

## Акустическая эмиссия гафния при деформации растяжением

П. И. Стоев, М. П. Старолат, А. А. Васильев, С. В. Ховрич, К. В. Ковтун

Национальный научный центр “Харьковский физико-технический институт”, Харьков, Украина

*Исследована зависимость акустической эмиссии прокатанного гафния ГФЭ-1 при деформации растяжением от его структурного состояния. Установлена корреляция между структурой материала, уровнем механических свойств и значениями акустических параметров. Акустическая эмиссия гафния в нерекристаллизованном состоянии при деформации растяжением регистрируется только на стадиях, предшествующих разрушению. После рекристаллизационных отжигов при температуре 1123 и 1373 К акустическая эмиссия проявляется на всех стадиях деформации растяжением. Наибольшая активность акустической эмиссии в гафнии наблюдается на стадии перехода от упругой деформации к упругопластической.*

**Ключевые слова:** акустическая эмиссия, гафний, деформация, рекристаллизация, активность акустической эмиссии.

**Введение.** В настоящее время гафний широко используется в регулирующих стержнях атомных реакторов, в нейтронно-поглощающих контейнерах, при создании специальных сплавов [1–3]. Успешное применение и расширение областей его использования в различных отраслях техники требует дальнейшего исследования влияния структурных факторов на физико-механические свойства материала.

Ряд работ, выполненных в последнее время [4–7], посвящен изучению механизмов пластической деформации гафния в зависимости от структурного состояния и условий испытаний. Для исследования процессов пластической деформации и разрушения металлов, а также контроля структурного состояния материалов широко применяется метод акустической эмиссии (АЭ) [8–11]. Это обусловлено тем, что сигналы АЭ генерируются практически при всех физических процессах, протекающих в материале при приложении нагрузки. В связи с этим большой интерес представляют исследования акустической эмиссии металлических материалов, находящихся в разных структурных состояниях, а именно: после деформационной обработки и рекристаллизации. Ранее [12–14] выполнены исследования по изучению АЭ циркония и титана, металлов с такой же ГПУ-кристаллической решеткой, как у гафния. Однако при этом уделялось мало внимания состоянию микроструктуры исследуемых материалов. Данных об изучении АЭ гафния и его сплавов не обнаружено авторами настоящей работы.

Целью работы является исследование АЭ прокатанного гафния сорта ГФЭ-1 в зависимости от структурного состояния материала в процессе деформирования растяжением.

**Материал и методики исследований.** Объектом исследования служил гафний ГФЭ-1, полученный методом кальциетермического восстановления. Из гафния электронно-лучевой плавкой был получен слиток, из которого методом горячейковки изготавливали сляб, который затем прокатывали в

полосу толщиной 5 мм. После рекристаллизационного отжига полосу прокатывали при 673 К в лист толщиной 2,2 мм, что соответствует деформации 56%. Образцы сечением  $2,2 \times 4$  мм и начальной расчетной длиной 27 мм для испытаний на растяжение с одновременной регистрацией АЭ вырезали из листа вдоль направления прокатки методом электроискровой резки. Испытания проводили на универсальной испытательной машине У10-1 со скоростью деформации  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  при комнатной температуре. При растяжении образцов синхронно регистрировали параметры деформирования и акустической эмиссии.

Для получения различного структурного состояния образцы отжигали при  $T = 973 \text{ К}$  в течение 1 ч, при  $T = 1123 \text{ К}$  – 2 ч и при  $T = 1373 \text{ К}$  – 5 ч в вакууме ( $1 \cdot 10^{-5}$  мм рт.ст.) в стружке циркония с целью предотвращения окисления. Микроструктуру образцов деформированного и отожженного гафния контролировали методами оптической и электронной микроскопии. Перед испытаниями образцы подвергали механической шлифовке и химической полировке в водной смеси азотной и плавиковой кислот.

Акустическую эмиссию регистрировали посредством многоканального акустического комплекса М 400, позволяющего разделять сигналы АЭ в зависимости от их амплитуды. В качестве датчика АЭ использовали пьезокерамический преобразователь из керамики ЦТС-19 с резонансной частотой 180 мГц. Датчик крепился к исследуемому образцу с помощью слоя акустической смазки специальным держателем, который обеспечивал одинаковое усилие прижатия. Сбор, обработку и анализ результатов параметров акустической эмиссии и деформации проводили с помощью ЭВМ. Для оценки среднего энергетического вклада одного сигнала в любой момент времени испытания рассчитывали среднюю амплитуду импульса АЭ [14].

