

УДК 621.386.12 +539.16.04

Лидер Андрей Маркович, канд. физ.-мат. наук, доцент кафедры общей физики Физико-технического института ТПУ.

E-mail: lider@tpu.ru

Область научных интересов: физико-химические и радиационные проблемы материаловедения.

Ларионов Виталий Васильевич, д-р физ.-мат. наук, профессор кафедры общей физики Физико-технического института ТПУ.

E-mail: lvv@tpu.ru

Область научных интересов: экспериментальные исследования поведения водорода в металлах.

Гаранин Георгий Викторович, зав. лаб. кафедры общей физики Физико-технического института ТПУ.

E-mail: garanin_gv@tpu.ru

Область научных интересов: физико-химические и радиационные проблемы материаловедения.

НОВЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ ВИХРЕТОКОВОГО МЕТОДА: ИССЛЕДОВАНИЕ МОДИФИКАЦИИ СВОЙСТВ НАВОДОРОЖЕННЫХ МЕТАЛЛОВ ПОД ДЕЙСТВИЕМ ИОНИЗИРУЮЩЕГО ИЗЛУЧЕНИЯ

А.М. Лидер, В.В. Ларионов, Г.В. Гаранин

Томский политехнический университет

E-mail: lider@tpu.ru

Поверхность легких сплавов на основе титана, циркония под действием ионизирующего облучения приобретает ряд свойств, относящихся к процессам их наводороживания. Показано, что в этом случае образуется пленка, препятствующая проникновению водорода в основной объем металла, возрастает микротвердость. При этом основной объем сплава сохраняет прежнюю структуру. Вместе с тем наводороживание ведет к возникновению микродефектов поверхностного слоя. Их свойства могут быть исследованы вихревыми токами на частотах от 10 КГц до 10 МГц. Активная и реактивная составляющие сопротивления вихревым токам позволяют получать дополнительную информацию о структуре поверхностной пленки.

Ключевые слова:

Вихревые токи, титан, цирконий, модификация поверхности, ионизирующее излучение.

Введение

При различных технологических операциях, связанных с производством титановых и циркониевых заготовок и проката, в поверхностном слое и в целом в металле наблюдаются сложные структурные изменения. Образуются насыщенные слои, характеризующиеся на определенной глубине металла наличием фаз внедрения водорода и изменением параметров кристаллической решетки металла. В результате ухудшаются условия механической обработки, уменьшается пластичность металла, снижаются эксплуатационные свойства деталей и появляются дефекты структуры [1]. Эти локальные дефекты структуры наиболее опасны, так как даже при незначительных динамических нагрузках в указанных местах формируются трещины, приводящие, в конечном счете, к разрушению детали в условиях эксплуатации. Поэтому обработка указанных сплавов ионизирующим излучением имеет перспективное значение [2, 3]. В общефизическом плане большой интерес вызывает изучение поведения водородной подсистемы в металлах для применения ее свойств в различных областях водородной энергетики [4, 5].

Одним из методов измерения содержания водорода в металлах является метод вихревых токов [5–7]. Метод вихревых токов широко применяется при диагностике многослойных структур с локализованными потерями металла [8–9].

Целью настоящей статьи является разработка метода исследования модификации поверхности легких сплавов на основе титана и циркония, подвергнутых воздействию ионизирующего излучения.

