

РАЗРАБОТКА СПОСОБА ОЦЕНКИ СТЕПЕНИ НАВОДОРОЖИВАНИЯ ТИТАНОВОГО СПЛАВА VT1-0 АКУСТИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

© 2024 г. А.А. Хлыбов^{1,*}, А.Л. Углов¹, Д.А. Рябов^{1,**}

¹Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева,
Россия 603155 Нижний Новгород, ул. Минина, 24
E-mail: *hlybov_52@mail.ru; **riabov.da@nntu.ru

Поступила в редакцию 11.04.2024; после доработки 09.07.2024
Принята к публикации 12.07.2024

Исследованы возможности применения неразрушающего акустического метода для определения степени наводороживания титанового сплава VT1-0. Проанализированы особенности использования различных акустических параметров для построения расчетно-экспериментальных способов определения пористости титанового сплава на различных этапах его наводороживания. Проанализированы источники погрешностей предлагаемых способов, границы их применимости, а также требования к аппаратно-программным средствам их реализации. Результаты акустических измерений, проведенных на образцах из сплава VT1-0, сопоставлены с представлениями о закономерностях его структурных изменений в процессе наводороживания. Показана возможность создания на базе полученных экспериментальных данных инженерных алгоритмов оценки состояния материала изделий, подвергаемых наводороживанию, с целью недопущения опасной деградации его эксплуатационных свойств.

Ключевые слова: титан, водородное охрупчивание, деградация структуры, структурный шум, акустический контроль.

DEVELOPMENT OF A METHOD FOR ASSESSING THE DEGREE OF HYDROGENATION OF TITANIUM ALLOY VT1-0 BY ACOUSTIC METHOD

© 2024 A.A. Khlybov^{1,*}, A.L. Uglov¹, D.A. Ryabov^{1,**}

¹NNSTU n. a. R. E. Alekseev, Nizhny Novgorod, Russia
E-mail: *hlybov_52@mail.ru; **riabov.da@nntu.ru

In this paper, the possibilities of using a non-destructive acoustic method to determine the degree of hydrogenation of titanium alloy VT1-0 are investigated. The features of the use of various acoustic parameters for the construction of engineering techniques for determining the structural state of a titanium alloy at various stages of its hydrogenation are analyzed. A number of computational and experimental methods for determining the mass fraction of hydrogen in a titanium alloy are proposed, based on the use of its acoustic characteristics, which increase the accuracy and stability of the algorithms underlying the calculation part of the methods. The sources of errors of the proposed methods, the limits of their applicability, as well as the requirements for hardware and software for their implementation are analyzed. The results of acoustic measurements carried out on samples from the VT1-0 alloy are compared with the ideas about the patterns of its structural changes during its hydrogenation. The possibility of creating engineering algorithms for assessing the state of the material of products subjected to hydrogenation on the basis of experimental data obtained in order to prevent dangerous degradation of its operational properties is shown.

Keywords: titanium, hydrogen embrittlement, structure degradation, structural noise, acoustic control.

DOI: 10.31857/S0130308224080015

1. ВВЕДЕНИЕ

Для многих конструкционных металлических материалов наличие в их структуре соединений водорода оказывает существенное влияние на весь комплекс физико-механических свойств [1—3].

В частности, для гидридообразующих металлов, таких как титан и сплавы на его основе, водород — одна из самых вредных примесей. Малая растворимость водорода в α -фазе титана приводит к образованию гидридов (TiH_x) даже при небольших концентрациях внедренного водорода. Гидридные включения снижают ударную вязкость и пластичность металла, уменьшают его трещиностойкость. Степень деградации прочностных характеристик титана и его сплавов прямо зависит от содержания водорода. Поэтому задача контроля содержания водорода и дефектов структуры водородного происхождения является особенно актуальной. Таким образом, для ответственных технических объектов ядерной энергетики, химической промышленности и нефтегазовой отрасли [4, 5], а также для изделий, эксплуатируемых в водородосодержащих средах, необходима разработка новых и совершенствование существующих методов контроля наводороженного состояния материалов.

Для оценки структурной деградации материалов наиболее привлекательными являются методы неразрушающего контроля, среди которых для решения практических задач большой интерес представляют акустические методы [6—8].

В настоящее время не сформулированы достаточно надежные подходы к оценке степени наводороживания конструкционных материалов с использованием акустических методов. Это объясняется сложностью влияния соединений водорода на структуру материала и, как следствие, на его механические свойства, в том числе и акустические характеристики. В процессе наводороживания титанового сплава происходят сложные, немонотонные изменения морфологических особенностей его структуры, приводящие к разнонаправленным изменениям акустических параметров [1, 8]. Влияние наводороживания на важнейшие механические и эксплуатационные свойства может оказаться значительно сильнее, чем на акустические характеристики. Поэтому к информативности и чувствительности акустических методов контроля предъявляют повышенные требования. Этим объясняются попытки использования в качестве информативных не только прямые ультразвуковые параметры — скорость звука и коэффициент затухания [9—11], но и результаты обработки (корреляционной, спектральной, вейвлет- и др.) как распространяющихся сигналов, так и структурного шума (СШ) [12—14].

Наводороженная структура титанового сплава может быть представлена в виде структуры с определенным типом рассеянных повреждений (гидридов титана) [15]. Рассеянный ультразвуковой сигнал можно считать СШ, являющийся информативной характеристикой рассеянной водородной поврежденности исследуемого материала [16—18]. Одной из первых работ, в которой приведены экспериментально зарегистрированные осциллограммы обратно рассеянного сигнала на образцах с водородной поврежденностью, является [19]. Из работы следует, что амплитуда обратно рассеянного сигнала на частоте 10 МГц возрастает в 7—12 раз. Это позволяет использовать характеристики СШ для оценки степени наводороживания титанового сплава.

Таким образом, целью настоящей работы является разработка способа неразрушающей оценки степени наводороживания титанового сплава на основе анализа спектрально-энергетических параметров акустического СШ.

2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

В качестве материала для исследования выбран α -титановый сплав ВТ1-0. Образцы для исследования представляли собой пластины с размером 75×15 мм и толщиной 3 мм, вырезанные вдоль направления проката. Химический состав исследуемого сплава приведен в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав сплава ВТ1-0, мас. %

Материал	Al	Fe	Cr	Mn	Si	C	N	O	H	Ti
ВТ1-0	0,96	0,37	0,25	0,03	0,1	До 0,07	До 0,04	До 0,2	До 0,01	Ост.

Наводороживание образцов проводили в газовой среде методом Сивертса при температуре плюс 550°C и избыточном давлении водорода 0,01 МПа. Образцы выдерживали в установке наводороживания в течение 1, 3 и 5 ч для получения различных концентраций водорода в сплаве. Концентрацию водорода определяли методом высокотемпературной экстракции на приборе ELTRA ОН-800. Относительное среднее квадратичное отклонения измерения массовой доли водорода в титановых сплавах на данном приборе не превышает 10 %.

Для определения плотности исследуемого сплава после наводороживания от каждого образца были отрезаны образцы размером 15×15×3 мм. Плотность измеряли методом гидростатического взвешивания. Взвешивание производили на прецизионных аналитических весах ВЛА-200 при температуре окружающего воздуха 21 °С в соответствии с ГОСТ 20018—74.

Плотность образцов в г/см³ вычисляли по формуле:

$$\rho = \frac{m_1 \rho_1}{m_2}, \quad (1)$$

где m_1 — масса испытуемого образца, г; ρ_1 — плотность дистиллированной воды на воздухе, г/см³; m_2 — масса объема дистиллированной воды, вытесненной образцом, помещенным в дистиллированную воду, равная разности масс образца, взвешенного на воздухе, и образца, взвешенного в воде, г.

Металлографический анализ образцов проводили по стандартной схеме: шлифовка, полировка и последующее травление в растворе 60 мл H₂O + 6 мл HF + 3 мл HNO₃. Изображения микроструктур получали с применением оптического металлографического микроскопа «SIAMS AT-24TRF».

Акустические измерения проводились с использованием измерительно-вычислительного комплекса «АСТРОН», обеспечивающего прецизионное измерение амплитудно-временных параметров акустических импульсов и программную обработку результатов в реальном масштабе времени. Погрешность измерения времени распространения упругих волн ± 1 нс. Толщину образцов измеряли с точностью 0,001 мм. При выполнении акустических измерений использовались прямые совмещенные пьезопреобразователи продольных и поперечных горизонтально поляризованных волн с номинальной частотой 5 МГц с пьезопластинами в форме квадрата со стороной 4 мм. Кроме того, использовались преобразователи поверхностных волн в форме двойного клина с жесткой базой и номинальной частотой 3 МГц. Измерения проводили не менее 5 раз в каждой точке контроля с последующей статистической обработкой.

3. АЛГОРИТМЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИНФОРМАТИВНЫХ АКУСТИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ

При разработке инженерных методик количественной оценки степени наводороживания материалов конструктивных элементов и деталей в условиях реальной эксплуатации следует учитывать два принципиальных ограничения: односторонний (как правило) доступ в зоне измерений и невозможность прецизионного измерения толщины в этой зоне. Отсюда следует, что скорость упругих волн (как один из физических параметров) имеет существенные ограничения при контроле наводороживания материала эксплуатируемых объектов. Скорость упругих волн применима лишь в случаях, когда ее изменение при изменении содержания водорода заметно превышает погрешность, с которой определена толщина, а это, как правило, не всегда выполняется.

Определение коэффициента затухания не требует высокой точности измерения толщины материала. Однако в силу необходимости определения амплитудных параметров упругих волн измерение коэффициента затухания обладает значительной погрешностью (свыше 10 %), что также сужает возможность использования этого параметра в реальных условиях.

Тем не менее скорость и затухание упругих волн фигурируют в существующих моделях (физических и феноменологических) и описывают влияние структуры и физико-механических свойств на характеристики распространения упругих волн в твердых телах. В рассматриваемой методике эти параметры будут использованы для построения искомых расчетно-экспериментальных методик количественного контроля степени наводороживания в материалах.

В данной статье для оценки степени наводороживания на примере титанового сплава BT1-0 предприняты попытки использования двух групп акустических параметров:

«временные» параметры многократно отраженных упругих импульсов, построенные на основании прецизионных измерений, которые, в частности, применяются для определения скорости звука;

спектральные характеристики как акустических сигналов, так и акустического СШ, возникающего при рассеянии сигнала на структурных неоднородностях, в том числе и вызываемых процессами образования гидридов при наводороживании.

3.1. Оценка степени наводороживания с использованием временных параметров упругих импульсов

Для разработки количественных способов контроля содержания водорода в исследуемом сплаве воспользуемся подходом, изложенным в работе [20], посвященной контролю пористости деталей из порошковой стали спектрально-акустическим методом. В этой работе на феноменологическом уровне в рэлеевском приближении рассмотрены закономерности трансформации спектра упругого импульса с гауссовой огибающей [20], распространяющегося в наводороженном материале, может быть представлена:

$$S(t, 0) = Ae^{-kt^2} \cos(\omega_0 t + \varphi_0), \quad (2)$$

где A , k — постоянные материала; ω_0 — круговая частота несущей импульса; φ_0 — начальная фаза; t — время.

В результате исследований влияния степени наводороживания на плотность титанового сплава BT1-0 было получено, что с ростом концентрации водорода плотность сплава снижается (разуплотнение). Результаты представлены на рис. 1.

Из рис. 1 видно, что связь концентрации водорода со степенью разуплотнения $\Delta\rho = \frac{\rho_0 - \rho}{\rho_0}$

практически функциональная: зависимость $\Delta\rho(H)$ является прямо пропорциональной с коэффициентом детерминации 0,9989.

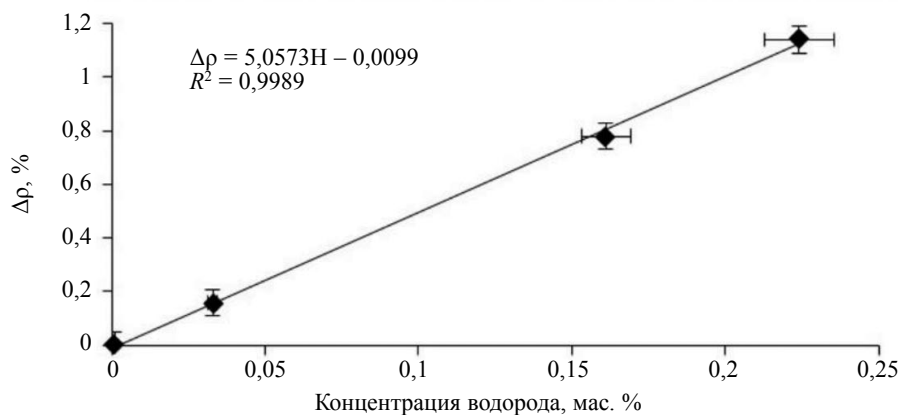


Рис. 1. Влияние концентрации водорода на разуплотнение сплава ВТ1-0.

В настоящее время понятие поврежденность (как физически измеряемая величина) включает в себя много интерпретаций. Например, плотность микротрещин, пор, дислокаций и т.д. Также в качестве меры поврежденности может быть использовано изменение плотности материала. Учитывая полученные на рис. 1 результаты, практически линейная зависимость плотности исследуемого сплава от концентрации водорода в нашей работе будем считать, что повышение содержание водорода также является мерой поврежденности материала. Тогда, с учетом полученных результатов и отмеченной выше трактовки поврежденности как меры разуплотнения можем считать, что связь концентрации водорода H с фазовой скоростью и коэффициентом затухания волн мегагерцового диапазона описывается формулами:

$$\alpha(\omega) = (k_1 + k_2 H) \omega^4; \quad (3)$$

$$V(\omega) = V_0(1 - k_3 H - k_4 H \omega^2), \quad (4)$$

где k_1, k_2, k_3, k_4 — постоянные материала.

Следует заметить, что соотношения (3), (4) справедливы для диапазонов значений содержания водорода, внутри которых механизм изменения морфологии структуры сплава не претерпевает резких изменений.

Форма импульса $S(t, x)$, прошедшего расстояние x в наводороженном материале, определяется с помощью обратного преобразования Фурье:

$$S(t, x) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} F(\omega, 0) K_m(\omega, x) e^{j\omega t} d\omega, \quad (5)$$

где $F(\omega, 0)$ — спектр импульса на входе в материал; $K_m(\omega, x)$ — передаточная функция материала, рассматриваемого как акустический четырехполюсный преобразователь, которую можно записать в виде:

$$K_i(\omega, x) = \exp \left[-\alpha(\omega) x - j \frac{\omega x}{V(\omega)} \right], \quad (6)$$

а x — акустический путь упругого импульса.

Выражения для частотно зависимых коэффициента затухания $\alpha(\omega)$ и скорости $V(\omega)$ для микронеоднородного материала в рамках широко используемой в настоящее время механики сред с повреждениями принято связывать с величиной поврежденности Ψ , которую часто связывают с разуплотнением материала вследствие трещинообразования или других повреждающих факторов.

Для исследований образцы вырезали из листового проката, который, с точки зрения характеристик упругой анизотропии, относится к ортотропным материалам, имеющим три взаимно ортогональные плоскости симметрии, две из нормалей к которым лежат в плоскости листа и направлены вдоль и перпендикулярно направлению проката (оси OX_1 и OX_2 ортогональной системы), третья нормаль направлена вдоль толщины листа (ось OX_3).

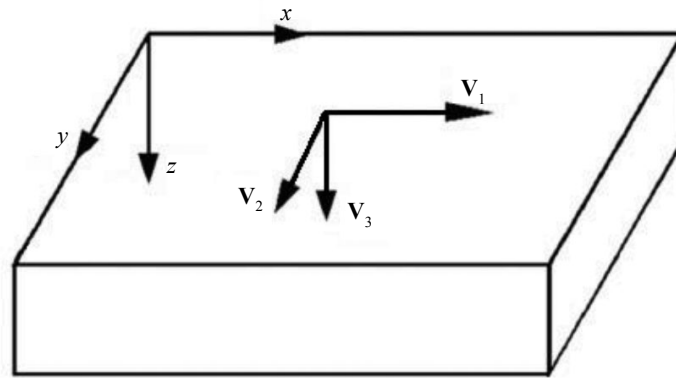


Рис. 2. Направления распространения волн в материале:
 V_1 — сдвиговая волна, параллельная поляризация; V_2 — сдвиговая волна, перпендикулярная поляризация;
 V_3 — продольная волна.

При исследовании распространения объемных упругих волн их волновые векторы были направлены вдоль толщины листа (их скорости V_i , где $i = 1, 2$ для горизонтально поляризованных поперечных волн, поляризованных вдоль осей X_1 и OX_2 соответственно, $i = 3$ — для продольной волны (рис. 2)).

Пренебрегая дисперсионными добавками, запишем выражение для скорости распространения объемных волн [20]:

$$V_i = V_i^{(0)}(1 - k^{(i)}H), \quad (7)$$

где $V_i^{(0)}$ — скорости упругих волн для материала в исходном состоянии; $k^{(i)}$ — экспериментально определяемые коэффициенты; $i = 1 \dots 3$ (в зависимости от типа упругой волны).

