

## АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ ЧИСТОГО ЦИРКОНИЯ ПРИ ИНДЕНТИРОВАНИИ

*П.И. Стоев, И.И. Папиров, И.Н. Бутенко*

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,  
Харьков, Украина*

*E-mail: stoev@kipt.kharkov.ua*

Изучена акустическая эмиссия крупнозернистых образцов циркония высокой чистоты, полученного электронно-лучевой плавкой, в процессе деформирования вдавливанием сферического индентора. Показано, что абсолютные значения активности регистрируемой акустической эмиссии при индентировании межзеренной границы намного превышают значения активности акустической эмиссии при уколе тела зерна. Обнаружено, что генерация сигналов акустической эмиссии при деформировании границ зерен начинается при более высоких напряжениях (при более высоких значениях времени нагружения), чем при уколе в тело зерна. При индентировании в область образца, где соприкасаются границы трех зерен материала зависимость активности акустической эмиссии от времени может иметь вид кривой с тремя максимумами при определенных нагрузках с очень крутым передним и задним фронтами. Высказано предположение, что обнаруженные особенности параметров акустической эмиссии при деформировании образцов литого циркония вызваны различным воздействием внутренних напряжений на область межзеренных границ и тела зерна.

### ВВЕДЕНИЕ

Изучение акустической эмиссии (АЭ) новых конструкционных материалов открывает большие возможности для анализа их состояния и природы процессов, идущих при пластической деформации и разрушении [1-3]. Кроме того, АЭ позволяет связать уровень физико-механических свойств конструкционных материалов с особенностью структуры, которая формируется в результате механико-термической обработки.

В настоящее время изучение влияния структурных факторов и условий испытаний на свойства многих конструкционных материалов осуществляют на основании исследований их акустико-эмиссионных характеристик. К сожалению, многие материалы, широко используемые в атомном машиностроении, в том числе и цирконий, очень слабо изучены методами акустико-эмиссионной спектроскопии [4-6].

Обычно при изучении АЭ деформацию материала проводят путем одноосного растяжения до разрушения круглых или плоских образцов, регистрируя при этом сигналы АЭ из всего объема рабочей части образца. Для изучения природы процессов в локальных областях материала и без его разрушения в последнее время широко применение получает методика АЭ, в которой деформирование материала осуществляют путем вдавливания в него индентора [7-9].

В настоящее время в ННЦ ХФТИ проводятся комплексные исследования циркония и сплавов на его основе на различных этапах их получения.

Целью данной работы является изучение акустической эмиссии первичных слитков циркония в процессе индентирования.

### МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Пластины размером 35x60x5 мм для испытаний вырезали из крупнозернистого слитка циркония

диаметром 250 мм, который был получен электронно-лучевой плавкой. Для выявления структуры исследуемого материала поверхность пластины подвергали механической шлифовке и химической полировке. Нагружение индентором сферической формы (2,5 мм) проводили на универсальной испытательной машине 1958-У10 при комнатной температуре со скоростью 0,2 мм/мин. Максимальная величина нагрузки вдавливания индентора составляла 750 кг. При испытаниях каждую секунду синхронно регистрировали данные индентирования (приложенная нагрузка и перемещение захвата) и количество импульсов АЭ, которое поступало на каждый из восьми амплитудных счетчиков-дискриминаторов акустического комплекса.

Для оценки среднего энергетического вклада одного сигнала в любой момент времени испытания рассчитывали среднюю амплитуду импульса АЭ. Методика расчета этого параметра приведена в работе [10].

Для регистрации сигналов АЭ использовали многоканальный исследовательский комплекс М400, позволяющий регистрировать импульсы АЭ различной амплитуды. Датчиком АЭ служил пьезопреобразователь из керамики ЦТС-19 (резонансная частота 180 кГц).

Сбор, обработку и анализ экспериментальных результатов проводили с помощью ЭВМ.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 приведены зависимости активности АЭ от времени испытания для нелегированного циркония при уколе индентором в межзеренную границу (кривая 1) и в тело зерна (кривая 2).

