

不同拉伸损伤状态下 45 钢表面磁畴观测

张冰琦, 雷经发, 邬竞雄, 刘涛

(安徽建筑大学 机械与电气工程学院, 安徽 合肥 230601)

摘 要: 为明确铁磁材料在拉伸损伤过程中磁特征变化规律, 以 45 钢试样为对象开展准静态拉伸实验。选用粉纹法进行不同拉伸损伤状态下 45 钢试样的磁畴观测。实验结果表明: 45 钢退火试样金相组织中含有珠光体和铁素体。在未施加载荷时, 其表面的微观磁畴结构排列无序、分布较为杂乱。随着拉伸的进行, 45 钢试样磁畴组织由 180° 畴、点状畴等形态转变为迷宫畴、90° 畴, 拉应力的增加破坏了系统局部能量平衡, 使得磁畴间距逐渐变大, 畴壁宽度逐渐变小。

关键词: 拉伸损伤; 金相组织; 磁畴观测

中图分类号: TH140.7

文献标识码: A

文章编号: 2095-8382 (2021) 01-073-05

Observation of Magnetic Domains on the Surface of 45 Steel under Different Tensile Damage States

ZHANG Bingqi, LEI Jingfa, WU Jingxiong, LIU Tao

(School of Mechanical and Electrical Engineering, Anhui Jianzhu University, Hefei 230601, China)

Abstract: In order to clarify the variation of magnetic characteristics of ferromagnetic materials in the process of tensile damage, quasi-static tensile tests were carried out on 45 steel samples. The powder-pattern method was applied to observe the magnetic domain of 45 steel samples under different tensile damage states. The results show that the metallographic structure of annealed 45 steel samples contains pearlite and ferrite. When no load is applied, the micro domain structure is disorderly arranged and distributed randomly. With the continuous implementation of tensile test, the magnetic domain structure of 45 steel sample changes from 180° domain and dotted domain to labyrinth domain and 90° domain. The increase of tensile stress destroys the energy balance of the system, which makes the domain spacing become larger and the domain wall width smaller.

Key words: tensile damage; metallographic structure; magnetic domain observation

铁磁材料广泛应用于航天、电子信息、机械等领域。在实际服役过程中,铁磁材料承受不同载荷作用,会造成应力集中及材料损伤。材料的早期损伤检测难度较大,磁特征检测作为一种早期损伤检测方法,可用于铁磁材料损伤检测及状态评估。

目前,基于磁特征的铁磁构件检测已被国内外学者广泛关注,其微观检测机制研究仍有待深入。表面磁畴观测则是一项重要的表征手段。任文坚

运用粉纹法对 Q235 试件的磁畴结构进行观察,研究不同载荷状态下铁磁材料的磁畴结构的变化^[1]。冷建成、李政达等研究 Q235B 在多种疲劳循环状态下的磁记忆信号变化规律,用金相显微镜观察滴有 Fe₃O₄ 磁流体的试件得到磁畴形貌特征^[2]。董丽虹、徐滨士等研究铁磁材料施加载荷后在磁力显微镜下的磁畴形貌^[3]。初始状态下,磁畴结构粗大且分布杂乱,随着载荷的增加,条状畴增多。

收稿日期: 2020-09-29

基金项目: 国家自然科学基金项目 (51165020, 51565029)

作者简介: 张冰琦 (1993-), 女, 硕士生, 主要研究方向: 无损检测。

上述的研究主要集中在磁信号采集和微观磁畴观测,但在磁畴观测过程中,磁畴的偏转、磁畴形态尺寸变化尚不明确,材料损伤过程中的力磁效应分析不够深入。针对上述情况,本文以 45 钢试样为研究对象,利用粉纹法,观测不同应力作用下试样的磁畴形貌,能够从力磁效应及磁畴角度分析 45 钢试样的磁特征变化规律,也能够为金属磁记忆检测技术的微观机理研究提供参考。

1 铁磁材料磁特性理论基础

1.1 铁磁材料的磁化

在一定的空间范围内,铁磁性物质不受外界磁场的影响下,其组织内部相邻原子的磁矩仅依靠自身作用,形成具有一定排列顺序的状态,实现自发磁化。这种现象的产生实际是铁磁材料内电子的相互作用^[4]。

