АКУСТИЧНІ ДОСЛІДЖЕННЯ ДЕФОРМОВАНОГО СТАНУ Наводненої сталі 09Г2С

Я. Л. ІВАНИЦЬКИЙ, О. М. МОКРИЙ, С. Т. ШТАЮРА

Фізико-механічний інститут ім. Г. В. Карпенка НАН України, Львів

Досліджено акустичні властивості в неоднорідних пластично деформованих зразках сталі 09Г2С. Зразки із залишковою деформацією послідовно термічно обробляли і наводнювали з газової фази. Після кожного етапу вимірювали просторовий розподіл швидкості акустичної хвилі. Проаналізовано механізми зміни швидкості під час наводнення на ділянці зразка із залишковою деформацією.

Ключові слова: пластична деформація, наводнення, швидкість акустичної хвилі.

Довговічність елементів конструкцій залежить від умов їх роботи, впливу силових чинників та робочого середовища. Відомо, що наводнення суттєво змінює властивості металів [1–3] і хоча процеси наводнення широко досліджували різними експериментальними методами, результати їх досить суперечливі [4-6]. Особливо складно досліджувати вплив наводнення на зміну стану металу за дії додаткових чинників: високої температури та пластичної деформації, що є характерним за експлуатації багатьох елементів конструкцій енергетичного обладнання. Тому важливо вивчати механізми зміни властивостей металів під дією цих чинників. Для оцінки стану та ресурсу матеріалу використовують різноманітні методи, серед яких важливе місце займають акустичні. Акустичні властивості металів пов'язані з їх дислокаційною структурою, залишковими механічними напруженнями, різноманітними дефектами структури, фазовим складом тощо. Тому за зміною акустичних властивостей металу можна опосередковано визначати експлуатаційні параметри стану металу. Перспективною характеристикою є швидкість проходження акустичної хвилі (АХ) в металі [7], яка чутлива до різних чинників, що визначають стан металу. Відомі [6–9] прецизійні методики вимірювання швидкості ультразвукових хвиль, які використовують у неруйнівному контролі та фізиці твердого тіла. Важливою особливістю деяких з них є можливість вимірювати локальну швидкість в певній області зразка [7]. Це дає можливість досліджувати просторово неоднорідні матеріали. Такі дослідження є продуктивніші, оскільки в межах одного зразка можна отримати суттєво більше інформації про зміни його стану. Крім того, здебільшого зміна властивостей за дії певних чинників є, як правило, просторово неоднорідною. До таких чинників належить, наприклад, пластична деформація. Пластична деформація має просторово неоднорідний характер, що може бути зумовлено як схемою навантаження і геометричною формою зразка, так і початковою неоднорідністю властивостей металу. Також просторово неоднорідними є і залишкові механічні напруження, які виникають у металах. Штучно створена просторова неоднорідність властивостей дає можливість оцінити вплив різних чинників на досліджувані процеси. Нижче використовували просторово неоднорідну пластичну деформацію для дослідження впливу наводнення на швидкість акустичних хвиль у сталі 09Г2С.

