

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Национальный исследовательский Томский
политехнический университет»

На правах рукописи

Гаранин Георгий Викторович

УЛЬТРАЗВУКОВОЙ СТЕНД КОНТРОЛЯ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ
СВОЙСТВ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ
(НА ПРИМЕРЕ СИСТЕМЫ ТИТАН-ВОДОРОД)

Специальность 05.11.13 – «Приборы и методы контроля природной среды,
веществ, материалов и изделий»

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
кандидат физико-математических наук, доцент
Лидер Андрей Маркович

ТОМСК – 2015

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
ГЛАВА 1 ПРИМЕНЕНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ МЕТОДОВ ДЛЯ КОНТРОЛЯ ВОДОРОДНОГО ОХРУПЧИВАНИЯ ТИТАНА И ЕГО СПЛАВОВ	9
1.1 Титан и его сплавы.....	9
1.2 Водородная хрупкость титана.....	13
1.3 Система титан – водород.....	15
1.4 Влияние водорода на механические характеристики титана.....	22
1.5 Классификация акустических методов неразрушающего контроля и области их применения.....	28
1.6 Физические основы и закономерности распространения ультразвуковых волн в металлах.....	32
1.7 Волны Рэлея. Уравнения движения, граничные условия, характеристическое уравнение.....	43
1.7.1 Затухание рэлеевских волн.....	46
1.7.2 Влияние дефектов поверхности на распространение рэлеевских волн.....	47
1.7.3 Методы возбуждения и приема рэлеевских волн.....	48
1.8 Применение рэлеевских волн для контроля механических свойств металлов и сплавов.....	50
1.9 Влияние водорода на параметры распространения ультразвуковых волн в металлах и сплавах.....	52
1.10 Выводы.....	59
ГЛАВА 2. УЛЬТРАЗВУКОВОЙ СТЕНД КОНТРОЛЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СИСТЕМ МЕТАЛЛ-ВОДОРОД.....	62
2.1 Разработка ультразвукового стенда контроля	62
2.2 Методика определения скорости распространения рэлеевской волны.....	68
2.3 Методика определения скорости распространения рэлеевской волны разностным методом.....	69

2.4	Определение рабочих характеристик ультразвукового стенда контроля.....	70
2.5	Методика определения коэффициента затухания рэлеевской волны...	75
2.6	Выводы.....	81
ГЛАВА 3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ СИСТЕМЫ ТИТАН-ВОДОРОД НА УЛЬТРАЗВУКОВОМ СТЕНДЕ КОНТРОЛЯ		82
3.1	Подготовка образцов.....	82
3.1.1	Наводороживание из газовой среды.....	83
3.1.2	Металлографический анализ.....	86
3.1.3	Рентгеноструктурный анализ.....	92
3.2	Исследование влияния водорода на скорость распространения рэлеевской волны в титановом сплаве ВТ1-0.....	95
3.3	Исследование влияния водорода на коэффициент затухания рэлеевской волны в титановом сплаве ВТ1-0.....	99
3.4	Механические испытания образцов.....	104
3.5	Выводы.....	106
Заключение.....		108
Список использованных источников.....		110
Приложения.....		125

ВВЕДЕНИЕ

Создание новых технологий и производств требует применения конструкционных материалов, стойких к агрессивным средам. Традиционно большой интерес в этом плане представляет титан и его сплавы.

Применение титана как конструкционного материала в различных отраслях промышленности обусловлено благоприятным сочетанием его высокой механической прочности, коррозионной стойкости, жаропрочности и малой плотности [1]. Титан и его сплавы широко используются в ракетной и авиационной технике, химической промышленности.

При эксплуатации изделий из титана и его сплавов в условиях контакта с водородсодержащими средами (водяной пар, углеводородные соединения) в них проникает водород [2, 87]. Наводороживание изделий из титана и титановых сплавов приводит к охрупчиванию материалов и способствует раннему возникновению макротрещин и деградации механических характеристик при их эксплуатации [3, 4].

Нерешенные до настоящего времени проблемы ухудшения свойств металлов, содержащих водород, с одной стороны, и повышение роли водорода для решения технических задач, получения материалов с заданными свойствами с помощью водородной обработки с другой, вызывают необходимость разработки новых и усовершенствования известных методов анализа водорода и дефектов, внесенных при наводороживании [4, 7, 8].

В настоящее время слабо разработаны экспрессные неразрушающие методы для оценки содержания водорода в титановых сплавах, что делает актуальным поиск метода неразрушающего контроля, позволяющего решить эту задачу.

Поиск и разработка методов неразрушающего контроля и исследования конструкционных материалов, склонных к водородному охрупчиванию, является одной из важнейших задач для химической промышленности,

нефтегазовой отрасли и ядерной энергетики. Разработка и освоение этих методов позволит отслеживать техническое состояние конструкций и оборудования, контактирующих с водородсодержащими средами, контролировать их соответствие механическим и прочностным параметрам, и прогнозировать время их отказа и разрушения.

Перспективность применения акустических методов для контроля физико-механических свойств металлов и сплавов, исследования систем металл-водород была показана в работах широкого круга авторов: И.А. Викторов, А.А. Ботаки, В.Л. Ульянов, Т. Gomez Alvarez-Arenas, И.М. Полетика, Р.М. Gomes, Chunjie Ye, Yebo Lu, A. Bleuze, S. Hirsekorn, В.В. Муравьев, Л.Б. Зуев, И.П. Чернов, Ю.П. Черданцев, А.М. Лидер, В.В. Ларионов, Che-Hua Yang, Z. Cherrouf, S.I. Kwun и др. Дальнейшее развитие ультразвуковых методов контроля свойств и характеристик материалов направленно в области применения многоэлементных преобразователей, совершенствования методов ультразвуковой томографии [5, 6], что ставит задачи по уточнению значений акустических параметров контролируемых материалов, определению поверхностной и объемной неоднородностей распределения значений акустических параметров материалов.

Таким образом, для исследования систем металл-водород ультразвуковыми методами контроля необходима разработка экспериментального оборудования и методик, позволяющих с высокой точностью определять параметры распространения упругих волн в металлах и сплавах при их насыщении водородом.

Целью настоящей работы являлась разработка аппаратной и методической частей ультразвукового стенда для контроля параметров распространения рэлеевских волн в системах металл-водород.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие **основные задачи**:

1. Разработать и реализовать ультразвуковой стенд для исследования и контроля процесса водородного охрупчивания в металлах и сплавах.

2. Провести лабораторные исследования с применением разработанного стенда по контролю параметров распространения рэлеевской волны в системе металл-водород.
3. Определить зависимости параметров распространения рэлеевской волны от содержания водорода на примере титанового сплава ВТ1-0, насыщенного водородом из газовой среды.

Положения, выносимые на защиту

1. Ультразвуковой стенд для исследования и контроля процесса водородного охрупчивания в металлах и сплавах, позволяющий проводить комплексное определение параметров распространения рэлеевской волны.
2. Результаты исследования образцов из титанового сплава ВТ1-0, исходных и насыщенных водородом из газовой среды при температуре 873 К до концентраций в диапазоне (0,002 – 0,5) мас. %.
3. Способ неразрушающего определения содержания водорода в титановом сплаве ВТ1-0.
4. Способ идентификации водородного охрупчивания сплавов на основе титана.

Научная новизна диссертационной работы заключается в том, что впервые:

- на основе современной приборной базы разработана и реализована установка акустического контроля с высокоточной системой позиционирования датчиков и образца;
- изучены закономерности влияния водорода на параметры распространения рэлеевской волны в титановом сплаве ВТ1-0;
- разработан способ контроля содержания водорода в сплавах на основе титана по изменению скорости распространения рэлеевской волны.

Практическая значимость представляемой работы состоит в том, что разработанный ультразвуковой стенд контроля применим для проведения высокоточных измерений и исследования металлов и сплавов. Результаты

экспериментального исследования параметров распространения рэлеевской волны в титановом сплаве ВТ1-0 с различным содержанием водорода являются основой для разработки неразрушающих методов контроля систем металл-водород и дефектов водородного происхождения.

Результаты работы внедрены в Международной научно-образовательной лаборатории неразрушающего контроля, а также в учебный процесс кафедры общей физики Национального исследовательского Томского политехнического университета.

Практическая значимость подтверждается выполнением автором в качестве соисполнителя следующих научно-исследовательских работ, посвященных разработке и применению метода ультразвукового неразрушающего контроля водородного охрупчивания в металлах и сплавах:

1. Грант по постановлению Правительства РФ от 09.04.2010 № 220. Направление научных исследований – «Неразрушающий контроль и диагностика в производственной сфере» (2010-2013 гг.). Договор № 11.G34.31.0002 от 30 ноября 2010 г.

2. Государственное задание «Наука» Министерство образования и науки Российской Федерации, тема № 0.1146.2013

3. Государственное задание «Наука» Министерство образования и науки Российской Федерации, тема № 0.1325.2014.

Достоверность полученных в работе результатов обеспечивается корректностью постановки решаемых задач и их физической обоснованностью, применением комплексного подхода и современной приборной базы при создании стенда ультразвукового контроля, большим объемом экспериментальных данных и корректностью их обработки с использованием вычислительной техники и современного программного обеспечения, непротиворечивостью данных, полученных в исследовательской части работы с результатами, полученными другими исследователями (там, где таковые имеются).

Личный вклад автора заключается в участии в постановке задачи, разработке и реализации схемы ультразвукового стенда для контроля водородного охрупчивания в системах металл-водород, а также в проведении большинства экспериментальных исследований, обработке полученных результатов и их анализе.

Апробация работы и публикации: материалы диссертации были представлены на всероссийских и международных конференциях и симпозиумах: Международная конференция по физической мезомеханике, компьютерному конструированию и разработке новых материалов, Томск, 2006; XXXIX Международная конференция по физике взаимодействия заряженных частиц с кристаллами, Москва, 2009; International Congress on Energie Fluxes and Radiation Effects, Томск, 2014.

Результаты диссертационной работы опубликованы в 4 статьях в журналах из списка ВАК, в 4 статьях в нерецензируемых журналах, а также в 7 сборниках трудов и материалов российских и международных конференций, получен 1 патент РФ. Полный список публикаций автора по теме диссертации приведен в списке литературы [57 – 59, 87, 88, 90 – 113].

Объем и структура работы: диссертационная работа состоит из введения, трех глав, заключения, двух приложений и списка используемой литературы. Общий объем диссертации 126 страниц, включая 45 рисунков, 11 таблиц и список литературы из 129 наименований.

ГЛАВА 1. ПРИМЕНЕНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ МЕТОДОВ ДЛЯ КОНТРОЛЯ ВОДОРОДНОГО ОХРУПЧИВАНИЯ ТИТАНА И ЕГО СПЛАВОВ

В настоящей главе приведен обзор литературных данных о физических свойствах и механических характеристиках титана и его сплавов. Рассмотрены закономерности и механизмы взаимодействия титана и его сплавов с водородом, свойства системы титан-водород, влияние водорода на прочностные характеристики титана и его сплавов. Кроме того, рассмотрены физические основы акустических методов неразрушающего контроля, закономерности распространения рэлеевских волн. Приведен обзор литературных данных по применению рэлеевских волн для контроля физико-механических свойств металлов и сплавов, и влиянию растворенного водорода на параметры распространения ультразвуковых волн в металлах и сплавах.

1.1 Титан и его сплавы

Титан (Ti) – химический элемент с порядковым номером 22, атомный вес 47,88, легкий серебристо-белый металл, плотностью 4,51 г/см³; для технического титана марок ВТ1-00 и ВТ1-0 плотность приблизительно равна 4,32 г/см³. Титан и титановые сплавы сочетают легкость, прочность, высокую коррозионную стойкость, низкий коэффициент теплового расширения, возможность работы в широком диапазоне температур.

Существуют две кристаллические модификации титана – α и β . Температура полиморфного превращения титана зависит от содержания примесей в металле; она колеблется в пределах от 881 до 895 °С и для технически чистого титана равна 882,5 °С. Низкотемпературная модификация – α -титан – имеет плотноупакованную гексагональную решетку. Периоды решетки α -титана при комнатной температуре составляют: $a = 0,295$ нм, $c = 0,468$ нм; соотношение c/a равно 1,587, а

кратчайшие межатомные расстояния – 0,289 и 0,295 нм. Высокотемпературная β -модификация, устойчивая от температуры полиморфного превращения до температуры плавления, имеет объемно центрированную кубическую решетку. Период решетки β -титана при комнатной температуре, полученный путем экстраполяции данных для β -сплавов, равен 0,328 нм [10, 11]. При переходе α -титана в β -титан объем металла несколько уменьшается [11, 12].

По плотности и удельной теплоемкости титан занимает промежуточное место между двумя основными конструкционными металлами: алюминием и железом. Сравнительно небольшая плотность в сочетании с довольно высокими прочностными характеристиками обеспечивает титановым сплавам более высокую удельную прочность (отношение прочностных характеристик к плотности) в широком интервале температур по сравнению с алюминиевыми сплавами, сталями и жаропрочными никелевыми сплавами (таблица 1.1). Это обстоятельство является решающим фактором, определяющим предпочтительность применения титана в авиационной и аэрокосмической технике [12]. К недостаткам титана как конструкционного материала, можно отнести способность активно поглощать кислород, азот и водород, которые резко снижают пластические свойства металла. С углеродом титан образует тугоплавкие карбиды, обладающие высокой твердостью.

Титан – высокопластичный конструкционный материал. Он хорошо деформируется в гексагональной модификации при комнатной температуре и в кубической - при высокой температуре. Степень деформации титана высокой чистоты может достигать при комнатной температуре 90%.

Для получения заданных механических свойств титан легируют алюминием, ванадием, марганцем, молибденом, хромом, железом и некоторыми другими элементами. Введение легирующих элементов в определенных сочетаниях и количествах, а также целенаправленное термическое воздействие, позволяют изменять свойства сплавов в широких

пределах. Временное сопротивление разрыву промышленных титановых сплавов может изменяться в соответствии в пределах от 400 МПа для малолегированных мягких сплавов до 1600 МПа для высоколегированных термически упрочненных сплавов [12].

Таблица 1.1 – Сопоставление уровня прочности сталей, титановых и алюминиевых сплавов [13 - 15]

Класс сплавов		σ_B , МПа	ρ , г/см ³	σ_B/ρ , МПа см ³ /г
Титановые сплавы	Малопрочные	400-700	4,5-4,55	88,4-154,6
	Средней прочности	700-1000	4,4-4,5	157-225
	Высокопрочные	>1000	4,65-4,75	>213
Алюминиевые сплавы	Малопрочные (термически не упрочняемые)	130-300	2,7	48,1-114
	Средней прочности (термически упрочняемые)	350-500	2,85	123-175
	Высокопрочные	>500	2,85	>175
Стали	Углеродистые	300-700	7,8	38,5-89,7
	Малолегированные (малопрочные)	400-850	7,8	89,7-109
	Среднелегированные (средней прочности)	850-1500	7,8	109-192
	Высокопрочные	>1500	7,8	>192

Высокие пластические свойства титана по сравнению с другими гексагональными металлами (магнием, цинком, кадмием) объясняют различием в соотношении осей c/a . Соотношение c/a для идеальной гексагональной плотноупакованной решетки равно 1,633. У титана это соотношение на 2,9 % меньше по сравнению с идеальной решеткой. Сближение плоскостей базиса в плотноупакованной решетке может быть достигнуто только увеличением межатомных расстояний в них.

Модули упругости титана невелики и обнаруживают существенную анизотропию в зависимости от направления оси измерения. Величина модуля

Юнга составляет от 106 до 146 ГПа. Для поликристаллического титана среднее значение модуля Юнга 103 ГПа.

Несмотря на высокую температуру рекристаллизации и плавления, титан отличается малым сопротивлением ползучести. Наибольшей способностью к ползучести обладает отожженный титан. Скорость ползучести, равная 0,0001 %/ч, достигается при напряжении 80 % от предела текучести в холоднокатаном титане и при напряжении 50-60 % от предела текучести в отожженном материале. Скорость ползучести титана и других конструкционных материалов сопоставлена на рисунке 1.1. Из приведенных данных следует, что для титана предел текучести не может служить расчетной характеристикой, в особенности при необходимости приложения статических нагрузок в течение длительного времени. Титан может быть использован в тех случаях, когда напряжения, близкие к пределу текучести, действуют кратковременно [10].

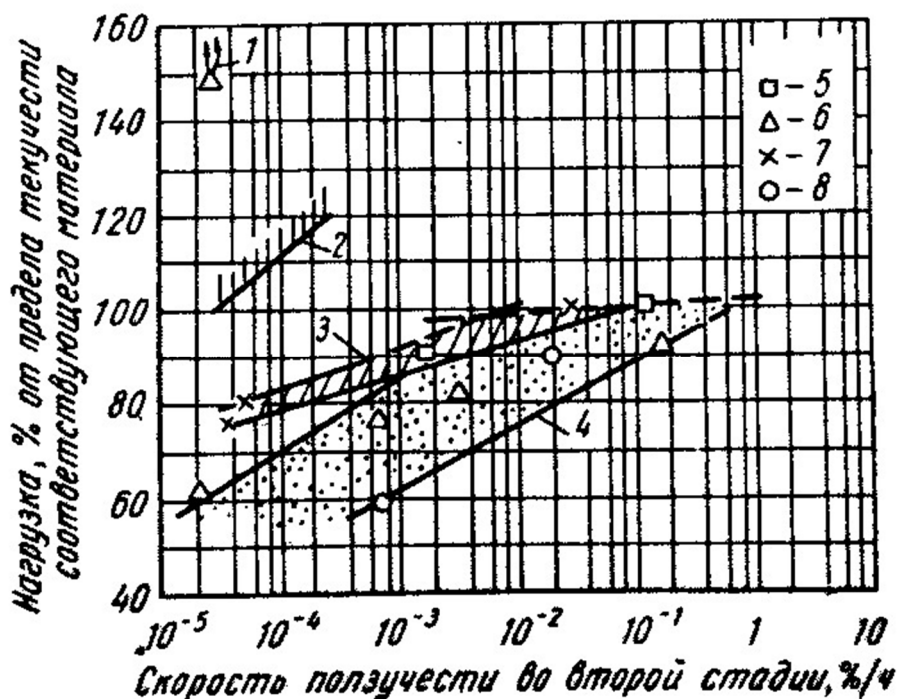


Рисунок 1.1 – Сопоставление минимальной скорости ползучести титана и других конструкционных металлов: 1 - нормализованная низкоуглеродистая сталь; 2 - нержавеющая сталь 18-8; 3 - область разброса для холоднокатаного титана; 4 - область разброса для отожженного титана; 5 - листовой отожженный титан, вдоль прокатки; 6 - листовой отожженный титан, поперек прокатки; 7 - полосовой холоднокатаный титан, вдоль прокатки; 8 - полосовой холоднокатаный титан, отожженный при 818 °C в вакууме, поперек прокатки [10]

1.2 Водородная хрупкость титана

Водород в металлах и сплавах, как правило, рассматривается в качестве вредной примеси, потому что даже в малых концентрациях способен вызывать явление водородной хрупкости, что подробно рассмотрено в работах Колачева Б.А. и соавторов [25, 83, 84, 85].

Водородная хрупкость титана и его сплавов заключается в резком снижении механических свойств, при содержаниях водорода, больших критического значения. Водород сравнительно мало влияет на механические свойства металлов при испытаниях на разрыв со стандартными скоростями деформации. О склонности титана и его сплавов к водородной хрупкости обычно судят по результатам испытаний на ударную вязкость и замедленное разрушение.

Титановые сплавы с небольшим количеством β -фазы наиболее склонны к водородной хрупкости. Высокая склонность к водородной хрупкости титановых сплавов с небольшим количеством β -фазы (от 2 до 5 %) связана с тем, что водород в $(\alpha+\beta)$ -сплавах концентрируется в β -фазе.

Алюминий увеличивает растворимость водорода в α -фазе и затрудняет образование гидридной фазы, поэтому увеличение содержания алюминия в α -титановых сплавах - эффективный способ уменьшения их склонности к водородной хрупкости. Так, гидридная хрупкость в чистом титане развивается при содержании водорода более 0,010 мас. %, а в сплаве VT5 (Ti+5 % Al) - более 0,035 мас. %.

Растворимость водорода в β -фазе значительно больше, чем в α -фазе и поэтому титановые сплавы с β - или $(\alpha+\beta)$ -структурой с достаточно большим количеством β -фазы мало склонны к водородной хрупкости. Водородная хрупкость сплавов этого типа начинает развиваться еще до появления видимых выделений гидридов, что обусловлено охрупчиванием β -фазы растворенным в ней водородом. Эта хрупкость аналогична хладноломкости, обусловленной такими примесями внедрения, как кислород, азот, и связана с

тем, что атомы водорода блокируют источники дислокаций во вторичных плоскостях скольжения и уменьшают скорость движения генерированных ими дислокаций. Последующее выделение гидридов вызывает гидридную хрупкость, что переводит металл в полностью хрупкое состояние [11].

Водородная хрупкость в сплавах титана в наиболее опасной форме проявляется при их замедленном разрушении, под которым понимают зарождение и развитие в металле, находящемся под постоянным или мало изменяющимся по величине напряжением, трещин, ведущих, в конечном итоге, к разрушению образца или изделия. Замедленное разрушение сводится по существу к тому, что в результате направленной диффузии атомарного водорода в поле напряжений или транспортировки атомов водорода дислокациями в локальных областях перед вершиной трещины создается такая концентрация водорода, при которой или выделяются гидриды или β -фаза становится хрупкой. При испытаниях на замедленное разрушение фиксируют время до разрушения надрезанного образца, находящегося под действием постоянного напряжения. Результаты испытаний представляют в координатах приложенное напряжение - время до разрушения. Затем для заданной базы испытаний (например, 1000 суток) строят зависимость разрушающих напряжений от содержания водорода. Замедленное разрушение ряда титановых сплавов происходит при напряжениях значительно меньших, чем временное сопротивление разрыву. Так временное сопротивление разрыву надрезанных круглых образцов сплава OT4 с 0,030 мас. % водорода составляет примерно 1000 МПа, но те же образцы под напряжением всего 200 МПа разрушаются после 400 суток. Ниже в таблице 1.2 приведены данные о допустимых концентрациях водорода (в мас. %) в титановых сплавах [16]. В остальных сплавах допускается не более 0,012-0,015 мас. % водорода. Металлургическая промышленность в настоящее время выпускает полуфабрикаты с содержанием водорода меньше максимально допустимых значений.

Таблица 1.2 – Допустимые концентрации водорода в сплавах титана [16]

Титановый сплав	BT-00	OT4-1	BT1-0	OT4-1B	OT4	OT4B
Допустимое содержание водорода, мас. %	0,008	0,005	0,010			

Однако при последующих технологических операциях, особенно при кислотном травлении полуфабрикатов, применяемом для удаления окисленного слоя, содержание водорода в титане и его сплавах может существенно возрастать. Наводороживание при травлении носит поверхностный характер (гидридная пленка) и в деталях большого сечения, подвергаемых круговой механической обработке, этот гидридный слой удаляется вместе со стружкой. Наводороживание титановых изделий возможно также в процессе их эксплуатации. Для листов, труб и полуфабрикатов с необрабатываемыми поверхностями наиболее удобным способом удаления примеси водорода является вакуумный отжиг [11, 17].

1.3 Система титан–водород

Водород хорошо растворим в титане. Растворение водорода в титане - процесс обратимый. Если температура достаточно высока, чтобы обеспечить определенную скорость взаимодействия водорода с титаном, то растворы водорода в титане могут существовать лишь в равновесии с газообразным водородом, давление которого будет функцией содержания водорода в твердом растворе и температуры [18].

На рисунке 1.2 представлена диаграмма состояния системы титан-водород в области содержания водорода до 66,7 ат. %, т. е. на участке Ti-TiH₂. Диаграмма была составлена по результатам изучения зависимости равновесного давления водорода от его содержания в системе при температурах от 300 до 1000 °С и металлографического исследования системы при температурах ниже 300 °С.

соединению TiH, представляет собой твердый раствор элементарного титана в моногидриде. Для эвтектоидного превращения системы с содержанием водорода 44 ат. % наблюдается гистерезис температуры: средняя температура остановки при нагревании 319 °С, а при охлаждении - 281 °С, т. е. гистерезис составляет 38 градусов [18].

Растворимость водорода в α -титане при температуре эвтектоида (319 °С) равна 7,9 ат. % H (~ 0,17 мас. %), и она резко снижается при понижении температуры. По уточненным данным, растворимость водорода в α -титане при температурах ниже 125 °С составляет 0,001-0,002 мас. %, она изменяется в зависимости от содержания других примесей внедрения в титане. Такие примеси, как атомы кислорода и азота, занимая места в междоузлиях решетки α -титане, еще больше снижают предельную растворимость в нем водорода [19].

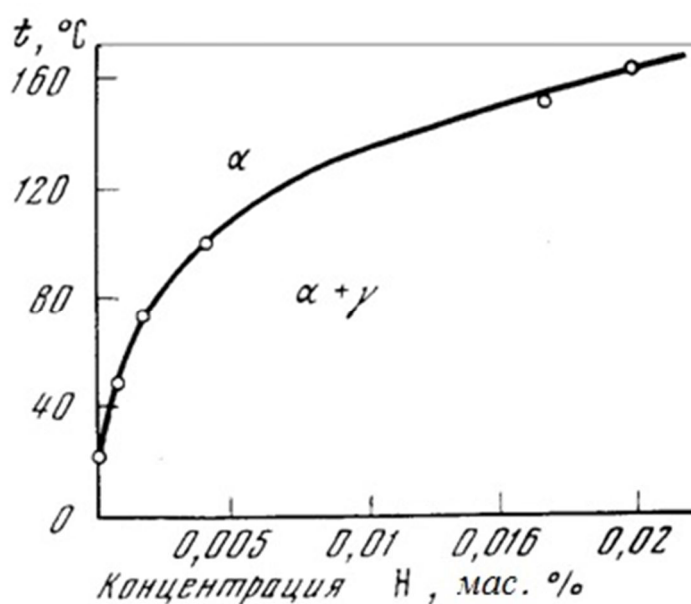


Рисунок 1.3 – Зависимость растворимости водорода в титане от температуры [19]

На рисунке 1.3 приведены кривые растворимости водорода в α - и β -титане высокой чистоты (йодидный титан). Полученные в работе данные по растворимости совпадают с приведенными на рисунке 1.2. В интервале температур T от 60 до 170 °С изменение растворимости водорода C_{ppm} в α -титане подчиняется уравнению [19]:

$$C_{ppm} = 4,55 \cdot 10^4 \cdot \exp(2,25 \cdot 10^3 / T). \quad (1.1)$$

Теплота растворения TiH_2 в насыщенном α -титане равна 4,48 ккал/моль. Распад пересыщенных α -растворов и выделение TiH_2 происходят и при комнатной температуре, вследствие чего сплавы титана охрупчиваются и склонны к так называемому замедленному разрушению. Эти явления наблюдаются в процессе старения сплавов с содержанием водорода выше предельной его растворимости в α -титане, т.е. выше 0,001-0,002 мас. %.

Для двухфазного титанового сплава Ti-6Al-4V присутствие водорода в виде твердого раствора в α - и в β -фазах приводит к увеличению постоянной решетки. В электрохимически наводороженных образцах, первоначально при относительно низких концентрациях водорода, формируется тетрагональная γ -TiH фаза, вслед за которой формируется тетрагональная δ -TiH_x фаза, при дальнейшем увеличении концентрации водорода. Вследствие низкой растворимости водорода в α -фазе, образование гидридов в двойной микроструктуре $\alpha+\beta$ начинается при более низкой концентрации водорода, по сравнению со сплавами с более однородной микроструктурой и непрерывной β -фазой. В образцах наводороженных из газовой фазы водородные повреждения титана и его сплавов проявляются как потеря вязкости (охрупчивание) и/или снижение порогового напряжения трещинообразования. В $\alpha+\beta$ титановых сплавах основной механизм водородного охрупчивания часто предполагается как результат появления и разложения хрупких гидридных фаз. При низких температурах, гидриды титана придают хрупкость, приводят к деградации механических свойств и увеличению ломкости этих сплавов. При значительном содержании β -фазы, водород преимущественно распространяется в решетке β -фазы и взаимодействует с α -фазой вдоль раздела границ этих фаз. [118].

Водород в титане находится отчасти в ионизированном состоянии. Протонный газ, образованный ионизированными атомами водорода, находится в динамическом равновесии с неионизированными атомами,

которые, в свою очередь, образуют при взаимодействии с титаном твердые растворы внедрения [20].

Кристаллическая решетка α -модификации имеет два вида пустот, в которых могли бы разместиться атомы растворенного водорода – это тетраэдральные поры с радиусом $0,34 \text{ \AA}$ и октаэдральные с радиусом $0,62 \text{ \AA}$ [21].

Тетраэдральные положения в решетке α -титана слишком малы для размещения в них атомов водорода с радиусом $0,41 \text{ \AA}$, следовательно, они могут размещаться лишь в октаэдрических пустотах. Свободная энергия системы Ti-H уменьшается благодаря химическому взаимодействию и повышается из-за большой амплитуды колебаний атомов водорода в этих пустотах. По этой причине в α -фазе мала растворимость водорода. При таком размещении атомов водорода уже при сравнительно низких его концентрациях твердые растворы титана становятся термодинамически неустойчивым [20, 21].

В объемно-центрированной решетке β -титана поры решетки с радиусом $0,44 \text{ \AA}$ почти полностью соответствуют радиусу атома водорода, поэтому амплитуда свободных колебаний атомов водорода в междоузлиях невелика, и повышения свободной энергии системы не происходит. Таким образом, за счет благоприятных геометрических характеристик растворимость водорода в β -фазе значительно выше, чем в α -фазе.

При поглощении титаном водорода происходит увеличение его объема, так как гидрид титана обладает меньшей плотностью. Плотность гидрида $\text{TiH}_{1,63}$ меньше плотности титана на 13 %, а гидрида состава $\text{TiH}_{1,75}$ - на 15,5 %. Плотность титана при насыщении его водородом линейно уменьшается от $4,506$ до $4,270 \text{ г/см}^3$ с ростом концентрации газа от 0 до 40 ат. % [20].

При поглощении водорода титаном образуются α - и β -твердые растворы на основе α - и β -модификаций титана и гидрид γ . Теплота растворения водорода в α - и β -титане составляет минус 91 и минус 107 кДж/моль, соответственно.

Технический титан без заметной защитной оксидной пленки на поверхности начинает активно поглощать водород при температурах, превышающих 250 °С. Кинетика взаимодействия не подчиняется параболическому закону, а, следовательно, скорость поглощения водорода титаном определяется не диффузией, а какими-то другими причинами. Таким определяющим фактором может быть скорость поступления водорода к поверхности металла. Когда на поверхности титана образуется гидридная пленка, поглощение им водорода происходит с неизменной скоростью, что обусловлено неплотным ее строением. Несплошности в гидридной пленке возникают в результате больших внутренних напряжений, обусловленных существенным различием в плотности титана и гидрида. В итоге скорость поглощения титаном водорода определяется суммарным сечением несплошностей. Высокая чувствительность взаимодействия титана с водородом к состоянию поверхности приводит к невоспроизводимости результатов исследований по кинетике поглощения. Скорость поглощения водорода титаном возрастает с повышением давления.

Кинетические кривые поглощения водорода техническим титаном при температурах от 375 до 600 °С отличаются от аналогичных кривых при температурах от 700 до 1150 °С (рисунок 1.4). Титан поглощает водород при температурах 600 °С и ниже после инкубационного периода, который тем длительнее, чем ниже температура.

Диффузия и растворимость водорода зависят от состояния поверхности титана, вследствие того, что диффузия газов начинается с их адсорбции поверхностью металлов.

Скорость диффузии через тщательно отшлифованные и отполированные поверхности титана больше, чем через шероховатые поверхности. Причем это объясняется не влиянием чистоты поверхности, а деформацией приповерхностных слоев металла в ходе его обработки.

Сквозь поверхности титана, пораженные коррозией, и поверхности с окалиной диффузия происходит с большей скоростью, чем сквозь

полированные поверхности. Это объясняется лучшей адсорбцией водорода на поверхностях титана с наличием окисленных мест.

