

Муравьев В. И., Ким В. А., Дмитриев Э. А., Фролов А. В., Соколов Д. А.
V.I.Muraviev, V.A.Kim, E.A.Dmitriev, A.V.Frolov, D.A.Sokolov

05.16.01

О ВОЗМОЖНОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МЕТОДА АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ ДЛЯ ОЦЕНКИ СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ В ПРОЦЕССЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ON USING THE METHOD OF ACOUSTIC EMISSION FOR ESTIMATION OF STRUCTURAL CHANGES OCCURRING DURING THE PROCESS OF HEAT TREATMENT OF CONSTRUCTION MATERIALS

Муравьев Василий Илларионович — д. т. н., проф., профессор кафедры «Технология сварочного производства» ГОУВПО «Комсомольский-на-Амуре государственный технический университет» («КНАГТУ»). E-mail: ktsp@knastu.ru.

Vassily I. Muravyev — Doctor in Engineering, Professor of the Department of Welding Engineering Technology, Komsomolsk-on-Amur State Technical University (Komsomolsk-on-Amur), e-mail: ktsp@knastu.ru.

Ким Владимир Алексеевич — д. т. н., проф., зав. кафедрой «Материаловедение и техно-логия новых материалов» ГОУВПО «КНАГТУ». E-mail: kmtnm@knastu.ru.

Vladimir A. Kim — Doctor in Engineering, Professor, Head of the Department of Materials Technology and New Materials Technology, Komsomolsk-on-Amur State Technical University (Komsomolsk-on-Amur), e-mail: kmtnm@knastu.ru.

Дмитриев Эдуард Анатольевич — к. т. н., доц., директор Института компьютерного

проектирования машиностроительного технологического оборудования ГОУВПО «КНАГТУ». E-mail: msf@knastu.ru.

Eduard A. Dmitriev — PhD in Engineering, Associate Professor, Director of the Institute for Computer-aided Design of Mechanical Engineering Technologies and Equipment/machines, Komsomolsk-on-Amur State Technical University (Komsomolsk-on-Amur), e-mail: msf@knastu.ru.

Соколов Дмитрий Александрович — аспирант ГОУВПО «КНАГТУ». E-mail: ktsp@knastu.ru.

Dmitry A. Sokolov — PhD Candidate. E-mail: ktsp@knastu.ru.

Фролов Алексей Валерьевич — к. т. н., доцент кафедры «Промышленная электроника» ГОУВПО «КНАГТУ». E-mail: ktsp@knastu.ru.

Alexey V. Frolov — PhD in Engineering, Associate Professor at the Department of Industrial Electronics,, Komsomolsk-on-Amur State Technical University (Komsomolsk-on-Amur), e-mail: ktsp@knastu.ru.

Аннотация: Представлены результаты исследования влияния аустенитного превращения в стали 30ХГСА на параметры акустической эмиссии, сопровождающей процесс нагрева материала под закалку. Определены параметры акустической эмиссии, представляющие наибольшую информацию об аустенитном фазовом превращении.

Summary: The paper presents the results of research on the impact of the 30XGSA steel austenite transformation upon the acoustic emission parameters during hardening heat of material. Acoustic emission parameters are determined, that provide the most extensive data on the austenite phase transformation.

Ключевые слова: Акустическая эмиссия, аустенитное превращение, термическая обработка, 30ХГСА.

Keywords: acoustic emission, austenite transformation, heat treatment, 30XGSA.

Введение

Как известно, в основе классической теории термической обработки сталей лежит определение положения критических точек образования и распада аустенита. Положение этих точек определяется набором таких факторов, как химический состав стали, скорость нагрева или охлаждения и др. Традиционные режимы термической обработки сталей используют усреднённые или взятые «с запасом» данные о положении критических точек при «классическом» наборе таких параметров, как скорость нагрева, охлаждения, а также температур нагрева и изотермических выдержек. Данный подход отличается хорошей практической применимостью, широко используется и обеспечи-

вают удовлетворительные результаты. Но указанный подход является серьёзным препятствием на пути повышения эффективности технологий термической обработки сталей и сплавов. Так, например, известно [1], что изменения химического состава материала одной марки, наблюдаемого в разных плавках (или даже в пределах одной плавки), не противоречащих ГОСТ, могут изменять положение критических точек Ac_1 , Ac_3 , Ar_1 , Ar_3 , Mn и $M_{\text{фк}}$ до 10 % (а иногда и более). В связи с чем нагрев таких материалов под закалку по «классической» технологии (до взятой «с запасом» завышенной температуры и с обеспечением завышенной выдержки) фактически приводит к укрупнению аустенитного зерна, а иногда даже и к пережогу, что не позволяет получить комплекс потенциально возможных эксплуатационных характеристик изделия. То же самое относится и к режимам охлаждения. Кроме химического состава на положение критических точек оказывает влияние скорость нагрева и охлаждения, причём увеличение скорости нагрева даже относительно «простых» сталей (ст. 20, 45, У8) от 0,1 до 1000 К/с увеличивает температуры точек Ac_1 и Ac_3 до 150 °С [2]. То есть использование «классических» данных о температурах прямого аустенитного превращения для перспективных методов индукционного нагрева и иных методов, связанных с высокоскоростным нагревом, может привести к недогреву заготовок. Всё вышеизложенное относится также и к температурам нагрева под закалку.

Более того, в настоящее время усилия ряда исследователей направлены на разработку технологий термической обработки, использующих эффекты фазовых превращений и предпревращений (сверхпластичность титановых сплавов [3], изотермическая закалка в области бейнитного предпревращения режущего инструмента из быстрорежущих сталей [4] и др.), позволяющих в значительной степени комплексно улучшить эксплуатационные характеристики (прочность, твёрдость, вязкость разрушения, ресурс) готовых изделий. Но эффекты предпревращений проявляются тем больше, чем больше приближается температура изделия к критическим точкам материала. Поэтому успех таких технологий в значительной степени определяется точностью определения критических точек для используемого режима термической обработки.

