

05;08;11

Влияние барокриодеформирования на содержание водорода и акустическую эмиссию в техническом титане ВТ1-0

© Е.В. Черняева,¹ П.А. Хаймович,² А.М. Полянский,³ В.А. Полянский,⁴ Д.Л. Мерсон,⁵ Е.Г. Замлер,² Ю.А. Яковлев³

¹ Санкт-Петербургский государственный университет,
198504 Санкт-Петербург, Россия
e-mail: lena@smel.math.spbu.ru

² Харьковский физико-технический институт,
61108 Харьков, Украина

³ НПК „Электронные и пучковые технологии“,
194021 Санкт-Петербург, Россия

⁴ Санкт-Петербургский государственный политехнический университет,
194021 Санкт-Петербург, Россия
e-mail: vapol@electronbeamtech.com

⁵ Тольяттинский государственный университет,
Тольятти, Россия

(Поступило в Редакцию 19 июля 2010 г.)

Измерение содержания водорода с разными энергиями связи и акустической эмиссии при индентировании для технического титана ВТ1-0 в исходном состоянии и после барокриодеформирования. Выявлены корреляции акустических параметров с содержанием водорода в материале.

Важнейшей задачей материаловедения является повышение физико-механических свойств металлов и сплавов. Одним из перспективных методов для решений этой задачи является барокриодеформирование (БКД), при котором пластическое деформирование материалов осуществляется при криогенных температурах путем продавливания заготовки через матрицу посредством промежуточной твердой среды, пластичной при температуре деформирования [1]. БКД позволяет добиться максимального диспергирования структуры, что приводит к улучшению прочностных свойств металла [2,3].

Титан и сплавы на его основе являются весьма перспективными материалами: высокую удельную прочность вплоть до температур 450–500°C и отличную коррозионную стойкость во многих агрессивных средах [4]. Непрерывно расширяются области применения титана и титановых сплавов в химическом машиностроении, авиапромышленности и других отраслях производства. Поэтому разработка новых методов обработки и оценки качества титановых материалов является весьма важной задачей.

В настоящей работе исследуется влияние БКД на содержание растворенного водорода и параметры акустической эмиссии (АЭ) в образцах технического титана ВТ1-0 (содержание примесей в процентах, не более: 0.18Fe; 0.1Si; 0.07C; 0.01H; 0.04B; 0.12O [5]) в исходном состоянии и после БКД на 20, 45, 55 и 65%.

Водород, располагаясь внутри металла в ловушках различной природы (с разной энергией связи водорода в них), обладает разной диффузионной подвижностью и может оказывать влияние на прочностные и пластические свойства материала [6], а также на

характер АЭ [7,8]. Чувствительность метода АЭ такова, что изменения „естественных“ концентраций водорода, которые обычно составляют единицы атомов водорода на сотни тысяч атомов металлической матрицы, влияют на параметры АЭ [9,10].

Из полученных барокриодеформированием при 77 К на 20, 45, 65% экструдатов были изготовлены образцы в виде таблеток толщиной 0.8–1 мм и диаметром 3–4 мм. Все таблетки, в том числе из исходного титана, были механически отполированы до получения ровной блестящей поверхности. Образцы сначала подвергали индентированию с записью сигналов АЭ, а затем в этих же образцах измеряли содержание водорода.

Измерение концентрации водорода и разделение его по энергиям связи проводилось методом высокотемпературной вакуумной экстракции при помощи анализатора водорода АВ-1 [11]. Анализировалось количество экстрагированного водорода при последовательном нагреве титановых образцов до температур 200, 350, 450, 500, 550, 700 и 850°C (см. таблицу). Методика измерения водорода подробно описана в [12]. При нагреве образцов сначала выделяется водород, адсорбированный на поверхности исследуемого образца (при нагреве до 200°C). При температуре 350–550°C выделяется диффузно-подвижный водород (с низкими энергиями связи), а при температуре выше 550°C выделяется сильносвязанный водород (с наибольшими энергиями связи).