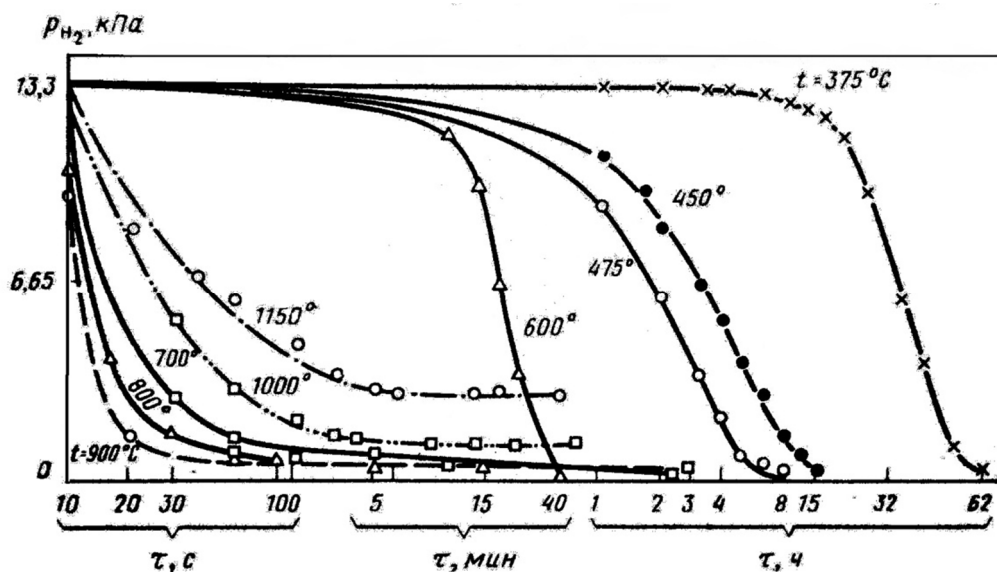


Рисунок 1.4 – Изменение давления в замкнутой системе при поглощении титаном водорода при разных температурах [17]

На насыщение водородом оказывает влияние и загрязнение поверхности. Наличие некоторых органических поверхностно-активных веществ существенно снижает адсорбцию ионов водорода и его проникновение вглубь металла[20].

Также на кинетику поглощения титаном водорода значительно влияет величина микрозерна [22], поглощение водорода образцами с мелким зерном происходит интенсивнее, чем его поглощение крупнозернистыми образцами. Кинетика поглощения титаном водорода значительно зависит не только от величины, но и от формы зерна. Образцы титана с пластинчатой структурой интенсивнее поглощают водород по сравнению с образцами, имеющими равноосную структуру. Это связано с тем, что эффективные коэффициенты диффузии водорода в титане при пластинчатой структуре значительно выше, чем при равноосной.

Титановые сплавы поглощают водород менее интенсивно, чем чистый титан (рисунок 1.5). По уменьшению скорости поглощения водорода при 700 °С в начальный момент насыщения сплавы можно расположить в следующий

ряд: ВТ1, ВТ5, ВТ5-1, ВТ3-1, ВТ6. Процессы поглощения водорода титановыми сплавами должны определяться его диффузионной подвижностью. Однако прямой взаимосвязи между коэффициентами диффузии водорода и скоростью его поглощения не наблюдается. По-видимому, легирование изменяет не только коэффициенты диффузии водорода в титане, но и состояние поверхностного слоя, что должно также влиять на кинетику взаимодействия титановых сплавов с водородом [17].

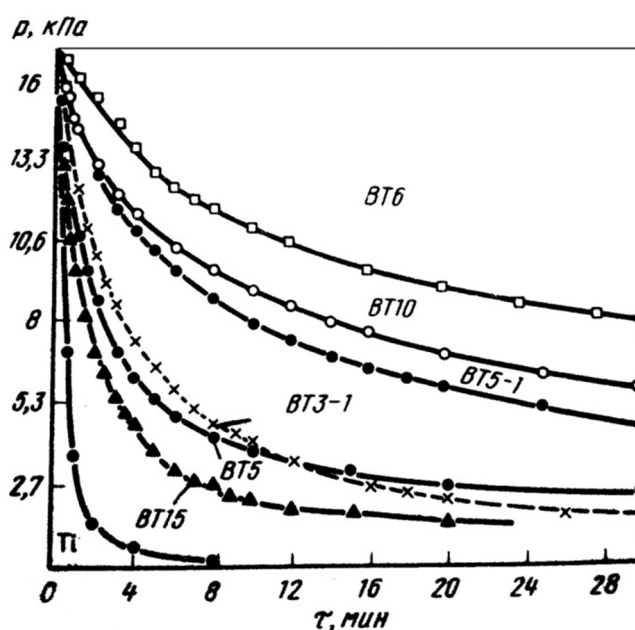


Рисунок 1.5 – Изменение давления в замкнутой системе при поглощении водорода титановыми сплавами при температуре 700 °С [17]

1.4 Влияние водорода на механические характеристики титана

Растворение водорода в металлах сопровождается существенным изменением упругих постоянных и энергий образующихся твердых растворов. Естественно, что наблюдаемые радикальные перестройки, подчас сопровождаемые изменением характера атомного упорядочения, являются отражением преобразования их электронной и фононной структур.

Изучению влияния водорода на механические свойства титана посвящено наибольшее число работ, среди них, например, [25-28] и др. Эти работы приобрели особое значение, когда было выяснено, что причиной

хрупкого разрушения титана и его сплавов в первые годы их производства и применения в авиации (так называемый водородный кризис титана в США 1953-1955 гг). оказалось повышенное содержание в них водорода [25]. В результате многих исследований было установлено, что водород при его концентрациях в титане, превышающих предельную растворимость, снижает пластические свойства и особенно пагубно влияет на легированные титановые сплавы. При содержании 0,01 вес. % Н катастрофически снижается ударная вязкость сплавов. Особенно чувствительны к охрупчиванию образцы с надрезом и при низких температурах [26].

На рисунке 1.6 приведены кривые, характеризующие изменение пределов прочности, текучести (σ_B , σ_S), пластических свойств (δ , % и ψ , %) в зависимости от содержания водорода.

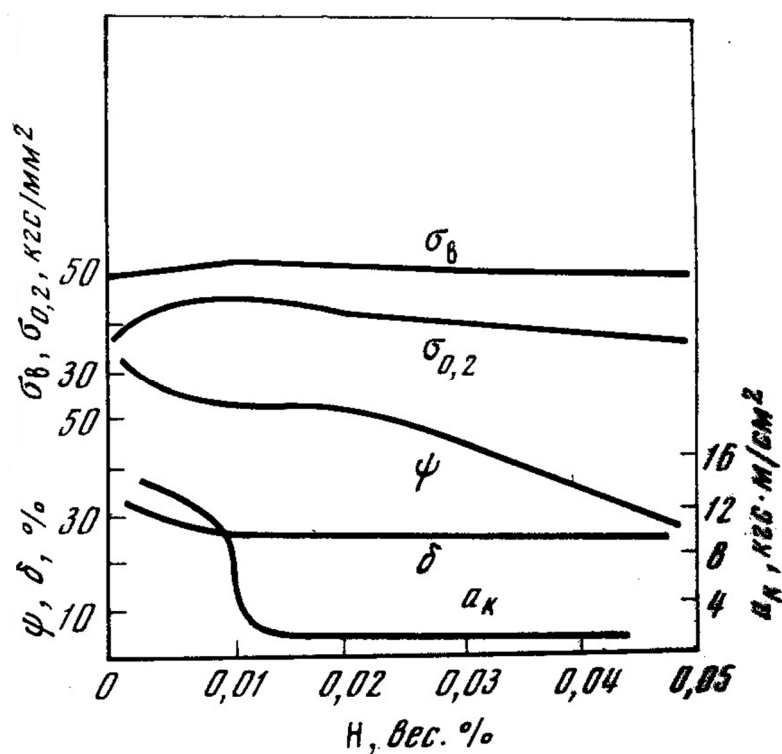


Рисунок 1.6 – Изменение механических свойств сплавов системы Ti-H в зависимости от содержания водорода [19]

Твердость титана линейно возрастает по мере увеличения содержания водорода. Это соответствует влиянию второй фазы – гидроксида титана на твердость сплавов с гетерогенной структурой $\alpha + \text{TiH}_2$ без заметных следов

растворимости водорода в α -титане. Этой же закономерности подчинено изменение прочности (σ_B и σ_S) при возрастании концентрации водорода. Несколько иной характер наблюдается в изменении пластичности (δ и ψ). Она до 10 ат. % (~ 0,23 вес. %) водорода почти в 1,5 раза снижается по сравнению с пластичностью чистого титана и с дальнейшим ростом содержания водорода почти до 25 ат. % (~ 0,69 вес. %) сохраняется на постоянном уровне. При 32 ат. % (~ 1 вес. %) водорода δ и ψ резко снижаются почти до нуля. К влиянию водорода на механические свойства наиболее чувствительны динамические методы испытания, например, испытания на ударную вязкость.

В работе [29] проведено исследование влияния водорода на ползучесть α - и ($\alpha+\beta$)-титановых сплавов ВТ5 и ВТ6 при температуре 600 °С. Получено, что легирование этих сплавов водородом до концентраций 0,05 и 0,10 вес. % при сохранении структуры глобулярного типа всегда приводит к понижению вязкости, повышению длительной прочности в условиях постоянства растягивающей нагрузки. Анализ изменения механических свойств однофазного и двухфазного сплавов при одних и тех же внешних условиях показывает, что растворение водорода до концентрации 0,05 вес. % в 14 раз понижает вязкость и в 43 раза повышает длительную прочность α -титана по сравнению с ($\alpha+\beta$)-сплавом. Растворение водорода до 0,10 вес. % и последующий нагрев α - и ($\alpha+\beta$)-сплавов до температуры испытаний приводит к добавлению β -фазы, где влияние водорода на эффект упрочнения оказывается различным. Изменение концентрации водорода от 0,05 до 0,10 вес. % в α -сплаве сказывается на повышении вязкости, а в ($\alpha+\beta$)-сплаве, наоборот, приводит к увеличению длительности до разрыва.

В работе [30] проведено исследование влияния водорода на механические свойства технического титана. Титан с различной концентрацией водорода испытывали на ударную вязкость и растяжение. Скорость деформации при растяжении составляла порядка 2-4 мм/мин. По данным авторов [30], прочность технического титана очень слабо зависит от

содержания водорода: в исходном состоянии (после отжига в вакууме) предел прочности равен $50,5 \text{ кг/мм}^2$, а после введения $0,050 \text{ мас. \%}$ водорода - $50,0 \text{ кг/мм}^2$. Поперечное сужение и удлинение существенно уменьшаются с увеличением концентрации водорода. Ударная вязкость относительно мало изменяется до содержания водорода $0,010 \text{ мас. \%}$, но потом резко падает до крайне низких значений: от $11,8 \text{ кг}\cdot\text{м/см}^2$ для материала после вакуумного отжига до $0,5 \text{ кг}\cdot\text{м/см}^2$ при концентрации водорода в титане, равной $0,025 \text{ мас. \%}$.

Можно считать, что причиной охрупчивания титана является эвтектоидный распад β -раствора и выделение гидридной фазы при полной нерастворимости водорода в α -титане в условиях низких температур (ниже $100\text{-}120 \text{ }^\circ\text{C}$). Выделение гидрида титана в отожженных сплавах в виде продолговатых тонких игл или пластинок вдоль определенных кристаллографических плоскостей ограничивает пластическую деформацию, снижает сопротивление отрыву гидридов, что облегчает его хрупкое разрушение. Этому также способствует большое различие удельных объемов титана и его гидрида. Плотность TiH_2 равна $3,760 \text{ г/см}^3$ при плотности Ti , равной $4,520 \text{ г/см}^3$ [19].

Пути устранения хрупкого разрушения титана под воздействием водорода сводятся к термической обработке титана в вакууме [25]. При условиях отжига в интервале температур от 700 до $900 \text{ }^\circ\text{C}$ и степени разрежения $10^{-3} \text{ мм рт. ст.}$ гидрид титана диссоциирует, и водород почти полностью удаляется из титана. Этим способом удаления водорода из титана и его сплавов широко пользуются на практике.

Рассматривая влияние водорода на модули упругости металлов, хотелось бы отметить, что в большом числе исследований были получены противоречивые результаты, в том числе и при исследовании поликристаллических образцов титана.

Так, по данным, представленным в [28], модуль Юнга E (в Па) образцов титана в результате растворения в них водорода при 296 К линейно увеличивается с ростом его атомной концентрации X_H :

$$10^{-10} E_{Ti} = 18,8 + 1,4 X_H. \quad (1.2)$$

Наблюдаемое повышение модуля Юнга авторы объясняют тем, что снижение силовых констант Ме-Ме-взаимодействий, вызванное увеличением периодов решетки сплавов Ме-Н при растворении в них водорода, оказывается менее существенным, чем увеличение “цементирующего” действия растущего числа прочных Ме-Н-связей. Однако, растворение водорода в сплаве титана с молибденом (18 мас. % Мо) обуславливает снижение и модуля упругости, и его прочностных характеристик. Здесь, вероятно, проявляется уменьшение энергии Ме-Ме-связей благодаря замещению части атомов титана атомами молибдена, силовые константы взаимодействия которых с атомами водорода значительно меньше, чем в Ti-Н-связях.

Вредное действие водорода на механические свойства проявляется в техническом титане при более низких содержаниях водорода по сравнению с титаном высокой чистоты. На рисунке 1.7 показано изменение свойств технического титана при испытании на растяжение в зависимости от концентрации водорода; при содержании водорода 12% (ат.) пластичность этого материала снижается с 70 до 10%. В титане высокой чистоты такое снижение пластичности наблюдается при содержании водорода свыше 30% (ат.). Кроме того, снижение сопротивления удару почти до нулевого значения происходит в техническом титане при содержании водорода ~ 1% (ат.), что составляет приблизительно половину той величины, которая необходима для достижения аналогичного эффекта в титане высокой чистоты.

Закалка из области α -фазы улучшает сопротивление удару технического титана, содержащего водород, но, как и в случае чистого металла, этот эффект является временным (рисунок 1.8); старение при комнатной температуре приводит к ухудшению свойств. Кроме того, было показано, что сплав с 0,24% (ат.) водорода обладает значительно более

низким сопротивлением удару по сравнению с металлом, не содержащим водород, хотя никаких признаков гидридной фазы в его структуре обнаружено не было. Однако благодаря различному растворению водорода в α - и β -фазах, почти весь водород должен находиться в растворе в остаточной β -фазе, чем и объясняется отсутствие видимой гидридной фазы при содержании водорода выше предела его растворимости в чистом α -титане.

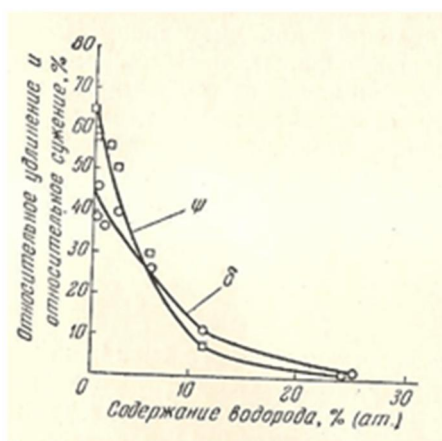


Рисунок 1.7 – Изменение пластичности технически чистого титана в зависимости от содержания водорода [28]

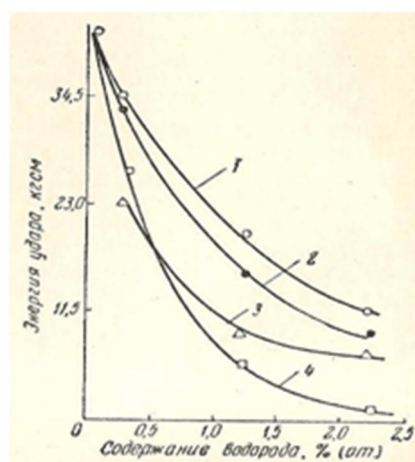


Рисунок 1.8 – Изменение энергии удара технически чистого титана в зависимости от содержания водорода после закалки на твердый раствор с последующим старением при комнатной температуре [28]

Поэтому вполне возможно, что наличие в техническом титане частиц β -фазы со значительно более высоким содержанием водорода является фактором, обуславливающим его охрупчивание [24].

1.5 Классификация акустических методов неразрушающего контроля и области их применения

Неразрушающий контроль (НК) – совокупность измерений, при которых свойства и характеристики объекта контроля практически не изменяются при внешнем воздействии. Согласно ГОСТ 18353-79 акустические методы неразрушающего контроля делят на две большие группы: использующие излучение и приём акустических волн (активные методы) и основанные только на приёме (пассивные методы). В каждой из групп можно выделить методы, основанные на возникновении в объекте контроля бегущих и стоячих волн или колебаний.

Активные акустические методы, в которых применяют бегущие волны, делят на две подгруппы, использующие прохождение и отражение волн. Применяют как непрерывное, так и импульсное излучение.

К методам прохождения относятся следующие:

1. Теневой метод, основанный на уменьшении амплитуды прошедшей волны под влиянием дефекта.
2. Временной теневой метод, основанный на запаздывании импульса, вызванном огибанием дефекта.
3. Зеркально-теневой метод, основанный на ослаблении сигнала, отраженного от противоположной поверхности изделия (донного сигнала).
4. Велосиметрический метод, основанный на изменении скорости упругих волн при наличии дефекта.
5. В методах отражения применяют, как правило, импульсное излучение.

Акустические методы неразрушающего контроля нашли широкое распространение во многих отраслях промышленности благодаря их следующим качествам:

- высокая чувствительность к мелким дефектам;
- большая проникающая способность;

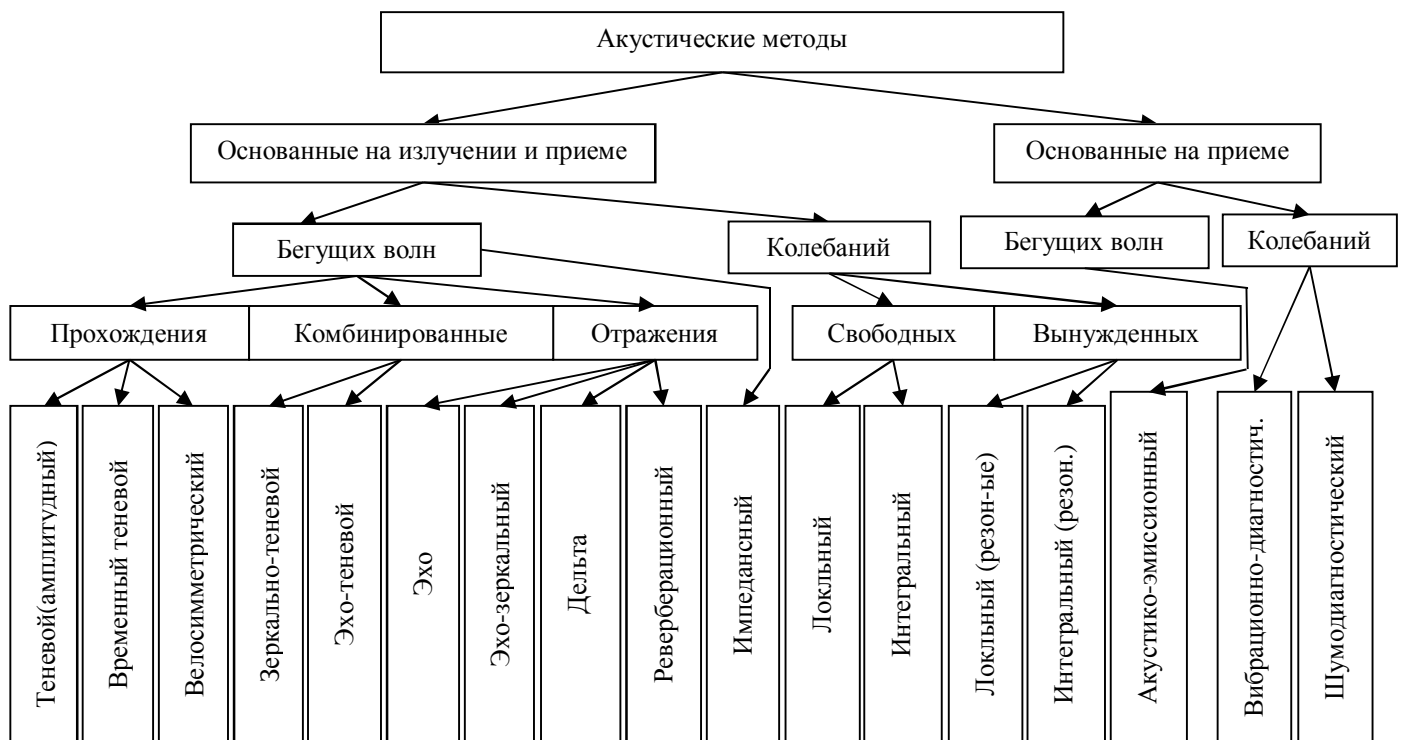


Рисунок 1.9 – Классификация ультразвуковых методов контроля

- возможность определения размеров и места расположения дефектов;
- оперативность индикации дефектов;
- возможность контроля при одностороннем доступе к объекту;
- относительно низкая стоимость оборудования;
- высокая производительность;
- безопасность работы оператора и окружающего персонала.

Акустические методы контроля имеют и недостатки:

- необходимость высокой чистоты обработки поверхности контролируемого объекта;
- наличие мертвых зон, которые снижают эффективность контроля;
- необходимость разработки специальных методов контроля для отдельных сложных объектов.

Разработано большое количество методов акустического контроля изделий, чаще всего в промышленности акустические методы используют для следующих целей:

- определение толщины объекта;
- контроль сплошности;
- определение физико-химических свойств материала объекта, а также изучение кинетики разрушения изделия, что позволяет прогнозировать их надежность.

Акустические методы контроля основаны на распространении и отражении упругих волн в упругих средах. При этом частицы среды не переносятся, а совершают колебания с определенной частотой f относительно точек равновесия. Если в объекте возбудить с помощью источника колебание, то оно будет распространяться от частицы к частице в материале объекта со скоростью c . Расстояние между частицами, которые колеблются в одинаковой фазе, называется длиной волны λ .

Для реализации акустических методов используют упругие колебания в звуковом диапазоне с частотой от 20 до 2×10^4 Гц и в ультразвуковом от 2×10^4 до 1×10^9 Гц. Чаще всего в промышленности используют ультразвуковой диапазон, поэтому эти методы называют ультразвуковыми методами контроля (УЗК) [129].

При ультразвуковом контроле колебания передаются от внешнего источника частицам материала объекта. Если направление колебания этих частиц совпадает с направлением распространения волны, то такая волна называется продольной. Продольная волна возбуждается источником колебаний в твердой, жидкой и газообразной среде. В твердом теле направление колебания частиц может быть перпендикулярно направлению продольной волны, т.е. возникают поперечные волны, что объясняется способностью твердого тела (в отличие от жидкого и газообразного) упруго сопротивляться деформации сдвига. В твердом теле на его свободной поверхности можно возбудить поверхностные волны (волны Рэлея), в которых частицы колеблются по эллипсам. В тонких листах постоянной толщины и проволоке, когда поперечное сечение их во много раз меньше

длины волны, можно возбудить так называемые нормальные волны (волны Лэмба).

Энергия ультразвуковых колебаний в процессе их распространения постепенно убывает, что обусловлено геометрическим расхождением лучей, а также тем, что часть ее, поглощаясь средой, переходит в тепловую энергию, а часть рассеивается зернами металла в результате повторных отражений (структурная реверберация).

Оперативность и точность ультразвуковых методов контроля зависят не только от вида и скорости распространения волн, но и от свойств контролируемых объектов (удельное волновое сопротивление материала, плотность, размеры и форма тела).

Значения параметров распространения ультразвука в металлах определяются физическими свойствами (состав, структура, плотность) и состоянием (наличием внутренних и внешних напряжений) исследуемого материала, и коррелируют с механическими свойствами (предел прочности, предел текучести, твердость, ударная вязкость). Например, по величине скорости звука можно определять сжимаемость, отношение теплоемкостей C_p/C_v , значения модулей упругости твердого тела. При пластической деформации изменение скорости звука можно связать с увеличением плотности дислокации в ходе пластического течения. При появлении в объеме материала макродефектов (разрывы, трещины) происходит быстрый спад величины скорости звука, что позволяет определить момент наступления опасной стадии разрушения металлических конструкций.

Рэлеевские волны применяются как средство неразрушающего контроля поверхности материалов (определение остаточных механических напряжений, дефектов, качества обработки поверхности, глубины и степени термической закалки и т. д.), что основано на связи скорости распространения и коэффициента затухания ультразвуковой поверхностной волны с термическими, механическими и прочими характеристиками поверхностного слоя материала, в котором она распространяется. Это

позволяет получать информацию о состоянии поверхности исследуемого объекта [31].

1.6 Физические основы и закономерности распространения ультразвуковых волн в металлах

Распространение упругих волн в веществе характеризуется двумя величинами: затуханием и скоростью звуковой волны. Измерив эти величины, можно определить большое число других физических характеристик твердого тела: определить упругие модули, оценить количество внесенных дефектов.

Скорость звука в идеальном упругом материале при заданной температуре и давлении является постоянной. Связь между скоростью ультразвука и длиной волны следующая:

$$\lambda = \frac{v}{f}, \quad (1.3)$$

где λ – длина волны, м, v – скорость звука, м/с.

В твердых веществах для продольных волн скорость звука [23]

$$c_l = \sqrt{\frac{E}{\rho} \frac{1-\mu}{(1+\mu)(1-2\mu)}}, \quad (1.4)$$

где c_l – скорость звука для продольных волн, м/с,

E – модуль упругости, Па, μ – коэффициент Пуассона, ρ – плотность, кг/м³.

Для поперечных волн она определяется по формуле

$$c_t = \sqrt{\frac{G}{\rho}}, \quad (1.5)$$

где c_t – скорость звука для поперечных волн, м/с, G – модуль сдвига, Па.

Дисперсия скорости звука может быть обусловлена как физическим свойствами среды, так и присутствием в ней посторонних включений и наличием границ тела, в котором звуковая волна распространяется.

Скорость ультразвуковой волны в металле определяется упругими модулями, от которых зависят физические характеристики металла. В свою очередь, модули упругости зависят от дефектности металлов и сплавов.

Измерение скорости звука в металлах показали, что дислокационные линии снижают скорость распространения ультразвуковой волны. Облучение нейтронами и гамма квантами, внедрение водорода ведет к образованию вакансий, которые закрепляют дислокации, что, вызывает увеличение скорости звука.

Относительное изменение скорости звука ($\Delta u/u_0$) можно связать с изменением модуля Юнга соотношением.

$$\frac{\Delta u}{u_0} = \frac{1}{2} \frac{\Delta E}{E_0}. \quad (1.6)$$

Экспериментальные данные [32] свидетельствуют о том, что упругие константы при этом могут снижаться на 1%. Изменение упругих констант пропорционально плотности дислокаций. Плотность дислокаций может меняться практически от нуля для хорошо отожженных образцов, до 10^{12} см⁻² в холоднокатаных образцах. Причем в разных частях поверхности их плотность может отличаться более чем на порядок.

Связь коэффициента затухания α и скорости звука с характеристиками дислокационной сетки описываются следующими зависимостями [33]:

$$\begin{aligned} a &= 8,86 \times 10^{-6} \left(\frac{4Gb^2}{p^4 C} \right) \left(\frac{B}{p^2 C} \right) \Lambda L^4 w^2; \text{дб} / \text{мкс} \\ \frac{\Delta u}{u_0} &= \left(\frac{4Gb^2}{p^4 C} \right) \Lambda L^2. \\ u_0 &= \left(\frac{G}{r} \right)^{1/2}. \end{aligned} \quad (1.7)$$

где b – вектор Бюргерса, G – модуль сдвига. C , B и A – константы дифференциального уравнения звуковых колебаний: A – эффективная масса на единицу длины дислокации; B – сила торможения, отнесенная к единице длины дислокации; C – эффективное напряжение изогнутой дислокации.

$$A = prb^2, \quad C = \frac{2Gb^2}{p(1-n)}. \quad (1.8)$$

Используя уравнения (1.7) можно определить экспериментально значения L и Λ .

$$L = \frac{1}{2n} \left[\frac{10^6}{8,86 C} \frac{B a(\delta b / \text{мкс})}{\Delta u / u} \right],$$

$$\Lambda = 8,86 \times 10^6 \left(\frac{p^4 B}{G b^2} \right) n^2 \left[\frac{\Delta u / u^2}{a(\delta b / \text{мкс})} \right]. \quad (1.9)$$

ν - коэффициент Пуассона.

Дислокации могут быть закреплены точечными дефектами (примесными атомами, вакансиями) или вакансионными комплексами. Многочисленные эксперименты по облучению металлов и сплавов нейтронами и гамма-квантами показали увеличение скорости звука и снижение затухания со временем облучения (ростом дозы). Результаты объясняются, в первую очередь, закреплением отрезков дислокаций радиационными дефектами, возникающими при облучении. Если отношение $R = (\Delta u / u) a^{1/2}$ в процессе облучения не меняется, делается вывод, что плотность дислокаций Λ остается постоянной.

Количество точек закрепления дислокаций можно оценить, считая, что первоначальная длина дислокаций L_0 снизится до значения

$$L = \frac{L_0}{1 + c},$$

где c - число точек закрепления дислокаций, или число

точечных дефектов, возникающих в окрестности дислокаций. Используя выражение (1.7) можно записать зависимость концентрации дефектов от величины затухания и скорости звуковой волны.

$$c(a) = \left(\frac{a}{a_0} \right)^{-1/4} - 1,$$

$$c(u) = \left(\frac{\Delta u / u_0}{(\Delta u / u_0)_0} \right)^{-1/2} - 1. \quad (1.10)$$

где, a_0 и u_0 – начальные значения затухания и скорости звуковых волн.

Последнее выражение можно использовать, в частности, для оценки числа атомов водорода, закрепляющих дислокации.

В реальных средах по причине внутреннего трения, неидеальных упругих свойств и других эффектов затухание ультразвука имеет существенное значение.

Коэффициент затухания складывается из коэффициентов рассеяния α_p и поглощения α_n , т.е. $\alpha = \alpha_n + \alpha_p$. При поглощении звуковая энергия переходит в тепловую, а при рассеянии остается звуковой, но рассеивается в результате отражений на границах зерен и неоднородностях.

Поглощение звука в твердых телах обуславливается в основном внутренним трением и теплопроводностью. Поглощение поперечных волн меньше, чем продольных, так как они не связаны с адиабатическими изменениями объема, при которых появляются потери на теплопроводность. Коэффициент поглощения в твердых телах пропорционален частоте ультразвуковых колебаний f (стекло, биологические ткани, металлы) или f^2 (резина, пластмассы).

Для материалов, имеющих поликристаллическое строение затухание ультразвука определяется прежде всего рассеянием, вследствие присутствия анизотропии упругих свойств в кристаллах, и как следствие анизотропии скорости звука в зависимости от направления его распространения относительно осей симметрии кристалла. Разориентировка кристаллитов приводит к частичному отражению, преломлению и трансформации ультразвука, что обуславливает механизм рассеяния

Большое влияние на коэффициент рассеяния в металлах оказывает соотношение D (средней величины зерна) и длины волны ультразвука λ . При $\lambda \ll D$ звук поглощается каждым зерном как одним большим кристаллом, затухание ультразвука определяется в основном поглощением. При $\lambda \approx D$ рассеяние УЗ очень велико вследствие диффузного рассеяния.

Особенно велико затухание ультразвука при $\lambda \approx (2...4)D$. В этом диапазоне к диффузному рассеянию прибавляется поглощение. В переходной области соотношения при $4D \leq \lambda \leq 10D$ коэффициент затухания пропорционален произведению Df^2 . При $\lambda > 10D$ происходит рассеяние УЗ

мелкими зернами и коэффициент α пропорционален Df^4 (рэлеевское рассеяние).

В различных работах зависимость коэффициента затухания ультразвука от среднего размера зерна исследуется с целью контроля микроструктуры металлов и сплавов. Так в работе [119] рассматривается методика определения среднего размера зерна основанная на учете дифракционных потерь при измерении донных сигналов в образце на разных частотах. В работе [120] приводятся результаты экспериментальных исследований влияния размера зерна образцов из сталей XC48, E24, 45SCD6, Z6CNDT17-12 на коэффициент затухания на частотах 5, 10 и 15 МГц, и обосновывается необходимость учета этого влияния при неразрушающем контроле. Определенные экспериментально регрессионные зависимости коэффициента затухания от размера зерна в образцах из малоуглеродистой стали представлены в работе [123].

Влияние усталостной деформации на изменение микроструктуры титанового α -сплава исследуется в работе [121]. В ней возможность применения неразрушающего контроля микроструктуры обосновывается имеющейся корреляцией между приведенными в статье результатами ультразвуковых измерений и результатами исследований методом дифракции обратно рассеянных электронов, статистически значимой для диапазона соотношения d/λ от 0,1 до 1,0, где d – средний размер микротекстурной области, λ – длина продольной ультразвуковой волны.

