СПЕКТРАЛЬНЫЙ АКУСТИКО–ЭМИССИОННЫЙ МЕТОД КОНТРОЛЯ ПЛАСТИЧНОСТИ НИЗКОЛЕГИРОВАННЫХ СПЛАВОВ ХРОМА

А. И. ШЕВЧЕНКО

Гос. астроном. обсерватория НАНУ. 03680, г. Киев, ул. Академика Заболотного, 27. E-mail: soi_51@ukr.net М. А. ОВСИЕНКО, Л. Ф. ХАРЧЕНКО

ИЭС им. Е. О. Патона НАНУ. 03680, г. Киев-150, ул. Боженко, 11. E-mail: office@paton.kiev.ua

Цель работы – контроль пластической деформации низколегированных сплавов хрома. Разработан спектральный акустико-эмиссионный метод контроля пластичности. Проанализированы определения параметров акустико-эмиссионных сигналов в нормативной литературе и их взаимосвязь с физическими величинами, которые измеряются во время нагруженного разрушения. Разработана методика акустико-эмиссионных исследований образцов сплава хрома. Исследовали следующие сплавы: BX 2K + 0.4 % Re + 0.1 % Zr - литой, пластичный, крупнозернистый; BX 2K + 0.4 % Re + 0.1 % Zr - литой, пластичный, мелкозернистый; BX 2K + 0.4 % Re + 0.1 % Zr - литой, пластичный, мелкозернистый; BX 2K + 0.4 % Re + 0.1 % Zr - деформированный, пластичный; BX 2K + 0.4 % Re - 0.1 % Zr - литой, пластичный, мелкозернистый; BX 2K + 0.6 % N - литой; Cr + 0.3 % La - деформированный. Приведены акустико-эмиссионные спектрограммы, которые свидетельствуют об изменениях структуры материала образца под воздействием нагрузки. Спектрограммы дают возможность использовать приведенную методику с целью анализа пластических характеристик низколегированных сплавов хрома и определения влияния легирующих примесей. Наиболее пластичными являются образцы BX 2K + 0.4 % Re и Cr + 0.3 % La, в спектре которых присутствует прямоугольный участок, и диапазон этого участка больше, чем у контрольного образца. Библиогр. 13, табл. 2, рис. 2.

Ключевые слова: испытание сплавов, пластичность низколегированных сплавов хрома, спектры акустикоэмиссионных сигналов

Задачей исследования является разработка методики испытания сплавов хрома с примесями, которые повышают пластичность хрома. Использование этих сплавов является актуальным при разработке конструкционных материалов для ядерной энергетики. Для реализации задачи провели исследование сигналов акустической эмиссии (АЭ) [1-5] спектроанализатором СК4-59 (ЕЭ1.406.055 ТУ) при нагружении образцов из разных сплавов на разрывной машине 1231 У10. Исследовали плоские образцы длиной 30 мм и шириной в узкой части 3 мм. Скорость движения захватов 1 мм/мин. К плоскости образца в узкой части прикрепляли АЭ преобразователь. Использовали преобразователь П113(0,2-0,5).3 с полосой частот 0,2...2,0 МГц, диаметром рабочей части 10 мм и усилитель САА-06 из комплекта прибора АФ-15. В качестве контактной смазки между преобразователем и образцом использовали индустриальное масло И-40. Химический состав низколегированного сплава на основе хрома ВХ-2К, мас. %: 0,3...0,4 La; 0,3...0,5 Ta; 0,3...0,5 V; 0 Re; 0,001...0,01 C; 0,001...0,03 O; 0,002...0,1 N; 0,001 H [6].

Определим некоторые производные единиц акустической эмиссии [1–4].

Для одного и того же физического процесса АЭ применяется 9 единиц измерения. В ДСТУ 227 [2] АЭ определяется как «излучение объектом испытания акустических (упругих) волн».

По литературным данным предельная чувствительность измерений представляет $1 \cdot 10^{-6}$ мм², что соответствует выявлению трещин длиной 1 мкм на толщину трещины 1 мкм. Энергия отдельного импульса составляет от 10^{-9} до 10^{-5} Дж.

В процессе механического разрушения во время образования трещин происходят два физических явления, которые характеризуются тремя физическими величинами, имеющими две единицы измерения: первое – это высвобождение механической энергии, одна физическая величина – энергия (Дж); второе – превращение энергии механического разрушения в энергию акустической волны и распространение акустической волны. Физические величины – звуковая энергия (Дж) и звуковое давление (Па). Не вся энергия разрушения может перейти в энергию звуковой волны, часть может перейти в тепловую энергию.