При разработке способов количественной оценки пористости, основанных на использовании объемных волн, мы будем применять эхо-импульсный метод с прямыми совмещенными преобразователями.

В качестве информативных измеряемых параметров, не зависящих от толщины материала в зоне измерений, целесообразно использовать отношение скорости продольной волны к скорости сдвиговой [20]. Тогда соответствующие отношения через время распространения упругих волн примут вид:

$$d_1 = \frac{V_3}{V_1} = \frac{t_{1,n}^{(1)}}{t_{1,n}^{(3)}}, \quad d_2 = \frac{V_3}{V_2} = \frac{t_{1,n}^{(2)}}{t_{1,n}^{(3)}}, \quad (8)$$

где V_1, V_2 — скорости распространения поперечных волн с продольной и поперечной поляризациями; V_3 — скорость продольной волны; $t_{1,n}^{(i)}$ — задержки n -х отраженных импульсов соответствующих типов волн относительно первых отраженных импульсов.

Через акустические параметры d_1, d_2 определяются такие важнейшие механические характеристики ортотропного материала, как коэффициенты Пуассона:

$$\nu_{31} = \frac{d_1^{(2)} - 2}{2(d_1^{(2)} - 1)}, \quad \nu_{32} = \frac{d_2^{(2)} - 2}{2(d_2^{(2)} - 1)}, \quad (9)$$

которые, как показано в ряде работ [22, 23], чувствительны к изменению структуры металлов при многих внешних термических и механических воздействиях на них.

Как следует из формул (7)–(11), связь параметров d_1, d_2 с содержанием водорода в материале можно записать в виде:

$$d_i = d_i^{(0)} \frac{1 - k^{(i)}H}{1 - k^{(3)}H}, \quad (10)$$

$d_i^{(0)}$ — значения соответствующих акустических параметров для материала в исходном состоянии; $i = 1, 2$.

В линейном приближении формулу (10) запишем следующим образом:

$$\delta d_i = \frac{d_i - d_i^{(0)}}{d_1^{(0)}} = k_d^{(i)} H, \quad (11)$$

где $k_d^{(i)} = k^{(i)} - k^{(3)}$.

Эксперименты показали, что для уменьшения случайной погрешности может быть использован также усредненный параметр $\langle d \rangle = \frac{d_1 + d_2}{2}$, для которого справедлива линейаризованная формула:

$$\delta \langle d \rangle = \frac{\langle d \rangle - \langle d^{(0)} \rangle}{\langle d^{(0)} \rangle} = \langle k_d \rangle H, \quad (12)$$

$$\text{где } \langle k_d \rangle = \frac{k_d^{(1)} d_1^{(0)} + k_d^{(2)} d_2^{(0)}}{2 \langle d^{(0)} \rangle}.$$

Из формул (11) следуют расчетные выражения для определения величины H :

$$H = \frac{\delta d_1}{k_d^{(1)}}, \quad (13)$$

$$H = \frac{\delta d_2}{k_d^{(2)}}, \quad (14)$$

$$H = \frac{\delta \langle d \rangle}{\langle k_d \rangle}. \quad (15)$$

Широко используемой характеристикой, не зависящей от толщины материала в зоне контроля, является параметр акустической анизотропии A .

Обычно этот параметр рассчитывается по формуле:

$$A_2 = 2 \frac{V_1 - V_2}{V_1 + V_2} = 2 \frac{t_{1,n}^{(2)} - t_{1,n}^{(1)}}{t_{1,n}^2 + t_{1,n}^1} \quad (16)$$

или, как предложено в работе [22]:

$$A_3 = \frac{V_1^2 - V_2^2}{V_1^2 + V_2^2 + V_3^2} = \frac{\frac{1}{(t_{1,n}^{(1)})^2} - \frac{1}{(t_{1,n}^{(2)})^2}}{\frac{1}{(t_{1,n}^{(1)})^2} + \frac{1}{(t_{1,n}^{(2)})^2} + \frac{1}{(t_{1,n}^{(3)})^2}}. \quad (17)$$

С учетом формул (7) следует ожидать линейной связи параметра A_2 с величиной H :

$$\Delta A_2 = A_2 - A_2^{(0)} = K_2^{(A)} H, \quad (18)$$

из которой следует формула для определения степени наводороживания:

$$H = \frac{\Delta A_2}{K_2^{(A)}}. \quad (19)$$

Из экспериментов видно наличие удовлетворительной линейной связи другой характеристики анизотропии A_3 с величиной H :

$$\Delta A_3 = A_3 - A_3^{(0)} = K_3^{(A)} H, \quad (20)$$

что приводит к формуле для оценки степени наводороживания через значение A_3 :

$$H = \frac{\Delta A_3}{K_3^{(A)}}. \quad (21)$$

В формулах (18)—(21) величины $A_2^{(0)}, A_3^{(0)}$ соответствуют ненаводороженному материалу, $K_2^{(A)}, K_3^{(A)}$ — постоянные.

Результаты экспериментов, описанных ниже, показали также наличие вполне достоверной регрессионной связи коэффициентов Пуассона, рассчитываемых по формуле (9), и их среднего значения $\langle v \rangle$ со степенью наводороживания:

$$\Delta v_{31} = v_{31} - v_{31}^{(0)} = k_{v_{31}} H; \quad (22)$$

$$\Delta v_{32} = v_{32} - v_{32}^{(0)} = k_{v_{32}} H; \quad (23)$$

$$\Delta \langle v \rangle = \langle v \rangle - \langle v \rangle^{(0)} = k_{\langle v \rangle} H, \quad (24)$$

которые соответствуют расчетным формулам для определения концентрации водорода через соответствующие коэффициенты Пуассона:

$$H = \frac{\Delta v_{31}}{k_{v_{31}}}; \quad (25)$$

$$H = \frac{\Delta v_{32}}{k_{v_{32}}}; \quad (26)$$

$$H = \frac{\Delta \langle v \rangle}{k_{\langle v \rangle}}. \quad (27)$$

В работе [20] получен ряд соотношений, описывающих эффекты, возникающие при распространении упругих импульсов в поврежденной среде, некоторые из которых могут быть использованы для построения способов количественной оценки параметра H . Воспользуемся аналогичными подходами.

Кроме достаточно очевидных параметров d_i и производных от них, не зависящих от толщины материала, легко получить еще одну временную характеристику, чувствительную к степени наводороживания и также не зависящую от толщины.

В [20] показано, что при распространении упругого импульса в поврежденной среде возникает линейно возрастающее с расстоянием смещение средней частоты несущей, причем скорость нарастания смещения пропорциональна характеристике рассеянной поврежденности, т.е. в нашем случае содержанию водорода H :

$$\omega_0(x) = \omega_0 - 8(k_1 + k_2 H)x\omega_0^3. \quad (28)$$

Подставив выражение (28) в соотношение (4), при $\omega = \omega_0$ получим формулу для скорости распространения фазы импульса, соответствующей центральной спектральной частоте:

$$V[\omega_0(x)] = V_0[1 - k_3 H - k_4 H(\omega_0(x))^2 + 16k_1 k_4 H x (\omega_0(x))^4]. \quad (29)$$

Выражение (29) показывает, что скорость перемещения фазы импульса, соответствующей центральной частоте, увеличивается в процессе распространения импульса (своеобразное «ускорение» импульса), причем интенсивность этого увеличения пропорциональна степени наводороженности H .

Для многократно отраженных импульсов формула (29) приобретает вид:

$$\frac{2h}{t_{n,n+1}^{(i)}} = V_0 - AH - BH + 2nhCH, \quad (30)$$

где h — толщина материала; $A = k_3 V_0$; $B = k_4 V_0 \omega_0^2$; $C = 16k_1 k_4 V_0 \omega_0^4$; $i = 1, 2$.

Из (30), пренебрегая поправками второго порядка малости, легко получить соотношение между задержками $t_{1,2}^{(i)}$, $t_{n,n+1}^{(i)}$ и величиной H , не содержащее неизвестной толщины материала:

$$R_n^{(i)} = \frac{1}{t_{n,n+1}^{(i)}} - \frac{1}{t_{1,2}^{(i)}} = CH(n-1). \quad (31)$$

Уравнение (31) можно рассматривать как уравнение линейной регрессии без свободного члена функции $R_n^{(i)}$ по переменной $(n-1)$, при этом степень наводороживания определяет значение единственного коэффициента регрессии Q в уравнении регрессии:

$$R_n^{(i)} = Q(n-1). \quad (32)$$

Значение H находится на основании экспериментальной зависимости этого коэффициента от степени наводороживания $Q = f(H)$, которая, исходя из (31), должна быть прямо пропорциональной:

$$Q = CH. \quad (33)$$

Формула для определения величины H в данном случае имеет простой вид:

$$H = \frac{Q}{C}. \quad (34)$$

3.2. Оценка степени наводороживания с учетом сдвига амплитудного спектра

Из соотношения (28) следует, что уменьшение центральной спектральной частоты импульса f_0 по мере его распространения в наводороженном материале зависит от степени наводороживания H .

