrem, który daje możliwość oszacowania właściwości mechanicznych stali P91 zarówno po pełzaniu, jak i po deformacji plastycznej (rys. 168b). Nie zaobserwowano natomiast relacji funkcyjnych pomiędzy indukcją nasycenia a właściwościami mechanicznymi stali 40HNMA (rys. 166, 167).

9.2.7. Współczynnik dwójłomności akustycznej

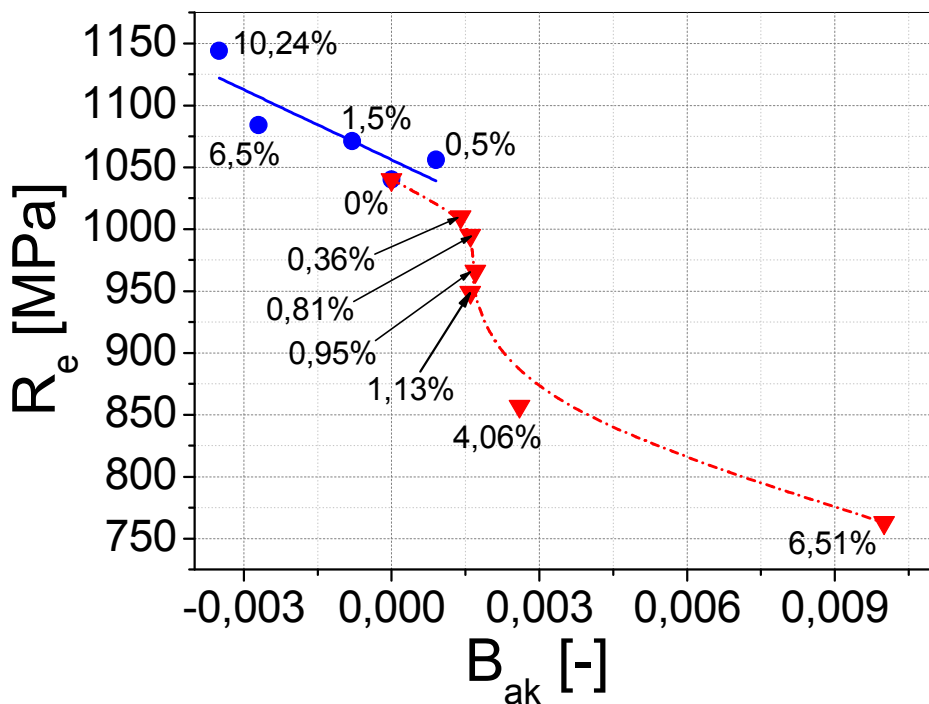
Zbadano wzajemne związki między współczynnikiem dwójłomności akustycznej a umowną granicą plastyczności $R_{0,2}$ (rys. 169a), granicą wytrzymałości doraźnej R_m (rys. 169b) dla stali 40HNMA z płaskownika, R_e (rys. 170a) i R_m (rys. 170b) dla stali 40HNMA z rurociągu oraz $R_{0,2}$ (rys. 171a) i R_m (rys. 171b) dla stali P91.



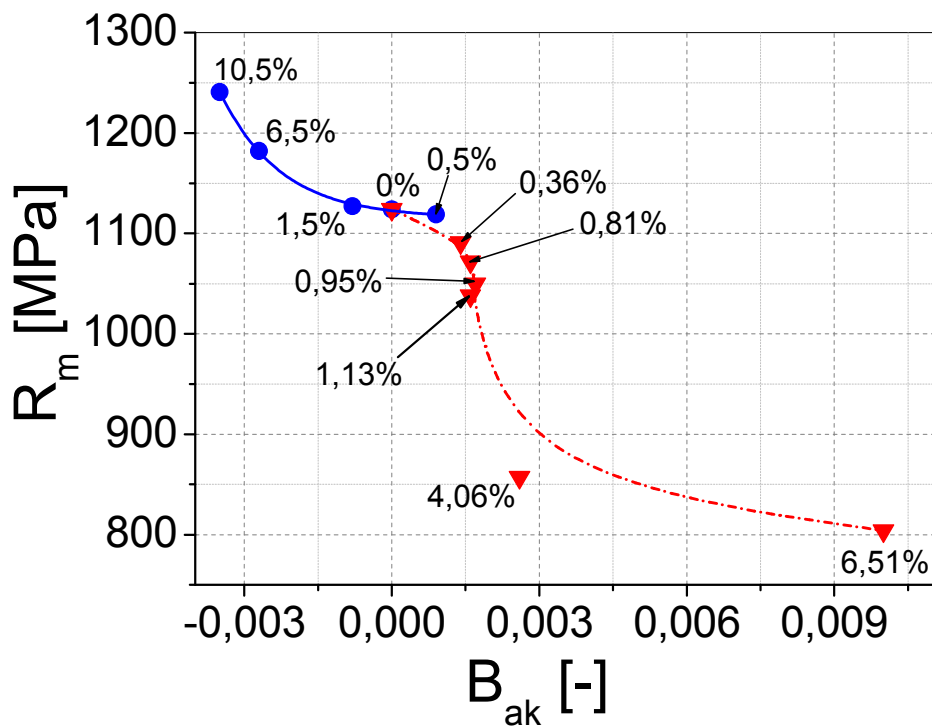
Rys. 169a. Związek między umowną granicą plastyczności a współczynnikiem dwójłomności akustycznej dla stali 40HNMA z płaskownika (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



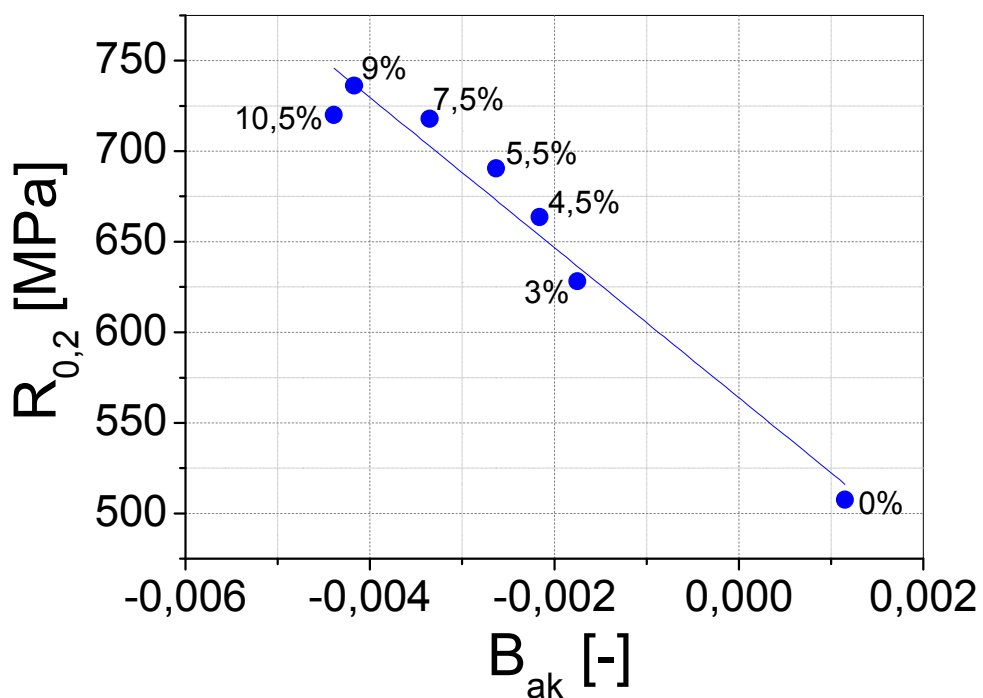
Rys. 169b. Związek między granicą wytrzymałości a współczynnikiem dwójłomności akustycznej dla stali 40HNMA z płaskownika (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



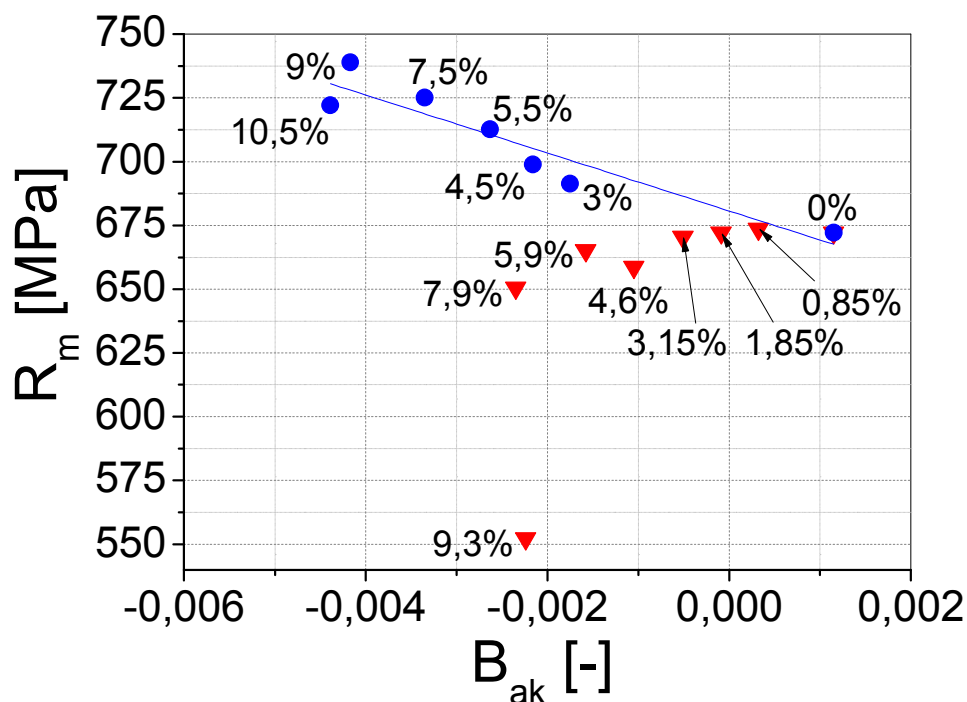
Rys. 170a. Związek między wyraźną granicą plastyczności a współczynnikiem dwójłomności akustycznej dla stali 40HNMA z rurociągu (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



Rys. 170b. Związek między granicą wytrzymałości a współczynnikiem dwójłomności akustycznej dla stali 40HNMA z rurociągu (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)



Rys. 171a. Związek między umowną granicą plastyczności a współczynnikiem dwójłomności akustycznej dla stali P91 po deformacji wprowadzonej wskutek plastycznego płynięcia



Rys. 171b. Związek między granicą wytrzymałości a współczynnikiem dwójłomności akustycznej dla stali P91 (trójkąty – pełzanie, kółka – deformacja plastyczna)

Analizie korelacyjnej poddano również oba parametry mechaniczne (tj. umowną/wyraźną granicę plastyczności i wytrzymałość na rozciąganie) oraz parametr ultradźwiękowy – współczynnik dwójłomności akustycznej. Stwierdzono występowanie związków funkcyjnych pomiędzy współczynnikiem dwójłomności akustycznej a właściwościami mechanicznymi wszystkich badanych stali po deformacji plastycznej. Pomiedzy granicą wytrzymałości stali 40HNMA z rurociągu oraz granicą plastyczności i granicą wytrzymałości na rozciąganie stali 40HNMA z płaskownika a współczynnikiem dwójłomności akustycznej jest to relacja wykładnicza (rys. 169a,b, 170b), a w pozostałych przypadkach relacja liniowa (rys. 170a, 171a,b).