В работе [122] проведено исследование влияния размера зерна в высокочистом ниобии на скорость и коэффициент затухания продольной волны на частотах от 8 до 25 МГц, найдены эмпирические зависимости коэффициента затухания от частоты ультразвуковой волны для различного размера зерна, и практически определены зоны нечувствительности коэффициента затухания к величине размера зерна. Так например для среднего размера зерна более 70 мкм коэффициент затухания не зависит от частоты упругой волны в диапазоне более 20 МГц. В публикации приведено

сравнение теоретической оценки коэффициента затухания, основанной на модели стохастического рассеяния, с экспериментальными данными, показано, что полученные при измерениях значения коэффициента затухания могут на 2 – 3 порядка превосходить предсказанные теоретически значения. В работе [122] также показано, что размер зерна исследованных образцов практически не коррелирует со скоростью продольных волн.

Аналогичная работа [49] представляет результаты исследований для серии образцов из ферритной стали 1/2Cr-1/2Mo-1/4V с разной степенью дефектности, созданной в образцах в результате пластической деформации, авторы работы предлагают эмпирические формулы, позволяющие определить значение коэффициента затухания как взвешенную сумму вклада зернограничного рассеяния и дислокационного поглощения ультразвука, где значения весовых коэффициентов находятся в сложной зависимости от дефектности исследуемого материала и определены экспериментально.

В твёрдых телах поглощение звука различно для продольных и сдвиговых волн. Это связано как с различием скорости звука для этих волн, так и с тем, что в поглощение звука для продольной и сдвиговой волн могут давать вклад различные механизмы.

$$\alpha = \frac{\omega^2}{2\rho c^3} [4/3 \eta + \zeta + \kappa(1/C_V - 1/C_P)] \quad (1.11)$$

где ρ - плотность среды; $\omega = 2\pi f$ - круговая частота звуковой волны; η и ζ - коэффициент сдвиговой и объёмной вязкости; κ - коэффициент теплопроводности; C_P и C_V - теплоёмкости среды при постоянном давлении и объёме соответственно.

Для определения коэффициента затухания α в твёрдом теле, как правило, формулой (1.11) не пользуются, т. к. в этом случае поглощение звука может определяться механизмами, не укладывающимися в простую схему, на основании которой выведена эта формула. Поглощение звука в твёрдых телах вызывается в основном внутренним трением и теплопроводностью среды, а на высоких частотах и при низких температурах

различными процессами взаимодействия ультразвуковых и гиперзвуковых волн с возбуждениями в твёрдом теле, такими, как тепловые колебания решётки (фононы), электроны, спиновые волны и прочие. На поглощение сдвиговых волн в однородных твёрдых телах теплопроводность и другие объёмные эффекты не влияют, т. к. сдвиговые волны не связаны с изменением объёма [34].

Поглощение звука в твёрдом теле зависит от кристаллического состояния вещества (в монокристаллах коэффициент поглощения звука обычно меньше, чем в поликристаллах), от наличия дефектов и примесей, от предварительной обработки, которой был подвергнут материал (для металлов - ковка, прокат, отжиг, закалка) и т. п.

Внутреннее трение в кристаллах при комнатной температуре сильно зависит от наличия дислокаций [35]. Под действием ультразвука в кристалле возникают переменные упругие напряжения, которые возбуждают колебательные движения дислокаций. Взаимодействие этих колебаний с фононами решётки приводит к дополнительному поглощению звука. Различаются три основных механизма дислокационного поглощения звука: струнный, при котором дислокация рассматривается как струна длиной l , закреплённая в двух точках и колеблющаяся под действием звука в вязкой среде (рисунок 1.10 а); гистерезисный, обусловленный отрывом дислокаций от их точек закрепления при больших амплитудах колебаний (рисунок 1.10 б, в); релаксационный, связанный с дефектами, возникающими в самом процессе деформации и проявляющийся главным образом в металлах с гранецентрированной решёткой - меди, свинце, никеле и др.

Дислокационное поглощение звука зависит от амплитуды звуковой волны. Изучение дислокационного поглощения позволяет исследовать дислокационную структуру кристалла и её изменения при различных внешних воздействиях – нагревании, ковке, прокате, ионизирующих излучениях и др. [35].

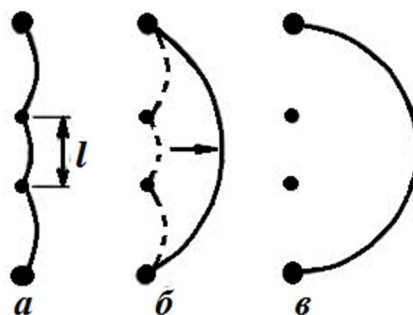


Рисунок 1.10 – Положение дислокационной линии под действием механических напряжений в звуковой волне: а - струна длиной l колеблется в вязкой среде; б и в - отрыв дислокаций от точек закрепления при больших амплитудах механических напряжений.

Во многих твёрдых телах при не очень высоких частотах коэффициент поглощения звука изменяется пропорционально частоте и поэтому величина добротности Q от частоты не зависит. В таблице 1.3 приведены значения $\epsilon = 1/Q$ для некоторых материалов.

Роль теплопроводности для продольных волн в однородном твёрдом теле идентична роли теплопроводности в жидкости и газе. Вклад теплопроводности составляет примерно половину от полного поглощения в металлах, в которых велики коэффициенты теплового расширения и теплопроводности, и всего лишь несколько процентов от полного поглощения в диэлектриках.

Другой механизм поглощения, также имеющий место в большинстве веществ, связан с нелинейным взаимодействием звуковой волны и тепловых колебаний кристаллической решётки, т.е. с взаимодействием звуковых и тепловых фононов. Такое поглощение звука, поэтому часто называют "решёточным" или "фононным". Оно проявляется на высоких частотах в достаточно чистых и бездефектных кристаллах. В зависимости от частоты и соотношения длины волны УЗ и длины свободного пробега тепловых фононов в кристалле (определяемой температурой) рассматриваются различные модели фононного поглощения. На сравнительно низких частотах действует так называемый механизм Ахиезера [89]. Он заключается в том, что звуковая волна, представляющая собой когерентный пучок фононов,

Таблица 1.3 – Поглощение ультразвука в твёрдых телах

Материал	Диапазон частот, f	Коэффициент потерь, $10^4 \cdot \epsilon$	Тип волны
Плавленый кварц	5 - 19 МГц	0,225	сдвиговая
Алюминий поликристаллический	3,5 - 4,5 МГц 3, 1 - 7,5 МГц	0,515 1,7	Сдвиговая продольная
Свинец	1,6 - 15 кГц 1,0 - 8 кГц	280 290	Продольная сдвиговая
Стекло крон	4 - 7,5 МГц	2,38	сдвиговая
Нержавеющая сталь 1Х18Н9Т	18 - 25 кГц	4,4	продольная
Титан ВТ1	18 - 25 кГц	1,4	продольная
Медь М2	18 - 25 кГц	5,2	продольная
Латунь Л59	18 - 25 кГц	2,4	продольная
Алюминиевый сплав АМГ	18 - 25 кГц	3,0	продольная

нарушает равновесное распределение тепловых фононов, и вызванное ею перераспределение энергии между фононами приводит к необратимому процессу диссипации энергии. Этот механизм имеет релаксационный характер, причём роль времени релаксации играет время жизни фонона, равное $\tau = \frac{l}{\bar{v}} = 3\kappa / c_V \bar{v}^2$, где l - длина свободного пробега фонона, \bar{v} - средняя скорость звука. В этом случае коэффициент поглощения звука

$$\alpha = 1,1 c_V T \gamma^2 \frac{\omega^2 \tau}{\rho c^3 (1 + \omega^2 \tau^2)} \quad (1.12)$$

где γ - постоянная Грюнайзена; T – абсолютная температура.

Этот механизм поглощения звука даёт вклад в поглощение как продольных, так и сдвиговых волн. Он является доминирующим при комнатных температурах, при которых выполняется условие $\omega \tau \ll 1$. В области гиперзвуковых частот (10^{10} - 10^{11} Гц) и при низких температурах, близких температуре жидкого гелия, когда $\omega \tau \geq 1$, поглощение звука является

результатом трёхчастичного взаимодействия когерентных звуковых фононов с тепловыми: взаимодействие когерентного и теплового фононов приводит к появлению третьего, также теплового, фонона и, следовательно, с учётом законов сохранения энергии и импульса - к уменьшению звуковой энергии, т. е. к поглощению звука. Этот механизм поглощения называется механизмом Ландау - Румера.

Решёточное поглощение звука является основным механизмом поглощения в чистых бездислокационных кристаллах диэлектриков, в которых другие механизмы проявляются слабо. Такие кристаллы могут обладать очень малым коэффициентом поглощения звука; так, весьма малое поглощение при комнатной температуре было обнаружено в топазе, берилле, сапфире.

Поглощение звука в монокристаллах зависит от направления распространения волны относительно кристаллографии, осей и от наличия примесей. Последние могут не только изменять величину коэффициента поглощения звука, но и влиять на характер его зависимости от T . Например, в кварце наличие примесей приводит к появлению пиков на зависимости $\alpha(T)$, коэффициент поглощения звука в синтетическом кварце при некоторых температурах может на 2 – 3 порядка превышать коэффициент поглощения звука в натуральном кварце [36].

В металлах и полупроводниках кроме решёточного поглощения звука, описанного выше, а также поглощения звука, обусловленного теплопроводностью и внутреннем трением, имеется ещё специфическое поглощение, связанное с взаимодействием УЗ с электронами проводимости. В металлах эти эффекты становятся заметными при температурах ниже примерно 10 К. При переходе металла в сверхпроводящее состояние поглощение звука уменьшается, а при наложении магнитного поля, разрушающего сверхпроводимость, поглощение возрастает. Взаимодействие акустической волны с носителями тока в полупроводнике при наличии

внешнего электрического поля может привести к появлению отрицательного поглощения звука, т. е. к усилению звука.

В ферромагнетиках имеется дополнительное поглощение звука, обусловленное эффектом магнитострикции. Под действием упругой волны в них возникает локальная переменная намагниченность и связанные с ней потери энергии, в первую очередь на токи Фуко и магнитный гистерезис. Эти потери, вызывающие поглощение звука, зависят от частоты. Зависимость магнитострикционных и магнитных характеристик вещества от состояния намагниченности также влияет на поглощение звука. В частности, при наложении внешнего магнитного поля коэффициента поглощения звука уменьшается, а с ростом частоты растёт. В некоторых веществах взаимодействие акустической волны с системой ядерных спинов или же с электронными спинами парамагнитных центров может приводить к резонансному поглощению звука.

В поликристаллах как величина коэффициента поглощения звука, так и его частотный ход зависят от соотношения между размерами кристаллита a , длиной тепловой волны $\Lambda = \sqrt{\chi/\omega}$ и длиной волны звука λ . При низких частотах $\omega \ll \chi/a^2$, где $\chi = \kappa/\rho c_p$ – коэффициент температуропроводности $\alpha \sim \omega^2$. На ВЧ, т. е. при $\omega \gg c/a$ снова $\alpha \sim \omega^2$ а в области частот $\chi/a^2 \ll \omega \ll c/a$ коэффициент $\alpha \sim \omega^{1/2}$. Аналогичный характер имеет поглощение поперечных волн в тонких пластинках и стержнях, где толщина пластинки играет ту же роль, что и размеры кристаллита в поликристаллах.

При фазовых переходах 2-го рода поглощение звука аномально возрастает с приближением температуры к температуре перехода, что связано с ростом термодинамической флуктуации. С ростом интенсивности звука становятся существенными нелинейные эффекты, которые приводят к зависимости коэффициента поглощения звука от амплитуды.

Методы измерения поглощения звука разнообразны и зависят от вещества, в котором поглощение звука измеряется, от диапазона частот и

величины коэффициента поглощения звука. Во всех методах измерений важно выделить истинное поглощение и отделить его от других явлений, приводящих к уменьшению амплитуды звука, таких, как сферическое расхождение, дифракционные эффекты, рассеяние, а также потери на склейках и прочее. Все вышеперечисленные факторы влияют на погрешность измерения коэффициента затухания, что затрудняет определение точного значения величины истинного поглощения, по различным литературным данным величина относительной погрешности 10% при определении коэффициента затухания является хорошим результатом [52, 121, 122, 127].

1.7 Волны Рэлея. Уравнения движения, граничные условия, характеристическое уравнение

Волны Рэлея являются основным типом звуковых поверхностных волн, хорошо изученным и максимально используемым. Рассматривая распространение гармонической рэлеевской волны с частотой ω вдоль плоской границы однородного изотропного упругого полупространства, в общем случае уравнение движения среды запишется в следующей форме:

$$r \frac{\partial^2 U}{\partial t^2} = m \Delta U + (l + m) \text{grad} \cdot \text{div} U \quad (1.13)$$

где U – вектор смещения частиц среды; r - плотность; l и m - упругие постоянные среды (параметры Ламе).

Представляя вектор смещения частиц в виде

$$U = U_l + U_t \quad (1.14)$$

где $U_l = \text{grad} \varphi$, $U_t = \text{rot} \psi$; φ и ψ - это скалярный и векторный потенциалы соответственно. Подставляя выражение (1.14) в уравнение (1.13) можно свести его к системе независимых уравнений:

$$\begin{cases} r \frac{\partial^2 U_l}{\partial t^2} - (l + 2m) \Delta U_l = 0 \\ r \frac{\partial^2 U_t}{\partial t^2} - m \Delta U_t = 0 \end{cases} \quad (1.15)$$

Первое из уравнений соответствует распространению продольных, а второе поперечных волн. Продольные волны безвихревые, а в поперечных отсутствует объемное сжатие и расширение.

Для плоской гармонической волны уравнения движения (1.15) будут удовлетворены, если потенциалы ϕ и ψ являются решениями двух волновых уравнений вида

$$\begin{cases} \frac{\partial^2 j}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 j}{\partial z^2} + k_l^2 j = 0 \\ \frac{\partial^2 y}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 y}{\partial z^2} + k_t^2 y = 0 \end{cases} \quad (1.16)$$

где $k_l = w \sqrt{\frac{r}{1+2m}}$, $k_t = w \sqrt{\frac{r}{m}}$ - волновые числа соответственно продольных и поперечных волн.

Решения уравнений (1.16) для плоской поверхностной волны будут иметь вид:

$$j = A \exp[-qz + i(kx - wt)], \quad y = B \exp[-sz + i(kx - wt)] \quad (1.17),$$

где $q^2 = k^2 - k_l^2$; $s^2 = k^2 - k_t^2$; A и B - произвольные постоянные. Разрешая систему относительно произвольных постоянных A и B получаем характеристическое уравнение для нахождения волнового числа k :

$$4k^2 qs - (k^2 + s^2)^2 = 0 \quad (1.18)$$

Это уравнение называется уравнением Рэлея, и часто записывается в виде полинома:

$$h^6 - 8h^4 + 8(3 - 2x^2)h^2 - 16(1 - x^2) = 0 \quad (1.19)$$

где: $h = \frac{k_t}{k} = \frac{c}{c_t}$; $x = \frac{k_l}{k_t} = \frac{c_t}{c}$; где c_l и c_t - фазовые скорости продольных и поперечных волн соответственно.

Уравнение (1.19) имеет шесть корней, значения которых зависят только от коэффициента Пуассона ν рассматриваемой упругой среды. Рэлеевской волне соответствует корень h_R , лежащий между нулем и единицей. Показано [37], что для любых значений ν , соответствующих реальным средам ($0 < \nu < 0.5$), уравнение (1.19) имеет один

корень, являющийся также корнем исходного уравнения (1.18).

Приближенное значение этого корня [38] следующее:

$$h_R = \frac{0.87 + 1.12n}{1+n} \quad (1.20)$$

При изменении ν от 0 до 0,5 фазовая скорость рэлеевских волн монотонно изменяется от 0,87 до 0,96 от c_t .

Таким образом рэлеевская волна является суперпозицией двух неоднородных волн – продольной и поперечной, которые распространяются вдоль границы полупространства с одинаковыми скоростями и затухают с глубиной по законам $\exp(-\sqrt{k_R^2 - k_z^2}z)$ (продольная волна) и $\exp(-\sqrt{k_R^2 - k_t^2}z)$ (поперечная волна). На границе ($z = 0$) эти волны взаимно компенсируют создаваемые ими напряжения.

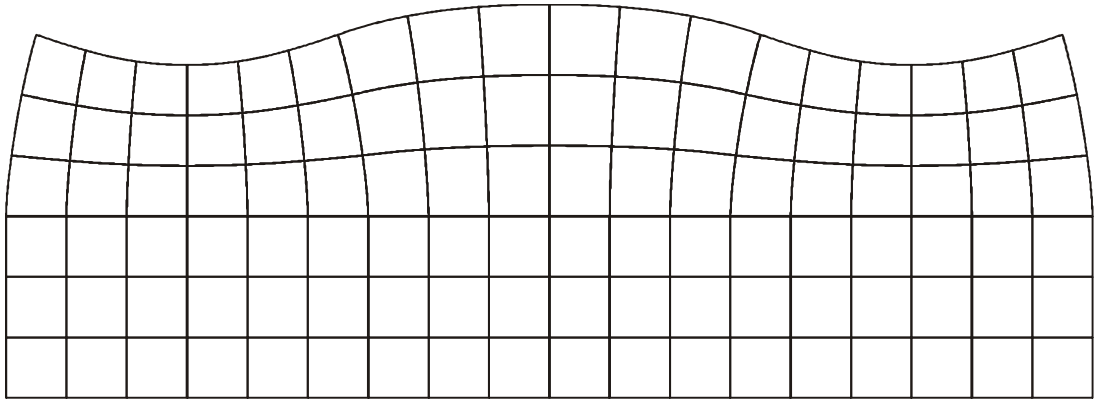


Рисунок 1.11. – Смещения частиц среды в рэлеевской волне

Расчеты проведенные для значений ν равным 0,25 и 0,34 (между этими значениями заключены коэффициенты Пуассона для большинства металлов), показывают, что амплитуда смещения частиц среды, нормального к поверхности, сначала растет, примерно до $0,1 \lambda_R$, а затем монотонно убывает с глубиной; амплитуда смещения, параллельного к поверхности, убывает, меняя знак на глубине примерно $0,2 \lambda_R$ [39].

Функцию распределения средней по времени плотности упругой энергии в рэлеевской волне по глубине можно представить как сумму плотностей кинетической и потенциальной энергий:

$$E(x, z, t) = \frac{r}{2} \left[\left(\frac{\partial U_x(x, z, t)}{\partial t} \right)^2 + \left(\frac{\partial U_z(x, z, t)}{\partial t} \right)^2 \right] \quad (1.21)$$

Расчеты показывают [39], что вблизи свободной поверхности плотность кинетической энергии (которая пропорциональна квадратам амплитуд смещений в волне) максимальна и быстро падает с глубиной, приводя к спаду плотности суммарной энергии. Плотность потенциальной энергии при удалении от поверхности возрастает и имеет максимум на глубине $\sim 0,2 \lambda_R$, где максимальны амплитуды деформаций в волне. Что и определяет наличие максимума у плотности суммарной энергии.

Таким образом, рэлеевская волна основной частью своей энергии локализована в поверхностном слое толщиной $\sim \lambda_R$, что и указывает на типично поверхностную природу рэлеевской волны.

1.7.1 Затухание рэлеевских волн

Поскольку рэлеевские волны не проникают вглубь твердого тела, их амплитуда вдали от источника убывает с расстоянием R пропорционально $(k_R R)^{-1/2}$ вследствие расхождения волнового пучка, излучаемого источником, что необходимо учитывать при определении коэффициента затухания по экспериментальным данным.

Убыванию амплитуды рэлеевских волн вследствие поглощения и рассеяния упругой энергии должны быть присущи особенности, характерные для продольных и поперечных волн, поскольку рэлеевская волна является комбинацией этих волн. В работе [39] приведена формула, связывающая коэффициенты затухания указанных волн:

$$\gamma = C\alpha + (1 - C)\beta \quad (1.22)$$

где α , β и γ коэффициенты затухания продольных, поперечных и поверхностных волн соответственно. Величина C зависит только от коэффициента Пуассона ν . График зависимости C и $1 - C$ от ν приведен на рисунке 1.12, видно, что для всех материалов вес коэффициента β в формуле (1.22) больше веса α , т.е. при примерно одинаковых значениях величин α и β

коэффициент затухания рэлеевских волн γ определяется в основном коэффициентом затухания поперечных волн β .

При проверке соотношения (1.22) в мегагерцовом диапазоне частот для трех твердых материалов различного типа, относительная ошибка определения коэффициентов затухания составляет порядка 20% (что хорошо подтверждает зависимость между коэффициентами затухания объемных и поверхностных рэлеевских волн) [39].

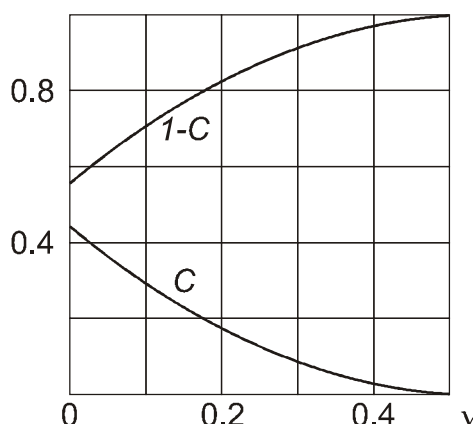


Рисунок 1.12 – Зависимость величины C и $1 - C$ от ν

1.7.2 Влияние дефектов поверхности на распространение рэлеевских волн

При наличии на поверхности, вдоль которой распространяется рэлеевская волна, всякого рода дефектов (трещины, царапины, неровности и пр.) возникают рассеянная (отраженная) рэлеевская волна, а также продольные и поперечные волны, распространяющиеся вглубь среды [40]. Исходная рэлеевская волна будет вследствие этих рассеяний ослабляться. Вопрос о влиянии дефектов поверхности на распространение рэлеевских волн очень важен для практического использования этих волн, особенно применительно к ультразвуковой поверхностной дефектоскопии. Этот вопрос можно разделить на два аспекта – влияние единичных дефектов на рэлеевскую волну и влияние множественных [41]. Эксперименты по изучению влияния единичных дефектов поверхности на распространение рэлеевских волн проводятся на моделях поверхностных дефектов. Обычно

рассматривается два типа моделей дефектов: линейные (протяженные) поверхностные дефекты и локализованные дефекты [42].

1.7.3 Методы возбуждения и приема рэлеевских волн

Существует целый ряд методов для возбуждения рэлеевских волн. Так, в работе [43] указывается, что пластинка кварца X-среза, опирающаяся на ребро прямоугольного упругого клина, возбуждает на его гранях поверхностные волны. В работе [39] описан метод возбуждения рэлеевских волн кварцевой пластинкой Y-среза, имеющей акустический контакт с поверхностью твердого тела посредством тонкого слоя масла. Такая пластинка возбуждает две рэлеевские волны, бегущие в отрицательном и положительном направлениях оси x с одинаковыми амплитудами. Условием максимального значения амплитуды рэлеевской волны в таком методе является отношение ширины пластинки к толщине равное 7:1. В этом случае основная доля энергии пластинки расходуется на возбуждение поперечных волн направленных в глубь тела.

В работах [44 – 46] для возбуждения рэлеевских волн использовался бесконтактный магнитный метод. В этом методе электрический сигнал звуковой частоты подается на специальную магнитную катушку, расположенную у поверхности образца и наводящую на ней периодические в пространстве вихревые токи. Для этого, конечно, образец должен иметь проводящую поверхность. Вблизи поверхности образца поддерживается постоянное магнитное поле. Взаимодействие вихревых токов с этим полем приводит к колебаниям поверхности и возбуждению рэлеевской волны.

Следует отметить, что все методы возбуждения рэлеевской волны можно обратить и на случай регистрации волны.

Наиболее распространенным методом возбуждения рэлеевской волны является так называемый метод клина [43, 47], основанный на преобразовании продольных волн в рэлеевские. В этом методе пластмассовая призма вдоль одной своей грани имеет акустический контакт с поверхностью

твёрдого тела. На наклонной грани призмы располагается пьезопластина, излучающая плоскую продольную волну, которая падает под углом θ на границу твёрдого тела с призмой (рисунок 1.13). Угол θ выбирается из условия оптимального возбуждения $\sin \theta_R = c_{\text{КЛ}}/c_R$, где $c_{\text{КЛ}}$ – скорость продольных волн в материале клина; c_R – скорость рэлеевских волн в образце (очевидно, что материал призмы должен быть таким, что $c_{\text{КЛ}} < c_R$, поэтому призма изготавливается обычно из полистирола или органического стекла). При этом на границе твёрдого тела и призмы создается периодическое возмущение с пространственным периодом, равным длине рэлеевской волны в образце. Поскольку величина $\theta_R = \arcsin (c_{\text{КЛ}}/c_R)$ больше величины угла полного внутреннего отражения как для продольной, так и для поперечной волн, прошедшие в образец волны являются неоднородными, с затухающим по глубине возмущением. Это возмущение возбуждает рэлеевскую волн, распространяющуюся по поверхности образца в одну сторону. В методе клина возбуждается практически только один тип волны – рэлеевский. Уровень возбуждаемых объемных волн лежит на 20 – 30 дБ ниже.

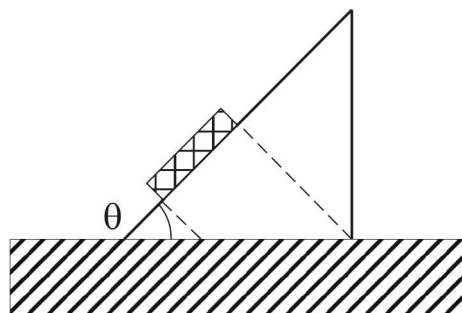


Рисунок 1.13 – Возбуждение рэлеевской волны методом клина

В работе [48] описывается метод возбуждения рэлеевских волн с помощью гребенчатой структуры, создающей на поверхности твёрдого тела периодическую совокупность нормальных возмущений с пространственным периодом λ_R . Такая структура реализуется в виде металлической пластинки гребенчатого профиля с периодическим чередованием выступов и пазов с шириной $\lambda_R/2$ и пластинки кварца X-среза, лежащей на ней. Гребенчатой

структурой можно возбуждать поверхностные волны в образце из любого материала, достаточно только соблюдать ее пространственный период равный λ_R . Недостатком метода гребенчатой структуры является высокий уровень паразитных сигналов, связанный с излучением структурой объемных волн.

1.8 Применение рэлеевских волн для контроля механических свойств металлов и сплавов

Рэлеевские поверхностные волны широко используются для контроля физико-механических свойств металлов и сплавов.

Например, в работе [50] были определены корреляционные уравнения, связывающие такие физико-механические свойства горячекатаной листовой стали 09Г2С, как скорость ультразвука, твердость и ударная вязкость. Образцы изготавливались из пластин стали марки 09Г2С, для которых температура конца прокатки T_{ft} составляла 830, 880, и 950 °С. Ударная вязкость K_V определялась на образцах с V-образным надрезом по ГОСТ 9454-78 при комнатной температуре. На каждом из пятидесяти образцов определяли также твердость HV (по Виккерсу) и измеряли скорость ультразвуковых поверхностных волн V_R (30 измерений на одном образце) прибором ИСП-12, в основе работы которого лежит принцип автоциркуляции. Возбуждающая частота составляла 1 МГц.

Исследование механических свойств и скорости рэлеевских волн образцов показало, что при T_{ft} , равной 830 °С, свойства листовой стали неоднородны и в пределах одной пластины обнаруживается разброс значений скорости ультразвуковых волн, ударной вязкости и твердости. Эти величины соответственно меняются в пределах: V_R от 2877 до 2886 м/с, K_V от 0,4 до 3,3 МДж/м² и HV от 1880 до 2160 МПа. При этом во всем исследуемом диапазоне значений твердости и в широком интервале значений ударной вязкости существует линейная корреляция между V_R и HV и между V_R и K_V .

Соответствующие корреляционные уравнения получены методом наименьших квадратов и имеют вид

$$V_R = 3,4 \cdot 10^{-2} \cdot HV + 2813, \quad (1.23)$$

$$V_R = 8 \cdot K_V + 2871. \quad (1.24)$$

Коэффициенты корреляции довольно высоки и равны $R = 0,90$ для уравнения (1.23) и $R = 0,94$ - для (1.24).

Линейный характер корреляционных зависимостей в уравнениях (1.23) и (1.24) авторы объясняют функциональной связью всех трех рассматриваемых величин с упругими свойствами металлов [51].

В работе [124] авторами предлагается анализ изменения тонкой структуры образцов из малоуглеродистой стали 09Г2С при деформации на нижнем пределе текучести, и устанавливается взаимосвязь стадийности пластической деформации и скорости распространения поверхностной волны. В статье показано, что скорость поверхностной волны может являться параметром для получения дополнительных данных о развитии пластического течения, и сопровождающем его структурных изменениях на микро и мезомасштабных уровнях.

В другой работе [125] группы авторов, исследуется зависимость скорости распространения ультразвуковых волн от действующего напряжения при пластической деформации для широкого круга поликристаллических металлов: латуни ЛС59-1, сталей 15ХСНД, 09Г2С, 12Х18Н10Т, трансформаторной стали (Fe – 3% Si), сплавов Э110 (Zr – 1%Nb), 1420 (Al – 2,2% Li – 5,6% Mg) и 1450 (Al – 2% Li – 3% Cu), а также чистого кобальта. Измерения в данной работе проводились непосредственно во время растяжения, для определения скорости поверхностной волны использовался метод автоциркуляции, частота возбуждаемой упругой волны составляла 2 МГц. В результате работы предлагается способ определения временного сопротивления отрыву материалов (предела прочности) при деформировании в области малых пластических деформаций без разрушения образца, для интервала напряжений от предела текучести до 0,6 предела

прочности, основанный на пропорциональной зависимости скорости ультразвука V_S от действующего напряжения σ :

$$V_S = V_0 + \xi\sigma, \quad (1.25)$$

где V_0 и ξ эмпирические константы, различные для каждой стадии процесса деформации; и приводится оценочное соотношение:

$$\sigma_B = \alpha_i \sigma \left(\frac{V_S}{V_S^*} - \beta_i \right)^{-1}, \quad (1.26)$$

где α_i и β_i – эмпирические константы; σ – действующее напряжение, V_S – скорость поверхностной волны при напряжении σ , V_S^* – скорость поверхностной волны в недеформированном материале.

Применение неразрушающей ультразвуковой методики для контроля термического старения реакторной стали JRQ представлено в работе [126]. В публикации приведены результаты исследования влияния среднего размера зерна на скорость рэлеевской волны и корреляционные зависимости, связывающие скорость ультразвука с результатами измерений микротвердости и термоэлектрических параметров исследованных образцов. Измерение скорости рэлеевской волны осуществлялось интерференционной методикой для частот колебаний 2,25 и 10 МГц.

1.9 Влияние водорода на параметры распространения ультразвуковых волн в металлах и сплавах

В настоящее время методы неразрушающего контроля, в том числе и акустические методы, активно используются для решения задачи экспрессного определения содержания водорода в широкой номенклатуре металлов и сплавов. В большом числе публикаций приводятся результаты исследований параметров распространения ультразвуковых волн при взаимодействии водорода с имеющими промышленное значение конструкционными материалами – углеродистыми и нержавеющей стали, титаном и его сплавами, и цирконием и его сплавами.

Авторами [52] в качестве исследуемых объектов были выбраны образцы из сплава Zircaloy-4 насыщенные водородом с концентрацией от 0 до 0,052 мас.%. В работе исследовалась скорость продольных волн на частоте 10 МГц и коэффициент затухания продольных волн на частотах 10 МГц и 30 МГц. Приведенные экспериментальные данные для скорости звука авторами описаны в виде линейной зависимости:

$$V \left(\frac{\text{м}}{\text{с}} \right) = a \cdot C_H (\text{ppm}) + b, \quad (1.27)$$

где $a=5,05 \cdot 10^{-2}$ и $b=4634,9$, с коэффициентом корреляции $R = 0,98$. Соотношение (1.27) может быть использовано для определения концентрации водорода с помощью ультразвуковых измерений при равномерном распределении гидрида по образцу. Однако чувствительность метода представленного в [52] вследствие погрешностей измерения скорости не позволяет определять концентрацию водорода в области менее 0,02 мас.%.