Измерительный преобразователь фиксирует изменения толщины пьезокристалла под давлением акустической волны, которая проходит из образца в пьезокристалл. Анализ параметров измерений, сделанный авторами, показывает следующее. Параметр акустического давления оценивается (табл. 1, п.п. 5–7) единицей с размерностью В/с. Только параметр «энергия сигнала АЭ» (табл. 1, п.п. 8, 9) адекватно оценивает энергетические па-

ТЕХНИЧЕСКАЯ ДИАГНОСТИКА И НЕРАЗРУШАЮЩИЙ КОНТРОЛЬ, №1, 2014

[©] А. И. Шевченко, М. А. Овсиенко, Л. Ф. Харченко, 2014

ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ РАЗДЕЛ-

| Номер | Параметр АЭ | Символ, определение единицы измерения и пояснение | |
|-------|--------------------------------------|---|------|
| 1 | Число импульсов | $N_{\Sigma} = n/\Delta \tau$ (число <i>n</i> зарегистрированных импульсов дискретной АЭ за интервал времени наблюдения $\Delta \tau$ или обобщенного параметра нагружения | |
| 2 | Суммарный подсчет | N = n (A>A ₀)/Δτ (число n зарегистрированных превышений A импульсами AЭ установленного уровня дискриминации (ограничения) A ₀ за интервал времени наблюдения Δτ или обобщенного параметра нагружения | |
| 3 | Активность | $\sum = n/\tau$ (число <i>n</i> зарегистрированных импульсов АЭ за единицу времени τ или обобщенного параметра нагружения) | |
| 4 | Скорость подсчета | N/Δτ (отношение суммарного подсчета АЭ N к интервалу времени наблюдения Δτ или обобщенного параметра нагружения) | _"_ |
| 5 | Уровень сигналов | $\sqrt{\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{i=n}A_{\tau_i}^2}$ (среднее квадратичное значение сигнала АЭ в рассматриваемый интервал времени) | |
| 6 | Амплитуда | $U = \max (A/\Delta \tau)$ (максимальное значение сигнала АЭ в течение выбранного интервала времени) | |
| 7 | Амплитудное распределение | U/Δτ (распределение амплитуд АЭ за следуемый интервал времени) | _"_ |
| 8 | Энергия сигнала | <i>W</i> (энергия, которая выделяется в рабочей полосе частот в интервале времени) | Дж/с |
| 9 | Спектральная плот- ность сигналов | Распределение сигналов АЭ по частотам энергии | _"_ |

Таблица 1. Примеры определения АЭ согласно ДСТУ 2374

раметры физического процесса возникновения трещин, его размерность Дж/с.

Но и в этом случае измеряется не механическая энергия разрушения материала, а энергетический параметр акустической волны.

Для нахождения корреляции между частотой импульсов и энергией разрушения материала необходимо провести сложные физические исследования. Поэтому в качестве анализируемой информации выбраны спектры сигналов АЭ.

Испытание проводили при температуре 25 °С. Признаком хорошей пластичности можно назвать наличие огибающей сигналов АЭ одинаковой высоты без разрывов (в форме прямоугольника). Необходимо отметить, что осцилляции (импульсы) единичных актов АЭ могут быть с разной частотой на протяжении всего времени испытаний. Тот факт, что импульсы попадают в прямоугольный участок спектра, свидетельствует не о последовательности их появления во времени, а о том, что процесс имеет близкую физическую природу, близкие частоты и энергии источников акустических волн.

На образцах пластического хрома (№ 2, 3, 5) на спектрограмме (рис. 1) отмечаются участки сплошного спектра практически одинаковой амплитуды. Расшифровка акустических сигналов, зависящих от большого количества факторов, достаточно сложна. Если определять координаты трещин, то этот метод себя оправдывает. Но если исследовать структуру металла, то для этого необходимо провести большое количество испытаний на практически идентичных образцах с целью выявления закономерностей.

Частоты, имеющиеся в излучении АЭ в конце испытания, будут записываться на экране осциллографа в спектрограмме в районе тех частот, которые были в начале испытания, как это и отмечено на рис. 1 на образце № 2 с рением. В конце эксперимента участки спектрограммы заполнялись импульсами АЭ с частотами от 94 до 157 кГц, но с большей амплитудой импульсов. Во время эксперимента участки спектра с меньшими частотами могут заполняться позже по времени, чем участки с высокими частотами. Поскольку сигналы с такой частотой имеют большую амплитуду, то их можно заметить в конце эксперимента на экране. Как известно, АЭ происходит за счет деформирования кристаллитов в поликристалле.

При деформировании микрообъектов одинаковой структуры может происходить излучение импульсов одинаковой частоты, но разной энергии.

