ВЛИЯНИЕ РАЗМЕРОВ КРИСТАЛЛОВ НАПОЛНИТЕЛЯ НА ПАРАМЕТРЫ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ ПРИ ИСПЫТАНИИ НА РАСТЯЖЕНИЕ ДЕТАЛЕЙ ИЗ ПЛАСТИФИЦИРОВАННОГО ОКТОГЕНА

© 2020 г. М.С. Никифорова^{1,*}, Е.Н. Костюков¹

¹Российский Федеральный Ядерный Центр — Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики, Россия 607190 Саров, пр-т Мира, 37 *E-mail: postmaster@ifv.vniief.ru

> Поступила в редакцию 18.06.2020; после доработки 28.07.2020 Принята к публикации 29.07.2020

Проведено исследование изменения параметров акустической эмиссии, развивающейся при квазистатическом деформировании деталей из пластифицированного октогена крупной и мелкой фракций в условиях растяжения. Определены характерные изменения акустико-эмиссионных зависимостей и абсолютных значений параметров акустической эмиссии при переходе от крупнозернистой к мелкозернистой структуре материала. В соответствии с результатами проведенных экспериментов проанализированы возможные варианты развития процесса накопления поврежденности и разрушения деталей при изменении размера кристаллов, формирующих их внутреннюю структуру. В качестве подтверждения соответствующих изменений параметров акустической эмиссии исследована структура поверхности деталей в зонах их разрушения с помощью электронного микроскопа. Процесс разрушения деталей, изготовленных на основе мелкодисперсного октогена, в условиях растяжения происходит мгновенно при достижении в какой-либо части объема критического уровня поврежденности и создания условий для объединения микротрещин с образованием макротрещины. Для деталей, имеющих в своем составе крупнодисперсный октоген, характерно разрушение по принципу «слабого» звена, т.е. локализация микротрещин в одной или нескольких зонах по объему деформируемого материала уже на начальной стадии нагружения. Эти зоны становятся местами объединения трещин и очагом их дальнейшего развития на новом масштабном уровне вплоть до разрушения. Полученные результаты расширяют существующее представление о процессе накопления повреждений и разрушения энергетических материалов и могут быть использованы при разработке и усовершенствовании соответствующих математических моделей.

Ключевые слова: акустическая эмиссия, пластифицированный октоген, растяжение, размер кристаллов, процесс накопления поврежденности и разрушения.

DOI: 10.31857/S013030822009002X

ВВЕДЕНИЕ

Исследование процесса деформирования деталей из пластифицированного октогена является важной и актуальной задачей. Полученная информация об особенностях механического поведения и влияния структурных параметров на процессы накопления повреждений в деталях из пластифицированного октогена может использоваться для развития методов прогнозирования прочностных свойств и расчета конструкций, в состав которых входит исследуемый материал.

В силу своей природы, суть которой состоит в анализе ультразвукового излучения, являющегося откликом структуры материала на внешнее воздействие, перспективным в настоящее время способом в познании происходящих в материалах физических процессов является метод акустической эмиссии [1—4]. Возможности использования метода акустической эмиссии при исследовании деталей из энергетических материалов на основе пластифицированного октогена приведены в работах [5—7].

Основная цель исследований, результаты которых представлены в данной статье, заключалась в выявлении взаимосвязи между структурой деталей и параметрами акустической эмиссии, фиксируемыми при квазистатическом деформировании деталей из пластифицированного октогена в условиях растяжения.

ПРЕДМЕТ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Размеры кристаллов, применяемого в промышленности октогена, изменяются в достаточно широких пределах: от ~600 мкм до менее чем 10 мкм. Предполагалось, что такое существенное различие геометрических размеров кристаллов октогена может стать причиной разброса физикомеханических свойств и взаимосвязанных с ними процесса накопления повреждений и разрушения деталей при механических испытаниях.

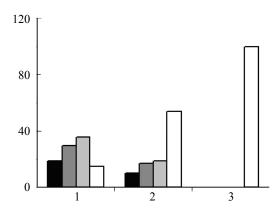


Рис. 1. Содержание разных фракций октогена в составе групп: по вертикали — содержание фракций в %, по горизонтали — номер группы состава; более 350 мкм; 25—350 мкм; 10—25 мкм; менее 10 мкм.