Измеренные в работе [52] коэффициенты затухания в зависимости от концентрации водорода в исследуемых образцах из сплава Zircaloy-4 для 10 МГц и 30 МГц представлены в на рисунках 1.14 и 1.15 соответственно [52]. В работе также предлагается регрессионная зависимость, описывающая экспериментальные данные по коэффициенту затухания α на частоте 10 МГц в зависимости от концентрации водорода:

$$\alpha \left(\frac{\text{дБ}}{\text{см}} \right) = \alpha_0 + \alpha_1 \ln(C_H (\text{ppm})/C_0), \quad (1.28)$$

где C_0 – концентрация водорода в исходном материале ($\approx 15\text{ppm}$), $\alpha_0 = 0,432 \pm 0,006$ и $\alpha_1 = 0,069 \pm 0,003$, с коэффициентом корреляции $R = 0,988$. В отличие от скорости продольных волн изменение коэффициента затухания имеет большую чувствительность для низких концентраций внедренного водорода. Характер зависимости коэффициента затухания при 30 МГц (рисунок 1.15) не является монотонным, в отличие от того, что наблюдается при 10 МГц (рисунок 1.14). Аналогичное поведение коэффициента затухания для высоких частот наблюдается также в работе [127].

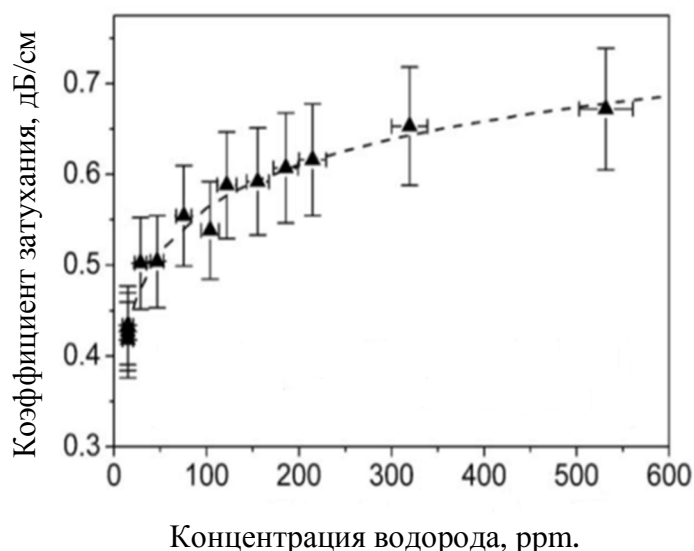


Рисунок 1.14 – Коэффициент затухания в зависимости от концентрации водорода при 10 МГц [52]

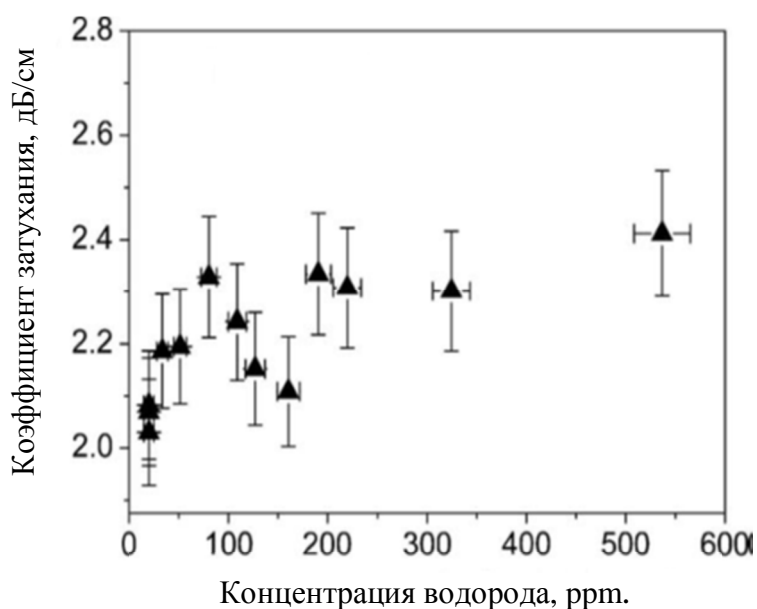


Рисунок 1.15 – Коэффициент затухания в зависимости от концентрации водорода при 30 МГц [52]

В работах [53, 54] представлено исследование эффекта водородного охрупчивания в образцах из аустенитной стали AISI 304 и его влияние на скорость и коэффициент затухания рэлеевской волны. Насыщение водородом в работе осуществлялось электролитическим методом в течение 3 – 144 часов в 0,5 молярном растворе серной кислоты. Полученная взаимосвязь между скоростью волны Рэля и временем насыщения образцов стали 304 представлена на рисунке 1.16, видно, что скорость ультразвука уменьшается с увеличением времени наводороживания. При этом наблюдается довольно

значительное изменение скорости поверхностной волны, причем более значительное на частоте 10 МГц (100 м/с) больше, чем на частоте 5 МГц (46 м/с). Данный эффект объясняется тем, что при электролитическом насыщении водородом при комнатной температуре в подповерхностной области образцов формируется значительный градиент концентрации внедренного в материал водорода, с максимальной концентрацией водорода у поверхности и уменьшением ее вглубь образца, что коррелирует в обсуждаемой работе с результатами измерения микротвердости на поперечном срезе образцов. С учетом того, что глубина слоя распространения рэлеевской волны для частоты 10 МГц в два раза меньше, то она распространяется в слое с большим средним содержанием водорода, чем поверхностная волна частотой 5 МГц.

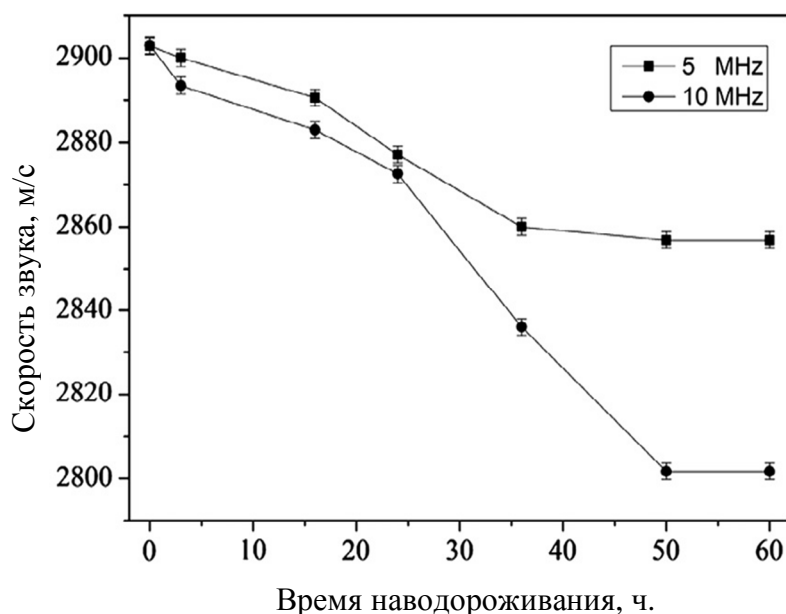


Рисунок 1.16 – Зависимость скорости волны Рэля от времени насыщения водородом [53]

Изменения коэффициента затухания в нержавеющей стали представлены в работе [54]. На рисунке 1.17 показано изменение коэффициента затухания поверхностной волны частотой 10 МГц в процессе насыщения. Значение коэффициента затухания возрастает с увеличением времени насыщения, что говорит о постепенном увеличении концентрации

водорода в поверхностном слое образца, в котором распространяется рэлеевская волна.

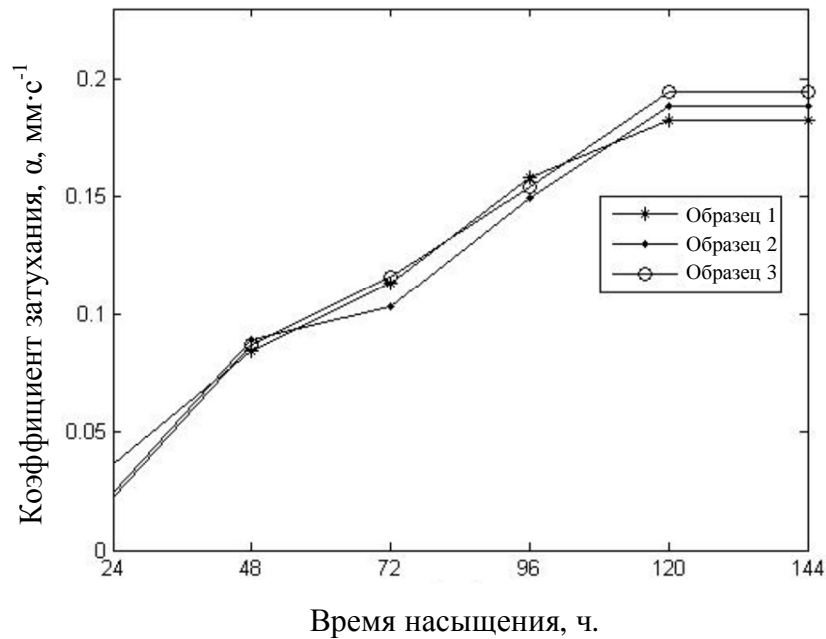


Рисунок 1.17 – Зависимость скорости ультразвуковой волны от времени насыщения образцов [54]

В работе [127] исследуется влияние внедренного в образцы из сплава Zircaloy-2 водорода на параметры распространения ультразвука с целью выработки методики оценки содержания водорода, и представлены результаты измерения скорости продольной волны на частоте 10 МГц, скорости поперечной волны на частоте 2 МГц, при направлении поляризации поперечной волны вдоль и поперек направления проката (рисунок 1.18), а также результаты измерения коэффициента затухания на частотах 23, 50 и 75 МГц (рисунок 1.19). Приведенные зависимости имеют неоднозначный вид в области концентраций водорода до 500 мг/кг, и отражают сложный характер процесса образования и роста гидридных включений при взаимодействии водорода со сплавом Zircaloy-2. По результатам в работе [127] сделаны выводы о том, что многопараметрические корреляционные зависимости между скоростями продольных и поперечных волн, а также их соотношениями, и коэффициентом затухания позволяют использовать

ультразвуковые методы контроля для оценки содержания водорода в сплаве Zircaloy-2.

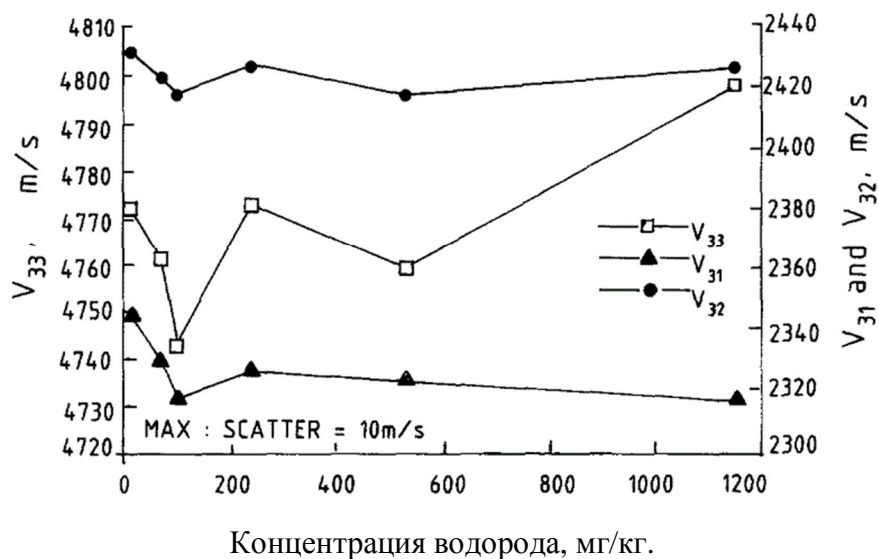


Рисунок 1.18 – Зависимость скорости ультразвуковой волны от концентрации водорода [127]. V_{33} – продольная волна, V_{31} – поперечная волна, поляризация вдоль проката, V_{32} – поперечная волна, поляризация поперек проката.

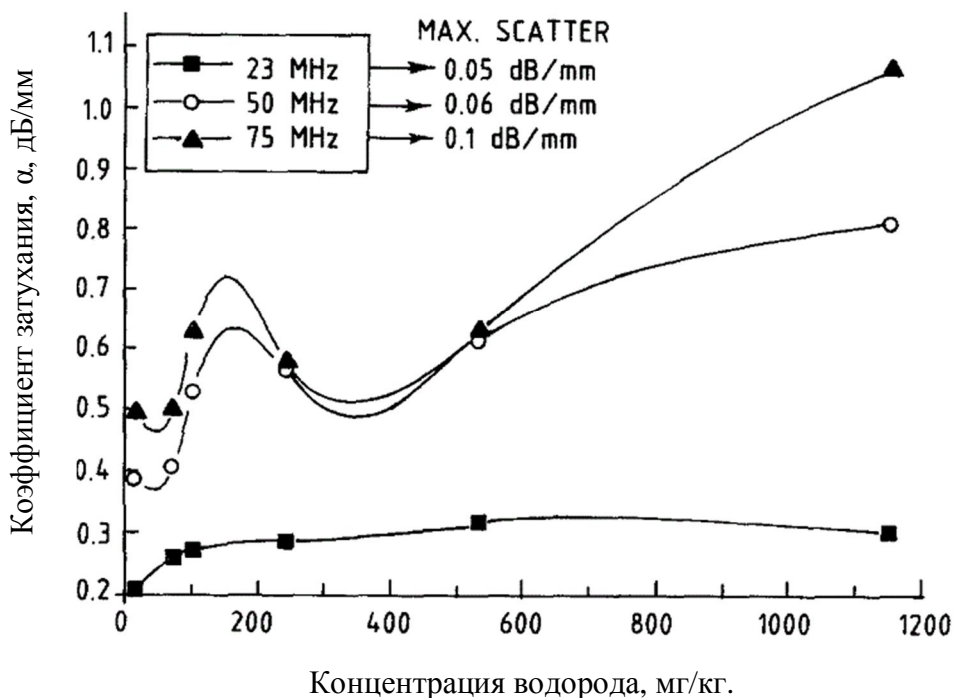


Рисунок 1.19 – Зависимость коэффициента затухания ультразвуковой волны от концентрации водорода [127]

Кроме определения прямых параметров распространения ультразвуковых волн для контроля содержания водорода и дефектов водородного происхождения также применяются более сложные техники измерения ультразвукового сигнала, например спектральный анализ широкополосного сигнала, анализ обратно рассеянных шумоподобных сигналов.

Так в работе [128] проводится сравнительный корреляционный анализ донного и обратнорассеянного сигналов, измеренных для образцов из стали ASTM A516 gr 60 наводороженных из H₂S содержащей среды в течение 96 часов. В данном случае для донного сигнала корреляционный момент второго порядка, вычисленный по частотному спектру сигнала, позволяет определить и локализовать дефекты водородного происхождения. Для

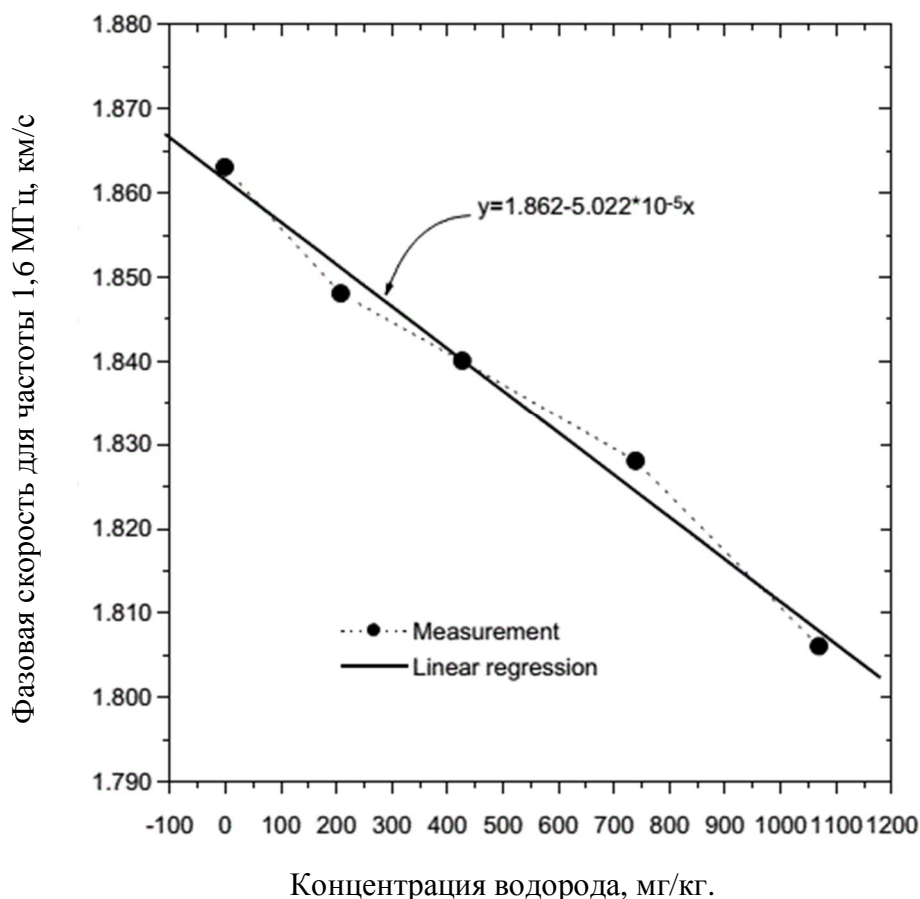


Рисунок 1.20 – Корреляция между фазовой скоростью ультразвуковой волны и концентрацией водорода [114]

обратнорассеянного сигнала аналогичная методика анализа позволяет отличить наводороженные образцы от исходного, но не дает информации о координате дефектной области.

В публикации [114] приведены результаты исследования водородного охрупчивания в сплаве Zircaloy-4 при помощи техники акустической микроскопии на основе тонкопленочного PVDF пьезопреобразователя с линейным фокусом и центральной частотой 4 МГц, и последующей обработкой сигнала преобразованием Фурье. Анализ зависимости формы ультразвукового сигнала и его частотного представления в зависимости от расстояния между датчиком и образцом, позволяет провести фазово-дисперсионный анализ и определить фазовую скорость ультразвуковой волны в зависимости от ее частоты. Представленные результаты измерений для образцов с различным содержанием водорода позволяют построить зависимость фазовой скорости ультразвука от концентрации водорода (рисунок 1.20).

1.10 Выводы

Проведенный обзор литературных данных о взаимодействии водорода с титаном и его сплавами, показал, что задача исследования влияния водорода и дефектов водородного происхождения на физико-механические свойства по-прежнему является актуальной.

Для гидридообразующих металлов, которыми являются титан и его сплавы, водород – одна из самых вредных примесей и не может служить легирующим для него элементом. Поэтому многочисленные исследования направлены на устранение вредного влияния водорода на свойства титана и его сплавов.

Малая растворимость водорода в титане приводит к образованию гидридов даже при небольших концентрациях внедренного водорода. Гидридные выделения снижают пластичность металла и уменьшают его трещиностойкость. Степень деградации прочностных характеристик титана и

его сплавов прямо зависит от содержания водорода, что ставит задачу разработки способа неразрушающего контроля содержания водорода и дефектов водородного происхождения.

Также в первой главе представлена классификация акустических методов неразрушающего контроля, приведены основы и закономерности распространения упругих волн в твердом теле. Подробно рассмотрены физические основы распространения поверхностных рэлеевских волн и особенности их применения для решения задач неразрушающего контроля физико-механических свойств металлов и сплавов. Вследствие того, что поверхностная рэлеевская волна есть комбинация продольной и поперечной волны, и при этом она является локализованной в приповерхностном слое исследуемого материала, её применение позволяет повысить чувствительность ультразвуковых методов при исследовании систем металл-водород.

Представленный в первой главе обзор работ по применению ультразвуковых методов неразрушающего контроля для исследования систем металл-водород позволяет сделать вывод о том, что задача разработки методов контроля содержания водорода в широкой номенклатуре металлов в общем, и в титане и его сплавах в частности, не смотря на большой объем уже полученных разными авторами экспериментальных результатов, является в настоящий момент актуальной.

Очевидными направлениями развития ультразвуковых методов контроля физических свойств материалов являются: повышение точности измерения параметров распространения ультразвуковой волны – скорости и коэффициента затухания; выявление корреляционных многопараметрических зависимостей при изменении свойств контролируемых материалов; применение новых методов обработки ультразвуковых сигналов, как для улучшения точности измерений, так и для определения физико-механических параметров исследуемых материалов, например размера зерна, твердости.

Совершенствование ультразвуковых методов контроля в рамках применения их к проблеме водородного охрупчивания позволит изучить стадийность взаимодействия водорода с металлами, особенно на начальной стадии образования гидридов при малых концентрациях водорода, и разработать неразрушающий метод контроля процесса водородного охрупчивания в металлах и сплавах.

ГЛАВА 2. УЛЬТРАЗВУКОВОЙ СТЕНД КОНТРОЛЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СИСТЕМ МЕТАЛЛ-ВОДОРОД

2.1. Разработка ультразвукового стенда контроля

На основании проведенного обзора работ по применению акустических неразрушающих методов контроля для исследования влияния водорода на физико-механические свойства металлов и сплавов, был разработан и собран ультразвуковой стенд контроля, предназначенный для измерения скорости распространения (методом автоциркуляции [60]) и коэффициента затухания ультразвуковой рэлеевской волны в металлах и сплавах (рисунок 2.1). Знание величины этих параметров твердого тела позволяет определить значения упругих модулей, оценить величину внутренних напряжений, а также, при сканировании датчиком поверхности образца, изучить неоднородность распределения этих параметров [57 – 59].

Применение рэлеевских волн обусловлено их особенностями: возможностью «вывести» акустический сигнал из любой точки поверхности образца, по которому распространяется волна; относительно большой концентрацией энергии в волне вследствие малости слоя локализации волны.

Значение скорости распространения рэлеевской волны в образце определяется разностным методом, основывающемся на измерении частоты автоциркуляции при различных значениях базового расстояния между излучателем и детектором рэлеевской волны. При изучении неоднородностей распределения физико-механических свойств в материале осуществляется сканирование образца датчиком с постоянным базовым расстоянием, при этом пропорциональной мерой скорости распространения поверхностных упругих колебаний является частота автоциркуляции. Эта величина хотя и не дает абсолютное значение скорости звука, но является удобным инструментом при относительных измерениях.

Стенд состоит из отдельных приборов, подключаемых по схеме, необходимой для проведения измерения выбранного параметра. В стенде

используются импульсный генератор Tabor Model 8500 [76], цифровой запоминающий осциллограф Tektronix TDS2024B [77], частотомер ЧЗ-85/3 [78], генератор сигналов специальной формы Agilent 33250A [79]; двухкоординатная система позиционирования датчиков и образца на основе позиционеров Standa 8MT175 [80], контроллера PCI-7334 [81] и драйвера шаговых двигателей MID-7602 [82] фирмы National Instruments. Все приборы соединяются по интерфейсам RS232 и USB к персональному компьютеру, и снабжены программным обеспечением, позволяющим автоматизировать управление стендом и проведение измерений.



Рисунок 2.1 – Ультразвуковой стенд контроля

Структурная схема ультразвукового стенда в конфигурации для измерения скорости распространения рэлеевской волны приведена на рисунке 2.2.

Работа стенда реализована по следующему алгоритму: генератор импульсов формирует импульс, который через преобразователь-излучатель возбуждает в образце рэлеевскую волну. Возбужденный импульс

распространяется по образцу и регистрируется преобразователем-приемником.

Контроль параметров регистрируемого импульса обеспечивается с помощью цифрового осциллографа. Далее импульс усиливается широкополосным услителем, компаратор по заданному порогу срабатывания формирует логический сигнал, который запускает одновибратор для формирования синхронизирующего импульса заданной

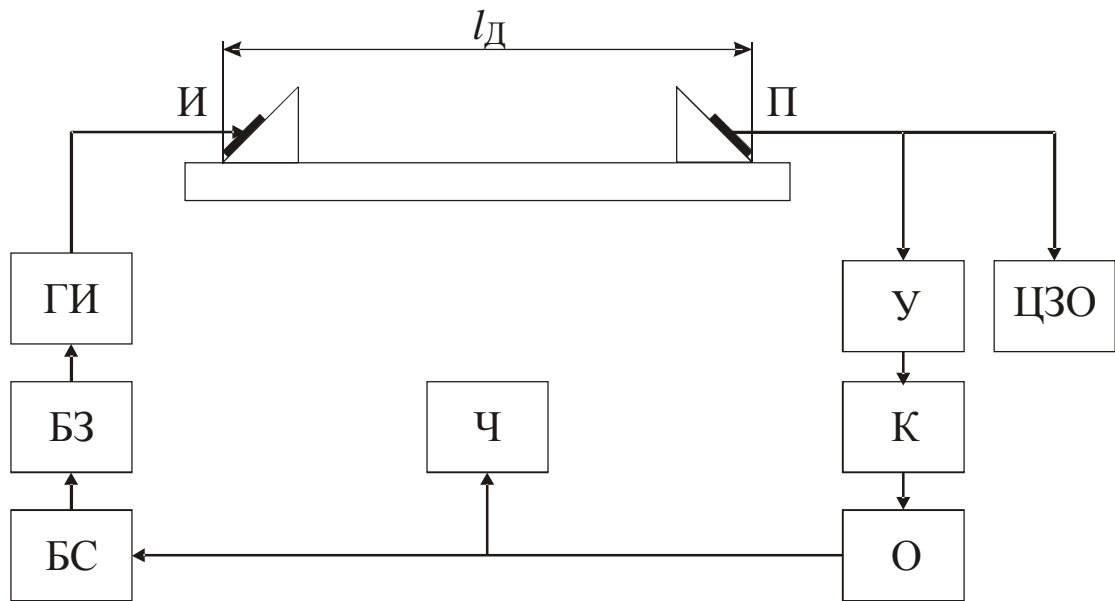


Рисунок 2.2 – Структурная схема стенда измерения скорости ультразвука
 Обозначения: l_D – расстояние между излучателем и приемником, И – излучатель, П – приемник, У – широкополосный усилитель, К – компаратор, О – одновибратор, Ч – частотомер, БС – блок синхронизации, БЗ – блок задержки, ГИ – импульсный генератор, ЦЗО – цифровой запоминающий осциллограф.

длительности. Импульс с выхода одновибратора подается на измерительный вход частотомера и на синхронизирующий вход генератора импульсов, замыкая тем самым петлю обратной связи генератора. Частота импульсов с выхода одновибратора, измеренная частотомером, как будет показано ниже, может служить мерой скорости распространения рэлеевской волны в образце. Изображения осциллограмм сигналов ультразвукового стенда контроля в режиме измерения скорости ультразвука представлены на рисунках 2.3 – 2.5. На рисунке 2.3 приведены осциллограммы сигнала с

выхода приемного пьезопреобразователя с задержкой равной $t_{3AD} = 0$ мкс и $t_{3AD} = 4$ мкс, здесь показано, что введение задержки возбуждающего импульса относительно запускающего импульса, устраняет влияние помехи от возбуждающего импульса на работу приемного тракта стенда, что улучшает стабильность работы входного широкополосного усилителя и компаратора, и повышает точность измерения частоты автоциркуляции.

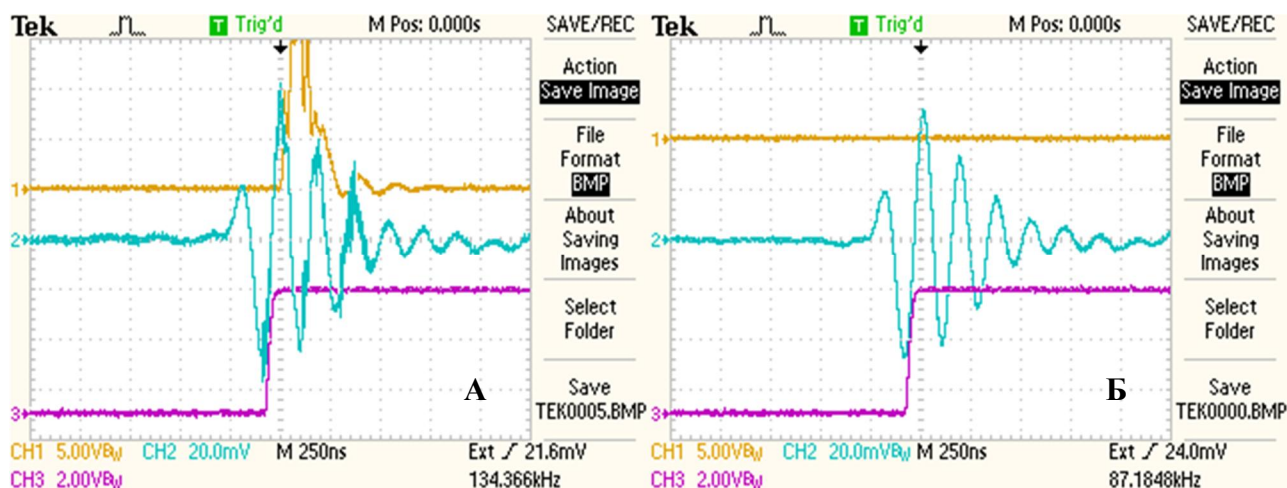


Рисунок 2.3 – Изображение сигналов стенда измерения скорости ультразвука, А – задержка 0 мкс, Б – задержка 4 мкс; канал 1 – импульс возбуждения излучателя, канал 2 – сигнал на приемнике, канал 3 – импульс на выходе одновибратора.

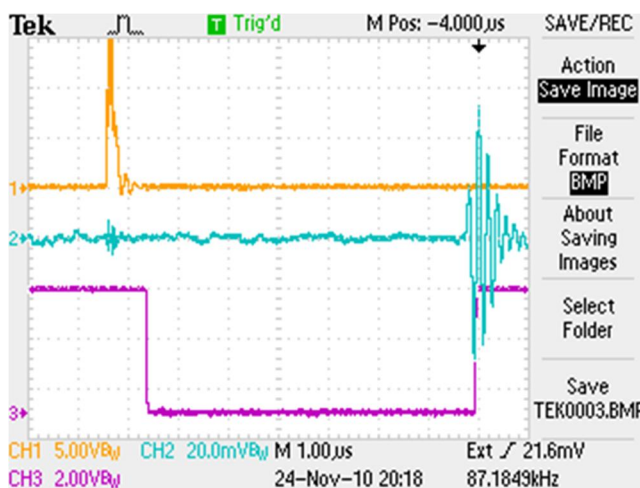


Рисунок 2.4 – Изображение сигналов стенда в режиме одиночного импульса; канал 1 – импульс возбуждения излучателя, канал 2 – сигнал на приемнике, канал 3 – импульс на выходе одновибратора.

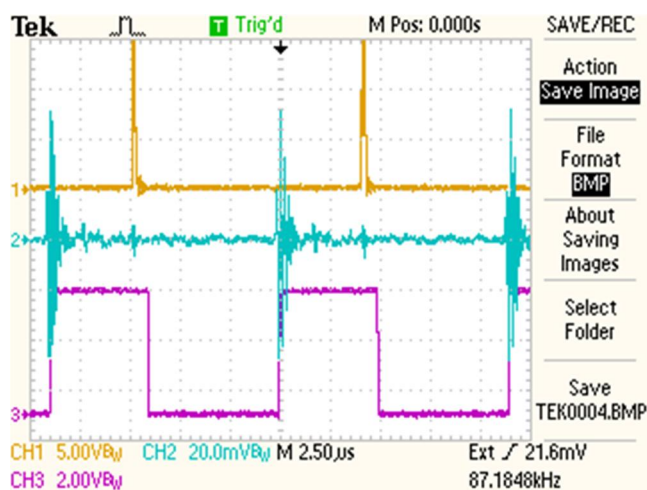


Рисунок 2.5 – Изображение сигналов стенда в режиме измерения скорости ультразвука методом автоциркуляции; канал 1 – импульс возбуждения излучателя, канал 2 – сигнал на приемнике, канал 3 – импульс на выходе одновибратора.

Для управления системой позиционирования ультразвукового стенда контроля было разработано в среде LabView управляющее программное обеспечение, которое обеспечивает функционирование системы высокоточного позиционирования датчиков и образца, что позволило в значительной мере снизить погрешность определения измеряемого параметра, по сравнению с ранее использовавшимся позиционером.

Параметры системы позиционирования датчиков и образца:

два канала позиционирования, первый используется для перемещения исследуемого образца вдоль датчиков, второй – для изменения расстояния между датчиками;

скорость перемещения образца, датчика – 0,125, 0,25, 0,5, 1,0, 2,5 мм/с;

количество точек измерения – до 100;

режимы перемещения – задание относительного смещения каждый раз от текущей позиции позиционера, движение согласно табличным данным.