На рис. 1 представлены кривые экстракции водорода для всех рассмотренных образцов. Из таблицы и рис. 1 видно, что кривые экстракции водорода для всех образцов практически совпадают. Наибольшее количество

Количество экстрагированного водорода в исходном состоянии и после БКД со степенью δ образцов титана BT1-0

Температура экстракции, °С	Количество экстрагированного водорода, ppm				
	Исходное состояние	$\delta, \%$			
		20	45	55	65
200	0.19	0.22	0.47	0.65	0.39
350	0.50	0.28	0.68	0.76	0.24
450	0.88	0.53	1.01	0.85	0.77
500	0.45	0.41	0.82	1.36	0.81
550	0.59	0.50	1.34	0.51	0.38
700	6.67	7.40	6.60	6.77	6.42
850	3.52	3.36	4.04	5.17	4.16
Всего абсорбированного на поверхности водорода Q_1	0.19	0.22	0.47	0.65	0.39
Всего диффузно-подвижного водорода Q_2	2.42	1.72	3.85	3.48	2.20
Всего сильносвязанного водорода Q_3	10.19	10.76	10.64	11.94	10.58
Всего водорода в образце Q_Σ	12.80	12.70	14.96	16.04	13.17

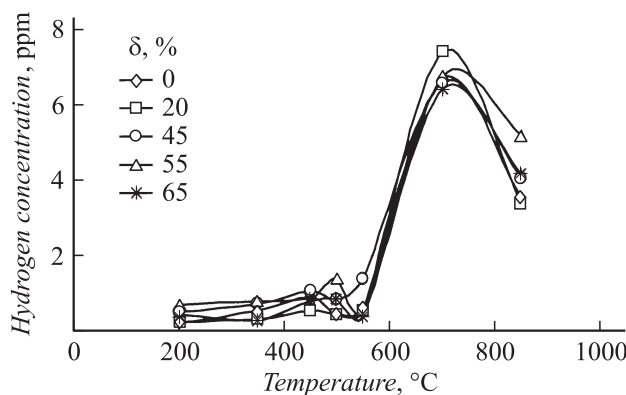


Рис. 1. Количество экстрагированного водорода при нагреве образцов технического титана после БКД со степенью δ . Обозначения кривых приведены на легенде в поле графика.

водорода выделяется при высоких температурах, т.е. водород в рассматриваемом материале содержится в основном в сильносвязанном состоянии (с энергиями связи порядка 1.4 eV). При увеличении степени БКД содержание водорода ($Q_1, \dots, Q_3 < Q_\Sigma$) увеличивается, достигая максимума при $\delta = 55\%$. Таким образом, барокриодеформирование наряду с диспергированием структуры приводит к изменению содержания водорода в материале, и поэтому было важно выяснить, как это в совокупности отражается на параметрах акустического излучения.

Иницирование АЭ осуществлялось путем внедрения твердосплавного конического индентора на механической испытательной машине ИМ-4А (рис. 1). Максимальная нагрузка на индентор составляла 1000 N. Для регистрации и преобразования АЭ-сигналов в электрические применяли датчик MSAE-L2 и усилитель MSAE-FA010, при этом общее усиление составляло 87 dB. Все зарегистрированные сигналы АЭ по методике [13] разбивали на группы по форме кривой спектральной плотности и анализировали спектраль-

ные портреты (усредненная форма кривой спектральной плотности мощности), медианную частоту (частота, делящая площадь под кривой спектральной плотности пополам) и энергию сигналов в каждой группе.

Для всех исследованных образцов состав АЭ был практически однородным: 90–99% составляли сигналы одного вида (группы), очевидно, имеющие дислокационную природу. Однако параметры этих сигналов изменялись с ростом степени деформации. На рис. 3 приведены графики усредненных по двум уколам зависимостей общего количества сигналов АЭ (N), энергии (E) и медианной частоты (F) от степени БКД (δ).

Видно, что с увеличением степени деформирования энергия сигналов уменьшается, а медианная частота увеличивается. Это может быть связано с диспергированием структуры материала, деформированного в условиях всестороннего сжатия при низких температурах [1],

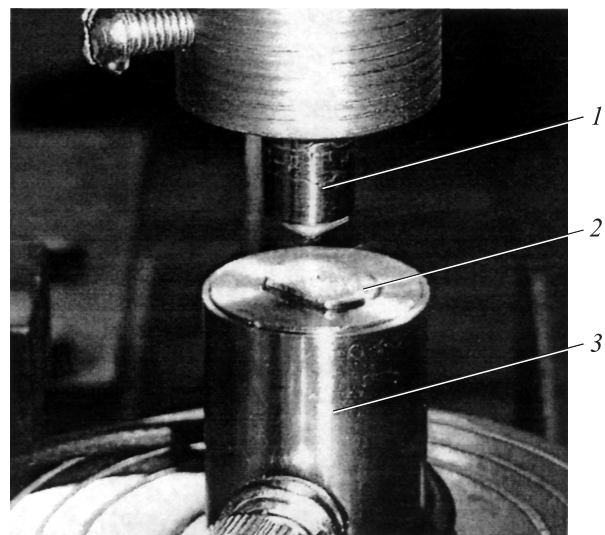


Рис. 2. Внешний вид нагружающего устройства установки: 1 — блок нагружения с коническим индентором; 2 — испытываемый образец; 3 — датчик АЭ MSAE-L2.