9.2.8. Wnioski dotyczące związków pomiędzy parametrami wyznaczonymi na podstawie badań nieniszczących i statycznej próby rozciągania

Na podstawie uzyskanych wyników w niniejszym podrozdziale stwierdzono, że istnieją związki funkcyjne pomiędzy wybranymi parametrami wynikającymi ze statycznej próby rozciągania a parametrami pochodzącymi z badań nieniszczących. W przypadku wszystkich stali poddanych deformacji plastycznej stwierdzono obecność związków funkcyjnych pomiędzy granicą plastyczności i wytrzymałością na

rozciąganie a parametrami wyznaczonymi z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena i emisji magnetoakustycznej oraz współczynnikiem dwójłomności akustycznej, a także dla stali P91 pomiędzy granicą plastyczności i wytrzymałością na rozciąganie a indukcją nasycenia. Z kolei w przypadku obciążenia zadanego w podwyższonej temperaturze stwierdzono obecność podstawowych związków funkcyjnych pomiędzy wytrzymałością na rozciąganie stali P91 a całką wyznaczoną z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena oraz indukcją nasycenia, granicą plastyczności i wytrzymałością na rozciąganie stali 40HNMA z rurociągu. Jeżeli funkcje pomiędzy parametrami pochodzącymi z badań niszczących i nieniszczących mają charakter monotoniczny, można na ich podstawie oszacować granicę plastyczności i wytrzymałość na rozciąganie stali po zadanych w eksperymencie warunkach obciążenia.

10. Syntetyczna analiza wyników badań oraz weryfikacja tez pracy

Rozprawa doktorska dotyczy opracowania relacji pomiędzy parametrami wyznaczonymi metodami nieniszczącymi a odkształceniem trwałym / udziałem powierzchniowym (objętościowym) pustek / właściwościami mechanicznymi materiałów poddanych laboratoryjnym próbom pełzania i deformacji plastycznej. W pracy przetestowano trzy serie próbek następujących stali: 40HNMA z płaskownika, 40HNMA z rurociągu eksploatowanego oraz stali P91, także pozyskanej z eksploatowanego rurociągu.

Badania metalograficzne ujawniły obecność pustek w stali 40HNMA z rurociągu, po przeprowadzeniu laboratoryjnych prób pełzania. Pustki, węgliki oraz granice ziaren, stanowią przykładowe elementy mikrostruktury, które powodują kotwiczenie ścian domenowych, co udokumentowano w podrozdziale 8.2.3. Obecność pustek lub ich brak, zawartość węgla oraz mikrostruktura materiału to główne przyczyny zmian wartości parametrów wyznaczonych za pomocą badań magnetycznych, ultradźwiękowych oraz statycznej próby rozciągania, odniesionych do odkształcenia trwałego wywołanego wskutek przyjętych w pracy programów obciążenia. Przykładowo można to zauważyć w przypadku całki wyznaczonej z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena ($\text{Int}(U_b)$).

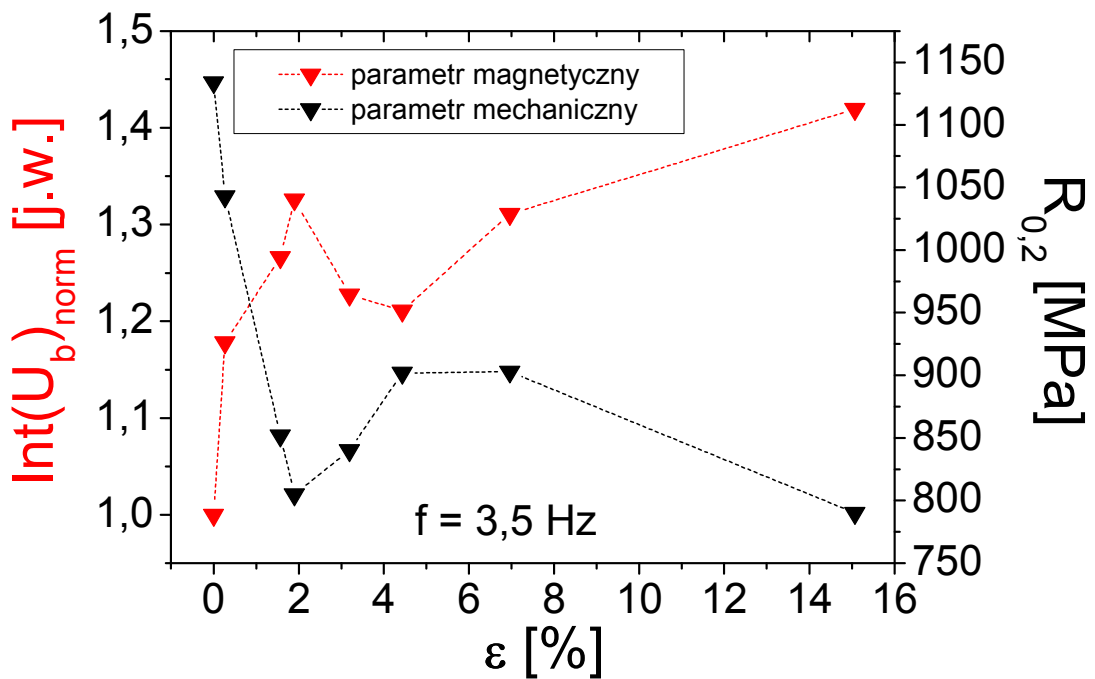
Spadek sygnału Barkhausena, wyrażony na przykład w postaci całki z obwiedni rms szumu Barkhausena ($\text{Int}(U_b)$) dla stali P91 nie dowodzi, że w materiale tym powstały pustki. W stali 40HNMA po eksploatacji w warunkach przemysłowych i po badaniach w warunkach laboratoryjnych również nastąpił spadek sygnału napięciowego wyrażonego w postaci całki z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena ($\text{Int}(U_b)$). Był on jednak skutkiem dwóch zjawisk zachodzących w materiale – generowania struktur dyslokacyjnych, utrudniających przemieszczanie się ścian domenowych oraz demagnetyzacji materiału po powstaniu pustek (efekt pełzania), które również blokują granice domenowe. W przypadku stali P91, którą odkształcano przy wyższym poziomie naprężenia $\sigma = 290\text{MPa}$ niż stal 40HNMA ($\sigma = 250\text{MPa}$), dominującym procesem było płynięcie plastyczne a nie proces zdrowienia. Natomiast w przypadku stali 40HNMA z płaskownika – dominującym procesem było zdrowienie i dlatego sygnał napięciowy wyrażony w postaci ($\text{Int}(U_b)$) w trzecim etapie pełzania wzrastał.

Wykazano również, że parametry wyznaczone w wyniku statycznej próby rozciągania mogą stanowić dobrą miarę uszkodzenia materiału. Najbardziej czułymi parametrami okazały się umowna/wyraźna granica plastyczności, granica wytrzymałości doraźnej oraz wydłużenie względne. Dla stali 40HNMA z płaskownika zwłaszcza wydłużenie względne dawało najlepszą ocenę postępującej degradacji, ponieważ parametr ten był czuły na wstępną deformację (wywołaną procesem płynięcia plastycznego) w całym zakresie rozpatrywanych jej poziomów. Warto również podkreślić, że wymienione wyżej parametry pozwalałyby również identyfikować rodzaj wprowadzonej historii deformacji.

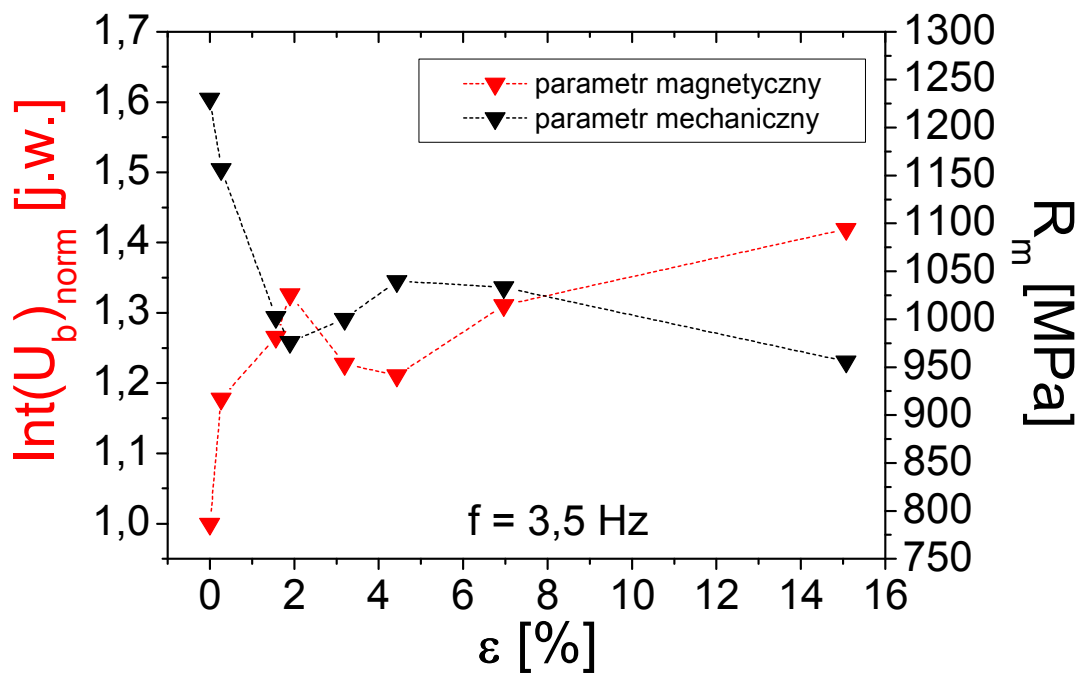
Takie same parametry określone z testów rozciągania dobrze się również sprawdziły w ocenie uszkodzenia stali 40HNMA z rurociągu, przy czym w tym przypadku wszystkie były czułe na rozwój degradacji w całym zakresie zmian historii odkształcenia. Dodatkowo zmiany wyraźnej granicy plastyczności i wytrzymałości na rozciąganie umożliwiły rozróżnienie rodzaju deformacji. Wynikało to z faktu, że o zmianach parametrów mechanicznych w tym przypadku decyduje, obok kumulacji dyslokacji, zwiększający się udział pustek wraz z postępującym odkształceniem trwałym. Również obserwacja przełomów w próbkach ze stali 40HNMA z rurociągu po obciążeniach w podwyższonej temperaturze przy zadanym w pracy naprężeniu umożliwiała identyfikację przechodzenia z drugiego do trzeciego etapu pełzania.