Из формулы (28) для многократно отраженных импульсов легко получить следующее выражение для характеристики смещения амплитудного спектра n -го отраженного импульса относительно первого:

$$\delta f_0(n) = \frac{f_0(1) - f_0(n)}{nhf_0^3} = D + GH, \quad (35)$$

где h — толщина материала в зоне измерений $f_0 = \frac{\omega_0}{2\pi}$; $D = 64\pi^2 k_1$; $G = 64\pi^2 k_2$.

Коэффициенты D и G определяются по результатам регрессионной обработки экспериментальных зависимостей $\delta f_0(n) = f(H)$, а для определения величины H может быть использована формула:

$$H = \frac{\delta f_0(n) - D}{G}. \quad (36)$$

Следует отметить, что в ряде экспериментальных работ отмечено влияние процессов деградации структуры материала на сдвиг амплитудного спектра распространяющихся в нем упругих импульсов, что подтверждает корректность выводов, сделанных на основе приведенного выше теоретического анализа.

3.3. Оценка степени наводороживания по спектрально-энергетическим параметрам структурного шума

Как отмечено выше, в качестве информативных параметров в задачах акустической структурометрии кроме традиционно используемых скорости распространения и коэффициента затухания упругих волн все большее внимание привлекают такие их характеристики, как параметры СШ.

В работах [15—17, 23—25] предложен метод ультразвуковой структуроскопии изделий из сложноструктурных материалов с помощью анализа спектральных характеристик СШ. Авторами показано, что комплексный радиотехнический анализ сигнала СШ дает возможность установить связь энергетического спектра с характером структурных неоднородностей исследуемого материала.

Сравнительный анализ экспериментальных данных показал, что при оценке параметров микроструктуры, микропор, микровключений, микротрещин и других микроповреждений, обеспечивающих рэлеевский характер рассеяния импульсов мегагерцового диапазона, к числу наиболее информативных характеристик следует отнести параметры энергетического спектра СШ.

СШ является случайным процессом, нестационарным по дисперсии, связанной с важнейшей характеристикой — энергетическим спектром. Это накладывает особенности на применение развитых к настоящему времени приемов обработки случайных процессов.

Существенно упрощает задачу оценки энергетического спектра СШ теоретически и экспериментально доказанная для типичных конструкционных материалов (в отличие от сложноструктурных) допустимость предположения о локально стационарном характере шума на участках оконного фурье-анализа [26].

Для получения необходимых количественных оценок энергетического спектра нами использовалось оконное преобразование сигнала $U(t)$ в виде [27]:

$$S_k = \sum_{n=0}^{N-1} u_n w_n e^{-j \frac{2\pi}{N} kn}, \quad (37)$$

где S_k — отсчеты спектральной плотности; N — количество эквидистантных отсчетов сигнала u_n на интервале его наблюдения; w_n — отсчеты оконной функции, в качестве которой используется окно Хэмминга [28, 29]:

$$w_n = \begin{cases} 0,53836 - 0,46164 \cos \frac{2\pi}{N} n, & n = 0, 1, \dots, N-1 \\ 0, & n \geq N \end{cases}, \quad (38)$$

имеющее наименьший уровень боковых лепестков — порядка -43 дБ.

Вследствие формирования СШ за счет множественного рассеяния на случайных неоднородностях его энергетическому спектру, полученному в результате обработки одной реализации, свойственен сильно изрезанный характер.

Чтобы получить сглаженный характер энергетического спектра, нужно его вычислить для большого числа реализаций, а затем произвести статистическое усреднение энергетического спектра. Этот метод математически корректен, так как в этом случае энергетический спектр СШ вычисляется в соответствии с правилами теории случайных процессов, однако для его осуществления требуется достаточно много (не менее нескольких десятков) независимых реализаций.

В данной работе нами использован прием статистического усреднения результатов измерений с целью сглаживания энергетических спектров, основанный на расчете энергетического спектра с помощью модифицированных периодограмм методом Уэлча [29], который обеспечивает состоятельную оценку величины P_k .

При разбиении массива значений СШ общей длительностью $N_{\text{ш}}$ на N_{seg} сегментов выражение для модифицированной периодограммы «структурный шум» примет вид:

$$P_k(i) = \frac{1}{U} \cdot \left| \sum_{n=0}^{N_{\text{ш}}-1} u_n(i) w_n(i) e^{-j \frac{2\pi}{N_{\text{ш}}} kn} \right|^2, \quad (39)$$

где $N_{\text{ш}}$ — длительность периодограммы; $i = 1, \dots, N_{\text{seg}}$; $\frac{1}{U}$ — весовой коэффициент, введенный Уэлчем:

$$U = \frac{\sum_{n=0}^{N_{\text{ш}}-1} |w_n(i)|^2}{N_{\text{ш}}}. \quad (40)$$

Общее число сегментов N_{seg} зависит от длительности шума $N_{\text{ш}}$, длительности периодограммы $N_{\text{п}}$ и степени перекрытия сегментов t_s , %:

$$N_{\text{seg}} = \text{Int} \left[\frac{N_{\text{ш}} - N_{\text{п}}}{N_{\text{п}} \left(1 - \frac{t_s}{100} \right)} \right]. \quad (41)$$

Выражение для спектральной плотности мощности в соответствии с [29] имеет вид:

$$P_k = \frac{1}{N_{\text{seg}}} \sum_{i=1}^{N_{\text{seg}}} P_k(i). \quad (42)$$

Исследования проводились с использованием импульсов поверхностных волн с частотой 3 МГц по методике, аналогичной изложенной в работе [13].

Сказанное иллюстрируется ниже приведенными рисунками.

На рис. 3 приведена типичная осциллограмма, содержащая импульс поверхностной волны, прошедший через образец с повреждениями (образовавшиеся в структуре грубые выделения гидроксида титана), и СШ для образца с содержанием водорода 0,161 мас. %.



Рис. 3. Типичная осциллограмма для образца с содержанием водорода 0,161 мас. %.

На рис. 4 приведены соответствующие энергетические спектры. Для наглядности спектр СШ умножен на коэффициент 10^3 .

Рис. 4 показывает близость центральных спектральных частот сигнала и шумовой части осциллограммы что свидетельствует о том, что последняя связана именно с акустическим СШ.

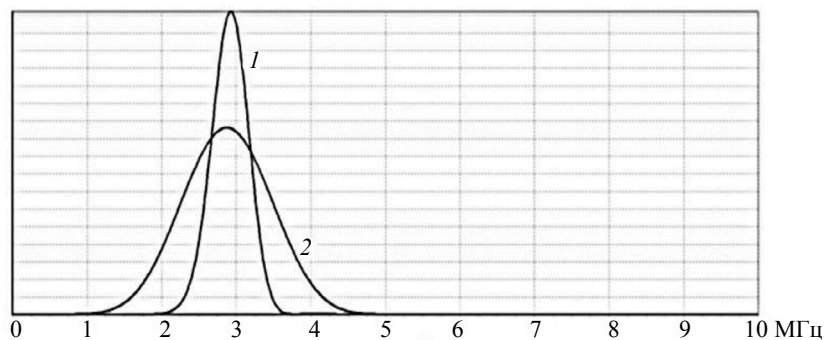


Рис. 4. Энергетические спектры импульса поверхностной волны (1) и СШ (2).

Из рис. 4 видно, что метод периодограмм эффективно сглаживает энергетический спектр СШ, что должно привести к заметному уменьшению случайных погрешностей при определении его энергетических характеристик.

В данной работе по аналогии с [12, 13] в качестве информативной количественной характеристики СШ будем использовать величину относительной энергии:

$$W = \frac{E_{\text{ш}}}{E_{\Sigma}}, \quad (43)$$

где $E_{\text{ш}}$ — энергия шума, которая рассчитывается по формуле:

$$E_{\text{ш}} = \frac{1}{N_{\text{п}}} \sum_{k=0}^{N_{\text{п}}-1} P_k, \quad (44)$$

где P_k рассчитывается по формуле (40).

Полная энергия шума и сигнала E_{Σ} :

$$E_{\Sigma} = E_{\text{ш}} + E_{\text{с}}, \quad (45)$$

где $E_{\text{с}}$ — энергия сигнала, рассчитываемая по формуле, аналогичной формуле (44):

$$E_{\text{с}} = \sum_{k=0}^{N_{\text{с}}-1} P_k, \quad (46)$$

где $N_{\text{с}}$ — длительность сигнала.

