

ОБЪЕДИНЕННЫЙ  
ИНСТИТУТ  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ  
ДУБНА

A 864

P13-88-776

В.И.Артюхов,<sup>1</sup> А.А.Борисова,<sup>2</sup> В.М.Быстрицкий,  
Н.И.Воробьев,<sup>2</sup> В.К.Капышев,<sup>2</sup> М.П.Малек,<sup>2</sup>  
Л.А.Ривкис,<sup>2</sup> Л.Н.Старшина,<sup>2</sup> В.А.Столупин,  
В.В.Фрунзе<sup>1</sup>

ИССЛЕДОВАНИЕ  
ВОЗМОЖНОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МЕТОДА  
АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ  
ДЛЯ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ИЗДЕЛИЙ  
ИЗ ГИДРИДООБРАЗУЮЩИХ МАТЕРИАЛОВ  
В ПРОЦЕССЕ ИХ ОБРАТИМОГО  
ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ С ВОДОРОДОМ

Направлено в журнал  
"Атомная энергия"

<sup>1</sup> Институт атомной энергии им. И.В.Курчатова

<sup>2</sup> Всесоюзный научно-исследовательский институт неорганических материалов им. А.А.Бочвара

1988

С целью дозированного напуска трития в газовую мишень при проведении экспериментов по изучению мю-катализа реакции ядерного синтеза дейтерия и трития в работе<sup>1/1</sup> была исследована возможность использования титана в качестве обратимого носителя трития. Но у гидрида (тритида) титана есть один существенный недостаток — высокая температура диссоциации<sup>1/2</sup>, что в значительной мере ухудшает радиационную обстановку из-за высоких диффузионных утечек трития через стенку контейнера-носителя.

В этой связи представляют интерес новые тритидообразующие материалы (гидриды металла — ГМ) со значительно более низкими температурами разложения гидридов. Например, при температуре разложения трития 300°С диффузионные утечки трития через стенку контейнера-носителя снижаются почти в 200 раз. Константа проницаемости для трития через сталь Х18Н10Т составляет<sup>1/3</sup>:

- при температуре 700°С  $K = 4,6 \cdot 10^{-14} \text{ кмоль} \cdot \text{м}^{-1} \text{с}^{-1} \cdot \text{Па}^{-1/2}$ ,
- при температуре 300°С  $K = 2,3 \cdot 10^{-16} \text{ кмоль} \cdot \text{м}^{-1} \text{с}^{-1} \cdot \text{Па}^{-1/2}$ .

Известно, что в процессе многократного взаимодействия с водородом интерметаллические соединения (ИМС) превращаются в мелкодисперсный порошок, который с током газа может попасть в газовую мишень и повлиять на эффективность регистрации мю-катализа. Исходя из этого для использования ИМС в системе напуска трития в газовую мишень необходимо было разработать технологию брикетирования изделий, не разрушающихся в процессе многократного и обратимого взаимодействия с тритием.

Для контроля качества изделий (таблеток) в процессе термоциклических испытаний в водороде, имитирующих процесс обратимого взаимодействия ИМС с тритием, был использован метод акустической эмиссии (АЭ). С помощью данного метода имеется реальная возможность надежно фиксировать моменты трещинообразования в ГМ в процессе сорбции-десорбции. Кроме того, поскольку кинетика трещинообразования в ГМ имеет сходство в акустико-эмиссионном проявлении с протеканием таких процессов, как коррозионное растрескивание и усталостное разрушение в металлах, ГМ могут служить хорошей физической моделью для отработки методов акустико-эмиссионной диагностики этих механизмов разрушения.

Целью настоящей работы являлось предварительное исследование возможности использования метода АЭ для контроля качества изделий в процессе технологической эксплуатации.

Контроль качества брикетированных изделий из ГМ (далее — "образец") в режиме обратимого взаимодействия с водородом проводили в диапазоне

температур 25-600°С. Для проведения эксперимента образец помещали в специально изготовленную кварцевую колбу, герметично соединенную с вакуумной системой. В случае проведения экспериментов при комнатной температуре приемник сигналов АЭ устанавливался через слой силиконового масла непосредственно на плоское доньшко колбы с образцом. В качестве приемника сигналов АЭ использовался высокотемпературный разборный датчик на основе пьезо-керамики типа ЦТС (цирконат-титанат свинца), способный работать при нагреве до 250°С<sup>1/4</sup>. Основной резонанс датчика соответствовал частоте 280 кГц.

