

## ПРИМЕНЕНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ РЕЗОНАНСНЫХ КОЛЕБАНИЙ ДЛЯ ОЦЕНКИ РАЗМЕРОВ ФАЗОВЫХ ВКЛЮЧЕНИЙ В ОБРАЗЦАХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ХРОМ–ЖЕЛЕЗО\*

**Берестов А.В.**, к.т.н., доцент, и.о. декана

**Кудрявцев Е.М.**, д. ф.-м. н., профессор кафедры конструирования приборов и установок

**Мартыненко С.П.**, научный сотрудник кафедры конструирования приборов и установок

**Родько И.И.**, ассистент кафедры конструирования приборов и установок (iirodko@mephi.ru)

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

(Россия, 115409, Москва, Каширское ш., 31)

**Аннотация.** При реализации стратегической программы исследований, осуществляемой Технологической платформой «Замкнутый ядерно-топливный цикл с реакторами на быстрых нейтронах», выполняются работы по оснащению горячих камер оригинальным нестандартным оборудованием для первичных послереакторных неразрушающих исследований свойств критически важных материалов реакторов на быстрых нейтронах. К ним относятся сплавы на основе хром–железо, рассматриваемые как перспективные для оболочек ТВЭЛов реакторов на быстрых нейтронах. В ходе исследования ультразвуковым спектроскопическим методом внутреннего трения цилиндрических образцов сплавов на основе хром–железо в узком температурном интервале вблизи 550 К при их охлаждении со скоростью около 0,2 К/с обнаружен аномальный с точки зрения классической теории колебаний эффект. Его особенность заключается в возникновении связанных колебаний в образцах с неравномерным распределением температуры по радиусу, если интервал изменения температуры содержит точку магнитного фазового перехода материала. Такой образец можно рассматривать как сложную колебательную систему, состоящую из периферийной (более холодной) и центральной областей, находящихся в разных магнитных состояниях, с пульсирующей границей раздела, на которой действуют механические напряжения. Установлено, что указанный аномальный режим колебаний связан с влиянием динамических колебательных напряжений на образование и магнитные фазовые превращения в карбонитридных включениях, возникающих в ходе термообработки сплавов. Предложено теоретическое описание этого эффекта. Показано, что регистрируя параметры связанных колебаний, можно оценить размеры образующихся фазовых включений. Отмечается, что обнаруженные особенности и установленные закономерности резонансных колебаний в совокупности с традиционным методом внутреннего трения можно использовать для обнаружения метастабильных фазовых включений, возникающих на промежуточных стадиях формирования структуры материала, и оценить их размеры. Последнее несомненно окажется полезным при первичных неразрушающих испытаниях в горячих камерах сильно облученных образцов этих сплавов при оптимизации состава сплавов для оболочек ТВЭЛов реакторов на быстрых нейтронах.

**Ключевые слова:** ультразвуковые резонансные колебания, связанные колебания, сплавы на основе хром–железо, внутреннее трение, фазовые включения, фазовые превращения, динамические колебательные напряжения.

DOI: 10.17073/0368-0797-2019-7-564-570

В рамках реализации направления «Модернизация существующей и создание новой экспериментально-стендовой базы для обоснования физических принципов, проектно-конструкторских решений, анализа и обоснования реализации основных научно-технологических решений инновационной атомной энергетики» стратегической программы исследований, осуществляемой Технологической платформой «Замкнутый ядерно-топливный цикл с реакторами на быстрых нейтронах», выполняются работы по оснащению горячих камер оригинальным нестандартным оборудованием для первичных послереакторных неразрушающих исследований свойств критически важных материалов реакторов на быстрых нейтронах. В част-

ности, к ним относятся сплавы на основе хром–железо, рассматриваемые как перспективные материалы для оболочек ТВЭЛов реакторов на быстрых нейтронах [1].

В настоящей работе рассматривается возможность оценки размеров метастабильных карбонитридных включений в указанных сплавах с использованием ранее обнаруженного авторами настоящей статьи эффекта, наблюдаемого при акустических исследованиях образцов сплавов на основе хром–железо в области температуры магнитных фазовых переходов.

Детально характеристики образцов и методика исследований приведены в работе [2]. Суть обнаруженного эффекта заключается в следующем. В ходе изучения внутреннего трения образцов сплавов на основе хром–железо ультразвуковым спектроскопическим методом в узком температурном интервале вблизи 550 К

\* Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ. Соглашение № 14.578.21.0258, уникальный идентификатор проекта RFMEFI57817X0258.

обнаружены особые режимы колебаний, характерные для поведения связанных колебательных систем. Они возникают в образцах с неравномерным распределением температуры по радиусу образца, если интервал изменения температуры содержит точку магнитного фазового перехода материала.

На рис. 1 [2] показано изменение амплитудно-частотной характеристики в области первого резонанса продольных колебаний цилиндрического стерженька диаметром  $2R_0 = 6$  мм и длиной  $h = 20$  мм из сплава  $\text{Cr} - 35\% \text{Fe}$ , отожженного при температуре 1223 К (рекристаллизация), закалки и состаренного в течение двух часов при 748 К.