Подключение частотомера ультразвукового стенда осуществляется через последовательный COM-порт (протокол RS 232), дистанционное управление частотомером осуществляется с помощью системы команд SCPI. SCPI (Standard Commands for Programmable Instruments – стандартные команды для программируемых приборов) – язык приборных команд на

основе стандартного кода ASCII, предназначенный для программирования испытательных и измерительных приборов.

Результаты измерений заносятся в текстовый файл: координаты позиционеров и частота автоциркуляции, измеренная частотомером. Записанные в файл данные имеют табличную структуру (первый столбец – координата позиционера, на котором расположен образец, второй – координата позиционера, на котором закреплен датчик, третий – значение частоты автоциркуляции). Точность значений, получаемых с прибора, ограничивается 8-ю значащими цифрами, что является достаточным для измерения скорости распространения звуковой волны [75].

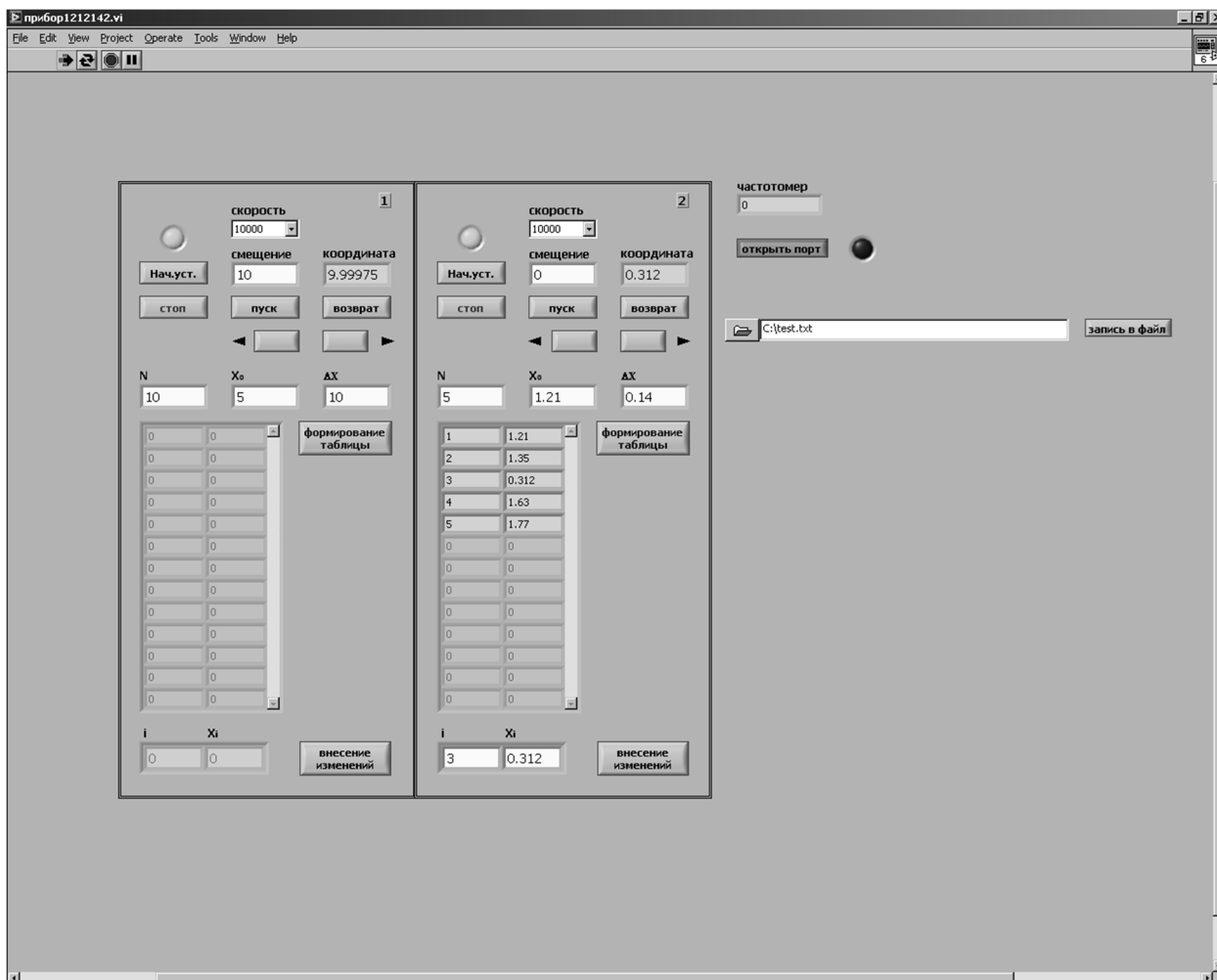


Рисунок 2.6 – Лицевая панель программы

На рисунке 2.6 представлена лицевая панель программы для управления системой. Перед началом работы необходимо произвести

подключение драйвера, а также инициализировать систему, для чего нажать кнопку «Нач.уст.» (начальные установки). При успешной инициализации загорается зеленый индикатор. Это свидетельствует о том, что система готова к работе. Для запуска процесса движения пользователю на выбор предоставляется 2 режима работы (пошаговая работа и согласно табличным данным). При выборе пошагового движения пользователь должен определиться со следующими параметрами: скорость (скорость движения позиционера, количество пройденных шагов в секунду), смещение (расстояние, на которое произойдет перемещение, задается в миллиметрах). После нажатия кнопки старта позиционер начнет движение. Его остановка может быть вызвана несколькими событиями: пройден путь, заданный пользователем; дальнейшее движение невозможно (позиционер достигает одного из крайних положений); пользователь намеренно остановил движение, нажав кнопку "Стоп". При движении согласно табличным данным пользователь создает таблицу, указав количество точек остановки (N), начальную координату (X_0) и расстояние между соседними точками остановки (ΔX), после чего нажимает кнопку «формирование таблицы». В данном случае движение производится при нажатии кнопок назад и вперед (\leftarrow , \rightarrow). Позиционер останавливается в месте, указанном в таблице, при этом смещение высчитывается через разницу между последующим шагом и текущим. В обоих режимах работы есть возможность остановить движение, вернуть систему в начальное положение. При этом координата местонахождения позиционера определяется даже в случае, если система (программа и/или драйвер позиционера) была по каким-то причинам отключена [74].

2.2 Методика определения скорости распространения рэлеевской волны

При определении скорости распространения рэлеевской волны в образце методом автоциркуляции [60], измеряемым параметром является частота автоциркуляции, которая зависит от времени распространения

сигнала по образцу и по цепям обратной связи, что можно выразить соотношением:

$$f_{\text{Ц}} = \frac{1}{t_{\text{ЗАД}} + t_{\text{АП}} + t_{\text{ОБР}}} \quad (2.1)$$

где: $t_{\text{ЗАД}}$ – время задержки возбуждающего импульса относительно запускающего импульса; $t_{\text{АП}}$ – время задержки сигнала, определяющееся используемой аппаратурой; $t_{\text{ОБР}}$ – время распространения рэлеевской волны в образце.

Время аппаратурной задержки это сумма задержек сигнала на каждом аппаратурном блоке, определяется эта величина экспериментально, и для описываемого стенда она равна $t_{\text{АП}} = 150$ нс:

$$t_{\text{АП}} = t_{\text{ГЕН.СХР}} + t_{\text{КАБ1}} + t_{\text{КАБ2}} + t_{\text{КАБ3}} + t_{\text{ДИ}} + t_{\text{ДП}} + t_{\text{УС}} + t_{\text{КМП.АП}} + t_{\text{КМП.УР}} + t_{\text{ОДН}} \quad (2.2)$$

Таким образом, измерив частоту автоциркуляции, и определив параметры аппаратуры можно определить время распространения рэлеевской волны в образце:

$$t_{\text{ОБР}} = \frac{1}{f_{\text{Ц}}} - (t_{\text{ЗАД}} + t_{\text{АП}}) \quad (2.3)$$

Скорость распространения рэлеевской волны в образце:

$$V_{\text{РВ}} = \frac{l_{\text{Д}}}{t_{\text{ОБР}}} \quad (2.4)$$

где: $l_{\text{Д}}$ – базовое расстояние между излучателем и приемником датчика.

Или, выражая через частоту автоциркуляции, получим соотношение для определения скорости ультразвука:

$$V_{\text{РВ}} = \frac{l_{\text{Д}}}{\frac{1}{f_{\text{Ц}}} - (t_{\text{ЗАД}} + t_{\text{АП}})} = \frac{l_{\text{Д}} f_{\text{Ц}}}{1 - (t_{\text{ЗАД}} + t_{\text{АП}}) \cdot f_{\text{Ц}}} \quad (2.5)$$

2.3 Методика определения скорости распространения рэлеевской волны разностным методом.

Используя датчик с изменяемым базовым расстоянием $l_{\text{Д}}$ можно определить скорость распространения рэлеевской волны $V_{\text{РВ}}$ с помощью

разностного метода. Для двух различных величин l_D для одного и того же образца, исходя из (2.5) можно записать систему уравнений:

$$\begin{cases} V_{PB} \left(\frac{1}{f_{Ц_{-1}}} - (t_{ЗАД} + t_{АП}) \right) = l_{D_{-1}} \\ V_{PB} \left(\frac{1}{f_{Ц_{-2}}} - (t_{ЗАД} + t_{АП}) \right) = l_{D_{-2}} \end{cases} \quad (2.6)$$

Учитывая, что для измерительного стенда, заданных параметров его настройки, датчика и исследуемого образца величины $t_{ЗАД}$, $t_{АП}$ и V_{PB} можно считать постоянными, вычитая из первого уравнения второе, приходим к выражению:

$$V_{PB} = \frac{l_{D_{-1}} - l_{D_{-2}}}{\frac{1}{f_{Ц_{-1}}} - \frac{1}{f_{Ц_{-2}}}} \quad (2.7)$$

В приведенном выражении в качестве параметров присутствуют только базовые длины датчика и частоты автоциркуляции для этих длин. Частота автоциркуляции может быть измерена достаточно точно (относительная погрешность измерения частоты составляет 10^{-6}), а значит, как будет показано далее, в погрешность определения значения V_{PB} основной вклад вносит погрешность измерения базовой длины датчика.

2.4 Определение рабочих характеристик ультразвукового стенда контроля в режиме измерения скорости рэлеевской волны

Для подтверждения правильности работы программно-аппаратного комплекса и оценки погрешности измерения скорости рэлеевской волны, была проведена серия измерений с использованием эталонного образца из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, вырезанного из листа вдоль проката, и подвергнутого отжигу при температуре 850 °С в течение 3 часов. Размер образца составил 100 x 8 x 2 мм³. Измерялась зависимость частоты автоциркуляции от расстояния между датчиками. Частота возбуждаемой рэлеевской волны в образце составляла 5 МГц, начальное расстояние между

датчиками имеет величину 18,5 мм. Пример полученных данных двух экспериментов, из серии проведенных, приведен в таблице 2.1.

Таблица 2.1 - Результаты измерений частоты автоциркуляции в зависимости от расстояния между датчиками

Приращение расстояния между датчиками, мм	Величина частоты автоциркуляции, кГц	Приращении расстояния между датчиками, мм	Величина частоты автоциркуляции, кГц
0	82,05201	0	82,05666
5	71,99899	5	72,00793
10	64,14477	10	64,14081
15	57,82374	15	57,81271
20	52,63975	20	52,62119
25	48,30558	25	48,28879
30	44,61932	30	44,6049
35	41,4573	35	41,44233
40	38,70802	40	38,69305
45	36,30485	45	36,29484
50	34,19636	50	34,18765
55	32,31763	55	32,31774

Для нахождения скорости распространения рэлеевской волны необходимо построить зависимость расстояния между датчиками от обратной величины частоты автоциркуляции. Тангенс угла наклона этой прямой является значением скорости для данной серии измерений. На рисунке 2.7 приведена зависимость расстояния между датчиками от величины обратной частоты автоциркуляции. По экспериментальным данным проведена линейная аппроксимация (величина достоверности аппроксимации $R^2 = 1$), уравнение аппроксимирующей прямой показано на рисунке.

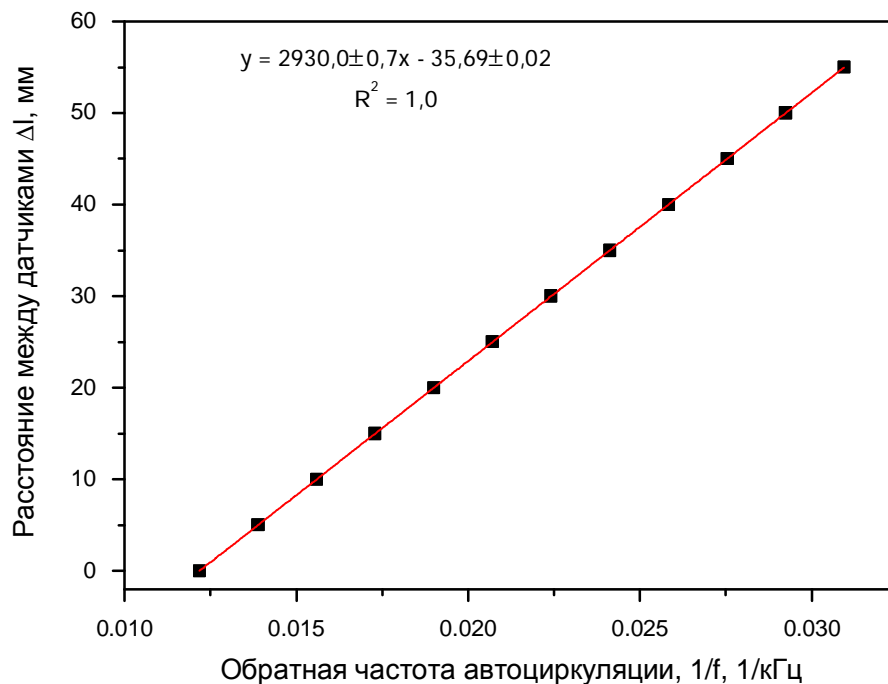


Рисунок 2.7 – График зависимости расстояния между датчиками от величины обратной частоты автоциркуляции.

Из графика видно, что скорость распространения рэлеевской волны в образце равна 2930,0 м/с для данного эксперимента.

Для оценки случайной ошибки в серии измерений проводилось 10 кратное измерение скорости рэлеевской волны в образце, результаты измерений приведены в таблице 2.2. По полученным данным были определены абсолютная и относительная погрешности серии измерений.

Среднее арифметическое значение скорости рэлеевской волны в образце:

$$\bar{v} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n v_i = 2929,9 \text{ м/с} \quad (2.8)$$

Среднеквадратичная погрешность составила:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{v} - v_i)^2}{n(n-1)}} = 0,383 \text{ м/с} \quad (2.9)$$

Таблица 2.2 - Значения скорости распространения рэлеевской волны серии измерений

Номер измерения	Величина скорости распространения рэлеевской волны, м/с
1	2929,5
2	2930,5
3	2930,1
4	2931,1
5	2931,3
6	2929,6
7	2931,4
8	2929,7
9	2928,2
10	2927,9

Для доверительной вероятности равной 0,95 случайная ошибка будет равна:

$$\Delta v_{СД} = t_{ан} \cdot S = 2,228 \cdot 0,383 = 0,854 \approx 0,9 \text{ м/с} \quad (2.10)$$

Так же была определена приборная погрешность, которая определяется погрешностями входящих в состав измерительного комплекса средств измерений. Используя формулу расчета косвенной погрешности и с учетом выражения (2.7), для приращения между датчиками $l = 0,055$ м, принимаем погрешность позиционирования $\Delta l = 2,5 \cdot 10^{-6}$ м [61]; для времени счета равного 1 секунде погрешность измерения частоты частотомером ЧЗ-85/3 принимаем равной $\Delta f = 0,06$ Гц [62], получим значение приборной погрешности:

$$\Delta v_{\text{пр}} = \sqrt{\left(\frac{\partial v}{\partial l}\right)^2 \cdot \Delta l^2 + \left(\frac{\partial v}{\partial f}\right)^2 \cdot \Delta f^2} = \sqrt{\left(\frac{1}{\frac{1}{f_1} - \frac{1}{f_2}}\right)^2 \cdot \Delta l^2 + l \cdot \left(\ln \frac{f_1}{f_2}\right)^2 \cdot \Delta f^2} =$$

$$= \sqrt{\left(\frac{1}{\frac{1}{82052,01} - \frac{1}{32317,63}}\right)^2 \cdot (2,5 \cdot 10^{-6})^2 + 55 \cdot 10^{-3} \cdot \left(\ln \frac{82052,01}{32317,63}\right)^2 \cdot (0,06)^2} \approx 0,13 \text{ м/с} \quad (2.11)$$

Из выражения (2.11) видно, что основной вклад в приборную погрешность вносит ошибка определения приращения расстояния между датчиками. Проведя анализ выражения (2.11) для различных значений приращения расстояния между датчиками l получим зависимость приборной погрешности от этого параметра (рисунок 2.8).

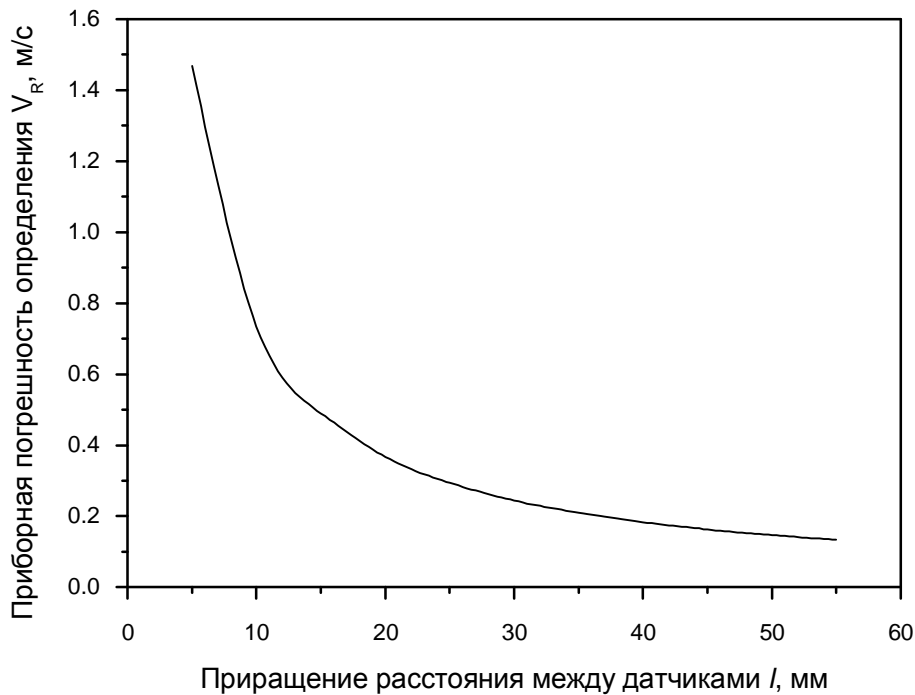


Рисунок 2.8 – Зависимость приборной погрешности стенда при измерении скорости рэлеевской волны от приращения расстояния между датчиками.

Очевидно, что увеличение расстояния между датчиками приводит к уменьшению приборной погрешности. С учетом величины случайной ошибки измерений, необходимая полная погрешность измерений достигается начиная с величины l равной 10 мм и более.

Полная абсолютная погрешность измерений определялась из выражения:

$$\Delta v = \sqrt{\Delta v_{CL}^2 + \Delta v_{IP}^2} = \sqrt{0,9^2 + 0,13^2} \approx 0,9 \text{ м/с} \quad (2.12)$$

Таким образом, результат измерений равен:

$$v \pm \Delta v = 2929,9 \pm 0,9 \text{ м/с} \quad (2.13)$$

Относительная погрешность измерения скорости распространения рэлеевской волны в данном случае равна:

$$\frac{\Delta v}{v} = \frac{0,9}{2929,9} \cdot 100\% = 0,03\% \quad (2.14)$$

Сравнивая полученное значение относительной погрешности определения скорости распространения рэлеевской волны со значениями погрешностей приведенных в работе [53] – 0,03% и работе [126] – 0,1 %, можно сделать вывод, что ультразвуковой стенд контроля обеспечивает достаточную для решения поставленной задачи точность измерений.

2.5 Методика определения коэффициента затухания рэлеевской волны

Для измерения затухания рэлеевской волны используется конфигурация ультразвукового стенда, структурная схема которой приведена на рисунке 2.9.

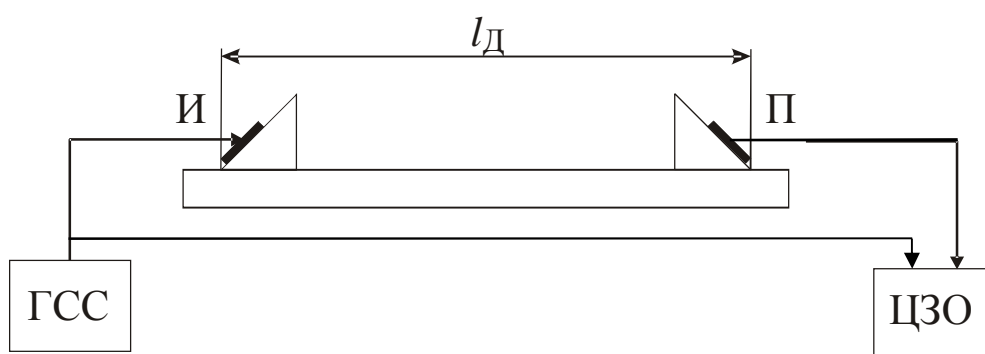


Рисунок 2.9 – Структурная схема установки измерения затухания рэлеевской волны.

Обозначения: l_D – базовое расстояние между излучателем и приемником,
 И – излучатель, П – приемник ГСС – генератор сигналов специальной формы,
 ЦЗО – цифровой запоминающий осциллограф.

Генератор сигнал специальной формы Agilent 33250А используется как источник синусоидального напряжения с регулируемой частотой, частота выходного сигнала устанавливается равной резонансной частоте пьезоэлектрических преобразователей излучателя и приемника рэлеевской волны. Цифровой запоминающий осциллограф TDS2024В используется для измерения отношения амплитуды напряжения сигнала на излучателе к амплитуде напряжения на приемнике рэлеевской волны.

Как было описано в предыдущих разделах работы, затухание звука это явление необратимого перехода энергии звуковой волны в другие виды энергии (в частности, в тепло). Затухание включает недиссипативные потери. Характер затухания колебаний показан на рисунок 2.10.

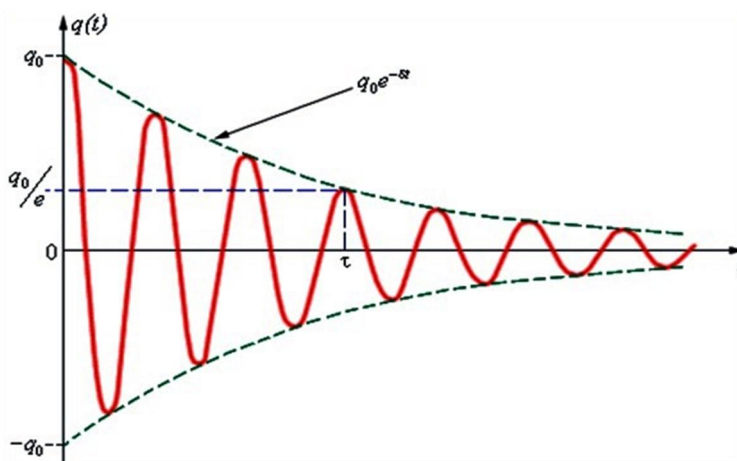


Рисунок 2.10 – График затухающих колебаний

Для плоской волны, распространяющейся в положительном направлении оси X , можно записать

$$u(x, t) = U e^{-\alpha x} e^{i\omega(t - \frac{x}{c})} \quad (2.15)$$

где t - время; $\omega=2\pi f$ - круговая частота колебаний; c - скорость звука в материале; u, U - текущее и амплитудное значения смещения частиц среды.

Затухание звука обычно характеризуется коэффициентом затухания α , определяемым как обратная величина того расстояния, на котором амплитуда продольной и поперечной звуковой волны, бегущей вдоль оси X , уменьшается в e раз. Амплитуда плоской продольной звуковой волны,

бегущей вдоль оси X , убывает с расстоянием по закону $e^{-\alpha x}$, а интенсивность – по закону $e^{-2\alpha x}$.

Помимо коэффициента затухания α характеристиками затухания являются применяемые для оценки затухания в изделиях типа резонаторов безразмерные добротность

$$Q = \frac{\pi}{\alpha} c \quad (2.16)$$

и логарифмический декремент затухания

$$d = \frac{\pi}{Q}. \quad (2.17)$$

Зависимость затухания от частоты носит, как правило, сложный характер. С увеличением частоты звука, в общем случае, затухание всегда возрастает [40 – 42].

Если в направлении распространения ультразвуковой волны в материале выделить участок толщиной Δx , то для амплитуды акустического давления в начале и конце этого участка можно записать

$$p = p^0 e^{-\alpha \Delta x} \quad (2.18)$$

где p^0, p – амплитудные значения давления в начале и конце участка.

Из уравнения (2.18) коэффициент затухания ультразвука α может быть определен логарифмированием:

$$\alpha = -\frac{\ln\left(\frac{p}{p^0}\right)}{\Delta x} = \ln \frac{1}{\Delta x} \frac{p^0}{p} \quad (2.19)$$

Если расстояние Δx измеряется в миллиметрах, то вычисляемая по формуле (2.19) величина будет определена в неперах на миллиметр (Нп/мм). Та же величина в децибелах на миллиметр (дБ/мм) определяется по аналогичной формуле

$$\alpha = 20 \frac{\log\left(\frac{p}{p^0}\right)}{\Delta x} \quad (2.20)$$

Связь этих единиц измерения: $\alpha(\text{Нп/мм}) = 8,686\alpha(\text{дБ/мм})$, или $1\text{дБ/мм} = 0,115 \text{ Нп/мм}$.

Для большинства металлических материалов коэффициент затухания ультразвуковых волн является малой величиной, поэтому при порядке

расстояний Δx в 10 – 100 мм экспериментально удается наблюдать только начальный участок спадающей экспоненциальной огибающей. В этом случае, для нахождения коэффициента затухания, можно использовать касательную к огибающей кривой затухания (рисунок 2.11). Расстояние от нуля до точки пересечения касательной с осью Ox равно $1/\alpha$. Отсюда следует, что коэффициент затухания равен

$$\alpha = -k. \quad (2.21)$$

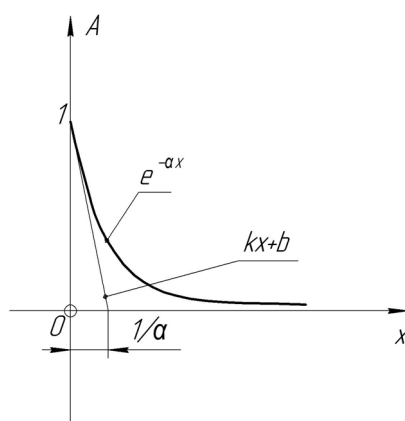


Рисунок 2.11 – Определение коэффициента затухания

Измерения коэффициента затухания проводились с применением датчиков с резонансной частотой 5 МГц. Данная частота выбрана как наиболее оптимальная, исходя из соотношения величины длины рэлеевской волны в исследуемом материале (и как следствие глубины распространения поверхностной волны), и толщины образца. Для более высоких частот начинает оказывать влияние состояние поверхности образцов. Генератор настраивался на возбуждение сигнала в виде пакета состоящего из 7 периодов синусоидальных колебаний частотой 5 МГц, количество периодов колебаний в пакете импульсов подбиралось до достижения стабильной максимальной амплитуды на приемном пьезопреобразователе. Амплитуда возбуждающих импульсов составляла 10 В, частота повторения пакета импульсов – 1 кГц. Амплитуда сигнала на приемном преобразователе измерялась от пика до пика цифровым осциллографом в режиме усреднения по 64 измерениям.

На рисунок 2.12 Изображен типичный вид акустического сигнала регистрируемого приемным пьезопреобразователем.

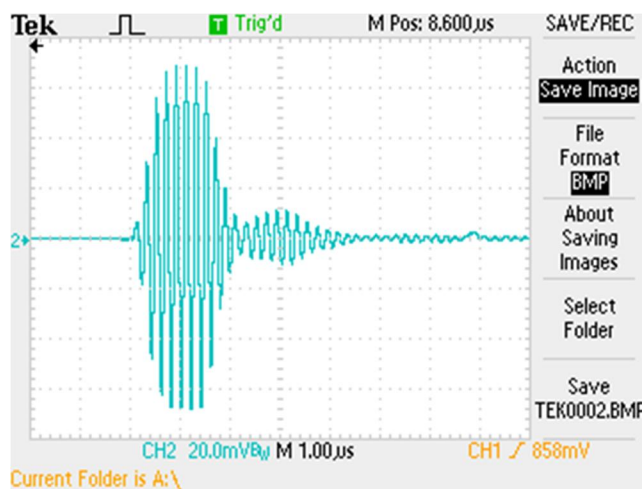


Рисунок 2.12 – Изображение измеряемого сигнала на экране осциллографа

Измерения коэффициента затухания проводились с изменением расстояния между датчиками от 17 до 27 мм с шагом 0,5 мм, и измерением амплитуды регистрируемого сигнала в каждой точке. Далее, как показано на рисунке 2.13, определялась зависимость нормированного значения амплитуды регистрируемого сигнала от расстояния между датчиками. Полученные данные аппроксимировались прямой линией, из уравнения которой определяли коэффициент при x , равный коэффициенту затухания рэлеевской волны с обратным знаком.

Оценку случайной погрешности можно определить путем проведения многократных измерений и последующей обработки результатов измерений по стандартному алгоритму. Проблема оценки приборной погрешности в приложении к измерению коэффициента затухания импульсным методом и контактным возбуждением ультразвуковой волны в исследуемом объекте сопряжена с трудностями определения величины вклада потерь ультразвукового сигнала в пьезопреобразователе, местах склейки его с призмой, в области контакта с прозвучиваемым объектом и т.д.

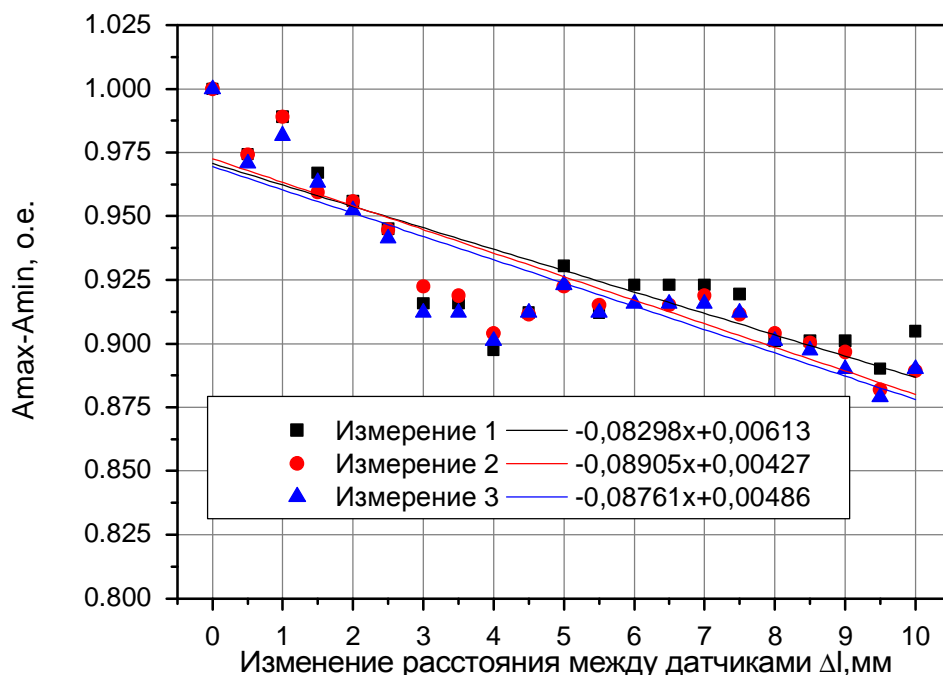


Рисунок 2.13 – Зависимость нормированного значения амплитуды регистрируемого сигнала от расстояния между датчиками

Одним из способов решить данную проблему, который и был применен в настоящей работе, является применение рандомизации – приведение систематических (приборных) погрешностей к случайным, организовав проведение измерений соответствующим образом. Этот прием позволяет исключить большую часть учитываемых и не учитываемых систематических ошибок, учитывая их как составляющие случайной погрешности.