Экспериментальная установка, приборы анализа, методика эксперимента

Физической основой измерения модификации поверхности титановых и циркониевых сплавов является зависимость активной и емкостной составляющей вихревых токов, распространяющихся в металле, от степени наводороженности металла на его различной глубине. Решение задачи проводят путем решения системы уравнений Максвелла [6]. В экспериментах использована серия прямоугольных плоских образцов титана и циркония размерами 50×50 мм, толщиной от 2 до 10 мм. Образцы механически полировали и для снятия внутренних напряжений и удаления растворенных газов отжигали в вакууме (10^{-5} мм. рт. ст.) при температуре от 550 °С в течение 60 минут с последующим охлаждением в печи. После этого образцы насыщали водородом. Насыщение образцов водородом проводилось на установке PCI «GasReactionController» по методу Сивертса и электролитическим методом. Абсолютную концентрацию водорода в приготовленных образцах определяли на анализаторе RHEN 602 фирмы LECO. Используются образцы, облученные по методике [10]. Кристаллическая структура титана при насыщении водородом исследована на дифрактометре PDIFFBeamline [11]. Также применялись методы оптической (прибор OLYMPUS) и сканирующей микроскопии (Philips SEM 515). Анализ распределения водорода в образцах по глубине до и после насыщения проводился на приборе Profiler-НТР – Profiler-2. Вихревые токи измеряли на приборе ЗМА (Германия) на частотах от 2,5 кГц до 10 МГц. Калибровали прибор на эталоне фирмы ARMI (эталон IARM 178В:Ti-6Al-6V-2Sn / UNSR56620), а также на образцах из меди.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Исследования структуры наводороженных металлов позволяют сделать ряд выводов о наличии зависимости между содержанием водорода и сопротивлением наводороженного материала на разных глубинах. На рис. 1 показаны микротрещины (слева) и кратеры (справа) на поверхности титана после 120 мин наводороживания (увеличение 1500). Из рис. 1 следует ярко выраженная неоднородность расположения микротрещин по форме, направлению и глубине. В качестве примера на рис. 2 показано распределение водорода по глубине наводороженного титана (данные получены на профилометре Profiler-НТР – Profiler-2). В частности, как следует из рис. 2, основная масса водорода аккумулируется в слое толщиной до 0,6 мкм. В общем случае величина вошедшего в титан водорода зависит от времени наводороживания. При наводороживании по методу Сивертса содержание водорода в образцах зависит от температуры и времени наводороживания, при этом водород в зависимости от времени наводороживания и температуры сложным образом распределяется по глубине образца.

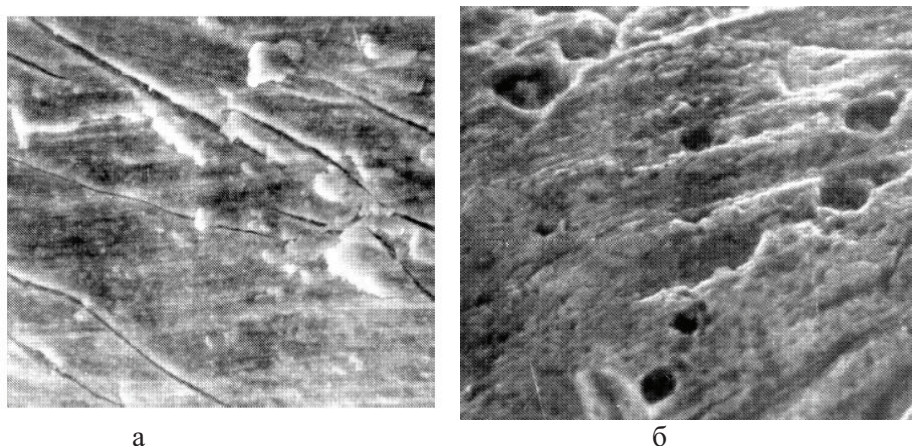


Рис. 1. Микротрещины (а) и кратеры (б) на поверхности титана после 120 мин наводороживания (увеличение 1500)

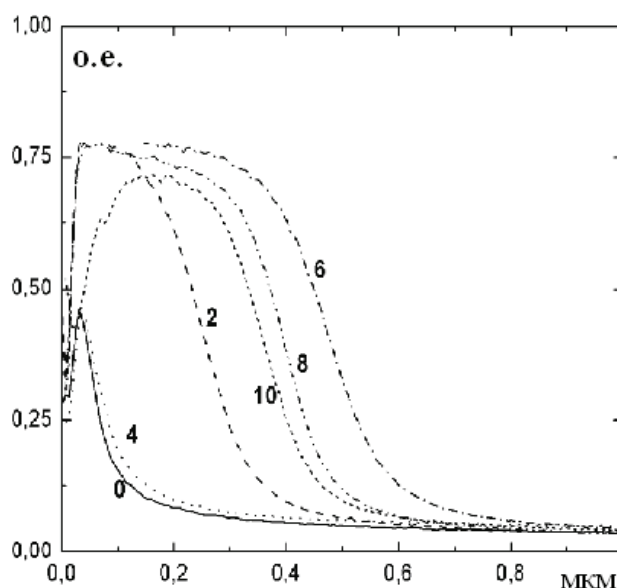


Рис. 2. Распределение водорода (в относительных единицах) по глубине (мкм) титанового образца при его насыщении водородом в процессе электролиза. Ток электролиза 0,06 А. Цифры у кривых указывают время насыщения в часах