что приводит к изменению подвижности дислокаций и соответственно характеристик акустического излучения. В результате измельчения структурных составляющих титана после БКД уменьшается длина свободного пробега дислокаций, с чем и связаны монотонное снижение энергии АЭ и рост медианной частоты. Однако, как следует из рис. 3, общее количество регистрируемых сигналов АЭ (N) имеет немонотонную зависимость от степени БКД.

Спектральный анализ АЭ показал, что с увеличением степени БКД кривая спектральной плотности сглаживается, при этом наиболее заметны изменения кривой спектральной плотности в области низких (100–200 kHz) частот (рис. 4).

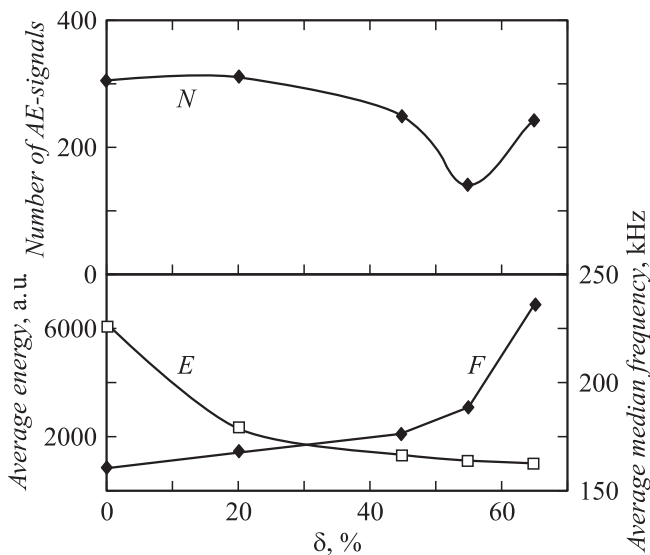


Рис. 3. Зависимость общего количества (N), средней энергии (E) и средней медианной частоты (F) сигналов АЭ от степени БКД (δ) образцов технического титана при их индентировании.

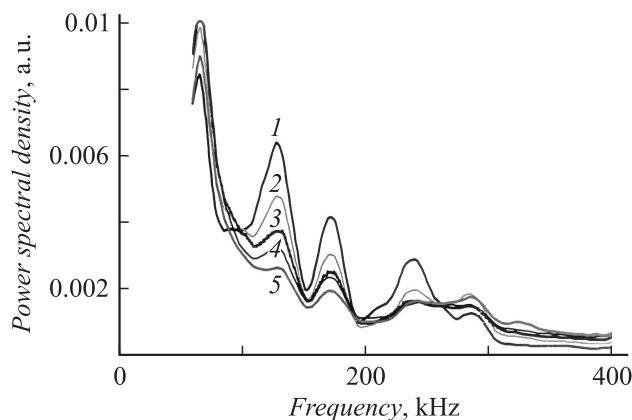


Рис. 4. Спектральные портреты сигналов АЭ при индентировании технического титана в исходном состоянии (1) и после БКД на 20 (2), 45 (3), 55 (4) и 65% (5).

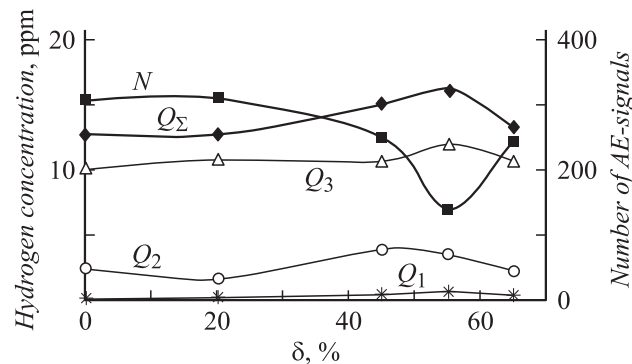


Рис. 5. Содержание водорода (Q) с разными энергиями связи и количество сигналов АЭ (N) при индентировании образцов технического титана ВТ1-0 после БКД со степенью δ : Q_1 — количество адсорбированного на поверхности водорода; Q_2 — диффузионно-подвижный водород; Q_3 — сильносвязанный водород; Q_Σ — всего водорода в образце.