Для различных экспериментальных установок схожих по методам измерений и принципам действия, по литературным данным величина погрешности определения коэффициента затухания составляет от единиц до десятков процентов. Так в работе [63] для эталонной установки указывается относительная погрешность определения коэффициента затухания от 5% до 20 %, а в работе [64] приведена величина относительной погрешности от 12% до 23%. Таким образом, достижение величины случайной относительной погрешности, определяемой путем многократных измерений, в пределах 20

% и лучше, от измеряемой величины, будет считаться хорошим результатом, что подтверждается в ряде публикаций [52, 121, 122, 127].

2.6 Выводы

На основе современной приборной базы разработан и реализован ультразвуковой стенд контроля, предназначенный для измерения параметров распространения рэлеевской волны в металлах и сплавах. Стенд состоит из приборной части, реализующей акустический тракт стенда, и системы позиционирования, обеспечивающей высокоточное определение расстояния между излучательным и приемным пьезопреобразователями.

Основные особенности ультразвукового стенда контроля:

1. комплексное объединение методик измерения скорости и коэффициента затухания рэлеевской волны;
2. высокая степень автоматизации при проведении измерений;
3. применение в составе стенда приборов с широкими диапазонами измерения позволяет измерять акустические параметры различных материалов.

Технические характеристики ультразвукового стенда контроля:

расстояние между излучателем и приемником – от 15 до 115 мм;

длина сканирования образца – до 100 мм;

толщина контролируемого образца – от 1 до 10 мм;

точность позиционирования датчиков – 0,0025 мм;

точность позиционирования датчиков относительно образца – 0,0025 мм;

скорость перемещения образца, датчика – 0,125; 0,25; 0,5; 1,0 и 2,5 мм/с;

количество точек измерения – до 100;

приборная погрешность измерения скорости рэлеевской волны – до 0,2 м/с.

Достигнутые на практике характеристики ультразвукового стенда контроля соответствуют решаемым задачам, и требованиям предъявляемым к экспериментальным установкам для исследования влияния водорода на физико-механические свойства металлов и сплавов.

ГЛАВА 3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ СИСТЕМЫ ТИТАН-ВОДОРОД НА УЛЬТРАЗВУКОВОМ СТЕНДЕ КОНТРОЛЯ

3.1 Подготовка образцов

Для исследования влияния водорода на параметры распространения рэлеевской волны, были подготовлены образцы из титана ВТ1-0, вырезанные методом электроэрозионной резки вдоль направления проката исходного листа, имеющие форму двухсторонней лопатки с размером рабочей части (шейки) 30x8 мм; толщина образцов составляла 2 мм. Форма и размеры серии образцов выбирались с учетом возможностей и особенностей использовавшегося в данной работе при подготовке образцов и проведении измерений оборудования (рисунок 3.1).

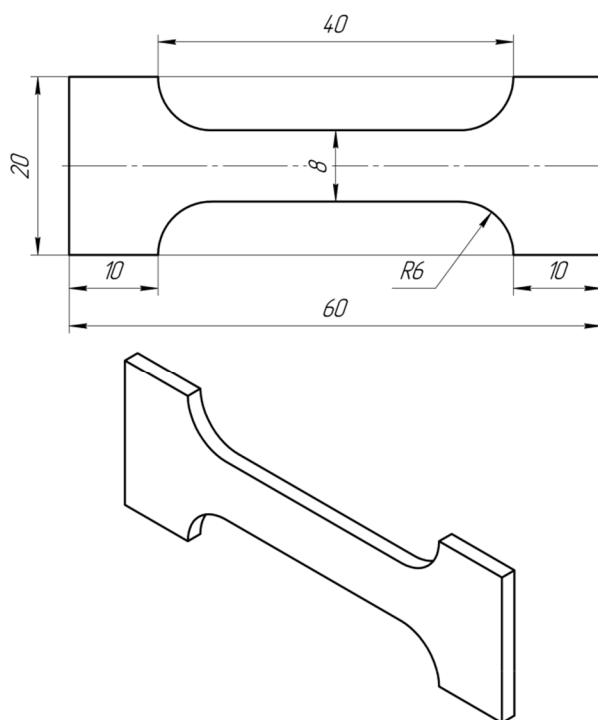


Рисунок 3.1 – Эскиз исследуемых образцов из титана ВТ1-0

Выбор в качестве материала для исследований титанового сплава ВТ1-0, который по составу является технически чистым титаном с нормируемым содержанием примесей, обуславливается тем, что данный сплав является однофазным, а основной элемент состава сплава – титан – является

гидридообразующим элементом, что позволяет использовать его в качестве эффективного модельного материала при изучении процессов водородного охрупчивания.

Содержание примесей в технически чистом титане ВТ1-0 (% , не более): Al - 0,70, Fe - 0,25, Si - 0,10, С - 0,07, N - 0,04, О - 0,20, Н - 0,01, прочих примесей - 0,30 (включая Ni+Cu - 0,10, Ni - 0,08, Cr+Mn - 0,01) [9, 13].

После изготовления и очистки поверхности, исходные образцы были подвергнуты отжигу в вакууме в течение одного часа при температуре 750 °С с последующим охлаждением в печи для снятия внутренних напряжений.

3.1.1 Наводороживание из газовой среды

Насыщение водородом образцов из титана ВТ1-0 было проведено на установке Gas Reaction Controller фирмы Advanced Materials Corporation (рисунок 3.2), работа которой описывается законом Сивертса (3.1).

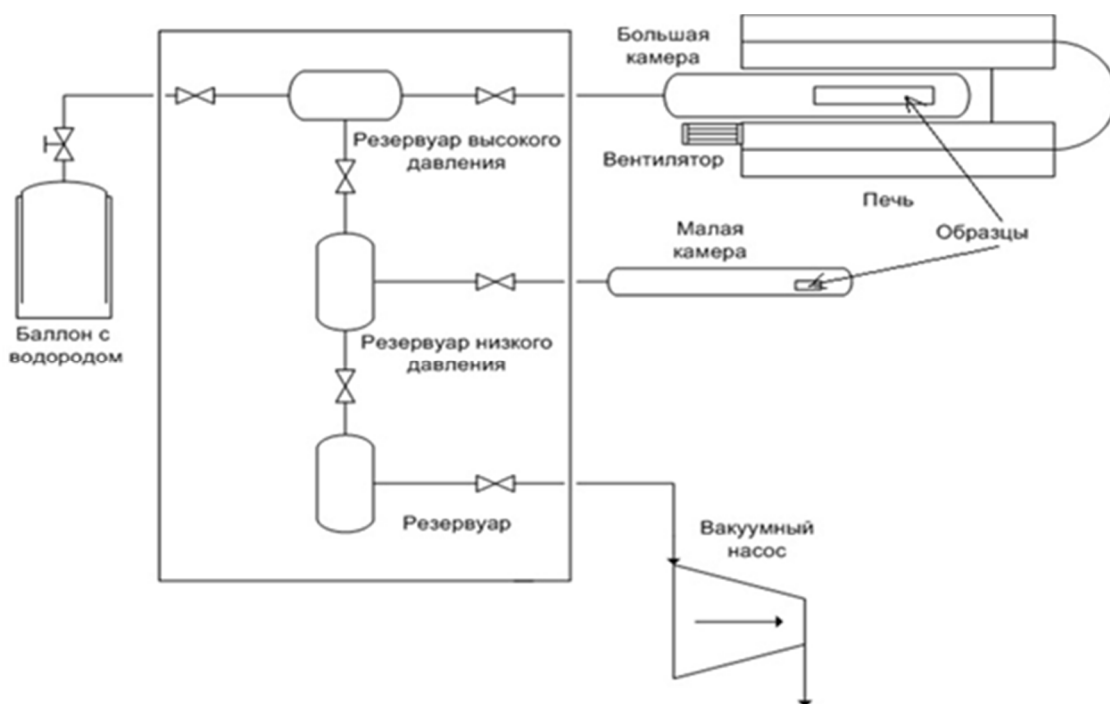


Рисунок 3.2 – Схема установки Gas Reaction Controller

Конструкция и принцип работы установки Gas Reaction Controller, а также методика наводороживания образцов подробно представлены в работах [69, 70].

Для получения водорода использовался генератор водорода HyGen 200 производства фирмы Claind, обеспечивающий чистоту водорода > 99,9995 %.

При нагреве титана в атмосфере водорода он поглощает водород до установления равновесной концентрации, которая зависит от давления. Равновесное распределение водорода между газовой фазой и металлом достигается при концентрации, определяемой соотношением:

$$[H_x] = K\sqrt{P_{H_2}}, \quad (3.1)$$

где $[H_x]$ – концентрация водорода в твердом растворе; P_{H_2} – давление водорода в газовой фазе; K – коэффициент распределения водорода.

Скорость поглощения водорода становится значительной при температуре около 300 °С и быстро увеличивается при дальнейшем повышении температуры. При этих температурах на поверхности титана образуется гидриды титана, после образования которых поглощение водорода происходит с постоянной скоростью. Скорость поглощения титаном водорода уменьшается (но не устраняется совершенно), если на поверхности имеется плотная окисная пленка.

На первом этапе камера с загруженным образцом откачивается до давления 10^{-3} торр, после чего нагревается до температуры наводороживания T , равной 600 °С, в течение 2 часов. Впоследствии камера наполнялась водородом с начальным давлением P_{H_2} , в атмосфере которого образцы выдерживались в течение времени t (условия наводороживания образцов приведены в таблице 3.1). Время насыщения и начальное давление водорода подбирались экспериментально для получения заданной концентрации водорода в образце. На заключительной стадии насыщения камеру вновь откачивали до давления 10^{-3} торр, при котором образцы остывали до комнатной температуры.

Интегральное содержание водорода (в мас. %) в образцах контролировалось массовым методом по соотношению:

$$n = \frac{m_{обр+H_2} - m_{обр}}{m_{обр}} . \quad (3.2)$$

где: $m_{обр}$ - масса исходного образца, $m_{обр+H_2}$ - масса наводороженного образца.

Для взвешивания использовались весы ГОСМЕТР ВЛ-210 с погрешностью измерения массы $\pm 0,1$ мг. Средняя масса исходных образцов составила 6,2 г, отсюда можно оценить относительную погрешность определения интегрального содержания водорода в образце массовым методом – она зависит от количества введенного в образец водорода (определяется как числитель в формуле 3.2), и уменьшается от 30 % для концентрации H_2 0,005 мас.% до 0,6 % для концентрации H_2 0,273 мас.%.

Таблица 3.1 - Условия наводороживания образцов

№ образца	Парциальное давление P_{H_2} , атм.	Время насыщения t , мин.	Концентрация водорода n , мас. %
1	1,800	20	0,207±0,002
2	1,800	15	0,040±0,002
3	1,800	15	0,032±0,002
4	1,800	30	0,143±0,002
6	1,800	30	0,130±0,002
7	1,900	5	0,273±0,002
8	1,000	3	0,083±0,002
9	1,800	10	0,121±0,002
10	1,800	20	0,215±0,002
12	1,800	10	0,110±0,002
14	1,000	3	0,062±0,002
2.1	0,240	60	0,021±0,002
2.2	0,240	60	0,014±0,002

2.4	0,060	60	0,010±0,002
2.5	0,060	60	0,003±0,001
2.8	0,360	60	0,037±0,002
2.9	0,240	60	0,024±0,002
2.10	0,015	60	0,002±0,001
2.11	0,015	60	0,002±0,001
2.12	0,240	60	0,028±0,002
2.13	0,030	60	0,005±0,001
2.15	0,030	60	0,005±0,001

3.1.2 Металлографический анализ

Для исходных и наводороженных образцов был проведен металлографический анализ. Этапы металлографической подготовки включали в себя:

1. механическую шлифовку;
2. полировку;
3. травление.

Механическая шлифовка осуществлялась на абразивных шкурках на плоском основании. Для получения поверхности необходимого качества осуществлялся последовательный переход от одной абразивной шкурки к другой с непрерывно уменьшающимся размером абразивных частиц – зернистостью от 600 на начальном этапе, до 2500 на заключительном. Уменьшение размера абразивных частиц позволяет уменьшить глубину следов шлифовки на поверхности образцов и уменьшить толщину поверхностного деформированного слоя, получаемого в результате шлифования.

Полировка осуществлялась на полировальной машине, с помощью тканого материала, на который последовательно наносились алмазные пасты с различными размерами зерен абразива. В качестве полировального материала использовалась бязь, размеры абразивных частиц уменьшались до 1 мкм, частота вращения полировального круга составляла ~ 300 об/мин.

На следующем этапе было произведено химическое травление образцов. В качестве травителя был использован раствор, состоящий из дистиллированной воды (85%), концентрированной азотной кислоты (10%) и концентрированной плавиковой кислоты (5%). В процессе травления раствор наносился тонким слоем на поверхность. Время травления образцов титанового сплава ВТ1-0 составило 1 минуту, до момента потускнения поверхности, что является признаком окончания процесса травления.

Микроскопическое исследование поверхности образцов проводилось с использованием оснащенного цифровой камерой оптического микроскопа МЕТАМ ЛВ-31, с целью изучения влияния насыщения водородом на микроструктуру титана ВТ 1-0.

Размеры зерен, определенные методом секущей для исследуемого материала составили 50 – 100 мкм. Зерна равномерно распределены по поверхности, выраженной текстуры проката, в виде вытянутых и ориентированных в одном направлении зерен, не наблюдается. На рисунках 3.3, 3.4 и 3.5 приведены фотографии поверхности образцов с различным содержанием водорода, полученные при увеличении $\times 40$, $\times 160$ и $\times 400$ соответственно.

С увеличением концентрации водорода в образцах наблюдается образование гидридных включений в виде тонких пластин. Начиная с концентрации введенного водорода 0,005 мас. % гидридные включения, в виде пластин с длиной по профилю не более 10 мкм, наблюдаются в отдельных кристаллитах. Для содержания водорода 0,01 мас.% длина гидридных пластин увеличивается, но при этом она меньше размера зерна,

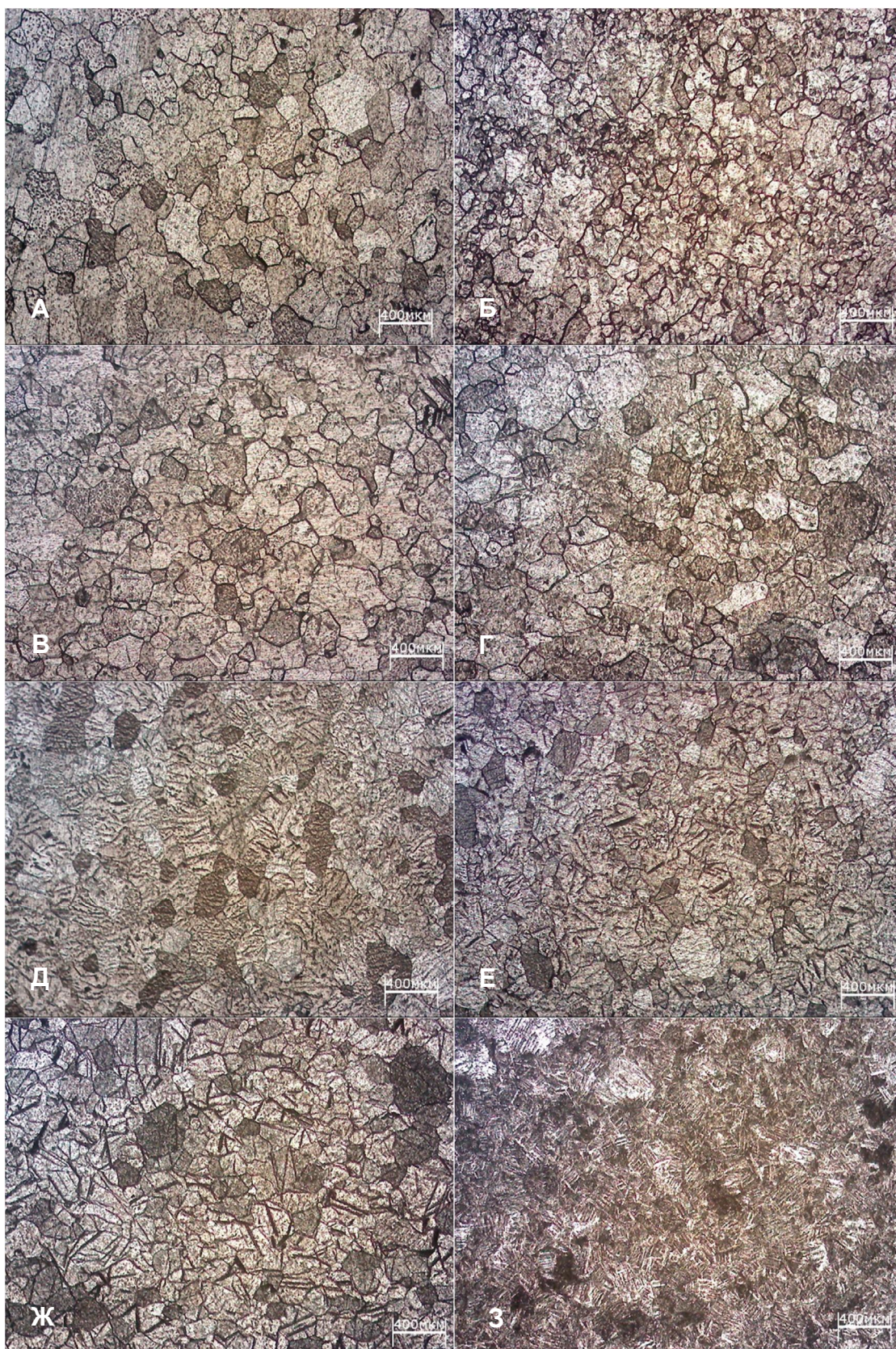


Рисунок 3.3 – Поверхность образцов с концентрацией водорода 0,0020 мас.% (а), 0,005 мас.% (б), 0,010 мас.% (в), 0,028 мас.% (г), 0,039 мас.% (д), 0,062 мас.% (е), 0,207 мас.% (ж), 0,500 мас.% (з), увеличение $\times 40$.

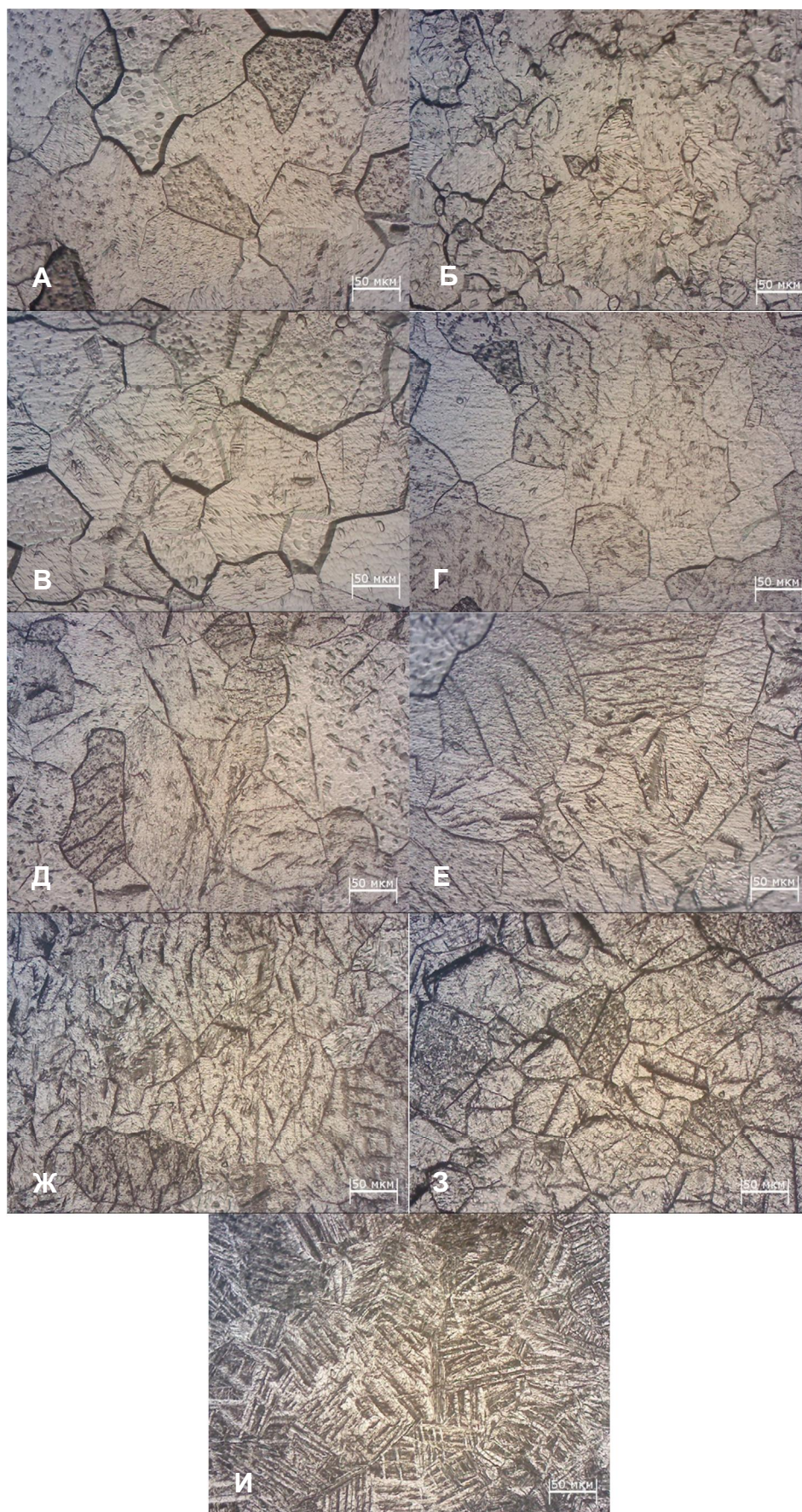


Рисунок 3.4 – Поверхность образцов с концентрацией водорода 0,002 мас.% (а), 0,005 мас.% (б), 0,010 мас.% (в), 0,0280 мас.% (г), 0,039 мас.% (д), 0,0620 мас.% (е), 0,121 мас.% (ж), 0,207 мас.% (з), 0,500 мас.% (и), увеличение x160.

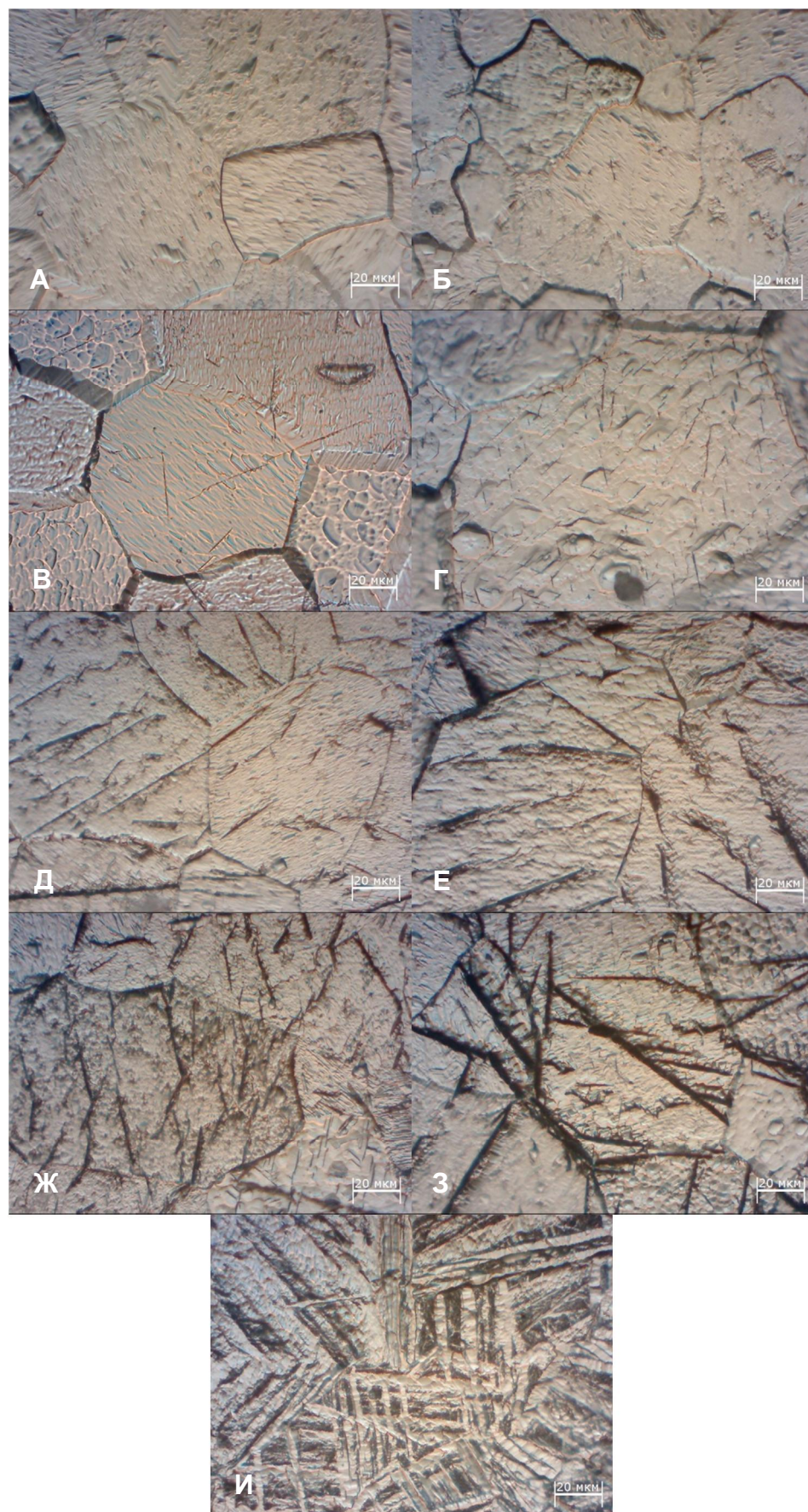


Рисунок 3.5 – Поверхность образцов с концентрацией водорода 0,002 мас.% (а), 0,005 мас.% (б), 0,010 мас.% (в), 0,0280 мас.% (г), 0,039 мас.% (д), 0,0620 мас.% (е), 0,121 мас.% (ж), 0,207 мас.% (з), 0,500 мас.% (и), увеличение х400.

количество гидридных включений на одном кристаллите невелико. При концентрации водорода в образце 0,039 массовых % количество гидридных включений увеличивается, длина гидридных включений ограничивается размером зерна. Для концентрации водорода 0,062 массовых % наблюдается дальнейшее увеличение содержания гидридной фазы, для отдельных пластин гидридов наблюдается их рост в ширину, так как при таком содержании водорода в своем росте в длину гидридные пластины уже ограничены размерами зерна. Дальнейшая работа этого механизма наблюдается и для образца с концентрацией водорода 0,121 мас.%, в котором увеличивается как размер гидридных включений так и их количество, здесь в дополнение к крупным, сравнимым по размеру с размером зерна, гидридным включениям добавляется множество мелких включений – все вместе это создает разветвленную структуру гидрида в теле зерна. Для концентрации водорода 0,207 мас.% значительная часть гидридных пластин уже является массивными, фактически наблюдается дробление зерен на субзерна, которые связаны между собой гидридной прослойкой. Для концентрации 0,5 мас.% наблюдается полное заполнение сечения зерна массивными гидридными образованиями в виде толстых пластин, аналогичными по своему внешнему виду мартенситу.

Морфология гидридной структуры образцов объясняется особенностями наводороживания по методу Сиверта. При наводороживании из газовой фазы при температуре 600 °С при напуске газа водород растворяется в α -фазе титана без образования гидрида, и равномерно распределяется по образцу, т.к. времени выдержки при температуре наводороживания в течение одного часа достаточно для диффузионного перераспределения водорода на всю толщину образца [108]. При охлаждении образцов растворенный в них водород вследствие уменьшения с температурой предельной растворимости переходит непосредственно в γ -фазу – гидрид – локализуясь при этом в пластинчатых выпадениях в теле зерна. Местами локализации гидридов на микроструктурном уровне служат

дефекты структуры зерна – дислокации, границы зерен, являющиеся коллекторами растворенного в титане водорода [24, 25, 26]. Особенности формирования гидридной структуры в титане и его сплавах при наводороживании из газовой фазы широко рассмотрены в литературе. Так в работе [116] рассматривается модель мартенситного превращения для объяснения эвтектоидного механизма формирования гидроксида в титановом сплаве Ti6Al4V в диапазоне концентраций водорода от 0,1 до 0,5 массовых %. В работе [117] рассматривается механизм формирования гидроксида с учетом сложной микроструктуры $\alpha+\beta$ -сплава Ti6Al4V, в котором основная роль в формировании гидроксида отводится межзеренному интерфейсу на границе зерен α -фазы и β -фазы.

3.1.3 Рентгеноструктурный анализ

Как было показано ранее, наводороживание из газовой фазы приводит к изменениям структурного и фазового состава титанового сплава ВТ 1-0. Поэтому было проведено рентгеноструктурное исследование влияния наводороживания на параметры кристаллической решетки и фазовый состав сплава ВТ 1-0. Методы рентгеноструктурного анализа используются для исследования кристаллического строения твердого тела и основаны на дифракции рентгеновских лучей на кристаллической структуре вещества. По распределению в пространстве и интенсивностям рассеянного на анализируемом объекте рентгеновского излучения можно определить не только фазовый состав анализируемого образца, но и параметры решеток фаз, величину областей когерентного рассеяния, уровень внутренних напряжений [65 – 68].

Рентгено-структурный анализ проводился путем анализа дифрактограмм исследуемых образцов, полученных на дифрактометре Shimadzu XRD-7000. Дифракционные картины регистрировали с использованием $\text{Cu } K\alpha_1/\alpha_2$ излучения. В ходе проведения эксперимента использовались следующие параметры: скорость сканирования – 2° в минуту;

шаг сканирования – $0,02^\circ$; диапазон углов – $30^\circ - 90^\circ$; накопление в точке 1,5 секунды. Анализ фазового состава проводился с использованием базы данных PDF-4++ [72], а также программы полнопрофильного анализа POWDER CELL 2.4 [73].

На рисунке 3.6 приведены дифрактограммы исходного и наводороженных до разных концентраций образцов. Результаты анализа рентгенограмм представлены в таблице 3.2. По результатам рентгеноструктурного анализа, в исходном состоянии при комнатной температуре кристаллическая решетка исследуемых образцов из сплава ВТ 1-0 соответствует α фазе титана и имеет гексагональную плотноупакованную (ГПУ) решетку. При содержании в образцах водорода до концентраций в 0,039 массовых % не наблюдается изменения фазового состава по сравнению с исходным образцом.

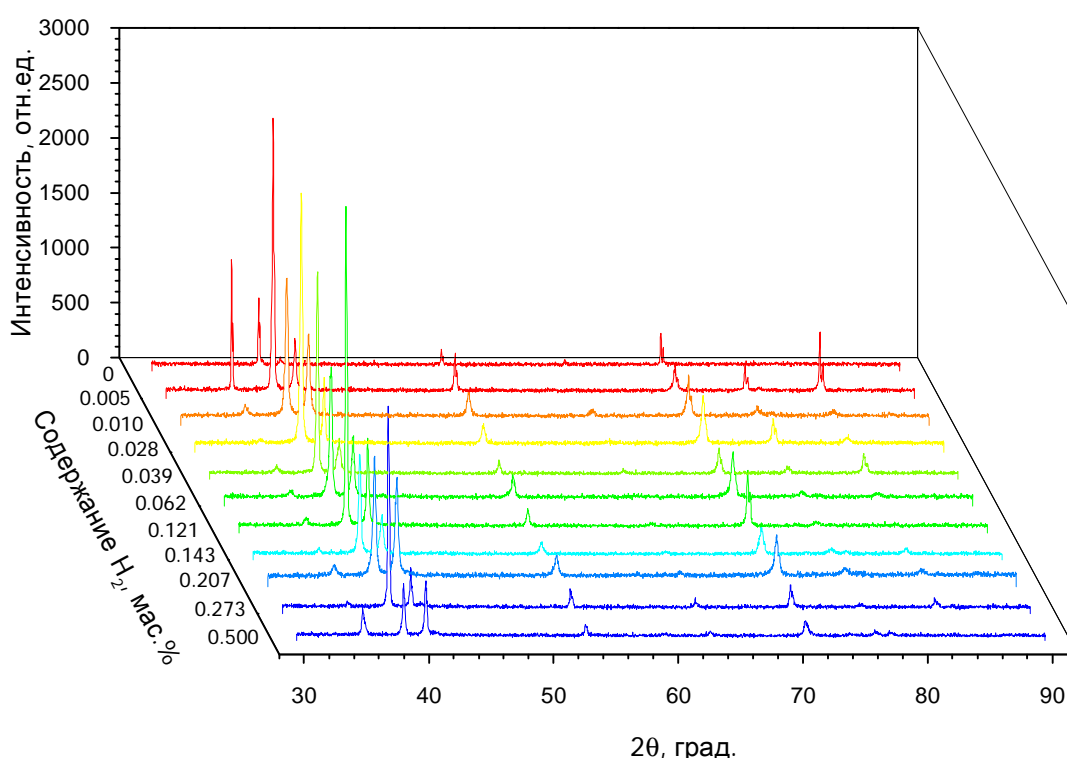


Рисунок 3.6 Дифрактограммы образцов с разным содержанием водорода

Воздействие внедренного водорода, начиная с концентрации 0,039 массовых %, приводит к появлению фазы гидрида титана, которая

определяется по рентгенограмме со стехиометрическим составом $TiH_{1,5}$, имеет гранецентрированную кубическую (ГЦК) решетку. Результаты анализа образцов полученные методом рентгеноструктурного анализа подтверждают выводы, сделанные по результатам микроскопического исследования, и хорошо согласуются с литературными данными, приведенными в [18, 24, 26] по количественному и качественному фазовому составу образцов, содержащих водород.