Общее соотношение массовых долей октогена и пластификатора для всех групп деталей сохранялось постоянным. Специального разделения октогена по фракциям не проводилось. Для изготовления деталей использовали его промышленные партии. Различный фракционный состав исходного материала для изготовления деталей определялся процентным соотношением массовых долей фракций А (крупнодисперсный) и Б (мелкодисперсный). Было изготовлено три группы деталей с соотношением фракций А/Б: 100/0, 50/50, 0/100 соответственно. Гистограмма распределения фракций октогена по группам представлена на рис. 1.

Для проведения экспериментов по испытанию на растяжение использовали призматические детали сечением 10×15 мм, длиной 150 мм, изготовленные методом прессования. Параметры акустической эмиссии измеряли с помощью системы акустико-эмиссионного контроля A-Line32D, производства фирмы «Интерюнис», Москва.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Полученные при испытании деталей на растяжение диаграммы деформирования « σ — ϵ » и диаграммы зависимости суммы импульсов АЭ N от времени t, отображаемые в режиме on-line при нагружении на экране монитора испытательного комплекса, представлены на рис. 2, 3.

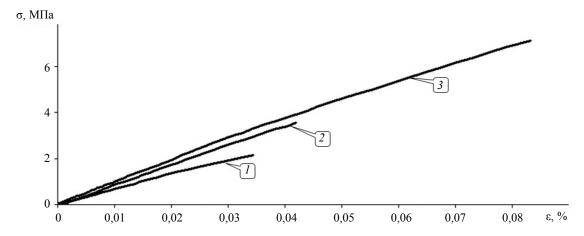


Рис. 2. Диаграммы деформирования, полученные при испытании деталей на растяжение: I — детали, изготовленные в соотношении массовых долей фракций A/Б = 100/0 %, 2 — A/Б = 50/50 %, 3 — A/Б = 0/100 %.

Первое, что обращает на себя внимание при анализе представленных диаграмм деформирования (рис. 2), это то, что детали с разным соотношением фракций наполнителя, несмотря на постоянство его процентного содержания в составе и одинаковые режимы изготовления, отличаются по значениям разрушающего напряжения и деформации разрушения. При этом значения деформации

разрушения и максимального напряжения, зафиксированные для деталей, изготовленных на основе октогена фракции Б, превышают максимальные для деталей, изготовленных на основе октогена фракции А, в ~3 раза. Это подтверждает предположение о влиянии размеров кристаллов наполнителя на физико-механические свойства материала. При этом, несмотря на различия в максимальных значениях механического напряжения и деформации для разных групп составов, диаграммы деформирования по своему виду схожи. Они представляют собой практически прямые линии, разделение которых на упругую и пластическую составляющие деформации затруднительно.

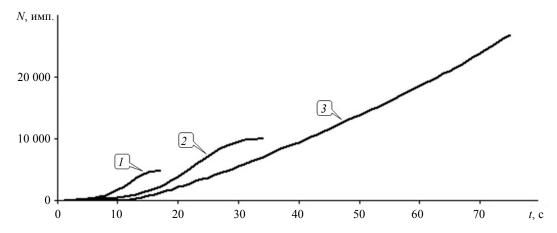


Рис. 3. Диаграммы суммы импульсов AЭ, полученные при испытании деталей на растяжение: I — детали, изготовленные в соотношении массовых долей фракций A/Б = 100/0 %, 2 — A/Б = 50/50 %, 3 — A/Б = 0/100 %.