Для определения критических точек фазовых превращений применяются dilatометрический, структурный, магнитометрический и другие методы. Но указанные методы обладают рядом недостатков. Так, магнитометрический способ не может применяться для температур выше точки Кюри и характеризуется низкой точностью при температурах, близких к точке Кюри. Структурный метод характеризуется высокой трудоёмкостью и не позволяет исследовать кинетику процессов фазовых превращений. Dilatометрический метод не позволяет исследовать процессы фазовых превращений при высоких скоростях нагрева и охлаждения и т.д. В связи с чем заслуживает внимания метод исследования, основанный на анализе сигналов акустической эмиссии (АЭ), сопровождающих процессы фазовых переходов

[5], позволяющий исследовать кинетику указанных процессов в реальном времени, по всему объёму образца с высокой чувствительностью.

Таким образом, точное и оперативное определение критических точек фазовых превращений в сталях каждой плавки для каждого режима термической обработки является ключевой задачей на пути повышения эффективности традиционных технологий и разработки перспективных режимов термической обработки сплавов, а метод АЭ может служить перспективным инструментом решения обозначенной проблемы. Поэтому в связи с высоким научно-практическим интересом авторами начаты исследования влияния фазовых превращений во время термической обработки сталей на параметры сигналов АЭ.

Методика эксперимента

Исследования проводились на образцах из стали 30ХГСА со следующим химическим составом: $C = 0,32\%$; $Si = 1,1\%$; $Mn = 0,95\%$; $Ni = 0,08\%$; $Cr = 0,95\%$. Значения критических точек (в соответствии с [6]): $Ac_1 = 760\text{ °С}$; $Ac_3 = 830\text{ °С}$; $Ar_1 = 670\text{ °С}$; $Ar_3 = 705\text{ °С}$; $Mn = 352\text{ °С}$.

Критические точки Ac_1 и Ac_3 определялись с помощью dilatометра NETZSCH DIL402PC. Исследования проводились на цилиндрических образцах диаметром 7 мм и длиной 20 мм. Критические точки определялись для скорости нагрева 10 К/мин.

Исследования АЭ во время фазовых превращений проводились на прямоугольных образцах размерами 2 x 15 x 500 мм. Нагрев образцов производился в печи SNOL-6,7/1300, предварительно разогретой до температуры нагрева под закалку 920 °С, а также до более высоких температур (110 °С, 1200 °С) — для увеличения скорости нагрева. Образцы загружались в нагретую печь через асбестовые уплотнители на глубину 200 мм. Ширина асбестовых уплотнителей — 40 мм. Охлаждение образцов производилось в технической воде (спокойной) с температурой 18 °С.

Для исследования АЭ на холодном конце образцов закреплялся широкополосный преобразователь акустической эмиссии GT-301 (Global test) с полосой пропускания 50...500 кГц. Для улучшения акустического контакта поверхность образцов под датчиком смазывалась техническим вазелином. Сигнал с датчика АЭ усиливался усилителем с коэффициентом усиления $K_{\text{д}} = 500$ и входным сопротивлением $R = 100\text{ кОм}$; фильтровался фильтр высоких частот с граничной частотой $f_{\text{д}} = 10\text{ кГц}$ и единичным коэффициентом усиления в полосе пропускания; преобразовывался 12-разрядным аналого-цифровым преобразователем с частотой дискретизации $f_{\text{д}} = 10\text{ МГц}$ и записывался на персональный компьютер. Обработка информации проводилась после завершения эксперимента. В ходе обработки АЭ информации рассчитывались следующие параметры каждого сигнала акустической эмиссии:

- время регистрации (от начала эксперимента), t_r , с;
- амплитуда $U_{\text{м}}^*$, В;
- длительность τ_r , с;

— энергия

$$E_i = \frac{1}{R} \cdot \frac{1}{K_u^2} \cdot \int_0^i U^2(t) dt = \frac{1}{R \cdot K_u^2} \cdot \sum_{k=1}^{i \cdot f_\delta} U_k^2 \cdot \frac{1}{f_\delta}, \text{ Дж};$$

— спектральная плотность АЭ сигналов $F(f)$ (с использованием алгоритма быстрого преобразования Фурье);

— относительная спектральная плотность АЭ сигналов

$$F'(f) = \frac{F(f)}{\sum_{i=0}^n F\left(\frac{i}{N_o \cdot f_\delta}\right)} \cdot 100\%$$

(где N_o — количество отсчётов в АЭ импульсе).

Кроме того, определялись следующие параметры АЭ:

— суммарная энергия — сумма энергий сигналов, зарегистрированных от начала эксперимента

$$E_\Sigma(t) = \sum_{i=1}^n E_i \text{ (где } n \text{ — количество АЭ сигналов, зарегистрированных за время } t \text{ от начала эксперимента), Дж};$$

— суммарный счёт — сумма АЭ сигналов, зарегистрированных от начала эксперимента, посчитанная нарастающим итогом $N_\Sigma(t) = n$;

— активность АЭ — скорость излучения АЭ сигналов

$$N'(t) = \frac{dN_\Sigma(t)}{dt}, \text{ с}^{-1};$$

— мощность АЭ — интенсивность излучения АЭ

$$P(t) = \frac{dE_\Sigma(t)}{dt}, \text{ Вт.}$$

Для измерения температуры образца на его горячем конце зачеканивался горячий спай термопары типа «К» (CrNi — NiAl). Сигнал с термопары усиливался дифференциальным усилителем постоянного тока с коэффициентом усиления 25, преобразовывался 12-разрядным аналого-цифровым преобразователем и записывался на персональный компьютер. Запись значений температуры синхронизировалась с записью АЭ сигналов.

Для исключения акустических помех от окалина во время нагрева с образцов после охлаждения окалина удалялась.