Кроме того, при попадании водорода в металл происходит изменение кристаллической структуры, что также влияет на электропроводимость. Изменение кристаллической структуры титана при насыщении водородом исследовано на дифрактометре PDIFFBeamline. Дифрактограммная рис. 3 отображает динамику образования фазы TiH_2 . Цифры на кривых указывают время насыщения водородом: 1) 0; 2) 5; 3) 15; 4) 45; 5) 60; 6) 130; 7) 170 мин. Из приведенной дифрактограммы видно, что при наводороживании в металле на различных глубинах образуются гидриды титана TiH_n с различным количеством атомов водорода в молекуле гидрида в зависимости от количества внедренного в металл водорода. На дифрактограммах об этом можно судить по величине пиков, характерных для гидридов титана [11]. Кроме времени насыщения образование гидридов зависит от температуры насыщения образцов водородом. И в том и другом случае наблюдается неравномерное распределение водорода по глубине образца.

Значения активной и реактивной составляющей сопротивления вихревого тока на различных частотах и для разных энергий облучения приведены в таблице. Характер изменения сопротивления по глубине образца свидетельствует о заметной корреляции между величиной сопротивления на различной глубине образца и степени облученности металла.

Таблица. Показания вихретокового прибора для циркония, облученного электронами (выборка)

Частота, кГц	Исходный		15 кэВ, 10 Дж		15 кэВ, 18 Дж		a мм
	Re	Im	Re	Im	Re	Im	
50	8,1	10,0	7,8	0,8	8,2	0,9	1,46
200	40,0	29,2	38,7	28,7	41,2	31,0	0,73
450	28,5	66,2	31,2	65,8	34,2	69,8	0,49
600	22,7	66,1	19,4	66,1	20,4	70,8	0,42
.....
1400	3,1	36,3	5,3	34,5	4,1	36,3	0,27

Re – активное сопротивление; Im – реактивное сопротивление в относительных единицах; a – примерная глубина проникновения вихревых токов в металл

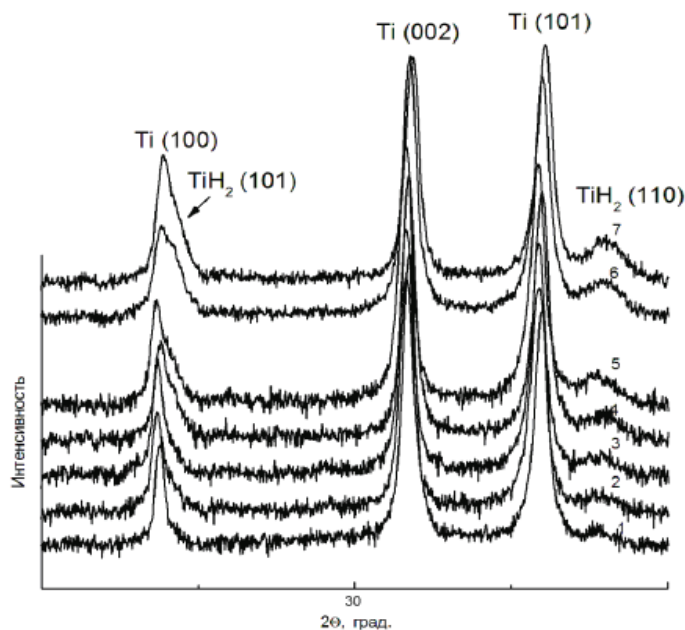
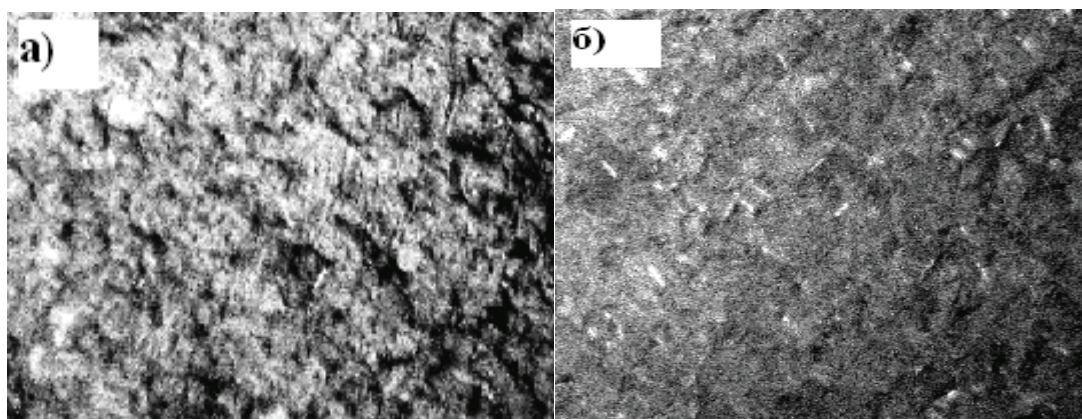