При охлаждении стерженька со скоростью 0,17 К/с в нем возникает нестационарное, изменяющееся по радиусу температурное поле. Установлено, что при высоких температурах имеется один резонансный пик, частота которого возрастает с понижением температуры (пики 1 – 4). При достижении резонансной частоты значения  $f_1$  рост ее прекращается, а амплитуда пика начинает уменьшаться (пики 5 – 9). Одновременно в области более высоких частот возникает второй резонансный пик с частотой  $f_2$ , амплитуда которого возрастает (пики 5' – 9') по мере уменьшения амплитуды первого пика. Некоторое время оба пика существуют одновременно, при этом частота первого практически не меняется, а второго несколько возрастает. В итоге низкочастотный пик исчезает, а высокочастотный достигает максимальной величины (пик 10), причем частота его продолжает возрастать при дальнейшем охлаждении образца. Собственные частоты продольных колебаний стержня не вырождены, следовательно наличие двух близких пиков не связано со снятием вырождения [3]. Покажем, что этот аномальный, с точки зрения классической теории колебаний, эффект может быть объяснен влиянием динамических колебательных напряже-

ний на процессы магнитных фазовых превращений в карбонитридных включениях испытываемого сплава.

Рассмотрим цилиндрический образец, охлаждаемый с поверхности, с неравномерным по радиусу распределением температуры. Если в интервале изменения температуры от центра к поверхности образца содержится точка Кюри магнитного фазового перехода, то в отсутствие колебательных напряжений центральная и внешняя части цилиндра находятся в разных магнитных фазовых состояниях. Известно, что механические напряжения смещают точку Кюри, причем при достаточно больших напряжениях может меняться и сам характер перехода – из перехода второго рода он превращается в переход первого рода [4]. Как показывают численные оценки, при малых амплитудах колебаний динамические напряжения недостаточны для сколько-нибудь существенного смещения температуры магнитного фазового превращения и, тем более, для изменения типа фазового перехода. Однако напряжения активируют образование зародышей магнитной фазы, вызывая периодическое изменение их концентрации в узкой области, имеющей температуру, близкую к температуре фазового превращения. В ходе превращения изменяется спонтанная намагниченность включений, а из-за магнитострикционного эффекта происходит изменение их размеров. Таким образом, под действием периодических упругих напряжений область образца с температурой, близкой к температуре фазового перехода, претерпевает дополнительную периодическую деформацию растяжения–сжатия. В результате в этой области возникают дополнительные механические напряжения. Это приводит к различной величине колебательных смещений точек цилиндра по обеим сторонам поверхности раздела фаз. В итоге образец можно рассматривать как сложную колебательную систему, состоящую из периферийной (более холодной) и центральной областей, находящихся в разных магнитных состояниях, с пульсирующей границей раздела, на которой действуют механические напряжения.

Поскольку отношение площадей поверхностей теплообмена при охлаждении образца, боковой к двум торцевым, составляет  $2h/d \approx 7$ , т. е. преобладает теплообмен с боковой поверхности, для упрощения расчетов можно считать форму границы перехода цилиндрической. Учитывая релаксационный характер магнитных превращений [5], обозначим эффективную ширину области перехода в радиальном направлении образца через  $\delta$ . Тогда объем, в котором происходят магнитные превращения, равен  $V = 2\pi r_0 h \delta$ , где  $r_0$  – текущая координата границы раздела магнитных фаз. При фазовом превращении, вследствие магнитострикционного эффекта, включения изменяют свои размеры, деформируя окружающий материал. Если  $\epsilon_0$  – деформация отдельного включения, то периодическая деформация объема  $V$  определяется соотношением  $\epsilon = 2\pi r_0 h \delta \Delta n \epsilon_0$ , где  $\Delta n$  – концентрация включений, претерпевших фазовое превращение. За

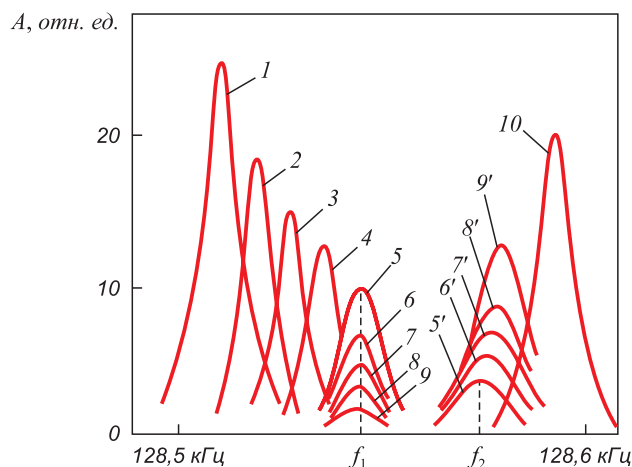


Рис. 1. Изменение амплитудно-частотной характеристики колебаний охлаждаемого образца

Fig. 1. Change of frequency-response characteristic of oscillation of the cooled sample

счет этого возникает разность колебательных смещений в магнитных фазах, так что деформацию объема  $V$  можно представить в виде  $\varepsilon = \frac{2\pi r_0 h \delta \widetilde{\Delta n} \alpha (u_1 - u_2)}{d}$ ,

где  $\widetilde{\Delta n}$  – изменение концентрации включений, претерпевших фазовый переход за половину периода колебаний;  $u_i$  ( $i = 1, 2$ ) – колебательные смещения соответственно центральной и периферийной частей цилиндра;  $d$  – характерный размер включений;  $\alpha$  – числовой коэффициент порядка единицы [6]. Деформация области вблизи границы раздела фаз вызывает напряжения, равные  $\tau = \frac{2\pi r_0 h \delta \widetilde{\Delta n} \alpha G (u_1 - u_2)}{d}$ , где

$G$  – модуль сдвига материала. При  $\delta \ll r$  ( $r$  – текущая координата) напряжения можно считать приложенными к границе раздела фаз, так что на единицу длины цилиндрической поверхности действует сила  $p = 2\pi r_0 \tau = \frac{4\pi^2 r_0^2 h \delta \widetilde{\Delta n} \alpha G (u_1 - u_2)}{d}$ . Если при медленном охлаждении перемещение границы раздела фаз от периферии к центру образца за период колебаний  $T_k$  много меньше радиуса поверхности раздела  $\left(\frac{T_k dr_0}{dt} \ll r_0\right)$ ,

то в цилиндрическом стержне устанавливаются квазистационарные колебания. Уравнение колебаний можно получить, используя методы решения вариационных задач с подвижными границами [7]. Однако при малых амплитудах, когда перемещение границы раздела незначительно по сравнению с радиусом цилиндра, положение границ можно считать фиксированным.