Процессы фазовых переходов в зоне асбестовых уплотнителей (температура в которой изменяется от 60 °С до 920 °С) не учитывались по следующим причинам. Объём указанной области составляет не более 20 % от объёма загруженной в печь части образца. Так как аустенитное превращение происходит в интервале температур 760...830 °С, то для фазовых переходов необходим нагрев до температуры не менее 760 °С. Учитывая это и экспоненциальный характер распределения температуры по длине рассматриваемой зоны, реально фазовые превращения могут происходить на расстоянии не более 2 мм от внутренней поверхности печи (что соответствует объёму не более 1 % по сравнению с объёмом загруженной в печь части образца). Приближённо считая, что процессы фазовых превращений про-

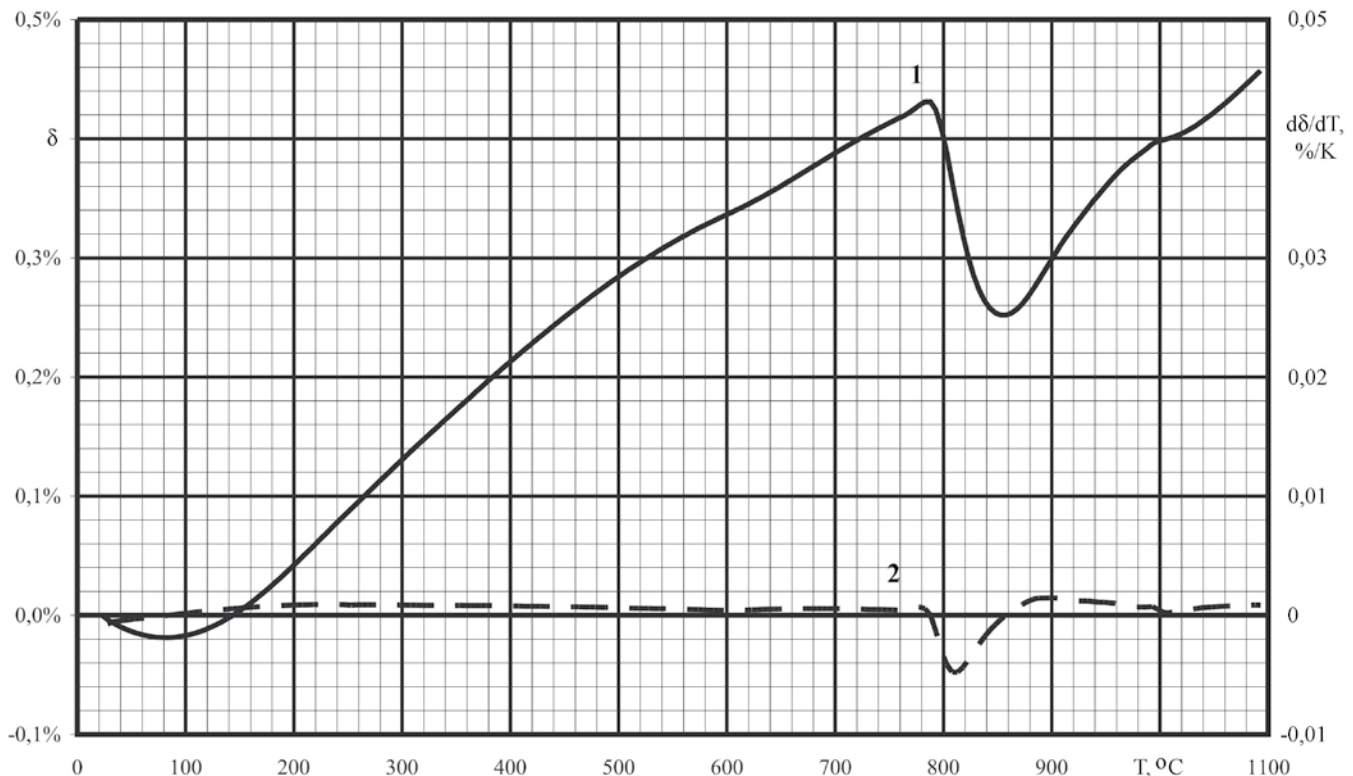


Рис. 1. Диаграммы относительного удлинения (1) и первой производной относительного удлинения по температуре (2) отожжённого образца из стали 30XГСА во время его нагрева со скоростью 0,17 К/с