电子运动产生自旋磁矩和轨道磁矩,两种磁矩都能产生磁效应,从而物质就会具有磁性。由于不同的原子有不同的磁矩,所以当物质由不同的原子组成时,就会表现不同的磁性^[5]。

1.2 力磁关系

力磁关系主要研究力与磁各向异性、磁致伸缩等各种磁性能之间的关系。

1.2.1 磁各向异性

各向异性是指晶体在各个方向呈现出多种不同的性质,这些性质的出现归因于晶体沿晶格的不同方向原子分布的数量和周期不同^[6]。

从能量的角度考虑,在磁化时,晶体沿易磁化方向和难磁化方向所需能量是不同的。这种与磁化方向相关的能量叫做磁各向异性^[7]。设 E_k 为晶体总的各向异性能,可以用式(1)来表达:

$$E_k = K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2) + K_2\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2 \quad (1)$$

式(1)中: K_1 、 K_2 ——各向异性常数;

α_1 、 α_2 、 α_3 ——磁化方向与三个晶轴间的夹角余弦。

其中,磁弹性能 E_{ms} 为

$$E_{ms} = B_1 \sum_i e_{ii} \left(\alpha_i^2 - \frac{1}{3} \right) + 2B_2 \sum_{i \neq j} e_{ij} \alpha_i \alpha_j \quad (2)$$

式(2)中: B_1 、 B_2 ——磁化与形变相互作用的磁弹性耦合系数; α_i 、 α_j ——形变分量($i, j = x, y, z$)。

1.2.2 磁致伸缩

晶体发生磁致伸缩时,如果本身就存在应力,晶体还会存在应力能^[7]。

磁致伸缩系数 λ 可以用来表示晶体的磁致伸缩^[5]大小,即

$$\lambda = \frac{\Delta l}{l} \quad (3)$$

式(3)中:

l ——晶体在某晶轴方向上的长度;

Δl ——由于磁致伸缩引起的晶轴方向上长度变化量;

应力能表达式^[5]为

$$E_\sigma = -\frac{3}{2}\lambda_{100}\sigma(\alpha_1^2\gamma_1^2 + \alpha_2^2\gamma_2^2 + \alpha_3^2\gamma_3^2) - 3\lambda_{111}\sigma(\alpha_1\alpha_2\gamma_1\gamma_2 + \alpha_2\alpha_3\gamma_2\gamma_3 + \alpha_3\alpha_1\gamma_3\gamma_1) \quad (4)$$

式(4)中:

σ ——应力;

γ_1 、 γ_2 、 γ_3 ——应力作用方向;

λ_{100} 、 λ_{111} ——磁致伸缩系数;

1.2.3 力磁效应

试样在拉伸损伤状态下,内部磁畴组织发生不可逆转变。试样受到自身性质和机械加工性能的影响,可能会存在一些缺陷。比如空位、位错、孪晶界等。铁磁材料的晶界对磁畴有钉扎作用,可以阻止磁畴穿过晶界^[8]。通过拉伸损伤实验可知道,试样的宏观层面所呈现的良好特征和其微观特征并非完全一致。在弹塑性变形阶段,45 钢会产生位错滑移,大量位错运动会受到滑移中晶界、杂质及缺陷的阻碍作用,就会产生位错塞积,在局部形成高度应力集中。伴随着应力的增加,塞积的位错也有可能被突破,又在新的地方形成位错塞积^[8]。随着拉伸的进行,45 钢拉应力进一步增大,内应力更加集中,这样就造成磁畴壁宽度的不同。由于 45 钢处在不同拉伸阶段,其内部应力集中程度不同,磁畴形貌也不同,正是由于试样存在力磁效应,产生磁致伸缩性质的形变,畴壁位移就会明显变化,自发磁化的方向也会改变, E_{ms} 会增加,用来抵消 E_σ 的增加。