Контактна особа: О. М. МОКРИЙ, e-mail: ovmokryy@ipm.lviv.ua

Матеріали та методи досліджень. Досліджували зразки зі сталі 09Г2С, піддані різним ступеням пластичної деформації за розтягу, термічній обробці та наводненню із газової фази. Визначали просторовий розподіл зміни швидкості поздовжньої акустичної хвилі. Досліджували дві групи зразків: першу піддавали послідовно пластичній деформації за розтягу і наводнювали, другу пластично деформували, далі термічно обробляли і наводнювали. Після кожного етапу вимірювали просторовий розподіл швидкості поздовжньої АХ. Механічні випробування здійснювали на універсальній розривній машині EUS-20 статичним розтягом за незмінних умов під час деформування усіх зразків вздовж осі Х. Ступінь деформування перевищував границю міцності (наявна шийка та значні пластичні деформації). На основі отриманих діаграм руйнування зразків розраховували механічні характеристики: границю міцності $\sigma_{B} = 520$ MPa, границю текучості $\sigma_T = 320$ MPa, відносне видовження $\delta = 33\%$. Після пластичного деформування зразки шліфували для забезпечення плоскопаралельності поверхонь для вимірювання швидкості АХ. Щоб зменшити залишкові механічні напруження і густину дислокацій в пластично деформованих зразках, їх нагрівали до 650°С і витримували за цієї температури упродовж 4 h. Для оцінювання впливу водню на швидкість поширення хвилі у досліджуваній сталі зразки наводнювали з газоподібної фази так. Камеру вакуумували зі зразком, заповнювали воднем за 100 atm, встановлювали в піч і витримували за температури 450°С упродовж 4 h для рівномірного насичення воднем по об'єму зразка. Після цього камеру зі зразком охолоджували до кімнатної температури.

- Рис. 1. Схема експерименту з вимірювання швидкості акустичної хвилі: *I* – перетворювач; 2 – зразок; *3* – напрям деформації.
- Fig. 1. Acoustic waves velocity measurement: I - transducer; 2 - sample;3 - deformation direction (schematically).



Швидкість поздовжньої акустичної хвилі встановлювали луно-імпульсним методом [9], вимірюючи час проходження акустичного імпульсу за його багаторазового відбивання від протилежних поверхонь зразка. Також визначали товщину зразка в напрямку проходження акустичних імпульсів і на основі результатів встановлювали швидкість акустичної хвилі. Схема вимірювань показана на рис. 1. Для збудження та реєстрації акустичних імпульсів використовували п'єзоелектричний перетворювач з резонансною частотою 10 MHz. Тривалість імпульсів становила декілька мікросекунд. Отримані сигнали оцифровували осцилографом TDS1012 і записували в пам'ять комп'ютера. Обробивши ці дані, встановлювали час між відбитими акустичними імпульсами на основі кореляційного методу. Похибка визначення зміни швидкості становила 0,03%. Поздовжня акустична хвиля поширювалась в напрямку, перпендикулярному до розтягу зразка. П'єзоелектричний перетворювач закріплювали на ширшій поверхні зразка, а для встановлення зміни просторового розподілу швидкості акустичної хвилі його послідовно переміщали вздовж напрямку розтягу. Порівняння результатів досліджень двох груп зразків дало можливість оцінити механізми впливу на зміну швидкості за наводнення. Оскільки область пластичного деформування розміщена тільки в робочій зоні, а в місцях закріплення зразка в універсальній розривній машині EUS-20 деформація була пружна, то після розтягу отримали зразки, в яких існують пластично деформована ділянка і ділянки в пружному стані. Це дало можливість порівняти зміни швидкості хвилі, які відбуваються за наводнення і термічної обробки в пластично та пружно-деформованій ділянках зразка.

Для оцінювання впливу концентрації водню та ступеня пластичного деформування на зміну швидкості акустичної хвилі у сталі 09Г2С використовували плоскі зразки типу I, згідно з ГОСТ 1497-84, з номінальними розмірами робочої частини $70 \times 24 \times 12$ mm. Зразки виготовляли із листової сталі товщиною 15 mm у стані постачання. Для досліджень використовували зразки, робоча частина яких пластично деформована за розтягу відповідно на 29% (рис. 2*a*, зразок I) і на 23% (рис. 2*b*, зразок II), а після цього наводнена з газової фази (T = 450°C, P = 100 atm). Також досліджували зразки, попередньо пластично деформовані на 26% (рис. 2*c*, зразок III) та 16% (рис. 2*d*, зразок IV) та термічно оброблені (T = 650°C, t = 4 h) і після цього наводнені з газової фази (T = 450°C, P = 100 atm).



Рис. 2. Просторовий розподіл швидкості поздовжньої акустичної хвилі в зразках, підданих послідовно пластичній деформації за розтягу, термічній обробці, наводненню: *I* – після пластичної деформації, *2* – після термічної обробки, *3* – після наводнення; *a*–*d* – зразки I–IV.