Способ оценки концентрации водорода H может быть построена на базе экспериментальной зависимости:

$$W = f(H). \quad (47)$$

Как показали приведенные ниже экспериментальные результаты, зависимость (47) может быть линеаризована:

$$W = W_1 + W_2 H, \quad (48)$$

где W_1, W_2 — постоянные.

Из (48) следует расчетная формула для концентрации водорода:

$$H = \frac{W - W_1}{W_2}. \quad (49)$$

4. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

На рис. 5 приведены типичные осциллограммы для поперечных и продольных волн соответственно.

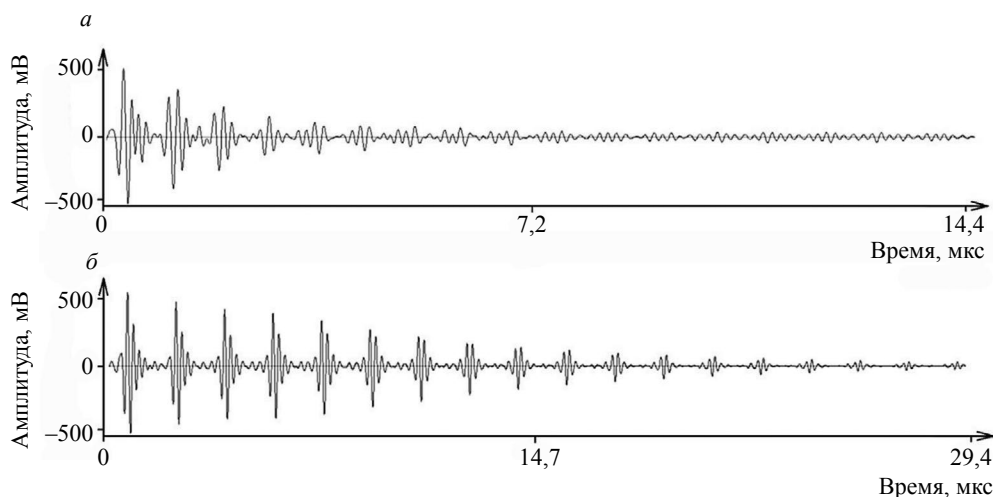


Рис. 5. Типичные осциллограммы отраженных импульсов продольных (а) и поперечных (б) волн.

Из рис. 5 видно, что для реализации измерительных алгоритмов оценки концентрации водорода, основанных на использовании выше описанных «тонких» параметров «ускорения» импульсов R_n^i и сдвига спектра $\delta f_0(n)$, целесообразнее использовать поперечные волны, имеющие значительно меньший коэффициент затухания. Это обеспечивает большее количество упругих импульсов, прошедших через образец.

Продольные волны (совместно с поперечными) использовались для измерения традиционных характеристик, связанных с отношениями скоростей распространения волн различного типа.

4.1. Влияние наводороживания на временные параметры упругих импульсов

На рис. 6а приведены графики, иллюстрирующие влияния концентрации водорода на временные параметры Δd_1 , Δd_2 , Δd_1 , $\Delta \langle d \rangle$, на рис. 6б — аналогичные графики для параметров ΔA_2 , ΔA_3 , а на рис. 6в — для параметров Δv_{31} , Δv_{32} , $\Delta \langle v \rangle$.

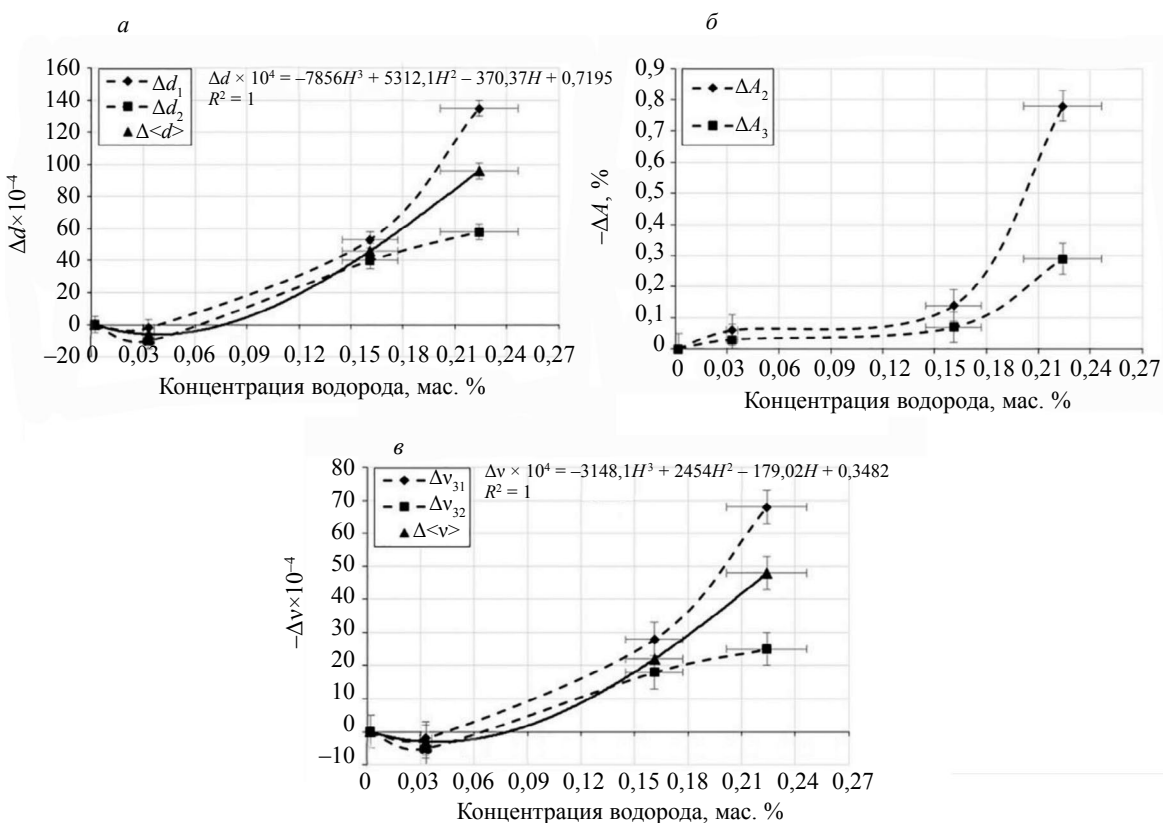


Рис. 6. Влияния концентрации водорода на временные параметры d_1 , d_2 , $\langle d \rangle$ (а), ΔA_2 , ΔA_3 (б) и на коэффициенты Пуассона v_{31} , v_{32} , $\langle v \rangle$ (в).

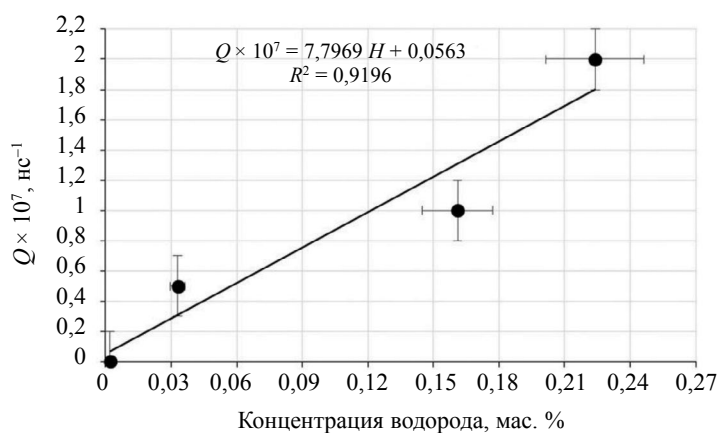
Ниже описаны результаты экспериментальной проверки влияния степени наводороженности на теоретически описанный выше эффект «ускорения» импульса с целью оценки возможности построения соответствующего расчетного способа.

На рис. 7 приведены графики зависимости параметра «ускорения» импульса поперечных волн R_n^i (формула (39)) от номера отраженного импульса для различных значений концентрации водорода.

Рис. 7 показывает, что зависимости $R_n(n-1)$ близки к прямо пропорциональным с коэффициентом детерминации не менее 0,9 (кроме случая минимальной концентрации водорода, для которого зависимость не выявляется, что позволяет считать соответствующий коэффициент детерминации равным 0).

На рис. 8 приведена зависимость коэффициентов регрессии Q для разных прямых на рис. 7 от концентрации H .

Достоверность аппроксимации прямо пропорциональной зависимости $Q(H)$ равна 0,92, что подтверждает справедливость формулы (33), для которой коэффициент $Q \approx 7,8 \times 10^{-7} \text{ нс}^{-1}$.