1.2.4 磁畴理论

磁畴概念最早是在“分子场”理论假设中延伸出来的,其从微观层面观测磁畴组织并研究铁磁材

料的磁特征变化机理。磁畴就是指铁磁材料本身存在着许多自发磁化的小区域。

根据能量最小原理,要使铁磁材料在使用过程中延长服役年限,降低成本,必然要使铁磁材料的性能稳定。其内部的总能量必需要达到最低,内部的磁畴组织要重新取向,磁畴形貌必然会发生一定的变化。如磁畴会随着拉伸损伤的不断进行发生偏转,磁畴的种类也会不断变化。当不添加外磁场和没有外应力存在时,铁磁体内的总能量包括磁晶各向异性能,交换能和退磁场能^[9]。交换能使磁体自发磁化直至饱和状态,自发磁化的方向必然是磁晶各向异性能最容易磁化的方向,称为易磁化轴。由于铁磁材料内的能量要满足能量最小原则,只有这样才能达到稳定状态,所以必然要降低铁磁材料内的退磁场能。当试样发生自发磁化后,磁畴必然会被分成若干不同的小区域^[10],这样才能具有最稳定的磁畴结构使得总能量最低,进而达到稳定的状态。

2 磁畴观测实验及分析

2.1 实验材料

选择 45 钢试样作为实验材料,试样表面进行打磨抛光处理以满足观测要求。45 钢试样尺寸如图 1 所示,其应力应变曲线如图 2 所示。

2.2 实验仪器及步骤

实验前对 45 钢试样进行退火处理。采用高温电炉(NWTX-16F)将 45 钢试样加热到 800 ℃再保温,之后随炉冷却。退火结束后再对试样进行抛光,打磨处理成合适的金相试样,借助金相显微镜观察金相组织。同时,试样用万能材料试验机(WDW-300A)进行拉伸实验。

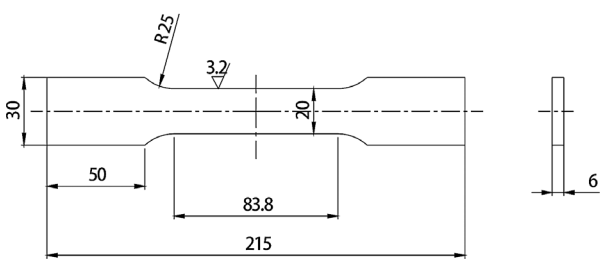


图 1 试样尺寸(单位 mm)

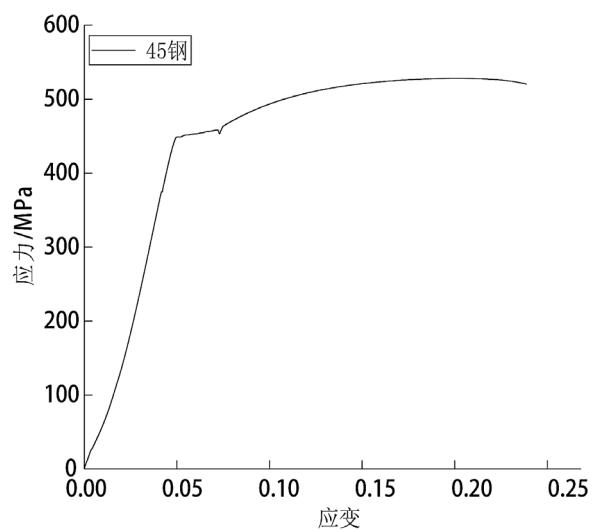


图 2 45 钢应力应变曲线

万能材料试验机(WDW-300A)位移分辨率大于 0.0025 mm,实验过程拉伸速率为 1 mm/min。45 钢试样拉伸加载步骤如下:调整夹头位置,装夹 45 钢试样;对试样施加载荷,加载至 35 kN,卸下试样观察弹性阶段的磁畴。再次装夹试样,加载至 50 kN,然后卸下试样,观察屈服阶段磁畴形貌。同样方法,再加载至 60 kN 随后卸下,观察强化阶段磁畴形貌。最后加载至 65 kN 达到峰值,试样进入颈缩阶段,加载值下降至 50 kN 时停止加载,卸下试样,观察颈缩阶段的磁畴形貌。

2.3 磁流体配置

实验采用化学共沉淀法配置 Fe₃O₄ 粒子,用癸二酸二乙酯作基液,分散剂采用油酸钠。

(1) 在 300 mL 蒸馏水中溶解 2g NaOH,搅拌配置成 NaOH 溶液,并放在合适的温度下保温。随后在 100 mL 的蒸馏水中放入 3g FeCl₃·6H₂O 和 2g FeSO₄·7H₂O,混合搅拌均匀。