Potwierdzenie przydatności wymienionych wyżej parametrów standardowej próby rozciągania do oceny uszkodzenia otrzymano również w badaniach stali P91. Jednak w tym przypadku wartości wydłużenia względnego, w przeciwieństwie do wartości umownej granicy plastyczności i wytrzymałości na rozciąganie, nie pozwalały rozróżnić rodzaju wstępnego obciążenia.

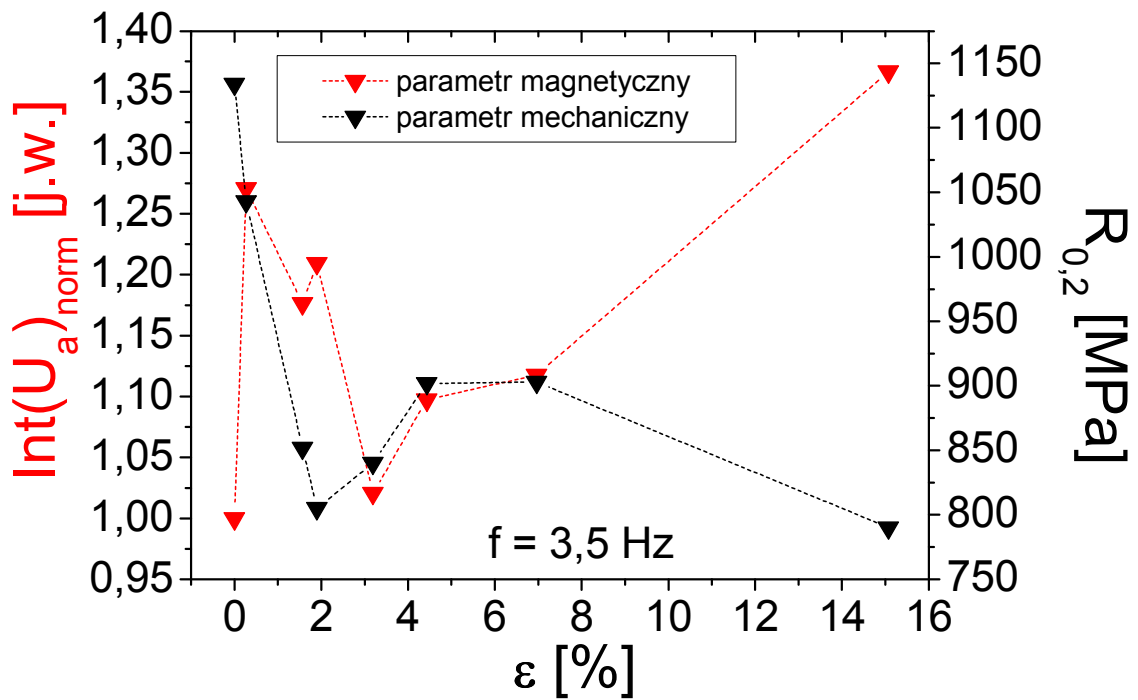
Analiza parametrów wrażliwych na historię deformacji materiałów, pochodzących z metod niszczących i nieniszczących, uwidoczniała ich odmienny charakter zmian (rys. 172a-d). Jest to szczególnie widoczne w przypadku stali 40HNMA z płaskownika po pełzaniu. Zmiany całki wyznaczonej z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena w funkcji wstępnej deformacji pełzania w zestawieniu ze zmianami zarówno granicy plastyczności (rys. 172a), jak i granicy wytrzymałości doraźnej (rys. 172b) miały charakter lustrzany, tj. gdy $\text{Int}(U_b)_{\text{norm}}$ zwiększała się, to $R_{0,2}$ oraz R_m malały i odwrotnie. W podobny sposób, chociaż nie tak już symetryczny, zmieniały się całka z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej oraz $R_{0,2}$ i R_m (rys. 172c,d).



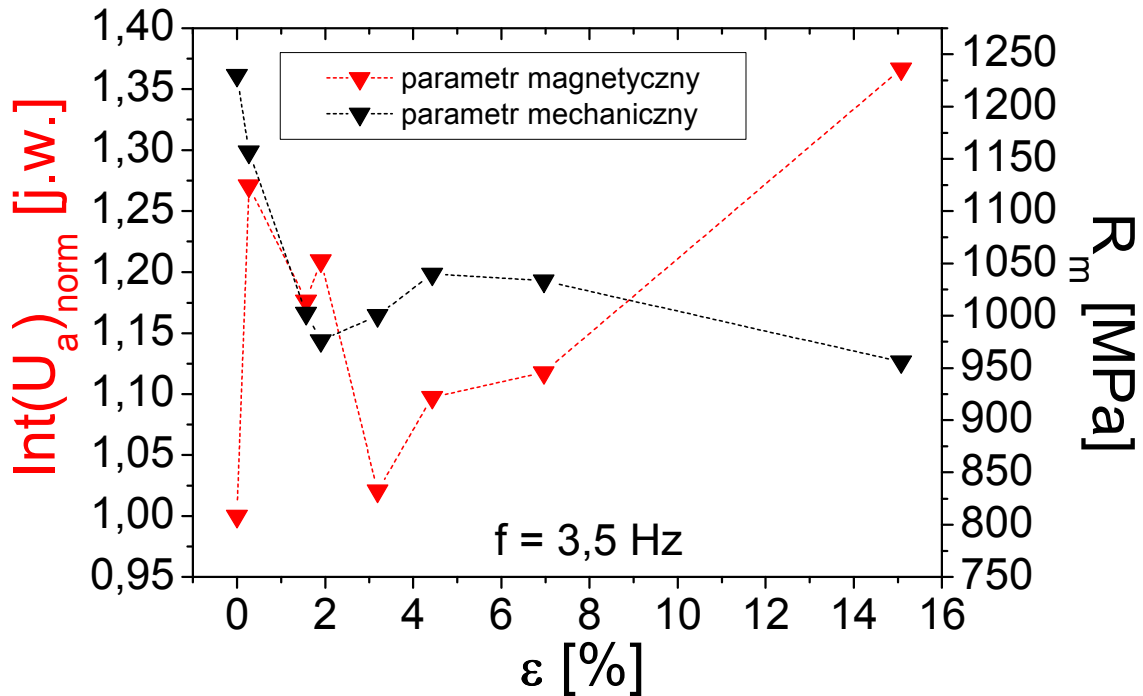
Rys. 172a. Porównanie zmian całki z obwiedni napięcia skutecznego emisji Barkhausena ze zmianami umownej granicy plastyczności stali 40HNMA z płaskownika w funkcji odkształcenia trwałego



Rys. 172b. Porównanie zmian całki z obwiedni napięcia skutecznego emisji Barkhausena ze zmianami granicy wytrzymałości stali 40HNMA z płaskownika w funkcji odkształcenia trwałego



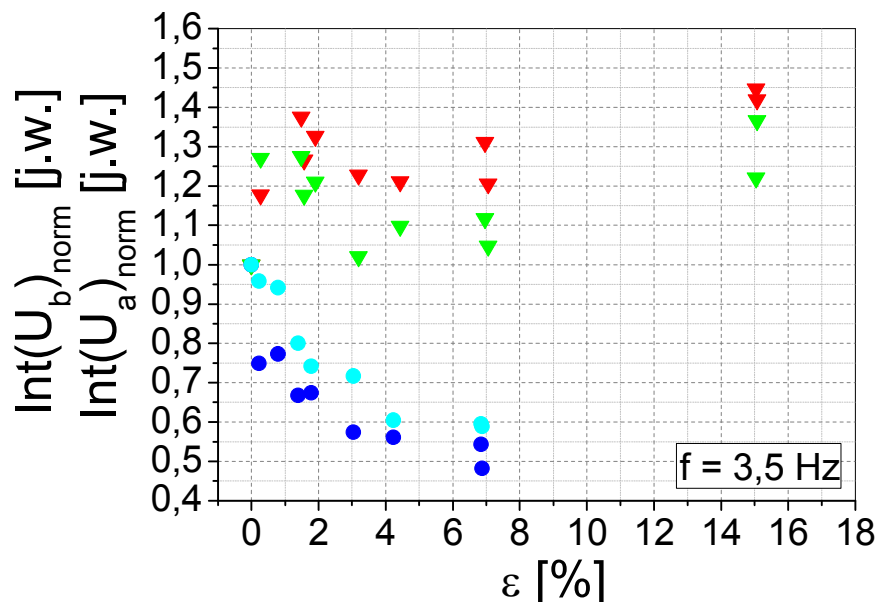
Rys. 172c. Porównanie zmian całki z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej ze zmianami umownej granicy plastyczności stali 40HNMA z płaskownika w funkcji odkształcenia trwałego



Rys. 172d. Porównanie zmian całki z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej ze zmianami granicy wytrzymałości stali 40HNMA z płaskownika w funkcji odkształcenia trwałego

Z wykresów na rysunku 172a-d wynika jednak, że spośród wymienionych wyżej parametrów całka z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena ($\text{Int}(U_b)$) lepiej charakteryzuje właściwości mechaniczne. Okazuje się, że w opisie charakterystyk mechanicznych bardziej istotny jest udział obu populacji ścian domenowych 180° i 90° niż głębokość, z jakiej jest odbierany sygnał napięciowy. W przypadku metody szumu Barkhausena, która jest techniką powierzchniową, sygnał jest odbierany z głębokości do około 1 mm w zależności od warunków pomiarowych, a za zmiany właściwości mechanicznych odpowiedzialne są obie populacje ścian domenowych 180° i 90° . Natomiast w przypadku metody emisji magnetoakustycznej, której sygnał jest odbierany z głębokości do około 10mm [O'Sullivan et al., 2004] (w danym przypadku jest to cała objętość próbki o wymiarach: $5\text{mm}\times 7\text{mm}\times 40\text{mm}$ pod cewką magnesującą), o zmianach właściwości mechanicznych decyduje tylko jedna populacja granic domenowych typu 90° .