Рис. 7. Зависимость параметра «ускорения» R_n от номера отраженного импульса.Рис. 8. Влияние концентрации водорода на коэффициент регрессии Q .

4.2. Влияние наводороживания на параметры сдвига амплитудного спектра

На рис. 9 приведены графики амплитудных спектров для 1-го и 15-го отраженных импульсов поперечных волн при различных концентрациях водорода ($C_{[H]}$).

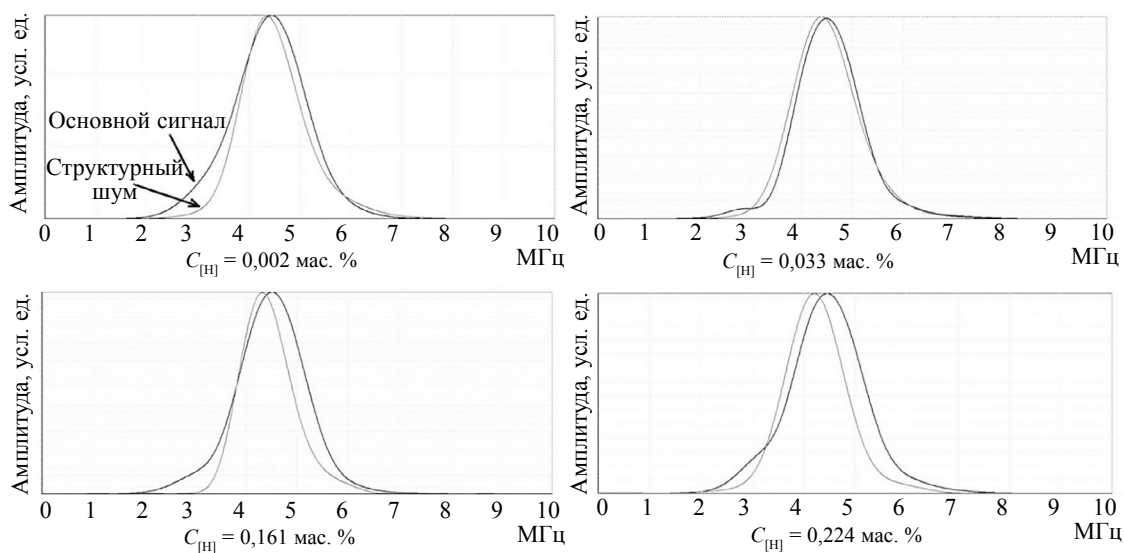
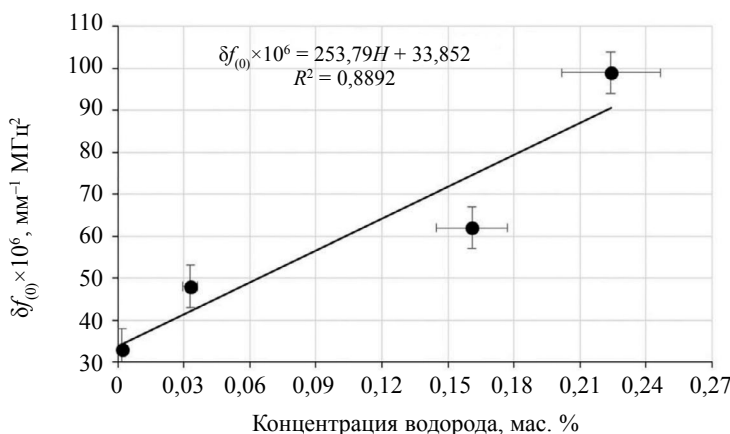


Рис. 9. Смещение амплитудного спектра 15-го отраженного импульса относительно 1-го для различных концентраций водорода в сплаве BT1-0.

Рис. 10. Влияния концентрации водорода на параметр смещения спектра $\delta f_0(n)$.

На рис. 10 приведен график зависимости параметра $\delta f_0(n) = \frac{f_0(1) - f_0(n)}{nhf_0^3}$ (формула (35)) от концентрации водорода.

Коэффициенты регрессии в формуле (39): $D = 33,8 \times 10^{-6} (\text{мм})^{-1}(\text{МГц})^{-2}$, $G = 253,8 \times 10^{-6} (\text{мм})^{-1}(\text{МГц})^{-2}$. Коэффициент детерминации составил 0,89.

4.3. Влияние наводороживания на спектрально-энергетические параметры структурного шума

При экспериментальном исследовании влияния степени наводороживания на относительную энергию СШ W , последнюю рассчитывали с использованием программного обеспечения ИВК «АСТРОН», содержащего блок БПФ с числом точек 2^{13} .

На рис. 11 приведен график зависимости параметра W от степени наводороживания.

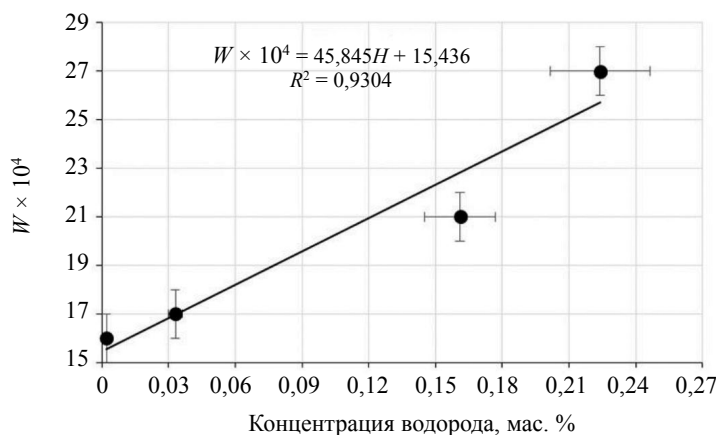


Рис. 11. Влияния концентрации водорода в сплаве ВТ1-0 на относительную энергию СШ.

Зависимость $W(H)$ с коэффициентом детерминации 0,93 аппроксимируется линейной зависимостью с коэффициентами $W_1 \approx 15,4 \times 10^{-4}$, $W_2 \approx 45,8 \times 10^{-4}$.

На графиках зависимостей изменения значений акустических параметров Δd и v от концентрации водорода (рис. 6а) в точке, соответствующей $C_{[H]} = 0,033$ мас. %, наблюдается провал. Это, по-видимому, объясняется сменой физического механизма влияния наводороживания на структуру титанового сплава ВТ1-0 и его упругие характеристики. Полученные физические свойства сплава ВТ1-0 (без признаков наводороживания, $C_{[H]} = 0,002$ мас. %) и гидроксида титана приведены в табл. 2.

Таблица 2

Физические свойства исследуемого сплава BT1-0 и гидрида титана

Материал	Плотность ρ , г/см ³	E , ГПа	G , ГПа	ν
BT1-0 ($C_{[H]} = 0,002$ мас. %)	4,492	121,0	45,8	0,322
TiH _(1,5-2) ($C_{[H]} = 3,5 - 4,04$ мас. %)	3,794	168,2	71,9	0,170

На рис. 12 приведены микроструктуры сплава BT1-0 с различным содержанием водорода. При повышении содержания водорода в сплаве наблюдается образование гидридной фазы TiH_x, расположенной в теле зерна и по границам зерен. При небольших насыщениях до концентраций водорода (~ 0,01 мас. %) атомы водорода занимают октаэдрические пустоты в кристаллической решетке титана, при этом присутствие незначительного количества гидридов не оказывает существенного влияния на упругие свойства материала. При дальнейшем увеличении концентрации водорода в сплаве происходит формирование грубых гидридных выделений на границе зерен. Размеры таких включений возрастают с ростом концентрации водорода, а при больших концентрациях ($C_{[H]} = 0,224$ мас. % на рис. 12) гидриды, объединяясь, формируют граничную сетку трещин. Таким образом, структурная деградация в α -титановых сплавах в присутствии водорода оказывает существенное влияние на весь комплекс физико-механических свойств материала, включая упругие, непосредственно контролируемые при реализации акустических методов.