(2) 将 FeCl₃·6H₂O 和 FeSO₄·7H₂O 所混合

表 1 二酯基纳米磁流体基本参数	
型号	SS-F10B
基液	二酯基
外观	黑褐色
粒径(nm)	10
饱和磁化强度(GS)	390±20
密度(kg/m³)×10³	1.27
粘度(cP)(25℃)	50
起始磁化率(m/H)	0.25
表面张力(N/cm)	32×10 ⁻⁵

的溶液倒入 NaOH 溶液中,用机械反复搅拌,调节溶液的 pH 值,使其 pH 值稳定在 11 左右,反应半小时。

(3)等到上述溶液自然冷却后,用去离子水清洗溶液,使得溶液 pH=7。随后称取一定量的纳米颗粒水溶液,将 pH 值调节至 5,配成溶胶,放在合适的温度下保温。一段时间后,溶液自然冷却至室温,调节其 pH=7。用酒精和丙酮去除溶液中多余的水分和分散剂,并完全干燥。

(4)称取适量的上述制作的纳米 Fe_3O_4 磁性颗粒和适量的乙酸乙酯混合搅拌。随后研磨,利用离心法筛选出所需的二酯基磁流体,二酯基纳米磁流体基本参数如表 1 所示。

2.4 金相试样制备

将退火后的 45 钢试样用磨抛机抛光至镜面效果。再用 4% 的硝酸酒精擦拭腐蚀,如图 3 所示是金相显微镜下观察的金相组织。45 钢退火后的组织是珠光体和铁素体的混合物。

2.5 磁畴观测及分析

磁畴观测是在金相组织观测基础上完成的。利用 4% 的硝酸酒精清洗腐蚀 45 钢试样表面,并滴加适量的磁流体,盖上盖玻片,在金相显微镜下

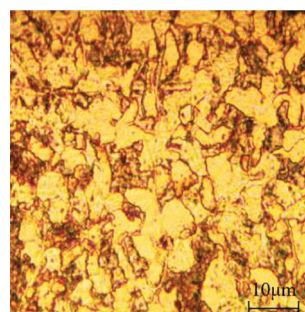
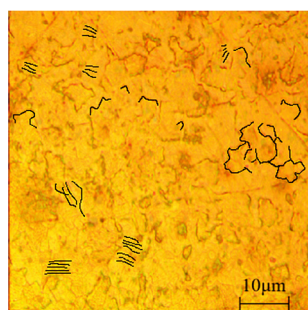


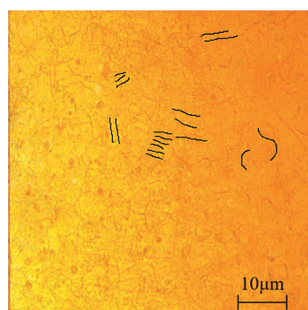
图 3 退火态 45 钢试样经 4% 硝酸腐蚀后金相图

观测磁畴形貌。经过多次实验,调整放大倍数,当放大到 500 倍时,试样表面的微观磁畴组织观察最清晰,如图 4 所示,45 钢试样受力方向水平向右。

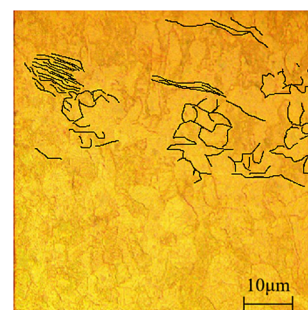
由图 4(a)可知,初始状态下,45 钢试样磁畴形貌结构复杂多变,磁畴种类较多。存在 180° 畴、弯曲畴、迷宫畴、点状畴等多种形态。同时可以看到磁畴宽度不均匀,还有树枝形分叉小磁畴,这种畴的形成可减少表面磁极的退磁场能。对 45 钢试样加载达到弹性阶段后,如图 4(b)所示,磁畴形貌发生变化,磁畴壁朝着拉伸方向发生偏转,磁畴间距为 $3.35 \mu\text{m}$,畴壁宽度为 $6.23 \mu\text{m}$, 180° 畴增多。当试样达到屈服阶段时,如图 4(c)所示,单位区域内的磁畴数量比弹性阶段增加更多,磁畴的总体趋