Система уравнений, описывающая собственные продольные колебания образца, состоящего из разных магнитных фаз с учетом взаимодействия между ними, имеет вид:

$$\begin{aligned} E_1 \pi r_0^2 \frac{\partial^2 u_1}{\partial x^2} + \rho_1 \pi r_0^2 \omega^2 u_1 - \\ - \frac{4\pi^2 r_0^2 h \delta \widetilde{\Delta n} \alpha G}{d} (u_1 - u_2) = 0; \\ E_2 \pi (R_0^2 - r_0^2) \frac{\partial^2 u_2}{\partial x^2} + \rho_2 \pi (R_0^2 - r_0^2) \omega^2 u_2 - \\ - \frac{4\pi^2 r_0^2 h \delta \widetilde{\Delta n} \alpha G}{d} (u_1 - u_2) = 0, \end{aligned} \quad (1)$$

где  $E_i$ ,  $\rho_i$  ( $i = 1, 2$ ) – модули Юнга и плотности материала частей образца в различных магнитных состояниях;  $R_0$  – радиус цилиндра;  $\omega$  – круговая частота колебаний,  $c^{-1}$ . Торцы цилиндрического стержня считаются свободными от напряжений:  $\left.\frac{\partial u_1}{\partial x}\right|_{0,h} = \left.\frac{\partial u_2}{\partial x}\right|_{0,h} = 0$ . Принимая во внимание граничные условия, решение системы (1) находим в виде

$$u_{1m}(x) = A_m^{(1)} \cos(\chi_m x); \quad u_{2m}(x) = A_m^{(2)} \cos(\chi_m x), \quad (2)$$

где  $\chi_m = \frac{\pi m}{h}$ ,  $m = 1, 2, \dots$ . Подставив (2) в (1), получим систему однородных уравнений относительно коэффициентов  $A_m^{(1)}$  и  $A_m^{(2)}$ . Приравняв к нулю определитель системы, находим уравнение для расчета собственных частот колебаний:

$$a \chi_m^4 - b \chi_m^2 + c = 0. \quad (3)$$

Здесь введены следующие обозначения:

$$\lambda_m = \frac{\omega_m}{\chi_m \sqrt{\frac{E_1}{\rho_1}}} = 2h \frac{f_m}{m \sqrt{\frac{E_1}{\rho_1}}}$$

( $f_m = \omega_m/2\pi$  – собственная частота колебаний, Гц);

$$a = \Delta(1 - \gamma^2) \frac{\rho_2}{\rho_1}; \quad \Delta = \frac{E_1}{E_2}; \quad \gamma = \frac{r_0}{R_0};$$

$$b = (1 - \gamma^2) \left[ 1 + \Delta(1 + \theta) \frac{\rho_2}{\rho_1} \right] + \theta \gamma^2 \Delta;$$

$$c = (1 - \gamma^2)(1 + \theta) + \theta \gamma^2 \Delta; \quad \theta = \frac{4\widetilde{\Delta n} G \delta h^3 \alpha}{\pi d E_1 m^2}.$$

При  $\gamma = 1$  ( $a = 0$ ) и  $\gamma = 0$  ( $a = \frac{E_1 \rho_2}{E_2 \rho_1}$ ), т. е. когда все включения в образце находятся в одном из магнитных состояний, существуют единственные решения уравнения (3), соответственно  $\lambda_m = 1$  и  $\lambda_m = \left(\frac{E_1 \rho_2}{E_2 \rho_1}\right)^{1/2}$ . С учетом выражения для  $\lambda_m$  собственные частоты колебаний

в этих случаях равны  $f_m = \frac{m}{2h} \sqrt{\frac{E_1}{\rho_1}}$  и  $f_m = \frac{m}{2h} \sqrt{\frac{E_2}{\rho_2}}$ .

При одновременном существовании фаз ( $0 < \gamma < 1$ ) уравнение (3) имеет два решения, что указывает на наличие двух близких собственных частот колебаний стержня. Если в первом приближении положить  $\rho_1 \approx \rho_2$ , то решения уравнения (3) описываются формулами

$$\begin{aligned} \lambda_{m1} &\approx \frac{1 + \theta + \theta^2 \gamma^2 \Delta}{(1 - \gamma^2) [2\theta \Delta - (1 - \Delta) - \theta \Delta]}; \\ \lambda_{m2} &\approx \frac{\frac{1}{\Delta} + \gamma^2 \theta (1 - \Delta)}{(1 - \gamma^2) [(1 - \Delta) - \theta \Delta]}. \end{aligned} \quad (4)$$

Соответствующие им собственные частоты рассчитываются по формулам

$$f_{m1} = \frac{m}{2h} \sqrt{\frac{E_1}{\rho_1}} \lambda_{m1}; \quad f_{m2} = \frac{m}{2h} \sqrt{\frac{E_1}{\rho_1}} \lambda_{m2}. \quad (5)$$

На рис. 2 представлены результаты расчетов относительного изменения собственных частот первой про-