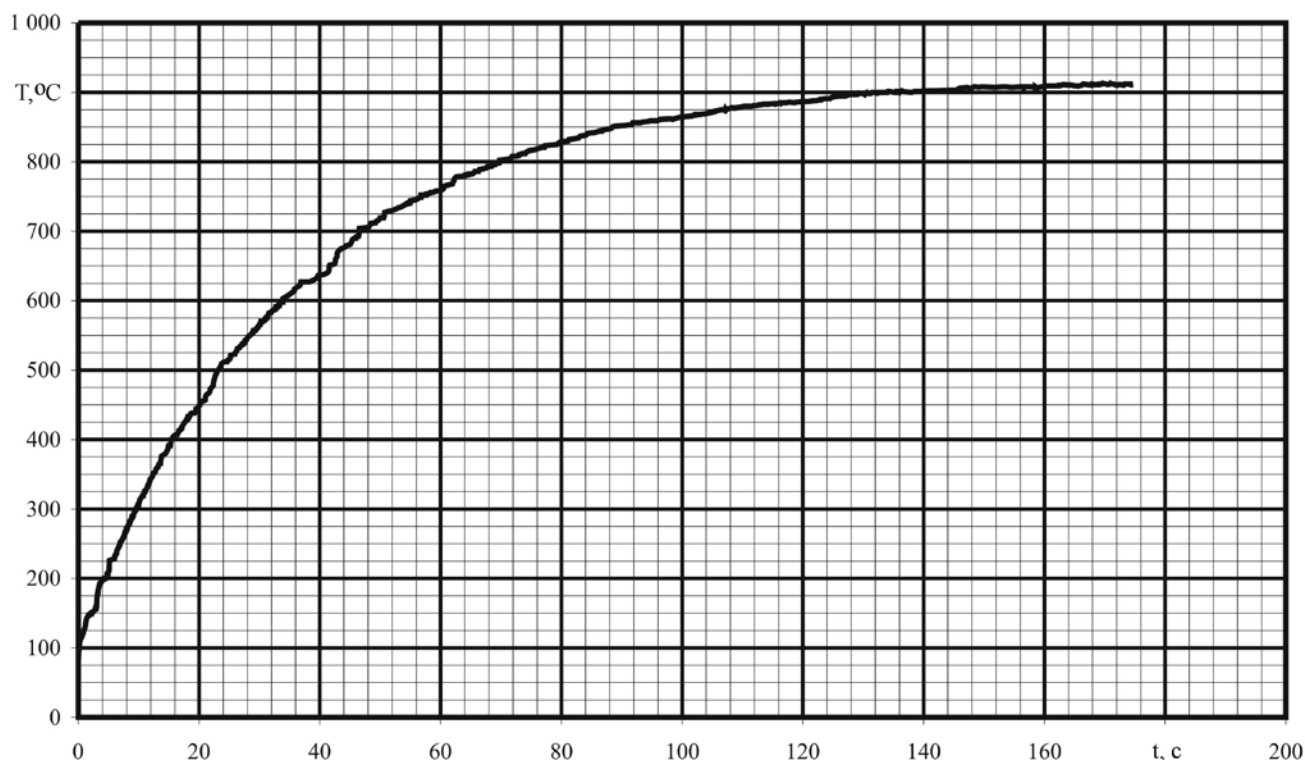


Рис. 2. Диаграмма нагрева образцов из стали 30ХГСА

текают по объёму материала равномерно, акустическая эмиссия от фазовых превращений в переходной области образца также составляет не более 1% от «полезной» АЭ и поэтому в расчётах не учитывается. Кроме того, процессы фазовых переходов в указанной области при нагреве приводят лишь к малозначительному смещению во времени (в сторону запаздывания) момента окончания АЭ, а на качественные характеристики АЭ влияния не оказывают.

В работе исследовались следующие режимы термической обработки:

- нагрев отожжённого образца с 20 °С до 920 °С со средней скоростью порядка 6 К/с и выдержкой при температуре 920 °С в течение 3 мин.;
- закалка в воде с 920 °С;
- нагрев закалённого образца с 20 до 650 ... 880°С со средней скоростью порядка 50 К/с;
- повторная закалка в воде.

Результаты экспериментов и их обсуждение

Дилатометрические кривые, полученные при нагреве образцов из стали 30ХГСА, представлены на рисунке 1.

Из дилатометрических кривых видно, что интервал аустенитного превращения располагается в температурном интервале 786 ... 857 °С.

Диаграмма нагрева образцов во время исследования акустической эмиссии, представлена на рисунке 2.

Из диаграммы нагрева видно, что в области темпе-

ратур аустенитного превращения скорость нагрева изменяется от 3,7 К/с до 1,6 К/с и в среднем составляет порядка 2 К/с. Учитывая результаты [2], получаем, что при исследуемых скоростях нагрева температуры точек Ас1 и Ас3 увеличиваются не более чем на 10 °С относительно дилатометрических данных, то есть примерно равны: Ас1 = 796 °С, Ас3 = 867 °С.

На рисунках 3-7 представлены традиционно используемые параметры АЭ.

Как видно из представленных диаграмм, интервал аустенитного превращения практически не проявляется на диаграммах «классических» параметров АЭ. На диаграммах АЭ энергии и мощности АЭ (рисунки 3, 5) вблизи точки Ас1 (при температуре порядка 890 °С) наблюдается генерация АЭ сигналов с несколько повышенной энергией и мощностью, а вблизи точки Ас3 (при температуре порядка 850°С) наблюдается излучение акустической эмиссии с минимальной мощностью. Но АЭ сигналы с аналогичными характеристиками регистрируются не только во время аустенитного превращения, но и в другие моменты времени, что не позволяет использовать их для определения критических точек прямого аустенитного превращения.

В процессе поиска наиболее информативных параметров акустической эмиссии, дающих возможность исследования фазовых превращений, авторами было выдвинуто предположение о том, что спектральная характеристика АЭ сигналов должна зависеть от раз-