Хорошо видно, что в течение всего времени деформирования абсолютные значения активности регистрируемой АЭ при индентировании границы зерна намного превышают значения активности АЭ при уколе тела зерна. Аналогичная за-

кономерность наблюдается и для общей суммы регистрируемых сигналов АЭ (рис. 2).

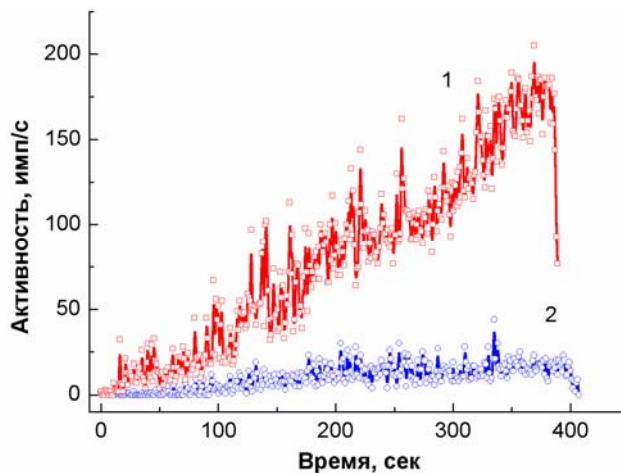


Рис. 1. Зависимость активности АЭ образцов литого нелегированного циркония от времени деформирования: кривая 1 - индентирование в межзеренную границу; 2 - в тело зерна

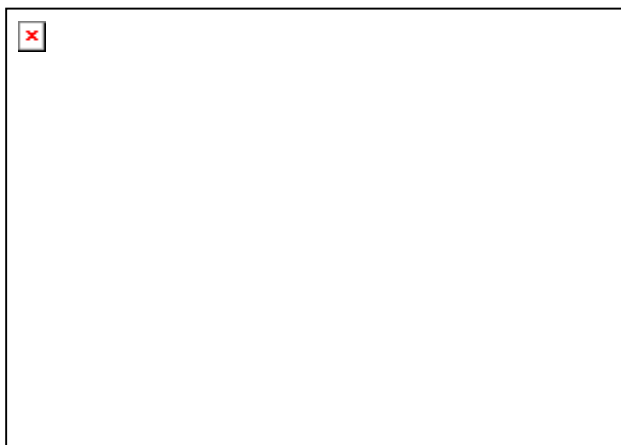


Рис. 2. Зависимость суммарного количества импульсов АЭ образцов литого нелегированного циркония от времени деформирования: кривая 1 - индентирование в межзеренную границу; 2 - индентирование в границу стыка трех зерен; 3 - индентирование в тело зерна

Характер зависимости активности АЭ и ее абсолютные значения меняются при уколе в различные участки исследуемой пластины (рис. 3 и 4), но тенденция более высокой активности АЭ при уколе в межзеренную границу зерна всегда сохраняется.

По нашему мнению, это вызвано следующими факторами. Известно, что границы зерен отличаются по своему физико-химическому состоянию от тела зерна. Чаще всего на границах между зернами сосредотачиваются примеси и образовавшиеся новые фазы после термообработок. Но даже для весьма чистых металлов физическое состояние границы отличается от состояния тела зерна. Известно, что многие гексагональные материалы (Be, Ti и др.) имеют анизотропию термического коэффициента линейного расширения. Так, в работе [11] показано, что для монокристаллов циркония этот коэффициент может отличаться более чем в два раза в различных кристаллографических на-

правлениях. Поэтому в процессе охлаждения расплава в материале возникают значительные внутренние напряжения.

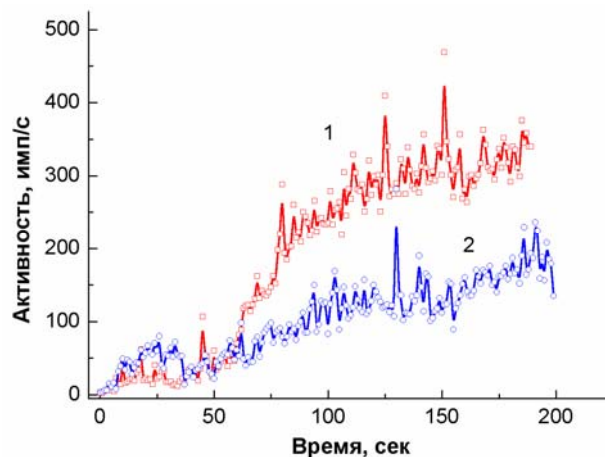


Рис. 3. Зависимость активности АЭ образцов литого циркония от времени деформирования: кривая 1 - индентирование в межзеренную границу; 2 - в тело зерна