**Экспериментальные результаты и их обсуждение.** На рис. 1 представлены кривые растяжения образцов гафния после прокатки и отжига при температуре 973, 1123 и 1373 К. Там же для соответствующих образцов приведены зависимости величины активности АЭ от деформации.

В образцах, отожженных при температуре 1123 и 1373 К, активность АЭ в области деформации около 2% настолько высока, что превышает верхнюю границу регистрации аппаратуры. Поэтому на кривых зависимости активности АЭ от деформации в этой области поставлен разрыв (рис. 1, в, з).

На рис. 2 приведена структура материала после деформации и отжига при различной температуре.

Сравнительный анализ экспериментальных результатов свидетельствует о следующих особенностях в характере изменения механических характеристик и акустических параметров гафния при деформировании растяжением.

После прокатки материал обладает высокой прочностью и небольшим относительным удлинением (~11%). Активность АЭ в течение всего процесса растяжения таких образцов очень низкая и начинает увеличиваться только на стадии их разрушения, вероятно, из-за образования и распространения трещин (рис. 1, а). В таблице представлены значения механических характеристик образцов гафния в деформированном и отожженном состоянии. Отжиг при 973 К в течение 1 ч приводит к снижению пределов прочности и текучести, в то время как удлинение увеличивается до 19%.

**Механические свойства гафния после прокатки и отжига при различной температуре**

Состояние образца	$\sigma_{в}$ , МПа	$\sigma_{т}$ , МПа	$\delta$ , %
После прокатки	980	675	11,2
Отжиг (К) при			
973	640	490	19,0
1123	560	290	35,0
1373	500	230	9,3

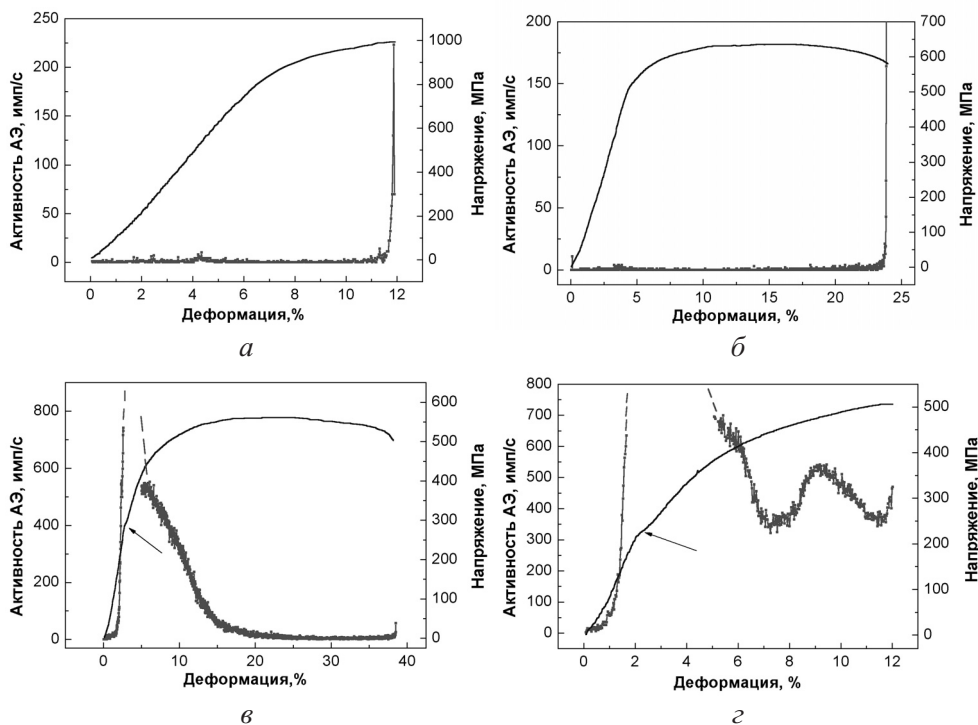


Рис. 1. Кривые растяжения образцов гафния после прокатки (а) и отжига при 973 (б), 1123 (в) и 1373 К (г) и зависимость активности АЭ от деформации.

Характер зависимости активности АЭ от деформации для отожженных при 973 К образцов гафния такой же, как и для прокатанного материала: низкие абсолютные значения в течение всего процесса растяжения и резкий рост активности АЭ в области предразрушающих нагрузок (рис. 1,б).