Что касается процесса накопления поврежденности, то, в соответствии с рис. 3, на котором представлены диаграммы суммы импульсов АЭ, рост этих параметров АЭ демонстрирует активный процесс накопления микротрещин, несмотря на упомянутую выше трудность в выделении пластической составляющей деформации, которая является необходимым условием возбуждения механических волн, т.е. АЭ, в материале. По-видимому, акты пластического деформирования, сигналы от которых фиксируются системой АЭ, происходят на микроуровне. Диаграмма, полученная при испытании деталей, изготовленных на основе октогена фракции Б, т.е. мелкодисперсного, представляет собой чуть вогнутую линию без каких-либо резких изгибов. Практически постоянная скорость накопления микродефектов в сочетании с большим значением деформации разрушения свидетельствуют о том, что процесс трещинообразования в деталях этой группы носит объемный характер, накопление поврежденности идет равномерно по всему объему детали вплоть до разрушения. Локализация микротрещин при достижении их критической концентрации в какой-либо зоне детали, образование и рост макротрещины, приводящей к разрыву детали, происходят практически мгновенно. Такой характер разрушения подтверждается диаграммой выбросов, приведенной на рис. 4.

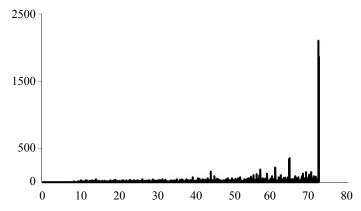


Рис. 4. Диаграмма выбросов АЭ, полученная при испытании деталей, изготовленных на основе октогена фракции Б: по вертикали — количество выбросов, по горизонтали — время, с.

В течение всего времени деформирования средний фон выбросов наблюдается на уровне ~ 100 ед., а в момент разрушения (на 65 с) имеет место всплеск выбросов, свидетельствующий о разрыве образца, достигающий величины в 2000 ед.

В отличие от представленной диаграммы суммы импульсов для деталей группы № 3, диаграммы суммы импульсов для деталей первой и второй групп имеют точки перегиба. Наличие этих точек свидетельствует об изменении механизма трещинообразования, происходящего в ходе деформирования, и позволяет разделить диаграммы суммы импульсов на два участка. На первом участке сумма импульсов динамично повышается, что свидетельствует о том, что источники АЭ являются активными. Согласно теории дислокаций [8], в этой стадии деформации идет процесс разрыхления кристаллов и накопление в них микронесплошностей различной физической природы. В локальных зонах кристаллической решетки зарождаются и начинают двигаться дислокации, которые перемещаются лишь на небольшое расстояние только в зоне микроконцентраторов. Движение дислокаций происходит вдоль кристаллографических плоскостей и не совпадает с направлением оси детали. Дислокации перестраиваются и самоорганизовываются. Возникают новые типы дефектов — мезодефекты: дисклинации, различного рода полосовые структуры (микрополосы, микродвойники и др.). В подтверждение теории в работе Ботвиной Л.Р. [9] на этой стадии деформации в ходе растяжения деталей из малоуглеродистой стали были исследованы реплики с поверхности детали, на которых были обнаружены множественные полосы скольжения, формирующие зону пластической деформации и отвечающие за возникновение сигналов АЭ, но без микротрещин. Там же показано, что кинетика развития разрушения металлических образцов и образцов из горных пород подобна, что позволяет авторам данной работы предполагать аналогичный механизм накопления повреждений и в исследуемом ими материале. Дальнейшее увеличение нагрузки приводит к увеличению размера пластической зоны и к изменению внутренней структуры. На этой стадии наблюдается снижение градиента скорости роста количества импульсов (после точки перегиба диаграммы суммы импульсов). Мезодефекты содержат как сдвиговую, так и поворотную компоненты деформации. Это делает возможным перемещение в растягиваемой детали любых структурных элементов различного масштаба: субзерен, зерен, их конгломератов. В результате чего наблюдается выход диаграммы суммы импульсов «на полочку», что соответствует моменту возникновения и активного распространения макрополос локальной деформации, распространяющихся через все сечение образца. Такое состояние можно классифицировать как состояние предразрушения. Укрупнение дефектов в деталях первой и второй групп, в которых присутствует крупная фракция октогена, подтверждается совпадением точки перегиба с началом ускоренного роста длительности импульсов АЭ, диаграммы которых приведены на рис. 5.