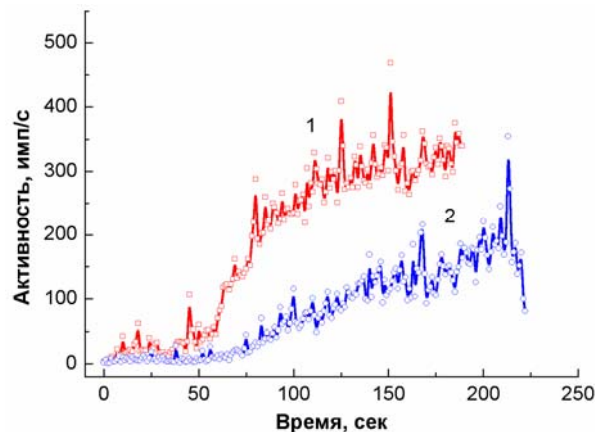


Рис. 4. Зависимость активности АЭ образцов литого циркония от времени деформирования: кривая 1 - индентирование в межзеренную границу; 2 - в тело зерна

Это приводит к тому, что в теле зерна и на границе между кристаллитами пространственная решетка в большей или меньшей степени деформирована (а в области границы зерна она может быть даже совсем нарушена). Иными словами, межзеренная граница всегда имеет большее количество дефектов, чем области тела зерна, соседствующие с ней.

Большее количество дефектов приводит к образованию большего количества источников АЭ при деформировании, а значит и к более высоким значениям регистрируемой активности АЭ.

Различие величин активности АЭ в различных участках исследуемого образца связано, по нашему мнению, с особенностями структуры слитка в этих областях. Исследование структуры слитков циркония показало, что исходный металл обладают существенной неоднородностью макроструктуры по длине и сечению слитка со значительной разнотекучностью. В процессе индентирования шариком области границ зерен происходит деформирование достаточно большого объема материала. В этот объем входит

межзеренная граница и зерна, которые примыкают к этой границе. Вклад в активность акустической эмиссии дают все объекты, которые попали в зону деформирования. Ясно, что большое влияние на величину активности АЭ (кроме особенностей межзеренной границы) оказывает ориентация прилегающих к границе зерен.

Если примыкающие к границе зерна разориентированы слабо, то условно можно считать, что мы индензируем «единое» зерно. Если зерна разориентированы сильно, то имеем дело с особенностями пластической деформации различно ориентированных зерен. В первом случае мы имеем не очень большие различия в величинах активности в результате индендирования в границу и тело зерна, а в последнем случае – эта разница существенно возрастает.

Этот факт особенно отчетливо проявляется и в области стыка трех зерен. Анализ полученных экспериментальных результатов показал, что абсолютные значения акустических параметров при индендировании в область контакта двух зерен (активность АЭ, сумма регистрируемых импульсов) в одних местах образца больше, а в других меньше, чем при индендировании области контакта трех зерен. Это явление наблюдается как в литом цирконии, так и сплаве на его основе. Это приводит к тому, что при общей тенденции превышения активности АЭ при индендировании в границу над активностью от тела зерна величина этого различия будет зависеть от величины разориентации зерен. Поэтому это свойство параметров активности АЭ можно использовать для оценки степени разориентировки зерен в материале, так как это делается с использованием методики определения микротвердости.

Следует обратить внимание на интересный факт, который иллюстрирует зависимость средней амплитуды импульса АЭ от времени индендирования (рис.5). Видно, что амплитуды сигналов АЭ при уколе в межзеренную границу и тело образца практически одинаковы и их абсолютные значения существенно не изменяются в течение всего процесса деформирования.