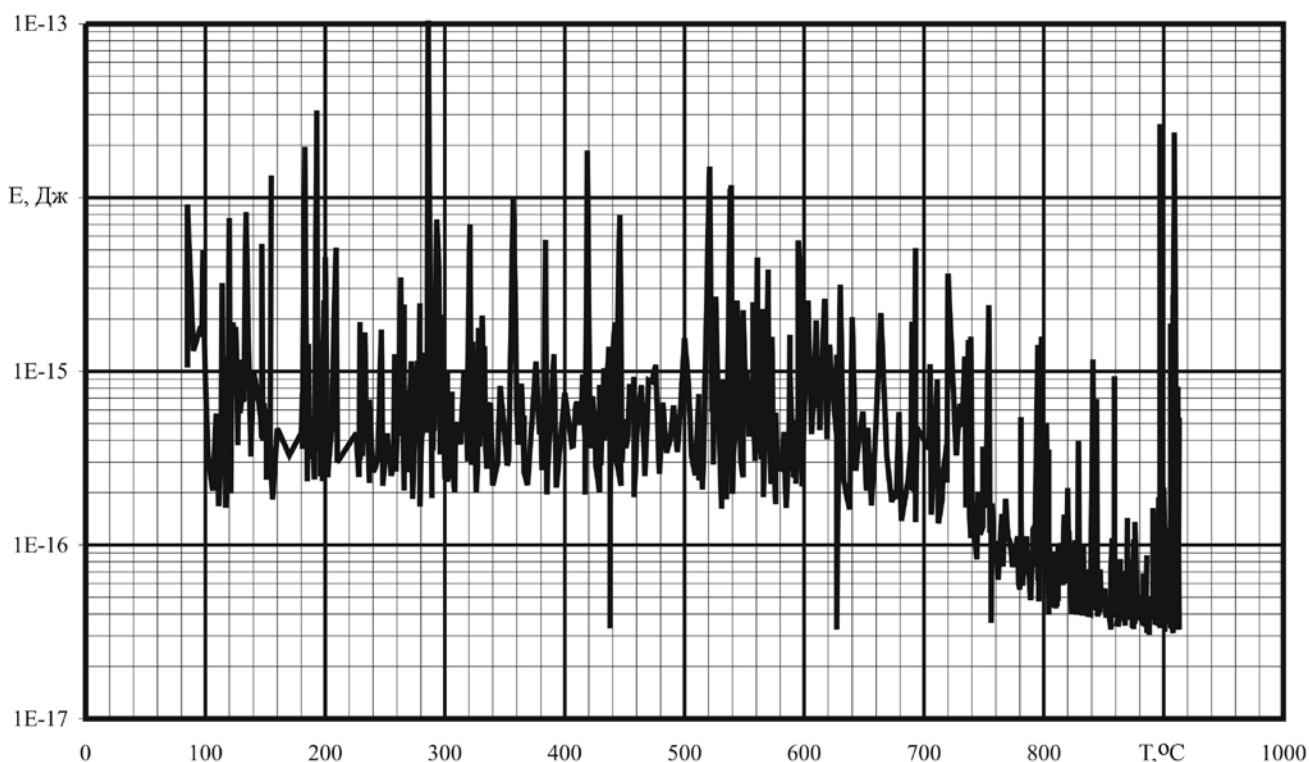


Рис. 3. Диаграмма энергии АЭ сигналов во время нагрева образцов

меров, объёмов, массы и подвижности источников АЭ: на микроуровне — от размеров, химического и структурного составов зёрен и структуры соединений между зёрнами (карбидов и др.), а на наноуровне — от типа кристаллической решётки. То есть увеличение массы, размеров и подвижности АЭ источников должно приводить к снижению частоты генерируемого АЭ сигнала.

Для проверки описанной гипотезы в рамках данной работы был произведён анализ относительной спектральной плотности АЭ сигналов во время нагрева образца из стали 30ХГСА. Выбор относительной спектральной плотности в качестве анализируемого параметра вместо абсолютной спектральной плотности связан с тем, что энергия излучаемых АЭ сигналов отличается на три порядка (см. рисунок 3), что затрудняет совместный анализ АЭ сигналов с большой и малой энергиями. Результаты спектрального анализа АЭ сигналов представлены на рисунке 8. Из рисунка 8 видно, что у первых 460 АЭ импульсов локальные максимумы спектральной плотности располагаются вблизи частот 100 кГц и 470 кГц, а глобальный максимум — вблизи частоты 230 кГц. У АЭ импульсов после 500-го сигнала спектр смещён в более низкочастотную область — в спектре практически отсутствуют гармоники с частотами более 330 кГц, а основная энергия сигнала распределена в диапазоне частот 50 ... 250 кГц с локальным максимумом вблизи частоты 200 кГц и глобальным максимумом вблизи частоты 100 кГц. АЭ сигналы №461-499 имеют «переходный» спектр.

Важно, что АЭ сигнал №500 был зарегистрирован

при температуре 800 °С (см. рисунок 6), то есть практически совпадает с точкой Ас1, соответствующей переходу О. Ц. К. кристаллической решётки в Г. Ц. К. решётку. Но на диаграмме относительной спектральной плотности процесс растворения карбидов не идентифицируется и точка Ас³ не определяется. Обнаруженный эффект очевидно вызван аустенитным превращением, а АЭ сигналы с «переходным» спектром (регистрируемые при температурах 760 ... 800 °С вызваны началом аустенитного превращения в локальных микрообъёмах с повышенной температурой и концентрацией легирующих элементов, соответствующей более низким значениям Ас1. Относительно постоянные спектры АЭ сигналов до аустенитного превращения и после дают основание предполагать о том, что спектральная характеристика АЭ сигналов в значительной степени определяется типом кристаллической решётки.

Интересно, что на обнаруженный эффект скорость нагрева не влияет — исследованы скорости нагрева в диапазоне от 6 до 50 К/с. Необходимо отметить, что спектр сигналов, излучаемых во время нагрева закалённого образца, отличается от спектра сигналов, излучаемых при нагреве отожжённого образца, но изменение спектра сигналов при переходе через точку Ас1 в обоих случаях аналогично. Таким образом, метод АЭ может быть использован для определения точки начала аустенитного превращения при нагреве.

Но описанный анализ ранее перечисленных параметров АЭ сигналов при исследовании процесса закалки пока не позволяет детерминировать мартенситное