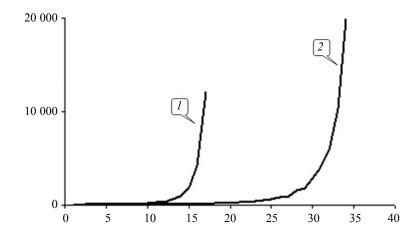


Рис. 5. Диаграммы длительности импульсов АЭ:

I — детали, изготовленные в соотношении массовых долей фракций A/Б = 100/0 %, 2 — A/Б = 50/50 %; по вертикали — длительность импульсов AЭ, мкс, по горизонтали — время, с.

Из рис. 5 следует, что для деталей, изготовленных на основе октогена крупной фракции, длительность импульсов увеличивается до 12 000 мкс, а максимум длительности импульсов АЭ, до-

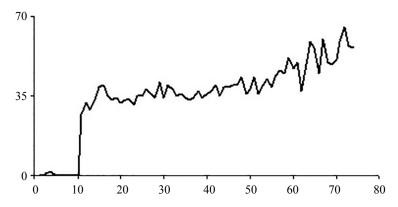


Рис. 6. Диаграмма длительности импульсов АЭ, полученная при растяжении деталей, изготовленных на основе мелкодисперсного октогена: по вертикали — длительность импульсов АЭ, мкс, по горизонтали — время, с.

стигающей значения более 20 000 мкс, наблюдается для деталей, изготовленных из октогена с соотношением фракций 50/50, т.е. в данных условиях эксперимента при таком соотношении фракций октогена создаются наиболее благоприятные условия роста трещин. Для деталей, изготовленных на основе мелкодисперсного октогена, длительность импульсов даже при максимальных нагрузках не превышает 50—60 мкс (рис. 6).

Дальнейшая обработка результатов показала, что изменение длительности импульсов АЭ, фиксируемых при нагружении деталей изготовленных из составов с разным соотношением крупной и мелкой фракций октогена, обусловливает и разную величину их энергетической составляющей.

Результаты обработки массива данных в плане определения общего количества импульсов АЭ и величины их суммарной энергии для исследованных составов приведены в табл.1.

Таблица 1 Суммарная энергия импульсов АЭ для составов с разным содержанием октогена фракций А и Б

Номер группы деталей	Соотношение фракций октогена А и Б в составе	Количество импульсов АЭ	Суммарная величина энергии импульсов АЭ, усл. ед.
1	100/0	~ 2650	~ 185000
2	50/50	~ 7200	~ 480000
3	0/100	~ 16000	~ 860000

Как следует из табл. 1, с уменьшением в составе октогена крупной фракции увеличивается количество импульсов АЭ и значение суммарной энергии. Максимум этих величин наблюдается для состава на основе мелкодисперсного октогена.

Таким образом, в соответствии с результатами проведенных экспериментов по исследованию параметров АЭ при разрушении деталей, изготовленных на основе октогена разных фракций при испытании в условиях растяжения, можно выделить следующее:

процесс разрушения деталей на мелкодисперсном октогене, имеющих в условиях испытания на растяжение максимальные значения прочности и деформации разрушения, сопровождается АЭ с максимальным количеством импульсов, характеризующихся низкой энергией и минимальной длительностью. Такое сочетание изменения параметров предполагает, что в течение всего времени нагружения в детали сохраняется однородное поле напряжений, при котором имеет место равномерный процесс объемного накопления микротрещин без образования очагов их локализации. Разрушение деталей происходит мгновенно при достижении в какой-либо части объема критического уровня поврежденности и создания условий для объединения микротрещин с образованием макротрещины [10];

для деталей первой и второй групп, имеющих в своем составе крупнодисперсный октоген, характерно разрушение по принципу «слабого» звена, т.е. процесс объемного накопления повреж-

денности становится неустойчивым и уже на начальной стадии нагружения происходит локализация микротрещин в одной или нескольких зонах по объему деформируемого материала. Эти зоны становятся местом объединения трещин и очагом их дальнейшего развития на новом масштабном уровне вплоть до разрушения.

Для выяснения причин различий в изменении параметров АЭ исследованных деталей при одинаковом соотношении массовых долей в составе взрывчатого наполнителя и пластификатора была изучена структура исследуемого материала. Для этого были сделаны снимки поверхности деталей в зоне их разрушения с использованием сканирующего электронного микроскопа. Снимки представлены на рис.7.