При изучении зависимости параметров АЭ от степени деформации у многих конструкционных материалов при повторном нагружении наблюдается эффект отсутствия генерации сигналов АЭ до момента достижения повторной нагрузкой величины первого нагружения (эффект Кайзера) [15].

Низкие абсолютные значения активности АЭ у исходных и отожженных при 973 К образцов гафния, а также их рост при высоких напряжениях (в области разрушения), по нашему мнению, обусловлены особенностью структуры, которая формируется в листах гафния при предварительной механико-термической обработке и последующих отжигах, и проявлением эффекта Кайзера.

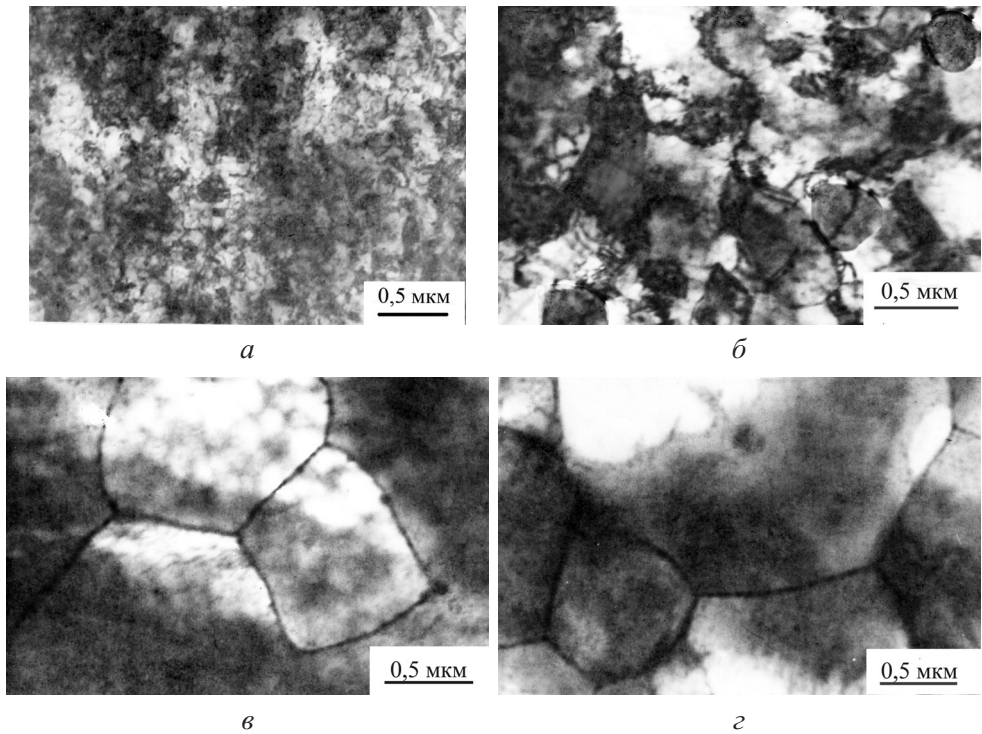


Рис. 2. Структура графния после деформации и отжига при различной температуре: *a* – после прокатки; *б, в, г* – после отжига при 973, 1123 и 1373 К соответственно.

Из результатов, представленных на рис. 2,*a*, видно, что для образцов графния после прокатки характерна структура, состоящая из дислокационных сплетений, плотность которых составляет  $1 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$ . Отжиг деформированного графния при 973 К приводит к образованию ячеистой структуры с размером ячеек  $\sim 0,3 \text{ мкм}$  (рис. 2,*б*). Анализ электронограмм, полученных при электронно-микроскопических исследованиях, показывает, что угловая ориентировка между возникающими блоками очень мала (несколько градусов), и ориентация плоскости прокатки листа близка к плоскости базиса ГПУ-решетки графния.

В данном случае эффект Кайзера обусловлен тем, что первичное нагружение в материале создается при деформации в процессе прокатки листа графния. Поэтому отсутствие сигналов АЭ у исходных образцов графния при растяжении, по-видимому, свидетельствует о том, что в течение всего процесса растяжения абсолютные значения прикладываемой внешней нагрузки к материалу не превышают уровень напряжений, внесенных прокаткой. Наблюдаемое увеличение активности АЭ перед разрушением, на наш взгляд, вызвано появлением новых источников генерации сигналов АЭ в материале, связанных с началом процессов трещинообразования и распространения трещин.