Fig. 2. Spatial distribution of the longitudinal wave velocity in samples subjected to the influence of the plastic deformation, thermal treatment and hydrogenation successively: I – after plastic deformation, 2 – after thermal treatment, 3 – after hydrogenation; a–d – samples I–IV.

Результати досліджень та їх обговорення. Подано (рис. 2) просторові розподіли швидкості поздовжніх акустичних хвиль, які виміряні у зразках після пластичної деформації, термічної обробки і наводнення. За нульове значення швидкості АХ приймали швидкість, визначену на відстані 15 mm від краю зразка (X = 15 mm). На цій ділянці відсутні залишкові деформації. Таким чином, порівнювали швидкість АХ на ділянках із залишковою деформацією і без неї. Встановлено, що пластична деформація призводить до просторово неоднорідного зменшення швидкості. Для кожного зразка після пластичної деформації в просторовому розподілі швидкості спостерігали такі мінімуми: І – 1,3% (рис. 2a), II – 2% (рис. 2b), III – 3,3% (рис. 2c), IV – 0,5% (рис. 2d). Просторова залежність швидкості характеризується випадковим просторовим розподілом локальної пластичної деформації. Зразки I і II після пластичної деформації наводнювали, а зразки III і IV після пластичної деформації термічно обробляли (650°C упродовж 4 h), а потім наводнювали. Досліджували наводнені зразки через кілька днів після наводнення, коли їх стан стабілізувався. Як видно з графіків, після наводнення мінімум швидкості в просторовому розподілі зменшувався на 0,3 та 0,2% для зразків І і ІІ відповідно (рис. 2a, b). За термічної обробки мінімум швидкості теж знижується: на 0,4% – для зразка III, 0,1% – для зразка IV (рис. 2c, d). За подальшого наводнення цих зразків мінімум зменшиться ще на 0,3% для зразка III і 0,1% для зразка IV. Сумарна зміна швидкості АХ за термічної обробки і наводнення в області мінімум удля зразків III і IV становить 0,7 і 0,2% відповідно.

Як видно з наведених результатів (рис. 2), пластична деформація, термічна обробка і наводнення призводять до зміни просторового розподілу швидкості поздовжньої акустичної хвилі. На першому етапі зразки піддані неоднорідній пластичній деформації розтягом, що спричинило виникнення просторово неоднорідної залежності швидкості АХ, яка індивідуальна для кожного зразка. Ця залежність пов'язана з неоднорідним розподілом залишкової деформації, яка виникла в зразку. На його краях, де деформація практично відсутня, зміни швидкості мінімальні. Пластична деформація зразка супроводжується змінами фізичних властивостей. Таким чином, після неоднорідної пластичної деформації маємо зразок із просторово неоднорідними властивостями. За наводнення такого зразка водень впливатиме неоднаково в різних ділянках. Порівнюючи зміну швидкості АХ за наводнення в цих ділянках, можна оцінити роль різних механізмів у цьому процесі.

Як бачимо (рис. 2), залишкова деформація зменшує швидкість поздовжньої акустичної хвилі, яка поширюється в напрямку, перпендикулярному до розтягу зразка. Зменшення швидкості АХ за пластичної деформації в металах спостерігали і раніше [4, 7]. Вона змінюється внаслідок появи мікротріщин і мікропор [7], збільшення густини дислокацій [4, 9], утворення текстури в металі [8], а також виникнення внутрішніх залишкових механічних напружень [8, 9]. Сумарна дія цих чинників призводить до зниження швидкості АХ. Для різних зразків це зменшення в мінімумі становить від 0,5 до 3,3%.

Можна припустити, виходячи з механізмів зменшення швидкості, що локальна швидкість АХ знижується залежно від залишкової деформації. На основі просторової залежності зменшення швидкості можна оцінити локальну залишкову деформацію і визначити ділянку зразка, де досягається її максимальне значення.