Дополнительную информацию о механизмах деформации и особенностях источников акустического излучения дает исследование амплитудного распределения импульсов АЭ, поскольку амплитуда импульсов АЭ непосредственно связана с их энергией.

Экспериментальные гистограммы амплитудного распределения импульсов АЭ при уколе в различные области образца близки к экспоненциальному, монотонно спадающему виду. Такое распределение характерно для процессов пластической деформации при вязком разрушении. Наличие небольшого максимума на всех гистограммах в области высоких амплитуд, по-видимому, вызвано дополнительным вкладом параллельно работающими при индендировании высокоэнергетических источников АЭ (вероятно, двойников).

Анализ гистограмм амплитудного распределения при индендировании также показал, что на протяжении всего процесса индендирования как в межзе-

ренную границу, так и в тело зерна характерный вид гистограмм не изменяется. Поэтому и нормированная на число регистрируемых сигналов энергия импульса АЭ (величина пропорциональная  $A_{ср}$ ) должна быть приблизительно одинакова и не меняться заметно при индендировании, что хорошо иллюстрирует рис. 5.

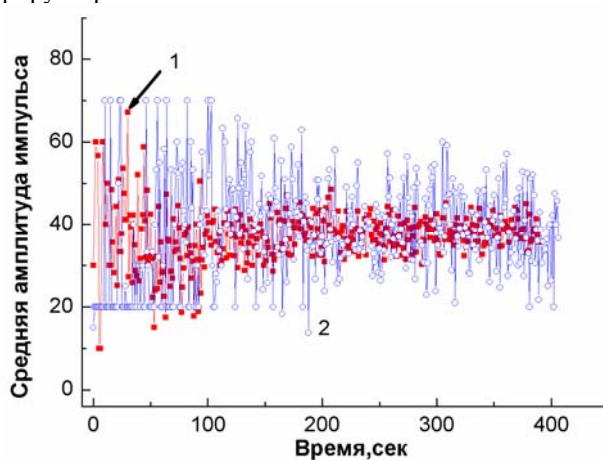


Рис. 5. Зависимость средней амплитуды регистрируемого сигнала АЭ образцов литого циркония от времени деформирования: кривая 1 - индендирование в межзеренную границу; 2 - в тело зерна

Более высокую степень деформированности пространственной решетки нелегированного циркония в области границы зерен по сравнению с телом зерна хорошо также иллюстрируют рис. 4 и рис. 6. Видно, что генерация сигналов АЭ при деформировании границ зерен начинается при более высоких напряжениях (при более высоких значениях времени нагружения), чем при уколе в тело зерна.

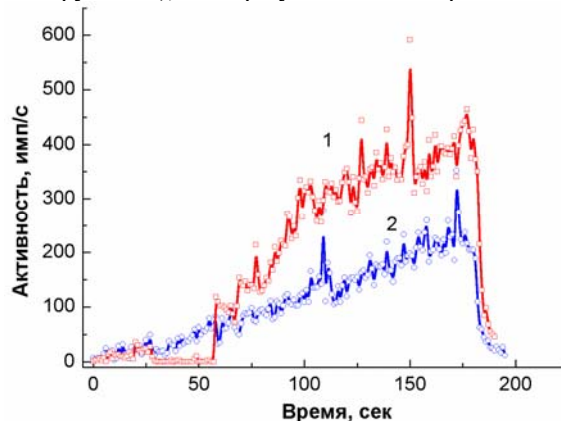


Рис. 6. Зависимость активности АЭ образцов литого нелегированного циркония от времени деформирования: кривая 1 – индендирование в межзеренную границу; 2 - в тело зерна

При изучении зависимости параметров АЭ от степени деформации у многих конструкционных материалов при повторном нагружении материала наблюдается эффект невоспроизводимости параметров АЭ до достижения повторной нагрузкой максимального значения первого нагружения (эффект Кайзера).

В нашем случае «первичное нагружение» связано с возникающими внутренними напряжениями в

процессе охлаждения слитка (из-за анизотропии температурного коэффициента линейного расширения материала), которые вызывают определенное деформационное упрочнение в приграничных областях слитка циркония и в теле зерна. Вероятно, по разнице нагрузки (или интервала времени) между началом регистрации сигналов АЭ из области границы и тела зерна можно судить о различии в уровнях внутренних напряжений, которые возникают в этих областях в процессе кристаллизации расплавленного слитка циркония.