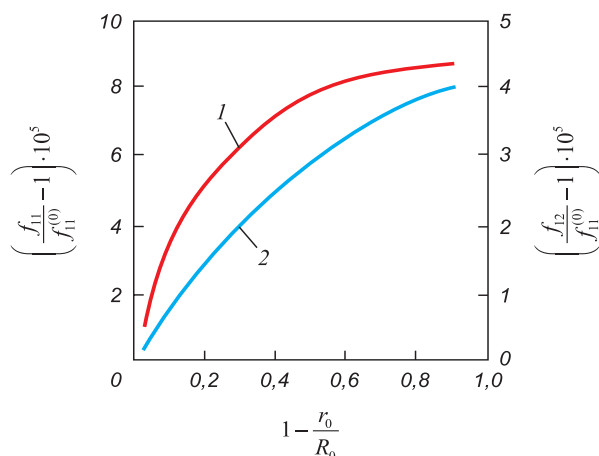


Рис. 2. Относительное изменение частот резонансных пиков при протекании фазовых превращений в колеблющемся образце

Fig. 2. Fractional frequency change of resonance peaks during the phase transformation in the oscillated sample

дольной моды колебаний ( $m = 1$ ) центральной  $f_{11} - 1$  и периферийной  $f_{12} - 2$  областей при перемещении границы раздела фаз в процессе охлаждения образца. За величину  $f_{11}^{(0)}$  принята частота колебаний цилиндра при  $\gamma = 1$ . Из рис. 2 следует, что частота колебаний центральной области изменяется в меньшем диапазоне, чем периферийной. Последнее действительно наблюдается в экспериментах (см. рис. 1).

Из экспериментальных данных и соотношений (5) можно получить оценку параметров, определяющих связанные колебания  $\Delta = 0,9992$  и  $\theta = 1,7 \cdot 10^{-4}$ .

Основываясь на теоретических представлениях о флуктуационном характере зарождения новой фазы, оценим размеры карбонитридных включений в исследованном сплаве. Согласно данным работы [5], внутреннее трение материала при зарождении и росте зародышей новой фазы определяется формулой

$$Q^{-1} = \frac{G\nu\beta^2}{\omega kT} \dot{m} \approx \frac{G\nu\beta^2}{\omega kT} m', \quad (6)$$

где  $\nu \approx d^3$  – объем включений, в которых происходит магнитный фазовый переход;  $\beta$  – относительное изменение параметров решетки при магнитном переходе;  $\omega$  – круговая частота колебаний;  $T$  – температура;  $k$  – постоянная Больцмана;  $\dot{m} = \frac{dm}{dt} \approx m' = \frac{m}{T_k}$  – доля

объема вещества, претерпевающая фазовое превращение за полпериода колебаний. Последняя связана с изменением концентрации включений соотношением

$$m' = \frac{\gamma \delta \nu \Delta n}{\pi R_0}. \text{ С учетом уравнения (6) и формулы для рас-}$$

чета величины  $\theta$  находим:

\* Авторы выражают глубокую признательность студентке кафедры Белендрасовой Е.Г. за цифровую обработку микроструктуры сплава.

$$d = \left( \frac{4Q^{-1}R_0kTh^3\alpha}{E_1\theta\beta^2\gamma} \right)^{1/7}. \quad (7)$$

Полагая  $R_0 = 1,5$  мм;  $h = 20$  мм;  $T = 553$  К;  $E_1 = 2,12 \cdot 10^{11}$  Па;  $\beta = 3 \cdot 10^{-3}$  [4];  $\alpha \approx 1$ ;  $\theta = 1,7 \cdot 10^{-4}$ ;  $Q^{-1} = 2,4 \cdot 10^{-5}$  (при определении  $Q^{-1}$  вычтена величина внутреннего трения до начала превращения), согласно формуле (7) получим оценку размера и объема включений  $d \approx 12,7$  мкм и  $\nu \approx 2,05 \cdot 10^{-15}$  м<sup>3</sup>. Активационный объем составляет величину  $\nu\beta \approx 6,4 \cdot 10^{-18}$  м<sup>3</sup>, а относительный объем вещества, в котором происходят превращения за полпериода колебаний, равен  $m' \approx 3,5 \cdot 10^{-10}$ .

На рис. 3\* показана фотография микроструктуры сплава после указанной выше термической обработки, на которой видны оксидные (светлые) и карбонитридные (темные точки) включения размером от 2,5 до 15 мкм, что совпадает по порядку величины с результатами расчетов по формуле (6). По результатам цифровой обработки изображения установлено, что концентрация карбонитридных включений составляет 2,6 %, а средний размер включений равен 6,8 мкм со среднеквадратическим отклонением 6,0 мкм.

Несмотря на то, что в высокохромистых сталях равновесным является карбид хрома  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ , на начальных этапах старения после закалки от высоких температур образуется ряд метастабильных карбидов железа в последовательности  $\epsilon - \chi - \delta$ , которые в дальнейшем обогащаются хромом вплоть до образования стабильного карбида  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ . Так, точка Кюри для  $\epsilon$ -карбида железа составляет 650 К, для  $\chi$ -карбида – 540 К, а для  $\delta$ -карбида (цементита) – 480 К, и как раз вблизи этих температур наблюдаются рассматриваемые особенности резонансных колебаний образцов.