Таблица 3.2. Результаты рентгеноструктурного исследования образцов

Содержание водорода C_H , мас.%	Содержание фазы Ti ГПУ, мас.%	Содержание фазы $TiH_{1,5}$ ГЦК, мас.%	Решетка ГПУ		Решетка ГЦК, a , Å
			a , Å	c , Å	
0	100	-	2,9446	4,6701	-
0,005	100	-	2,9460	4,6772	-
0,010	100	-	2,9406	4,6619	-
0,028	100	-	2,9444	4,6773	-
0,039	99,63	0,37	2,9274	4,6374	4,4824
0,062	98,96	1,04	2,9448	4,6704	4,4062
0,121	99,34	0,66	2,9380	4,6581	4,4005
0,207	91,92	8,08	2,9415	4,6705	4,4234
0,273	82,12	17,88	2,9370	4,6635	4,4099
0,500	77,15	22,85	2,9426	4,6725	4,4058

Таким образом, для исследуемых образцов была проведена идентификация их структурно-фазового состояния, позволяющая в дальнейшем связать это состояние с акустическими и механическими характеристиками образцов.

3.2 Исследование влияния водорода на скорость распространения рэлеевской волны в титановом сплаве ВТ1-0

Для исследования влияния водорода на параметры распространения рэлеевской волны в титановом сплаве ВТ1-0 были проведены измерения ранее подготовленных образцов с различным содержанием водорода.

Измерение параметров распространения рэлеевской волны проводилось на ультразвуковом стенде контроля, описанном в главе 2.

Для измерений были использованы датчики с резонансной частотой 5 МГц, начальное расстояние между датчиками – базовое расстояние $l_{д1}$ – составляло 17 мм, количество точек измерения – 11, шаг изменения расстояния между датчиками – 1 мм.

Для определения зависимости относительного изменения скорости рэлеевской волны от содержания водорода в сплаве ВТ1-0 было измерено абсолютное значение скорости волны Рэлея разностным методом, по методике, описанной в разделах 3.3 и 3.4 настоящей работы.

Абсолютное значение скорости рэлеевской волны определялось как тангенс угла наклона прямой, аппроксимирующей зависимость приращения расстояния между датчиками от обратной величины частоты автоциркуляции, уравнение прямой определялось по методу наименьших квадратов с использованием пакета программ Origin 9.0.

В таблице 3.3 представлены полученные данные о скорости рэлеевской волны до и после наводороживания, а также концентрация водорода после насыщения по методу Сивертса. Скорость рэлеевской волны и ошибка её измерения определялись по результатам трехкратных измерений для каждого образца.

На рисунке 3.7 представлен график зависимости относительного изменения скорости рэлеевской волны после наводороживания от концентрации водорода в образце. Изменение скорости рассчитывалось по формуле:

$$\Delta V_R = \frac{V_R(H_2) - V_R}{V_{R_CP}}, \quad (3.3)$$

где V_R – скорость рэлеевской волны в исходном образце; $V_R(H_2)$ – скорость рэлеевской волны в наводороженном образце; V_{R_CP} – среднее значение скорости рэлеевской волны по исходным образцам.

Таблица 3.3 - Распределение содержания водорода и скорости волны Рэля по образцам

№ образца	Скорость рэлеевской волны до насыщения водородом, м/с	Скорость рэлеевской волны после насыщения водородом, м/с	Концентрация водорода в образце, мас. %
1	2915,3±2,5	2928,3±4,0	0,207±0,002
2	2910,5±1,8	2908,2±2,4	0,040±0,002
4	2910,2±1,7	2919,0±2,5	0,143±0,002
5	2898,2±2,7	-	0
6	2908,5±2,1	2921,2±2,0	0,130±0,002
7	2901,2±2,0	2930,5±2,0	0,273±0,002
8	2923,9±2,2	2927,4±1,9	0,083±0,002
9	2917,5±2,1	2923,1±1,8	0,121±0,002
10	2916,1±2,5	2936,1±3,7	0,215±0,002
12	2916,8±2,0	2926,9±1,9	0,110±0,002
13	2912,6±2,9	-	0
14	2920,8±1,7	2923,9±2,4	0,062±0,002
2.1	2920,8±1,5	2915,1±1,4	0,021±0,002
2.2	2920,4±1,0	2916,7±1,7	0,014±0,002
2.3	2914,8±1,5	-	0
2.5	2913,9±0,7	2915,7±1,5	0,003±0,001
2.8	2915,7±1,7	2914,6±2,2	0,037±0,002

2.9	2915,6±0,9	2912,4±1,4	0,024±0,002
2.10	2922,7±0,7	2919,9±1,6	0,002±0,001
2.11	2922,1±0,8	2919,0±1,5	0,002±0,001
2.12	2919,0±1,0	2913,8±1,5	0,028±0,002
2.14	2921,3±2,0	-	0
2.15	2913,3±0,7	2915,4±1,6	0,005±0,001

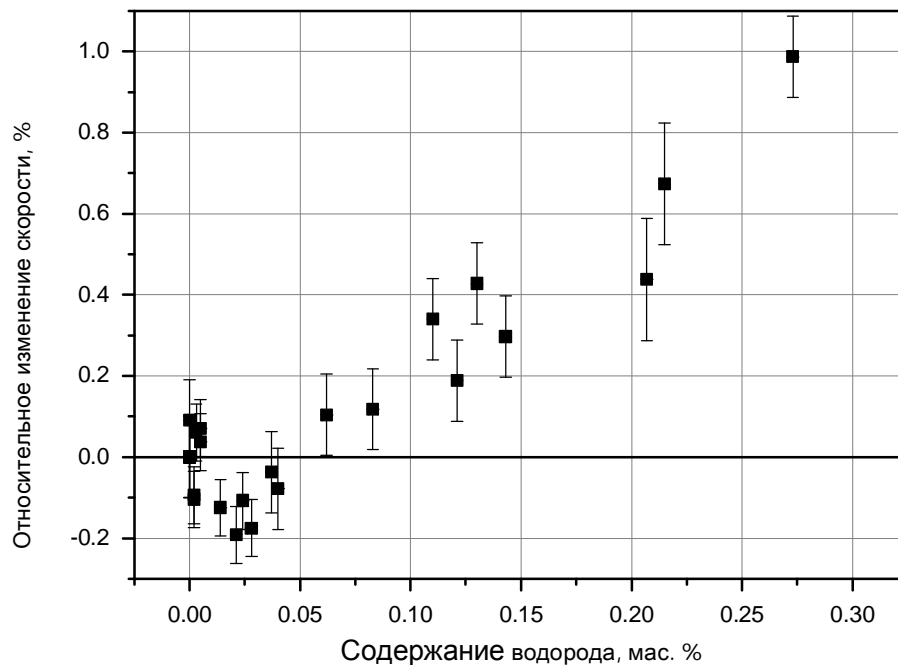


Рисунок 3.7 – Зависимость относительного изменения скорости рэлеевской волны после наводороживания от концентрации водорода

Как видно из графика (рисунок 3.7), с увеличением концентрации водорода в образцах в диапазоне концентраций от 0 до 0,03 мас.% скорость рэлеевской волны уменьшается. Это можно объяснить тем, что при таком незначительном содержании водорода в образцах титана ВТ1-0 водород аккумулирует на дефектах, взаимодействуя с вакансиями и дислокациями и заполняя пустоты кристаллической решетки. При этом плотность титана незначительно увеличивается, а его упругие свойства ухудшаются. На

рисунке 3.8 подробно показана область зависимости при содержании водорода в титане в интервале от 0 до 0,04 мас. %.

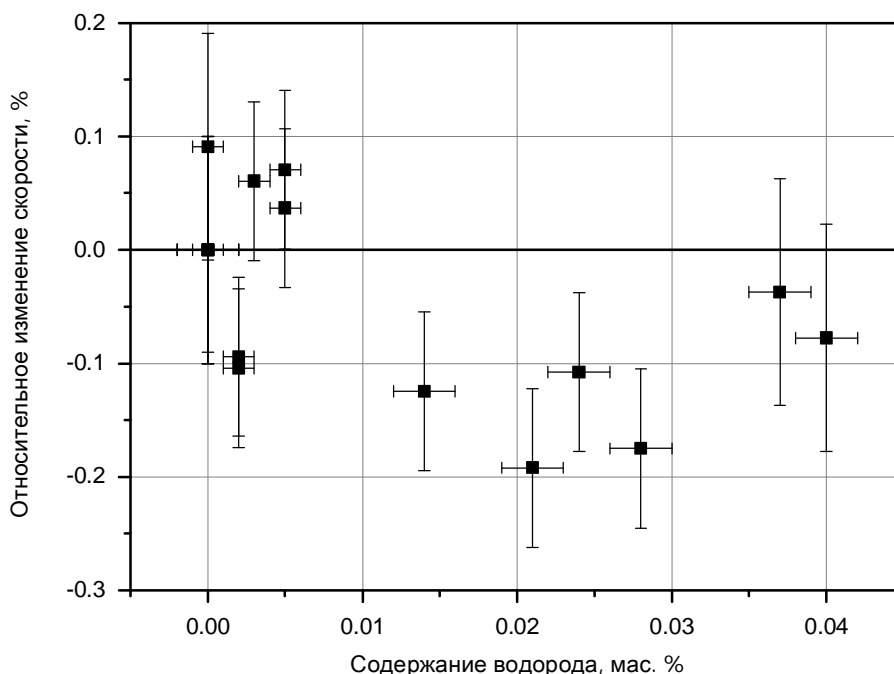


Рисунок 3.8 – Зависимость относительного изменения скорости рэлеевской волны после наводороживания от концентрации водорода в диапазоне от 0 до 0,04 мас. %

С ростом концентрации водорода в образцах из титана VT1-0 в диапазоне концентраций от 0,03 до 0,28 мас.% скорость рэлеевской волны монотонно возрастает. При увеличении содержания водорода в исследуемых образцах происходит рост внутренних напряжений, рост модуля упругости и уменьшение пластичности, что является следствием увеличения содержания гидрида в материале образцов. По литературным данным процесс образования гидридной фазы начинается сразу при превышении предела растворимости водорода в металле, но образование гидридов в значительном количестве, влияющем на физико-механические свойства материала, происходит при больших концентрациях водорода [16, 24, 25]. Таким образом, можно утверждать, что начало увеличения скорости рэлеевской волны соответствует началу интенсивного роста гидридной фазы в образцах, но до определенных концентраций водорода. При дальнейшем увеличении

содержания гидридной фазы в сплаве ВТ1-0 образуются множественные макроскопические дефекты, что приводит к значительному ухудшению прочностных характеристик материала, и как следствие, уменьшению скорости распространения рэлеевской волны.

3.3 Исследование влияния водорода на коэффициент затухания рэлеевской волны в титановом сплаве ВТ1-0

Для определения зависимости коэффициента затухания от содержания водорода в титановом сплаве ВТ1-0 были проведены измерения по методике, описанной в разделе 2.5 настоящей работы.

Для измерений были использованы датчики с резонансной частотой 5 МГц, начальное расстояние между датчиками – базовое расстояние l_D – составляло 17 мм, количество точек измерения – 21, шаг изменения расстояния между датчиками – 0,5 мм

Значение коэффициента затухания рэлеевской волны определялось из нормированного начального участка кривой затухания, который аппроксимировался прямой линией. Уравнение аппроксимирующей прямой определялось по методу наименьших квадратов с использованием пакета программ Origin 9.0, и из выражения (2.21) определялся коэффициент затухания рэлеевской волны.

Для оценки погрешности определения коэффициента затухания и оценки различия коэффициента затухания в исходных (ненаводороженных) образцах были проведены измерения, результаты которых приведены в таблице 3.4 и на рисунке 3.9. Среднее значение коэффициента затухания и погрешность его определения рассчитывались по результатам пяти измерений, проведенным для каждого образца.

Среднее значение коэффициента затухания для ненаводороженного материала, определенное по результатам измерений семи исходных образцов, составило $0,0104 \pm 0,002$ Нп/мм для доверительной вероятности $\alpha = 0,95$.

В таблице 3.5 представлены результаты измерений значения коэффициента затухания для наводороженных образцов. Среднее значение коэффициента затухания и погрешность его определения рассчитывались по результатам пяти измерений, проведенным для каждого наводороженного образца.

Таблица 3.4 – Коэффициент затухания рэлеевской волны в исходных образцах

№ образца	α , Нп/мм	отн. погр. %
1	$0,011 \pm 0,002$	18
2	$0,0099 \pm 0,0003$	3,0
3	$0,012 \pm 0,002$	17
4	$0,0093 \pm 0,0004$	4,3
5	$0,0110 \pm 0,0007$	6,3
6	$0,00980 \pm 0,0025$	26
7	$0,0100 \pm 0,0007$	7

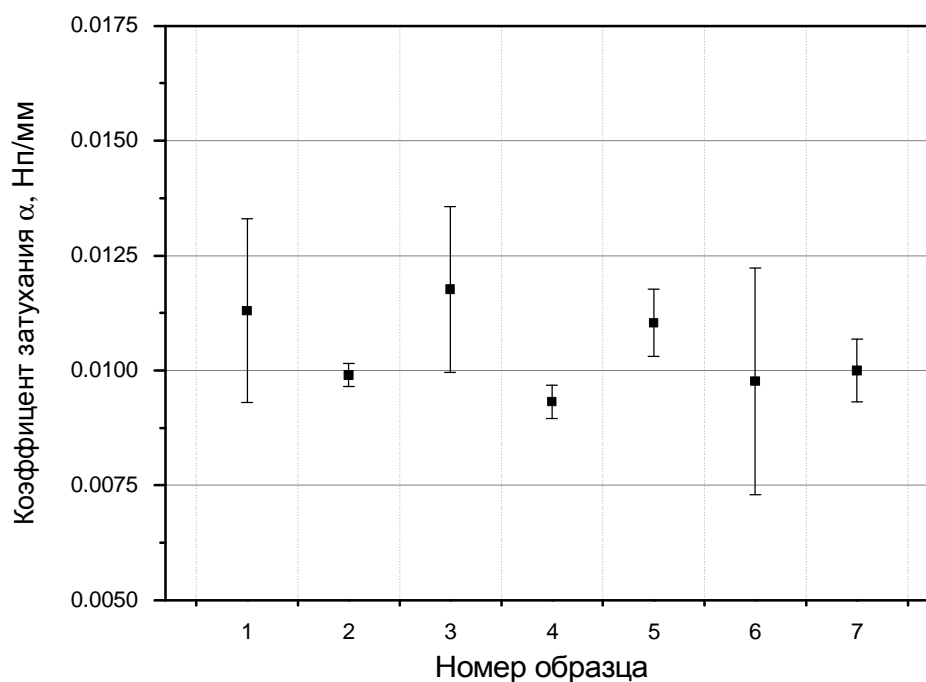


Рисунок 3.9 – Коэффициент затухания в исходных образцах из титана BT1-0

Таблица 3.5 – Значения коэффициента затухания рэлеевской волны в наводороженных образцах

№ образца	Коэффициент затухания α рэлеевской волны после насыщения водородом, Нп/мм	Концентрация водорода в образце, мас. %
1	0,01745±0,00051	0,207±0,002
3	0,0264±0,0008	0,032±0,002
4	0,0177±0,0008	0,143±0,002
6	0,0179±0,0017	0,130±0,002
7	0,0173±0,0012	0,273±0,002
8	0,0201±0,0009	0,083±0,002
9	0,0167±0,0021	0,121±0,002
10	0,0176±0,0004	0,215±0,002
11	0,0175±0,0003	0,312±0,002
12	0,0201±0,0003	0,110±0,002
14	0,0241±0,0013	0,062±0,002
2.1	0,0066±0,0009	0,021±0,002
2.2	0,0069±0,0002	0,014±0,002
2.4	0,00622±0,00012	0,010±0,002
2.5	0,0069±0,0004	0,003±0,001
2.9	0,0079±0,0015	0,024±0,002
2.10	0,0074±0,0016	0,002±0,001
2.11	0,0071±0,0010	0,002±0,001
2.12	0,0089±0,0008	0,028±0,002
2.13	0,0062±0,0003	0,005±0,001
2.15	0,0068±0,0013	0,005±0,001

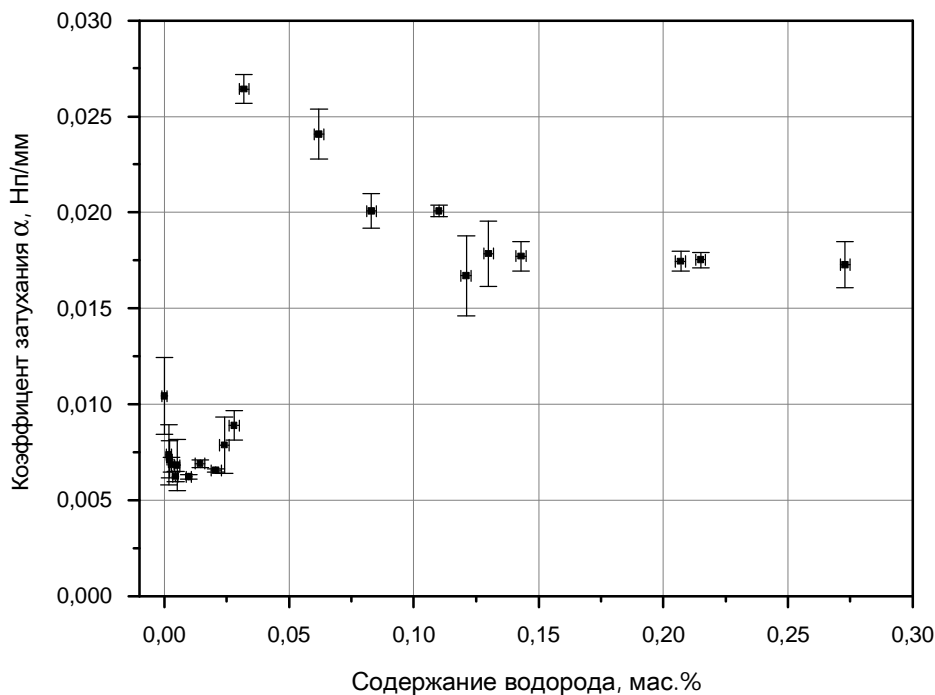


Рисунок 3.10 Зависимость коэффициента затухания от содержания водорода в образцах из титана VT1-0

На рисунке 3.10 представлена зависимость коэффициента затухания рэлеевской волны от содержания водорода в образцах из титана VT1-0.

На графике наблюдается две области, в диапазоне концентраций водорода от 0 до $\sim 0,030$ мас.% значения коэффициента затухания для наводороженных образцов ниже чем у исходных образцов, в диапазоне концентраций водорода от $\sim 0,030$ мас.% и выше значения коэффициента затухания значительно выше чем у исходных образцов.

На рисунке 3.11 более подробно представлена зависимость коэффициента затухания рэлеевской волны от содержания водорода в образцах с малыми концентрациями водорода. Из данного графика, видно, что в диапазоне концентраций водорода от 0 до 0,005 мас.% коэффициент затухания рэлеевской волны уменьшается. Что можно объяснить закреплением дислокаций атомами водорода, и уменьшением дислокационного затухания. Дальнейшее увеличение содержания водорода до 0,02 мас.% не оказывает влияния на значение коэффициента затухания рэлеевской волны.

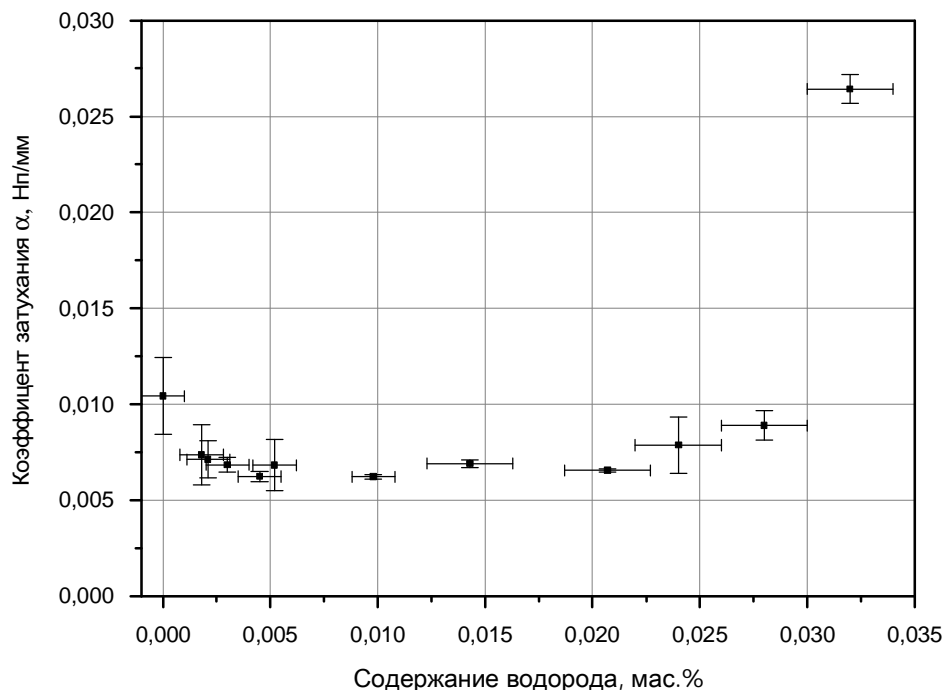


Рисунок 3.11 Зависимость коэффициента затухания от содержания водорода в образцах из титана BT1-0

Как было показано ранее, при концентрации водорода выше 0,03 мас.% происходит интенсивное образование гидридной фазы, о чем свидетельствует резкое увеличение коэффициента затухания рэлеевской волны. При этом определяющий вклад в коэффициент затухания начинает вносить рассеяние ультразвуковой волны на неоднородностях структуры – гидридах в виде пластинчатых и игольчатых включений в теле и на границах зерна.

В диапазоне концентраций от 0,032 до 0,130 мас.% после скачкообразного увеличения коэффициента затухания более чем в 2,5 раза до 0,026 Нп/мм, наблюдается уменьшение коэффициента затухания до величины 0,017 Нп/мм. Это обусловлено увеличением содержания гидридной фазы, вследствие чего гидридные выделения объединяются в более крупные образования, наступает стадия выраженного водородного охрупчивания. При содержания водорода в образцах 0,130 мас.% и более значение коэффициента затухания рэлеевской волны не меняется. В этом диапазоне концентраций водорода можно выделить два механизма:

дальнейшее увеличение содержания гидридной фазы, что ведет к уменьшению коэффициента затухания, и вызванный ростом гидридов процесс образования макродефектов, повышающий коэффициент затухания. В представляемом исследовании влияние обоих процессов на значение коэффициента затухания компенсирует друг друга, поэтому изменения этого значения не наблюдается.

3.4 Механические испытания образцов

Как было показано выше, внедрение водорода оказывает существенное влияние на изменение физико-механических свойств титана. Изучение механических свойств образцов из технически чистого титана проводилось методом деформации на растяжение на универсальной испытательной машине ComTen 95 со скоростью 1,0 мм/мин [71, 115]. Управление испытательной машиной осуществляется с помощью персонального

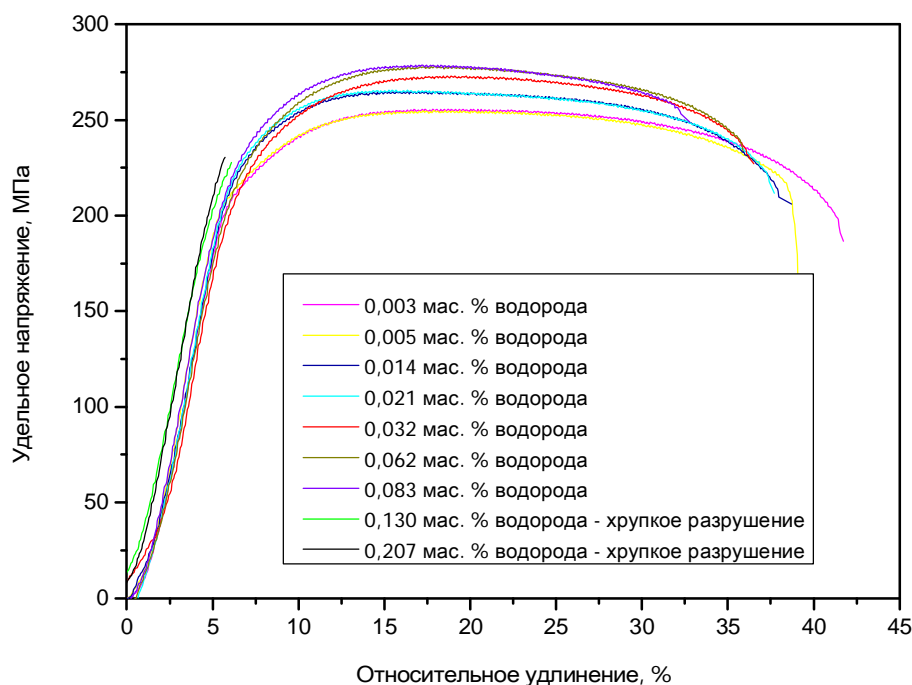


Рисунок 3.12 Кривые течения образцов из титана VT1-0 с различным содержанием водорода

компьютера, управляющее программное обеспечение позволяет записать в цифровом виде кривую пластической деформации для последующей

обработки, и рассчитать механические характеристики испытания: модуль Юнга, предел упругости, предел прочности, относительное удлинение до разрыва.

На рисунке 3.12 приведены кривые течения исходного и наводороженных образцов. В таблице 3.6 приведены количественные данные механических испытаний образцов из титана марки ВТ 1-0 исходного и с концентрацией введенного водорода от 0,003 до 0,207 мас. % на растяжение, в виде значений предела прочности и относительного удлинения до разрыва образцов. В соответствии с таблицей 3.6, предел прочности образцов из технически чистого титана с ростом концентрации водорода в диапазоне от 0,003 до 0,083 мас. % незначительно увеличивается, а относительное

Таблица 3.6 Изменение прочностных характеристик образцов титанового сплава ВТ1-0 при наводороживании

Концентрация водорода, мас. %	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %
0	253	42
0,003	257	42
0,0045	254	41
0,005	255	39
0,014	265	39
0,021	265	38
0,032	273	36
0,062	278	36
0,083	279	33
0,130	228 (хрупкое разрушение)	6,1 (хрупкое разрушение)
0,207	230 (хрупкое разрушение)	5,7 (хрупкое разрушение)

удлинение уменьшается. Это говорит об ухудшении пластических свойств, что можно объяснить ростом внутренних напряжений в металле вследствие образования гидридной фазы. При концентрации водорода, равной 0,130 мас. %, и более происходит хрупкое разрушение образцов на начальной (упругой) стадии деформации – практически до начала стадии пластического течения, что подтверждает вид поверхности разрушения. Характерные для таких высоких концентраций внедренного водорода выпадения гидридов блокируют механизмы пластической деформации в металле и являются центрами концентрации возникающих под действием внешней нагрузки макроскопических дефектов, что приводит к практически мгновенному хрупкому разрушению образцов.

3.5 Выводы

Использование разработанного ультразвукового стенда контроля для измерения скорости и коэффициента затухания рэлеевской волны в образцах из титанового сплава ВТ1-0 с разным содержанием водорода, позволило показать экспериментальные возможности ультразвукового стенда и подтвердить закономерности взаимодействия водорода и титанового сплава ВТ1-0.

Определены зависимости скорости распространения и коэффициента затухания рэлеевской волны в диапазоне концентраций водорода в титановом сплаве ВТ1-0 от 0 (состояние поставки) до 0,3 массовых процентов.

Впервые установлено, что в диапазоне концентраций водорода в титановом сплаве ВТ1-0 от 0 до 0,03 мас.% наблюдается уменьшение значения скорости рэлеевской волны в среднем на 0,15% относительно значения для исходных образцов. При увеличении содержания водорода в титановом сплаве ВТ1-0 до 0,28 мас.% происходит практически линейное увеличение скорости рэлеевской волны на 1,0%. Точка начала увеличения

скорости рэлеевской волны соответствует началу интенсивного образования гидридной фазы в образцах.

В диапазоне концентраций водорода от 0 до 0,005 мас.% коэффициент затухания рэлеевской волны уменьшается от значения 0,0111 Нп/мм до значения 0,0065 Нп/мм, что объясняется взаимодействием растворенного в металле водорода с дефектной структурой материала. Дальнейшее увеличение содержания водорода до 0,02 мас.% не оказывает влияния на значение коэффициента затухания рэлеевской волны. При увеличении концентрации водорода выше 0,03 мас.% происходит интенсивное образование гидридной фазы, о чем свидетельствует резкое увеличение коэффициента затухания рэлеевской волны. В диапазоне концентраций от 0,032 до 0,130 мас.% после скачкообразного увеличения коэффициента затухания до 0,026 Нп/мм, наблюдается уменьшение коэффициента затухания до величины 0,017 Нп/мм. Это обусловлено увеличением содержания гидридной фазы, вследствие чего гидридные выделения объединяются в более крупные образования, наступает стадия выраженного водородного охрупчивания. При содержании водорода в образцах 0,130 мас.% и более значение коэффициента затухания рэлеевской волны не меняется. В этом диапазоне концентраций водорода можно выделить два механизма: дальнейшее увеличение содержания гидридной фазы, что ведет к уменьшению коэффициента затухания, и вызванный ростом гидридов процесс образования макродефектов, повышающий коэффициент затухания. Полученные экспериментальные данные говорят о взаимной компенсации влияния обоих процессов на значение коэффициента затухания.

Выводы о влиянии водорода на изменение структурно-фазового состояния, акустические и физико-механические свойства титанового сплава ВТ1-0 подтверждаются результатами микроскопического, рентгеноструктурного исследований, а также механическими испытаниями исследованных образцов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Диссертационная работа посвящена разработке и применению ультразвуковых неразрушающих методов для исследования и контроля явления водородного охрупчивания в металлах и сплавах.

На основании проведенного обзора литературных источников были определены направления развития ультразвуковых методов контроля физико-механических свойств материалов, заданы основные требования к ультразвуковому стенду контроля для решения задач исследования взаимодействия систем металл-водород, выбрано использование рэлеевских поверхностных волн для решения задачи контроля плоских объектов малой толщины, а также предложены и обоснованы методики измерения параметров распространения рэлеевской волны в металлах и сплавах.

В соответствии с определенными требованиями, на основе современной приборной базы, разработан и реализован ультразвуковой стенд, предназначенный для измерения параметров распространения рэлеевской волны в металлах и сплавах. Стенд состоит из приборной части, реализующей акустический тракт стенда, и системы позиционирования, обеспечивающей высокоточное определение расстояния между излучательным и приемным пьезопреобразователями. Достигнутые на практике характеристики ультразвукового стенда соответствуют решаемым задачам, и требованиям предъявляемым к экспериментальным установкам для исследования влияния водорода на физико-механические свойства металлов и сплавов.

Для апробации возможностей разработанного ультразвукового стенда контроля было проведено экспериментальное исследование влияния водорода в титановом сплаве ВТ1-0 на скорость и коэффициент затухания рэлеевской волны. Определены зависимости скорости распространения и коэффициента затухания рэлеевской волны в диапазоне концентраций водорода в титановом сплаве ВТ1-0 от 0 (состояние поставки) до 0,3

массовых процентов. Комплексное применение полученных зависимостей параметров распространения поверхностной волны позволяет оценить содержание водорода в титановом сплаве ВТ1-0 и определить момент начала процесса водородного охрупчивания.