На рис. 7 приведена зависимость активности АЭ от времени при индентировании в область образца, где соприкасаются границы трех зерен материала (кривая 1). Видно, что эта зависимость имеет вид кривой с тремя максимумами при определенных нагрузках с очень крутым передним и задним фронтами.

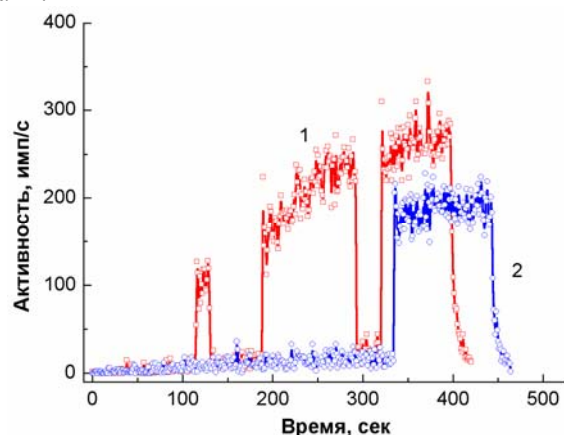


Рис. 7. Зависимость активности АЭ образцов литого нелегированного циркония от времени деформирования: кривая 1-индентирование в межзеренную границу; 2- в тело зерна

Кривые на рис. 7 являются интегральными и складываются из активности сигналов АЭ различной амплитуды. Индивидуальный вклад сигналов различной амплитуды в общую кривую зависимости активности АЭ приведен на рис. 8 а,б.

Видно, что максимальный вклад в интегральную кривую активности дают сигналы АЭ низкой и высокой амплитуды.

При сравнении величин количества импульсов АЭ одинаковой амплитуды, генерируемых из различных участков деформируемого образца (см. рис. 8,а и 8,б), также видно, что абсолютные значения активности сигналов АЭ выше при индентировании в границу зерна.

Кривые активности АЭ сигналов различных амплитуд, так же как и интегральная кривая активности, имеют ступенчатый характер. На всем этапе деформирования образцов циркония характер изменения кривых активности низко-, средне- и высокоамплитудных сигналов АЭ подобен.

Можно предположить, что в области границы каждого из трех зерен создается определенный и различный уровень напряжений. В области соприкосновения трех границ зерен эти напряжения каким-то образом суммируются и реализуется результирующее поле сложной конфигурации. А поскольку

ку деформируемый объем образца увеличивается со временем, то при индентировании пересекаются области с различным уровнем внутренних напряжений.

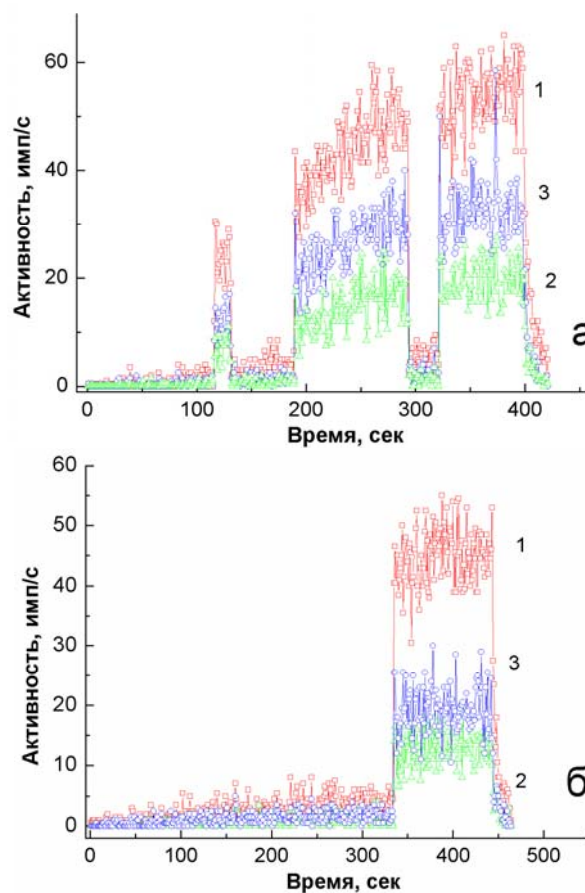


Рис. 8. Зависимость активности сигналов АЭ различной амплитуды образцов литого циркония от времени при индентировании в межзеренную границу зерна (а) и в тело зерна (б): кривая 1 - низко-; 2 - средне-; 3 - высокоамплитудные сигналы АЭ