Fakt, że w przypadku emisji magnetoakustycznej bierze udział tylko jedna populacja granic domenowych ma odzwierciedlenie w wartościach napięcia skutecznego sygnału MAE. Wartości napięcia skutecznego tego sygnału mniej różnicują się w odniesieniu do próbki wyjściowej (nieodkształconej laboratoryjnie) niż wartości napięcia skutecznego szumu Barkhausena, za który odpowiadają dwie populacje ścian domenowych (rys. 173).



Rys. 173. Porównanie aktywności ścian domenowych typu 180° i 90° na przykładzie całki wyznaczonej z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena i emisji magnetoakustycznej (trójkąty czerwone – pełzanie, szum Barkhausena; trójkąty zielone – pełzanie, emisja magnetoakustyczna; kółka niebieskie – deformacja plastyczna, szum Barkhausena; kółka błękitne – deformacja plastyczna, emisja magnetoakustyczna)

Analiza wyników badania struktury dyslokacyjnej na przykładzie stali 40HNMA z płaskownika pozwala sformułować wniosek, który dla potwierdzenia wymaga jeszcze dalszych testów, a mianowicie, że za zmianę współczynnika dwójłomności akustycznej (B_{ak}) odpowiada głównie reorientacja ziaren (zmiana tekstury) materiału. Gęstość dyslokacji próbek po pełzaniu zmienia się bowiem niemonotonicznie w przeciwieństwie do wartości współczynnika dwójłomności akustycznej tego materiału, który w przybliżeniu maleje liniowo wraz z odkształceniem.

Na podstawie uzyskanych wyników badań stwierdzono występowanie istotnych zależności między odkształceniem trwałym a parametrami wyznaczonymi z badań nieniszczących. Wykazano, że dla każdego rodzaju badanego materiału i dla każdego rozpatrywanego typu obciążenia (pełzanie, deformacja plastyczna) można znaleźć funkcyjne zależności między odkształceniem trwałym a amplitudą wyznaczoną z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej (U_{app}). Ponadto, zaobserwowano występowanie szeregu dodatkowych zależności między odkształceniem trwałym a parametrami wyznaczonymi na podstawie badań nieniszczących. Związki takie zebrano w tabeli 21.

Zwrócono również uwagę na fakt, że parametry magnetyczne (całka/amplituda z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena/emisji magnetoakustycznej, pole koercji) oraz współczynnik elastoakustyczny są bardziej czułe w pierwszych dwóch etapach pełzania, natomiast dwójłomność akustyczna w trzecim.

Ponadto, wykazano, że niektóre parametry pochodzące z badań nieniszczących umożliwiają identyfikację rodzaju zadanego obciążenia. Należą do nich w szczególności: całka z obwiedni napięcia skutecznego emisji Barkhausena ($\text{Int}(U_b)$) i emisji magnetoakustycznej ($\text{Int}(U_a)$), a także współczynnik elastoakustyczny (β).

Tabela 21. Zależności funkcyjne między odkształceniem trwałym a parametrami wyznaczonymi za pomocą badań nieniszczących

Parametr wyznaczony na podstawie badań nieniszczących	40HNMA z płaskownika		40HNMA z rurociągu		P91	
	pełzanie	deformacja plastyczna	pełzanie	deformacja plastyczna	pełzanie	deformacja plastyczna
całka z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena $\text{Int}(U_b)$	-	f = 0,5Hz wykładnicza*** $R^2 = 0,9636$ f = 3,5Hz wykładnicza* $R^2 = 0,9250$	paraboliczna $R^2 = 0,9580$	n. b.	-	wykładnicza* $R^2 = 0,9949$
amplituda z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena $U_{b_{pp}}$	-	-	paraboliczna $R^2 = 0,7946$	n. b.	-	paraboliczna $R^2 = 0,8383$
całka z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej $\text{Int}(U_a)$	-	f = 0,5Hz wykładnicza** $R^2 = 0,9488$ f = 3,5Hz wykładnicza** $R^2 = 0,9568$	-	n. b.	wykładnicza* $R^2 = 0,9398$	wykładnicza* $R^2 = 0,9477$
amplituda z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej $U_{a_{pp}}$	f = 0,5Hz paraboliczna $R^2 = 0,9438$ f = 3,5Hz paraboliczna $R^2 = 0,8527$	f = 0,5Hz wykładnicza*** $R^2 = 0,9779$ f = 3,5Hz wykładnicza*** $R^2 = 0,9847$	paraboliczna $R^2 = 0,7988$	n. b.	wykładnicza* $R^2 = 0,5918$	wykładnicza* $R^2 = 0,9909$
stosunek pików emisji magnetoakustycznej $r(U_{a_{pp}})$	f = 0,5Hz paraboliczna $R^2 = 0,7743$ f = 3,5Hz paraboliczna $R^2 = 0,9016$	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.
pole koercji H_c	-	wykładnicza* $R^2 = 0,9945$	-	n. b.	wykładnicza* $R^2 = 0,9988$	wykładnicza* $R^2 = 0,9904$
indukcja nasycenia B_s	-	-	liniowa $R^2 = 0,8835$	n. b.	liniowa $R^2 = 0,9898$	liniowa $R^2 = 0,8851$
współczynnik dwójtomności akustycznej B	liniowa $R^2 = 0,9358$	liniowa $R^2 = 0,8481$	-	liniowa $R^2 = 0,8739$	wykładnicza* $R^2 = 0,9782$	wykładnicza* $R^2 = 0,9812$
współczynnik elastoakustyczny β	-	b. w. d.	-	n. b.	n. b.	n. b.

- n. b. – nie badano
n. d. – nie dotyczy
b. w. d. – brak wystarczających danych
,,-” – nie znaleziono funkcyjnych zależności
 R^2 – współczynnik dopasowania

*	Model funkcji Exponential	Równanie funkcji $y = y_0 + A \times \exp(R_0 \times x)$
**	ExpDec1	$y = A_1 \times \exp(-x/t_1) + y_0$
***	ExpDec2	$y = A_1 \times \exp(-x/t_1) + A_2 \times \exp(-x/t_2) + y_0$

Tabela 22. Zależności funkcyjne między umowną/wyraźną granicą plastyczności a parametrami wyznaczonymi za pomocą badań nieniszczących

Parametr wyznaczony na podstawie badań nieniszczących	40HNMA z płaskownika		40HNMA z rurociągu		P91	
	pełzanie	deformacja plastyczna	pełzanie	deformacja plastyczna	pełzanie	deformacja plastyczna
całka z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena Int(U _b)	-	f = 0,5Hz liniowa R ² = 0,8335 f = 3,5Hz liniowa R ² = 0,8465	-	n. b.	n. d.	wykładnicza* R ² = 0,9931
amplituda z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena U _{bpp}	-	f = 3,5Hz wykładnicza* R ² = 0,8720	-	n. b.	n. d.	wykładnicza* R ² = 0,9973
całka z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej Int(U _a)	-	f = 0,5Hz liniowa R ² = 0,9687 f = 3,5Hz liniowa R ² = 0,9699	-	n. b.	n. d.	wykładnicza* R ² = 0,9736
amplituda z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej U _{app}	-	f = 0,5Hz wykładnicza* R ² = 0,5622 f = 3,5Hz wykładnicza* R ² = 0,9269	-	n. b.	n. d.	wykładnicza* R ² = 0,9473
stosunek pików emisji magnetoakustycznej r(U _{a,pp})	-	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.
pole koercji H _c	-	-	paraboliczna R ² = 0,9140	n. b.	n. d.	wykładnicza* R ² = 0,9847
indukcja nasycenia B _s	-	-	-	n. b.	n. d.	liniowa R ² = 0,9796
współczynnik dwójłomności akustycznej B	-	wykładnicza* R ² = 0,6992	-	liniowa R ² = 0,6746	n. d.	liniowa R ² = 0,9636
współczynnik elastoakustyczny β	n. b.	n. b.	n. b.	n. b.	n. b.	n. b.

Tabela 23. Zależności funkcyjne między granicą wytrzymałości a parametrami wyznaczonymi za pomocą badań nieniszczących

Parametr wyznaczony na podstawie badań nieniszczących	40HNMA z płaskownika		40HNMA z rurociągu		P91	
	pełzanie	deformacja plastyczna	pełzanie	deformacja plastyczna	pełzanie	deformacja plastyczna
całka z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena $Int(U_b)$	-	$f = 0,5\text{Hz}$ liniowa $R^2 = 0,6618$	-	n. b.	wykładnicza* $R^2 = 0,9885$	wykładnicza* $R^2 = 0,9921$
		$f = 3,5\text{Hz}$ liniowa $R^2 = 0,6794$				
amplituda z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena $U_{b_{pp}}$	-	$f = 3,5\text{Hz}$ wykładnicza* $R^2 = 0,7368$	-	n. b.	-	wykładnicza* $R^2 = 0,9511$
całka z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej $Int(U_a)$	-	$f = 0,5\text{Hz}$ liniowa $R^2 = 0,8521$	-	n. b.	-	wykładnicza* $R^2 = 0,9248$
		$f = 3,5\text{Hz}$ liniowa $R^2 = 0,8605$				
amplituda z obwiedni napięcia skutecznego emisji magnetoakustycznej $U_{a_{pp}}$	-	$f = 0,5\text{Hz}$ wykładnicza* $R^2 = 0,2623$	-	n. b.	-	wykładnicza* $R^2 = 0,9245$
		$f = 3,5\text{Hz}$ wykładnicza* $R^2 = 0,8578$				
stosunek pików emisji magnetoakustycznej $r(U_{a_{pp}})$	-	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.
pole koercji H_c	-	-	paraboliczna $R^2 = 0,7373$	n. b.	n. d.	wykładnicza* $R^2 = 0,9326$
indukcja nasycenia B_s	-	-	-	n. b.	wykładnicza* $R^2 = 0,9877$	liniowa $R^2 = 0,9098$
współczynnik dwójłomności akustycznej B	-	wykładnicza* $R^2 = 0,4389$	-	wykładnicza* $R^2 = 0,9985$	-	liniowa $R^2 = 0,8532$
współczynnik elastoakustyczny β	n. b.	n. b.	n. b.	n. b.	n. b.	n. b.