Выводы, сделанные на основании результатов исследований полученных ультразвуковыми методами, о влиянии водорода на изменение структурно-фазового состояния, акустические и физико-механические свойства титанового сплава ВТ1-0 подтверждаются результатами микроскопического, рентгеноструктурного исследований, а также механическими испытаниями исследованных образцов.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Остапчук, В.В. Материалы малой плотности и высокой удельной прочности в АКТ: учеб.пособие / В.В. Остапчук, Н.И. Семишев, А.А. Сидаченко. – Харьков: Нац. аэрокосм. ун-т “Харьк. авиац. ин-т”, 2006. - 77 с.
2. Титан и титановые сплавы для освоения месторождений нефти и газа на шельфе. Проекты, технологии, оборудование // Сфера Нефтегаз. - 2011. - № 5. - С. 80-82.
3. Водород в металлах : В 2-х т. : пер. с англ. / Под ред. Г. Алефельда, И. Фёлькиля. – М. : Мир, 1981.
4. Чернов, И. П. Методы исследования систем металл-водород / И.П. Чернов, Ю.П. Черданцев, Ю.И. Тюрин. – М.: Энергоатомиздат, 2004. - 270 с.
5. Данилов, В.Н. О некоторых особенностях сигнала прямого линейного преобразователя с фазированной решеткой в режиме излучения. – Дефектоскопия. – 2010 – № 10.– С. 59–74.
6. Bernus L. von, Bulavinov A., Dalichow M., Joneit D., Kröning M., Reddy K.M.: Sampling Phased Array: A New Technique for Signal Processing and Ultrasonic Imaging, In: Insight. Volume 48 (2006), Issue 9, P. 545-549.
7. Поляков, В.Н. Катастрофы трубопроводов большого диаметра. Роль полей водорода. // Проблемы прочности. 1995. – №1. – С.137–146.
8. Гадельшин, М.Ш. Водородное пластифицирование титановых сплавов / Гадельшин М.Ш., Анисимова Л.И., Бойцова Е.С. // Альтернативная энергетика и экология. 2004. Т.17, № 9. С. 26-29.
9. ГОСТ 19807-91 Титан и сплавы титановые деформируемые. Марки.
10. Гармата, В.А. Металлургия титана / В.А. Гармата, Б.С. Гуляницкий, В.Ю. Крамник. – М.: Metallurgy, 1967. – 643 С.
11. Меркулова, Г.А. Металловедение и термическая обработка цветных сплавов: учеб. пособие/ Г.А. Меркулова. – Красноярск: Сиб.федер.ун-т, 2008. – 312 С.

12. Давыденко, Л.В. и др. О возможности применения титановых сплавов в автомобилестроении// Автомобильная промышленность. – 2010. – №10. – С. 41-43.
13. Ильин, А.А. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства. / А.А. Ильин, Б.А. Колачев, И.С. Польшкин – М.: ВИЛС-МАТИ, 2009. – 520 с.
14. Колачев, Б.А. Титановые сплавы разных стран. / Б.А. Колачев, И.С. Польшкин, В.Д. Талалаев – М.: ВИЛС, 2000. – 316 С.
15. Колачев, Б.А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов / Б.А. Колачев, В.И. Елагин, В.А. Ливанов. – М.: МИСИС, 2005 – 432 С.
16. Колачев, Б.А. Механические свойства титана и его сплавов. / Б.А. Колачев, В.А. Ливанов, А.А. Буханова – М.: Металлургия, 1974. - 544 С.
17. Белов, С.П. Титановые сплавы. Металловедение титана и его сплавов./ С.П. Белов [и др.]; под ред. Б.А. Колачева, С.Г. Глазунова. – М.: Металлургия, 1992. – 352 С.
18. Лучинский, Г.П. Химия титана. – М.: Химия, 1971. - 471 С.
19. Корнилов, И.И. Титан. Источники, составы, свойства, металлохимия и применение. – М.: Наука, 1975. - 310 с.
20. Кренинг, М. Неравновесные системы металл-водород. Титан, нержавеющая сталь. / М. Кренинг [и др.]. – Томск: Изд-во Том.ун-та, 2002. - 350 С.
21. Мороз, Л.С. Титан и его сплавы. Т.1: Технически чистый титан / Л.С. Мороз [и др.]; под ред. Л. С. Мороз. – Л.: Судпромгиз, 1960. - 516 С.
22. Титан и его сплавы: Сб. статей / И.П. Бардин, А.В. Ревякин. – М.: Изд-во АН СССР, 1959. - С. 92.
23. Исакович, М. А. Общая акустика. – М.: Наука, 1973. – 502 С.
24. Гельд, П.В. Водород и физические свойства металлов и сплавов: Гидриды переходных металлов / П.В. Гельд, Р.А. Рябов, Л.П. Мохрачева. – М.: Наука, 1985. - 232 С.

25. Колачев, Б.А. Водородная хрупкость цветных металлов. – М.: Металлургия, 1966. - 239 С.
26. Ливанов, В.А. Водород в титане. / В.А. Ливанов, А.А. Буханова, Б.А. Колачев – М.: Металлургия, 1962. - 245 С.
27. Шоршоров, М.Х. Сварка титана и его сплавов. / М.Х.Шоршоров, Г.В.Назаров. – М.: Машгиз, 1959. - 136 С.
28. Молчанова, Е.К. Атлас диаграмм состояния титановых сплавов. – М.: Машиностроение, 1964. - 392 С.
29. Назаров, В.В. Экспериментальное исследование влияния водорода на ползучесть титановых сплавов // Физика прочности и пластичности материалов: сб. тез. XVIII Международной конференции. – Самара: Самарский гос. тех. ун-т, 2012. - С. 141.
30. Goltsov, V.A. History, ideology and prospects of the hydrogen treatment of materials – opening address // Intern. J. Hydrogen Energy. 1997. Vol. 22. P. 115-117.
31. Викторов, И.А. Физические основы применения ультразвуковых волн Рэлея и Лэмба в технике. – М.: Наука, 1966. - 168 С.
32. Сосин, А. Воздействие облучения на внутреннее трение, модуль упругости и магнитной последствие в металлах. В кн.: Микропластичность. / А. Сосин, Д.В. Кифер – М.: металлургиздат, 1972, с. 130 - 236.
33. Ботаки, А.А. Ультразвуковой контроль прочностных свойств материалов. / А.А. Ботаки, В.Л. Ульянов, А.В. Шарко – М.:Машиностроение, 1981. – 80 С.
34. Бергман, Л. Ультразвук и его применение в науке и технике, пер. с нем., 2 изд., – М.:Иностран.лит., 1957 – 728 С.
35. Труэлл, Р., Эльбаум Ч., Чик, Б. Ультразвуковые методы в физике твердого тела. / Труэлл, Р., Эльбаум Ч., Чик, Б. – М.: Мир, 1972. – 308 С.
36. Красильников, В. А. Введение в физическую акустику. / В.А. Красильников, В.В. Крылов – М.: Наука, 1984. – 400 С.

37. Бреховских, Л.М. Волны в слоистых средах. – М.: Наука, 1973. – 343 С.
38. Бергман, Л. Ультразвук и его применение в науке и технике. – М.: Иностран. лит., 1957. – 726 С.
39. Викторов, И.А. Звуковые поверхностные волны в твердых телах. – М.: Наука, 1981. – 287 С.
40. Постников, В. С. Внутреннее трение в металлах. – М.: Metallurgy, 1963. – 350 С.
41. Ниблетт, Д. Внутреннее трение в металлах связанное с дислокациями. / Д. Ниблетт, Дж Уилкс. //Успехи физических наук. 1963 г. Т. LXXX, вып. 1. – С. 125 – 187
42. Внутреннее трение металлов: сборник статей /пер. с англ. Ю.Х. Векилова; под ред. Б.Н. Финкельштейна. – М.: Metallurgizdat, 1963. – 128 С.
43. Minton, C.F. Inspection of metals with ultrasonic surface waves. – Nondestruct. Test., 1954, 12, N 4, p. 13 – 16.
44. Шкарлет, Ю. М. Закономерности возбуждения акустических поверхностных волн электромагнитным полем. // Дефектоскопия, 1974, № 4, С. 12 – 20.
45. Talaat, H. Phase-matched electromagnetic generation and detection of surface elastic waves on nonconducting solids. / Talaat H., Burstein E. // J. Appl. Phys., 1974, 45, N 10, p. 4360 – 4362.
46. Thompson, R.B. Strain dependence of electromagnetic generation of ultrasonic surface waves in ferrous metals. // Appl. Phys. Lett., 1976, 28, N 9, p. 483 – 485.
47. Cook, E.G. Surface waves at ultrasonic frequencies. / E.G. Cook, H.E. Valkenburg // ASTM Bull., 1954, N 198, p. 81 – 84.
48. А.с. 162373 (СССР). Возбудитель (приемник) ультразвуковых поверхностных волн / А. Г. Соколинский. Заявл. 24.06.58, № 469139/26; Оpubл. в Б. И. 1964, № 9.

49. Gomez, T. Ultrasonic evaluation of creep damage in steel / T. Gomez Alvarez-Arenas, E. Riera-Franco de Sarabia, J.A. Gallego-Juarez // *Ultrasonics* - 1993. – Vol. 31. – N. 3. – P. 155 – 159.
50. Полетика, И.М. Об ультразвуковом контроле неоднородности механических свойств горячепрокатной стали / И.М. Полетика // *Журнал технической физики*. - 2001. - Т. 71. - Вып. 3. - С. 37-40.
51. Крауткремер, Й. Ультразвуковой контроль материалов / Й. Крауткремер, Г. Крауткремер; пер. с нем. – М.: Металлургия, 1991. – 752 С.
52. Gomes, P.M. Characterization of hydrogen concentration in Zircaloy-4 using ultrasonic techniques / P.M. Gomes, G. Domizzi, M.I. Lopez Pumagera, J.E. Ruzzante // *Journal of Nuclear Materials* – 2006. – Vol. 353. – P. 167-176.
53. Chunjie, Ye. Experimental study of hydrogen embrittlement on AISI 304 stainless steels and Rayleigh wave characterization / Ye Chunjie, Kan Wenbin, Li Yongfeng, Pan Hongliang // *Engineering Failure Analysis* – 2013. – Vol. 34. – P. 228-234.
54. Yebo, Lu. Effect of hydrogen concentration on the ultrasonic propagation properties in 304 stainless steel / Lu Yebo, Kan Wenbin, Pan Hongliang // *International Conference on Fracture - ICF12, - Ottawa 2009]*
55. Bleuze, A. On-stream Inspection for High Temperature Hydrogen Attack / A. Bleuze, M. Cence, D. Schwartz, G. Chelminiak // *European Conference for Non-destructive Testing - Berlin, September 2006*.
56. Hirsekorn, S. Ultrasonic methods to detect and evaluate damage in steel / S. Hirsekorn, Van andel, U. Netzelmann // *Nondestructive Testing and Evaluation* – 1998. – Vol. 15. – p. 373-393.
57. Гаранин, Г.В. Лабораторная установка для измерения скорости распространения ультразвуковых волн в наводороженных металлах [Электронный ресурс] / Г.В. Гаранин, В.В. Ларионов, А.М. Лидер // *Вестник науки Сибири: электронный научный журнал / Томский политехнический университет (ТПУ)*. — 2012. — № 3 (4). — [С. 55-60]. — Заглавие с титульного листа. — Свободный доступ из сети Интернет.

58. Патент № 2501006 С1, МПК G01N 11/02 / Гаранин Г.В., Лидер А.М., Ларионов В.В. Способ идентификации водородного охрупчивания легких сплавов на основе титана. Изобретения. Полезные модели. – 2013 – №12. Электронный ресурс / http://www1.fips.ru/Electronic_bulletin/Inventions_and_utility_models/31_13/Index_ru.htm
59. Гаранин, Г.В. Установка для определения содержания водорода в металлах ультразвуковым методом / Гаранин Г.В., Ларионов В.В., Лидер А.М. // Приборы и техника экспериментов. – 2013. – №1. – С.144–145.
60. Муравьев, В.В. Скорость звука и структура сталей и сплавов. / В.В. Муравьев, Л.Б. Зуев, К.Л. Комаров – Новосибирск: Наука. – 1996. – 185 С.
61. ГОСТ 6507-90 Микрометры.
62. Частотомер электронно-счетный ЧЗ-85/3. Руководство по эксплуатации. М.: ЗАО “ПриСТ”. – 2007. – 64 с
63. Базылев, П.В. Эталонная установка для комплексного измерения акустических параметров в конденсированных средах / П.В. Базылев, А.И. Кондратьев, В.А. Луговой // III Российская научно-техническая конференция «Разрушение, контроль и диагностика материалов и конструкций» - 2007 С 2297749-КХ Хабаровск, Россия
64. Теодорович, С.Б. Способ измерения параметров затухания упругих волн // Дефектоскопия. – 2003. – №6. – с. 18-28
65. Китайгородский, А.И. Рентгеноструктурный анализ мелкокристаллических и аморфных тел / А. И. Китайгородский. – М. ; Л. : Гостехиздат, 1952. - 588 С.
66. Горелик, С.С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ / С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев – М.: МИСиС. – 1994. – 328 С.

67. Миркин, Л.И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. – М.: Физматлит, 1961. - 863 С.
68. Бокий, Г.Б. Рентгеноструктурный анализ / Г.Б. Бокий, М.А. Порай-Кошиц – М.: Изд-во МГУ. – 1964. – Т. 1. – С. 620.
69. Гулидова, Л.В. Применение автоматизированного комплекса GAS Reaction Controller для исследования материалов-накопителей водорода / Л.В. Гулидова, В.Н. Кудияров, Н.А. Дуброва, А.М. Лидер // Альтернативная энергетика и экология. - 2013 - №. 3-2. - С. 32-35
70. Кудияров, В.Н. Изучение процессов сорбции и десорбции водорода при помощи автоматизированного комплекса Gas Reaction Controller / В.Н. Кудияров, А.М. Лидер // Фундаментальные исследования. - 2013. - №. 10 - С. 3466-3471.
71. ГОСТ 1497-84. Металлы. Методы испытаний на растяжение.
72. PDF-4. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.icdd.com/products/pdf4.htm>, свободный. – Загл. с экрана.
73. POWDER CELL 2.4. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://sites.google.com/site/ipprsoft/crystal-structure>, свободный. – Загл. с экрана.
74. Владимирова, В.В. Программно-аппаратный комплекс измерения скорости звука в металлах и сплавах // XV Международная научно-практическая конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Современные техника и технологии», 4 –8 мая 2009 г. Труды в 3-х т. – Томск: Изд-во ТПУ, 2009.
75. Владимирова, В.В. Разработка программного комплекса стенда акустических измерений // Перспективы развития фундаментальных наук: труды V международной конференции студентов и молодых учёных. – Томск: Изд-во ТПУ, 2009.
76. Model 8500 50MHz Single/Dual Channel Pulse Generator [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.taborelec.com/8500>, свободный. – Загл. с экрана.

77. TDS2000C Digital Storage Oscilloscope [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.tek.com/oscilloscope/tds2000-digital-storage-oscilloscope>, свободный. – Загл. с экрана.
78. ЧЗ-85/3 Частотомер электронно-счётный [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.prist.ru/produce.php/card/meas.htm?id=1825495058#t=main>, свободный. – Загл. с экрана.
79. 33250A Генератор сигналов стандартной/произвольной формы, 80 МГц [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.keysight.com/en/pd-1000000803:epsg:pro-pn-33250A/function-arbitrary-waveform-generator-80-mhz?&cc=RU&lc=rus>, свободный. – Загл. с экрана.
80. 8MT175 - Motorized Linear Stages [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.standa.lt/products/catalog/motorised_positioners?item=60, свободный. – Загл. с экрана.
81. National Instruments PCI-7334 [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://sine.ni.com/nips/cds/view/p/lang/ru/nid/7191>, свободный. – Загл. с экрана.
82. National Instruments MID-7602 [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://sine.ni.com/nips/cds/view/p/lang/ru/nid/3852>, свободный. – Загл. с экрана.
83. Ильин, А.А. Водородная обработка материалов: Исторический аспект и теоретические основы (обзор современного состояния) / А.А. Ильин, М.В. Гольцова // *Металловедение и термическая обработка металлов*. – 2008. – №. 6. – С. 3-6.
84. Ильин А.А., Колачев Б.А., Носов В.К., Мамонов А.М. Водородная технология титановых сплавов. – М.: МИСиС, 2002. — 392 С.
85. Колачев, Б.А. Сплавы-накопители водорода. Справочник. / Б.А. Колачев, Р.Е. Шалин, А.А. Ильин – М.: *Металлургия*. 1995. — 384 С.
86. Нечаев, Ю.С. Физические комплексные проблемы старения, охрупчивания и разрушения металлических материалов водородной

- энергетики и магистральных газопроводов // Успехи физических наук. – 2008. – Т. 178. – №. 7. – С. 709-726.
87. Гаранин, Г.В. Неразрушающие методы контроля водородного охрупчивания конструкционных материалов / Чернов И.П., Черданцев Ю.П., Мамонтов А.П., Панин А.В., Никитенков Н.Н., Лидер А.М., Гаранин Г.В. и др. // Альтернативная энергетика и экология. – 2009. – № 2. – С. 15–22.
88. Гаранин, Г.В. Метод ультразвукового определения водорода в материалах и изделиях на основе титана / А.М. Лидер, В.В. Ларионов, Г.В. Гаранин, М.Х. Кренинг // Журнал технической физики. – 2013 – Т. 83. – Вып. 9. – С. 157 – 158.
89. Леманов, В.В. Гиперзвуковые волны в кристаллах / В.В. Леманов, Г.А. Смоленский // Успехи физических наук. – 1972. – Т. 108. – №. 3. – С. 465 – 501.
90. Гаранин, Г.В. Изучение накопления дефектов на поверхности и в объеме нержавеющей стали при электролитическом насыщении водородом / И.П. Чернов, Ю.П. Черданцев, А.М. Лидер, Г.В. Гаранин, М. Кренинг, Х. Баумбах // Труды Третьей международной конференции «Водородная обработка материалов, Часть.2». – Донецк, 2001.– С. 355–356.
91. Гаранин, Г.В. Исследование динамики образования трещин в нержавеющей стали и титане при насыщении водородом / И.П. Чернов, Ю.П. Черданцев, А.М. Лидер, Н.Н. Никитенков, Г.В. Гаранин, М.Х. Кренинг, Х. Баумбах // Физика и химия обработки материалов. – 2001. – № 2. – С. 18-25.
92. Гаранин, Г.В. Накопление дефектов в титане при электролитическом насыщении водородом / И.П. Чернов, Ю.П. Черданцев, А.М. Лидер, Г.В. Гаранин, М. Кренинг, Х. Баумбах // Водородная обработка материалов: труды 3 Международной конференции "ВОМ-2001", Донецк - Мариуполь, 14-18 мая 2001 г.. — Донецк: Типография "Норд Компьютер", 2001. — С. 357-358.

93. Гаранин, Г.В. Дефекты в титане, инициированные водородом / И.П. Чернов, Ю.П. Черданцев, А.М. Лидер, Н.Н. Никитенков, Г.В. Гаранин, М. Кренинг, А.С. Сурков // Физическая мезомеханика. – 2001. – Т. 3, № 6. С. 97–103.
94. Garanin, G.V. Dynamics of Defects Accumulation During Hydrogen Charge of Titanium and Stainless steel / I.P. Chernov, Y. P. Cherdantzev, A.M. Leader, N.N. Nikitenkov, G.V. Garanin // The 5 Korea-Russia Int. Symposium on Sci. And Technology. Proceedings KORUS-2001. – Tomsk, 2001. – P. 241–244.
95. Гаранин, Г.В. Воздействие электронов на титан, насыщенный водородом / И.П. Чернов, Ю.П. Черданцев, А.М. Лидер, Г.В. Гаранин, А.С. Сурков, К. Добман // Proceedings of 12th International Conference on Radiation Physics and Chemistry of Inorganic Materials. - Tomsk: TPU, 2003. – P. 527–531.
96. Гаранин, Г.В. Исследование корреляции между скоростью звука и временем жизни позитронов в титане в зависимости от содержания водорода и величины пластической деформации / И.П. Чернов, Ю.П. Черданцев, А.М. Лидер, Г.В. Гаранин, А.С. Сурков, К. Добман // Тезисы докладов XXXIII Международной конференции по физике взаимодействия заряженных частиц с кристаллами. – Москва: УНЦДО, 2003. – С. 119.
97. Гаранин, Г.В. Миграция и выход водорода из титана под действием рентгеновского излучения / И.П. Чернов, А.М. Лидер, Г.В. Гаранин, Ю.И. Тюрин, Ю.П. Черданцев // Тезисы докладов XXXIV международной конференции по физике взаимодействия заряженных частиц с кристаллами. – Москва: УНЦ ДО, 2004. – С. 139.
98. Гаранин, Г.В. Влияние водорода и механических напряжений на скорость звука в титане и нержавеющей стали / И.П. Чернов, Ю.П. Черданцев, Г.В. Гаранин, А.М. Лидер, А.С. Сурков // Альтернативная энергетика и экология. – 2005. – вып. 5. – С. 45–49.

99. Гаранин, Г.В. Исследование динамики накопления и влияния водорода на механические свойства стали 12X18H10T / И.П. Чернов, Ю.П.Черданцев, А.М. Лидер, Н.Н. Никитенков, Г.В. Гаранин, А.В. Панин, М.С. Казаченок // Тезисы докладов «Международная конференция по физической мезомеханике, компьютерному конструированию и разработке новых материалов». – Томск: ИФПМ СО РАН, 2006. – С. 219–220.
100. Гаранин, Г.В. Исследования накопления водорода в циркониевом сплаве методом термостимулированного газовыделения / Н.Н. Никитенков, И.П. Чернов, Ю.И. Тюрин, Г.В. Гаранин, А.В. Скирневский, А.М. Лидер, Ю.П. Черданцев // Известия Томского политехнического университета. – 2006. – Т.309. – № 4. – С. 52–55.
101. Гаранин, Г.В. Механизм неравновесной миграции водорода в металлах под действием ионизирующего излучения / И.П. Чернов, Ю.М. Коротеев, О.В. Гимранова, Г.В. Гаранин // Альтернативная энергетика и экология. – 2006. – Т. – № 8(40). – С. 91–94.
102. Гаранин, Г.В. Влияние электролитического наводораживания на деформационное поведение циркониевого сплава Э-125 / М.С. Казаченок, А.В. Панин, К.В. Оскомов, И.П. Чернов, А.М. Лидер, Н.Н. Никитенков, Ю.П. Черданцев, Г.В. Гаранин // Физическая мезомеханика. — 2006. — Т. 9, № СпецВ. — С. 115-118.
103. Гаранин, Г.В. Поведение водорода в нержавеющей стали в процессе радиационного воздействия / И.П. Чернов, Ю.П. Черданцев, А.М. Лидер, Г.В. Гаранин, А.А. Сурков // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2007. - Т.12. – № 7. – С. 10–18.
104. Гаранин, Г.В. Влияние водорода, термического отжига и радиационного воздействия на текстуру металлов / И.П. Чернов, Ю.П. Черданцев, А.М. Лидер, Г.В. Гаранин, А.К. Ган, Н.С. Томина // Тезисы докладов XXXVIII

международной конференции по физике взаимодействия заряженных частиц с кристаллами.– М.: Университетская книга, 2008. – С. 108.

105. Гаранин, Г.В. Применение акустических методов для изучения релаксационных явлений в титане при рентгеновском облучении в процессе пластической деформации / Г. В. Гаранин, И.П. Чернов, Ю.П. Черданцев, А.М. Лидер // Тезисы докладов 39 Международной конференции по физике взаимодействия заряженных частиц с кристаллами (Москва 26 мая - 28 мая 2009 г.) / Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова (МГУ), Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д. В. Скобельцына (НИИЯФ) ; под ред. проф. А. Ф. Тулинова. — М.: Университетская книга, 2009. — С. 145.
106. Гаранин, Г.В. Физические свойства насыщенных водородом металлов и сплавов: специализированный физический практикум [Электронный ресурс]: практикум / И. П. Чернов, Ю.П. Черданцев, А.М. Лидер, Г.В. Гаранин; Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ТПУ). — 1 компьютерный файл (pdf; 5.65 МВ). — Томск: Изд-во ТПУ, 2009. — С. 235. Заглавие с титульного экрана. — Доступ из корпоративной сети ТПУ. Режим доступа: <http://www.lib.tpu.ru/fulltext2/m/2012/m155.pdf>
107. Гаранин, Г.В. Диффузия водорода в металлах под действием ионизирующего и акустического излучения / Г.В. Гаранин, В.В. Ларионов, Е.А. Складорова // Ред. журн. «Изв. вузов. Физика. – Томск, 2010 – 15с. Деп. в ВИНТИ, 15.02.10. № 66–2010В.
108. Гаранин, Г.В. Моделирование процесса термостимулированной десорбции водорода в металлах и сплавах численными методами / Н.А. Евтеева, Ю.П. Черданцев, А.М. Лидер, И.П. Чернов, Г.В. Гаранин, Н.А. Дуброва, Н.С. Пушилина // Известия Томского политехнического университета [Известия ТПУ] / Томский политехнический университет

- (ТПУ). — 2010. — Т. 317, № 2: Математика и механика. Физика. — С. 147-152.
109. Гаранин, Г.В. Миграция водорода в металлах при сопряженном воздействии акустического и радиационного излучения / А.М. Лидер, М. Кренинг, В.В. Ларионов, Г.В. Гаранин // Журнал технической физики / Российская академия наук (РАН), Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе (ФТИ). — 2011. — Т. 81, вып. 11. — С. 89-93
110. Гаранин, Г.В. Влияние водорода на коррозию металлов из легких сплавов при их обработке ионизирующим излучением / А.М. Лидер, В.В. Ларионов, Г.В. Гаранин, А.В. Панин // Коррозия: материалы, защита. — 2014. — №6. — С. 36–42.
111. Garanin, G.V. Effects of hydrogen on the corrosion of titanium as the are processed by ionizing radiation / A.M. Lider, A.V. Panin, V.V. Larionov, G.V. Garanin // International Congress on Energie Fluxes and Radiation Effects: Abstracts. — Tomsk: Publishing House of IAO SB RAS, 2014. — p.509.
112. Garanin, G.V. The laboratory device for measuring the propagation velocity of ultrasonic waves in hydrogenated metals. / Lider A.M. , Larionov V.V., Garanin G.V. // International Congress on Energie Fluxes and Radiation Effects: Abstracts. — Tomsk: Publishing House of IAO SB RAS, 2014. — p.528.
113. Патент № 2498282 С1, МПК. G01N 27/02 – (2006.1). Способ определения содержания водорода в титане / Лидер А.М., Ларионов В.В., Гаранин Г.В. Бюллетень № 31 от 10.11.2013. — С. 557–558. Электронный ресурс http://www1.fips.ru/Electronic_bulletin/Inventions_and_utility_models/31_13/Index_ru.htm
114. Yang, Che-Hua. Characterization of hydrogen concentration in Zircaloy claddings using a low-frequency acoustic microscope with a PVDF/LFB transducer / Che-Hua Yang, Ming-Fong Huang. // Journal of Nuclear Materials – 2004. – Vol. 335. – P. 359-365.

115. Феодосьев, В.И. Сопротивление материалов: Учеб.: для вузов. – 14-е изд., исправл.– М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2007. – 592 с.
116. Liangshun, Luo. Formation of titanium hydride in Ti-6Al-4V alloy / Liangshun Luo, Yanqing Su, Jingjie Guo, Hengzhi Fu // Journal of Alloys and Compounds 425 (2006) P.140 – 144.
117. Shan, D.B. Microstructural evolution and formation mechanism of FCC titanium hydride in Ti-6Al-4V-xH alloys / D.B. Shan, Y.Y. Zong, T.F. Lu, Y. Lv // Journal of Alloys and Compounds 427 (2007) P.229 – 234.
118. Eliezer, D. Hydrogen cracking in titanium-based alloys / E Tal- Gutelmacher, D. Eliezer // Proceedings of the 9th International Symposium on Metal-Hydrogen Systems, Fundamentals and Applications (MH2004), Journal of Alloys and Compounds 404-406 (2005) P.621 – 625.
119. Курков, А.В. О возможности экспресс-контроля среднего размера зерна металлопроката. // Дефектоскопия, 2008, Т. 44, № 1, С. 51 – 56.
120. Cherrouf, Z. The Steel Grain Magnification Influence on the Ultrasound wave attenuation / Z. Cherrouf, N. Ouali, S. Ouallam, G. Kamel // Proceedings of 15th World Conference on Non-Destructive Testing, 2000.
121. Bhattacharjee, A. Correlating ultrasonic attenuation and microtexture in a near-alpha titanium alloy / A. Bhattacharjee, A.L. Pilchak, O.I. Lobkis, J.W. Foltz, S.I. Rokhlin, and J.C. Williams // Metallurgical and materials transactions A, Vol. 42A, August 2011, P. 2358 – 2372.
122. Zeng, F. Ultrasonic Attenuation Due to Grain Boundary Scattering in Pure Niobium. / Zeng F., Agnew S.R., Raeisinia B., Ganapati R. Myneni. // J. Nondestructive Evaluation. 29 (2010) P. 93–103.
123. Kwun, S.I. Ultrasonic nondestructive evaluation of microstructure and strength of carbon steel / S.I. Kwun, S.T. Hong, W.Y. Choo // Journal of material science letters / 2000. – Vol. 19, - Issue 16, - P. 1453-1456.
124. Семухин, Б.С. Скорость ультразвука в низкоуглеродистой стали, деформируемой на нижнем пределе текучести / Б.С. Семухин, Л.Б. Зуев,

- К.И. Бушмелева // Прикладная механика и техническая физика - 2000. – Т. 41, № 3. – С. 197 – 201.
125. Зуев, Л.Б. О возможности оценки прочности металлов и сплавов неразрушающим ультразвуковым методом / Л.Б. Зуев, Б.С. Семухин, А.Г. Лунев // Прикладная механика и техническая физика - 2002. – Т. 43, № 1. – С. 202 – 204.
126. Pecorari, C. Assessment of Steels ageing by Rayleigh wave velocity measurements / C. Pecorari, X. Gros, B. Acosta, L. Debarberis, M. Beers, G. Manna // Proceedings of 15th World Conference on Non-Destructive Testing, 2000.
127. Dea, P.K. Assessment of hydrogen levels in Zircaloy-2 by non-destructive testing / P.K. Dea, John T. Johna, S. Banerjee, T. Jayakumarb, M. Thavasimuthub, Baldev Raj // Journal of Nuclear Materials – 1998. – Vol. 252. – P. 43-54.
128. Krüger, S.E. Hydrogen damage detection by ultrasonic spectral analysis / S.E. Krüger, J.M.A. Rebelloa, P.C. de Camargo // Nondestructive Testing and Evaluation International – 1999. – Vol. 32. – p. 275-281.
129. Кормильцин, Г.С. Основы диагностики и ремонта химического оборудования: учеб. пособие / Г.С. Кормильцин. – Тамбов: Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 2007. – 120 с.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2501006

**СПОСОБ ИДЕНТИФИКАЦИИ ВОДОРОДНОГО
ОХРУПЧИВАНИЯ ЛЕГКИХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ
ТИТАНА**

Патентообладатель(ли): *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Национальный исследовательский Томский политехнический университет" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2012126789

Приоритет изобретения 26 июня 2012 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации 10 декабря 2013 г.

Срок действия патента истекает 26 июня 2032 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Б.П. Симонов



ПРИЛОЖЕНИЕ Б



УТВЕРЖДАЮ
Директор ФТИ ТПУ
К.ф.-м.н., доцент
О.Ю. Долматов
8.12 2015 г.

Акт

внедрения результатов диссертационной работы

Гаранина Георгия Викторовича

Комиссия в составе:

председатель: зав. кафедрой ОФ, к.ф.-м.н., доцент Лидер А.М., члены комиссии: профессор кафедры ОФ, д.ф.-м.н., Крючков Ю.Ю., профессор кафедры ОФ, д.п.н. Ларионов В.В. составили настоящий акт о том, что результаты диссертационной работы Гаранина Г.В. «УЛЬТРАЗВУКОВОЙ СТЕНД КОНТРОЛЯ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ (НА ПРИМЕРЕ СИСТЕМЫ ТИТАН-ВОДОРОД)», представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.13 – приборы и методы контроля природной среды, веществ, материалов и изделий, используются в учебном процессе на кафедре общей физики Томского политехнического университета в методических материалах дисциплины: «Специальный физический практикум», а также при выполнении магистерских диссертаций студентами кафедры.

Председатель комиссии

А.М. Лидер

Члены комиссии

Ю.Ю. Крючков

В.В. Ларионов