После отжига при температуре 973 К внутренние напряжения частично снимаются, материал разупрочняется и растет его пластичность. Низкие абсолютные значения активности АЭ при деформации образцов графния, отожженных при 973 К, можно объяснить отсутствием сформировавшейся зеренной

структуры. Пластическая деформация при растяжении таких образцов осуществляется вследствие скольжения внутри сформировавшихся ячеек (~300...500 нм) и преобразования структуры стенок ячеек в результате взаимодействия со скользящими дислокациями. Малые пути скольжения дислокаций не приводят к большим смещениям в кристаллической решетке и не сопровождаются существенной АЭ. В этом случае деформация материала приводит к генерации сигналов, амплитуда которых ниже порога чувствительности регистрирующей АЭ аппаратуры. Подобное явление наблюдается, например, в материалах с мелкозернистой структурой при исследовании процессов сверхпластической деформации [16].

Отжиг предварительно прокатанного гафния при температуре выше 1123 К приводит к собирательной рекристаллизации. Размер зерен у образцов гафния увеличивается с повышением температуры отжига. Так, после отжига при 1123 К в течение 2 ч и при 1373 К в течение 5 ч средний размер зерен составляет ~11 и 35 мкм соответственно.

Зеренная структура рекристаллизованных образцов гафния характеризуется тем, что плотность дислокаций внутри зерен низкая ( $\sim 10^8 \text{ см}^{-2}$ ) по границам зерен и внутри видны выделения, вероятно, соединений гафния с атомами примесей (рис. 2, в, г).

Из данных таблицы видно, что с повышением температуры отжига пределы прочности и текучести рекристаллизованных образцов существенно снижаются. Характеристики пластичности образцов, отожженных при высоких температурах, также изменяются. Наибольшее значение относительного удлинения (~35%) наблюдается у образцов, отожженных при температуре 1123 К.

Следует обратить внимание на важную особенность: на кривых деформации рекристаллизованных образцов гафния по окончании стадии упругой деформации имеет место заметный перегиб (на рис. 1, в, г стрелки). Для гафния такой ход кривой деформации наблюдается впервые. Подобный перегиб отмечается на деформационных кривых, например, малоуглеродистых сталей, но без площадки текучести [11].

Особенность кривых активности АЭ образцов отожженного гафния (рис. 1, в, г) проявляется в том, что акустические сигналы начинают регистрироваться уже в области упругой деформации. Это свидетельствует о том, что в этом материале процессы пластической деформации начинаются при напряжениях, ниже предела текучести. В материале имеются зерна, наиболее благоприятно ориентированные для процесса скольжения дислокаций, и деформация в них начинается при напряжениях, которые ниже предела текучести всего поликристаллического объема. Подобные процессы наблюдаются также в других металлах со сформированной зеренной структурой [9, 11].

С увеличением нагрузки активность АЭ резко возрастает и достигает максимума в области напряжений, соответствующих пределу текучести и точке перегиба на кривой растяжения.

Необходимо отметить очень важную особенность, которая имеет место в момент достижения напряжений, соответствующих пределу текучести: необычно высокий темп роста активности АЭ и увеличение количества сигналов с высокой амплитудой в суммарном спектре регистрируемой АЭ.

Дальнейшая деформация образцов приводит к резкому снижению активности АЭ в области пластической деформации вследствие уменьшения плотности подвижных дислокаций. У образцов гафния, отожженных при 1123 К в течение 2 ч, значения активности АЭ остаются достаточно низкими вплоть до разрушения образца.

У образцов, отожженных при 1373 К, на зависимости активности АЭ от деформации наблюдается максимум в области 10%. Возможно это обусловлено тем, что имеющиеся в материале атомы примесей закрепляют некоторую часть дислокаций. По достижении определенного уровня напряжений дислокации отрываются от закреплений, при этом увеличивается количество подвижных дислокаций и соответственно число регистрируемых сигналов АЭ. Также возможным механизмом повышения активности АЭ может служить двойникование. По данным работы [4], при деформации растяжением гафния после достижения 10% деформации у 10% зерен появляются двойники. На заключительной стадии деформирования (перед разрушением) у рекристаллизованных образцов гафния не наблюдается резкого увеличения активности АЭ, что характерно, как отмечалось выше, для неотожженных образцов.