Данные авторов соответствуют представлениям, изложенным в работе [8], согласно которым на начальных этапах старения (1–3 ч при температурах ниже 773 К) железо-хромистых сплавов первыми начинают

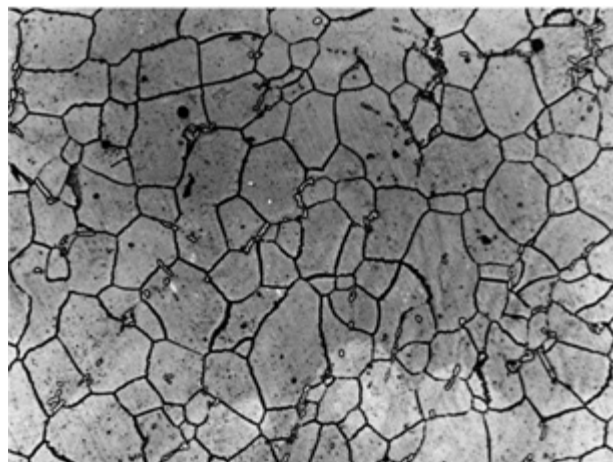


Рис. 3. Микроструктура сплава Cr – 35 % Fe,  $\times 200$

Fig. 3. Microstructure of the Cr – 35 % Fe alloy (magnification  $\times 200$ )



выделяться карбиды (карбонитриды) железа – сначала метастабильные в последовательности  $\varepsilon - \chi - \delta$ , а затем стабильные вплоть до  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ .

Рассмотренные особенности и установленные закономерности резонансных колебаний в совокупности с традиционным методом внутреннего трения могут служить основой для создания методик исследования влияния легирования и термообработки на процессы превращений и свойства сплавов. В ходе термообработки, например старения сплавов, происходит зарождение и рост стабильных и метастабильных фазовых включений. Например, в сплавах на основе железа и хрома в их формировании большую роль играют примеси атомов углерода и азота [9 – 12]. Диффузия примесных атомов и изменение их количества в ходе образования фазовых включений хорошо контролируются по динамике изменения внутреннего трения (пикам Снука) [5, 13 – 16]. Если магнитные свойства включений отличаются от свойств основного материала, для фазового анализа сплавов можно использовать магнитные методы [8, 17 – 19]. Однако применение магнитных методов ограничено анализом включений, обладающих ферромагнитными свойствами. В случае антиферро- и ферримагнетизма включений, когда изменение намагниченности в процессе магнитных превращений не велико или вообще не происходит, чувствительности магнитных методов недостаточно. В то же время переходы подобного рода сопровождаются изменением внутреннего трения и деформацией материала [4, 20 – 27]. Следовательно, могут наблюдаться указанные в настоящей работе особенности резонансных колебаний, которые служат индикатором происходящих превращений. При этом можно обнаружить метастабильные, быстро распадающиеся фазы, возникающие на промежуточных стадиях формирования структуры материала, и, как показано выше, оценить размеры включения. Поэтому ультразвуковые спектроскопические методы исследования фазовых превращений дополняют и расширяют функциональные возможности методов магнитного фазового анализа.

Следует отметить, что, несмотря на большие успехи, достигнутые в использовании методов ультразвуковой спектроскопии для исследования структуры и свойств материалов за последние десятилетия [28 – 35], а также развитие современного приборостроения для материаловедческих исследований, ультразвуковая резонансная спектроскопия еще далеко не исчерпала своих методических возможностей, в частности, использования нелинейных эффектов, наблюдаемых при резонансных колебаниях [36]. Это в полной мере относится к первичным неразрушающим испытаниям сильно облученных материалов в горячих камерах.

**Выводы.** В ходе исследования ультразвуковым спектроскопическим методом внутреннего трения цилиндрических образцов сплавов на основе хром–железо в узком температурном интервале вблизи 550 К при их охлаждении со скоростью около 0,2 К/с обнару-

жен аномальный с точки зрения классической теории колебаний эффект.

Его особенность заключается в возникновении связанных колебаний в образцах с неравномерным распределением температуры по радиусу, если интервал изменения температуры содержит точку магнитного фазового перехода в карбонитридных включениях в материале. В этом случае образец можно рассматривать как сложную колебательную систему, состоящую из периферийной (более холодной) и центральной областей, находящихся в разных магнитных состояниях, с пульсирующей границей раздела, на которой действуют механические напряжения. Установлено, что указанный аномальный режим колебаний связан с влиянием динамических колебательных напряжений на образование и магнитные фазовые превращения в карбонитридных включениях, возникающих в ходе термообработки сплавов. Предложено теоретическое описание этого эффекта.

Показано, что регистрируя параметры связанных колебаний, можно оценить объемную долю и размеры образующихся фазовых включений, а также динамику их образования. Отмечается, что обнаруженные особенности и установленные закономерности таких резонансных колебаний в совокупности с традиционным методом внутреннего трения могут быть использованы для обнаружения метастабильных фазовых включений, возникающих на промежуточных стадиях формирования структуры материала, и оценить их размеры.

#### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Карзов Г.П., Кудрявцев А.С., Марков В.Г. и др. Разработка конструкционных материалов для атомных энергетических установок на быстрых нейтронах с натриевым теплоносителем // Вопросы материаловедения. 2015. № 2. С. 17 – 23.
2. Кудрявцев Е.М., Мартыненко С.П. Исследование структурных и фазовых превращений в сплавах на основе хром–железо ультразвуковым спектроскопическим методом // Изв. вуз. Черная металлургия. 1997. № 7. С. 38 – 42.
3. Баранов В.М., Кудрявцев Е.М. Применение ультразвукового резонансного метода для контроля изделий малых размеров // Дефектоскопия. 1979. № 9. С. 25 – 32.
4. Кузьмин Е.В., Петраковский Г.А. Завадский З.А. Физика магнитоупорядоченных веществ. – Новосибирск: Наука, 1976. – 287 с.
5. Постников В.С. Внутреннее трение в металлах. – М.: Металлургия, 1974. – 352 с.
6. Работнов Ю.Н. Механика деформируемого твердого тела. – М.: Наука, 1988. – 712 с.
7. Эльсгольц Л.Э. Дифференциальные уравнения и вариационное исчисление. – М.: Наука, 1969. – 424 с.
8. Апаев Б.А. Магнитный фазовый анализ. – М.: Металлургия, 1976. – 280 с.
9. Металловедение и термическая обработка стали. – В 3-х томах. Т. 2. Основы термической обработки / Под ред. М.Л. Берштейна, А.Г. Рахштадта. – М.: Металлургия, 1983. – 365 с.
10. Салли А., Брэндз Э. Хром / Пер. с англ. / Под ред. В.А. Боголюбова. – М.: Мир, 1971. – 557 с.
11. Трефилов В.И., Мильман В.И., Фирстов С.А. Физические основы прочности тугоплавких металлов. – Киев: Наукова думка, 1975. – 315 с.
12. Маслюк В.А., Яковенко Р.В., Грипачевский А.Н., Баглюк Г.А. Структура и свойства спеченных хромистых карбидосталей на