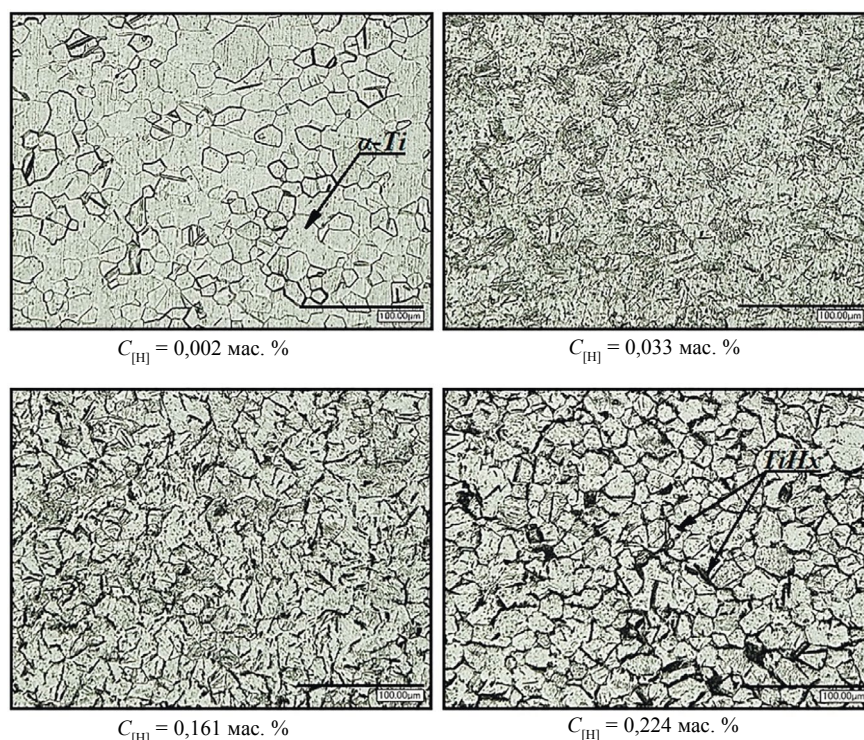


Рис. 12. Микроструктуры сплава BT1-0 с различным содержанием водорода.

Использование большинства предложенных акустических способов обеспечивает приемлемую погрешность при определении концентрации водорода в титановом сплаве BT1-0. При этом наименьшую точность при малых содержаниях водорода в сплаве имеют параметры Δd_2 и Δv_{32} .

ВЫВОДЫ

В результате проделанной работы можно сделать следующие выводы:

1. Увеличение содержания водорода (до 0,224 мас. %) в сплаве BT1-0 приводит к разуплотнению (снижение плотности на 1,7 %) и изменению структуры сплава (образованию и росту объемной доли хрупкой составляющей — гидрида титана).

2. Структурные изменения при наводороживании сплава ВТ1-0 оказывают существенное влияние на параметры как сигнала (увеличение временных параметров Δd , ΔA и коэффициента Пуассона $\Delta \nu$), так и структурного шума (увеличение относительной энергии СШ W , параметра смещения спектра $\delta f_0(n)$, коэффициента регрессии Q , параметра «ускорения» импульса поперечных волн R_n^i).

3. Разработанный способ акустической оценки наводороженного состояния показал, что увеличение содержания водорода до 0,224 мас. % приводит к изменению значений названных выше акустических коэффициентов до 1 %. Это значительно превышает погрешность измерения и, соответственно, может быть использовано в задачах неразрушающего контроля оценки степени наводороживания титановых сплавов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Khlybov A.A., Ryabov D.A., Shishulin D.N., Pichkov S.N. Physical Acoustics Methods for Assessing Hydrogen Embrittlement in PT-7M Grade Titanium Alloy // *Inorganic Materials: Applied Research*. 2023. V. 14. No. 1. P. 164—171. DOI: 10.1134/S2075113323010173
2. Щур Д.В., Загинайченко С.Ю., Везироглу А., Везироглу Т.Н., Золотаренко А.Д., Габдуллин М.Т., Рамазанов Т.С., Золотаренко А.Д., Золотаренко А.Д. Особенности изучения систем атомарный водород—металл // *Альтернативная энергетика и экология (ISJAE)*. 2019. № 13—15. С. 62—87.
3. Laadel Nour-Eddine, Mansori Mohamed El, Kang Nan, Marlin Samuel, Boussant-Roux Yves. Permeation barriers for hydrogen embrittlement prevention in metals — A review on mechanisms, materials suitability and efficiency // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2022. V. 47. Is. 76. P. 32707—32731.
4. Верховский А.Е., Гаджиев К.Г., Уртенев Д.С., Гаджиев Д.К. Влияние наводороживания и температуры на служебные характеристики титанового сплава // *Международный научно-исследовательский журнал*. 2021. № 1 (103). С. 57—60.
5. Кантюков Р.Р., Запечалов Д.Н., Ваганов Р.К. Исследование влияния водорода на стали в сероводородсодержащих и других средах на газовых объектах // *Известия высших учебных заведений. Черная Металлургия*. 2024. № 67 (1). С. 53—64. DOI: 10.17073/0368-0797-2024-1-53-64
6. Чернов И.П., Черданцев Ю.П., Мамонтов А.П., Панин А.В., Никитенков Н.Н., Лидер А.М., Гаранин Г.В. Неразрушающие методы контроля водородного охрупчивания конструкционных материалов // *Альтернативная энергетика и экология*. 2009. № 2. С. 15—22.
7. Лидер А.М., Ларионов В.В., Гаранин Г.В., Кренинг М.Х. Метод ультразвукового определения водорода в материалах и изделиях на основе титана // *Журнал технической физики*. 2013. Т. 83. Вып. 9. С. 157—158.
8. Полянский В.А., Беляев А.К., Полянский А.М., Третьяков Д.А., Яковлев Ю.А. Водородная хрупкость как результат поверхностных явлений при деформации металлов // *Физическая мезомеханика*. 2022. Т. 25 (3). С. 27—37.
9. Gomes P.M., Domizzi G., Lopez Pumagera M.I., Ruzzante J.E. Characterization of hydrogen concentration in Zircaloy-4 using ultrasonic techniques // *Journal of Nuclear Materials*. 2006. V. 353. P. 167—176.
10. Chunjie Ye., Wenbin Kan, Yongfeng Li, Hongliang Pan. Experimental study of hydrogen embrittlement on AISI 304 stainless steels and Rayleigh wave characterization // *Engineering Failure Analysis*. 2013. V. 34. P. 228—234.
11. Yebo Lu, Wenbin Kan, Hongliang Pan. Effect of hydrogen concentration on the ultrasonic propagation properties in 304 stainless steel / *International Conference on Fracture. ICF12. Ottawa*. 2009.
12. Khlybov A.A., Uglov A.L., Bakiev T.A., Ryabov D.A. Assessment of the degree of damage in structural materials using the parameters of structural acoustic noise // *Nondestructive Testing and Evaluation*. 2022. V. 38 (2). P. 331—350. DOI: 10.1080/10589759.2022.2126470
13. Хлыбов А.А., Углов А.Л. Об использовании параметров структурного шума при контроле поверхностными акустическими волнами Рэлея стали 20ГЛ в процессе упругопластического деформирования // *Дефектоскопия*. 2021. № 7. С. 3—10.
14. Качанов В.К., Соколов И.В., Первушин В.В., Тимофеев Д.В. Структуроскопия изделий из полимерных материалов с помощью анализа мгновенного спектра ультразвуковых сигналов // *Дефектоскопия*. 2019. № 6. С. 3—10.
15. Романишин Р.И., Романишин И.М. Оценка рассеянной поврежденности конструкционных материалов // *Дефектоскопия*. 2019. № 2. С. 25—35.
16. Карташев В.Г., Качанов В.К., Соколов И.В., Воронкова Л.В., Концов Р.В. Структурный шум при ультразвуковом контроле изделий из материалов со сложной структурой // *Дефектоскопия*. 2018. № 1. С. 19—32.
17. Романишин Р.И., Романишин И.М. Обработка обратно рассеянного сигнала в ультразвуковом контроле // *Дефектоскопия*. 2018. № 6. С. 11—16.
18. Hirsekorn S., Van Andel P.W., Netzelmann U. Ultrasonic Methods to Detect and Evaluate Damage in Steel // *NDT & E*. 1998. 15:6. P. 373—393.
19. Han Y.K., Thompson R.B. Ultrasonic backscattering in duplex microstructures: Theory and application to titanium alloys // *Metall. Mater. Trans.* 1997. A28. P. 91—104.