Рис. 3. Динамика образования фазы TiH₂

Как следует из таблицы, на глубине до 1,5 мм средние показатели облученного и необлученного образцов характеризуются одинаковыми значениями активного сопротивления и резко отличающимися значениями реактивного сопротивления. Это может свидетельствовать об изменении структуры материала. Модификация поверхности циркония под действием облучения импульсным электронным пучком подтверждается рядом исследований [10]. Облучение импульсным электронным пучком приводит к модификации поверхностного слоя циркониевого сплава Э110. Глубина модифицированного слоя при плотности энергии $E_s = 18$ Дж/см², определенная с помощью РЭМ (рис. 4), оказалась равна 2,3 мкм. При облучении ИЭП, в зависимости от величины плотности энергии в импульсе происходит сглаживание рельефа и структурирование поверхности с появлением на ней кристаллитов в виде правильных шестиугольников с размером грани около 6...7 мкм. Импульсное электронное облучение вызывает также рост (укрупнение) размеров зерен циркониевого сплава Э110 [10]. Этот эффект изменяет значения сопротивления вихревых токов, проникающих на разные глубины металла.



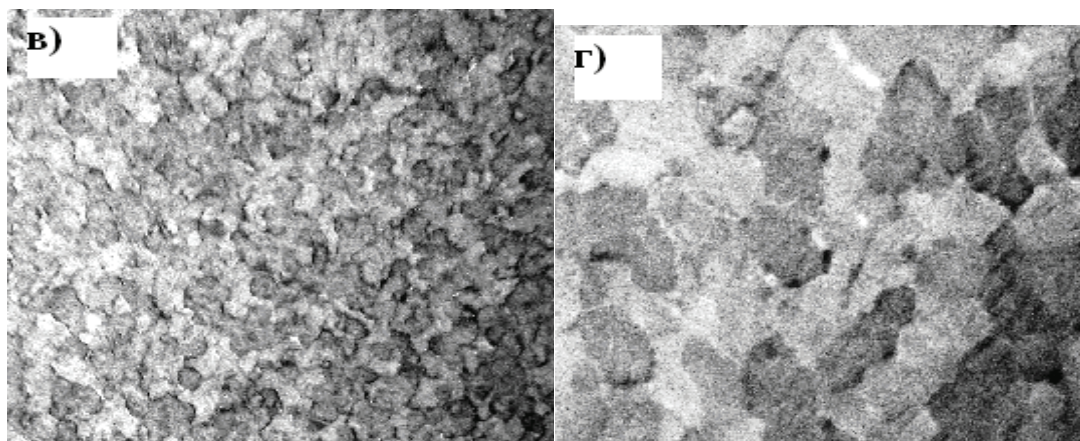


Рис. 4. Поверхности металла для различных энергий облучения электронами образцов сплава циркония: а, б) 15 Дж/см²; в, г) 20 Дж/см²

Так на глубине примерно в 0,5 мм (450 кГц) наблюдается рост активного сопротивления с увеличением дозы облучения, в то время как емкостное сопротивление остается неизменным в пределах погрешности измерения. Эти выводы подтверждают возможное искажение кристаллической решетки циркония в процессе модификации ИЭП за счет повышения уровня внутренних напряжений в металле. При наводороживании образцов сплава циркония одной из основных причин ускоренного накопления водорода в образцах может быть увеличение шероховатости поверхности, о чем свидетельствуют результаты лазерной профилометрии. Сравнение результатов накопления водорода в образцах, поверхность которых облучена электронным пучком, с исходными образцами показывает, что в облученных образцах водорода накапливается значительно меньше [10]. При всех исследуемых временах наводороживания максимальная глубина залегания захваченного на дефектах водорода не превышает 20 мкм. Для установления полной картины результатов модификации материала необходима методика послойного определения содержания водорода в металле.