Схематически это можно представить как реализацию эффекта Кайзера при индентировании (прокальвании) трех пластинчатых образцов (лежащих один на другом) с различной величиной нагрузки при первой деформации. Подтверждением этого предположения является зависимость активности АЭ, которая получена при уколе в одно из зерен этого тройного стыка (см. рис. 8, кривая 2). Видно, что генерация сигналов АЭ в нем начинается при достаточно высоких нагрузках (~550 кг).

Анализ особенностей проявления эффекта Кайзера свидетельствует о наличии в исходном слитке циркония зерен с существенным различием уровня внутренних напряжений. О различном характере процесса деформирования свидетельствует микроскопическое наблюдение поверхности трех зерен, окружающих место укола в границу их стыка. До индентирования два из трех соприкасающихся зерен имели характерную корзинчатую структуру, а одно – пластинчатопараллельную. После укола в двух соседних зернах с корзинчатой структурой существенных изменений состояния поверхности не произошло, а в третьем зерне с пластинчатой структурой



рой появилась система пересекающихся магистральных двойников.

Из анализа изменения состояния поверхности образца после индентирования можно предположить, что первые два максимума на кривой активности АЭ – это вклад зерен с корзинчатой структурой, а третий максимум активности дает зерно с пластинчатой структурой.

Этому предположению не противоречат данные, приведенные на рис.7: укол в тело этого зерна с пластинчатой структурой (кривая 2) дает максимум, который по временным параметрам (напряжениям) совпадает с третьим максимумом укола в границу стыка (кривая 1).

Если работой эффекта Кайзара можно объяснить крутой передний фронт максимумов кривой активности АЭ, то причины резкого спада активности сигналов АЭ при определенных напряжениях (крутой задний фронт максимумов) требуют дальнейшего изучения и анализа.

### ВЫВОДЫ

1. Изучена акустическая эмиссия при индентировании крупнозернистых образцов циркония высокой чистоты, полученного электронно-лучевой плавкой.

2. Показано, что абсолютные значения активности, регистрируемой АЭ при индентировании межзеренной границы зерна, намного превышают значения активности АЭ при уколе тела зерна. Характер зависимости активности АЭ и ее абсолютные значения меняются при уколе в различные участки исследуемого слитка, но тенденция более высокой активности АЭ при уколе в границу зерна всегда сохраняется.

3. Обнаружено, что генерация сигналов АЭ при деформировании межзеренных границ зерен начинается при более высоких напряжениях (при более высоких значениях времени нагружения), чем при уколе в тело зерна. При индентировании в область образца, где соприкасаются границы трех зерен материала зависимость активности АЭ от времени имеет вид кривой с тремя максимумами при определенных нагрузках с очень крутым передним и задним фронтами.

4. Высказано предположение, что обнаруженные особенности параметров АЭ при деформировании образцов литого циркония вызваны различным воздействием внутренних напряжений, которые возникают в материале при его охлаждении из-за анизотропии коэффициента термического расширения, на область границ и тела зерна.

### ЛИТЕРАТУРА

1. В.А. Стрижало, Ю.В. Добровольский, В.А. Стрельченко. *Прочность и акустическая эмиссия материалов и элементов конструкций*. Киев: «Наукова думка», 1990, 232 с.

2. В.А. Грешников, Ю.Б. Дробот. *Акустическая эмиссия*. М.: «Изд-во стандартов», 1976, 272 с.

3. Н.А. Бунина. *Исследование пластической деформации металлов методом акустической эмиссии*. Ленинград: Изд-во Ленинградского университета, 1990, 155 с.