Przeprowadzony program badań pozwolił również zidentyfikować występowanie zależności wykładniczej między udziałem powierzchniowym (objętościowym) pustek w stali 40HNMA a polem koercji (H_c), a także liniowego związku między polem koercji a współczynnikiem dwójłomności akustycznej (B_{ak}).

Wyniki badań związków występujących między właściwościami mechanicznymi a parametrami wyznaczonymi na podstawie badań nieniszczących wskazują, że możliwe jest wyznaczenie granicy plastyczności i granicy wytrzymałości materiałów, które zmieniają się monotonicznie w funkcji odkształcenia trwałego i których parametry pochodzące z badań nieniszczących zmieniają się również w sposób monotoniczny wraz z sukcesywnym zwiększaniem odkształcenia.

Warunki te są zatem spełnione dla stali odkształczanych w temperaturze pokojowej (wszystkie badane serie materiałów po deformacji plastycznej w temperaturze pokojowej) oraz dla stali 40HNMA z eksploatowanego rurociągu i po laboratoryjnym pełzaniu, a więc dla materiału poddanemu również silnej degradacji (choć zachodzącej wskutek innych mechanizmów deformacyjnych), wskutek której utworzyły się pustki (tabela 22 i 23). W tym przypadku stwierdzono paraboliczne związki pomiędzy polem koercji (H_c) a granicą plastyczności/wytrzymałości (tabela 22 i 23).

W przypadku stali P91 zarówno po pełzaniu, jak i po deformacji plastycznej, zaobserwowano występowanie istotnych związków funkcyjnych między granicą plastyczności i wytrzymałością na rozciąganie stali, a całą wyznaczoną z sygnału napięciowego szumu Barkhausena ($Int(U_b)$) i indukcją nasycenia (B_s).

W świetle przytoczonych w rozprawie wyników badań oraz syntetycznych wniosków i uwag powyżej przedstawionych, tezy pracy postawione na jej początku można uznać za pozytywnie zweryfikowane.

Pomimo, że badania w niniejszej pracy doktorskiej wykonano na materiałach obciążonych w warunkach laboratoryjnych (pełzanie, deformacja plastyczna), uzyskane wyniki mogą stanowić cenną wskazówkę, jakie parametry w przypadku analizowanych stali, powinny być brane pod uwagę w analizie stopnia degradacji wybranych elementów konstrukcji, a zwłaszcza instalacji energetycznych.

11. Podsumowanie i wnioski końcowe

W niniejszej pracy doktorskiej przedstawiono wybrane parametry metod nieniszczących i niszczących, które mogą być stosowane do oceny degradacji mikrostruktury oraz zmian właściwości mechanicznych materiałów.

We wstępnej części teoretycznej rozprawy opisano podstawy fizyczne nieniszczących metod badawczych, wykorzystywanych do wyznaczenia parametrów wrażliwych na rozwój uszkodzenia, przy czym uwagę skoncentrowano głównie na metodach, które nie zostały jeszcze znormalizowane, to znaczy na technice wykorzystującej istnienie szumu Barkhausena oraz metodzie opierającej się na analizie emisji magnetoakustycznej. Z tego też względu stosunkowo szeroko opisano czynniki wpływające na wyniki otrzymane za pomocą obu technik badawczych.

W części dotyczącej własnych prac doświadczalnych szczegółowo przedstawiono kolejne etapy realizowanych testów. Program badań obejmował przeprowadzenie deformacji wywoływanej pełzaniem lub płynięciem plastycznym do osiągnięcia różnych stopni odkształcenia w trzech grupach stali, różniących się między sobą mikrostrukturą oraz właściwościami mechanicznymi. Wstępnie odkształcone próbki materiałów poddawano wstępnie badaniom magnetycznym, polegającym na wyznaczeniu parametrów z obwiedni napięcia skutecznego szumu Barkhausena oraz emisji magnetoakustycznej, a także parametrów wyznaczonych z pętli histerezy magnetycznej. Ponadto, przeprowadzono ultradźwiękowe badania współczynnika dwójłomności akustycznej oraz w przypadku stali 40HNMA z płaskownika i z rurociągu współczynnika elastoakustycznego.

W kolejnym etapie programu badawczego materiałów poddanych wstępnej deformacji oraz badaniom nieniszczącym wykonano statyczne próby rozciągania oraz analizę mikrostruktury w zakresie powiększeń mikroskopii świetlnej, skaningowej i transmisyjnej. Rozwój uszkodzenia badanych stali, wyrażony przez parametry wyznaczone na podstawie badań niszczących oraz przez parametry pochodzące z badań nieniszczących poddano analizie zmierzającej do opracowania wzajemnych związków funkcyjnych między nimi.

Przeprowadzona syntetyczna analiza wyników badań z punktu widzenia możliwości zastosowania metod nieniszczących do oceny degradacji materiałów w miejsce dotychczas wykorzystywanych pracochłonnych, czasochłonnych i kosztownych badań niszczących daje możliwość sformułowania następujących podstawowych wniosków.

- Możliwe jest określenie stopnia eksploatacji stali - wyrażonego degradacją mikrostrukturalną opisaną zmianami udziału powierzchniowego (a tym samym objętościowego) pustek (i innych nieciągłości mikrostrukturalnych) na podstawie parametrów wyznaczanych w oparciu o metody nieniszczące.
- Możliwe jest określenie stopnia eksploatacji stali wyrażonego pogorszeniem się jej charakterystyk mechanicznych wskutek procesu pełzania na podstawie parametrów wyznaczanych za pomocą metod nieniszczących.
- Parametry wyznaczone na podstawie badań magnetycznych oraz współczynnik elastoakustyczny określony metodą ultradźwiękową są bardziej czułe na rozwój uszkodzenia w pierwszym i drugim etapie pełzania materiałów, natomiast dwójłomność akustyczna w trzecim.
- W oparciu o badania nieniszczące materiałów o jednakowej wartości wstępnej deformacji możliwe jest wskazanie różnic w zastosowanym rodzaju obciążenia wywołującego określoną historię odkształcenia.

W związku z dużą czułością wybranych parametrów metod nieniszczących (metody magnetyczne, ultradźwiękowe) na stopień uszkodzenia planuję w przyszłości wykonanie podobnych badań do prezentowanych w niniejszej rozprawie na próbkach stali P91, które poddawane będą pełzaniu przy niższych poziomach naprężenia, bardziej reprezentatywnych dla stosowanych w rzeczywistych elementach rurociągów. Umożliwi to opracowanie bazy danych, która mogłaby ułatwić transformowanie wyników testów laboratoryjnych na wnioski oraz opracowywanie procedur dotyczących efektywnego ustalenia warunków pracy oraz terminowych przeglądów elementów rzeczywistych konstrukcji.

Bibliografia

- Anglada-Rivera J., Padovese L.R., Capó-Sánchez J.: Magnetic Barkhausen noise and hysteresis loop in commercial carbon steel: influence of applied tensile stress and grain size. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2001, vol. 231, iss. 2-3, pp. 299-306
- Ashby M.F., Dyson B.F.: Creep damage mechanics and micromechanisms. ICF Advances in Fracture Research, S.R. Valluri et al. (eds.), Pergamon Press, 1984
- Augustyniak B.: Emisja magnetomechaniczna. W: Emisja Akustyczna – Źródła, metody, zastosowania.: Ed.: Malecki I., Ranachowski J., Warszawa, Pascal Publication, 1994, str. 417-446
- Augustyniak B.: Podstawy fizyczne wykorzystania własności magnetosprężystych dla oceny naprężeń wewnętrznych i zewnętrznych materiałów ferromagnetycznych. I Krajowa Konferencja Podstawy Fizyczne Badań Nieniszczących, Gliwice, 1995
- Augustyniak B.: Correlation between acoustic emission and magnetic and mechanical Barkhausen effect. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1999, vols. 196-197, pp. 799-801
- Augustyniak B.: Zjawiska magnetosprężyste i ich wykorzystanie w nieniszczących badaniach materiałów. Wydawnictwo Politechniki Gdańskiej, Gdańsk, 2003
- Augustyniak B.: O przyczynach magnetycznych właściwości stali i ich wykorzystaniu w badaniach nieniszczących. XIV Seminarium Nieniszczące Badania Materiałów, Zakopane, 04-07.03.2008
- Augustyniak B., Degauque J.: New approach to hysteresis process investigation using mechanical and magnetic Barkhausen effects. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1995, vols. 140-144, Part 3, pp. 1837-1838
- Augustyniak B., Degauque J.: Magneto-mechanical properties evolution of Fe-C alloy during precipitation process. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, vol. 370, iss. 1-2, pp. 376-380
- Augustyniak B., Piotrowski L., Chmielewski M., Sablik Martin J.: Creep damage zone detection in exploited power plant tubes with magnetoacoustic emission. *Przegląd Elektrotechniczny*, 2007, no. 4, pp. 93-98
- Augustyniak B., Piotrowski L., Chmielewski M.: Impact of frequency and sample geometry on magnetoacoustic emission voltage properties for two steel grades. *Journal of Electrical Engineering*, 2008, vol. 59, no. 7/s, pp. 33-36
- Augustyniak B., Piotrowski L., Radczuk M., Chmielewski M.: Investigation of magnetic and magnetomechanical hysteresis properties of Fe-Si alloys with classical and mechanical Barkhausen effects and magnetoacoustic emission. *Journal of Applied Physics*, 2003, vol. 93, no. 10, pp. 7465-7467