Влияние структурного состояния гафния проявляется также на зависимостях общей суммы импульсов АЭ и их средней амплитуды от степени деформации, приведенных на рис. 3. Видно, что для образцов гафния, отожженных при температуре 973...1373 К, имеет место существенное различие в величине общей суммы регистрируемых импульсов и их средней амплитуды. Это, по нашему мнению, обусловлено формированием и особенностями зеренной структуры у рекристаллизованных образцов гафния.

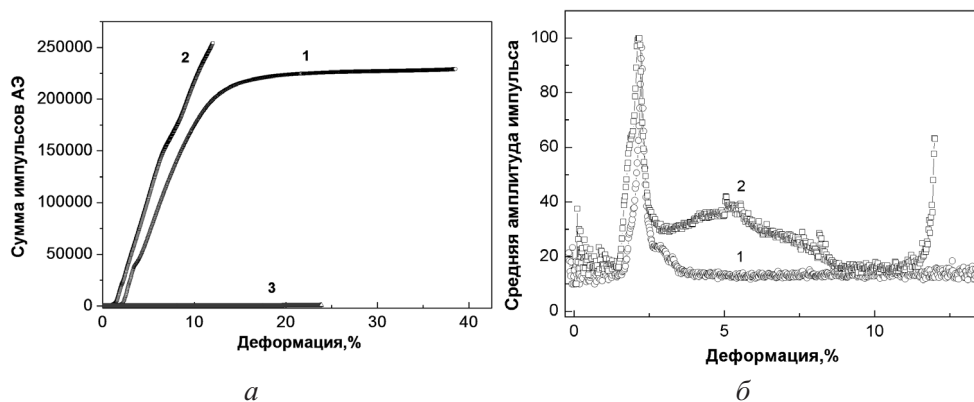


Рис. 3. Зависимость общей суммы регистрируемых импульсов АЭ и их средней амплитуды в процессе растяжения образцов гафния после отжига при 1123 (кривая 1), 1373 (кривая 2) и 973 К (кривая 3) от степени деформации.

Следует также отметить различия в динамике накопления величины общей суммы импульсов у рекристаллизованных образцов гафния. На начальных стадиях деформирования (до предела текучести) кривые зависимостей общей суммы импульсов от деформации для этих образцов практически одинаковые. Основные различия в величине суммы зарегистрированных импуль-

сов для материалов, отожженных при 1123 и 1373 К, начинают проявляться в области пластического деформирования.

Видно, что в области напряжений, превышающих предел текучести, значения средней амплитуды у образцов гафния, отожженных при 1373 К, выше, чем при 1123 К. Имеют место различия также в характере изменения зависимости средней амплитуды импульса АЭ от степени деформации.

И хотя более высокие значения средней амплитуды у отожженного при 1373 К гафния можно объяснить несколько большими размерами зерен, которые вырастают в процессе рекристаллизации, вероятно, это не единственная причина, которая обуславливает наблюдаемые различия.

По нашему мнению, для лучшего понимания механизмов деформации гафния будет полезнее провести дополнительные исследования с использованием метода АЭ. Например, интересно установить корреляцию между активностью акустической эмиссии и текстурными параметрами испытываемых образцов.

## Выводы

1. Изучена АЭ прокатанного гафния ГФЭ-1 в процессе деформирования в зависимости от структурного состояния материала. Установлена устойчивая корреляция между типом структуры материала, уровнем механических свойств и значениями акустических параметров.

2. У гафния с нерекристаллизованной структурой при деформации растяжением активность АЭ и общая сумма регистрируемых импульсов имеют низкие абсолютные значения.

3. У гафния со сформированной зеренной структурой генерация сигналов АЭ начинается в упругой области. По достижении напряжений, соответствующих пределу текучести, наблюдаются высокий темп роста активности АЭ и доли сигналов высокой амплитуды в суммарном спектре регистрируемой АЭ.

4. Обнаружен перегиб на кривых зависимости напряжения от деформации для гафния с рекристаллизованной структурой.

## Резюме

Досліджено залежність акустичної емісії прокатаного гафнію ГФЕ-1 при деформації розтягом від його структурного стану. Установлено кореляцію між структурою матеріалу, рівнем механічних властивостей і значеннями акустичних параметрів. Акустична емісія гафнію в нерекристалізованому стані при деформації розтягом реєструється тільки на стадіях, що передують руйнуванню. Після рекристалізаційного відпалу за температури 1123 і 1373 К акустична емісія проявляється на всіх стадіях деформації розтягом. Найбільша активність акустичної емісії в гафнії спостерігається на стадії переходу від пружної деформації до пружно-пластичної.