Снижение высоты основных пиков¹ на кривой спектральной плотности состава сигналов АЭ с ростом степени БКД может быть связано с ростом количества внутренних степеней свободы. С одной стороны, наноразмерные зерна с различной ориентацией кристаллической решетки за счет собственных колебаний рассеивают энергию акустического сигнала, с другой стороны, за счет измельчения зерен уменьшается энергия акустического сигнала, генерируемого при развитии дислокаций.

Сопоставляя акустические параметры (рис. 3) с кривыми экстракции водорода (рис. 5), легко обнаружить явную корреляцию количества сигналов АЭ и содержания водорода в образце (Q_Σ) прежде всего за счет водорода с большими энергиями связи (сильно-связанный водород, Q_3). Но и кривая выделения диффузно-подвижного водорода (Q_2) и водорода, адсорбированного на поверхности (Q_1), коррелируют с N .

Полученный результат хорошо согласуется с давно отмеченными во многих работах (например, в уже упомянутых ранее [7,8]) явлением подавления АЭ при насыщении металла водородом и подтверждает высокую чувствительность метода АЭ, способного „почувствовать“ даже изменения „естественных“ (без дополнительного наводораживания) концентраций водорода в металле.

Таким образом, проведенные измерения водорода с разными энергиями связи и акустической эмиссии при индентировании для технического титана ВТ1-0 в исходном состоянии и после БКД выявили корреляции акустических параметров с содержанием водорода в материале и подтвердили высокую чувствительность метода АЭ и большие перспективы применения методики,

¹ Первый пик в области низких частот не анализируется, поскольку он находится на границе полосы пропускания фильтра и может быть сильно искажен условиями нормировки кривой спектральной плотности (приведения площади под кривой спектральной плотности к единице).

совмещающей методы АЭ и индентирования, для оценки свойств материалов, в частности после БКД.

Список литературы

- [1] *Хаймович П.А.* // Мат. V Междунар. научной конф. „Прочность и разрушение материалов и конструкций“. Оренбург, 2008. Т. 1. С. 33–40.
- [2] *Khaimovich P.A.* // Russian Phys. J. 2007. Vol. 50. N 11. P. 1079–1083.
- [3] *Мац А.В., Хаймович П.А.* // Физика и техника высоких давлений. 2009. Т. 19. № 1. С. 69–77.
- [4] *Глазунов С.Г., Моисеев В.Н.* Конструкционные титановые сплавы. М.: Металлургия, 1974. 366 с.
- [5] *Материалы в машиностроении. Т. 1. Цветные металлы и сплавы / Под ред. И.В. Кудрявцева.* М.: Машиностроение, 1967. 304 с.
- [6] *Колачев Б.А.* Водородная хрупкость металлов. М.: Металлургия, 1985. 216 с.
- [7] *Забильский В.В., Ильина С.Г.* // ФММ. 2000. Т. 90. № 6. С. 105–107.
- [8] *Hagi H., Hayashi Y.* // J. Soc. Mater. Sci. Jpn. 1988. Vol. 37. N 423. P. 1442–1448.
- [9] *Мерсон Д.Л., Полянский А.М., Полянский В.А., Черняева Е.В.* // Заводская лаборатория. 2008. № 2. С. 57–60.
- [10] *Черняева Е.В., Полянский А.М., Полянский В.А., Мерсон Д.Л., Яковлев Ю.А.* // Мат. V Междунар. науч. конф. „Прочность и разрушение материалов и конструкций“. Оренбург, 2008. Т. 1. С. 292–298.
- [11] Анализатор водорода АВ-1. ТУ-14321-001-27480175-02 ООО „НПК ЭПТ“. Серг. № 23477-02.
- [12] *Черняева Е.В., Полянский А.М., Полянский В.А., Хаймович П.А., Яковлев Ю.А., Мерсон Д.Л.* // ЖТФ. 2010. Т. 80. Вып. 7. С. 143–146.
- [13] *Мерсон Д.Л., Разуваев А.А., Виноградов А.Ю.* // Дефектоскопия. 2002. № 7. С. 37–46.