- Augustyniak B., Sablik M.J., Landgraf F.J.G., Jiles D.C., Chmielewski M., Piotrowski L., Moses A.J.: Lack of magnetoacoustic emission in iron with 6.5% silicon. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2008, vol. 320, iss. 20, pp. 2530-2533
- Baldev R., Jayakumar T., Moorthy V., Vaidyanathan S.: Characterization of microstructures, deformation, and fatigue damage in different steels using magnetic Barkhausen emission technique. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2001, vol. 37, no. 11, pp. 789-798
- Betten J.: Damage tensors in continuum mechanics. *J. Mec. Theor. Appl.*, 1983, 1, 2, pp. 13-32
- Bhattacharya D.K.: Magnetic NDT for the Characterization of Industrial Materials. *Materials Characterization Techniques – Principles and Applications*. Eds.: Sridhar G., Ghosh Chowdhury S. & Goswami N.G., 1999, pp. 210-227
- Bhattacharya D.K., Vaidyanathan S.: Effect of the demagnetisation factor on the Barkhausen noise. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1997, vol. 166, iss. 1-2, pp. 111-116
- Blaow M., Evans J.T., Shaw B.A.: The effect of microstructure and applied stress on magnetic Barkhausen emission in induction hardened steel. *Journal of Materials Science*, 2007, vol. 42, iss. 12, pp. 4364-4371
- Blaow M.M., Shaw B.A.: Characterization of welding induced anisotropy in steel by magnetic Barkhausen noise. *Journal of Mechanics Engineering and Automation* 3, 2013, pp. 756-763
- Blicharski M.: *Inżynieria materiałowa. Stal*. WNT, Warszawa, 2004
- Błachnio J.: *Efekt Barkhausena w diagnostyce elementów maszyn*. Biblioteka Problemów Eksploatacji, Warszawa, 2009
- Buttle D.J., Briggs G.A.D., Jakubovics J.P., Little E.A., Scruby C.B.: Magnetoacoustic and Barkhausen emission in ferromagnetic materials in ferromagnetic materials. *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A* 320, 1986, pp. 363-378
- Buttle D.J., Moorthy V., Shaw B.: Determination of residual stresses by magnetic methods. *Measurement Good Practice Guide No. 88*. Reproduced with the permission of the Controller of HMSO and Queen's Printer for Scotland, 2006
- Byeon J.W., Kwun S.I., Hong Soon-Jik, Lee C-K., Kang K.-M., Sohn Y.: Correlation of magnetic Barkhausen emission profile strength of thermally degraded 2.25chrominium-1molybdenum steel. *Materials Transactions*, 2005, vol. 46, no. 12, pp. 3089-3091
- de Campos M.F., Franco F.A., Santos R., da Silva F.S., Ribeiro S.B., Lins J.F.C.: Magnetic Barkhausen noise in quenched carburized steels. *Journal of Physics: Conference Series*, 2011, no. 1, pp. 1-6
- Capo-Sanchez J., Perez-Benitez J.A., Padovese L.R., Serna-Giraldo C.: Dependence of the magnetic Barkhausen emission with carbon content in

- commercial steels. *Journal of Materials Science*, 2004, vol. 39, iss. 4, pp. 1367-1370
- Cullity B.D., Graham C.D.: *Introduction to magnetic materials*. IEEE Press Editorial Board, Second Edition, Piscataway 2009
- Das S.: *Metallography in failure prediction – An in-situ approach*. Proceedings: COFA – 1997
- Davut K., Gür C.H.: Monitoring the microstructural changes during tempering of quenched SAE 5140 steel by magnetic Barkhausen noise. *Journal of Nondestructive Evaluation*, 2007, vol. 26, iss. 2-4, pp. 107-113
- Davut K., Gür C.H.: Monitoring the microstructural evolution in spheroidized steels by magnetic Barkhausen noise measurements. *Journal of Nondestructive Evaluation*, 2010, vol. 29, iss. 4, pp. 241-247
- Davut K., Gür C.H., Kleber X.: Characterisation of quenched and tempered steels by magnetic Barkhausen noise method. ECNDT 2006 – Poster 108
- Deputat J.: *Własności i wykorzystanie zjawiska elastoakustycznego do pomiarów naprężeń własnych*. Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN, Warszawska Drukarnia Naukowa, Warszawa, 1987
- Degauques J.: Magnetomechanical effects and magnetomechanical damping of ferromagnetic materials. *Proc. of Summer School of Mechanical Spectroscopy*, AGH Kraków, 1991, www.scientific.net
- Dhar A., Jagadish C., Atherton D.L.: The effect of sample size on magneto-acoustic emission. *NDT International*, February 1991, vol. 24, no. 1, pp. 15-19
- Dietrich L.: *Proces i parametry uszkodzeń materiałów konstrukcyjnych*. Materiały Konferencyjne IX Seminarium Nieniszczących Badań Materiałów, Zakopane, 11-14.03.2003
- Dobmann G., Altpeter I., Wolter B.: Materials characterization a challenge in NDT for quality management. 3rd International Non-Destructive Testing Symposium and Exhibition, Istanbul, Turkey, April 2008
- Dobmann G., Kroning M., Theiner W., Willems H., Fiedler U.: Nondestructive characterization of materials (ultrasonic and micromagnetic techniques) for strength and toughness prediction and the detection of early creep damage. *Nuclear Engineering and Design*, 1992, vol. 157, iss. 1-2, pp. 137-158
- Dobrzański J.: *Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo*. Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Gliwice-Warszawa, 2002
- Dobrzański J.: *Materiałoznawcza interpretacja trwałości stali dla energetyki*. International OCSCO World Press, Gliwice, 2011
- Dobrzański J., Paszkowska H., Kowalski B., Wodzyński J.: Diagnostyka elementów urządzeń energetycznych pracujących pod działaniem ciśnienia w podwyższonej temperaturze. *Prace IMŻ*, 2010, T.1, nr 1, str. 33-41

- Dubec J., Neslusan M.: Multiparametric analysis of surface integrity after turning through Barkhausen noise in relation to tool wear. 6th International Conference ERIN, Prague, 2012, pp. 314-317
- Dudziewicz J.: Podstawy elektromagnetyzmu. Warszawa, WNT, 1972
- Dunne F.P.E, Othman A.M., Hall F.R., Hayhurst D.R.: Representation of uniaxial creep curves using continuum damage mechanics. International Journal of Mechanical Sciences, 1990, vol. 32, iss. 11, pp. 945-957
- Dunne F.P.E., Hayhurst D.R.: An expert system for the determination of creep constitutive equations based on continuum damage mechanics. Journal of Strain Analysis for Engineering Design, 1991, vol. 26, iss. 3, pp. 186-191
- Dyson B.F., Loveday M.S., Rodgers M.J.: Grain boundary cavitation under various states of applied stress. Proc. R. Soc. Lond. A349, 1976, pp. 245-259
- Dyson B.F., McLean D.: Creep of Nimonic 80A in torsion and tension. Metal Science, 1977, vol. 11, iss. 2, pp. 37-45
- Egle D.M., Bray D.E.: Measurement of acoustoelastic and third order elastic constants for rail steel. The Journal of the Acoustical Society of America, 1976, vol. 60, iss. 3, pp. 741-744
- Egle D.M., Bray D.E.: Application of acoustoelastic effect to rail stress measurement. Materials Evaluation, March 1979, vol. 37, no. 4, pp. 41-46
- Encyklopedia fizyki współczesnej. PWN, Warszawa, 1983
- Fix R.: American Stress Technology: Practical Aspects of the NDT Method of Barkhausen Noise Analysis (BNA) from fundamental physics to aerospace applications. The 53rd Annual ATA NDT Forum, Albuquerque, New Mexico - 2010
- Findley W.N., Lai J.S., Onaran K.: Creep and relaxation of nonlinear viscoelastic materials. North-Holland Pub. Company, Amsterdam, 1976
- Frost H.J., Ashby M.F.: Deformation-mechanism maps. The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics. Pergamon Press, Oxford, New York, Sydney, 1982
- Galt J.K., Kittel C.: Ferromagnetic domain theory. Solid State Physic. New York. Academic Press, 1956
- Gorkonov E.S., Dragoshanskii Yu.N., Khamitov V.A.: Magnetoelastic acoustic emission in ferromagnetic materials. II. Effect of elastic and plastic strains on parameters of magnetoelastic acoustic emission. Russian Journal of Nondestructive Testing, 2001, vol. 37, no. 12, pp. 835-858. Translated from Defektoskopiya, 2001, no. 12, pp. 3-30
- Gorkonov E.S., Dragoshanskii Yu. N., Mikhovski M.: Barkhausen noise and its utilization in structural analysis of ferromagnetic material (Review Article V). 5. Effects of volume and surface thermal processing. Russian Journal of Nondestructive Testing, 2000, vol. 36, no. 6, pp. 389-417
- Govindaraju M.R., Kaminski D.A., Devine M.K., Biner S.B., Jiles D.C.:

- Nondestructive evaluation of creep damage in power-plant steam generators and piping by magnetic measurements. *NDT & International*, 1997, vol. 30, no. 1, pp.11-17
- Gorkunov E.S., Savrai R.A., Makorov A.V., Zadvorkin S.M., Smirnov S.V., Rogovaya S.A., Solomein M.N.: Application of magnetic and electromagnetic-acoustic methods for assessing plastic deformations under cyclic loading of annealed intermediate-carbon steel. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2006, vol. 42, no. 5, pp. 309-314
- Greenwood G.: Creep life and ductility. *International Congress on Metals. Cambridge, 1973, Microstructure and design of alloys, 1973, 2, 91*
- Gulajew A.P.: Wprowadzenie do metaloznawstwa. Wydawnictwo „Śląsk”, Katowice, 1957
- Gür C.H., Çam İ.: Comparison of magnetic Barkhausen noise and ultrasonic velocity measurements for microstructure evaluation of SAE 1040 and SAE 4140 steels. *Materials Characterization*, 2007, vol. 58, iss. 5, pp. 447-454
- Gür C.H., Savas S.: Non-destructive determination of surface residual stresses in shot peened steels by the magnetic Barkhausen noise technique. *5th Pan American Conference for NDT. 2-6 October 2011, Cancun, Mexico*
- Hayhurst D.R.: Creep rupture under multi-axial states of stress. *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, 1972, vol. 20, iss. 6, pp. 381-390
- Hayhurst D.R.: On the role of creep continuum damage in structural mechanics. in: *Engineering Approaches to High temperature Design*. Eds. Wilshire B., Owen D.R.J., Pineridge Press, Swansea, 1983, pp. 85-176
- Hayhurst D.R., Trąpczyński W.A., Leckie F.A.: Creep rupture under non-proportional loading. *Acta Metallurgica*, 1980, 28, pp. 1171-1183
- Hecker S.S.: Experimental studies of yield phenomena in biaxially loaded metals,; in: *Constitutive Equations in Viscoplasticity: Computational and Engineering Aspects*. The Winter Annual Meeting of The American Society of Mechanical Engineers, New York City, NY Stricklin and Saczalski (eds.), ASME, AMD, 1976, 20, pp. 1-33
- Heidenreich R.D.: *Fundamentals of Transmission Electron Microscopy*. New York, London, Sydney, Intersc. Publ., 1964
- Hubert A., Schäfer R.: *Magnetic domains. The analysis of magnetic microstructures*. Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 1982
- Ikegami K.: An historical perspective of the experimental study of subsequent yield surfaces for metal. Parts 1 and 2. *Journal of the Society of Materials Science*, 1975, vol. 24, pp. 491-505; vol. 24, pp. 709-719
- Jaworski B., Dietfał A., Miłkowska L.: *Elektryczność i magnetyzm. Kurs fizyki. Tom II, Wydanie III*, PWN, Warszawa, 1960
- Jiles D.: *Introduction to magnetism and magnetic materials*. Taylor and Francis Group, New York 1998