- основе системы Fe-Cr-C // Вопросы материаловедения. 2015. № 2. С. 9 – 17.
13. Криштал М.А., Головин С.А. Внутреннее трение и структура металлов. – М.: Металлургия, 1976. – 375 с.
  14. Головин С.А., Головин И.С. Механическая спектроскопия релаксации Снуковского типа // Металловедение и термическая обработка металлов. 2012. № 5. С. 3 – 11.
  15. Цуканов В.В., Зиза А.И. Совершенствование режимов термообработки стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА с целью повышения сопротивляемости хрупкому разрушению. Исследование превращения остаточного аустенита // Вопросы материаловедения. 2015. № 2. С. 1 – 9.
  16. Magalas L.B., Malinowski T. Measurement techniques of the logarithmic decrement // Solid State Phenom. 2003. Vol. 89. P. 247 – 260.
  17. Кокорин В.В., Осипенко И.А. Особенности магнитных свойств распавшихся твердых растворов Cr-Fe // Физика металлов и металловедение. 1980. Т. 50. № 6. С. 1174 – 1178.
  18. Magalas L.B. Mechanical spectroscopy – fundamentals // Sol. St. Phen. 2003. Vol. 89. P. 1 – 22.
  19. Magalas L.B., Majewski M. Ghost internal friction peaks, ghost asymmetrical peak broadening and narrowing. Misunderstandings, consequences and solution // Mater. Sci. Eng. A. 2009. September. Vol. 521/522. P. 384 – 388.
  20. Magalas L.B., Majewski M. Recent advances in determination of the logarithmic decrement and the resonant frequency in low-frequency mechanical spectroscopy // Solid State Phenomena. 2008. Vol. 137. P. 15 – 20.
  21. Magalas L.B., Darinskii B.M. Mechanical spectroscopy and relaxation phenomena in solids // Solid State Phenomena. 2008. Vol. 115. P. 1 – 6.
  22. Magalas L.B. Determination of the logarithmic decrement in mechanical spectroscopy // Solid State Phenomena. 2006. Vol. 115. P. 7 – 14.
  23. Golovin I. S., Riviere A. Mechanical spectroscopy of the Fe-25Al-Cr alloys in medium temperature range // Solid State Phenomena. 2008. Vol. 137. P. 99 – 108.
  24. Magalas L.B. Mechanical spectroscopy – fundamentals // Solid State Phenomena. 2003. Vol. 89. P. 1 – 22.
  25. Magalas L.B., Golovin S.A., Darinskii B.M. Mechanical spectroscopy, internal friction and relaxation phenomena in solids – suggested reading // Solid State Phenomena. 2006. Vol. 115. P. 15 – 24.
  26. Yoshida I., Sugai T., Tani S. etc. Automation of internal friction measurement apparatus of inverted torsion pendulum type // J. Phys. E: Sci. Instrum. 1981. Vol. 14. No. 10. P. 1201 – 1206.
  27. Agrež D. A frequency domain procedure for estimation of the exponentially damped sinusoids, 12 MTC: 2009 // IEEE Instrumentation and Measurement Technology Conference. 2009. 1 – 3. P. 1295 – 1300.
  28. Головин С.А., Паль-Валь П.П., Мозговой А.В. Современные проблемы механической спектроскопии // Успехи физики металлов. 2013. Т. 14. Вып. 3. С. 259 – 273.
  29. Magalas L.B., Majewski M. Toward high-resolution mechanical spectroscopy rms. resonant frequency – young's modulus // Solid State Phenomena. 2012. Vol. 184. P. 473 – 478.
  30. Duda K., Magalas L.B., Majewski M., Zieliński T.P. DFT-based estimation of damped oscillation parameters in low-frequency mechanical spectroscopy // IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement. 2011. Vol. 60. No. 11. P. 3608 – 3618.
  31. Rubianes J., Magalas L.B., Fantozzi G., San Juan J. The Dislocation-Enhanced Snoek Effect (DESE) in high-purity iron doped with different amounts of carbon // J. de Phys. 1987. Vol. 48. (C-8). P. 185 – 190.
  32. Etienne S., Elkoun S., David L., Magalas L.B. Mechanical spectroscopy and other relaxation spectroscopies // Solid State Phenomena. 2003. Vol. 89. P. 31 – 66.
  33. Magalas L.B., Pilat A. Zero-point drift in resonant mechanical spectroscopy // Solid State Phenomena. 2006. Vol. 115. P. 285 – 292.
  34. Magalas L.B., Dufresne J.F., Moser P. The Snoek-Köster relaxation in iron // J. de Phys. 1981. Vol. 42. (C-5). P. 127 – 132.
  35. Magalas L.B. Mechanical spectroscopy, internal friction and ultrasonic attenuation: Collection of works // Mater. Sci. Eng. A. 2009. September. Vol. 521/522. P. 405 – 415.
  36. Баранов В.М., Кудрявцев Е.М., Мартыненко С.П. Особенности нелинейных резонансных колебаний образцов в области бездиффузионных фазовых переходов материалов // Акустический журнал. 1990. Т. 36. Вып. 3. С. 389 – 394.