1. *Металлургия гафния* / Под ред. Д. Е. Томаса, Е. Т. Хейса. – М.: Металлургия, 1967. – 308 с.

2. *Рисованный В. Д., Клочков Е. П., Пономаренко В. Е.* Гафний в ядерной технике. – Димитровград: НИИАР, 1993. – 143 с.
3. *Неклюдов И. М., Ажажа В. М., Ковтун К. В. и др.* Подготовка производства конструкционных материалов из гафния // Наука та інновації. – 2009. – 5, № 2. – С. 23 – 31.
4. *Addessio L. A., Cerreta E. K., and Gray G. T.* Mechanical behavior of zirconium and hafnium in tension and compression // *Met. Mater. Trans.* – 2005. – 36A. – P. 2893 – 2903.
5. *Cerreta E., Yablinsky C. A., Gray G. T., et al.* The influence of grain size and texture on the mechanical response of high purity hafnium // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2007. – 456. – P. 243 – 251.
6. *Карасева Е. В., Соколенко В. И., Ажажа Р. В., Ковтун К. В.* Особенности ползучести и механизмы пластической деформации поликристаллического гафния в интервале температур 70–650 К // *Вопр. атом. науки и техники. Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение.* – 2006. – № 4 (89). – С. 133 – 137.
7. *Коваленко М. И., Старолат М. П., Васильев А. А. и др.* Влияние термообработки на свойства и структуру гидроэкструдированного гафния // *Физика и техника высоких давлений.* – 2009. – 19, № 3. – С. 91 – 100.
8. *Юдин А. А., Иванов В. И.* Акустическая эмиссия при пластической деформации металлов (обзор) // *Пробл. прочности.* – 1985. – № 6. – С. 92 – 107.
9. *Стрижало В. А., Добровольский Ю. В., Стрельченко В. А.* Прочность и акустическая эмиссия материалов и элементов конструкций. – Киев: Наук. думка, 1990. – 232 с.
10. *Грешников В. А., Дробот Ю. Б.* Акустическая эмиссия. – М.: Изд-во стандартов, 1976. – 272 с.
11. *Мерсон Д. Л., Черняева Е. В., Мещеряков Д. Е.* Применение спектрального анализа сигналов акустической эмиссии для оценки состояния стали 20 // *Деформация и разрушение материалов.* – 2009. – № 1. – С. 44 – 48.
12. *Глыгало В. Н., Кирсанов В. В., Кравцова Л. С., Лещинский А. Г.* Акустическая эмиссия при деформации циркония // *Дефектоскопия.* – 1975. – № 3. – С. 140 – 142.
13. *Стоев П. И.* Исследование акустических спектров циркония в процессе деформации // *Вопр. атом. науки и техники. Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение.* – 1997. – Вып. 1 (65), 2 (66). – С. 135 – 139.
14. *Стоев П. И., Папиров И. И.* Акустическая эмиссия титана в процессе деформации // *Вопр. атом. науки и техники. Сер. Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники.* – 2007. – Вып. 1 (65), 2 (66). – С. 184 – 191.
15. *Keiser J.* Untersuchungen über das Auftreten Geräuschen beim Zugversuch. – Ph.D. Dissertation. – Technische Hochschule Munchen, 1950. – 123 S.



16. Папиров И. И., Карпов Е. С., Палатник М. И., Милешкин М. Б. Исчезновение акустической эмиссии при сверхпластической деформации Zn–0,4%Al и Sn–38%Pb // Физика металлов и металловедение. – 1982. – 54, вып. 3. – С. 581 – 586.

Поступила 25. 02. 2010

### **Вниманию подписчиков!**

Подписаться на журнал «Проблемы прочности» можно, как обычно, в местных отделениях связи. Журнал включен в каталоги Украины и России.

Наш индекс – 70730.

Подписку на журнал Вы можете оформить непосредственно в редакции журнала с любого очередного номера.

Цена одного номера с учетом почтовых расходов в 2011 году составит: в пределах Украины 30 грн.;

за пределами Украины 300 рос. руб. (~ 10.0 USD).

Почтовые переводы направлять по адресу:

01014, Киев–14, ул. Тимирязевская, 2.

Редакция журнала «Проблемы прочности»

Шинкаренко Нине Михайловне.

Справки по телефону: (044) 286 5657.

Отдельным письмом необходимо сообщить в редакцию требуемое количество номеров, сумму и дату отправки перевода, указать свой почтовый адрес. Отправка журналов осуществляется после поступления денег подписчика.