- Jiles D.: Dynamics of domain magnetization and the Barkhausen effect. Czechoslovak Journal of Physics, 2000, vol. 50, no. 8, pp. 893-968
- Jiles D.C., Utrata D.: Effects of tensile plastic deformation on the magnetic properties of AISI 4140 steel. Journal of Nondestructive Evaluation, 1987, vol. 6, no. 3, pp. 129-134
- Kachanov L.M.: The theory of creep (English Translation), 1952, Kennedy A.J. (ed.), National Lending Library, Boston Spa
- Kassner M.E.: Fundamentals of creep in metals and alloys. Elsevier Science, 2008
- Kersten M.: Underlying theory of ferromagnetic hysteresis and coercivity. Hirzel, Leipzig, 1943
- Kersten M.: Theory of ferromagnetic hysteresis and initial permeability. Phys. Z., 1943, vol. 44, pp. 63-77
- Kim D.-W., Kwon D.: Quantification of the Barkhausen noise method for the evaluation of time-dependent degradation. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2003, vol. 257, iss. 2-3, pp. 175-183
- Kleber X., Hug-Amalric A., Merlin J.: Evaluation of proportion of phases and mechanical strength of two-phase steels using Barkhausen noise measurements: application to commercial dual-phase steel. Metallurgical and Materials Transactions A, 1308-volume 39A, June 2008
- Kleber X., Vincent A.: On the role of residual internal stresses and dislocations on Barkhausen noise in plastically deformed steel. NDT & E International, 2004, vol. 37, iss. 6, pp. 439-445
- Kleszczewski Z.: Fizyka kwantowa, atomowa i ciała stałego. Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 1997
- Koo K.M., Yau M.Y., Ng Dickon H.L., Lo C.C.H.: Characterization of pearlite grains in plain carbon steel by Barkhausen emission. Materials Science and Engineering: A, 2003, vol. 351, iss. 1-2, pp. 310-315
- Korbiel T.: Badania diagnostyczne z wykorzystaniem zjawiska Barkhausena. Dwunaste seminarium: Nieniszczące badania materiałów. Zakopane, 14-17.03.2006
- Kowalewski Z.L., Hayhurst D.R., Dyson B.F.: Mechanisms-based creep constitutive equations for an aluminum alloy. Journal of Strain Analysis for Engineering Design, 1994, vol. 29, no. 4, pp. 309-316
- Kowalewski Z.L.: Degradacja materiałów konstrukcyjnych stymulowana procesem pełzania. Materiały konferencyjne. Badania mechanicznych właściwości materiałów i konstrukcji. Wykłady. Seminarium szkoleniowe w zakresie „Rozwoju zniszczenia materiałów i laserowego modyfikowania materiałów”, Zakopane, 10-13.12.2003
- Kowalewski Z.L.: Zjawisko pełzania metali. Eksperyment i modelowanie.

Wydawnictwo Instytutu Podstawowych Problemów Techniki PAN,
Warszawa, 2005 (1)

Kowalewski Z.L.: Pełzanie metali. Biuro Gamma, Warszawa, 2005 (2)

Kowalewski Z.L., Szelażek J., Mackiewicz S., Augustyniak B.: Znaczenie interdyscyplinarności w badaniach stopnia zużycia stali energetycznych, XV Seminarium Nieniszczące Badania Materiałów, Zakopane, 10-13.03.2009

Kowalewski Z.L., Szymczak T., Makowska K., Augustyniak B.: A role of destructive and non-destructive tests in creep damage identification. *Key Engineering Materials*, 2012, vols. 488-489, pp. 315-318

Kukła D., Ditrich L., Ciesielski M.: Ocena stopnia uszkodzenia eksploatacyjnego materiału rurociągu parowego na podstawie analizy zmian właściwości zmęczeniowych i mikrostruktury. *Acta Mechanica et Automatica*, 2011, vol. 5, no. 3, pp. 55-60

Kuleev V.G., Tsar'kova T.P., Nichipuruk A.P., Voronin V.I., Berger I.F.: On the origin of essential differences in the coercive force, remanence, initial permeability of ferromagnetic steels in the loaded and unloaded states upon plastic tension. *The Physics of Metals and Metallography*, 2007, vol. 103, no. 2, pp. 131-141

Leckie F.A., Hayhurst D.R.: Constitutive equations for creep rupture. *Acta Metallurgica*, 1977, vol. 25, iss. 9, pp. 1059-1070

Leckie F.A., Onat E.T.: Tensorial nature of damage measuring internal variables. in: *Physical Nonlinearities in Structures*, Eds. J. Hult, J. Lemaitre, Springer Verlag, Berlin 1981, pp. 140-155

Leonowicz M., Wysłocki J.: Współczesne magnesy. WNT, Warszawa, 2006

Lewińska-Romicka A.: Badania nieniszczące. Podstawy defektoskopii. Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa, 2001

Li Z.H., Bilby B.A., Howard I.C.: A study of the internal parameters of ductile damage theory. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 1994, vol. 17, iss. 9, pp. 1075-1087

Lin J., Hayhurst D.R., Dyson B.F.: A new design of uniaxial creep testpiece with slit extensometer ridges for improved accuracy of strain measurement. *International Journal of Mechanical Sciences*, 1993, vol. 35, iss. 1, pp. 63-78

Lindgren M., Lepistö T.: Relation between residual stress and Barkhausen noise in a duplex steel. *NDT & E International*, 2003, vol. 36, iss. 5, pp. 279-288

Litewka A.: Creep rupture of metals under multi-axial state of stress. *Arch. Mech.*, 1989, 41, 1, pp. 3-23

Litewka A., Hult J.: One parameter CDM model for creep rupture prediction. *Eur. J. Mech., A/Solids*, 1989, 8, 3, pp. 185-200

Lo E.R., Kinser C.C.H., Melikhov Y., Jiles D.C.: Magnetic nondestructive characterization of case depth in surface-hardened steel components. *AIP*

Conference Proceedings, 2006, vol. 820, iss.1, pp. 1253-1260

- Lomaev G.V., Kharanzhevskii R.V.: Testing of laser-quenched layers with help of Barkhausen noise. Russian Journal of Nondestructive Testing, 2000, vol. 36, no. 9, pp. 631-639
- Łomozik M.: Creep-resisting structural steels for the power industry – past and present. Biuletyn Instytutu Spawalnictwa, 2013, no. 5, pp. 32-39
- Mackiewicz S.: Pomiar parametrów akustycznych materiałów w badaniach stopnia degradacji struktury. Seminarium szkoleniowe „Rozwój zniszczenia materiałów i laserowe modyfikowanie materiałów”. Zakopane, 10-13.12.2003, Materiały Konferencyjne „Badania Mechanicznych Właściwości Materiałów i Konstrukcji, tom I, str. 75-89, Lapromat, Warszawa, 2003
- Mackiewicz S.: Możliwości ultradźwiękowej oceny degradacji stali energetycznych w wyniku długotrwałej eksploatacji. Materiały Konferencyjne VII Sympozjum Informacyjno-Szkoleniowe „Diagnostyka i remonty długoeksploatowanych urządzeń energetycznych. Nowe problemy diagnostyczne na starych blokach energetycznych”, Ustroń, 05-07.10.2005
- Mackiewicz S.: Wykorzystanie zjawiska anizotropii akustycznej do oceny mikrouszkodzenia materiałów. Materiały Konferencyjne, 35-ta Krajowa Konferencja Badań Nieniszczących, Szczyrk, 2006
- Mackiewicz S., Kowalewski Z.L., Szelażek J., Deputat J.: Badania mechaniczne i ultradźwiękowe stanu uszkodzenia materiałów wskutek procesu pełzania. Przegląd Mechaniczny, 2005, Zeszyt 7-8, str. 15-24
- Makowska K., Kowalewski Z.L.: Damage analysis of P91 steel subjected to different types of loading – advantages of non-destructive techniques. 5th International Symposium on Defect and Material Mechanics ISDMM11, Sevilla, 27.06-1.07.2011, pp. 18-19
- Makowska K., Kowalewski Z.L.: Structural degradation and variation of mechanical properties determined by means of magnetic non-destructive techniques. Book of Abstract, 8th European Solid Mechanics Conference, Graz, 08-13.07.2012
- Makowska K., Kowalewski Z.L., Augustyniak B.: Degradacja struktury oraz zmiany właściwości mechanicznych stali za pomocą parametrów szumu Barkhausena. Materiały Konferencyjne XXV Sympozjum Mechaniki Eksperymentalnej Ciała Stałego, str. 62-63, Jachranka, 17-20.10.2012
- Makowska K., Kowalewski Z.L., Augustyniak B., Piotrowski L.: Determination of mechanical properties of P91 steel by means of magnetic Barkhausen emission, Journal of Theoretical and Applied Mechanics (JTAM), 2014, Zeszyt 1, T. 52, pp. 181-188
- Makowska K., Kowalewski Z.L., Szelażek J., Mackiewicz S., Gutkiewicz P.: Assessment of material degradation by means of acoustic birefringence and elastoacoustic coefficient. 30th Danubia-Adria-Symposium on Advances in Experimental Mechanics, Primosten, Croatia, 2013, September 25-28, no. 1, pp. 95-96