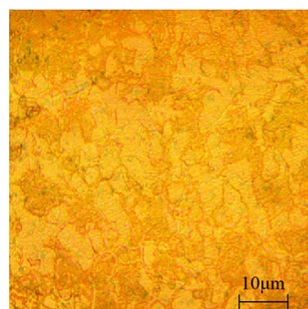
(a) 初始状态 45 钢表面磁畴形貌



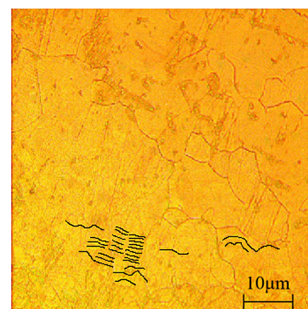
(b) 弹性阶段 45 钢表面磁畴形貌



(c) 屈服阶段 45 钢表面磁畴形貌



(d) 强化阶段 45 钢表面磁畴形貌



(e) 颈缩阶段 45 钢表面磁畴形貌

图 4 不同拉伸阶段下 45 钢表面磁畴形貌图

势发生了变化,向拉伸方向进一步偏转,且迷宫畴增多,部分磁畴壁发生了 90° 偏转,畴壁的长度明显变长,间距比弹性阶段小。当试样到强化阶段时,如图 4(d) 所示,45 钢试样内部应力高度集中,由于力磁效应的存在,产生磁致伸缩性质的形变,畴壁位移发生显著变化,磁畴间距变大,达到 $5.18\mu\text{m}$,畴壁宽度变小为 $3.36\mu\text{m}$,磁畴普遍朝着拉伸方向偏转, 90° 畴增多。随着拉伸的不断进行,试样到颈缩阶段时,产生大量宏观裂纹,导致这一阶段的磁畴变得模糊不清,如图 4(e) 所示。

3 结论

本文通过观察 45 钢试样在不同拉伸损伤状态下表面磁畴组织变化情况,得到以下结论:

初始状态的 45 钢试样,表面磁畴分布杂乱,随着拉伸的进行,磁畴组织会由片状畴转变为迷宫畴,畴壁会从 180° 逐渐转为 90° ,磁畴间距变大,由 $3.35\mu\text{m}$ 增加到 $5.18\mu\text{m}$;磁畴宽度变小,由 $6.23\mu\text{m}$ 减小到 $3.36\mu\text{m}$ 。引起这一结果的主要原因是施加载荷的 45 钢试样存在力磁效应,拉应力不断增大,破坏了系统局部原有的能量平衡,磁畴被细化,畴壁宽度变小,磁畴会不断运动,单位区域内磁畴数量减少,畴壁间距会变大。

参考文献

[1] 任文坚,孙金立,陈曦,等.地磁场中应力对磁畴组织结构影响的试验研究[J].机械工程学报,2013,49(2):

8-13.

- [2] 冷建成,李政达,王玉洁,等.循环应力对磁记忆效应影响的试验研究[J].材料导报,2019,33(10):1723-1727,1733.
- [3] 董丽虹,徐滨士,董世运,等.金属磁记忆技术用于再制造毛坯寿命评估初探[J].中国表面工程,2010,23(2):106-111.
- [4] Xie Z, He M R, Xu P P, et al. A mechanism study on influence of strong external magnetic field on fracture properties of a ferromagnetic steel[J]. AIP Advances, 2019, 9(7): 075219.
- [5] 姚结艳.基于力/磁耦合作用的再制造构件磁记忆检测研究[D].合肥:合肥工业大学,2014.
- [6] 樊清泉.基于金属磁记忆对钢试件力磁关系的试验研究[D].南昌:南昌航空大学,2019.
- [7] Shi P P, Jin K, Zheng X J. A general nonlinear magnetomechanical model for ferromagnetic materials under a constant weak magnetic field[J]. Journal of Applied Physics, 2016, 119(14): 145103.
- [8] 任吉林,陈晨,刘昌奎,等.磁记忆检测力-磁效应微观机理的试验研究[J].航空材料学报,2008,28(5):41-44.
- [9] Zhu W, Ma Z W, Yan J, et al. Magnetic domain structures and their evolution in quasi-two-dimensional ferromagnet Cr_5Te_8 [J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2020, 512: 167019.
- [10] Sakimura H, Suzuki M, Yamauchi Y, et al. Characteristic magnetic domain size in Fe with exchange-coupled antiferromagnetic NiO underlayer[J]. Applied Surface Science, 2020, 526: 146515.