За наводнення пластично деформованого зразка швидкість в ділянці із залишковою деформацією зростає відносно швидкості в недеформованій ділянці (рис. 2c, d). Такий результат перекликається із результатами [4] для нержавіючої сталі, де також спостерігаємо зростання швидкості акустичної хвилі в пластично деформованому зразку за наводнення. В ділянці зразка із залишковою деформацією є суттєво більша концентрація дислокацій, мікропор та мікротріщин порівняно із недеформованою частиною, а також присутні залишкові механічні напруження. Всі ці чинники впливають на різницю в зміні швидкості в деформованих і нелеформованих ділянках за наволнення. Волень впливає на рухливість дислокацій, що відповідно відображається в зміні швидкості акустичних хвиль, причому існують два протилежні погляди: згідно з одним, водень сприяє рухливості дислокацій, а за іншого – обмежує їх рух. Просторовий розполіл волню в металі залежить від дефектів у ньому [10]. За наявності мікропор та мікротріщин водень накопичується в них і може створювати значні тиски [11], що через акустопружний ефект призводить до зміни швидкості АХ [8]. Ще одним чинником зміни швидкості є взаємодія водню із залишковими механічними напруженнями. З одного боку, механічні напруження першого роду можуть впливати на просторовий перерозподіл водню в зразку, а з іншого – наводнення може зменшувати залишкові механічні напруження. Крім того, за наводнення зразок витримують при температурі 450°С упродовж 4 h. Ця процедура також може призвести до зміни швидкості акустичної хвилі через зміну густини дислокацій, а також зменшення

залишкових механічних напружень першого роду. Таким чином, за наводнення існує кілька достатньо ефективних механізмів, які впливають на зміну швидкості акустичної хвилі. Для оцінки їх ролі у цьому використали зразки III та IV, які додатково термічно обробили після пластичної деформації перед наводненням. Цим досягли суттєвого зменшення густини дислокацій та залишкових механічних напружень. Оскільки густина дислокацій значно зменшилась в ділянці із залишковими деформаціями, то їх впливом на зміну швидкості АХ за наводнення можна знехтувати. Згідно з працею [4], водень у металі може перебувати в трьох станах: розчинений у ґратці металу, зв'язаний з дислокаціями (хмаринки Котрелла) і захоплений дефектами вакансійного типу (колекторами). Досліджено [12] вплив термічної обробки на дислокаційну структуру пластично деформованої сталі ВСтЗсп за допомогою термодесорбційного аналізу. Встановлено, що витримування зразка при 550°С упродовж 0,5 h усуває дислокаційну структуру, здатну взаємодіяти із воднем. Оскільки зразки витримували після пластичної деформації за температури 650°C упродовж 4 h, то можна припустити, що також була усунута дислокаційна структура, яка може ефективно взаємодіяти з воднем. Таким чином, можна зробити висновок, що в зразках III і IV механізм зміни швидкості АХ за наводнення, який пов'язаний з густиною дислокацій, не працює.

Крім того, залишкові механічні напруження також значно зменшуються внаслідок термічної обробки зразків III і IV (вони є суттєвими в пластично деформованій ділянці зразка). Їх зменшення також змінює швилкість АХ в цій ділянці зразка. Тому можна вважати, що термічна обробка значною мірою вирівняла властивості ділянки із залишковими деформаціями та недеформованої ділянки щодо густини дислокацій та залишкових механічних напружень. Як видно з рис. 2c, d, термічна обробка призводить до відносного збільшення швидкості АХ в частині зразка із залишковою пластичною деформацією на десяті відсотка і загальна різниця швидкості в деформованій і недеформованій частині зразка зменшується. Таким чином, основна відмінність ділянки із залишковою пластичною деформацією і недеформованої частини полягає у наявності в ній мікротріщин і мікропор. За подальшого наводнення зразків III і IV саме це формуватиме різницю в зміні швилкості АХ ших ділянок. На рис. 2с. *d* показано, що наволнення призволить до відносного збільшення швидкості в деформованій частині зразків на десяті відсотка. Це збільшення можна віднести до взаємодії водню із мікропорами та мікротріщинами. Один з механізмів зміни швидкості АХ пов'язаний із збільшенням тиску водню в колекторах. Швидкість поздовжньої АХ визначають так [13]:

$$\upsilon = \sqrt{\frac{C_{11}}{\rho}} , \qquad (1)$$

де C_{11} – компонента модуля пружності, ρ – густина металу. Згідно з акустопружним ефектом, тиск призводить до зміни швидкості АХ [8] внаслідок зміни пружних модулів:

$$\frac{dv}{v} = \frac{1}{2C_{11}} \frac{dC_{11}}{dP} dP , \qquad (2)$$

де dP – різниця тисків на ділянках зразка із залишковою деформацією і без неї. Величина dC_{11}/dP задає зміну модуля пружності під дією тиску внаслідок акустопружного ефекту. Прийнявши для сталі, що $dC_{11}/dP = 7$ (усереднення результатів різних авторів [14]), можна визначити необхідний тиск для експериментально отриманої різниці швидкостей. Для максимального значення dv/v = 0.3%, і також прийнявши, що $C_{11} = 23 \cdot 10^{10}$ Ра [13], тиск становитиме ~ 200 MPa. Це значення якісно узгоджується з висновками, зробленими в праці [15]. Ще один механізм зміни швидкості АХ пов'язаний із просторовим перерозподілом водню в сталі. Як відмічено [4], у деформованому металі водень локалізується поблизу дефектів і не створює додаткових спотворень структури металу. Така різна поведінка водню в частинах зразка із залишковою деформацією і без неї може спричинити різницю в зміні швидкості АХ у цих ділянках. Як відомо [4, 7], збільшення концентрації дефектів призводить до зменшення швидкості акустичної хвилі. Відповідно такий механізм також може бути однією з причин різної зміни швидкості АХ в деформованій і недеформованій ділянках зразка за наводнення.

Очевидно, що ці механізми зміни швидкості АХ існують і в зразках І і ІІ, які термічно не обробляли. У зразках ІІ і ІV працюють механізми зміни швидкості, пов'язані із мікропорами та мікротріщинами, а в зразках І і ІІ поряд з цими існують ще й інші процеси, які призводять до зміни швидкості за наводнення. Якщо порівняти зміну швидкості АХ в мінімумі в деформованій частині зразків ІІ (0,3%), IV (0,1%) та зразків І (0,3%), II (0,2%) за наводнення, то можна зробити висновок, що вони одного порядку, а отже, механізм зміни швидкості АХ, пов'язаний із тиском водню в мікротріщинах і мікропорах, є достатньо ефективним. Хоча таке порівняння не є достатньо строгим, оскільки зразки деформовані на різну величину і концентрація мікротріщин та мікропор в них неоднакова, проте можна зробити висновок про значний вплив цих дефектів на зміну швидкості АХ за наводнення.

ВИСНОВКИ

Досліджено просторовий розподіл швидкості поздовжньої акустичної хвилі в послідовно пластично деформованих, термічно оброблених і наводнених з газової фази зразках зі сталі 09Г2С. Показано, що пластичне деформування розтягом призводить до зменшення швидкості поздовжньої АХ, яка поширюється перпендикулярно розтягу. Термічна обробка та наводнення збільшують швидкість АХ на ділянці зразка із залишковою деформацією порівняно із ділянкою без неї. Проаналізовані можливі причини зміни швидкості акустичної хвилі за наводнення і зроблено висновок про значний вклад явища, пов'язаного із тиском водню в мікротріщинах та мікропорах на ділянках зразка із залишковою деформацією.

РЕЗЮМЕ. Исследованы акустические свойства в неоднородных, пластически деформированных образцах стали 09Г2С. После пластической деформации образцы последовательно термически обрабатывали и наводороживали из газовой фазы. После каждого этапа измеряли пространственное распределение скорости акустической волны. Проанализированы механизмы изменения скорости в области образца с остаточной деформацией при наводороживании.