Поступила в редакцию 3 июля 2018 г.

После доработки 24 июня 2019 г.

Принята к публикации 24 июня 2019 г.

IZVESTIYA VUZOV. CHERNAYA METALLURGIYA = IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY. 2019. Vol. 62. No. 7, pp. 564–570.

## APPLICATION OF ULTRASONIC RESONANCE OSCILLATIONS TO ESTIMATE THE SIZE OF PHASE INCLUSIONS IN SAMPLES OF CHROME – IRON ALLOYS

*A.V. Berestov, E.M. Kudryavtsev, S.P. Martynenko,  
I.I. Rod'ko*

National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Moscow, Russia

**Abstract.** During the implementation of strategic research program of the Technology Platform “Closed Nuclear Fuel Cycle with Fast Reactors”, hot cells are fitted with original non-standard equipment for primary post-reactor non-destructive studies of critical fast reactor materials. These materials include chrome-iron alloys, considered as promising for fuel rod cladding of fast neutron reactors. During the investigation via the ultrasonic spectroscopic method of internal friction of cylindrical samples from chrome-iron alloys in a narrow temperature range near 550 K at their cooling with rate of about 0.2 K/s, we have revealed an anomalous effect from the point of view of oscillations classical theory. Its peculiarity consists in the occurrence of coupled oscillations in samples with a nonuniform temperature distribution along the radius, in case the interval of temperature variation contains the point of the magnetic phase transition of the material. Such a sample can be

considered as a complex oscillatory system consisting of peripheral (cooler) and central areas in different magnetic states, with a pulsating interface, on which mechanical stresses act. It was estimated that this anomalous mode of oscillations is associated with the influence of dynamic vibrational stresses on formation and magnetic phase transformations in carbonitride inclusions occurring during heat treatment of alloys. A theoretical description of this effect is proposed. It is shown that by registering the parameters of coupled oscillations, it is possible to estimate the sizes of the resulting phase inclusions. The discovered features and established regularities of resonance oscillations in combination with the traditional method of internal friction can be used to detect metastable phase inclusions occurring at intermediate stages of the material structure, and to estimate their sizes. It will undoubtedly be useful in the case of primary non-destructive tests in hot cells of heavily irradiated samples of these alloys when optimizing their composition for fuel rod claddings of fast neutron reactors.

**Keywords:** ultrasonic resonance oscillation, coupled oscillations, chrome-iron alloys, internal friction, phase impurities, phase transformation, dynamic oscillatory stresses.