4. В.Н. Глыгало, В.В. Кирсанов, Л.С. Кравцова. *Акустическая эмиссия циркония // Дефектоскопия*. 1975, № 3, с. 140-142.

5. В.М. Ажажа, П.Н. Вьюгов, Н.П. Вьюгов и др. *Акустическая эмиссия титана и циркония в процессе деформирования // Сб. трудов Международной конференции по физике радиационных явлений и радиационному материаловедению, 8-13 сентября, Алушта, Крым*. 2008, с. 261-262.

6. П.И. Стоев. *Исследование акустических спектров циркония в процессе деформации // Вопросы атомной науки и техники. Сер. "Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение"*. 1997, в. 1(65), 2(66), с. 135-139.

7. Д.Л. Мерсон, Е.В. Черняева, Д.Е. Мещеряков. *Применение спектрального анализа сигналов акустической эмиссии для оценки состояния стали 20 // Деформация и разрушение материалов*. 2009, № 1, с. 44-48.

8. Е.В. Черняева, Д.Л. Мерсон, Д.Е. Мещеряков. *Влияние предварительной деформации на спектр сигналов АЭ при индентировании образцов из стали 20 // Сб. тезисов 4 Международной конференции, черноголовка, 4-8 сентября 2006 г.*, с. 159-160.

9. Д.Л. Мерсон, Е.В. Черняева. *Применение метода акустической эмиссии для оценки механических свойств трубных сталей // Митом*. 2007, №5, с. 60-64.

10. П.И. Стоев, И.И. Папилов. *Акустическая эмиссия титана в процессе деформации // Вопросы атомной науки и техники. Серия: "Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники"*. 2007, №4, с. 184-191.

11. J.C. Brachet, J.L. Bechade, A. Castaing. *Relation Between Crystallographic Texture and Dilatometric Behaviour of a Hexagonal Polycrystalline Material // Materials Science Forum*. 1998, v. 273-275, p. 529-534.

12. А.С. Займовкий, А.В. Никулина, Н.Г. Решетников. *Циркониевые сплавы в атомной энергетике*. М.: «Энергоиздат», 1981, 232 с.

*Статья поступила в редакцию 21.10.2009 г.*

## **АКУСТИЧНА ЕМІСІЯ ЧИСТОГО ЦІРКОНІЮ ПРИ ІНДЕНТУВАННІ**

***П.І. Стоєв, І.І. Папіров, І.М. Бутенко***

Вивчена акустична емісія (АЕ) крупнозернистих зразків вилитого цирконію високої чистоти, який був отриманий електронно-променевим плавленням, при індентуванні. Показано, що абсолютні значення реєстрованої активності АЕ при індентуванні міжзеренної границі набагато перевищують значення активності АЕ при уколі тіла зерна. Виявлено, що генерація сигналів АЕ при деформуванні границь зерен починається при більш високих напругах (при більш високих значеннях часу навантаження), ніж при уколі у тіло зерна. При індентуванні в область зразка, де стикаються границі трьох зерен матеріалу, залежність активності АЕ від часу має вигляд кривої з трьома максимумами при певних навантаженнях із дуже крутим переднім і заднім фронтами. Висловлено припущення, що виявлені особливості параметрів АЕ при деформуванні зразків вилитого цирконію викликані різним впливом внутрішніх напружень на область міжзеренних границь і тіла зерна.

## **ACOUSTIC EMISSION OF HIGH PURITY ZIRCONIUM UNDER INDENTING**

***P.I. Stoev, I.I. Papirov, I.N. Butenko***

Acoustic emission of high purity zirconium coarse-grained specimens obtained by electron-beam melting was investigated under indenting. It was shown that the absolute values of AE activity at grain boundaries under indenting greatly exceed the values of AE activity of body of grain. It was revealed that the generation of AE signals during deformation of grains boundary begins at higher tensions (at higher values of loading time) than in the body of grain. The dependence AE activity on time in the joints boundaries of three grains of material appeared to be three-peaks curve with very steep forward and back fronts under particular loads. It was considered that on AE parameters of zirconium ingot under deforming are influenced the difference in internal tension of the grain boundaries and a body of a grain.