При необходимости нагрева образца колба помещалась в трубчатую электрическую печь сопротивления, способную обеспечить повышение температур до 600°С. В этом случае во избежание перегрева датчика съем сигналов АЭ производился через масляный волновод, схематически показанный на рис. 1, представляющий собой узкую пробирку длиной 70 мм с плоским доньшком, наполненную высокотемпературным силиконовым маслом. При нагреве образца до 600°С температура на доньшке данного волновода (то есть там, куда устанавливался в данном случае приемник сигналов АЭ) не превышала 100°С.

В общей сложности в ходе эксперимента было проконтролировано более двадцати образцов из ГМ. Обобщение полученных результатов позволило все проконтролированные образцы разделить на четыре общие группы, характеризующиеся определенным идентичным исходом испытаний и соответствующим типичным изменением регистрируемых акустико-эмиссионных параметров в процессе эксперимента. В качестве возможных исходов наблюдалось: полное растрескивание образца с потерей формы и образованием мелкодисперсной фазы, частичное растрескивание (2-3 трещины) с сохранением формы, образование единичной магистральной

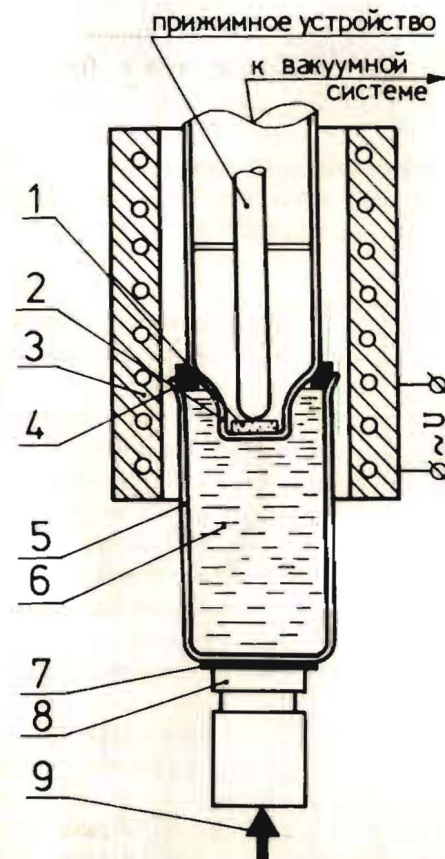


Рис. 1. Принципиальная схема устройства для контроля качества изделий: 1 — образец изделия, 2 — колба из кварцевого стекла, 3 — электрическая печь сопротивления, 4 — асбестовая прокладка, 5 — пробирка, 6 — масло, 7 — асбестовая прокладка, 8 — приемник сигналов АЭ, 9 — прижимное устройство.

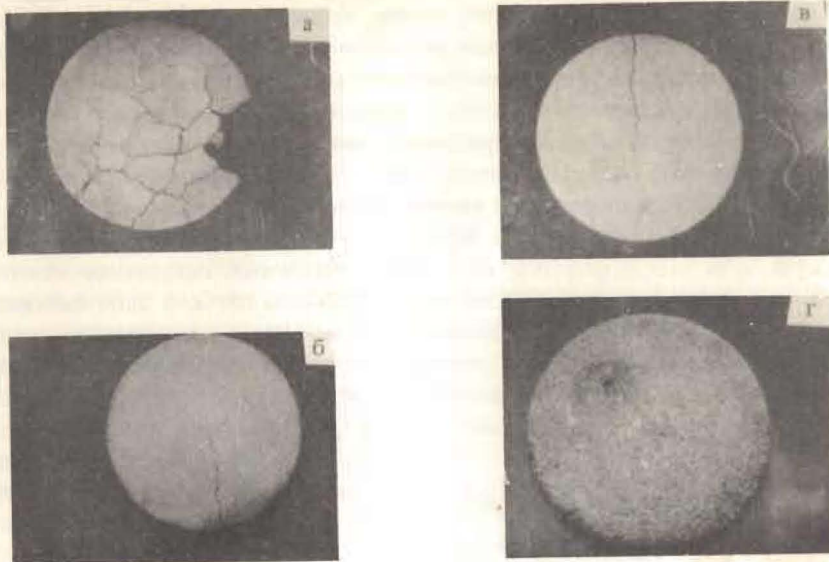


Рис. 2. Общий вид поверхностей образцов из компактированных ГМ.