SUMMARY. The acoustical properties of inhomogeneous, plastically deformed 09F2C steel specimens were studied. After plastic deformation, specimens were successively heat treated and hydrogenated from the gas phase. Spatial distribution of the longitudinal acoustic wave velocity was measured after each procedure. The process of velocity change in the sample region with residual deformation under hydrogenation was analyzed.

- 1. *Panasyuk V., Ivanytskyi Ya., and Hembara O.* Assessment of hydrogen effect on fracture resistance under complex-mode loading // Eng. Fract. Mech. 2012. **83**. P. 54–61.
- Study of hydrogen influence on 1020 steel by low deformation method / B. G. Mytsyk, Ya. L. Ivanytskyi, A. I. Balitskii, Ya. P. Kost', O. M. Sakharuk // Materials Letters. 2016. 184, № 1. P. 328–331.
- Hydrogen influence on fracture of sheet carbon steel / Y. Ivanytskyj, S. Shtayura, Y. Molkov, T. Lenkovskiy // Int. J. Fract. – 2012. – 176, № 1. – P. 17–23.
- 4. Черданцев Ю. П., Чернов И. П., Тюрин Ю. И. Методы исследования систем металлводород. – Томск: ТПУ, 2008. – 286 с.

- 5. Спивак Л. В. Синергетические эффекты деформационного отклика в термодинамически открытых системах металл-водород // Успехи физических наук. – 2008. – **178**, № 9. – С. 897–923.
- 6. *Скальський В. Р., Назарчук З. Т., Гірний С. І.* Вплив електролітично поглиненого водню на модуль Юнга конструктивної сталі // Фіз.-хім. механіка матеріалів. 2012. **48**, № 4. С. 68–75.

(*Skal's'kyi V. R., Nazarchuk Z. T., and Hirnyi S. I.* Effect of electrolytically absorbed hydrogen on Young's modulus of structural steel // Materials Science. – 2012. – **48**, № 4. – P. 491–499.)

- 7. *Муравьев В. В., Зуев Л. Б., Комаров К. Л.* Скорость звука и структура сталей и сплавов. Новосибірськ: Наука, 1996. 184 с.
- 8. *Никитина Н. Е.* Акустоупругость. Опыт практического применения. Н. Новгород: ТАЛАМ, 2005. 208 с.
- 9. *Труэл Р., Эльбаум Ч., Чик Б.* Ультразвуковые методы в физике твердого тела. М.: Мир, 1972. 308 с.
- Stashchuk M. and Dorosh M. Evalution of hydrogen stresses in metal and redistribution of hydrogen around crack-like defects // Int. J. of Hydrogen Energy. -2012. - 37. - P. 14687-14696.
- 11. Карпенко Г. В., Крипякевич Р. И. Влияние водорода на свойства стали. М. Металлургиздат, 1962. – 198 с.
- Пальцефич А., Синюк В., Игнатенко А. Особенности взаимодействия водорода с деформированным металлом // 5-та Міжнар. конф. "Механіка руйнування і міцність конструкцій". – Львів, 2014. – С. 835–840.
- 13. Шутилов В. А. Основы физики ультразвука. Ленінград: вид-во Леніградськ. ун-ту, 1980. 280 с.
- 14. Ledbetter H. M. and Reed R. P. Elastic Properties of Metals and Alloys. 1. Iron, Nickel, and Iron-Nickel Alloys // J. Phys. Chem. Ref. Data. 1973. 2, № 3. C. 531–617.
- 15. Банахевич Ю. В., Гембара О. В., Андрейків О. Є. Розрахунок кінетики поширення водневих блістерів у нафтогазовому устаткуванні // Фіз.-хім. механіка матеріалів. 2009. **45**, № 5. С. 17–25.

(Banakhevych Yu. V., Hembara O. V., and Andreikiv O. E. Numerical analysis of the kinetics of propagation of hydrogen blisters in the oil-and-gas equipment // Materials Science. – 2009. – **45**, № 5. – P. 626–637.)

Одержано 10.05.2016