Заключение

С ростом концентрации водорода в легких сплавах от 5 до 340 ppm наблюдается образование гидридов. Этот процесс сопровождается изменением сопротивления вихревым токам практически на всем диапазоне частот от 50 до 10 МГц до концентрации 200–240 ppm, после чего происходит уменьшение сопротивления и соответствующее возрастание вихревого тока при практически постоянной магнитной проницаемости. Облучение материалов потоком электронов с введенной энергией 15–20 Дж/см² создает защитные относительно наводороживания покрытия. Изменение свойств облученных металлов идентифицируется вихретоковым методом на частотах в диапазоне от 100 кГц до 10 МГц. Это объясняется тем, что водород не только образует гидриды, но и создает подобие водородного ансамбля, в результате чего изменяется электронная плотность, вызванная внедрением протонов в решетку и усилением их вклада в проводимость. В практическом плане показана возможность применения вихретокового метода для исследования микроструктуры наводороженного металла, которая позволяет получать информацию для оперативных целей контроля, и дополняет методы электронной и растровой микроскопии и рентгеноструктурного анализа.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Eunji Hong, David C. Dunand, Heeman Choe. Hydrogen-induced transformation superplasticity in zirconium // International journal of hydrogen energy. – 2010. – № 35. – P. 5708–5713.
2. Yao M.Y., Zho B.X., Li Q., Liu W.Q., Chu Y.L. The effect of alloying modifications on hydrogen uptake of zirconium-alloy welding specimens during corrosion tests // Journal of Nuclear Materials. – 2006. – № 350. – P. 195–201.

3. Чернов И.П., Лидер А.М., Черданцев Ю.П. и др. Дефекты в титане инициированные водородом // Физическая мезомеханика. – 2000. – Т. 3. – № 6. – С. 97–100.
4. Chernov I.P., Rusetsky A.S., Krasnov D.N., Larionov V.V., Sigfusson T.I., Tyurin Yu.I. Radiation-stimulated hydrogen transfer in metals and alloys // Journal of Engineering Thermophysics. – 2011. – V. 20. – № 4. – P. 360–379.
5. Чернов И.П., Ларионов В.В., Краснов Д.Н., Лисичко Е.В., Чистякова Н.В. Мишени для получения дейтронов высоких энергий // Прикладная физика. – 2011. – № 6. – С. 28–31.
6. Ламмеранер И., Штафль М. Вихревые токи // Пер. с чешского В.И. Дмитриева. – М.-Л.: Энергия, 1967. – 208 с.
7. Калинин Н.П., Остапенко В.Д. Контроль газонасыщенных слоев титановых сплавов вихревыми токами повышенной частоты // Дефектоскопия. – 1983. – № 5. – С. 15–21.
8. Liu Z., Forsyth D.S., Lepine B.A., Hammad I., Farahbakhsh B. Investigations on classifying pulsed eddy current signals with a neural network//Non-Destruct. Test. and Cond. Monit. – 2003. – V. 45. – № 9. – P. 608–614.
9. Mizuno K., Kobayashi T., Fujiki F., Okamoto H., Furuya Y., Hirano K. Visualization of hydrides in titanium by means of diffraction-enhanced X-ray imaging // J. Alloys and Compounds. – 2005. – V. 402. – № 1–2. – P. 109–114.
10. Чернов И.П., Иванова С.В., Кренинг М.Х., Коваль Н.Н., Ларионов В.В., Лидер А.М. и др. Свойства и структурное состояние поверхностного слоя циркониевого сплава, модифицированного импульсным электронным пучком и насыщенного водородом // Журнал технической физики. – 2012. – Т. 82. – № 3. – С. 81–89.
11. Тимченко Н.А., Галимов Р.М., Шмаков А.Н., Лидер А.М. и др. Кинетика водородных фаз в палладии и титане // Вестник науки Сибири. – 2011. – № 1 (1). – С. 77–82. URL: <http://sjs.tpu.ru/journal/issue/view/2/showГос> (дата обращения: 11.04.2012).

Поступила 12.05.2012 г.