Еще один параметр может свидетельствовать о скорости ползучести – скорость подсчета АЭ (1/с) [7]. Аналогом скорости подсчета АЭ (1/с) [1–5] в настоящем методе является максимальная частота, на которой заканчивается прямоугольный участок спектра: для образца № 2 это 600 кГц, № 3 – 430. Таким образом, большие частоты, на которых заканчивается прямоугольный участок, могут свидетельствовать о большей пластичности металла за счет большей накопленной энергии нагрузки образца. На рис. 2 показана огибающая сигнала при хорошей пластичности металла.



Рис. 2. Схематическое представление формы огибающей спектрограммы сигнала при хорошей пластичности металла

По оси абсцисс – частота f, кГц, по оси ординат – амплитуда A, мВ; f_1, f_2 – начало и конец прямоугольного диапазона частот; $L(\Delta)$ – длина прямоугольного участка диапазона спектра с одинаковой амплитудой от f_1 до f_2 (кГц). Вывод относительно пластичности металла делается по двум параметрам: длина сплошного спектра; величина мини-

-ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ РАЗДЕЛ

мума начала сплошного спектра. Анализ проводили в два этапа. В качестве образца с лучшей пластичностью принимается такой, у которого длина сплошного спектра наибольшая и меньше нарушений сплошной линии. Если образцы характеризуются одинаковыми длинами линии $L(\Delta)$, лучшим выбирается тот, у которого величина минимальной частоты f_1 меньше. В качестве стандартного образца для градуировки выбирается образец с составом, полученным по стандартизованным технологиям.

С большой вероятностью можно считать, что в этом методе четко определяется интервал импульсов с одинаковой частотой и одинаковой энергии $L(\Delta)$, т. е. можно оценивать наличие структурных составляющих (зерен, кристаллитов) [8]. Наличие участков сплошного спектра может свидетельствовать о протекании процесса пластической деформации [9-13]. В настоящее время определение параметров, опосредствованно определяющих пластическую деформацию металлов, проводится в соответствии с ГОСТ 1497-84 [12]. Пластическая деформация характеризуется следующими параметрами: модулем упругости E, H/м²; пределом текучести условной с допуском на величину пластической деформации о₀₂, H/мм²; пределом текучести физической (нижняя граница текучести) о,; относительным сужением после разрыва ψ , мм²; относительным удлинением δ , %; действительным сопротивлением разрушению S_к. В качестве характеристики, наиболее близкой (аналогичной) той, что используется в разработанном методе, выбрана характеристика *у*.

В ГОСТ 1497-84 термин «пластическая деформация» используется, но определения этого физического явления и его единицы измерений не приведено, даны определения близких физических параметров и характеристик. Неоднозначно трактуется это явление и для разных металлов. В работе [11] отмечается положительное влияние на пластичность хрома легирования добавкой рения, что нашло подтверждение и в настоящей работе. По данным работы [13] для монокристалла хрома разных ориентаций при пластической деформации при *T* < 300 К наблюдается двойникование, которое увеличивается при понижении температуры. При комнатной температуре пластическая деформация монокристаллов осуществляется путем скольжения [13]. Погрешности измерения пластической деформации следующие: б, из-за неплотного прилегания преобразователя к образцу составляет 2 %; δ_r за счет измерения частоты на спектроанализаторе 3 %; за счет измерения амплитуды 5 %; б, за счет неравномерной скорости движения захватов 2 %. Предельная относительная погрешность б, измерений пластической деформации

ТЕХНИЧЕСКАЯ ДИАГНОСТИКА И НЕРАЗРУШАЮЩИЙ КОНТРОЛЬ, №1, 2014

ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ РАЗДЕЛ

| Номер | Состав образца | Результаты испытаний | Диапазон спектра, кГц |
|-------|-----------------------------|--|--------------------------|
| 1 | BX 2K + 0,06 % N | Разрыв двух образцов происходил на частоте 545 кГц. На одном образце была трещина | $50115 (\Delta = 65)$ |
| 2 | BX 2K + 0,4 % Re | Разрыв образца на частоте 350 кГц | $94600 (\Delta = 506)$ |
| 3 | Cr + 0,3 % La | Разрыв образца на частоте 630 кГц | 105430 (Δ <i>=</i> 325) |
| 4 | BX 2K + 0,4 % Re +0,1 % Zr | Исходный образец был с трещиной. Разрыв образца на частоте 350 кГц | 156215 (Δ = 59) |
| 5 | BX 2K + 0,4 % Re + 0,1 % Zr | Разрыв образца произошел на частоте 400 кГц | $0219 (\Delta = 219)$ |

Таблица 2. Результаты исследований образцов сплавов

 $L(\Delta) - 6,8$ %. Результаты контроля по этой методике подтверждены результатами механических испытаний сплавов хрома с идентичным количеством примесей. Сравнение испытания стандартным методом и испытания по разработанной методике дает хорошую корреляцию характеристик ψ , δ и $\sigma_{0,2}$ для сплава № 2 (табл. 2); для сплава № 5 – ψ и δ . Сплав № 2 также показал хорошую пластичность (Н. П. Бродниковский, ИПМ НАНУ – по результатам испытаний).