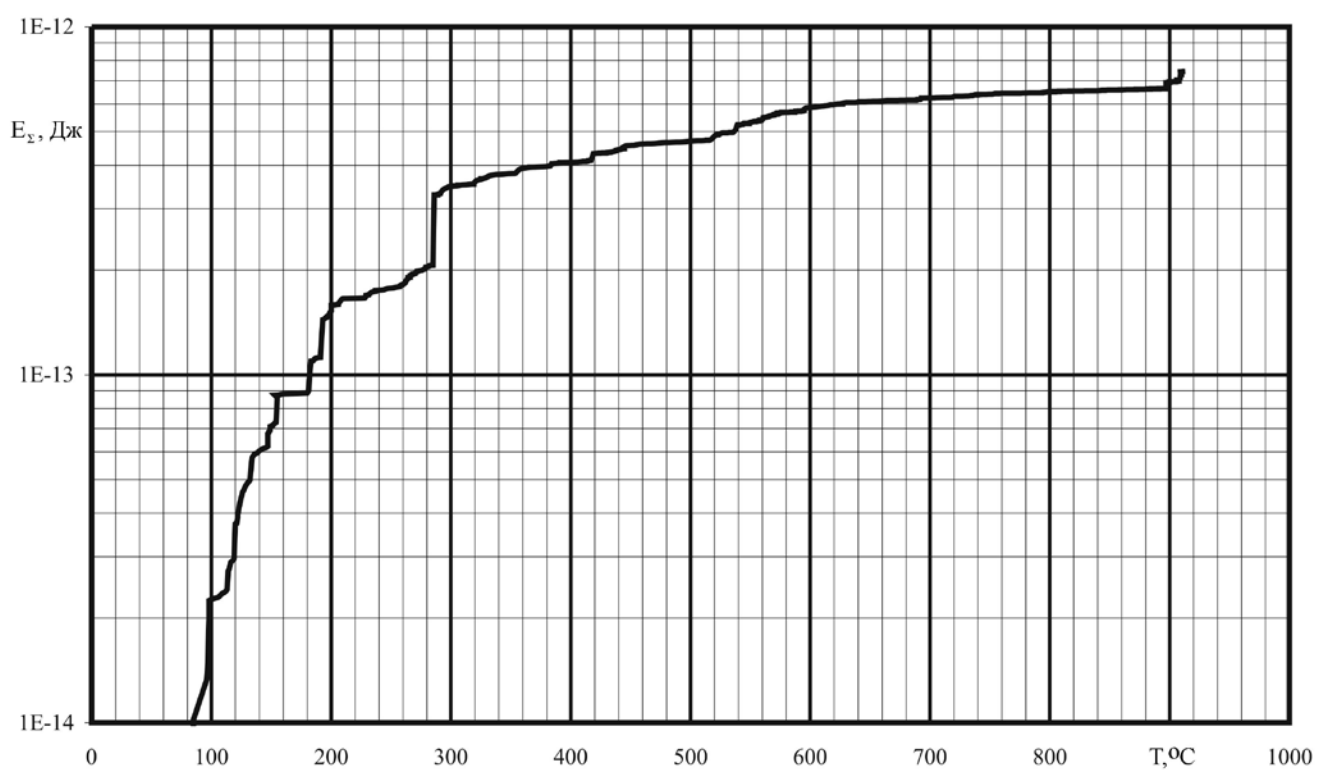


Рис. 4. Диаграмма суммарной энергии АЭ

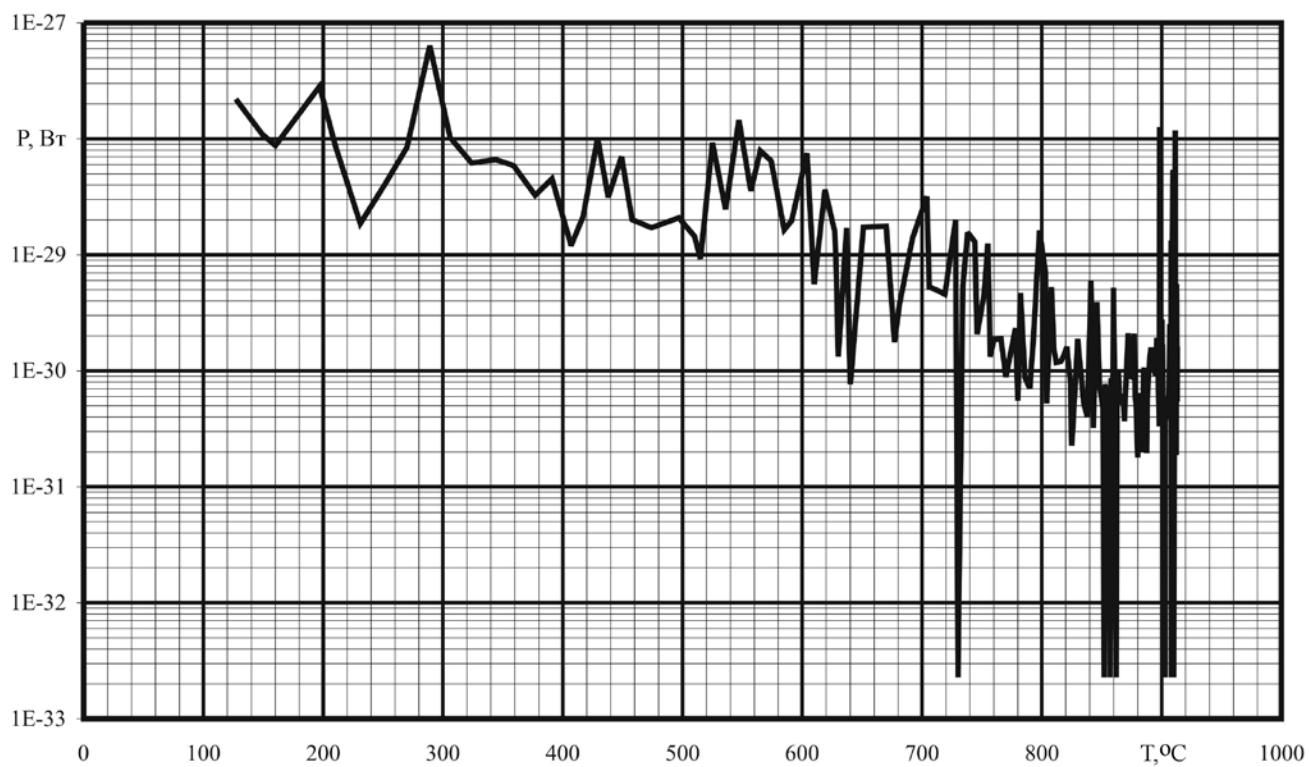


Рис. 5. Диаграмма мощности АЭ

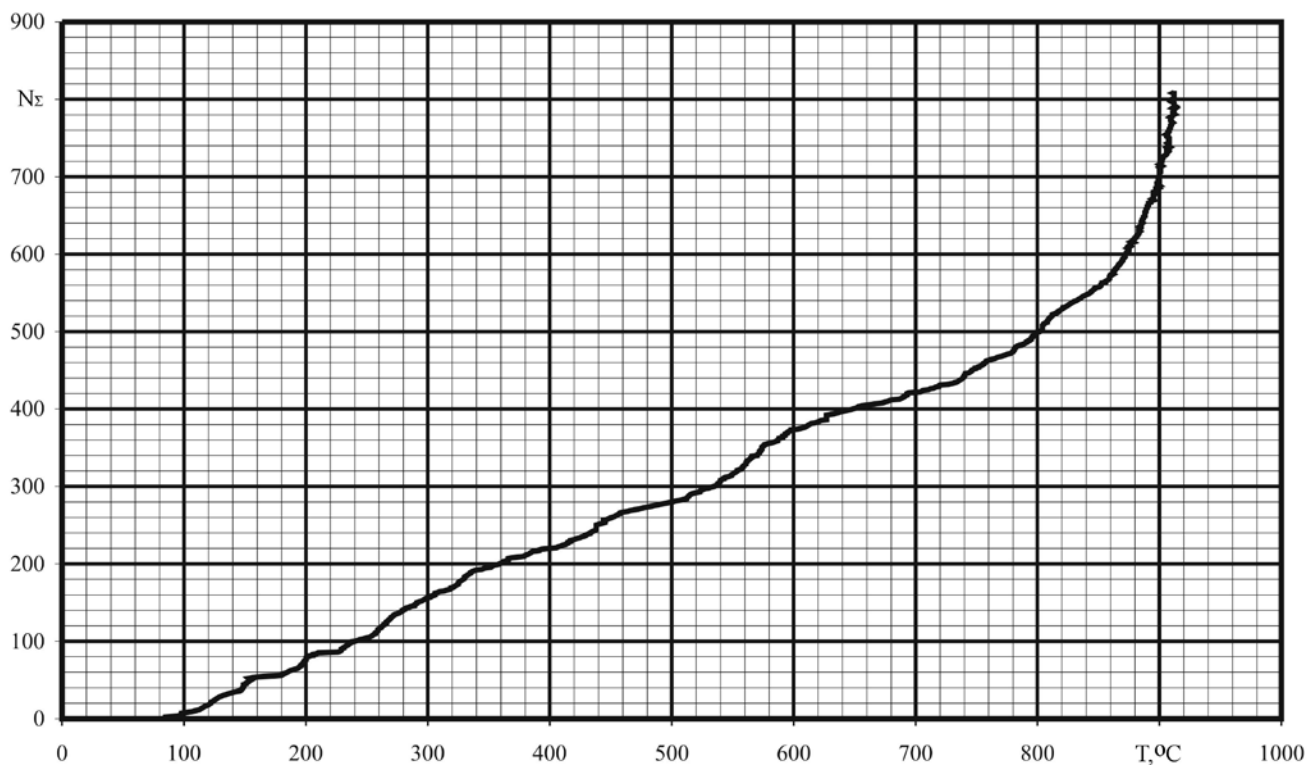


Рис. 6. Диаграмма суммарного счёта АЭ

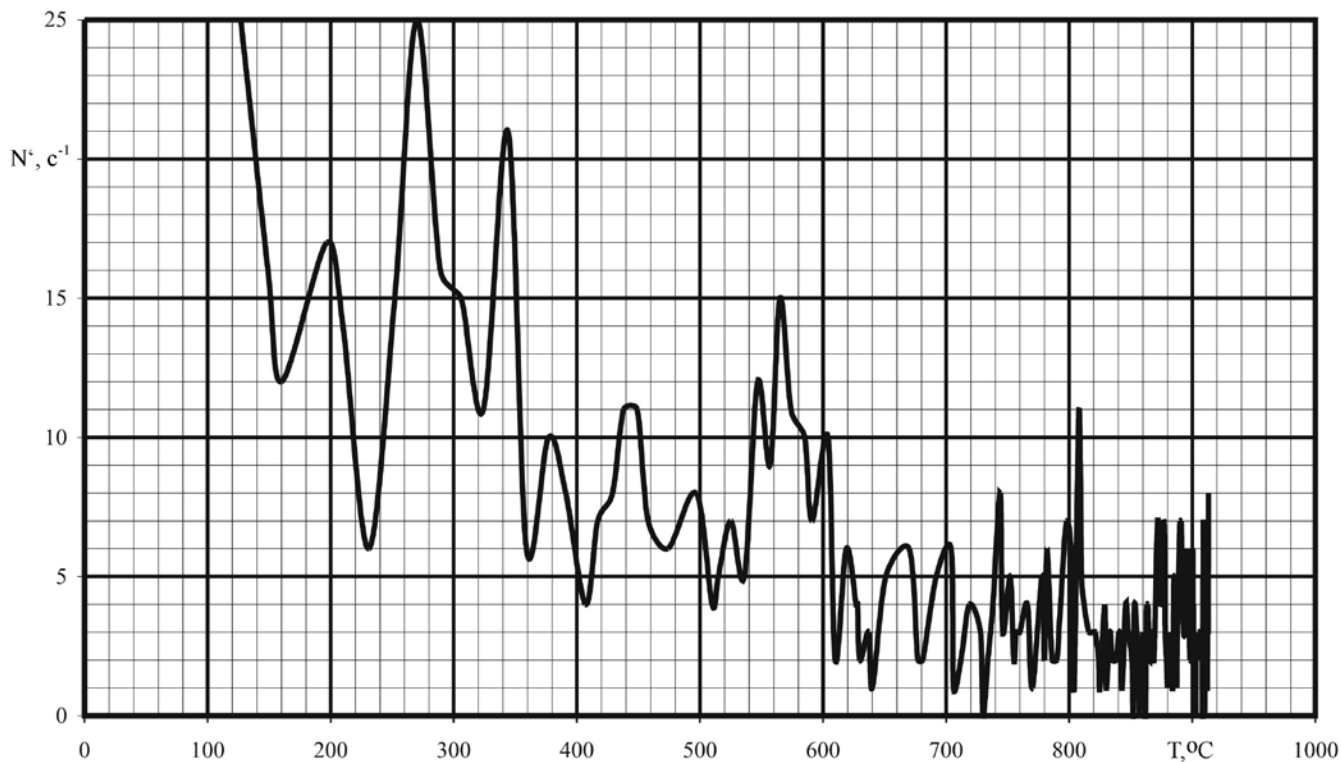


Рис. 7. Диаграмма активности АЭ

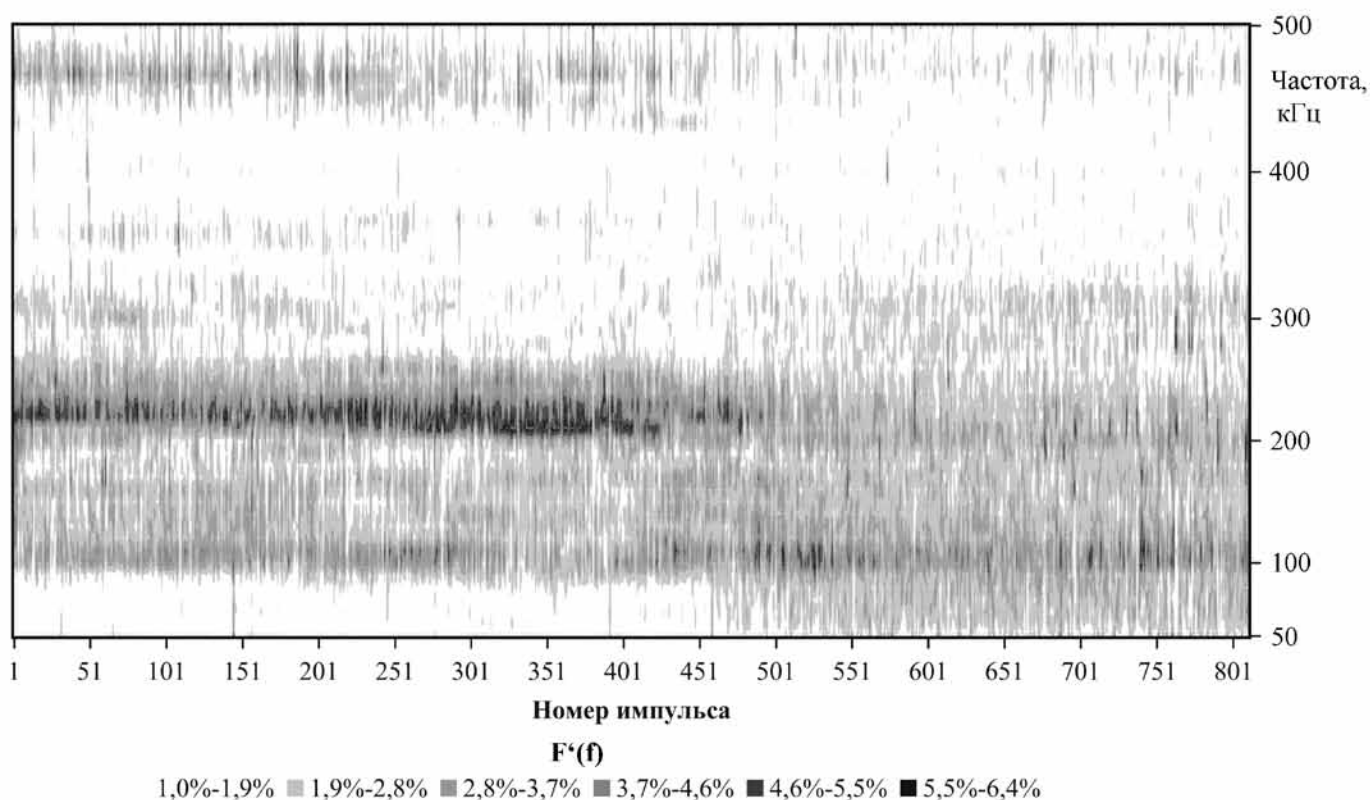


Рис. 8. Диаграмма относительной спектральной плотности АЭ импульсов

превращение в связи с интерференцией АЭ сигналов от фазовых превращений с сигналами от термических напряжений, а также в связи с трудностями определения реальных температур по сечению образца (которые при закалке сильно различаются) и нуждается в более тщательной проработке.

Основные выводы:

— решение проблемы оперативного определения критических точек фазовых превращений в сталях является одним из ключевых моментов в решении задачи повышения эффективности применяемых технологий термической обработки сплавов и разработки новых режимов термической обработки;

— метод АЭ представляет широкие возможности для исследования фазовых превращений в сталях и сплавах;