DOI: 10.17073/0368-0797-2019-7-564-570

## REFERENCES

- Karzov G.P., Kudryavtsev A.S., Markov V.G., Grishmanovskaya R.N., Trapeznikov Yu.M., Anan'eva M.A. Development of structural materials for nuclear power plants on fast neutrons with a sodium coolant. Design and choice of materials for fast reactors with sodium heat-transfer agent. *Voprosy materialovedeniya*. 2015, no. 2, pp. 17–23. (In Russ.).
- Kudryavtsev E.M., Martynenko S.P. Investigation of structural and phase transformations in chrome-iron alloys by ultrasonic spectroscopic method. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 1997, no. 7, pp. 38–42. (In Russ.).
- Baranov V.M., Kudryavtsev E.M. Application of ultrasonic resonance method for control of small sized items. *Defektoskopiya*. 1979, no. 9, pp. 25–32. (In Russ.).
- Kuz'min E.V., Petrakovskii G.A., Zavadskii Z.A. *Fizika magnitoporyadochennykh veshchestv* [Physics of magnetically ordered materials]. Novosibirsk: Nauka, 1976, 287 p. (In Russ.).
- Postnikov V.S. *Vnutrennee trenie v metallakh* [Inner friction in metals]. Moscow: Metallurgiya, 1974, 352 p. (In Russ.).
- Rabotnov Yu.N. *Mekhanika deformiruemogo tverdogo tela* [Mechanics of deformable solids]. Moscow: Nauka, 1988, 712 p. (In Russ.).
- El'sgol'ts L.E. *Differentsial'nye uravneniya i variatsionnoe ischislenie* [Differential equations and variational calculus]. Moscow: Nauka, 1969, 424 p.
- Apaev B.A. *Magnitnyi fazovyi analiz* [Magnet phase analysis]. Moscow: Metallurgiya, 1976, 280 p. (In Russ.).
- Metallovedenie i termicheskaya obrabotka stali. V 3-kh t. T. 2. Osnovy termicheskoi obrabotki* [Metallurgy and heat treatment of steel. In 3 vols. Vol. 2. Basics of heat treatment]. Bershtein M.L., Rakhshadt A.G. eds. Moscow: Metallurgiya, 1983, 365 p. (In Russ.).
- Sully A.H., Brandes E.A. *Chromium*. London: Butterworths, 1967, 373 p. (Russ. ed.: Salli A., Brendz E. *Khrom*. Moscow: Metallurgiya, 1971, 360 p.).
- Trefilov V.I., Mil'man V.I., Firstov S.A. *Fizicheskie osnovy prochnosti tugoplavkikh metallov* [Physical basics of strength of refractory metals]. Kiev: Naukova dumka, 1975, 315 p. (In Russ.).
- Masyuk V.A., Yakovenko R.V., Gripachevskii A.N., Baglyuk G.A. Structure and properties of sintered chromium carbide steels based on the Fe-Cr-C system. *Voprosy materialovedeniya*. 2015, no. 2, pp. 9–17. (In Russ.).
- Krishtal M.A., Golovin S.A. *Vnutrennee trenie i struktura metallov* [Inner friction and structure of metals]. Moscow: Metallurgiya, 1976, 375 p. (In Russ.).
- Golovin S.A., Golovin I.S. Mechanical spectroscopy of Snoek type relaxation. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*. 2012, vol. 54, no. 5-6, pp. 208–216.
- Tsukanov V.V., Ziza A.I. Improvement of heat treatment modes for steel grades 35KhN3MFA and 38KhN3MFA in order to increase resistance to brittle fracture. Investigation of retained austenite transformation. *Voprosy materialovedeniya*. 2015, no. 2, pp. 1–9. (In Russ.).
- Magalas L.B., Malinowski T. Measurement techniques of the logarithmic decrement. *Solid State Phenom.* 2003, vol. 89, pp. 247–260.
- Kokorin V.V., Osipenko I.A. Peculiar features of the magnetic properties of decomposed Cr-Fe solid solutions. *Physics of Metals and Metallography*. 1980, vol. 50, no. 6, pp. 42–46.
- Magalas L.B. Mechanical spectroscopy – fundamentals. *Sol. St. Phen.* 2003, vol. 89, pp. 1–22.
- Magalas L.B., Majewski M. Ghost internal friction peaks, ghost asymmetrical peak broadening and narrowing. Misunderstandings, consequences and solution. *Mater. Sci. Eng. A*. 2009, September, vol. 521/522, pp. 384–388.
- Magalas L.B., Majewski M. Recent advances in determination of the logarithmic decrement and the resonant frequency in low-frequency mechanical spectroscopy. *Solid State Phenomena*. 2008, vol. 137, pp. 15–20.
- Magalas L.B., Darinskii B.M. Mechanical spectroscopy and relaxation phenomena in solids. *Solid State Phenomena*. 2008, vol. 115, pp. 1–6.
- Magalas L.B. Determination of the logarithmic decrement in mechanical spectroscopy. *Solid State Phenomena*. 2006, vol. 115, pp. 7–14.
- Golovin I. S., Riviere A. Mechanical spectroscopy of the Fe-25Al-Cr alloys in medium temperature range. *Solid State Phenomena*. 2008, vol. 137, pp. 99–108.
- Magalas L.B. Mechanical spectroscopy – fundamentals. *Solid State Phenomena*. 2003, vol. 89, pp. 1–22.
- Magalas L.B., Golovin S.A., Darinskii B.M. Mechanical spectroscopy, internal friction and relaxation phenomena in solids – suggested reading. *Solid State Phenomena*. 2006, vol. 115, pp. 15–24.
- Yoshida I., Sugai T., Tani S., Motegi M., Minamida K., Hayakawa H., Automation of internal friction measurement apparatus of inverted torsion pendulum type. *J. Phys. E: Sci. Instrum.* 1981, vol. 14, no. 10, pp. 1201–1206.
- Agrež D., A frequency domain procedure for estimation of the exponentially damped sinusoids, 12 MTC: 2009. *IEEE Instrumentation and Measurement Technology Conference*. 2009, 1-3, pp. 1295–1300.
- Golovin S.A., Pal'-Val' P.P., Mozgovoi A.V. Contemporary problems of mechanical spectroscopy. *Uspekhi fiziki metallov*. 2013, vol. 14, no. 3, pp. 259–273. (In Russ.).
- Magalas L.B., Majewski M. Toward high-resolution mechanical spectroscopy HRMS. Resonant frequency – Young's modulus. *Solid State Phenomena*. 2012, vol. 184, pp. 473–478.
- Duda K., Magalas L.B., Majewski M., Zieliński T.P. DFT-based estimation of damped oscillation parameters in low-frequency mechanical spectroscopy. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*. 2011, vol. 60, no. 11, pp. 3608–3618.
- Rubianes J., Magalas L.B., Fantozzi G., San Juan J. The Dislocation-Enhanced Snoek Effect (DESE) in high-purity iron doped with different amounts of carbon. *J. de Phys.* 1987, vol. 48, (C-8), pp. 185–190.
- Etienne S., Elkoun S., David L., Magalas L.B., Mechanical spectroscopy and other relaxation spectroscopies. *Solid State Phenomena*. 2003, vol. 89, pp. 31–66.
- Magalas L.B., Pilat A. Zero-point drift in resonant mechanical spectroscopy. *Solid State Phenomena*. 2006, vol. 115, pp. 285–292.
- Magalas L.B., Dufresne J.F., Moser P. The Snoek-Köster relaxation in iron. *J. de Phys.* 1981, vol. 42 (C-5), pp. 127–132.
- Magalas L.B. Mechanical spectroscopy, internal friction and ultrasonic attenuation: Collection of works. *Mater. Sci. Eng. A*. 2009, September, vol. 521/522, pp. 405–415.
- Baranov V.M., Kudryavtsev E.M., Martynenko S.P. Features of non-linear resonance oscillations of samples in the area of non-diffuse phase translations of materials. *Akusticheskii zhurnal*. 1990, vol. 36, no. 3, pp. 389–394. (In Russ.).

**Funding.** The work was financially supported by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation. Agreement No. 14.578.21.0258, a unique project identifier RFMEFI57817X0258.

### Information about the authors:

**A.V. Berestov**, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Professor, Acting Dean  
**E.M. Kudryavtsev**, Dr. Sci. (Phys.-Math.), Professor of the Chair of Device and Installation Design  
**S.P. Martynenko**, Research Associate of the Chair of Device and Installation Design  
**I.I. Rod'ko**, Assistant of the Chair of Device and Installation Design (i.rodko@mephi.ru)

Received July 3, 2018  
 Revised June 24, 2019  
 Accepted June 24, 2019