20. Хлыбов А.А., Углов А.Л., Демченко А.А. О спектрально-акустическом способе оценки пористости металлов, полученных методом горячего изостатического прессования // Дефектоскопия. 2022. № 12. С. 3—16.
21. Сараев Л.А. К теории упругости микронеоднородных сред, учитывающей стохастические изменения связности составляющих компонентов // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. 2021. № 2. С. 132—143. DOI: 10.15593/perm.mech/2021.2.12
22. Mishakin V.V., Gonchar A.V., Kurashkin K.V., Klyushnikov V.A., Kachanov M.. On low-cycle fatigue of austenitic steel. Part I: Changes of Poisson's ratio and elastic anisotropy // International Journal of Engineering Science. 2021. V. 168. P. 103567.
23. Kachanov M., Mishakin V.V., Pronina Yu. On low cycle fatigue of austenitic steel. Part II: Extraction of information on microcrack density from a combination of the acoustic and eddy current data // International Journal of Engineering Science. 2021. V. 169. P. 103569.
24. Муравьев В.В., Байтерьяков А.В. Влияние эксплуатационной грузонапряженности рельсов на акустические структурные шумы // Дефектоскопия. 2016. № 11. С. 50—58.
25. Муравьев В.В., Котоломов А.Ю., Байтерьяков А.В., Дедов А.И. Определение размера зерна металла по акустическим структурным шумам // Известия высших учебных заведений. Черная Металлургия. 2014. V. 57 (11). С. 65—69. DOI:10.17073/0368-0797-2014-11-65-69.
26. Сергиенко Б.А. Цифровая обработка сигналов. СПб.: Питер, 2006. 751 с.
27. Хэмминг Р.В. Цифровые фильтры. М.: Недра, 1987. 221 с.
28. Hayes M. H. Statistical digital signal processing and modeling. John Wiley & Sons, 2009. 624 p.
29. Welch P. The use of the fast Fourier transform for the estimation of power spectra: A method based on time averaging over short, modified periodograms // IEEE Trans. Audio Electroacoust. 1967. V. 15. P. 70—73.

REFERENCES

1. Khlybov A.A., Ryabov D.A., Shishulin D.N., Pichkov S.N. Physical Acoustics Methods for Assessing Hydrogen Embrittlement in PT-7M Grade Titanium Alloy // Inorganic Materials: Applied Research. 2023. V. 14. No. 1. P. 164—171. DOI: 10.1134/S2075113323010173
2. Schur D.V., Zaginaichenko S.Yu., Veziroglu A., Veziroglu T.N., Zolotareno A.D., Gabdullin M.T., Ramazanov T.S., Zolotareno A.D., Zolotareno A.D. Features of Studying Atomic Hydrogen — Metal Systems. Alternative Energy and Ecology (ISJAE). 2019. V. 13—15. P. 62—87. (In Russ.) DOI:10.15518/isjaee.2019.13-15.62-87
3. Laadel Nour-Eddine, Mansori Mohamed El, Kang Nan, Marlin Samuel, Boussant-Roux Yves. Permeation barriers for hydrogen embrittlement prevention in metals — A review on mechanisms, materials suitability and efficiency // International Journal of Hydrogen Energy. 2022. V. 47. Is. 76. P. 32707—32731.
4. Verkhovsky A.E., Gadzhiev K.G., Urtenov D.S., Gadzhiev D.K. Influence of Hydrogenation and Temperature on the Service Characteristics of Titanium Alloy // International Research Journal. Jan. 2021. No. 1 (103). DOI: 10.23670/IRJ.2021.103.1.007
5. Kantyukov R.R., Zapevalov D.N., Vagapov R.K. Effect of hydrogen on steels in hydrogen sulfide-containing and other environments at gas facilities // Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2024. V. 67 (1). P. 53—64. DOI: 10.17073/0368-0797-2024-1-53-64
6. Chernov I.P., Cherdantsev Yu.P., Mamontov A.P., Panin A.V., Nikitenkov N.N., Leader A.M., Garanin G.V. Non-destructive methods of control of hydrogen embrittlement of structural materials // Alternative energy and ecology. 2009. No. 2. P. 15—22.
7. Leader A.M., Larionov V.V., Garanin G.V., Krening M.H. Method of ultrasonic determination of hydrogen in titanium-based materials and products // Journal of Technical Physics. 2013. V. 83. Is. 9. P. 157—158.
8. Polyansky V.A., Belyaev A.K., Polyansky A.M., Tretyakov D.A., Yakovlev Yu.A. Hydrogen brittleness as a result of surface phenomena during deformation of metals // Physical Mesomechanics. 2022. V. 25 (3). P. 27—37.
9. Gomes P.M., Domizzi G, Lopez Pumagera M.I., Ruzzante J.E. Characterization of hydrogen concentration in Zircaloy-4 using ultrasonic techniques // Journal of Nuclear Materials. 2006. V. 353. P. 167—176.
10. Chunjie Ye., Wenbin Kan, Yongfeng Li, Hongliang Pan. Experimental study of hydrogen embrittlement on AISI 304 stainless steels and Rayleigh wave characterization // Engineering Failure Analysis. 2013. V. 34. P. 228—234.
11. Yebo Lu, Wenbin Kan, Hongliang Pan. Effect of hydrogen concentration on the ultrasonic propagation properties in 304 stainless steel / International Conference on Fracture. ICF12. Ottawa. 2009.
12. Khlybov A.A., Uglov A.L., Bakiev T.A., Ryabov D.A. Assessment of the degree of damage in structural materials using the parameters of structural acoustic noise // Nondestructive Testing and Evaluation. 2022. V. 38 (2). P. 331—350. DOI: 10.1080/10589759.2022.2126470
13. Khlybov A.A., Uglov A.L. On the use of structural noise parameters in testing 20GL steel with rayleigh surface waves under elastoplastic deformation // Defektoskopiya. 2021. No. 7. P. 3—10. DOI: 10.31857/S0130308221070010

14. *Kachanov V.K., Sokolov I.V., Timofeev D.V., Pervushin V.V.* Structure analysis of products made of polymer materials using instantaneous spectra of ultrasonic signals // *Defektoskopiya*. 2019. No. 6. P. 3—10. DOI: 10.1134/S0130308219060010
15. *Romanishin R.I., Romanishin I.M.* Assessment of scattered damage in structural materials // *Defektoskopiya*. 2019. No. 2. P. 25—35. DOI: 10.1134/S0130308219020039
16. *Kartashev V.G., Kachanov V.K., Sokolov I.V., Voronkova L.V., Konts R.V.* Structural noise during ultrasonic inspection of products made of materials with a complex structure // *Defektoskopiya*. 2018. No. 1. P. 19—32.
17. *Romanishin R.I., Romanishin I.M.* Processing of backscattered signal in ultrasonic testing // *Defektoskopiya*. 2018. No. 6. P. 11—16. DOI: 10.1134/S1061830918060074
18. *Hirsekorn S., Van Andel P.W., Netzelmann U.* Ultrasonic Methods to Detect and Evaluate Damage in Steel // *NDT & E*. 1998. 15:6. P. 373—393.
19. *Han Y.K., Thompson R.B.* Ultrasonic backscattering in duplex microstructures: Theory and application to titanium alloys // *Metall. Mater. Trans.* 1997. A28. P. 91—104.
20. *Khlybov A.A., Uglov A.L., Demchenko A.A.* On the spectral-acoustic method for estimating the porosity of metals obtained by hot isostatic pressing // *Defektoskopiya*. 2022. No. 12. P. 3—16.
21. *Saraev L.A.* On the theory of elasticity of micro-inhomogeneous media with account for stochastic changes in the connectivity of constituent components // *PNRPU Mechanics Bulletin*. 2021. No. 2. P. 132—143. DOI: 10.15593/perm.mech/2021.2.12
22. *Mishakin V.V., Gonchar A.V., Kurashkin K.V., Klyushnikov V.A., Kachanov M.* On low-cycle fatigue of austenitic steel. Part I: Changes of Poisson's ratio and elastic anisotropy // *International Journal of Engineering Science*. 2021. V. 168. P. 103567.
23. *Kachanov M., Mishakin V.V., Pronina Yu.* On low cycle fatigue of austenitic steel. Part II: Extraction of information on microcrack density from a combination of the acoustic and eddy current data // *International Journal of Engineering Science*. 2021. V. 169. P. 103569.
24. *Muravyov V.V., Bayteryakov A.V.* Influence of operational load-bearing of rails on acoustic structural noises // *Defektoskopiya*. 2016. No. 11. P. 50—58. DOI: 10.31857/S0130308221070010
25. *Murav'ev V.V., Kotolomov A.Yu., Baiteryakov A.V., Dedov A.I.* The methodology of determining the grain size by acoustic structural noise of steel // *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2014. V. 57 (11). P. 65—69. (In Russ.). DOI: 10.17073/0368-0797-2014-11-65-69
26. *Sergienko B.A.* Tsifrovaya obrabotka signalov (Digital signal processing). St. Petersburg: Peter, 2006. 751 p.
27. *Hamming R.V.* Tsifrovyye fil'try (Digital filters). Moscow: Nedra, 1987. 221 p.
28. *Hayes M. H.* Statistical digital signal processing and modeling. John Wiley & Sons, 2009. 624 p.
29. *Welch P.* The use of the fast Fourier transform for the estimation of power spectra: A method based on time averaging over short, modified periodograms // *IEEE Trans. Audio Electroacoust.* 1967. V. 15. P. 70—73.