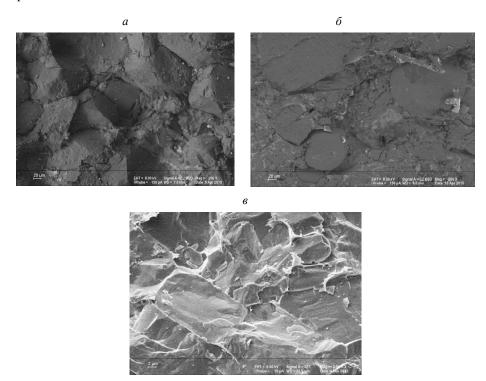


Рис. 7. Электронное изображение поверхностей деталей в зоне их разрушения после испытания на растяжение: a — электронное изображение поверхности детали в зоне ее разрушения, изготовленной на октогене фракции A; δ — электронное изображение поверхности детали в зоне ее разрушения, изготовленной на октогене с соотношением массовых долей фракций A и Б — 50/50 %; ϵ —электронное изображение поверхности детали в зоне ее разрушения, изготовленной на октогене фракции Б.

На снимке (рис. 7*a*) показана поверхность детали, изготовленной с использованием крупнодисперсного октогена, в зоне ее разрушения. Здесь видны практически сохранившие целостность крупные кристаллы октогена с поврежденными кромками. Разрушение произошло по межкристаллическим (межзеренным) границам, которые представляют скопление частиц разрушенных кромок крупных кристаллов, не скрепленных пластификатором. Учитывая, что следствием развития трещины при растяжении является возникновение зоны разгрузки с исключением из работы части напряженного материала и уменьшение за счет этого поперечного сечения детали с увеличением напряжения в нагруженных зонах [11], а также принимая во внимание размер структурных образований, можно предположить значимое уменьшение поперечного сечения детали уже на начальном этапе нагружения, что и приводит к образованию зон концентрации или локализации микротрещин и быстрому их развитию.

А это, в свою очередь, согласуется свыше описанным предположением о развитии процесса накопления поврежденности и разрушения, сделанным на основе анализа сигналов АЭ. Процесс локализации микротрещин сопровождается ростом длительности импульсов АЭ (см. рис. 5) и их энергии.

Таким образом, можно сказать, что для деталей, изготовленных на основе октогена крупной фракции, имеется высокая вероятность достижения критической концентрации микротрещин и их объединения в более масштабные образования уже на начальной стадии нагружения. При до-

стижении критического уровня напряжения в материале возникают трещины такого размера, когда значение высвобождающейся энергии при движении трещины превышает прирост затрат на ее развитие. При этом условии начинается самопроизвольное развитие трещин, приводящее к разрушению детали [11].

На рис. 78 (отметим, что снимок сделан при увеличении в 10 раз большем, чем снимки (а) u (б)) представлена практически монолитная поверхность разрыва, которая состоит из множества плотно упакованных кристаллов мелкодисперсного октогена с прослойками пластификатора. Следует отметить, что в данном случае, несмотря на минимальные размеры кристаллов, разрушению подверглись сами кристаллы. На этом основании можно предположить, что адгезионная прочность детали в данном случае сравнима с прочностью кристаллов, что свидетельствует о большой степени однородности структуры детали. В результате, как уже говорилось, при механическом нагружении по всему объему деформируемого материала создается равномерное поле напряжений, которое остается таковым до разрушения. Распространение возникающих трещин ограничивается пределами размеров кристаллов. Выделения зон локализации деформации не происходит. Данный характер накопления повреждений согласуется с минимальной длительностью и энергией импульсов АЭ при максимальном их количестве. Вплоть до разрушения наблюдается равномерный рост поврежденности (увеличение суммарного количества импульсов АЭ) при случайном хаотичном распределении микротрещин по объему деформируемого материала.