Выводы

Разработана методика исследований спектров АЭ сигналов, регистрируемых на исследуемых образцах сплавов хрома.

В данной методике АЭ сигналы, поступающие на преобразователь, анализируются на экране спектроанализатора СК4-59.

Наиболее пластичными являются образцы из сплавов ВХ 2К + 0,4 % Re и Cr + 0,3 % La, у которых особенностями спектра АЭ сигналов являются следующие факторы: наличие прямоугольного участка, наибольший диапазон частот этих участков соответственно 506 и 325 кГц, а также наличие вертикальной линии (импульса) в диапазоне частот больше 500 кГц. Верхняя линия прямоугольника, параллельная оси абсцисс, может свидетельствовать о равенстве энергии АЭ импульсов, а это, в свою очередь, о равенстве прилагаемой нагрузки и наличии участка с пластической деформацией.

- ГОСТ 27655–88. Акустическая эмиссия. Термины, определения и обозначения. – Введ. 01.01.1998. – М.: Госстандарт СССР, 1988. – 13 с.
- ДСТУ 4223-2003. Котли, посудини під тиском і трубопроводи. Технічне діагностування. Загальні вимоги.– Чинний з 01.10.2004.
- ДСТУ 4227-2003. Настанови щодо проведення акустико-емісійного діагностування об'єктів підвищеної небезпеки. – Чинний з 01.10.2004. – Київ. – Держспоживстандарт України. – 2003. – 30 с.
- ДСТУ 2374:1994. Розрахунки на міцність та випробування технічних виробів. Акустична емісія. Терміни та визначення. – Чинний з 01.01.1995.
- Грешников В. А., Дробот Ю. Б. Акустическая эмиссия. М.: Изд-во. стандартов, 1976. – 272 с.
- Пилипенко Н. Н. Малоактивируемые сплавы на основе хрома // Вопр. атомной науки и техники. Сер. Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники. – 2007. – Вып. 16. – С. 198–203.
- Прогнозирование длительной прочности жаропрочной стали 10Х11Н23ТЗМР (ЭПЗЗ) методом акустической эмиссии / Н. А. Семашко, Д. Н. Фролов, Р. А. Физулаков и др. // Контроль. Диагностика. – 2011. – № 7. – С. 3 – 4.
- Физическое металловедение. Дефекты кристаллического строения механических свойств металлов и сплавов. Вып. 3. – М.: Мир, 1968. – 484 с.
- 9. Недосека А. Я. Основы расчета и диагностики сварных конструкций. Киев.: ИНДПРОМ, 2001. 812 с.
- Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов. М.: Мир,1972. – 406 с.
- Трефилов В. И., Мильман Ю. В., Фирстов С. А. Физические основы прочности тугоплавких металлов. – Киев: Наук. думка, 1975. – 315 с.
- ГОСТ 1497–84. Металлы. Методы испытаний на растяжение. – Введ. 01.01.1986. – М.: Стандартинформ, 2005. – 16 с.
- Структура и механические свойств монокристаллов хрома различной чистоты / И. Ф. Борисова, И. М. Неклюдов, В. И. Соколенко, Я. Д. Стародубов // Вопр. атомной науки техники. Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – 2001. – 80, № 4. – С. 19–27.

The objective of the work is monitoring plastic deformation of low-alloyed chromium alloys. A spectral acoustic emission method of ductility monitoring was developed. The paper analyzes determination of parameters of acoustic-emission signals in normative documents and their inter-relation with physical values, which are measured during fracture under loading. A procedure of acoustic emission studies of chromium alloy samples was developed. The following alloys were studied: VKh 2K + 0.4%Re + 0.1%Zr – cast, ductile coarse-grained; VKh 2K + 0.4%Re + 0.1%Zr – wrought, ductile; VKh 2K + 0.4%Re - cast, ductile, fine-grained; VKh 2K + 0.3% La – wrought, fine-grained. Acoustic-emission spectrograms are given, which are indicative of changes in sample material structure under loading. Spectrograms allow applying the above procedure to analyze ductility characteristics of low-alloyed chromium alloys and determine the influence of alloying impurities. The most ductile are samples of VKh 2K + 0.4%Re and Cr + 0.3%La, in which the spectrum has a rectangular section, and the range of this section is greater than that of the reference sample. 13 Reference, 2 Table, 2 Figures.

K e y w o r d s : alloy testing, low-alloyed chromium alloy ductility, spectra of acoustic emission signals

Поступила в редакцию 11.10.2013