трещины и отсутствие внешних признаков разрушения на поверхности образца. Общий вид поверхностей образцов из компактированных ГМ, характерный для каждой из четырех вышеуказанных групп, приведен на фотографиях рис. 2.

Типичные гистограммы изменения параметров АЭ, характерные для случаев данных испытаний, показаны на рис. 3-5. На рис. 3а, 4а и 5а представлено изменение числа регистрируемых единичных актов АЭ за экспозицию в 30 секунд активности АЭ в процессе испытаний, а на рис. 3б, 4б, 5б приведена синхронная запись изменения амплитуды, соответствующая этим же случаям.

Рис. 3. Гистограммы изменения параметров АЭ, характерные для растрескивания образца с потерей формы.

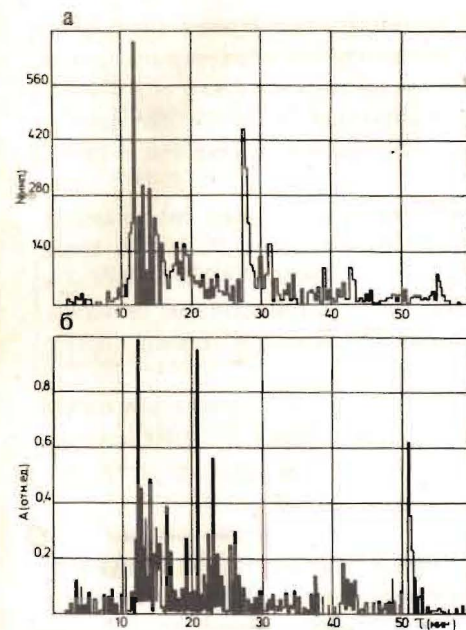
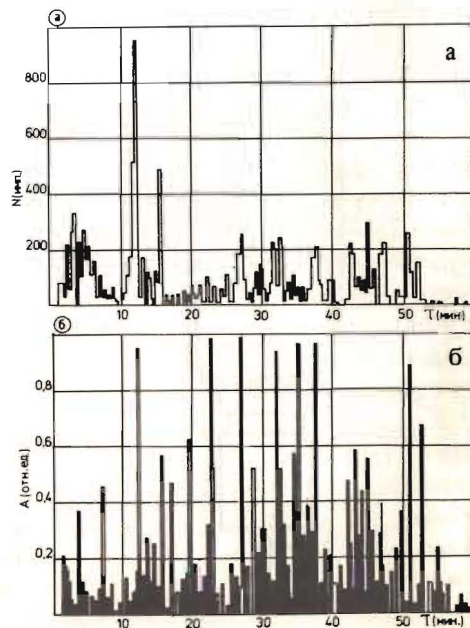


Рис. 4. Гистограммы изменения параметров АЭ, характерные для образца с частичным растрескиванием.

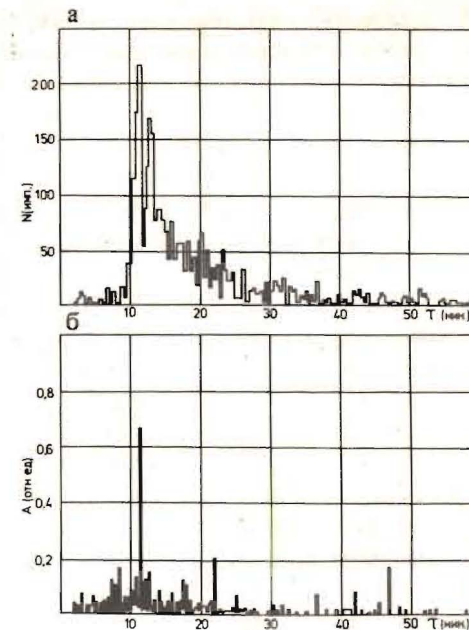


Рис. 5. Гистограммы изменения параметров АЭ для образца без внешних видимых признаков разрушения.

Анализ представленных кривых позволяет сделать следующие выводы. Во всех испытаниях после напуска водорода в колбу с образцом наблюдалось относительно резкое возрастание каждого из регистрируемых параметров АЭ. Наиболее характерно это для кривых изменения активности АЭ.

Такое поведение параметров, по-видимому, связано с началом процесса фазового перехода в материале образца. Это, в свою очередь, должно сопровождаться появлением на данной стадии эксперимента интенсивных механических шумов, вызванных трением между поверхностями расширяющегося образца (за счет внедрения атомов водорода в кристаллическую решетку ГМ) и дном колбы. Косвенным указанием на это может служить то обстоятельство, что амплитуда регистрируемых сигналов АЭ при этом сравнительно невелика.