Рис. 76 представляет собой промежуточный вариант распределения структурных элементов в детали. Видно, что крупные кристаллы как бы вкраплены в матрицу из высокодисперсного октогена, смешанного с частицами разрушенных кромок крупных кристаллов и пластификатором. По фиксируемым параметрам АЭ: длительности, количеству выбросов эти детали занимают среднее положение между деталями на основе крупно- и мелкодисперсного октогена, что свидетельствует об измении условий деформирования деталей при добавлении в крупнодисперсный состав высокодисперсного наполнителя, делая их более равномерными, как непосредственно за счет уменьшения в составе количества крупного октогена, так и за счет заполнения пространства между крупными кристаллами высокодисперсной фракцией. Это снижает вероятность возникновения дефектных зон в деталях от разрушения кромок крупных кристаллов, которые не связаны пластификатором, и положительно влияет на перераспределение напряжений в детали при нагружении.

Таким образом, представленные на рис. 7 вариации структуры, формируемой при изготовлении деталей из пластифицированного октогена крупной и мелкой фракций, подтверждают соответствующие изменения параметров АЭ, характеризующих развитие процесса накопления поврежденности и разрушения деталей в условиях испытания на растяжение.

выводы

Экспериментально исследованы изменения параметров АЭ, фиксируемых при квазистатическом деформировании деталей из пластифицированного октогена крупной и мелкой фракций в условиях растяжения. Определены зависимости основных параметров сигналов АЭ от особенностей гранулометрического состава деталей. Показано, что размер кристаллов наполнителя является одним из ключевых факторов, которым в значительной мере определяются особенности структуры материала, а также зависящий от этих особенностей процесс накопления поврежденности и разрушения деталей.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. *Иванов В.И*. Акустико-эмиссионная диагностика. Проблемы и задачи. // Актуальные проблемы метода акустической эмиссии (АПМАЭ—2018) / Сборник материалов. Тольятти: Изд-во ТГУ, 2018. С. 8—9.
- 2. Yang L., Zhou Y.C., Mao W.G., Lu C. Real-time acoustic emission testing band on wavelet transform for the failure process of thermal barrier coatings // Applied Physics Letters. 2008. V. 93. Is. 23.
- 3. Ferreira D.B.B., Da Silva R.R., Rebello J.M.A., Siqueira M.H.S. Failure mechanism characterization in composite materials using spectral analysis and the wavelet transform of acoustic emission signals // Insight. 2004. V. 46. Is. 5.
- 4. Shahri M.N., Jalal Youself J., Fotouhi M., Najfabadi M.A. Damage evaluation of composite materials using acoustic emission features and Hilbert transform // Journal of Composite Materials. 2015. V. 50. Is. 14.

- 5. Костьюю Е.Н., Власов Ю.А., Фомичева Л.В. Исследование процесса разрушения изделий из взрывчатых веществ с помощью акустической эмиссии // Механика композитных материалов. 1996. Т. 32. № 6. С. 818—823.
- 6. Костноков Е.Н., Вахмистров С.А., Игошина С.Г., Колмаков О.В. Акустическая эмиссия при механических испытаниях образцов из пласифицированного октогена // Физическая мезомеханика. 2013. Т. 16. № 5. С. 111—114.
- 7. Костноков Е.Н., Никифорова М.С., Никифоров И.И., Вахмистров С.А., Колмаков О.В. Прогнозирование прочностных характеристик деталей из энергетических материалов с использованием метода акустической эмиссии // Механика композиционных материалов и конструкций. 2019. Т. 25. № 2. С. 219—227.
- 8. Огородников В.А., Пушков В.А., Тюпанова О.А. Основы физики прочности и механики разрушения / Учебное издание. 2-е изд., испр. и доп. Саров: РФЯЦ-ВНИИЭФ, 2009. 387с.
- 9. *Бомвина Л.Р.* Разрушение: кинетика, механизмы, общие закономерности / Отв. ред. И.И. Новиков. Ин-т металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН. М.: Наука, 2008. 334с. ISBN 978-5-02-032647-7 (в пер.)
 - 10. Качанов Л.М. Основы механики разрушения. М.: Изд-во Наука, 1974. С. 147.
 - 11. Штремель М.А. Разрушение // Соросовский образовательный журнал. 1997. № 4. С. 91—98.