— информация, получаемая при анализе традиционных параметров АЭ сигналов, не позволяет идентифицировать фазовые превращения в исследованной стали 30ХГСА;

— спектральный анализ АЭ сигналов представляет более исчерпывающую информацию и позволяет однозначно детерминировать АЭ сигналы, излучаемые перлитной, мартенситной и аустенитной структурами во время нагрева, то есть фактически позволяет определять температуру точки A_{c1} ;

— изменение кристаллической решётки при аустенитном превращении вызывает смещение спектра АЭ сигналов в низкочастотную область и его «размытие» в более широком частотном диапазоне;

— обнаруженные зависимости нуждаются в проверке на других типах конструкционных материалов и тщательном теоретическом обосновании;

— представляет интерес более детальное изучение процесса закалки АЭ методом (с целью разработки методики определения критических точек мартенситного превращения), а также процессов бейнитного, сорбидного и трооститного превращений и процессов, происходящих при отпуске сталей.

ЛИТЕРАТУРА

1. Попов А. А., Справочник термиста. Изотермические и термокинетические диаграммы распада переохлаждённого аустенита./А. А. Попов, Л. Е. Попова. — М.: МАШГИЗ, 1961. — 430 с.
2. Зимин Н. В. О влиянии температуры, скорости нагрева и исходного состояния структуры углеродистых сталей на процессы образования в них аустенита. // Металлообработка, № 1, 2006. — с 42-46.
3. Муравьев В. И. Обеспечение надёжности конструкций из титановых сплавов/В. И. Муравьев, П. В. Бахматов, Б. И. Долотов и др. — М.: Эком, 2009. — 752 с.
4. Муравьев В. И. Изотермическая закалка как инструмент наноформирования дефектной структуры стали Р18 для улучшения эксплуатационных характеристик режущего инструмента./В. И. Муравьев, А. В. Фролов, А. М. Злыгостев и др. // Металлообработка, № 2, 2009. — с. 50-57.
5. Семашко Н. А. Акустическая эмиссия в экспериментальном материаловедении./Н. А. Семашко, В. И. Шпорт, Б. Н. Марьян. — М.: Машиностроение, 2002. — 240 с.
6. Марочник сталей и сплавов/под ред. В. Г. Сорокина. — М.: Машиностроение, 1989. — 640 с.