- Marder A.R.: Replication microscopy techniques for NDE. ASM Handbook, Volume 17: Nondestructive evaluation and quality control. ASM Handbook Committee, 1989, pp. 52-56.
- Mészáros I., Ginzler J.: Magnetic investigation of thermal shock fatigue process. Key Engineering Materials, 2007, vols. 345-346, pp. 1283-1286
- Mitra A., Mohopatra J.N., Swaminathan J., Ghosh M., Panda A.K., Ghosh R.N.: Magnetic evaluation of creep in modified 9Cr-1Mo steel. Scripta Materialia, 2007, vol. 57, iss. 9, pp. 813-816
- Mohopatra J.N., Ray A.K., Swaminathan J., Mitra A.: Creep behavior study of virgin and service exposed 5Cr-0.5Mo steel using magnetic Barkhausen emissions technique. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2008, vol. 320, iss. 18, pp. 2284-2290
- Monlevade E.F., de Campos M.F., Franco F.A., Capo-Sanchez J., Goldenstein H., Padovese L.R.: Magnetic Barkhausen noise in quenched carburized nickel-steels. IEEE Transactions on Magnetics, 2012, vol. 48, no. 4, pp. 1465-1468
- Murakami S., Ohno E.T.: A continuum theory of creep and creep damage, in: Creep in Structures. Proc. of 3rd IUTAM Symp., Leicester, 1980, Eds: A.R.S. Ponter, Hayhurst D.R., Springer-Verlag, Berlin, 1981, pp. 422-444
- Murakami S., Sanomura Y.: Creep and creep damage of copper under multiaxial state of stress, in: Plasticity Today, Eds: A. Sawczuk and G. Bianchi, Elsevier, London, 1985, pp. 535-551
- Neyra Astudillo M.R., Núñez N., López Pumarega I.: Magneto-acoustic emission and Barkhausen noise in A508 class II steel. 30th European Conference on Acoustic Emission Testing & 7th International Conference on Acoustic Emission University of Granada, 12-15 September 2012
- Néel L.: Effect of cavities and inclusions on the coercive force. Cahiers de Physique, 1944, vol. 25, pp. 21-44
- Ng D.H.L., Jakubovics J.P., Scruby C.B., Briggs G.A.D.: Effect of stress on magneto-acoustic emission from mild steel and nickel. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 1992, vol. 104-107, pp. 355-356
- Ng D.H.L., Cho K.S., Wong M.L., Chan S.L.I., Ma X.-Y., Lo C.C.H.: Study of microstructure, mechanical properties and magnetization process in low carbon steel bars by Barkhausen emission. Materials Science and Engineering: A, 2003, vol. 358, iss. 1-2, pp. 186-198
- O'Sullivan D., Cotterell M., Cassidy S., Tanner D.A., Mészáros I.: Magneto-acoustic emission for the characterisation of ferritic stainless steel microstructural state. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2004, vol. 271, iss. 2-3, pp. 381-389
- Othman A.M., Hayhurst D.R., Dyson B.F.: Skeletal point stresses in circumferentially notched tension bars undergoing tertiary creep modelled with physically based constitutive equations; 1993, Proc. R. Soc. Lond. A,

441, pp. 343-358

- Pal'a J., Bydžovsky J.: Effect of measurement conditions on Barkhausen noise parameters. *Advances in Electrical and Electronic Engineering*, 2008, vol. 7, iss. 1-2, pp. 315-317
- Palma E.S., Mansur T.R., Ferreira Silna Jr S., Alvarenga Jr. A.: Fatigue damage assessment in AISI 8620 steel using Barkhausen noise. *International Journal of Fatigue*, 2005, vol. 27, iss. 6, pp. 659-665
- Panetta P.D.: Characterization of plastic strain in pipelines. Report to the National Energy Technology Laboratory, 05 FE-63576.000, Project 42623, October 1, 2000 through October 2004
- Pesicka J., Kuzel R., Dronhofer A., Eggeler G.: The evolution of dislocation density during heat treatment and creep of tempered martensite ferritic steels. *Acta Materialia*, 2003, vol. 51, iss. 16, pp. 4847-4862
- Piech T.: *Badania magnetyczne. Wykorzystanie efektu Barkhausena*. Biuro Gamma, Warszawa, 1998
- Piotrowski L., Augustyniak B., Chmielewski M., Tomáš I.: The influence of plastic deformation on magnetoacoustic properties of the CSN12021 grade steel. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2009, vol. 321, iss. 15, pp. 2331-2335
- Rusnak R.M., Cullity B.D.: Correlation of magnetic permeability and X-ray diffraction line broadening in cold-worked iron. *Journal of Applied Physics*, 1969, vol. 40, no. 3, pp. 1581-1969
- Ryś J.: *Stereologia materiałów*. Fotobit Design, Kraków, 1995
- Sablik M.J., Augustyniak B.: Modeling the magnetic field dependence of magnetoacoustic emission. *Materials Evaluation*, 2000, vol. 58, no. 5, pp. 655-660
- Sablik M., Augustyniak B.: The effect of mechanical-stress on a Barkhausen noise signal integrated across a cycle of ramped magnetic field. *Journal of Applied Physics*, 1996, vol. 79, no. 2, pp. 963-972
- Sagar S.P., Parida N., Das S., Dobmann G., Bhattacharya D.K.: Magnetic Barkhausen emission to evaluate fatigue damage in a low carbon structural steel. *International Journal of Fatigue*, 2005, vol. 27, iss. 3, pp. 317-322
- Sakamoto H., Okada M., Homma M.: Theoretical analysis of Barkhausen noise in carbon steels. *IEEE Transactions on Magnetics*, 1987, vol. 23, no. 5, pp. 2236-2238
- Saquet O., Chicois J., Vincent A.: Barkhausen noise from plan carbon steel: analysis of the influence of microstructure. *Materials Science and Engineering: A*, 1999, vol. 269, iss. 1-2, pp. 73-82
- Schroeder K., McClure J.C.: The Barkhausen effect. *CRC Critical Reviews of Solid State Science*, 1979, 6, 45

- Shibata M., Ono K.: Magnetomechanical acoustic emission – a new method for non-destructive stress measurement. *NDT International*, 1981, vol. 14. no. 5, pp. 227-234
- da Silva Junior S. F., Cruz J.R.B.: Using magnetoelastic testing for mechanical stress in structural evaluation components. *SMiRT 16*, Washington DC, August 2001
- Shinya N., Kyono J., Kushima H.: Creep fracture mechanism map and creep damage of Cr-Mo-V turbine rotor steel. *ISIJ International*, 2006, vol. 46, no. 10, pp. 1516-1522
- Skalsky V., Hirnyj S., Pochapskyi Ye., Klym B., Plakhtiy R., Tolopko Ya., Dolishniy P.: The effect of deformation on the parameters of magnetoacoustic signals. *Biuletyn TNTU. Mechanika Materiałów. Wydanie specjalne. Część 1*; 2011, pp. 155-161
- Sket F.I.: Topographic Investigation of creep and creep damage under inhomogeneous loading conditions. *Dissertation zur Erlangung des Grades Doktor-Ingenieur*. Bochum, 2010
- Słownik fizyczny. Wiedza powszechna, Warszawa, 1984
- Sposito G., Ward C., Cawley P., Nagy P.B., Skruby C.: A review of non-destructive techniques for the detection of creep damage in power plants steels. *NDT & E International*, 2010, vol. 43, iss. 7, pp. 555-567
- Stewart D.M., Stevens K.J., Kaiser A.B.: Magnetic Barkhausen noise analysis of stress in steel. *Current Applied Physics*, 2004, vol. 4, iss. 2-4, pp. 308-311
- Stupakov O., Pal'a J., Tomáš I., Bydžovský J., Novák V.: Investigation of magnetic response to plastic deformation of low-carbon steel. *Elsevier Science*, 2007, vol. 462, iss. 1-2, pp. 351-354
- Szelązek J.: Postępy w ultradźwiękowych badaniach naprężeń. *Praca habilitacyjna. Prace IPPT PAN, nr 4*, Warszawa, 2001
- Szelązek J., Mackiewicz S., Kowalewski Z.L.: New samples with artificial voids for ultrasonic investigation of material damage due to creep. *NDT & E International*, 2009, vol. 42, iss. 2, pp. 150-156
- Śliwiński A.: *Ultradźwięki i ich zastosowania*. Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa, 1993
- Trąmpczyński W.A.: Badanie wpływu historii obciążenia na pełzanie metali w złożonym stanie naprężenia. *Prace IPPT*, 1985, 36
- Trąmpczyński W.A.: The experimental verification of the unloading technique for the yield surface determination. *Archives of Mechanics*, 1992, 44, 2, pp. 171-190
- Underwood E.E.: *Quantitative stereology*. Addison-Wesley Publishing Company, USA, 1970
- Vakulenko A.A., Kachanov M.L.: Continuum theory of medium with cracks (in

- Russian). Izv. A. N. S.S.S.R., M.T.T., 1979, pp. 159-166
- Wilson J.W., Tian G.Y., Moorthy V., Shaw B. A.: Magneto-acoustic emission and magnetic Barkhausen emission for case depth measurement in En36 gear steel. IEEE Transactions on Magnetics, 2009, vol. 25, no. 1, pp. 177-183
- Wyrzykowski J., Pleszakow E., Sieniawski J.: Odkształcanie i pękanie metali. Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa, 1999
- Yadav D.S., Khan Yusufzai M.Z., Vashista M.: Microstructural characterization of different steels using Barkhausen noise measurement. International Journal of Mechanical Engineering and Research, 2013, vol. 3, no. 6, pp. 609-616
- Yamuara S., Furuya Y., Watanabe T.: The effect of grain boundary microstructure on Barkhausen noise in ferromagnetic materials. Acta Materialia, 2001, vol. 49, iss. 15, pp. 3019-3027
- Žagar S., Žerovnik P., Grum J.: Surface layer analysis after shot peening by Barkhausen noise signal. The 10th International Conference of Slovenian Society for Non-Destructive Testing; Application of Contemporary Non-Destructive Testing in Engineering, September 1-3, 2009, Ljubljana, Slovenia, pp. 539-548
- PN-89/H-84030/03 Stal stopowa konstrukcyjna – Stal do ulepszania cieplnego i hartowania powierzchniowego – Gatunki.
- PN-EN 10216-2 Rury do zastosowań ciśnieniowych w podwyższonych temperaturach. Rury kotłowe.
- <http://www.imz.gliwice.pl/pl/aktualnosci.php?wid=30&news=233>