Наблюдаются значительные отличия гистограмм, соответствующих случаям дефектных образцов (см. рис. 2а,б,в), от гистограмм, характерных для испытаний качественных образцов (рис. 2г). В первую очередь здесь следует отметить значительное повышение среднего уровня активности АЭ для дефектных таблеток по сравнению с выдержавшими испытания без появления видимых признаков разрушения. Существенное отличие амплитудной гистограммы бездефектных образцов заключается в отсутствии пиков большой амплитуды (то есть сигналов большой амплитуды) после начала диффузии водорода в

ГМ. Появление таких пиков на амплитудной гистограмме, как показали прямые наблюдения, в подавляющем большинстве случаев отвечает образованию макротрещин в образце, при этом их общее количество пропорционально его общему макроповреждению (то есть количеству макротрещин в нем). Это хорошо видно при сравнении гистограмм рис. 3б и 4б, отвечающих случаям испытаний, исходы которых приведены на рис. 2а, б.

В случае образования в образце единичной трещины (см. рис. 2в) на амплитудной гистограмме фиксировалось, как правило, появление большого пика, при этом общий вид гистограмм амплитуды и активности АЭ был близок к виду гистограмм рис. 4. При этом абсолютная величина амплитуды сигналов, отвечающих образованию макротрещин в образце (приведенная ко входу преусилителя), достигла величины нескольких сотен микровольт.

Следует отметить и значительные различия формы гистограмм для случая испытания образца, приведшего к его полному растрескиванию с фрагментацией на отдельные части (рис. 2а), и образца, подвергшегося частичному растрескиванию с сохранением формы (см. рис. 2б,в).

Как видно из сравнения рис. 4 и 5, первому случаю отвечает заметно больший разброс в значениях регистрируемых величин активности АЭ и ее амплитуды. Кроме того, и общий вид гистограммы активности АЭ (см. рис. 3а) не соответствует общей тенденции к монотонному уменьшению активности АЭ с течением времени, характерной для испытаний (рис. 4а и 5а), а величина "среднего уровня" этой гистограммы заметно повышена.

Все это указывает на существование устойчивых характерных особенностей изменения параметров АЭ, присущих изделиям из компактированного ГМ и отвечающих различным качественным показателям. Это позволяет надеяться, что уже сейчас на основании использования метода АЭ имеется реальная возможность для осуществления диагностики и прогнозирования этих изделий как в предэксплуатационный период, так и во время их эксплуатации. Однако для решения этой задачи необходимо дальнейшее, более глубокое изучение связи различных параметров ГМ с регистрируемой АЭ и в первую очередь исследование АЭ в процессе механического разрушения ГМ.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Борисова А.А. и др. ОИЯИ, 13-80-324, Дубна, 1980.
2. Черников А.С., Фадеев В.Н., Савин В.И. — В сб.: *Атомно-водородная энергетика и технология*. М.: Атомиздат, 1980, в.3, с.251.
3. Виноградова Н.К. и др. — В кн.: *Доклады Второй всесоюзной конференции по инженерным проблемам термоядерных реакторов*. Л.: НИИЭФА, 1981, т.4, с.292.
4. *Акустическая эмиссия и ее применение для неразрушающего контроля в ядерной энергетике*. Под ред. Вакара К.Б. М.: Атомиздат, 1980.

Рукопись поступила в издательский отдел  
1 ноября 1988 года.

Артюхов В.И. и др.

P13-88-776

Исследование возможности использования метода акустической эмиссии для контроля качества изделий из гидридообразующих материалов в процессе их обратимого взаимодействия с водородом

Показано, что параметры акустической эмиссии весьма чувствительны к качественным показателям изделий из компактированных гидридообразующих материалов. Сделан вывод о возможности осуществления диагностики этих изделий как в предэксплуатационный период, так и в процессе их эксплуатации.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1988

Перевод О.С.Виноградовой

Artyukhov V.I. et al.

P13-88-776

Investigation of a Possibility of Using the Acoustic Emission Method to Test the Quality of Items Made of Hydride-Producing Materials in the Course of their Reversible Interaction with Hydrogen

The acoustic emission parameters are shown to be very sensitive to the quality of items made of compacted hydride-producing materials. A conclusion is drawn that diagnostics of these items is possible both before and during their operation.

The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Problems, JINR.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1988